

Numéro d'ordre : 41140

Université Lille 1 - Sciences et Technologies

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

Caroline BOLLINGER

**RHEOLOGIE DE L'OLIVINE POLYCRISTALLINE AUX CONDITIONS DU MANTEAU  
SUPERIEUR : ETUDE EN D-DIA**

Soutenue le 2 juillet 2013

M. Jannick INGRIN

Président du jury

M. Bruno REYNARD

Rapporteur

M<sup>me</sup> Andréa TOMMASI

Rapporteur

M. Micha BYSTRICKY

Examineur

M. Sébastien MERKEL

Directeur de thèse









Numéro d'ordre : 41140

Université Lille 1 - Sciences et Technologies

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

Caroline BOLLINGER

**RHEOLOGIE DE L'OLIVINE POLYCRISTALLINE AUX CONDITIONS DU MANTEAU  
SUPERIEUR : ETUDE EN D-DIA**

Soutenue le 2 juillet 2013

M. Jannick INGRIN

Président du jury

M. Bruno REYNARD

Rapporteur

M<sup>me</sup> Andréa TOMMASI

Rapporteur

M. Micha BYSTRICKY

Examineur

M. Sébastien MERKEL

Directeur de thèse







# *Merci*

Si ce manuscrit concentre l'aspect professionnel de la thèse, la thèse en elle-même ne se résume (heureusement !) pas à ces pages. Long parcours de quatre ans, et même si dans deux semaines des coquilles sont retrouvées, si dans trois mois des erreurs sont soulevées, si dans deux ans tout est réfuté, il n'en restera pas moins, à l'issue, ces quelques lignes immuables.

Il est coutume d'écrire des remerciements. Coutume qui n'est pas moins dénuée de sincérité. Au risque de mépriser les convenances, je souhaiterai profiter de cet espace de liberté et me faire plaisir, un peu égoïstement. Mea culpa. Ou pas.

Fruit d'un mélange insolite et inattendu d'évènements et de rencontres, beaucoup d'instantanés ont été magiques et intenses. Mais plus que tout, cette thèse, c'est moi. Et moi j'aime écrire, entre autres. Alors elle mérite bien un petit emballage cadeau.

Il y a quatre ans, je ne me posais pas réellement de question quant à mon avenir plus ou moins lointain. J'ai suivi ma formation de géologue à Strasbourg, ville natale, bercée de traditions, dans le cocon familial, à vivre mes études avec implication et application. Petite, en cours préparatoire et après huit jours de classe, l'institutrice nous a demandé ce que nous souhaiterions faire quand nous serions grands. Des habituels métiers « comme papa » aux doux rêves d'une enfance qui s'étale, en passant par le plus insolite, les écoles d'infirmières auraient d'ores et déjà dû afficher complet, la sécurité des personnes aurait été assurée par une belle bande de pompiers en culotte courte, le désir profond de profiter de la vie au travers d'un mariage de choix possédait déjà de solides bases argumentées, et l'industrie du bassin Rhénan a connu depuis une ampleur prometteuse. J'ai répondu, sans savoir d'où ça me venait ni savoir ce que ça signifiait, « la fac ».

Plus tard, au cours d'une escapade familiale vers 10 ans, c'est en tapotant pour la première fois sur un petit filon de quartz avec un tout petit marteau pour mini-clous que l'univers minéral m'est apparu, étrange, mystérieux et secret. En seconde, c'est en naviguant en guise d'initiation et d'ouverture d'esprit scientifique aux confins du cosmos que les idées quant à mes envies scientifiques ont commencé à se préciser. A la sortie du bac, la fac, comme je l'avais toujours souhaité, sans savoir pourquoi. Mais pour quel domaine ? J'aime les sciences, mais en réalité j'aime tant de choses... Et ne suis pas forcément prédestinée à... la physique ? Les arts ? La géol ? La musique ? La philo ? L'élevage de chèvres dans les Vosges ? J'aime la nature, observer, analyser, me promener. Et je me dirige, ayant déjà fait mon choix des années avant, inconsciemment, vers les sciences de la Terre.

Et j'ai tracé ma route, presque sans interrogations, avec plaisir et envie, avec un but évident, en choisissant à la dernière étape de faire une thèse. En fait non, je n'ai pas choisi, ça aussi, ça a été naturel.

Mais il y a quatre ans, j'étais loin de comprendre ce que ça impliquait. J'étais loin de soupçonner les dessous du projet. J'étais loin de tout, et pourtant... Je me suis lancée, naïve et confiante, à corps perdu, dans l'aventure. Et quelle aventure !...

Alors ces quatre ans ne se sont pas passés en ermite (pas complètement) ni sans remous. Ce qui les aurait aussi rendues moins contrastées, moins vivantes. Ce qui aurait aussi très certainement sacrément raccourci ces lignes. L'accompagnement aura été ponctuel ou continu, intense, doux ou agressif, riche et varié, selon les instants, par tous ou quelques-uns.

A tous, bravo et merci.

Ma vie bien rangée à Strasbourg s'en est suivie d'un chamboulement décidé pour passer quelques années dans l'équipe Physique des Minéraux de l'Unité Matériaux et Transformations à l'Université de Lille 1.

Ce tournant a été l'amorce d'une transformation non négligeable qui a fait de moi quelqu'un de plus sûr, un peu plus affirmée, et qui m'a menée au métier de chercheur avec plus de rigueur et de structure que je n'ai jamais pu en avoir.

Heureusement ponctué d'un succès, je tiens à exprimer à présent mon respect et ma gratitude envers les membres du jury qui ont accepté d'examiner ce travail et ont apporté un jugement sûr et éclairé sur sa qualité : Micha Bystricky, Jannick Ingrin, Bruno Reynard, Andréa Tommasi.

Cet aboutissement n'étant pas l'œuvre d'un seul élan mais un apprentissage par ses pairs, je remercie vivement mon directeur de thèse, Sébastien Merkel, et sa patience, pour avoir su me conduire malgré mes nombreuses lacunes et mon tempérament vers un ensemble cohérent et riche de perspectives.

Un profond respect, animé d'une gratitude je l'espère à la hauteur de son engagement, me tournent naturellement à remercier Patrick Cordier qui m'a transmis la passion et une certaine maîtrise de la microscopie électronique en transmission. Cet échange de savoirs a été l'occasion de nombreuses autres discussions diverses et variées dans des directions pour le moins souvent inattendues... Quel délice ! Son aide et son amitié m'ont été et me sont précieuses et parfois indispensables au long du parcours...

Ce travail est également le fruit d'une entraide entre expérimentateurs dévoués à leur cause. J'adresse mes remerciements à Jennifer Girard et Caleb Holyoke pour les Rosted Beef sur lit de salade et Lasagna Bolognese Long Islandaises qui ont rythmé nos soirées synchrotrons entre deux thermocouples.

Je voudrais également exprimer ma reconnaissance à Fabrice Barou, Ingénieur de Recherche CNRS de l'Université de Montpellier pour son aide aux mesures EBSD. Ceci a été l'amorce prometteuse nécessaire au déroulement de ce travail.

Un merci particulier également à Jannick pour les mesures infrarouges, qui ont permis de redéfinir les contours au cœur de ce labeur.

Enfin, un tel projet mobilisant plusieurs disciplines, je tiens à remercier Olivier Castelnau et Fabrice Detrez pour leurs conseils, leur écoute et leur pédagogie qui m'ont permis d'utiliser leur code VPSC et de pousser un peu plus loin l'analyse des données.

Ma récente passion pour la microscopie n'aurait pu être révélée sans la patience, la pugnacité, l'apparente décontraction de Jeff. Si un jour les insertions devenaient trop hasardeuses, l'apiculture te donnera peut-être des ailes ? En tout cas, merci pour les leçons de conduite !

Je souhaite remercier également celui qui m'a accueillie durant presque deux ans dans son bureau, nous permettant d'échanger un peu de connaissances musicales et que j'aurais quand même beaucoup bassiné avec le Donjon de Naheulbeuk... Merci à toi John pour ta compagnie et tes conseils avisés. J'espère avoir été une co-bureau somme toute agréable !

Outre une séance à APS, un verre à Chicago et quelques autres rigolades, pas mal d'embuches ou de verrous ont pu être évités voire débloqués grâce à votre expertise sur presse D-DIA : Elodie et Nadège, merci à vous les filles pour les discussions scientifiques et autres !

Ma reconnaissance se porte naturellement aussi vers tous les étudiants en thèse, Antoine, Boris, François, Guillaume, Julie, Juliette, Lise, Nils, Priscille. Vous avez été nombreux à supporter mes jérémiades et pétages de plomb, mes crises de rires et de blues. Saadia, reste ce petit soleil... Merci pour votre soutien et courage à vous tous !

Merci aussi, de tout cœur, à celles et ceux pour lesquelles je commets la maladresse de ne pas les citer par oubli, et non par dédain.



Enfin, plus personnellement, les travers de la thèse ne peuvent être supportés humainement qu'avec l'amour et le soutien sans failles de nos plus proches, amis ou famille. Mon choix de parcours professionnel, d'une façon générale, a longtemps été regardé avec étonnement mais sans jugement.

Philippe, merci pour les pauses clopes et ton accueil en fin de rédac dans ton bureau ! Ce qui m'amène à remercier également du fond du cœur mon amie Karine (et sa puce) pour ces soirées entre filles, son écoute et sa patience sans faille. Te rencontrer a apaisé bien des écueils !

Patrick, ton écoute, ta disponibilité, ton amitié, ta force, ta patience, ta générosité, m'ont permis de grandir. Discuter musique, neurosciences, Montaigne, Schopenhauer, cailloux, physique, peinture, et autres sujets plus légers aura stimulé nos cervelles, nos échanges, notre créativité. Et la créativité est la cartographie du cerveau, son instantané. Je te dois énormément, et plus encore... J'espère ne jamais te décevoir.

Michel, merci à toi pour ces échanges de mails qui ont permis de faire retomber souvent pas mal de pression. J'espère qu'à présent tu t'épanouis dans ton nouveau job ! J'ai toujours plaisir à lire de tes nouvelles.

Je tiens à t'assurer, Jojo, que tes blagues sur les bagnards-casseurs de cailloux ont alimenté souvent bien des fous-rires et ont contribué à dédramatiser aussi bien qu'à ne rien laisser gonfler ! Ta présence ce jour-là était indispensable. Je suis fière de toi...

Eric, merci d'avoir partagé tout ça en serrant les dents, très souvent. Ces longues années côte à côte n'ont pas toujours été faciles, dans un sens comme dans l'autre, mais heureusement toujours teintées d'espoir et de joie. Ta compréhension et ta patience ont été mises à rude épreuve sans faillir. Merci pour ces cadeaux... Puissais-je en faire de même pour toi à présent !

Je tiens à adresser une pensée, empreinte d'émotion, à mes grands-parents, en particulier à Papy, pour qui le choix de vie devrait être l'avènement des rêves. Le temps te semble si long... Dans mon cœur, malgré mon absence, vous avez su m'accompagner.

Enfin, je tiens à exprimer ma plus profonde reconnaissance à mes parents, qui ont tant fait pour que je puisse arriver à tout ceci, et leur implication souvent difficile aussi bien en me laissant un espace de respiration que pour leur formidable et généreux investissement à la toute fin. Merci Papa, merci Maman !

Plus largement, un merci sincère à toute ma famille.





*A Papy,  
pour qui chaque maison ne peut vivre sans son rosier.*

*A Jojo.*

*A PB,  
pour qui il n'est rien de plus important que la quête de la  
réalisation de soi. Cet aboutissement est aussi le tien.  
Si aujourd'hui j'ignore tout de demain, j'ai grâce à toi une  
certitude pourtant : aujourd'hui, je ne suis plus la même.*



*« La vraie force de l'esprit se mesure au degré d'incertitude  
qu'il est capable de surmonter »*

*« L'essentiel ce sont les gens, rien qu'eux, les gens... »*  
*Franz Kafka*











## RESUME

Ce manuscrit présente une étude expérimentale de l'effet de pression sur la rhéologie de l'olivine et de la forstérite aux conditions du manteau supérieur. En effet, certains aspects de la géodynamique de l'intérieur de la Terre restent méconnus. En particulier, le manteau supérieur, en convection, présente une anisotropie sismique dont l'amplitude diminue avec la profondeur. L'olivine, composant principal du manteau supérieur, possède des propriétés mécaniques mal comprises.

Des polycristaux d'olivine et de forstérite sont déformés en presse D-DIA entre 3 et 8 GPa et 1373-1673 K. A l'aide de rayonnement synchrotron, une méthode d'analyse est mise au point pour mesurer *in situ* les contraintes et le développement de textures dans les échantillons. Ces résultats sont ensuite complétés par des analyses en microscopie électronique en transmission.

Ces données expérimentales permettent de contraindre les lois rhéologiques en déformation par fluage-dislocation, en conditions « hydratées » et jusque 8 GPa. Un effet de pression est observé avec un volume d'activation de  $12,8 \pm 5 \text{ cm}^3.\text{mol}^{-1}$  pour l'olivine. Ce paramètre est de  $12,5 \pm 5 \text{ cm}^3.\text{mol}^{-1}$  pour la forstérite, avec un exposant de contrainte déterminé à  $n_{Fo} = 2,35 \pm 0,6$ . L'effet d'eau est moins marqué que celui de la pression, et le rend l'olivine plus ductile que la forstérite.

Les textures développées au cours des expériences montrent un plan de glissement (010) dominant en-dessous de 8 GPa. Au-delà, d'autres systèmes de glissement et/ou un autre mécanisme de déformation entrent en jeu. Cette transition de textures est bien corrélée avec la chute d'anisotropie observée dans le manteau supérieur en-deçà de 200 km.



## ABSTRACT

This manuscript presents an experimental investigation of the effect of pressure on the rheology of olivine and forsterite. Indeed, the geodynamics of the Earth's interior is not always well understood and needs input for experimental data. The movements of materials in the Earth mantle induce plastic deformation of the constitutive minerals and, particularly, are connected to the rheology of olivine, the main constituent of the upper mantle.

Polycrystalline olivine and forsterite are deformed in D-DIA at pressure-temperature conditions of the upper mantle, from 3 to 8 GPa and 1373-1673 K. Coupled with synchrotron radiations, applied stresses and developed lattice preferred orientations are measured *in situ*, with the addition of transmission electron microscopy observations on the run products.

From these experimental data, rheological laws have been determined in dislocation-creep regime, under "wet" conditions and below 8 GPa for both of these minerals. Pressure effect is observed with an activation volume of  $12.8 \pm 5 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$  for olivine. For forsterite, this parameter is  $12.5 \pm 5 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ , with a stress-exponent of  $n_{Fo} = 2.35 \pm 0.6$ . The water influence is apparently not significant compared to the pressure effect, and the iron-bearing olivine is more ductile than iron-free olivine.

Developed textures show a dominant slip-system along the (010) plane below 8 GPa. Above, textures are weaker, leading to the conclusion that others slip-systems and/or deformation mechanisms take a part in the plasticity of the olivine. This transition is well correlated with the decreasing of the observed seismic anisotropy of the upper mantle below -200 km.



# SOMMAIRE

|                                                                                                 |           |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>INTRODUCTION</b>                                                                             | <b>5</b>  |
| <b>1. RHEOLOGIE DE L'OLIVINE ET DU MANTEAU SUPERIEUR</b>                                        | <b>9</b>  |
| <b>I. CONTEXTE GEOPHYSIQUE</b>                                                                  | <b>9</b>  |
| I.1. LES ENVELOPPES DE LA TERRE                                                                 | 9         |
| I.2. LE MANTEAU                                                                                 | 11        |
| I.3. MESURES SISMIQUES ET ANISOTROPIE                                                           | 13        |
| I.4. OBSERVATIONS D'ANISOTROPIE DANS LE MANTEAU                                                 | 15        |
| <b>II. L'OLIVINE</b>                                                                            | <b>16</b> |
| II.1. OCCURRENCES NATURELLES                                                                    | 16        |
| II.2. STRUCTURE ET DIAGRAMMES DE PHASE                                                          | 17        |
| II.3. LES MICROSTRUCTURES DE DEFORMATION DANS L'OLIVINE                                         | 19        |
| II.3.1. SYSTEMES DE GLISSEMENT ATTENDUS                                                         | 19        |
| II.3.2. SYSTEMES DE GLISSEMENT OBSERVES                                                         | 20        |
| II.3.2.1. <u>Dans des échantillons naturels</u>                                                 | 20        |
| II.3.2.2. <u>Expériences de déformation : les polycristaux</u>                                  | 21        |
| II.3.2.3. <u>Expériences de déformation : les monocristaux</u>                                  | 21        |
| <b>III. RHEOLOGIE DE L'OLIVINE</b>                                                              | <b>24</b> |
| III.1. PLASTICITE ET MISE EN ŒUVRE EN D-DIA                                                     | 24        |
| III.2. EFFET DE LA PRESSION SUR LES LOIS RHEOLOGIQUES                                           | 24        |
| III.3. DIFFERENTES LOIS RHEOLOGIQUES                                                            | 25        |
| III.4. EFFET DE L'EAU SUR LA RHEOLOGIE                                                          | 26        |
| III.5. EFFET DE LA TAILLE DE GRAINS SUR LA LOI RHEOLOGIQUE                                      | 27        |
| III.6. CONCLUSIONS SUR LA RHEOLOGIE DE L'OLIVINE                                                | 27        |
| <b>IV. TEXTURE ET VITESSES SISMIQUES</b>                                                        | <b>29</b> |
| IV.1. OBSERVATIONS DANS DES ECHANTILLONS NATURELS                                               | 29        |
| IV.2. EFFET DE L'EAU SUR LA TEXTURE DANS L'OLIVINE POLYCRISTALLINE                              | 30        |
| IV.3. EFFET DE PRESSION SUR LES TEXTURES DANS L'OLIVINE POLYCRISTALLINE                         | 32        |
| IV.4. TEXTURES ET ANISOTROPIE                                                                   | 34        |
| <b>V. DEFORMATION EN D-DIA DE L'OLIVINE POLYCRISTALLINE AUX CONDITIONS DU MANTEAU SUPERIEUR</b> | <b>37</b> |

|                                                                         |           |
|-------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>2. METHODES EXPERIMENTALES</b>                                       | <b>41</b> |
| <b>I. DEFORMATION SOUS HAUTE PRESSION</b>                               | <b>41</b> |
| I.1. HISTORIQUE                                                         | 42        |
| I.1.1. JUSQU'À 5 GPA : APPAREILS CYLINDRIQUES                           | 42        |
| I.1.2. AU-DELA DE 5 GPA                                                 | 43        |
| I.1.3. AUTRES DISPOSITIFS : ENCLUMES OPPOSEES                           | 44        |
| I.2. LA D-DIA                                                           | 45        |
| I.3. PREPARATION DES ECHANTILLONS POUR LA DEFORMATION                   | 46        |
| I.4. CELLULE DE DEFORMATION                                             | 47        |
| I.5. MISE EN PLACE SUR SYNCHROTRON                                      | 48        |
| I.6. MULTIDECTEUR                                                       | 49        |
| I.7. RADIOGRAPHIE                                                       | 51        |
| I.8. DEROULEMENT D'UNE EXPERIENCE                                       | 52        |
| <b>II. MESURE DE LA CONTRAINTE</b>                                      | <b>53</b> |
| II.1. PRINCIPE DE DIFFRACTION                                           | 53        |
| II.2. PRESSION ET EQUATIONS D'ÉTAT                                      | 54        |
| II.3. PRINCIPE DE LA MESURE DE CONTRAINTE                               | 56        |
| II.4. MISE EN APPLICATION – LOGICIELS                                   | 59        |
| II.5. UTILISATION DES PISTONS COMME CALIBRANTS DE CONTRAINTE            | 63        |
| II.6. EXEMPLE : ETUDE CYCLEE                                            | 64        |
| <b>III. MESURE DE LA TEXTURE</b>                                        | <b>66</b> |
| III.1. PRINCIPE                                                         | 66        |
| III.2. CORRECTIONS                                                      | 67        |
| III.3. REPRESENTATION DES TEXTURES                                      | 70        |
| III.4. APPLICATION ET VALIDATION DU PROTOCOLE                           | 70        |
| III.5. ANALYSES POST-MORTEM                                             | 72        |
| III.6. PREPARATION DES ECHANTILLONS                                     | 73        |
| III.7. MESURES INFRA-ROUGES                                             | 73        |
| III.8. MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION (MET)                   | 75        |
| III.8.1. TAILLE DE GRAINS                                               | 78        |
| III.8.2. DISLOCATIONS                                                   | 78        |
| III.8.2.1. <u>Généralités</u>                                           | 78        |
| III.8.2.2. <u>Caractérisation de dislocations</u>                       | 79        |
| III.8.2.3. <u>Systèmes de glissement et dislocations dans l'olivine</u> | 80        |



|                                                                                     |            |
|-------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| III.8.2.4. <u>Densités de dislocations</u>                                          | 81         |
| III.9. ELECTRON BACKSCATTERING DIFFRACTION (EBSD)                                   | 81         |
| III.10. CARTOGRAPHIE D'ORIENTATION EN MET (ASTAR)                                   | 83         |
| <b>3. RHEOLOGIE DE L'OLIVINE DE SAN CARLOS</b>                                      | <b>87</b>  |
| I. CONTEXTE                                                                         | 87         |
| II. DOMAINE ETUDIE                                                                  | 87         |
| II.1. PRESSION, TEMPERATURE ET VITESSES DE DEFORMATION                              | 87         |
| II.2. TENEUR EN EAU                                                                 | 92         |
| II.3. MECANISME PLASTIQUE                                                           | 93         |
| III. RESULTATS                                                                      | 95         |
| III.1. EXPOSANT DE CONTRAINTE DE L'OLIVINE POLYCRISTALLINE                          | 95         |
| III.2. EFFETS DE PRESSION SUR LA RHEOLOGIE DE L'OLIVINE                             | 97         |
| III.3. EFFET DE L'EAU                                                               | 100        |
| III.4. COMPARAISON AU MONOCRISTAL                                                   | 101        |
| III.4.1. RHEOLOGIE DU MONOCRISTAL                                                   | 101        |
| III.4.2. DU MONOCRISTAL AU POLYCRISTAL                                              | 102        |
| III.4.3. MODELE DE SACHS APPLIQUE A L'OLIVINE POLYCRISTALLINE - MODELE GLOBAL       | 103        |
| III.4.4. MODELE DE SACHS APPLIQUE A L'OLIVINE POLYCRISTALLINE - ETUDE PRECISE       | 105        |
| III.4.5. MODÈLE VISCO-PLASTIQUE AUTO-COHÉRENT: VISCO-PLASTIC SELF-CONSISTENT (VPSC) | 106        |
| IV. DISCUSSION                                                                      | 108        |
| IV.1. EFFET DE PRESSION SUR LA RHEOLOGIE DE L'OLIVINE                               | 108        |
| IV.2. EFFET DE L'EAU                                                                | 110        |
| IV.3. COMPARAISON AU MONOCRISTAL                                                    | 110        |
| V. CONCLUSION                                                                       | 111        |
| <b>4. RHEOLOGIE DE LA FORSTERITE POLYCRISTALLINE</b>                                | <b>115</b> |
| I. CONTEXTE                                                                         | 115        |
| II. DOMAINE ETUDIE                                                                  | 115        |
| II.1. PRESSION, TEMPERATURE ET VITESSES DE DEFORMATION                              | 115        |
| II.2. TENEUR EN EAU                                                                 | 119        |
| II.3. MECANISME PLASTIQUE                                                           | 120        |
| III. RESULTATS                                                                      | 124        |

|                                                                |                |
|----------------------------------------------------------------|----------------|
| III.1. EXPOSANT DE CONTRAINTE                                  | 124            |
| III.2. EFFET DE PRESSION SUR LA RHEOLOGIE DE LA FORSTERITE     | 127            |
| <b>IV. DISCUSSION</b>                                          | <b>129</b>     |
| IV.1. COMPARAISON OLIVINE/FORSTERITE                           | 129            |
| IV.2. EFFET DE PRESSION SUR LA RHEOLOGIE DE LA FORSTERITE      | 130            |
| <b>V. CONCLUSION</b>                                           | <b>131</b>     |
| <br><b>5. TEXTURES DE DEFORMATION DANS L'OLIVINE</b>           | <br><b>135</b> |
| I. INTRODUCTION                                                | 135            |
| II. METHODE                                                    | 136            |
| II.1. SIMULATION VPSC (VISCO-PLASTIC SELF-CONSISTENT MODELING) | 136            |
| II.2. MESURES EXPERIMENTALES                                   | 141            |
| III. DISCUSSION                                                | 143            |
| IV. APPLICATION AU MANTEAU                                     | 145            |
| <br>CONCLUSION                                                 | <br>151        |
| REFERENCES                                                     | 155            |
| ANNEXES                                                        | 167            |

## INTRODUCTION

La Terre est une planète active. Ceci se manifeste à la surface par de nombreux phénomènes comme les orogénèses ou l'expansion du plancher océanique, mais aussi au travers d'évènements plus violents comme les séismes ou le volcanisme. Ces manifestations traduisent des mouvements de convection dans le manteau permettant la dissipation de la chaleur interne de la planète. L'étude des ondes sismiques qui traversent le globe nous renseigne sur les différentes couches qui le composent et apportent des informations multiples sur l'intérieur terrestre. La complexité d'analyse de ces ondes rend son observation délicate. Néanmoins, des hétérogénéités d'écoulement plastique des roches induisent des anomalies sismiques détectables en sismologie. Comprendre ces anisotropies nécessite une connaissance poussée et globale de la géodynamique du manteau, qui ne peut être appréhendée sans comprendre les propriétés mécaniques des roches et des minéraux soumis aux conditions de pressions et températures mantelliques.

Le manteau supérieur (jusqu'à -410 km) est majoritairement composé d'olivine, et c'est sur ce minéral que nous allons concentrer notre étude. En s'appuyant sur les dernières avancées techniques pour réaliser des expériences de déformation sous hautes pressions, nous avons utilisé une presse multi-enclumes de type D-DIA qui permet de déformer des échantillons aux conditions du manteau supérieur. L'acquisition de mesures et le traitement de données étant un défi permanent en essor ces dernières années, ces expériences sont couplées au rayonnement synchrotron. Si la mesure *in situ* de contraintes et de déformations a déjà fait l'objet de développements importants avant notre travail, l'acquisition de données de textures n'avait jamais été réalisée avec ces données. Nous avons développé une méthode qui permet aujourd'hui cette approche. La plasticité de l'olivine a déjà été étudiée au travers de

nombreuses études. Cependant, des travaux récents ont montré que sa plasticité pouvait être affectée par une teneur en eau significative ou par la pression. Nous avons mené de nouvelles recherches pour préciser ces observations en développant de nouveaux outils.

Le chapitre 1 présente le contexte de l'étude. Le chapitre 2 décrit les aspects expérimentaux ou analytiques employés. Les chapitres 3 et 4 exposent les expériences de déformation et l'analyse des lois rhéologiques d'échantillons d'olivine et de forstérite, respectivement. Le chapitre 5 porte plus spécifiquement sur l'analyse des orientations préférentielles et de l'anisotropie sismique dans le manteau.





# **1. RHEOLOGIE DE L'OLIVINE ET DU MANTEAU SUPERIEUR**

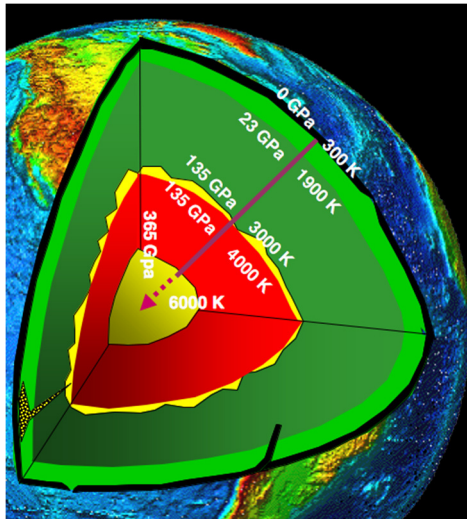
## **I. CONTEXTE GEOPHYSIQUE**

### **I.1. LES ENVELOPPES DE LA TERRE**

Au premier ordre, la Terre peut être considérée comme une succession de couches concentriques en interaction les unes avec les autres (figure 1.1). Dans la partie supérieure se situe la croûte, pouvant être soit océanique, soit continentale, et dont l'épaisseur varie entre 10 et 70 km.

L'intérieur de la Terre se divise ensuite en deux parties distinctes : le manteau et le noyau. Le manteau est un peu plus décrit dans la section suivante, mais on peut déjà préciser qu'il est constitué du manteau supérieur entre -20 et -410 km, d'une zone de transition jusqu'à -670 km, et du manteau inférieur jusqu'à -2900 km. Le noyau, quant à lui, est composé d'une partie externe liquide jusqu'à -5100 km, puis de la graine solide d'un rayon de 1278 km.

Les conditions de pressions et de températures qui règnent à l'intérieur de la planète ne cessent de croître de la surface vers le cœur (figure 1.1) pour atteindre des valeurs extrêmes au centre (avec 365 GPa et 6000 K).

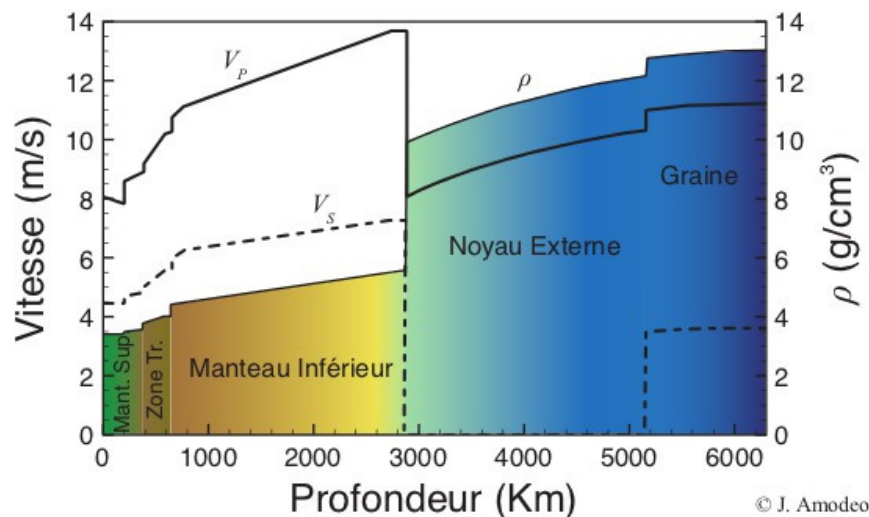


**Figure 1.1 :** schéma en coupe de l'intérieur de la Terre avec les conditions de pressions et températures rencontrées (couche noire : croûtes, couches vertes : manteau dans sa globalité, zone rouge : noyau liquide, cœur jaune : graine solide).

La croûte et le manteau supérieur sont accessibles au géologue. On peut ainsi étudier directement la dynamique supérieure de la Terre grâce aux nombreuses manifestations tectoniques qui charrient du matériel « profond » (-70 km) à la surface et pouvant être échantillonné. En revanche, la Terre interne est inaccessible; le forage le plus profond n'est que d'une dizaine de kilomètres. Si certains phénomènes géologiques permettent la remontée à la surface d'échantillons provenant des parties supérieures du manteau, il n'y a plus la possibilité d'accéder directement aux échantillons au-delà de 300 km de profondeur.

Comprendre la géodynamique de l'intérieur de la Terre doit se faire par d'autres chemins. La sismologie, outil de visualisation et de caractérisation, offre la possibilité d'observer la structure interne de la Terre. Ainsi, le modèle PREM (Preliminary Reference Earth Model) développé au début des années 80 nous donne les variations de densité, de pression, et de vitesse de propagation des ondes sismiques avec la profondeur (Dziewonski et Anderson, 1981 ; figure 1.2). Les interfaces entre les différentes couches de la Terre sont mises en évidence par des sauts de vitesses sismiques. Ces transitions brutales indiquent un changement de propriétés élastiques et/ou de densité, et par là-même, de lithologie. De fait, les phases minéralogiques que l'on peut rencontrer vont avoir une évolution de structure, de chimie, d'arrangement, de stabilité, de réaction avec l'encaissant selon les conditions de pression et température auxquelles elles sont soumises. De plus, lors de sa formation, la Terre s'est différenciée et on observe une stratification entre le noyau, principalement constitué de fer, et le manteau, constitué de silicates solides. Nous allons à présent nous concentrer sur cette partie de la planète.



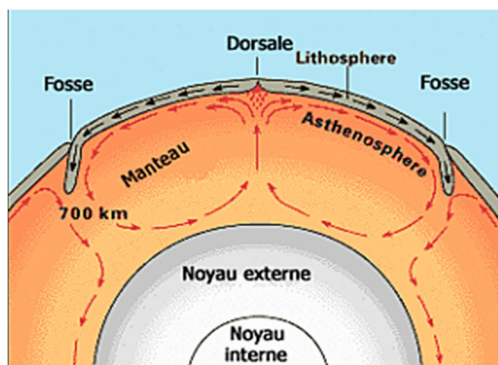


**Figure 1.2 :** modèle PREM (d'après Dziewonski et Anderson, 1981) des différentes vitesses des ondes de compression (P) et de cisaillement (S) qui traversent la Terre en fonction de la profondeur.

## 1.2. LE MANTEAU

Le manteau est l'enveloppe la plus importante de la Terre. Il représente 84% de son volume et 67% de sa masse.

Le manteau est le siège d'écoulements visqueux. La tectonique des plaques en est la manifestation en surface, et l'origine physique est la dissipation de chaleur interne. La chaleur terrestre provient de plusieurs sources telles que la désintégration radioactive de certains éléments (U, K, Th) ou la dissipation de la chaleur primitive engrangée au moment de la formation de la planète. Pour évacuer cette chaleur, le matériel terrestre est en mouvement convectif (figure 1.3). Il y a alors interaction entre matériel chaud et froid, créant des remontées du fond du manteau (panaches, super-panaches...) ou enfouissement depuis la surface (subduction). Ces phénomènes sont visibles en tomographie, technique d'imagerie des anomalies de vitesses sismiques.

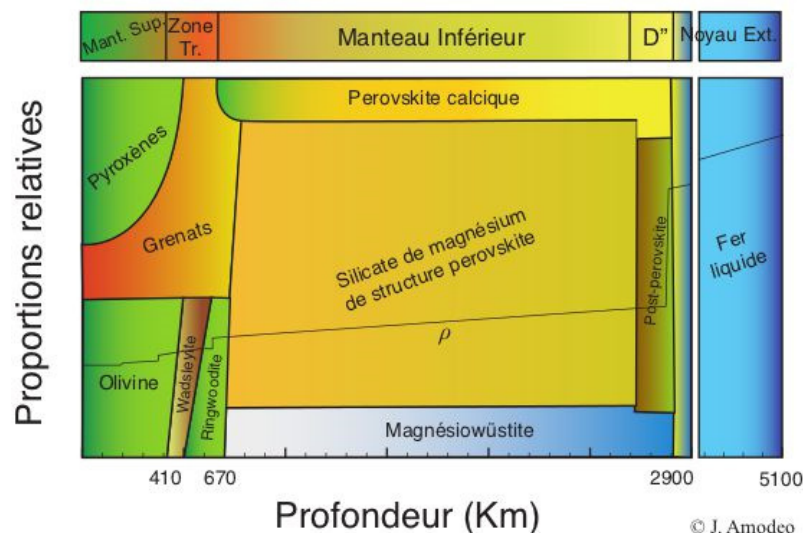


**Figure 1.3 :** convection dans le manteau (schéma simplifié à une couche), entraînant la subduction de la lithosphère et l'expansion du plancher océanique par remontée du matériel mantellique par les dorsales.

## Le manteau supérieur

Outre les différences de conditions de pression et température, ce qui distingue aussi chacune des différentes couches du manteau est leur composition minéralogique. Green et Ringwood (1963) ont proposé un modèle de composition générale du manteau supérieur reposant sur l'idée que le manteau est constitué de péridotites. Les péridotites sont des roches composées, du point de vue minéralogique, de 60% d'olivine, 30% de pyroxènes (orthopyroxènes 20%, clinopyroxènes 10%) et 10% d'une phase alumineuse. En proposant de calculer la composition du manteau à partir d'un de ses produits de fusion (le basalte) et du résidu associé (dunite ou harzburgite), un modèle de composition moyenne, dit pyrolitique, est proposé.

En étudiant expérimentalement le diagramme de phase d'une composition pyrolitique aux conditions du manteau, on constate un accord quasi parfait entre les transitions minéralogiques et les observations sismiques de discontinuités (figure 1.4). Cette observation a renforcé l'idée que la composition pyrolitique est bien représentative de la composition globale du manteau. Celle-ci est décrite dans la figure 1.4. On constate que, dans sa partie supérieure, le manteau est constitué principalement d'olivine (60%), et d'un assemblage variable de grenats et de pyroxènes. La transition entre le manteau supérieur et la zone de transition à -410 km est associée à la transformation de l'olivine en wadsleyite.



**Figure 1.4 :** minéralogies prépondérantes rencontrées de la surface au cœur de la Terre.

La propagation des vitesses d'ondes sismiques dans le manteau supérieur va aussi souligner des anomalies que l'on ne peut pas lier aussi directement aux différentes phases minéralogiques, comme nous allons le voir dans la section suivante.

### I.3. MESURES SISMQUES ET ANISOTROPIE

Il existe deux types d'ondes sismiques : les ondes de compression  $P$  et les ondes de cisaillement  $S$ . Dans un matériau isotrope, soit  $K$  le module d'incompressibilité d'un matériau,  $\mu$  son module de cisaillement, et  $\rho$  sa densité. On peut alors exprimer les vitesses  $V_i$  de ces ondes  $i$  en fonctions de ces paramètres :

$$V_S = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}} \quad (1.1)$$

$$V_P = \sqrt{\frac{K+4/3\mu}{\rho}} \quad (1.2)$$

Les ondes  $P$  sont longitudinales, la déformation du matériau est parallèle à la direction de propagation. Elles sont les plus rapides. Pour une onde  $S$  (voir figure 1.5, noir), la déformation est perpendiculaire à la direction de propagation. La vitesse des ondes  $S$  dépend non seulement de la direction de propagation, mais aussi de la direction de déformation, la polarisation. Dans un matériau anisotrope, ces vitesses vont dépendre de la direction de propagation. En interaction avec un matériau anisotrope, les ondes  $S$  se divisent en deux composantes perpendiculaires l'une à l'autre : les ondes  $V_{S1}$ , se propageant avec une polarisation dans le plan rapide, et les ondes  $V_{S2}$ , avec une polarisation inclinée dans la direction lente (figure 1.5, rouge et bleu). Selon la direction empruntée par l'onde dans le matériau, chacune de ces composantes possède sa vitesse propre. La différence de vitesses de propagation entre ces deux composantes va rendre compte de l'anisotropie de polarisation du cristal. La figure 1.6 présente les différentes vitesses rencontrées dans un monocristal d'olivine.

Des grains anisotropes n'engendrent pas nécessairement un polycristal anisotrope : si la fonction de distribution d'orientation des différents grains dans le polycristal est isotrope, l'anisotropie individuelle des grains ne s'exprimera pas au niveau macroscopique. Dans un polycristal, si les grains sont orientés aléatoirement, la propagation moyenne de ces ondes donnera un ensemble isotrope. Dans un polycristal présentant des orientations préférentielles, en revanche, on retrouvera des propriétés anisotropes, dépendantes de l'anisotropie du monocristal et des statistiques d'orientation dans le polycristal.

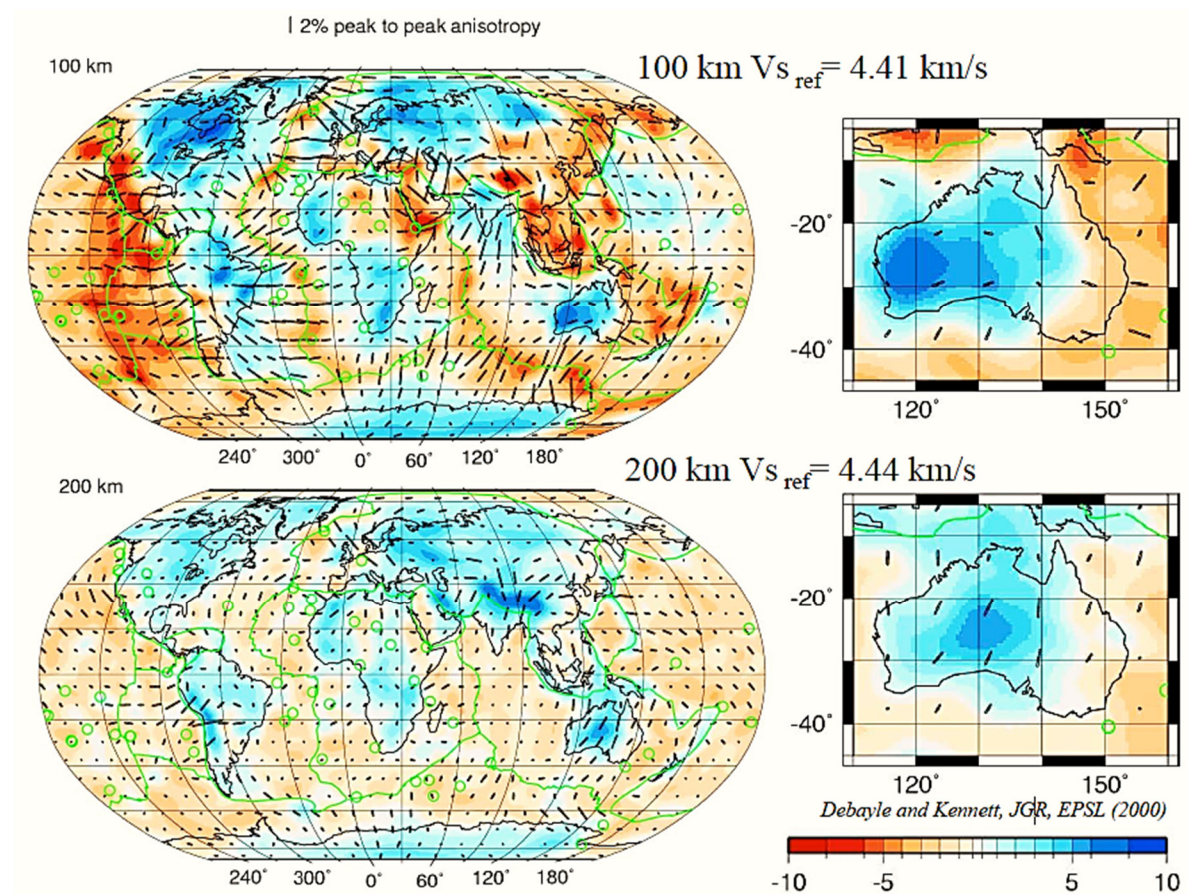
A 3D diagram of a rectangular block with a yellow top face, a green bottom face, and a blue front face. A wavy red line enters from the left, passes through the block, and exits as a blue arrow pointing to the right. The block is divided into four horizontal layers by three lines. The layers are colored: yellow (top), light blue, light orange, and light green (bottom). The wavy red line is shown in the middle layers, and the blue arrow is shown in the top and bottom layers.

L'anisotropie sismique peut avoir différentes causes selon les échelles considérées : elle peut résulter de la présence de couches (présence de fluides, de lits de fluides), de formes particulières des grains (shape preferred orientation), ou encore d'une organisation particulière des grains qui, orientés dans une direction donnée, engendrent une texture. L'écoulement plastique est susceptible de générer de telles textures.

<http://doc.univ-lille1.fr>

#### I.4. OBSERVATIONS D'ANISOTROPIE DANS LE MANTEAU

La figure 1.7 montre des cartes d'anisotropie sismique observée dans le manteau supérieur (Debayle *et al.*, 2005). Sur ces cartes, l'anisotropie est représentée par les traits noirs. La longueur du trait indique l'amplitude d'anisotropie azimutale (*i.e.*, la différence de vitesse relative entre les directions de propagation rapide et lente). La direction du trait donne la direction de propagation où la vitesse est maximale. En suivant l'évolution de l'anisotropie sismique moyenne avec la profondeur, il apparaît que son amplitude décroît entre -100 et -200 km.

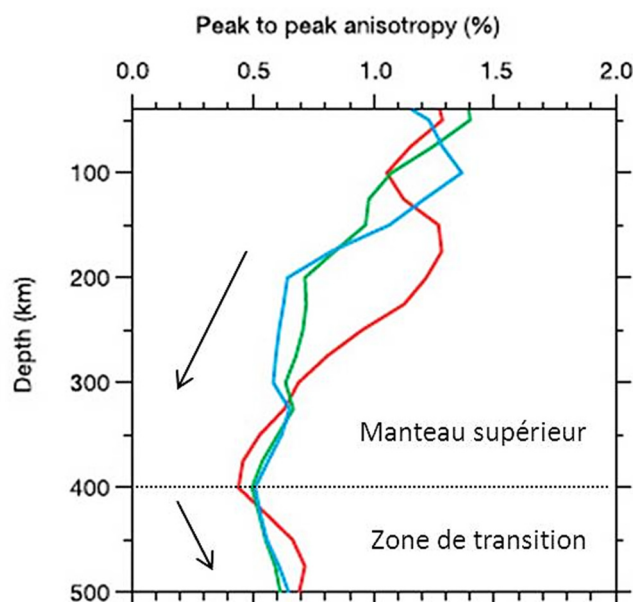


**Figure 1.7 :** Anisotropie à l'échelle du globe enregistrée à 100 km (en haut) de profondeur et à -200 km (en bas) pour des ondes de type SV se propageant parallèlement à la surface et avec une direction de polarisation verticale. Sur ces figures, l'échelle de couleur indique les hétérogénéités de vitesses (en %, relativement à PREM). Les traits noirs indiquent la direction de propagation rapide et la longueur du trait représente l'amplitude maximale d'anisotropie azimutale (Debayle *et al.*, 2005).

Ce comportement est confirmé par la figure 1.8 présentant la variation de l'amplitude de l'anisotropie azimutale moyenne en fonction de la profondeur. Quel que soit le contexte géodynamique, cette anisotropie décroît fortement, de 1,5% à 0,5% entre 100 et 300 km de



profondeur. C'est ce qui va nous intéresser ici : le manteau supérieur étant principalement constitué d'olivine, étudier la plasticité de ce minéral aux différentes conditions du manteau va permettre de comparer l'anisotropie qu'il développe à celle observée à l'échelle du globe. A partir de 410 km, l'anisotropie sismique augmente légèrement : on est dans la zone de transition, avec de la wadsleyite plutôt que de l'olivine.



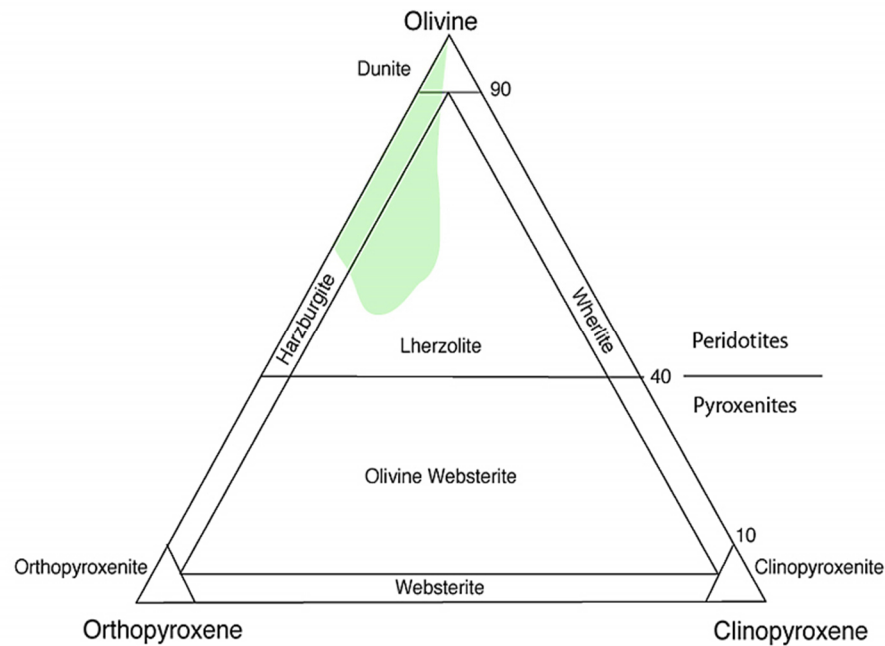
**Figure 1.8:** amplitude d'anisotropie azimutale en fonction de la profondeur (d'après Debayle et al., 2005). En rouge : sous l'Australie, en vert : sous les continents excepté l'Australie, en bleu : sous les océans.

## II. L'OLIVINE

### II.1. OCCURRENCES NATURELLES

L'olivine est le constituant principal du manteau supérieur. Rarement isolée, on la trouve plus souvent en coexistence avec des pyroxènes dans les péridotites, roches plutoniques (figure 1.9). Selon les proportions en olivine ou pyroxènes, on parlera de dunite (90 % d'olivine), et de péridotites au sens large si les proportions en pyroxènes (clino- et/ou ortho-) sont plus importantes. En-dessous de 40 % d'olivine, on parlera de pyroxénites. Dans le cadre de cette étude, ces dernières occurrences ne nous concerneront pas.

Les péridotites (figure 1.10) étant des roches plutoniques (magma refroidi en profondeur), on les rencontrera dans des anciennes zones de subduction, en base de racine crustale sous les massifs ou les anciens arcs volcaniques. Émergences du manteau, ces roches sont un point d'accès à sa composition minéralogique, certes grossière et soumise à altération et réactions.



**Figure 1.9 :** Diagramme ternaire des péridotites et pyroxénites. La zone verte correspond aux roches les plus rencontrées à la surface du globe.

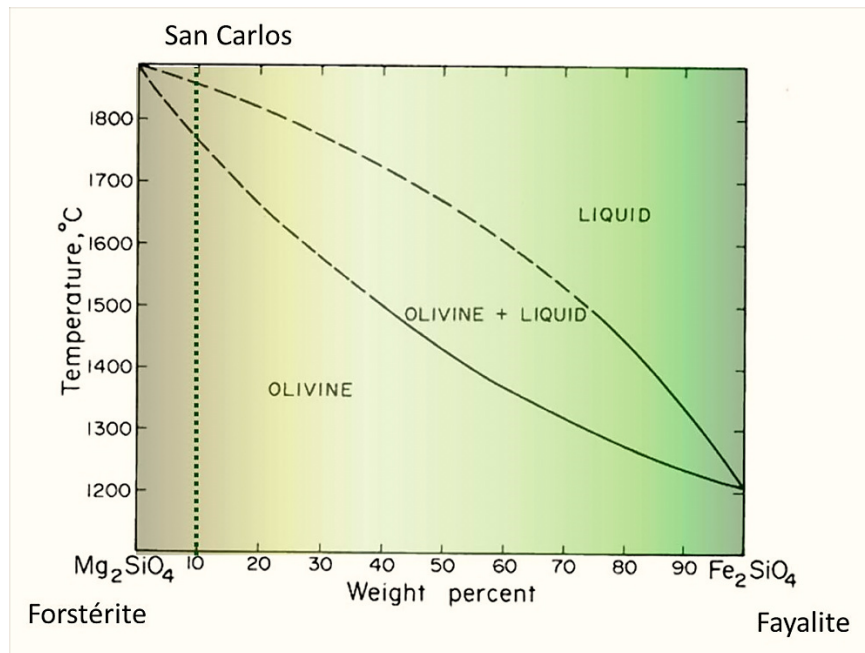
**Figure 1.10 :** photographie d'une péridotite : pyroxènes (taches foncées) dans les masses vertes constituées de cristaux d'olivine (P. Cordier)



L'olivine peut aussi être étudiée dans les météorites. Leur composition est considérée comme représentative de la celle, primitive, du manteau terrestre avant la différenciation de la Terre.

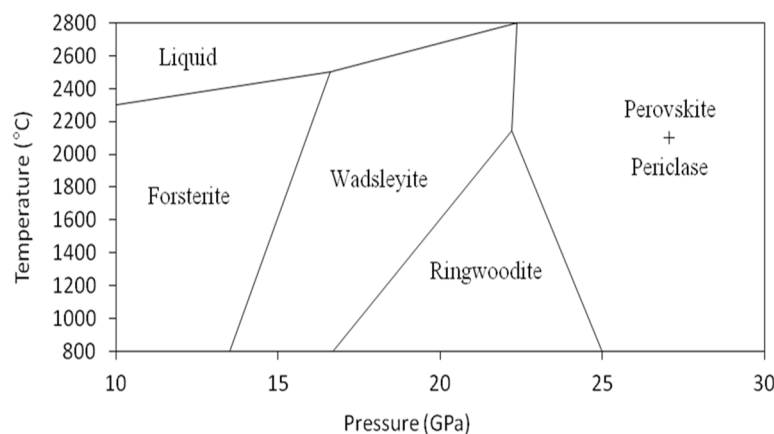
## II.2. STRUCTURE ET DIAGRAMMES DE PHASE

L'olivine est un silicate ferromagnésien de formule générale  $(\text{Mg,Fe})_2\text{SiO}_4$  et qui cristallise dans le système orthorhombique du groupe d'espace  $Pbnm$ . Les paramètres de maille en conditions ambiantes sont  $a=4,758 \text{ \AA}$ ,  $b = 10,217 \text{ \AA}$ ,  $c = 5,987 \text{ \AA}$ . Solution solide entre deux pôles purs, l'un magnésien (forstérite  $\text{Fo}_{100}$ , de formule  $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ ), l'autre ferreux (fayalite  $\text{Fo}_0$ , de formule  $\text{Fe}_2\text{SiO}_4$ ), la composition moyenne de l'olivine dans le manteau supérieur est un mélange silicaté de 92% d'oxyde de magnésium pour 8% d'oxyde de fer (figure 1.11).

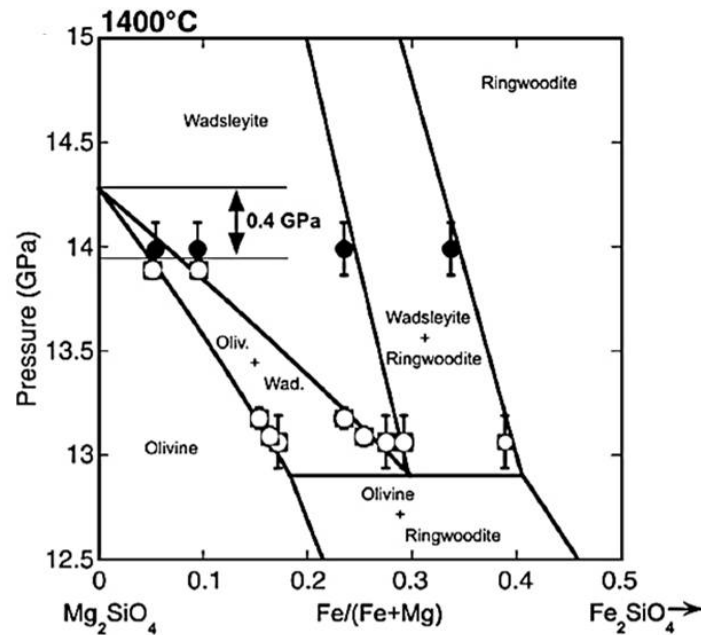


**Figure 1.11 :** diagramme binaire de stabilité, à pression ambiante, de la solution solide de l'olivine en fonction de la température et de la proportion en fer (ou en magnésium) contenue dans le système (d'après Bowen et Schairer, 1932). Selon la température, soit l'olivine (sensus lato) se présente sous forme solide, soit le domaine de fusion est largement dépassé et il ne subsiste qu'un mélange silicaté plus ou moins ferreux, soit il y a coexistence avec la solution solide.

Lorsque l'on augmente la pression, l'olivine subit deux transitions polymorphiques vers les phases wadsleyite et ringwoodite, avant de se décomposer en un mélange de pérovskite magnésienne et de ferropériclase (figure 1.12 haut). Les conditions d'apparition de la wadsleyite et ringwoodite correspondent à des profondeurs respectives de 410 et 520 km. La décomposition de la ringwoodite vers la pérovskite et la magnésiowüstite correspond à une profondeur de 670 km et marque l'entrée dans le manteau inférieur. Les conditions de pression et température précises de ces transformations dépendent de la composition exacte et sont, entre autres, affectées par la teneur en fer et en eau (figure 1.12 bas).





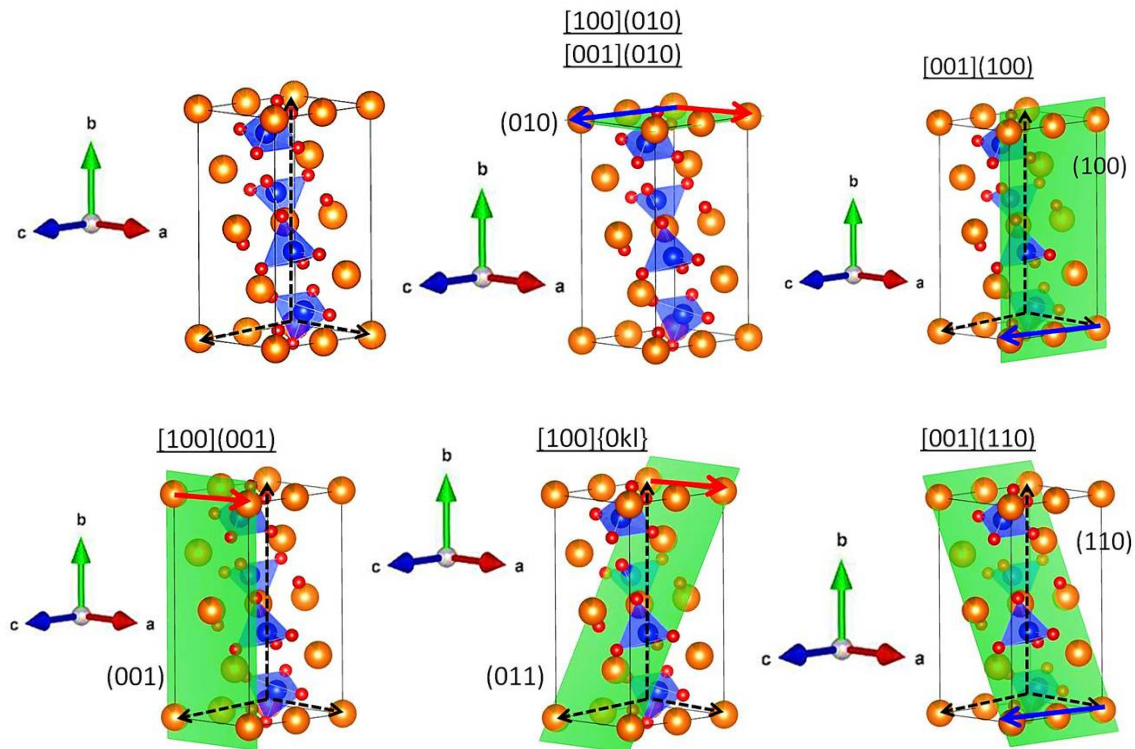


**Figure 1.12 :** (En haut) diagramme de phase de l'olivine magnésienne (forstérite pure) en fonction de la pression (d'après Presnall, 1995). En profondeur, la structure est modifiée pour accommoder l'augmentation de pression. (En bas) Diagramme de phase de l'olivine à 1400°C en fonction de la pression et de la teneur en fer (Frost et Dolejs, 2007). On constate aux alentours de 14 GPa, une transition progressive de l'olivine vers la wadsleyite s'étalant sur 0.4 GPa (20 km), perturbant le signal sismique.

### II.3. LES MICROSTRUCTURES DE DEFORMATION DANS L'OLIVINE

#### II.3.1. SYSTEMES DE GLISSEMENT ATTENDUS

Les vecteurs de Burgers des dislocations respectent généralement les plus petites translations du réseau possibles et les plans de glissement sont les plus denses. Dans l'olivine, une dislocation de vecteur de Burgers [010] est énergétiquement défavorable comparée aux dislocations de vecteur de Burgers [100] et [001]. Les plans les plus denses sont les plans (100), les plans {110}, les plans (010) et {011} et les plans (001) et {031}. Poirier (1975) a proposé les systèmes de glissement potentiels de l'olivine [100](010), [100](001), [001](100), [001]{110}, [100](011), [100]{031}. La figure 1.13 montre différents plans dans la structure de la forstérite et les directions de glissement possibles.



**Figure 1.13 :** Structure et systèmes de glissement de la forstérite. La direction de glissement  $[100]$  est marquée d'une flèche rouge, le glissement  $[001]$  d'une flèche bleue. Les différentes figures illustrent les plans d'indices  $(100)$ ,  $(010)$ ,  $(001)$ ,  $\{011\}$  et  $\{110\}$ .

## II.3.2. SYSTEMES DE GLISSEMENT OBSERVES

### II.3.2.1. Dans des échantillons naturels

Les premiers travaux pour déterminer les systèmes de glissement de l'olivine ont été réalisés sur des échantillons naturels de lherzolites, de xénolites ou de péridotites (Boullier et Nicolas, 1975 ; Caristan, 1975 ; Gueguen, 1977, 1979 ; Zeuch et Green, 1977). Les systèmes activés les plus observés sont  $[100]\{0kl\}$  (les principaux plans étant  $(010)$ ,  $(100)$ ,  $\{011\}$ ,  $\{021\}$  et  $\{031\}$ ), ainsi que les systèmes  $[001](010)$ ,  $[001](100)$  et  $[001]\{110\}$ .

Dans les météorites, des dislocations de choc sont observées, que les impacts aient été extraterrestres ou dus à une collision avec la Terre. Ashworth et Barber (1975), Madon et Poirier (1983), Langenhorst *et al.* (1995) et Joreau *et al.* (1997) identifient les systèmes de glissement  $[001]\{110\}$ ,  $[001](100)$ ,  $[001](010)$  dans les chondrites comme acteurs de la déformation. Leroux (2001) reporte dans une revue les divers systèmes de glissement observés dans des minéraux météoritiques.

### II.3.2.2. Expériences de déformation : les polycristaux

Raleigh(1968) a déterminé sur un nodule de lherzolite un changement de système de glissement activé sous l'effet de l'augmentation de température à basse pression. Ceci a été confirmé par Carter et Ave'Lallemant(1970) sur une dunite et une lherzolite. Le mécanisme prépondérant sous 400°C est [001](100). Sous 900°C, [001]{110} devient le système dominant avant de laisser le contrôle de la déformation plastique au glissement [100] dans {0kl} au-dessus de 1000°C, puis à [100](010) seulement au-delà de 1200°C. Il y a donc une température de transition à basse pression du glissement dans la direction [001] vers la direction [100] aux alentours de 1000 °C.

### II.3.2.3. Expériences de déformation : les monocristaux

#### **II.3.2.3.1. Effet de la température**

Orienter des monocristaux pour les déformer permet d'étudier la sollicitation d'un système en particulier par rapport à cette orientation. En orientant les monocristaux de 45° par rapport aux directions cristallographiques du cristal, les systèmes [110]<sub>c</sub>, [011]<sub>c</sub>, [101]<sub>c</sub> et [111]<sub>c</sub> ont été étudiés par le passé (Phakey *et al.*, 1972 ; Kohlstedt et Goetze, 1974 ; Durham et Goetze, 1977a, 1977b ; Evans et Goetze, 1979 ; Darot, 1980 ; Darot et Gueguen, 1981 ; Gaboriaud *et al.*, 1981 ; Michaut, 1981 ; Gueguen et Darot, 1982 ; Kashima *et al.*, 1983 ; Mackwell *et al.*, 1985 ; Bai *et al.*, 1991 ; Bai et Kohlstedt, 1992).

Les systèmes les plus actifs selon [110]<sub>c</sub> et [011]<sub>c</sub> sont [100](010) et [001](010) en glissement simple, ayant le facteur de Schmid le plus fort dans cette orientation. [100](001) et (100)[001] sont activés selon l'axe [101]<sub>c</sub> et constituent un système duplex. Selon [111]<sub>c</sub>, plusieurs systèmes de glissement peuvent être activés car ils possèdent un facteur de Schmid proche.

Darot (1980) a observé l'activation de [100]{021} à haute température selon [110]<sub>c</sub>, en plus du système facile [100](010).

En revanche, selon [011]<sub>c</sub>, les systèmes [001]{110} et [001](100) sont activés à basse température (Phakey *et al.*, 1972) plutôt que [001](010) comme on aurait pu s'y attendre. A 1500°C-1650°C, son activation n'est pas dominante et est concomitante des systèmes [100](001) et [100](010) selon Darot (1980), Darot et Gueguen (1981) et Gueguen et Darot (1982).

L'activation des systèmes [001]{110} et [001](100) est plus facile sous 1000°C. Au-delà de 1500°C, les systèmes [100](010) et [100](001) sont plus faciles.

En ce qui concerne l'axe  $[101]_c$ , Gaboriaud *et al.* (1981) ont constaté à très basse température que seul le système  $[001](100)$  pouvait être activé. Dès  $600^\circ\text{C}$ , il est concomitant du système  $[001]\{110\}$ . Au-delà de  $1000^\circ\text{C}$ ,  $[100](001)$  est prépondérant, et est accompagné dès  $1500^\circ\text{C}$  des systèmes  $[100]\{0kl\}$ .

Michaut (1981) parvient à dégager, parmi les nombreux systèmes sollicités selon  $[111]_c$  à haute température, les glissements  $[100]$  dans les plans  $(010)$ ,  $(001)$  et  $\{0kl\}$ .

#### **II.3.2.3.2. Effet de l'eau**

Bien que l'olivine soit un silicate anhydre, les échantillons naturels montrent que de l'eau sous forme de groupements hydroxyles peut être incorporée en défauts ponctuels. De fait, la teneur en eau peut varier de 0,01% à 0,1% en poids. Des études sur la déformation des polycristaux d'olivine ou dans des dunites (*e.g.*, Carter et Ave'Lallemant, 1970; Blacic, 1972; Zeuch et Green, 1979; Chopra et Paterson, 1984 ; Karato et Jung, 2003 ;Girard *et al.*, 2013) montrent que l'eau a un effet d'adoucissement sur la plasticité de ce minéral.

Blacic (1972) avance que les liaisons covalentes Si-O sont rendues plus faibles, permettant d'accroître la mobilité des dislocations. Le mécanisme mis en jeu dans l'adoucissement dans ce cas est intragranulaire, comme le confirment Mackwell *et al.*(1985). En effet, la diffusion des défauts ponctuels est augmentée et la montrée des dislocations facilitée, réduisant les contraintes subies par l'échantillon d'un facteur 1,5 à 2,5.

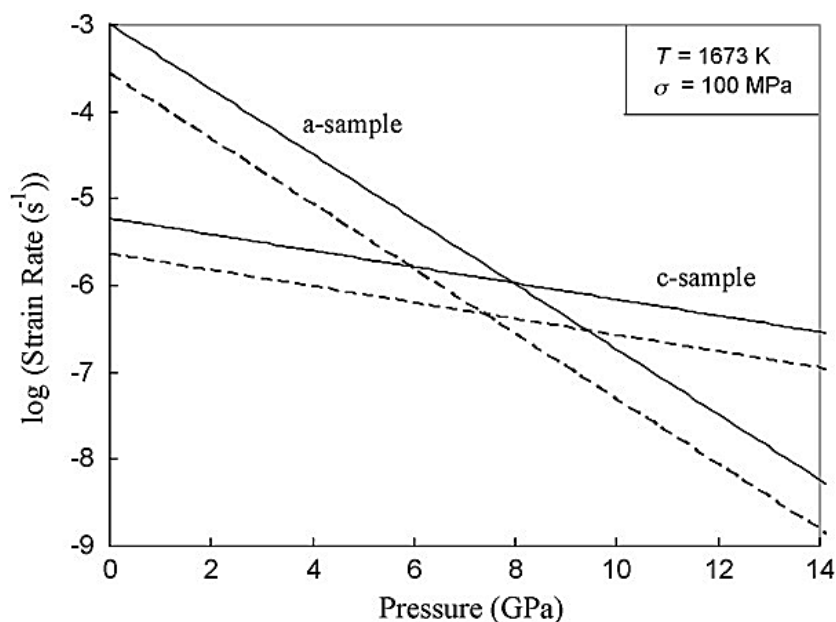
Cependant, Chopra et Paterson (1984), puis plus tard Jung et Karato (2001a), constatent plutôt un effet de taille de grain en présence d'eau, ce qui met en jeu un mécanisme de diffusion plus efficace aux joints de grains avec migration des joints de grain. L'intervention simultanée des deux mécanismes n'est de loin pas à exclure, mais il est difficile d'évaluer la part active de chacun d'eux dans la plasticité de l'olivine polycristalline. Mei et Kohlstedt (2000a, 2000b) étudient chacun de ces deux mécanismes séparément en fluage-diffusion puis en fluage-dislocation. Dans le premier cas, le mécanisme identifié est intergranulaire avec diffusion de Si aux joints de grains, alors qu'en régime de fluage-dislocation, la déformation est intragranulaire avec montée des dislocations favorisée par diffusion de Si.

#### **II.3.2.3.3. Effet de la pression**

L'effet de pression sur la plasticité de l'olivine n'est pas à négliger, puisque ce paramètre augmente constamment avec la profondeur et que l'anisotropie révèle des anomalies dépendant de la profondeur. Ce point sera plus détaillé dans la section suivante, mais nous pouvons déjà noter qu'un basculement vers un glissement  $[001]$  dominant a été observé à

11 GPa et 1400°C dans la forstérite (Couvry *et al.*, 2004). Un tel basculement de système de glissement induit par la pression donnera des polycristaux présentant peu d'anisotropie, pouvant donc expliquer la diminution de l'anisotropie avec la profondeur (Mainprice *et al.*, 2005).

La possibilité de déformer des minéraux sous haute pression a permis d'élargir les connaissances sur leur plasticité. Sur l'olivine (voir chapitre 3), l'effet de la pression et de l'eau ont largement été débattus (*e.g.*, Jung et Karato, 2001a ; Raterron *et al.*, 2007 ; Raterron et Merkel, 2009 ; figure 1.14), notamment sur monocristaux. Ces études semblent confirmer une observation déjà établie par Couvry *et al.* (2004) et Durinck *et al.* (2005) qui prédisent une transition de système de glissement dominant [100] à haute température sous ~6 GPa vers un système [001] au-delà de 8 GPa. Les expériences menées aujourd'hui visent à confirmer cette observation avec les polycristaux et à étudier leur microstructure lorsqu'ils sont soumis à de hautes conditions P et T.



**Figure 1.14 :** vitesses de déformation d'un système [100] et d'un système [001] à 1673 K pour 100 MPa de contraintes en fonction de la pression. D'un système [100] dominant, on passe à un système [001] dominant au-delà de 8 GPa (d'après Raterron *et al.*, 2009).

La transition d'un glissement dominant [100] vers un glissement [001] vers 7 GPa (-210 km) se traduit dans la rhéologie de l'olivine (Bai *et al.*, 1991). Les orientations préférentielles seront elles aussi modifiées par cette nouvelle microstructure (Castelnau *et al.*, 2010 ; Ohuchi *et al.*, 2011), ce qui générera un changement d'anisotropie.

### III. RHEOLOGIE DE L'OLIVINE

#### III.1. PLASTICITE ET MISE EN ŒUVRE EN D-DIA

La plasticité est une déformation irréversible d'un matériau soumis à des contraintes environnantes. On ne peut parler de plasticité qu'à partir du moment où le stade d'élasticité est dépassé. L'élasticité représente la phase de déformation réversible. Au-delà, la déformation est irréversible et on parle de plasticité. Pour qu'un cristal ou un polycristal se déforme plastiquement, il faut que la contrainte imposée au système soit supérieure à la limite d'élasticité,  $\sigma_e$ , intrinsèque et propre à chaque matériau.

Les expériences menées en D-DIA reviennent à solliciter de façon uniaxiale la déformation d'agrégats silicatés en compression, et en mesurant la différence de longueur  $dL$  de l'échantillon avant (de longueur initiale  $L$ ) et après déformation, on estime le taux de déformation  $d\varepsilon$  réalisé:

$$d\varepsilon = \frac{dL}{L} \quad (1.3)$$

La pression  $P$  et la contrainte appliquée à l'échantillon peut s'exprimer comme suit

$$P = \frac{1}{3}(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) = \frac{1}{3}(\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3) \quad (1.4)$$

$$\sigma_{ij} = \begin{vmatrix} \sigma_1 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_1 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_3 \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} \sigma_p & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_p & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_p \end{vmatrix} + \begin{vmatrix} -\tau/3 & 0 & 0 \\ 0 & -\tau/3 & 0 \\ 0 & 0 & 2\tau/3 \end{vmatrix} = \sigma_p + D_{ij} \quad (1.5)$$

avec  $\sigma_1$  et  $\sigma_3$  les composantes radiale et axiale de la contrainte,  $\tau = \sigma_3 - \sigma_1$  la contrainte différentielle,  $\sigma_p$  la pression hydrostatique et  $D_{ij}$  le tenseur contrainte déviatorique.

La déformation plastique est continue dans le temps jusqu'à rupture du matériau sollicité. On définit la vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}$  comme étant le raccourcissement  $\varepsilon$  de l'échantillon par rapport au temps  $t$ :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{d\varepsilon}{dt} \quad (1.6)$$

#### III.2. EFFET DE LA PRESSION SUR LES LOIS RHEOLOGIQUES

La déformation étant un processus de cisaillement à volume constant et à température égale, Zener et Hollomon proposent en 1944 que la vitesse de déformation dépende d'une énergie d'activation  $E^*$  avec une loi de type Arrhenius :

$$\dot{\varepsilon}(\sigma, T) = A\sigma^n e^{-\left(\frac{E^*}{RT}\right)} \quad (1.7)$$

Avec  $A$  une constante préexponentielle,  $\sigma$  la contrainte appliquée,  $n$  l'exposant de contrainte,  $R$  la constante des gaz parfaits,  $T$  la température. Cette loi décrit un processus thermiquement activé. On peut trouver la valeur de l'énergie d'activation en prenant la pente de

$$\log \dot{\varepsilon} = f\left(\frac{1}{RT}\right) \quad (1.8)$$

Cette loi, largement utilisée pour paramétrer le comportement rhéologique de matériaux, ne tient pas compte des effets de pression. Pour tenir compte de cet effet de pression, on ne considère plus simplement l'énergie d'activation  $E^*$ , mais l'enthalpie d'activation  $H^*$ . On obtient l'équation suivante (Poirier, 1985) :

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma^n e^{-\left(\frac{H^*}{RT}\right)} \quad (1.9)$$

En thermodynamique classique, on exprime l'enthalpie avec  $H^* = E^* + PV^*$ . Par analogie, on peut alors écrire

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma^n e^{-\left(\frac{E^* + PV^*}{RT}\right)} \quad (1.10)$$

Cette loi est valable pour un mécanisme de déformation donné. Cette équation représente la loi rhéologique sous haute pression, et décrit donc un processus de déformation thermiquement activé avec effet de pression.

Dans le cas où il faille considérer, comme c'est en réalité souvent le cas dans la nature, que la déformation d'un matériau est due à plus d'un mécanisme activé (admettons, deux), cette loi se présenterait sous la forme :

$$\dot{\varepsilon}^{-1} = A_1^{-1}\sigma^n e^{-(H_1^*/RT)} + A_2^{-1}\sigma^n e^{-(H_2^*/RT)} \quad (1.11)$$

A une pression donnée, le mécanisme dominant est celui dont l'enthalpie d'activation est la plus faible. Dans le polycristal, si la pression change, les enthalpies d'activations des mécanismes considérés vont évoluer. On peut donc s'attendre à ce que l'un ou l'autre de ces mécanismes soit alors plus actif que le précédent.

### III.3. DIFFERENTES LOIS RHEOLOGIQUES

D'autres formalismes apparaîtront plus tard, concernant l'olivine (*e.g.*, Carter et Ave'Lallemant, 1970 ; Durham et Goetze, 1977a, 1977b ; Kashima *et al.*, 1983 ; Karato *et al.*, 1986

;Poirier, 1995;Mei et Kohlstedt, 2000a, 2000b ; Karato et Jung, 2003 ; Hirth et Kohlstedt, 2003 ; Demouchy *et al.*, 2009; Faul *et al.*, 2011 ;Raterron *et al.*, 2011, 2012) pour exprimer dans cette équation la dépendance, selon les cas expérimentaux, de la fugacité d'oxygène (Bai *et al.*, 1991, contrôlée pour l'olivine par l'activité d'enstatite-clinopyroxène Cpx-  $a_{Cpx}$ ), de la fugacité d'un fluide (groupements hydroxyles imputés à la présence d'eau) ou autres impuretés, tout comme la taille des grains. On écrit alors une loi du type (Hirth et Kohlstedt, 2003) :

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n d^{-p} f_{H_2O}^r f_{O_2}^q a_{Cpx} \exp(\alpha\phi) \exp\left(-\frac{E^*+PV^*}{RT}\right) \quad (1.12)$$

avec  $d$  la taille de grain et  $p$  son exposant de sensibilité,  $f_{H_2O}$  la fugacité d'eau et  $r$  son exposant de sensibilité,  $\phi$  la fraction de mélange dans le cas d'un polyphasé avec  $\alpha$  sa constante,  $f_{O_2}^q$  la fugacité d'oxygène avec  $q$  son exposant de sensibilité et  $a_{Cpx}$  l'activité de silice.

Dans nos travaux, les expériences sont effectuées dans des conditions très similaires d'un échantillon à l'autre et tous ces paramètres supplémentaires (taille de grains, fugacités...) sont inclus dans le terme préexponentiel  $A$ .  $A$ ,  $n$  et  $H^*$  sont des paramètres ajustables.

L'obtention de chacun de ces paramètres demande des observations en représentations dédiées. Par exemple, Hirth et Kohlstedt(2003) ont cherché à extraire l'exposant de contrainte  $n$ . On trace alors, pour des expériences à température et pression constantes, la vitesse de déformation en fonction de la contrainte dans une représentation log-log, et on peut obtenir la valeur d'exposant de contrainte. Si elle a été souvent cherchée et débattue (Mackwell *et al.*, 1985 ; Karato *et al.*, 1986 ; Hirth et Kohlstedt, 1996, 2003 ; Mei et Kohlstedt, 2000b ; Karato et Jung, 2003), on retiendra, dans toute cette étude, la valeur  $n = 3,5$  obtenue par Hirth et Kohlstedt (2003) en régime de dislocations. Ce point est débattu dans le chapitre 3 dans lequel nous avons cherché à extraire ce paramètre de nos données.

On peut considérer, en pression, que  $H^* = E^* + PV^*$ . Ainsi, et reprenant ce qui a été énoncé ci-dessus (Bai *et al.*, 1991), si un seul mécanisme intervient, on devrait s'attendre, dans une représentation de  $H^*$  en fonction de la pression, à une droite unique dont la pente correspond au volume d'activation.

### III.4. EFFET DE L'EAU SUR LA RHEOLOGIE

Chopra et Paterson (1981, 1984) sur des échantillons de dunite, ainsi que les travaux de Mackwell *et al.*(1985) sur monocristaux d'olivine, ont démontré que la teneur en eau dans l'olivine pouvait influencer sa rhéologie : elle semble être 1,5 à 2,5 fois plus facile à déformer qu'en conditions « sèches ». L'un des mécanismes mis en avant est le glissement aux joints de



grains avec montée des dislocations. Le processus semble être plutôt intragranulaire pour Karato et son équipe (*e.g.*, Karato *et al.*, 1986, 2001 ; Karato, 1989, 2010 ; Jung et Karato, 2001a ; Karato et Jung, 2003 ; Jung *et al.*, 2006). Selon Hirth et Kohlstedt (2003), une augmentation de pression sous conditions « hydratées » va influencer la rhéologie: l'olivine est plus ductile, se déforme plus facilement, donnant des vitesses de déformations plus rapides pour des contraintes moindres, ce qui a tendance à abaisser le volume d'activation.

Selon Mei et Kohlstedt (2000a, 2000b), la transition entre les régimes diffusif et de dislocation dans les agrégats, que l'on soit en conditions « hydratées » ou non, se produit vers 100 MPa de contrainte, mais plus la teneur en eau augmente, plus la déformation est facilitée. La teneur en eau est entre autres fonction de la densité de défauts ponctuels tels que la silice interstitielle puisqu'ils sont un site d'ancrage préférentiel des groupements hydroxyles (Mackwell *et al.*, 1985; Kohlstedt et Mackwell, 1998 ;Kohlstedt, 2006) et va beaucoup intervenir en régime diffusif (Hirth et Kohlstedt, 2003). Demouchy *et al.* (2012) avancent que l'effet d'eau est aussi un processus lié aux défauts planaires et linéaires.

### III.5. EFFET DE LA TAILLE DE GRAINS SUR LA LOI RHEOLOGIQUE

La décroissance de la taille des grains au cours de la déformation a été supposée être un mécanisme expliquant l'adoucissement de la plasticité (Handy, 1989 ; Jin *et al.*, 1998). Selon Chopra et Paterson (1981, 1984) et Karato *et al.*(1986), en régime de dislocations, la taille des grains n'a pas d'influence sur la rhéologie en conditions « hydratées » (Hirth et Kohlstedt, 2003). En conditions « sèches », lors de la transition avec le régime diffusif, cet effet est plus fort lorsque la taille des grains décroît. Hirth et Kohlstedt (1995) voient que la déformation d'une olivine polycristalline à grains fins est comparable à celle des monocristaux orientés dans le plan le plus facilement activé ([100](010)). Ils en concluent que le glissement aux joints de grains accompagne la déformation en régime de dislocations.

### III.6. CONCLUSIONS SUR LA RHEOLOGIE DE L'OLIVINE

Le comportement plastique de l'olivine polycristalline est très sensible à la température, à la contrainte et à la taille de grains. Récemment, il a été observé que l'eau et la pression avaient également un effet non négligeable sur la déformation plastique de ce minéral. A l'échelle du monocristal, seuls les mécanismes intragranulaires sont mis en jeu, ce qui rend l'extrapolation à l'échelle de l'agrégat difficile puisque les mécanismes intergranulaires sont méconnus. Il s'avère que la rhéologie de l'olivine polycristalline est un phénomène complexe contrôlée par différents

paramètres intervenant qui nécessitent chacun une analyse approfondie et détaillée quant à leur implication.

Si la rhéologie a été bien contrainte à basse pression, elle l'est moins à haute pression, aussi en raison des nombreuses limitations techniques. De nombreuses études ont déjà proposé des valeurs de volumes d'activation pour l'olivine, soit à partir d'extrapolations depuis les basses pressions, soit plus récemment à partir d'études expérimentales *in situ*. Ces valeurs sont comprises, d'après la littérature, entre 0 et 27 cm<sup>3</sup>.mol<sup>-1</sup> (tableau 1.1) ce qui ne permet pas de conclure précisément sur la rhéologie.

Enfin, les études antérieures sur les microstructures montrent un changement de glissement dominant [100] vers [001] à haute pression. La plasticité de l'olivine ne pourra être comprise sans pouvoir mesurer le degré d'implication d'une telle transition dans les mécanismes de déformation plastique de l'olivine polycristalline. Il est donc indispensable de reproduire les conditions *PT* activant ce phénomène pour pouvoir l'étudier.

|                                |                      | Conditions |           |                                     |                  | V*<br>(cm <sup>3</sup> .mol <sup>-1</sup> ) | Appareil         |
|--------------------------------|----------------------|------------|-----------|-------------------------------------|------------------|---------------------------------------------|------------------|
|                                |                      | P (GPa)    | T (K)     | $\dot{\epsilon}$ (s <sup>-1</sup> ) | n                |                                             |                  |
| (Ross <i>et al.</i> , 1979)    | Sec                  | 0.2-0.4    | 1373-1623 |                                     |                  | 13.4 (2.0)                                  | Griggs           |
| (Green et Borch, 1987)         |                      | 1.2-2.5    | 1373-1573 | 10 <sup>-4</sup> -10 <sup>-5</sup>  |                  | 27.0                                        | Piston-cylindrer |
| (Borch et Green, 1989)         | Hydraté <sup>a</sup> | 0.6-2.0    | 1250-1700 | 10 <sup>-6</sup>                    |                  | 27.0                                        | Griggs           |
| (Karato et Rubie, 1997)        |                      | 0.3-15.0   | 300-1900  | 10 <sup>-4</sup> -10 <sup>-5</sup>  | 3.0              | 14.0 (1.0)                                  | Multi-enclumes   |
| (Kohlstedt et Wang, 2001)      |                      | 0.2-0.4    |           |                                     |                  | 23.0                                        |                  |
| (Wang, 2002)                   | Sec                  | 0.0-0.5    | 1473-1523 | 10 <sup>-4</sup> -10 <sup>-6</sup>  | 3.3              | 23.0                                        | Gas-medium       |
| (Karato et Jung, 2003)         | Hydraté              | 1.0-2.0    | 1473-1573 | 10 <sup>-4</sup>                    | 3.0 <sup>d</sup> | 24.0 (3.0)                                  | Griggs           |
|                                | Sec                  | 1.0-2.0    | 1473-1573 | 10 <sup>-4</sup>                    | 3.0 <sup>d</sup> | 14.0 (2.0)                                  | Griggs           |
| (Li <i>et al.</i> , 2006)      | Hydraté (?)          | 9.6        | 1473      | 10 <sup>-5</sup>                    | 3.0 <sup>d</sup> | 0.0 (5.0)                                   | D-DIA            |
| (Durham <i>et al.</i> , 2009)  | Sec                  | 2.7-4.9    | 1473      | 10 <sup>-6</sup> -10 <sup>-5</sup>  | 4.0 <sup>d</sup> | 9.5 (7.0)                                   | D-DIA            |
| (Kawazoe <i>et al.</i> , 2009) | Sec                  | 4.9-9.6    | 1300-1870 | 10 <sup>-5</sup>                    | 3.5              | 17.5 (2.5)                                  | RDA              |
| (Dixon <i>et al.</i> , 2012)   | Sec                  | 1.5-9.0    | 1373      |                                     |                  | 14.0 (3.0)                                  | D-DIA            |

<sup>a</sup> d'après (Hirth et Kohlstedt, 1996)<sup>b</sup> d'après (Hirth et Kohlstedt, 2003)<sup>c</sup> d'après (Durham *et al.*, 2009)<sup>d</sup> d'après (Mei et Kohlstedt, 2000b)

**Tableau 1.1 :** Conditions de déformation de l'olivine polycristalline et volumes d'activation en régime de dislocations.

## IV. TEXTURE ET VITESSES SISMIQUES

### IV.1. OBSERVATIONS DANS DES ECHANTILLONS NATURELS

La déformation d'un polycristal dans le manteau peut engendrer une texture, c'est-à-dire une orientation préférentielle des grains par rapport à l'écoulement plastique. Ceci s'observe également dans les échantillons déformés en laboratoire sous certaines conditions et permet une comparaison et une étude approfondie des systèmes activés lors de la déformation. Concernant l'olivine et sans perdre de vue ce qui a été précisé dans les sections précédentes, selon les systèmes de glissement activés, les textures générées seront différentes. Ainsi, Tommasi *et al.* (2000) ont établi une revue exhaustive des différentes textures que l'on peut retrouver sur des échantillons de péridotite. Les textures sont représentées par des figures de pôle orientées selon, successivement, les axes [100], [010] et [001]. Ils ont identifiés ainsi 3 pôles de déformation majeurs avec une texture intermédiaire.

[100](010) : axes  $b$  perpendiculaires au plan de cisaillement, axes  $c$  perpendiculaires au cisaillement, dans le plan de cisaillement, axe  $a$  parallèle au cisaillement : déformation dominée par un glissement dans la direction [100] dans le plan (010).

[100](001) : axes  $a$  parallèles au cisaillement, axes  $b$  perpendiculaires au cisaillement et dans le plan de cisaillement, et axes  $c$  perpendiculaires au plan de cisaillement : déformation dominée par un glissement [100] dans le plan (001).

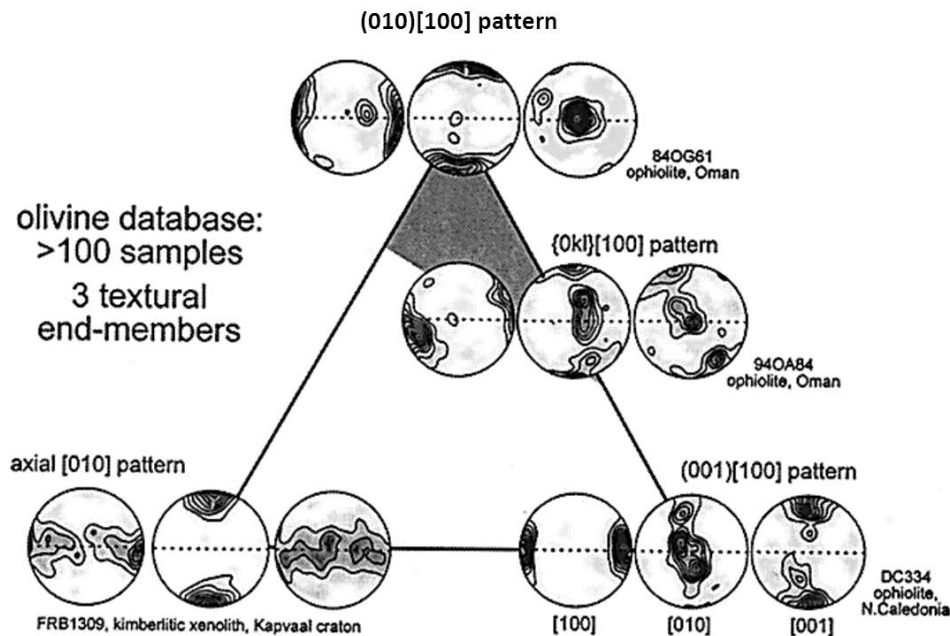
[100]{0kl} (texture intermédiaire) : axes  $a$  parallèles à la direction de cisaillement, axes  $b$  et  $c$  aléatoires dans le plan perpendiculaire au cisaillement : déformation dominée par un glissement en [100] dans différents plans possibles {0kl}.

[010] : axes  $a$  et  $c$  aléatoires dans le plan de cisaillement, axes  $b$  perpendiculaires au plan de cisaillement : déformation dominée par un glissement réparti entre [100] et [001], dans le plan (010).

La majeure partie des échantillons naturels présente une direction de cisaillement [100] dans les plans {0kl}, dont le plan (010) est souvent le plus sollicité (figure 1.15).

L'intérêt des expériences comme de la modélisation est de reproduire ces textures selon les conditions appliquées en laboratoire afin de mettre ces conditions en relation avec la géodynamique du manteau. En laboratoire, reproduire les textures observées sur des polycristaux déformés permet de vérifier l'influence de différents paramètres comme l'eau ou la

pression sur le développement d'orientations préférentielles. On corrèle ensuite les textures observées aux microstructures et aux mécanismes de déformation identifiés. Enfin, on utilise nos connaissances sur les textures et les mécanismes plastiques à l'œuvre pour extraire et calculer l'anisotropie sismique résultante.



**Figure 1.15 :** diagramme ternaire des textures développées par des échantillons de péridotites déformés en cisaillement dans le manteau supérieur, à haute température, basse contrainte (Tommasi et al., 2000). Trois pôles sont émergents :  $[010]$ ,  $[100](010)$  et  $[100](001)$ . La partie grise représente près de 90% des occurrences naturelles. Les textures sont représentées par des figures de pôle orientées selon, successivement, les axes  $[100]$ ,  $[010]$  et  $[001]$ , en échelles m.u.d. (multiple of uniform distribution, le blanc représentant le minium d'intensité, le noir le maximum).

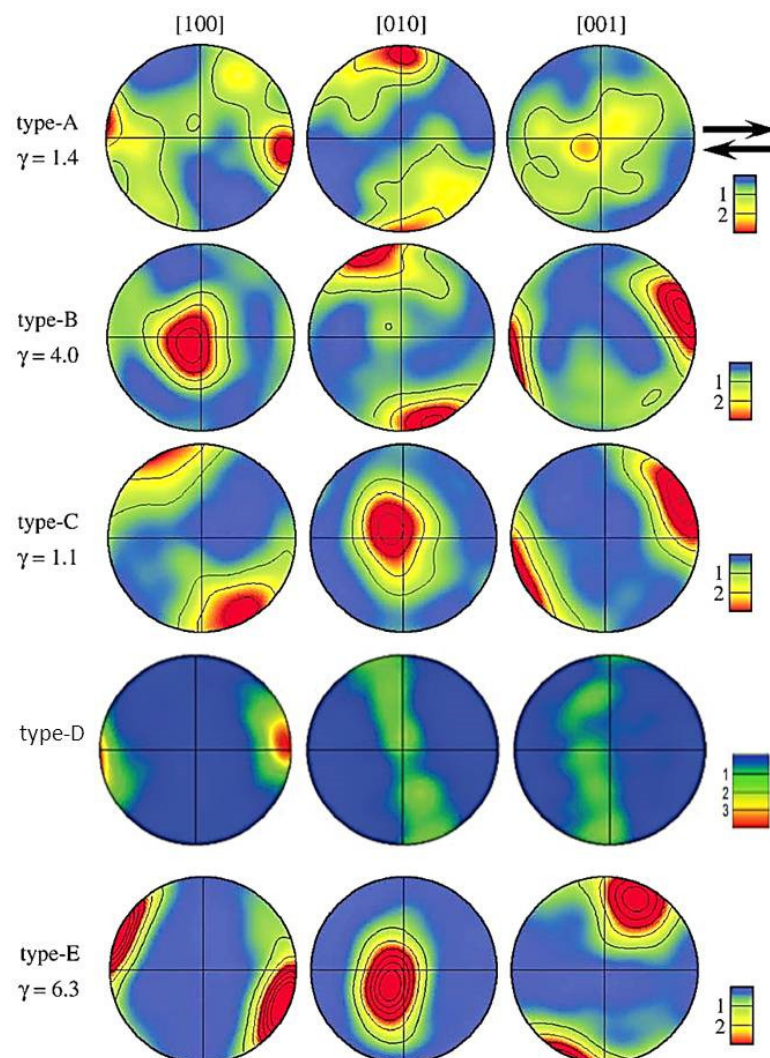
#### IV.2. EFFET DE L'EAU SUR LA TEXTURE DANS L'OLIVINE POLYCRISTALLINE

L'effet de l'eau sur le développement de textures dans l'olivine a beaucoup été étudié par l'équipe de Karato (e.g., Jung et Karato, 2001b; Katayama et al., 2004 ; Jung et al., 2006; Katayama et Karato, 2006). D'après Jung et Karato (2001b), à faible teneur en eau,  $[100](010)$  sera fortement activé et donnera les textures les plus marquées. Avec une teneur en eau plus importante, les textures montrent une activation préférentielle des systèmes de glissement  $[001](010)$  et  $[001](100)$ . Jung et al.(2006) apportent un référencement plus complet des textures possibles dans l'olivine déformée en conditions « hydratées » selon la pression

(figure 1.16). Le tableau ci-dessous reprend les différents systèmes de glissement attribués aux textures caractéristiques identifiées dans ces études.

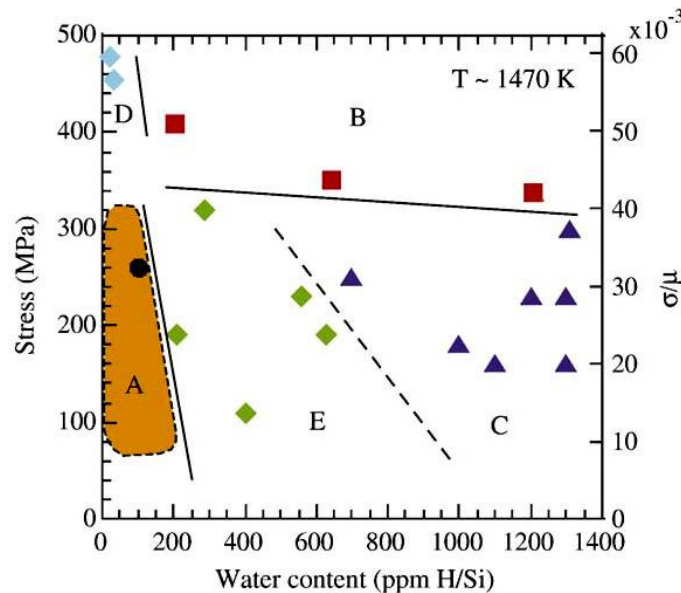
Comme résumé sur la figure 1.17, on passe ainsi d'un glissement dominant  $[100](010)$  en conditions «sèches» à l'activation d'autres plans de glissement pour la même direction en augmentant la contrainte. Si la teneur en eau augmente, à basse contrainte, le système  $[100](001)$  devient plus facile, puis concomitant avec  $[001](100)$ . Si la contrainte augmente, le système de glissement principal est  $[001](010)$ .

Si l'effet d'eau semble avoir un impact sur le développement de texture, Couvy *et al.* (2004) puis Mainprice *et al.* (2005) avancent que la pression peut également avoir un effet sur ce développement d'orientation préférentielle.



**Figure 1.16 :** figures de pôles des textures développées dans de l'olivine polycristalline déformée en cisaillement sous conditions « hydratées » selon les axes  $[100]$ ,  $[010]$ ,  $[001]$  (types A, B, C et E de Jung *et al.*, (2006), type-D (Karato *et al.*, 2009, données Bystricky *et al.*, 2000). Échelle en m.r.d.

| Type        | A          | B          | C          | D          | E          |
|-------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| Slip system | [100](010) | [001](010) | [001](100) | [100]{0kl} | [100](001) |



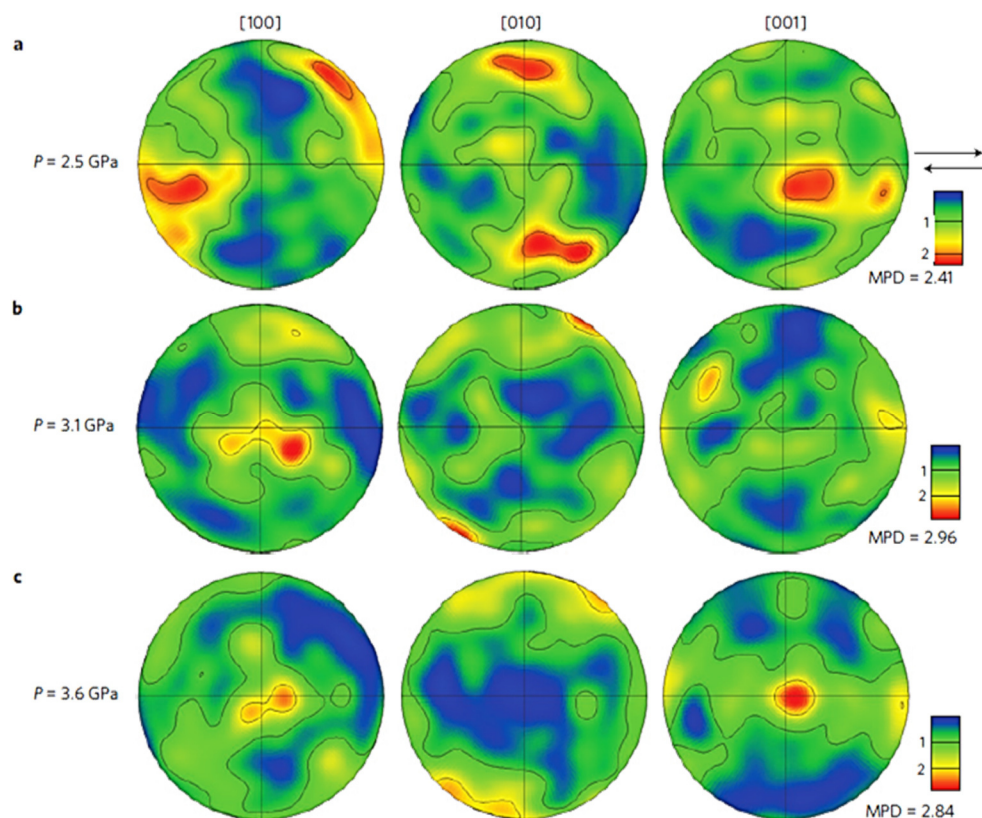
**Figure 1.17 :** textures types rencontrées selon la contrainte appliquée en fonction de la teneur en eau pour une température de 1470 K (Jung *et al.*, 2006).

#### IV.3. EFFET DE PRESSION SUR LES TEXTURES DANS L'OLIVINE POLYCRISTALLINE

Les travaux de Couvy *et al.*(2004) puis de Mainprice *et al.*(2005) ont montré qu'à haute pression (11 GPa) et haute température (1673 K), le maximum de déformation cisailante est gouverné par un glissement de dislocations dans la direction  $\langle c \rangle$  et dans des plans de type (010) ou (100). Ils ont ainsi émis l'hypothèse que la pression induisait une transition d'une déformation dominée par des dislocations de vecteur de Burgers  $\langle a \rangle$  vers des vecteurs de Burgers  $\langle c \rangle$ . Ces résultats ont ensuite été confortés par les calculs de Durinck *et al.*(2005) qui montrent un changement des énergies de fautes d'empilement dans l'olivine avec la pression et les expériences de Raterron *et al.*(2007) sur monocristaux, qui observent une telle transition aux alentours de 7 GPa dans la forstérite. Ceci dit, ces résultats étaient mis en doute par certains membres de la communauté qui arguaient que cette observation d'une transition d'un glissement de type  $\langle a \rangle$  vers un glissement de type  $\langle c \rangle$  n'était qu'un effet de la contrainte et de l'eau sur les mesures expérimentales et d'une mauvaise interprétation des résultats numériques.

Pour répondre à ces questions, Jung *et al.*(2009) ont alors déformé des olivines polycristallines en cisaillement dans des conditions "sèches" avec un appareil de déformation

mieux accepté dans la communauté (un appareil de Griggs). Ils ont alors observé un changement de textures de déformation aux alentours de 3 GPa (figure 1.18), ce qui implique donc un changement de systèmes de glissement. En supposant que le plan de glissement s'aligne généralement parallèlement au plan de cisaillement et que la direction de glissement se retrouve majoritairement dans la direction de cisaillement, ils ont déduit qu'à 2,5 GPa (figure 1.18a) la déformation est contrôlée par un glissement dans la direction [100] dans le plan (010). Les figures 1.18 b et c montrent alors qu'au-delà de 3 GPa, le mécanisme de déformation dominant évolue vers un glissement dans le plan (010) et dans la direction [001].



**Figure 1.18 :** Textures de cisaillement obtenues dans l'olivine polycristalline par Jung et al. (2009), représentées sous forme de figures de pôle des directions [100], [010] et [001]. (a)  $T = 1300\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $\gamma = 3$ , contrainte différentielle = 120 MPa. (b)  $T = 1300\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $\gamma = 3$ , contrainte différentielle = 150 MPa. (c)  $T = 1300\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $\gamma = 6$ , contrainte différentielle  $\sigma = 390\text{ MPa}$ .

Ohuchi et al. (2011) ont ensuite étudié l'effet de pression sur la déformation de l'olivine polycristalline « sèche » en cisaillement simple entre 2,1 GPa et 7,6 GPa pour des températures allant de 1493 à 1673 K dans une presse D-DIA. Il s'avère selon eux que la chute d'anisotropie avec l'augmentation de pression résulte de la modification de texture du système de glissement [100](010) vers une direction [001] dans les plans (010) et (100) à 7,6 GPa à haute température et vers [001](010) uniquement à plus basse température. L'anisotropie observée dans le

manteau résulterait donc du changement d'anisotropie exprimée par ces systèmes de glissement.

Ces deux études ont donc confirmé les résultats obtenus par Couvy *et al.* (2004) indiquant qu'une augmentation de pression impliquait une transition de mécanismes de déformation dominant dans l'olivine. Il reste, cependant, des désaccords entre ces observations, et en particulier sur les pressions de transition.

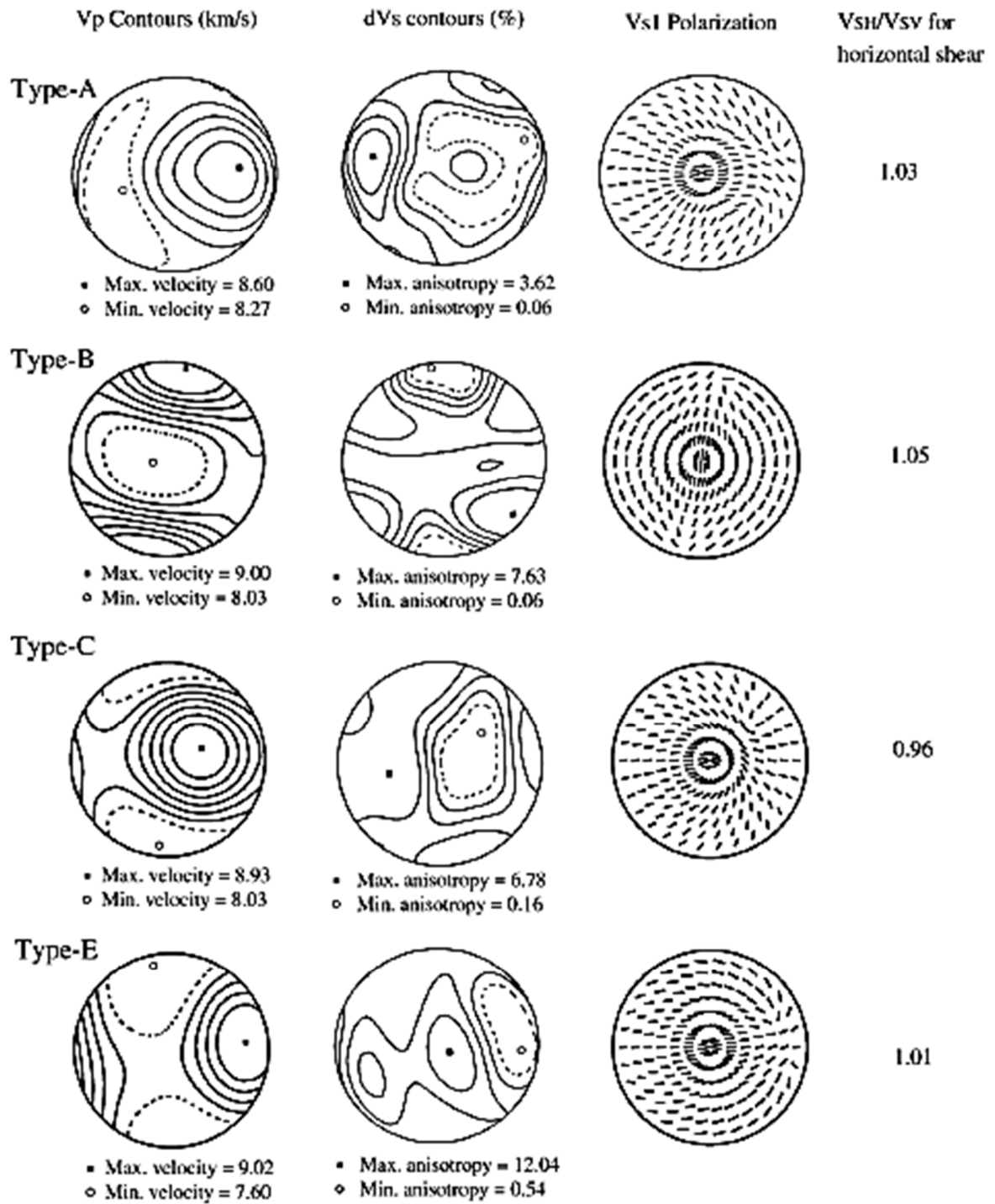
#### IV.4. TEXTURES ET ANISOTROPIE

Nous avons vu que les textures engendraient une anisotropie sismique, et que chaque système de glissement génère son anisotropie propre dans un polycristal. Après avoir vérifié les effets d'eau et de pression sur les textures, nous pouvons déduire des orientations préférentielles les différentes vitesses d'ondes sismiques pour estimer cette anisotropie. Les figures ci-dessous représentent ces anisotropies en relation avec les textures exposées par Jung *et al.* (2006) pour l'effet d'eau et par Jung *et al.* (2009) pour l'effet de pression.

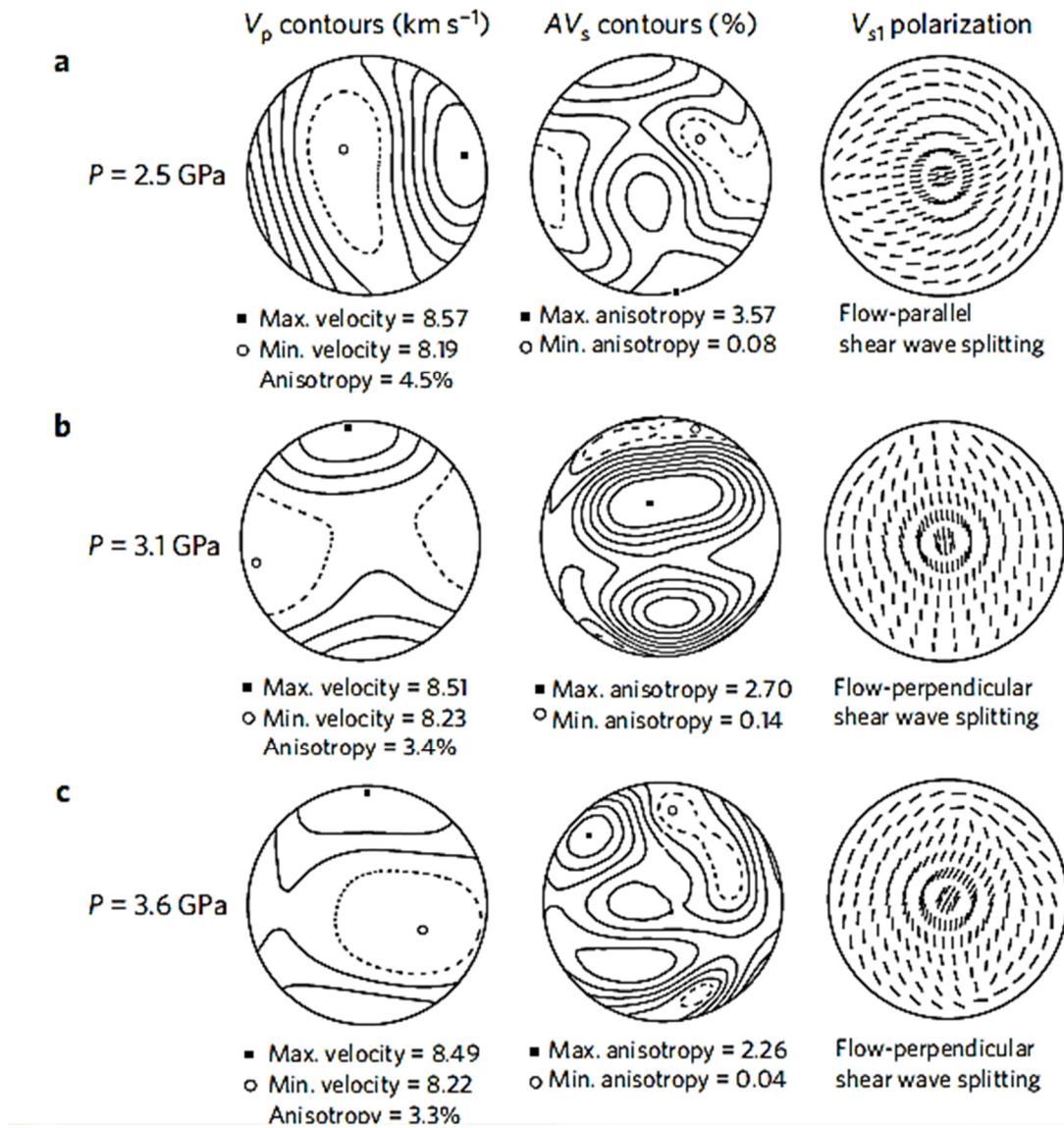
La figure 1.19 montre les anisotropies calculées à partir des textures de Jung *et al.* (2006) sans la texture de type D. L'orientation du cisaillement est dextre. Le nord représente la normale au plan de cisaillement. Pour des textures de type A, l'anisotropie des ondes P est de 3,8% ; les vitesses d'onde P sont maximales dans la direction de cisaillement et minimales lorsque leur propagation est orthogonale cisaillement. Le type B montre une anisotropie importante pour les ondes P (10,8%) avec un maximum de vitesse perpendiculairement au plan de cisaillement, et un minimum dans le plan de cisaillement, orthogonalement à la direction de cisaillement. Une texture de type C montre une anisotropie forte (10,1%) avec un maximum de vitesses dans le plan de cisaillement et un minimum perpendiculairement à ce plan. Enfin, pour les textures de type E, l'anisotropie est forte (15,4%), avec des vitesses d'ondes P maximales dans la direction de cisaillement et minimales perpendiculairement au plan de cisaillement.

L'anisotropie correspondant aux textures de déformation obtenues lors des expériences en conditions « sèches » est calculée (figure 1.20). Il apparaît que sous 3GPa, l'anisotropie pour les ondes P est de 4,5%, avec un maximum de vitesse dans la direction de cisaillement, et un minimum pour une propagation perpendiculairement au plan de cisaillement. Au-delà de 3 GPa, l'anisotropie des ondes P est de 3,4%, avec un maximum de vitesse perpendiculairement au plan de cisaillement et un minimum pour des ondes se propageant dans le plan de cisaillement. A plus haute pression, on obtient de figures similaires, avec une anisotropie de 3,3% pour les ondes P.





**Figure 1.19** : anisotropie pour les types A, B, C et E (Jung et al., 2006).



**Figure 1.20 :** Anisotropies polycristallines correspondant aux textures de la figure 1.17 (Jung et al., 2009).

Les effets d'eau et de pression sont donc en compétition et leurs rôles respectifs sur les textures dans l'olivine ne sont pas clairement établis, mais il semble que l'eau ne fasse qu'abaisser l'effet de pression sur la texture. L'enjeu est donc de déterminer quel type d'orientation préférentielle va engendrer une anisotropie comparable à celle observée dans le manteau, de préciser la gamme de pression où se produit le changement de texture pour reproduire la chute d'anisotropie mantellique, et identifier les systèmes de glissement à l'œuvre.

## **V.DEFORMATION EN D-DIA DE L'OLIVINE POLYCRISTALLINE AUX CONDITIONS DU MANTEAU SUPERIEUR**

La sismologie permet d'imager l'intérieur de la Terre, inaccessible aux études directes de géologie. On a ainsi pu comprendre la structure globale du manteau, mais beaucoup de questions ne sont pas élucidées et restent un enjeu majeur dans la compréhension de la géodynamique du manteau. On a ainsi pu observer, grâce à la propagation des vitesses d'ondes sismiques, une chute d'anisotropie forte à -200 km que l'on suppose refléter un changement de comportement plastique de l'olivine avec la pression.

Les nombreuses études quant aux propriétés mécaniques de ce minéral sous forme de monocristaux ont mené à contraindre l'effet de pression sur son mécanisme de déformation, avec la détermination de son volume d'activation. On sait donc aujourd'hui que les systèmes de glissement qui régissent sa déformation sont influencés par la pression. Cet effet de pression doit être vérifié sous la forme polycristalline de l'olivine, et surtout sur son volume d'activation, pour contraindre plus précisément son comportement dans le manteau.

Les grains des polycristaux accommodent les contraintes fortes qu'ils subissent et s'orientent avec l'écoulement. Ceci génère des textures plus ou moins marquées selon les systèmes de glissement activés, en fonction de la pression. Ces orientations préférentielles évoluant avec les pressions doivent être corrélées avec la transition d'anisotropie observée dans le manteau supérieur à -200 km, soit vers 7 GPa.

L'olivine étant une solution solide d'un silicate ferromagnésien, et sachant que le fer influence de façon complexe et mal comprise sa plasticité, son analogue magnésien, la forstérite, doit être étudié pour vérifier un éventuel effet du fer sur son comportement, qui pourrait expliquer entre autres aussi l'anisotropie observée.

Cherchant à répondre ou tout au moins à éclaircir les zones d'ombre exposées ci-dessus, ce minéral a été déformé sous presse D-DIA sur ligne synchrotron aux conditions du manteau supérieur. Le chapitre suivant décrit aussi bien l'appareil que les conditions d'expériences et les différentes méthodes employées pour analyser les données le plus exhaustivement possible, en tirant partie d'améliorations techniques telle que l'installation d'un nouveau multidétecteur.

Des éclaircissements sont apportés quant aux changements de mécanismes observés dans l'olivine. Les effets de pression, d'eau et de fer ont été considérés pour contraindre la rhéologie de ce minéral ainsi que son homologue purement magnésien. Les volumes d'activation des deux

phases minérales ainsi que l'exposant de contrainte de la forstérite, sous formes polycristallines, sont déterminés. Les mécanismes de déformation supposés intervenir dans leur rhéologie aux conditions mantelliques testées et les méthodes pour y parvenir sont décrits dans les chapitres 3 et 4.

Pour compléter l'étude sur la déformation de l'olivine polycristalline aux conditions du manteau supérieur, le développement des textures est un autre aspect de cette thèse. Pour apporter des clés quant à la compréhension de l'anisotropie sismique observée dans le manteau, le chapitre 5 présente les orientations préférentielles développées dans les échantillons. Couplées à de la modélisation VPSC, des systèmes de glissement sont identifiés par rapport à des textures de référence. Ils sont ensuite utilisés pour faire le lien entre textures observées et anisotropie.

La dernière partie de ce manuscrit mettra l'accent sur les points les plus importants et les réponses qui auront pu être apportées au court de ces travaux.





## 2. METHODES EXPERIMENTALES

### I. DEFORMATION SOUS HAUTE PRESSION

Étudier la déformation des minéraux et des roches pour comprendre la dynamique de l'intérieur de la Terre peut être facilité en ce qui concerne les couches supérieures. On peut en effet disposer d'éléments d'étude stables à la surface qui ont enregistré l'histoire géodynamique de ces couches. Il est donc possible de les étudier grâce à la pétrochimie, la pétrologie et la géologie structurale entre autres. Cependant, ces données ne peuvent suffire à appréhender dans son ensemble le fonctionnement global de l'intérieur terrestre, notamment en raison de l'absence d'échantillons représentatifs pour des profondeurs supérieures à ~70 km. On se repose alors sur d'autres techniques telles que la sismologie, ou encore la pétrologie expérimentale. Cette dernière approche permet de soumettre un échantillon (une roche ou un cristal, naturel ou synthétique) aux conditions pression-température désirées, différentes de celles de la surface, de les caractériser et, éventuellement, de les déformer afin de reproduire *in situ* les conditions réelles auxquelles ils peuvent être soumis. Reproduire une pression élevée repose sur un principe a priori simple : plus la pression  $P$  attendue est élevée, plus la surface  $S$  sollicitée doit être petite pour assurer le transfert des forces  $F$  selon  $P=F/S$ .

Il est ainsi possible de déformer ou d'étudier par exemple des phénomènes de changement de phase ou de migration de fluides en pression ou en température, voire les deux à la fois. Pour les études de déformation, différents appareils ont été développés depuis les années 30 avec les appareils de Griggs et de Paterson pour les basses pressions – hautes températures, le « Rotational Drickamer » pour déformer en cisaillement à plus haute pression, mais aussi la D-DIA, presse multi-enclumes, qui permet de déformer en compression uniaxiale. Le paragraphe ci-dessous présente un bref historique de ces capacités techniques ainsi que les dernières technologies associées.

## I.1. HISTORIQUE

### I.1.1. JUSQU'À 5 GPa : APPAREILS CYLINDRIQUES

Soumettre les roches à une pression de confinement permet, entre autres, de reproduire les contraintes géologiques ou encore d'étudier les mécanismes de déformation, de fluage et /ou de fracturation. La figure 2.1 résume les capacités de chacun des appareils décrits ici.

Les premiers appareils développés pour ce type d'expérience sont composés d'une chambre cylindrique (donc d'un échantillon cylindrique) et d'un piston. L'injection d'un fluide dans la chambre permet de soumettre l'échantillon à une pression de confinement donnée. Griggs, inspiré et instruit des travaux de Bridgman, développera dès 1936 (Griggs, 1936 ; Griggs *et al.*, 1960 ; Griggs, 1967) le premier appareil à déformer des roches sous pression en milieu transmetteur solide : en tirant partie des capacités offertes par un milieu transmetteur solide la compression uniaxiale est assurée par l'insertion d'un piston mobile tandis qu'un second conserve la pression hydrostatique. Sous l'effet d'une contrainte différentielle, l'éprouvette se déforme plastiquement. La mise sous pression de l'échantillon induit malheureusement une déformation initiale non désirée. Des améliorations sont apportées au cours des années 50 pour réduire les effets de frictions au niveau des pistons (Handin, 1953 ; Turner *et al.*, 1956), et Griggs, en 1960, développe un système pour soumettre les échantillons à des températures de l'ordre de 1300°C jusqu'à une pression de 1,5 GPa, la taille des éprouvettes pouvant varier de 3 à 6 mm de diamètre. En 1989, Green et Borch (1989) utilisent du sel fondu comme milieu transmetteur pour minimiser encore les effets de friction, et des pressions de plus de 3 GPa sont atteintes. L'appareil de Griggs est toujours utilisé aujourd'hui (*e.g.*, Jung *et al.*, 2006 ; Katayama et Karato, 2008).

Des travaux en parallèle, guidés par Paterson en 1970, ont donné naissance à la machine qui porte son nom (Paterson et Weaver, 1970). Cette machine est constituée selon le même principe que la machine de Griggs, à ceci près que le milieu transmetteur de pression est un gaz (en général de l'argon), assurant un confinement hydrostatique quasi-parfait, minimisant les forces de frictions à moins de 1 MPa, mais ne permettant pas d'aller au-delà de 0,7 GPa (environ -20 km ; 1978) dans les meilleurs cas, avec une contrainte jusqu'à 300 MPa (diamètre d'échantillon ~3 mm). Accroître la résolution de mesure de contrainte et pousser la gamme *PT* d'expérimentation avec ce type d'appareil fait l'objet d'améliorations permanentes (Griggs, 1967 ; Borch et Green, 1989 ; Tingle *et al.*, 1993 ; Rybacki *et al.*, 1998). Paterson en 1990, puis en 2000 avec l'aide d'Olgaard (Paterson et Olgaard, 2000), met au point un système permettant



d'étudier l'effet de la contrainte cisailante sur la déformation et l'installe sur les appareils des modules de torsion.

Si une machine de Griggs permet aujourd'hui d'atteindre des pressions de l'ordre de 5 GPa, en déformation uniaxiale comme en torsion, ces conditions ne correspondent qu'à une profondeur équivalente de 150 km, soit des conditions correspondant à la limite supérieure du manteau supérieur.

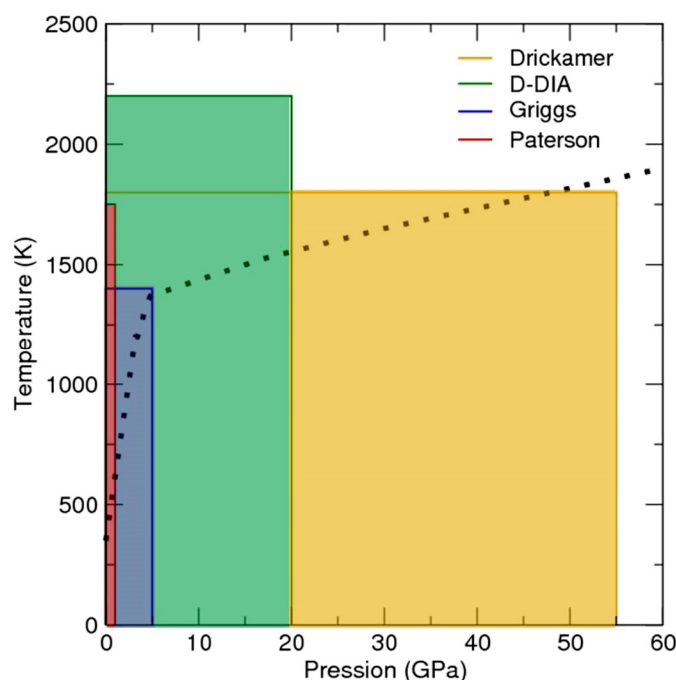
### I.1.2. AU-DELA DE 5 GPa

Le principe est toujours aussi simple : diminuer la surface de l'échantillon en contact avec les pistons permet d'augmenter la contrainte subie par l'éprouvette. En passant d'une géométrie cylindrique à une troncature trapézoïdale, on réduit cette surface. On ne parle plus de pistons, mais d'enclumes. Autre avantage de ces appareils : leur utilisation permet de bénéficier, après certains aménagements techniques, du rayonnement synchrotron (Durham *et al.*, 2002 ; Irifune, 2002 ; Wang *et al.*, 2009). La synthèse d'échantillons est alors possible, voire leur déformation.

Selon les études qui sont menées, la pression peut être hydrostatique ou non. Différentes géométries de « chambres » de confinement d'assemblages sont alors utilisées selon la gamme pression/contrainte/déformation attendue. Les premières études sur la rhéologie de matériaux sous haute pression impliquant une presse multi-enclumes datent des années 90 et a connu un essor majeur les années suivantes (*e.g.*, Green et Borch, 1989 ; Liebermann et Wang, 1992 ; Dupas *et al.*, 1994 ; Sharp *et al.*, 1994 ; Weidner *et al.*, 1994 ; Cordier *et al.*, 1996 ; 2002 ; Karato et Rubie, 1997 ; Durham et Rubie, 1997 ; Weidner *et al.*, 1998 ; Weidner, 1998 ; Cordier et Rubie, 2001 ; Thurel et Cordier, 2003 ; Couvy *et al.*, 2004). Sans déformation, une presse multi-enclumes classique permet d'atteindre les 2000°C pour ~30 GPa selon différents couples enclumes/vérins hydrauliques, ce qui équivaut aux conditions du manteau supérieur, de la zone de transition, et de la partie haute du manteau inférieur. Cependant, il n'est pas possible d'appliquer indépendamment une contrainte différentielle, et donc de déformer plastiquement l'échantillon, sur toute cette gamme de pression-température.

Dès 2003, Wang *et al.* (2003) développent, à partir de la presse d'Osugi (1964), la *deformation-DIA* pour déformer d'abord en compression uniaxiale jusqu'à 15 GPa, puis en 2010, avec les travaux d'Ohuchi (Ohuchi *et al.*, 2010), en torsion. Si l'environnement est cubique, la contrainte différentielle et la pression hydrostatique peuvent être contrôlées séparément grâce à différents vérins, assurant une déformation supposée cylindrique grâce à la cellule. C'est cette

presse qui a été utilisée pour réaliser cette étude, sur ligne de lumière. Elle est décrite plus précisément dans la section I.2 de ce chapitre.



**Figure 2.1** : domaines de pression-température accessibles par différents appareils de déformation aux conditions de l'intérieur terrestre selon un géotherme océanique moyen (pointillés noirs).

### I.1.3. AUTRES DISPOSITIFS : ENCLUMES OPPOSEES

Aux appareils de Griggs et Paterson, nous l'avons évoqué plus haut, est venu s'ajouter la possibilité de déformer en cisaillement d'abord avec une cellule à géométrie cisailante (Karato et Rubie, 1997), puis directement avec une presse à enclumes opposées en 2001 : Yamazaki et Karato (2001) développent le Rotational Drickamer Apparatus. Un vérin fixé à l'enclume supérieure assure une compression en déformation cisailante à l'échantillon par rotation. La gamme explorée est de l'ordre de 1500°C pour 15 GPa, ce qui correspond au manteau supérieur. On peut alors envisager d'étudier le développement d'une texture, arrangement préférentiel des grains dans un polycristal par rapport à la direction de contrainte. Cependant, il convient de s'assurer du maintien difficile de l'axe de torsion au centre de la cellule pour mesurer la déformation et la contrainte.

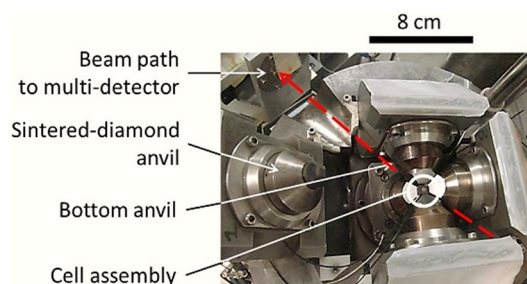
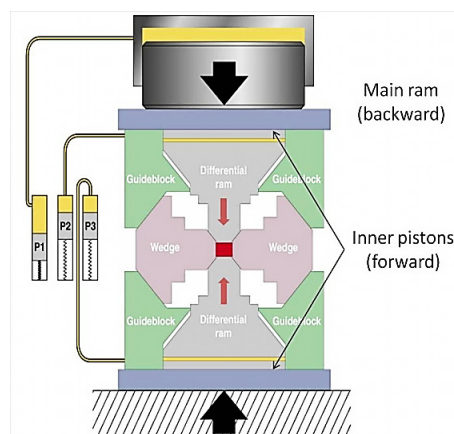
Un autre type de dispositif à enclumes opposées, parfois couplé à un chauffage laser, est utilisé pour atteindre des conditions correspondant à celles du noyau : les cellules à enclumes en diamant. Des expériences de déformation dans cet appareil ont été développées en 1977 par Kinsland et Basset (1977). De petite taille et grâce à la transparence aux rayons-X des diamants,

l'utilisation de ce dispositif sur ligne synchrotron est devenue courante, bien que les limites techniques soient plus prononcées. En effet, la fragilité est une difficulté évidente, le chauffage est complexe, et le chargement de la cellule délicat en raison de l'extrême petitesse de l'échantillon. De plus, il n'est pas possible dans ce cas de contrôler indépendamment la pression et la contrainte.

## 1.2. LA D-DIA

Reprenant le principe de la presse multi-enclumes DIA mise au point par Osugi *et al.* (1964), la D-DIA (figure 2.2) est composée de 6 enclumes (figure 2.3) en général en carbure de tungstène, et offre une chambre de confinement cubique. La troncature carrée de ces enclumes varie de 6 mm à 3 mm selon les forces à appliquer pour des pressions maximales attendues de 7 à 13 GPa. Dans les expériences menées ici, cette troncature est de 3,5 mm, ce qui permet de travailler dans la gamme de 3 à 10 GPa (pour cette étude, au National Synchrotron Light Source à New York).

**Figure 2.2 :** schéma du module D-DIA. Les flèches noires représentent les vérins hydrauliques primaires, les flèches rouges les vérins secondaires différentiels. D'après Wang *et al.* (2003).



**Figure 2.3 :** photographie du module D-DIA utilisé dans cette thèse avec 5 enclumes (l'inférieure et 3 latérales en carbure de tungstène, la dernière latérale, couchée, en diamant fritté) avec la cellule en place. Le trajet du faisceau de rayons-X incident et transmis est représenté par les tirets rouges.

En pression, la déformation est appliquée en avançant les enclumes supérieure et inférieure, supervisées par des vérins indépendants. La pression d'huile (donc de confinement autour de ces enclumes) est maintenue constante dans la colonne des pistons principaux. Ceci permet aux quatre enclumes latérales de se rétracter par rapport à l'échantillon lorsque la déformation verticale est appliquée, maintenant ainsi constants volume et pression moyens.

Une telle géométrie engendre une compression asymétrique de la colonne de compression à  $P$  et  $T$  constant, avec un maximum de déformation possible de 40%. Une déformation dite cyclée, comprimant ou rétractant alternativement les enclumes verticales, est aussi possible en D-DIA.

### 1.3. PREPARATION DES ECHANTILLONS POUR LA DEFORMATION

Les agrégats de forstérite utilisés dans cette étude ont été obtenus par broyage de monocristaux de forstérite pure ( $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ ) dans un mortier en alumine, réduits à une poudre à grain fin ( $\sim 10 \mu\text{m}$ ). Le cristal initial a été fourni par Takaya Nagai (Okaido University, Japon). Les polycristaux d'olivine proviennent d'un même type de broyage de monocristaux d'olivine de San Carlos ( $\text{Mg}_{0.9}\text{Fe}_{0.1}\text{SiO}_4$ ). Il en va de même pour l'enstatite (McDonnell *et al.*, 2000), incorporée à 5 wt.% dans l'olivine et certaines expériences de forstérite pour contrôler l'activité de silice et limiter au possible la recristallisation dynamique.

Les expériences 65, 68, 69, 70 ont été réalisées avec des poudres de forstérite pure. Les cellules ont été chargées directement dans la presse.

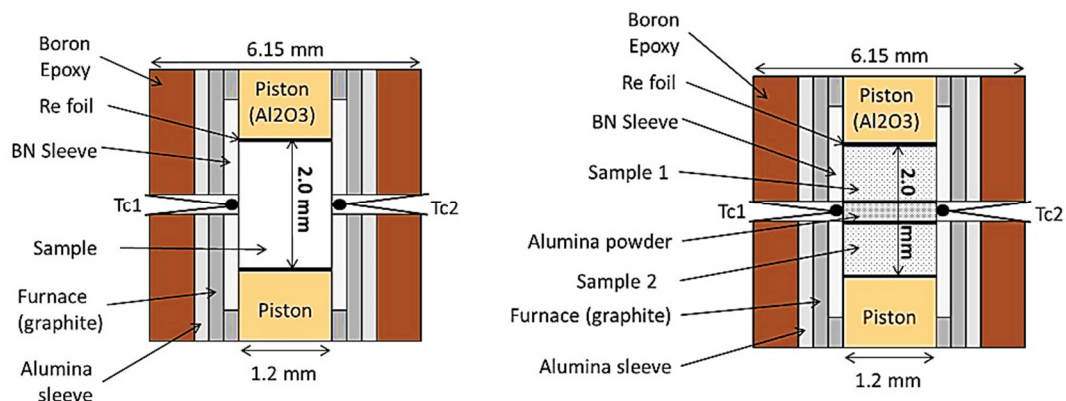
En revanche, les autres expériences visant à étudier conjointement le comportement de l'olivine et de la forstérite, il a été nécessaire de contrôler l'activité de silice en incorporant aux poudres 5 % en poids d'enstatite de Mongolie pour l'olivine, et synthétique pour la forstérite. Il s'avère que cette proportion, même moindre, est visible sur les spectres et peut parfois se superposer à certains pics du matériau visé. Il convient donc de ne pas tenir compte de ces valeurs dès lors biaisées.

Pour ces expériences, les poudres ont été soumises à une température d'environ  $100^\circ\text{C}$  dans un four avant de monter l'assemblage pour évacuer au maximum la teneur en eau libre. Une fois l'ensemble réuni, et parce que le ciment assurant la cohésion entre les thermocouples et la cellule est lui-même hydraté, un nouveau séjour au four à  $100^\circ\text{C}$  20 à 30 min avant de charger la presse a été observé. On a pu noter au demeurant que ceci permettait de conserver plus longtemps au cours de l'expérience au moins un des deux thermocouples.

#### I.4. CELLULE DE DEFORMATION

La cellule de déformation (figure 2.4) est un cube de 6.15 mm de côté. Il a été précédemment utilisé pour étudier des propriétés de déformation de matériaux à haute pression (*e.g.*, Durham *et al.*, 2009 ; Amiguet *et al.*, 2009 ; Raterron *et al.*, 2009 ; 2011 ; Girard *et al.*, 2010). Cette cellule, comprenant le four, les échantillons et les thermocouples est placé au centre de la D-DIA, entre les 6 enclumes (figure 2.3).

Le cube est réalisé avec un mélange 5:1 d'époxy et de bore, transparent aux rayons X. Les échantillons polycristallins sont chargés entre deux pistons poreux d'alumine dans un trou cylindrique (long de 2 mm en déformation et avec un diamètre de 1.2 mm) au centre de la cellule. Le rôle de ces pistons est (i) d'accommoder une partie de la compression à froid, et (ii) lorsqu'ils sont durcis, d'assurer la transmission de la contrainte aux spécimens durant la déformation. Dans les expériences comprenant deux spécimens, ceux-ci sont séparés par une épaisseur de poudre d'alumine afin d'éviter qu'ils ne se contaminent l'un l'autre.



**Figure 2.4** : schéma de la cellule de déformation utilisée avec un ou deux échantillons.

Pistons et échantillons sont superposés dans une colonne de compression dans un manchon en nitrure de bore (BN). Des feuilles de rhénium (épaisseur de 25  $\mu\text{m}$ ) absorbent fortement les rayons X. Elles sont placées entre les pistons et chacune des poudres comme marqueurs des limites des échantillons, mesurées par contraste d'absorption en radiographie pendant l'expérience.

La température est générée dans un four en graphite cylindrique, séparé de la cellule en bore-époxy par un manchon en alumine. Elle est mesurée en utilisant deux thermocouples horizontaux W3%Re-W25%Re (sans correction de pression). Des orifices percés à travers le four permettent de mettre en contact les thermocouples avec la poudre.

Il existe un gradient de température dans la cellule. Il a été récemment calibré dans une cellule similaire à celle utilisée pour ces travaux avec de l'alumine, et estimé à  $\sim 155 (\pm 5)$  K (Raterron *et al.*, 2013) à 1673 K entre le centre de la colonne et les pistons. Ce gradient se traduit par des températures dans les pistons d'alumine qui peuvent être facilement 200 K plus basses que celles mesurées dans l'échantillon. Il convient d'en tenir compte pour la mesure des pressions et contraintes appliquées.

L'incertitude sur la mesure de la température, quant à elle, si elle peut être due à des gradients horizontaux non quantifiés à ce jour, est estimée à  $\pm 50$  K selon la taille du spécimen, à condition que la puissance du four ait pu être compensée durant toute la déformation. Ceci impose la conservation d'au moins un thermocouple. Elle est surestimée à  $\pm 100$  K si les deux thermocouples n'ont pas supporté la première phase de compression à froid (rejetés trop loin de l'échantillon ou hors de la cellule, pincés, faux-contact), car le contrôle de la température doit être réalisé à l'aide d'une calibration préexistante entre puissance à injecter au four et température nominale.

### 1.5. MISE EN PLACE SUR SYNCHROTRON

Les expériences avec modules D-DIA sur ligne de lumière ont déjà été décrites auparavant (*e.g.*, Durham *et al.*, 2002 ; Wang *et al.*, 2003, 2009 ; Raterron et Merkel, 2009) et je n'en présenterai ici qu'un résumé succinct. L'intérêt de la déformation de minéraux aux conditions du manteau, en utilisant une presse D-DIA, est de pouvoir réaliser des mesures *in situ*.

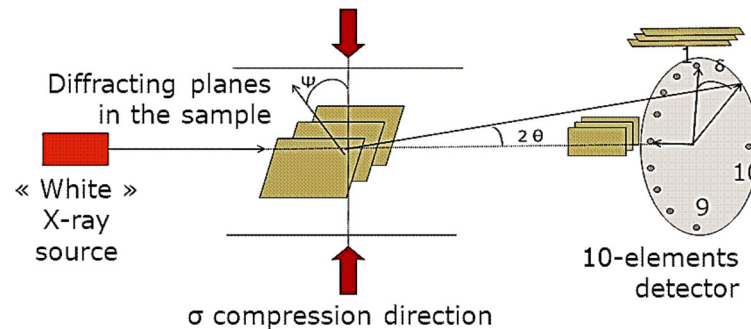
En effet, si la presse est installée sur une ligne synchrotron, il est possible de mesurer le raccourcissement de l'échantillon. Ceci se fait en utilisant le faisceau transmis par radiographie grâce à un cristal de YAG et une caméra CCD. Le faisceau traverse la cellule de déformation grâce au mince espace entre les enclumes (figure 2.3).

Par diffraction des rayons-X, la contrainte et la pression appliquées à l'échantillon sont également accessibles. Les faisceaux diffractés sont collectés par un détecteur placé à l'arrière du montage (figure 2.5). Celui utilisé dans cette étude est décrit dans la section suivante.

Des radiographies et des données de diffraction sont collectées durant les expériences en passant alternativement de l'un à l'autre grâce à l'ouverture (ou fermeture) de fentes sur le faisceau incident et le déplacement de composants du système de radiographie. Les données de diffraction sont collectées en 200 s, alors que l'image de l'assemblage est prise en 0,5 s toutes

les 300 s, entre chaque spectre. Plus de détails sur ces différents enregistrements sont disponibles dans l'article joint en annexe (Bollinger *et al.*, 2012).

Dans notre étude, la presse est installée sur la ligne X17B2 à NSLS où un faisceau polychromatique (dit « blanc ») de 14 à 100 keV est généré. On est en dispersion d'énergie.



**Figure 2.5 :** schéma du trajet du faisceau de rayons X jusqu'au multidétecteur et comportement de l'échantillon.

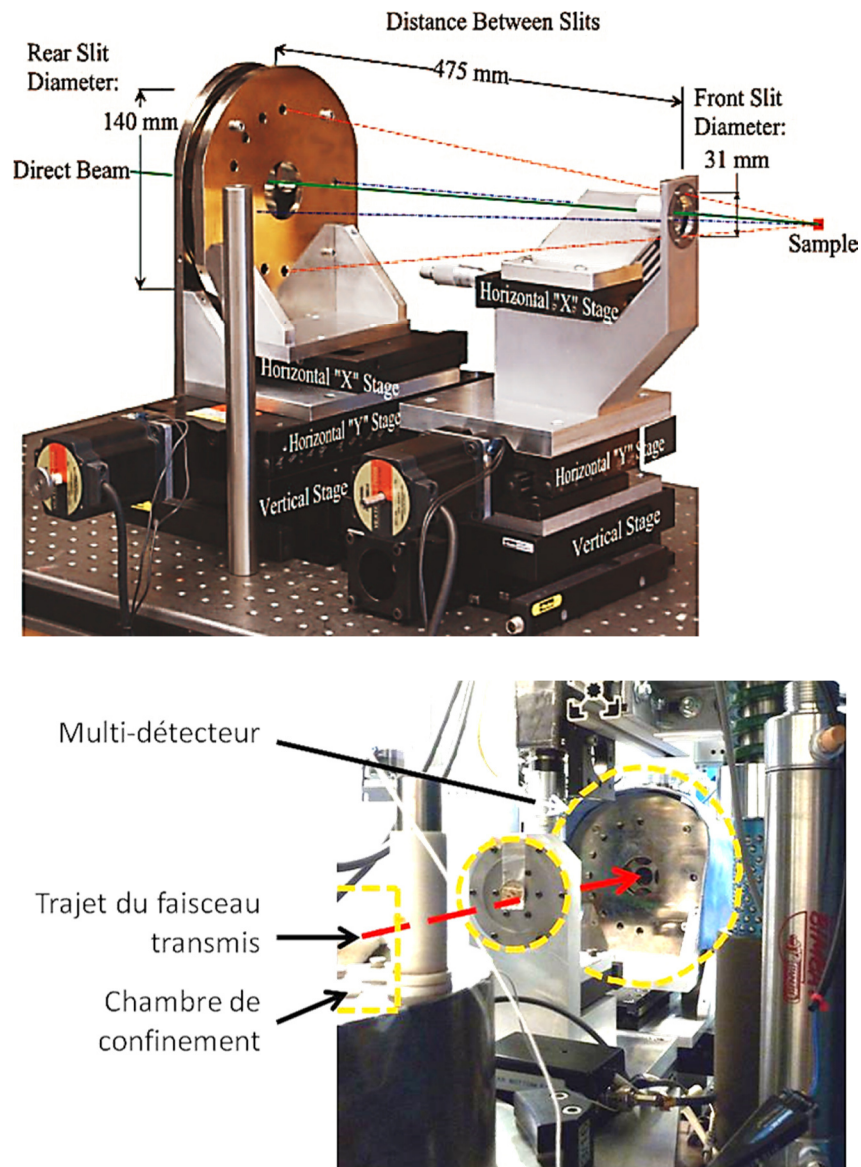
Cependant, les faisceaux diffractés qui traversent l'échantillon rencontrent sur leur trajet divers objets opaques à la diffraction. Premièrement, le trajet est arrêté par les mâchoires du module. Pour gagner en amplitude de collecte, une gouttière conique d'un angle de  $10^\circ$  a été creusée dans les mâchoires du module pour laisser passer le faisceau diffracté dans une gamme azimutale de  $360^\circ$  en presse ouverte.

Deuxièmement, en presse fermée, les enclumes sont en carbure de tungstène et sont donc opaques aux faisceaux diffractés. L'envergure de diffraction disponible est donc faible, puisque seule une collecte verticale est envisageable. Le remplacement d'une enclume arrière, au moins, avec du diamant fritté permet d'élargir le champ de collecte de diffractions à  $180^\circ$  en presse fermée ( $360^\circ$  en presse ouverte, sans les enclumes).

## I.6. MULTIDÉTECTEUR

Le multidétecteur (figure 2.6) décrit par Weidner *et al.* (2010) et installé sur la ligne X17B2 est l'élément terminal d'un système conique de mesure de diffraction. L'envergure de ce cône est caractérisée par l'angle de diffraction  $\theta$ , fixé ici à  $2\theta = 6.6^\circ$  (figure 2.5). Il est constitué de 10 éléments (appelés simplement détecteurs) en dispersion d'énergie sur un cercle de 140 mm de diamètre. Les détecteurs 1 à 9 sont situés sur un demi-cercle vertical, à une distance respective les uns des autres de  $22,5^\circ$ . Le dernier (n°10) est à  $90^\circ$  de ce demi-cercle.

Chaque détecteur collecte ainsi un spectre de diffraction qui dépend donc de l'orientation des plans diffractant par rapport à la direction de contrainte appliquée. En déformation, le détecteur 10 étant placé derrière une enclume en carbure de tungstène, il est inutilisé. Il ne sert qu'à aligner l'ensemble lors du chargement de la cellule, lorsque la presse est ouverte.



**Figure 2.6 :** (haut) prototype du dispositif collimateur conique/multidétecteur (Weidner et al., 2010); (bas) dispositif en situation sur la ligne X17B2. Le multidétecteur est en arrière-plan, on peut apercevoir la chambre de confinement à gauche de la photographie.

L'avantage du multidétecteur est de tirer parti de cette couverture à 180° en utilisant un faisceau blanc. Le dispositif précédent ne disposait que de 4 détecteurs placés à 90° les uns des autres. L'incertitude générée sur le calcul de la contrainte appliquée à l'échantillon était de



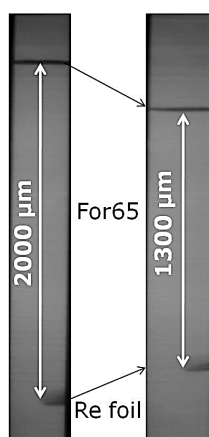
l'ordre de 100 MPa (*e.g.*, Li *et al.*, 2006 ; Raterron *et al.*, 2007 ; 2009 ; Amiguet *et al.*, 2009). Avec ce nouvel appareil, le but a été de la ramener à 20 MPa (Weidner *et al.*, 2010), bien que la résolution effective sur les expériences réalisées ici soit de l'ordre de 50 MPa (voir chapitres 3 et 4). L'autre intérêt a été, comme en faisceau monochromatique, de suivre l'évolution du développement de texture *in situ* au sein de l'échantillon.

### 1.7. RADIOGRAPHIE

Déformer des échantillons aux conditions mantelliques en D-DIA n'a que peu d'intérêt si le taux de déformation n'est pas contrôlé. Comme déjà énoncé auparavant, le faisceau transmis est utilisé au travers d'un cristal de YAG couplé à une caméra CCD pour radiographier l'échantillon (figure 2.7).

Les feuilles de rhénium sont opaques aux rayons-X. On peut alors voir la limite entre chaque poudre utilisée et les pistons. On peut donc mesurer *in situ* le raccourcissement de l'échantillon étudié.

Avec une collecte d'image à peu près toutes les 4 min, entre chaque prise de spectre de diffraction, la déformation de la cellule est suivie avec précaution pour deux raisons. Premièrement, il est inutile dans le domaine des Sciences de la Terre de pousser le raccourcissement des échantillons à son maximum. Le taux de défauts engendrés dans ces cas-là peut-être colossal et non représentatif de ce qui se produit dans le manteau terrestre (exemple de l'expérience For70 décrite rapidement dans le chapitre 5). Il s'ensuit généralement une augmentation de la contrainte mesurée, donc un durcissement du matériel, qui ne peut plus être étudié comme matériau mantellique.

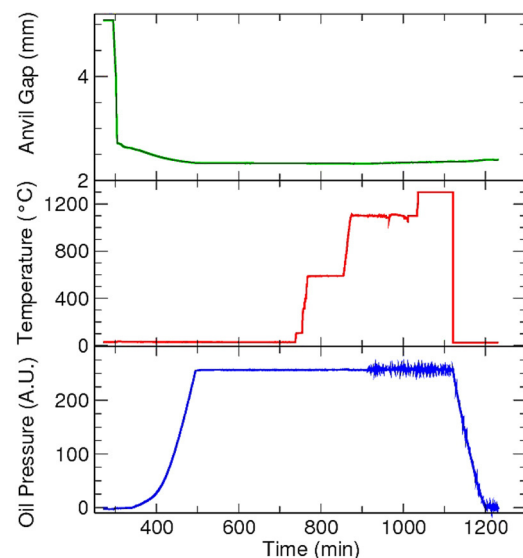


**Figure 2.7 :** radiographies de l'échantillon For65 en début d'expérience (à gauche) et à la fin (à droite) après un taux de raccourcissement de 35%. Les feuilles de Rhénium, opaques aux rayons-X, marquent la limite de l'échantillon et l'interface avec les pistons d'alumine.

Enfin, le bore époxy des assemblages joue le rôle de joint entre les enclumes car il se déforme plastiquement et facilement durant la compression à froid. Si le raccourcissement en cours d'expérience est poussé trop loin, il y a un risque de fluage trop rapide et trop important de ces joints, donc une épaisseur de joint bien trop faible. Dans ce cas, les enclumes se touchent et sous l'effet de forces équivalentes ainsi que de contraintes internes générées, elles se fissurent, voire explosent.

### 1.8. DEROULEMENT D'UNE EXPERIENCE

**Figure 2.8 :** exemple de l'expérience 81 : évolution de la pression d'huile dans la presse principale (bleu, unités arbitraires), de la température (rouge, Celsius) et de l'espace entre les enclumes (vert, mm) en fonction du temps (minutes). Le comportement erratique de la température à la fin de l'expérience est la signature d'une perte d'efficacité du four : il faut réinjecter du courant. L'effet lissé après 1100 min est dû à l'extrapolation de la température, les thermocouples ayant cessé de fonctionner après 900 min.



Lorsque la cellule de déformation est chargée dans la presse, de l'huile est injectée dans les vérins principaux pour augmenter la pression de confinement jusqu'à la consigne désirée. Ceci se fait à froid en 3 à 5h. Le bore époxy de la cellule et les pistons accommodent la déformation et vont transmettre la pression à l'échantillon, ce qui peut engendrer le développement d'une texture et d'une contrainte déviatorique dans l'agrégat. La figure 2.8 est un exemple de mise sous pression avec l'expérience 81 : la courbe bleue représente la pression d'huile dans les vérins principaux. Au cours des 500 premières minutes, cette pression est augmentée pour atteindre la pression désirée au niveau de l'échantillon. Elle est ensuite maintenue fixe pendant le reste de l'expérience. Parallèlement, la courbe verte représente l'espace entre les enclumes. Celui-ci diminue lors de la montée en pression. Il reste ensuite pratiquement constant pendant la suite de l'expérience.

Après 720 min, la température est augmentée de 50°/min en injectant du courant dans le four (figure 2.8, courbe rouge). Elle est contrôlée grâce aux thermocouples. Des paliers d'adaptation thermoplastique de 30 min sont observés à 100 et 600°C. A la température souhaitée (1100°C pour l'expérience 81), une étape de stabilisation d'environ 45 min est requise pour permettre la relaxation des contraintes internes accumulées dans la cellule pendant la compression à froid. Cette étape a aussi pour objectif de restaurer la microstructure de l'échantillon après la phase de compression hydrostatique.

Lors de la phase de déformation, de l'huile est injectée à vitesse constante dans les vérins secondaires, derrière les enclumes verticales. Ceci a pour effet, afin de maintenir la pression de confinement constante, de rétracter les enclumes latérales, de faire avancer les enclumes verticales, et donc d'appliquer une déformation axiale à l'échantillon. On peut constater d'ailleurs sur la courbe verte (vers 900 min) une très légère augmentation de cet espace entre enclumes latérales : les enclumes verticales étant poussées pour déformer, il y a raccourcissement verticalement. Afin de maintenir le volume de l'échantillon constant, ceci a pour effet de générer un élargissement dans la direction horizontale.

A la fin de l'expérience, les vérins secondaires sont arrêtés et la puissance injectée au four est ramenée à zéro. La température chute brutalement à 50°C, « figeant » la microstructure dans l'échantillon. L'huile dans les vérins principaux est rejetée en environ 2 heures pour ramener l'échantillon à pression ambiante. Pour préserver les enclumes dans lesquelles se sont accumulées de fortes contraintes d'une part, et d'autre part conserver la géométrie de la cellule sans risque de nouvelle création de microstructure dans l'échantillon avec génération d'une nouvelle déformation, cette étape se déroule à vitesse lente en environ 2 heures.

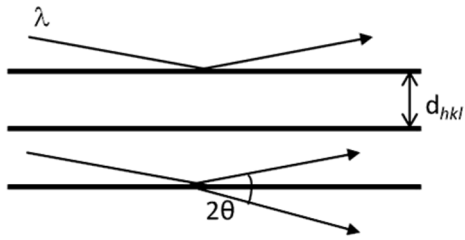
## II. MESURE DE LA CONTRAINTE

### II.1. PRINCIPE DE DIFFRACTION

Le faisceau de rayons X interagit avec les plans atomiques dans l'échantillon. Ceci donne lieu à de la diffraction avec un angle  $2\theta$  vérifiant l'équation de Bragg (figure 2.9) :

$$2d_{hkl} \sin \theta = \lambda \quad (2.1)$$

où  $d_{hkl}$  est la distance interréticulaire,  $\theta$  le demi-angle de diffraction et  $\lambda$  la longueur d'onde du faisceau de rayons X.



**Figure 2.9 :** trajet d'un faisceau transmis de longueur d'onde  $\lambda$  sur une famille de plans  $hkl$ , espacés d'une distance  $d_{hkl}$ . Le faisceau est diffracté d'un angle  $2\theta$ , en conditions de Bragg.

## II.2. PRESSION ET EQUATIONS D'ÉTAT

Étudier la plasticité des minéraux sous haute pression par diffraction revient à estimer la contrainte qui leur est appliquée à partir des  $d_{hkl}$  mesurés. En d'autres termes, il est nécessaire d'évaluer la variation de volume que subit le minéral en fonction de la pression et de la température exercées.

L'équation d'état permet de lier les paramètres de pression hydrostatique, température et de volume.

A température  $T$  constante, la pression  $P$  est la dérivée de l'énergie libre  $F$  d'un système par rapport à son volume  $V$ :

$$P = -\left(\frac{\partial F}{\partial V}\right)_T \quad (2.2)$$

On définit le module d'incompressibilité  $K$ , dérivée partielle de la pression par rapport au changement de volume, avec :

$$K = -V \left(\frac{\partial P}{\partial V}\right)_T = -V \left(\frac{\partial^2 F}{\partial V^2}\right)_T \quad (2.3)$$

et sa dérivée première par rapport à la pression  $K'$  telle que :

$$K' = \left(\frac{\partial K}{\partial P}\right)_T \quad (2.4)$$

Les valeurs de  $K$  et  $K'$  à  $P=0$  sont notées  $K_0$  et  $K'_0$ .

On suppose :

$$F = a_0 + a_1 f + a_2 f^2 + a_3 f^3 + \dots + a_n f^n \quad (2.5)$$

où  $f$  est la déformation eulérienne appliquée au système et  $a$  sont des constantes.

La déformation eulérienne est liée au changement de densité  $\rho$  (donc de volume) avec :

$$\frac{\rho}{\rho_0} = \frac{V_0}{V} = (1 + 2f)^{3/2} \quad (2.6)$$

Le calcul de la dérivée de F montre que

$$a_1 = g(K_0) \quad (2.7)$$

$$a_2 = g(K_0, K'_0) \quad (2.8)$$

$$a_3 = g(K_0, K'_0, K''_0) \quad (2.9)$$

Pour un développement au deuxième ordre, on a nécessairement que  $a_i = 0$  pour  $i \geq 3$ , ce qui implique que  $K'_0 = 4$ .

On obtient donc, pour la pression, l'équation de Birch-Murnaghan au deuxième ordre suivante :

$$P = 3K_0 f(1 + 2f)^{5/2} \quad (2.10)$$

Au troisième ordre,  $a_i = 0$  pr  $i \geq 4$  et l'équation de Birch-Murnaghan devient :

$$P = 3K_0 f(1 + 2f)^{5/2} \left[ 1 + \frac{3}{2}(K'_0 - 4)f \right] \quad (2.11)$$

L'effet de la température est pris en compte en recalculant les modules d'incompressibilité et le volume à pression nulle en température selon (Liu et Li, 2006) :

$$V_{P=0,T} = V_0 \times \exp \int_{298}^T \alpha_T dT \quad (2.12)$$

où  $\alpha_T$  est le coefficient d'expansion thermique du système tel que :

$$\alpha_T = \alpha_0 + \alpha_1 T + \alpha_2 T^{-2} \quad (2.13)$$

$$K'^T_0 = K'_0 \quad (2.14)$$

$$K^T_0 = K_0 + \left( \frac{\partial K_T}{\partial T} \right)_P (T - 298) \quad (2.15)$$

$V_0$ ,  $K_0$ ,  $K'_0$  et  $\alpha_i$  sont des paramètres mesurés expérimentalement. Pour obtenir le volume de maille des échantillons déformés à pression et température données, on utilise les  $d_{hkl}$  mesurés pour différents plans grâce aux spectres de diffraction. L'équation de Singh *et al.* (1998) permet d'extraire les paramètres de maille hydrostatiques à partir des mesures de distances interréticulaires:

$$d^m_{hkl} = d^0_{hkl} [ 1 + (1 - 3\cos^2\psi)Q_{hkl} ] \quad (2.16)$$

où  $d_{hkl}^m$  correspond à l'espace interréticulaire mesuré pour une famille de plans  $hkl$ ,  $d_{hkl}^0$  est la distance interréticulaire de cette même famille de plans en conditions hydrostatiques,  $\psi$  est l'angle entre la normale au plan diffractant et la direction de contrainte principale, et  $Q_{hkl}$  est un paramètre dépendant des constantes élastiques du matériau et de la contrainte appliquée.

L'équation reliant  $d_{hkl}^0$  aux paramètres de maille permet de remonter aux paramètres de maille de l'olivine :

$$d_{hkl}^0{}^2 = \left(\frac{h}{a}\right)^2 + \left(\frac{k}{b}\right)^2 + \left(\frac{l}{c}\right)^2 \quad (2.17)$$

Il est alors possible d'en déduire le volume, et grâce aux équations d'état, de calculer la pression exercée sur l'échantillon sous température.

Le paramètre  $Q_{hkl}$ , comme mentionné ci-dessus, est lié à la contrainte exercée sur l'échantillon par la relation de Singh *et al.* (1998), avec  $\tau$  la contrainte différentielle :

$$\tau \propto (6G)\langle Q_{hkl} \rangle \quad (2.18)$$

La contrainte appliquée au système en géométrie axiale est considérée comme suit :

$$\sigma_{ij} = \begin{vmatrix} \sigma_1 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_1 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_3 \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} P & 0 & 0 \\ 0 & P & 0 \\ 0 & 0 & P \end{vmatrix} + \begin{vmatrix} -\tau/3 & 0 & 0 \\ 0 & -\tau/3 & 0 \\ 0 & 0 & 2\tau/3 \end{vmatrix} = P + D_{ij} \quad (2.19)$$

où  $\sigma_1$  et  $\sigma_3$  sont les composantes radiales et axiales,  $\tau = \sigma_3 - \sigma_1$  la contrainte différentielle,  $P$  la pression hydrostatique et  $D_{ij}$  le tenseur de contrainte déviatorique.

### II.3. PRINCIPE DE LA MESURE DE CONTRAINTE

L'un des objectifs des expériences décrites ici a été d'établir une loi de déformation plastique de l'olivine polycristalline. Il est donc nécessaire d'avoir un accès à la contrainte et à la pression exercées sur l'échantillon.

Nous venons de voir que ceci est possible si l'on mesure les distances interréticulaires d'une famille de plans, en utilisant le principe de la diffraction. Sous contrainte et à l'état stationnaire, ces distances vont varier par rapport à un état d'équilibre hydrostatique pour chacune des familles considérées. C'est cet écart qui est mesuré puis étudié en termes de rhéologie en appliquant l'équation de Singh et les équations d'état appropriées.

Dans cette étude, les paramètres  $V_0, K_0, K'_0, \alpha_i$  et les différentes constantes élastiques ont été choisis de (Anderson et Isaak, 1995) et (Fei, 1995) pour l'alumine, de (Isaak *et al.*, 1989) et (Zha *et al.*, 1996) pour la forstérite, (Isaak, 1992) et (Zha *et al.*, 1998) pour l'olivine.

Les contraintes déduites à partir de la forstérite et de l'olivine sous soumises à de fortes incertitudes, probablement en raison des effets de déformation plastiques importants qui induisent des hétérogénéités de contrainte entre les grains pour ces matériaux (*e.g.*, Raterron *et al.*, 2009 ; Hilairt *et al.*, 2012). De plus, comme on peut le voir sur la figure (2.10), le champ de contrainte tout au long de la cellule semble être hétérogène car l'échantillon récupéré en fin d'expérience n'est pas parfaitement cylindrique mais en forme de « boudins ». Il y a probablement fluage de matériel via les trous des thermocouples. Si nous avons veillé à tenir compte au maximum de toutes les sources d'erreurs possibles, il n'est pas possible de quantifier cet effet. De plus, nous faisons l'hypothèse, dans un souci de simplification du calcul, d'un champ de contraintes homogène sur toute la colonne des échantillons. On peut s'interroger sur la transmission des contraintes d'un échantillon à l'autre dans une cellule. Nous n'avons pas de réponse à apporter à cette limite technique actuellement, le but ayant été d'optimiser le temps de faisceau à l'origine en réalisant autant d'expériences que possible. Ceci engendre très probablement un biais dans les mesures des contraintes et se répercute alors sur les incertitudes de mesure.

Les contraintes et pressions ont alors été calculées à partir des spectres de diffraction des pistons d'alumine. La pression mesurée est très souvent plus élevée dans le piston haut, ce qui montre qu'il existe un gradient de contrainte tout au long de la colonne. Néanmoins, tenir compte de l'hétérogénéité de contrainte s'avère un calcul très complexe. Si à l'échelle du grain le champ de contraintes est vraisemblablement hétérogène, et bien que notre décision soit contestable en regard du gradient mis en évidence, le type d'expérience réalisé dans cette étude est délicat et nous assumons l'hypothèse forte d'une contrainte homogène le long de la cellule.

Pour déduire la contrainte, nous nous basons donc sur l'équation de Singh *et al.* (1998) évoquée plus haut qui lie les paramètres de maille, la pression, la contrainte et les propriétés élastiques du matériau. Cette équation ne tient pas compte ni des hétérogénéités de contrainte dans l'agrégat ni de la relaxation induite par la déformation plastique. En conséquence, différentes valeurs de contraintes sont obtenues à partir des différents plans *hkl*. Nous avons donc effectué une moyenne pondérée de ces différentes mesures. Une approche plus fine utilisant la modélisation élastoplastique (EPSC) peut être employée pour estimer plus précisément la « vraie » contrainte (*e.g.*, Li *et al.*, 2004 ; Burnley and Zhang, 2008 ; Merkel *et al.*,

2009). Dans le cas de l'alumine, la moyenne des contraintes obtenues pour chaque plan avec le modèle de Singh donne une estimation raisonnable de la contrainte vue par l'échantillon (Raterron *et al.*, 2013).

Dans tous les cas, on suppose que le régime stationnaire est atteint dès lors que la vitesse de déformation et les contraintes mesurées sont constantes. Les incertitudes sur la vitesse de déformation sont obtenues par le calcul d'erreur d'un ajustement linéaire par la méthode des moindres carrés de la courbe de déformation en fonction du temps. L'incertitude sur la pression provient du gradient thermique, de la différence entre les  $d_{hkl}$  mesurés et de la qualité de l'ajustement des pics.

Concernant le calcul des incertitudes sur la contrainte, nous avons tenons compte de deux sources d'erreurs: les erreurs provenant des incertitudes sur les mesures, et celles dues au modèle physique.



**Figure 2.10:** photographie de l'échantillon #87 avec les pistons, l'olivine en haut, la forstérite en bas, l'alumine au milieu, et les feuilles de rhénium à l'interface, en sortie d'expérience (taille entre les deux interfaces piston/échantillon de 1,3 mm en fin de déformation).

L'erreur due aux incertitudes sur les mesures est évaluée à partir d'un ajustement par la méthode des moindres carrés de l'équation de Singh *et al.* (1998) sur les données, et mène à une incertitude estimée pour chaque contrainte de chaque plan  $hkl$ . L'erreur due au modèle physique résulte en différentes valeurs de contraintes déviatoriques pour les différents plans  $hkl$  et peut être évaluée en calculant l'écart-type des contraintes ainsi estimées.

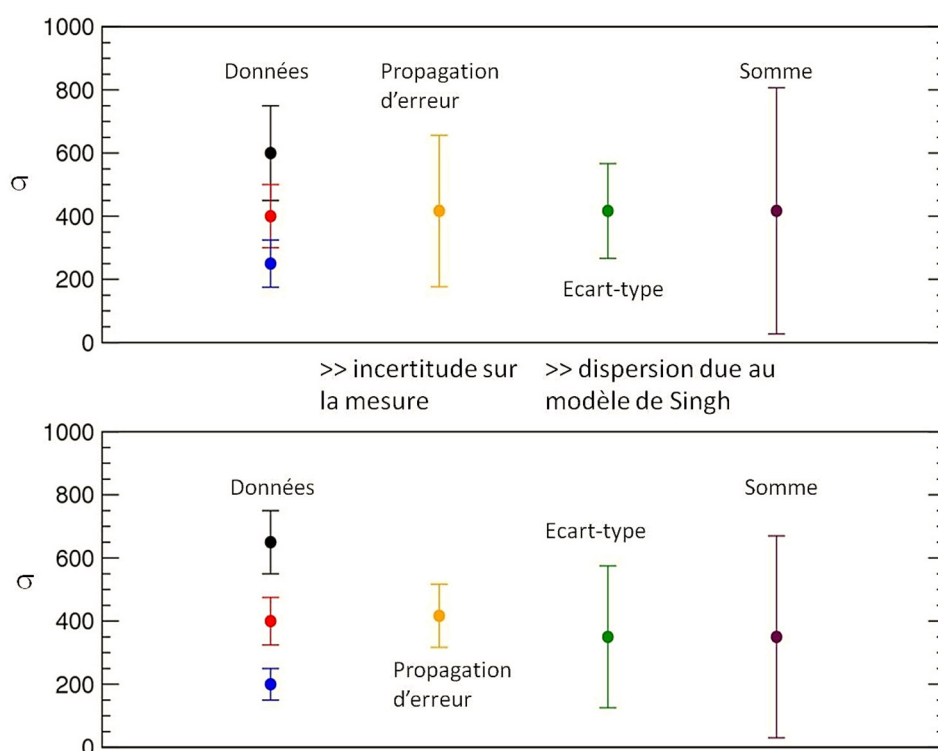
Dans cette étude, nous avons calculé la valeur moyenne de la contrainte déviatorique vue par l'échantillon en utilisant une moyenne pondérée des contraintes de chaque plan  $hkl$ . Les erreurs sur chacune de ces contraintes sont propagées pour obtenir une première source d'erreur sur la contrainte moyenne (provenant donc de l'incertitude sur la mesure). On a ensuite calculé l'écart-type de toutes ces contraintes (dont les différences proviennent cette fois-ci du modèle).



Dans une approche conservative, on suppose finalement que l'erreur totale sur la contrainte moyenne est la somme de ces deux valeurs : propagation d'erreur et écart-type.

Si les données sont peu dispersées, l'écart type est faible (figure 2.11 haut) mais les incertitudes sur chacune des mesures engendre une propagation importante. A l'inverse, des données dispersées avec des erreurs associées faibles vont réduire l'erreur obtenue par propagation mais l'écart-type sera plus important (figure 2.11 bas).

Ceci étant, la résolution nouvellement apportée par le multidétecteur permet tout de même de mieux contraindre ces valeurs (Weidner *et al.*, 2010).



**Figure 2.11:** représentation schématisée de la méthode utilisée pour estimer l'erreur globale sur la contraintes dans l'échantillon (voir texte).

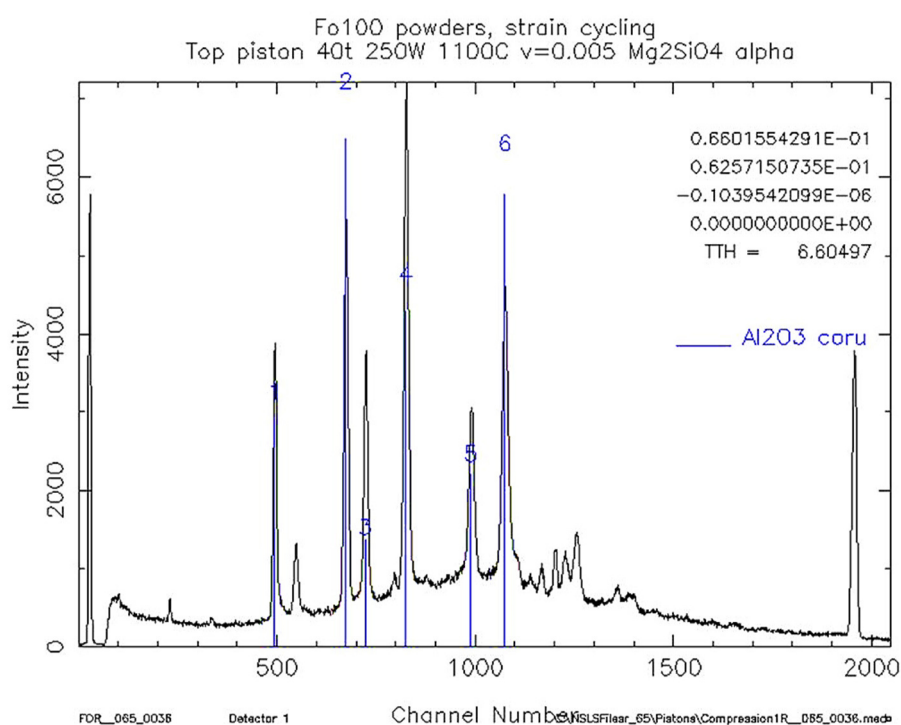
## II.4. MISE EN APPLICATION – LOGICIELS

L'ajustement et la mesure des  $d_{hkl}$  choisis pour le matériau étudié ont été effectués avec le logiciel Plot85 développé pour la ligne X17B2. Un exemple de spectre de diffraction d'alumine traité avec ce logiciel est présenté sur la figure 2.12.

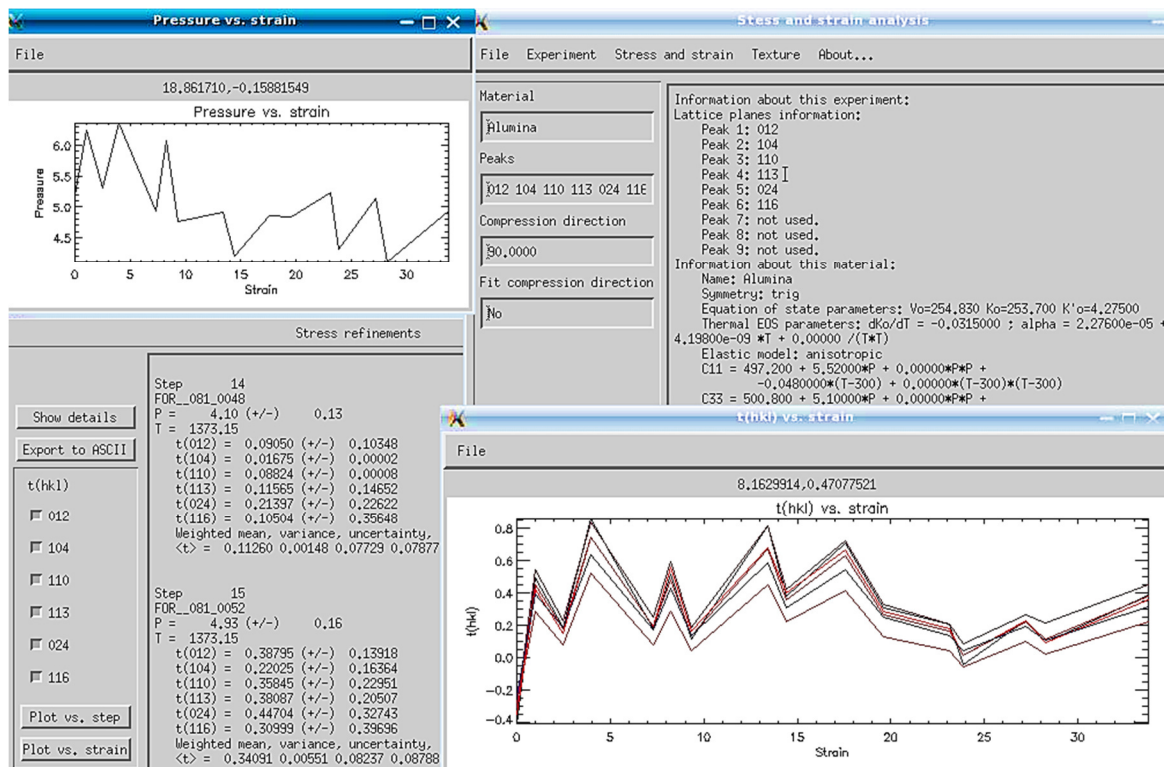
Ces valeurs sont ensuite traitées dans Polydefix (<http://merkel.zoneo.net/Multifit>, figure 2.13). Ce logiciel reprend l'équation de Singh *et al.* (1998). Il permet, pour chaque famille de

plans considérée, d'extraire la pression, la valeur et l'orientation du champ de contrainte expérimentées à partir des  $d_{hkl}$  mesurés selon la méthode décrite auparavant.

Il est nécessaire de mesurer les  $d_{hkl}$  à pression hydrostatique pour pouvoir étudier leur variation au cours de la déformation à partir d'un point de référence. Nous verrons un peu plus loin que les pistons d'alumine servent de calibrant à ces mesures. Pour que ces outils soient utilisables, il faut donc préalablement calibrer l'énergie reçue par le détecteur en presse ouverte. Un standard de poudre d'alumine sert de référence.



**Figure 2.12 :** Ajustement de la position et de l'intensité des pics de diffraction d'un spectre d'alumine à l'aide de plot 85 (en bleu #1 : 012 ; #2 : 104 ; #3 : 110 ; #4 : 113 ; #5 : 024 ; #6 : 116).



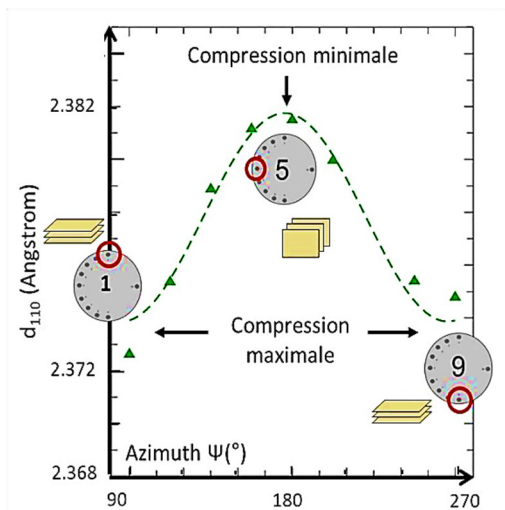
**Figure 2.13 :** Polydefix utilise la température nominale indiquée, les constantes élastiques du matériau étudié, ses caractéristiques cristallographiques et les distances interréticulaires mesurées pour en tirer pression, contrainte, et orientation du champ de contrainte.

En déformation, les plans subhorizontaux verront une contrainte maximale. Ils donneront les plus petits  $d_{hkl}$  et seront mesurés par les détecteurs verticaux (1 et 9). Les plans subverticaux, à l'inverse, subiront un minimum de contrainte. Les  $d_{hkl}$  mesurés seront donc les plus importants et vont être enregistrés par les détecteurs horizontaux (5 et 10). On obtient également, de fait, des positions intermédiaires à ces stades « limites » (figure 2.14).

L'autre intérêt de ce type de travaux sous presse sur ligne synchrotron est aussi d'observer si un développement de texture au sein de l'échantillon a lieu. En ce qui nous concerne, en Sciences de la Terre, en travaillant avec l'olivine (voir Introduction), ceci permettrait de mieux comprendre l'anisotropie sismique observée dans les profils sismiques du manteau supérieur.

Cette information est accessible non plus grâce au déplacement des pics sur les spectres de diffraction, mais par comparaison de leur intensité : en cours de déformation d'une part pour une même famille de plans, et d'autre part, entre chacune d'elle, selon les différents détecteurs. En exemple sur la figure 2.15, on peut voir le nombre de coups (ou intensité) enregistrés pour 9 pics de forstérite en fonction de l'énergie. Les 3 détecteurs d'orientation limite ont été reportés.

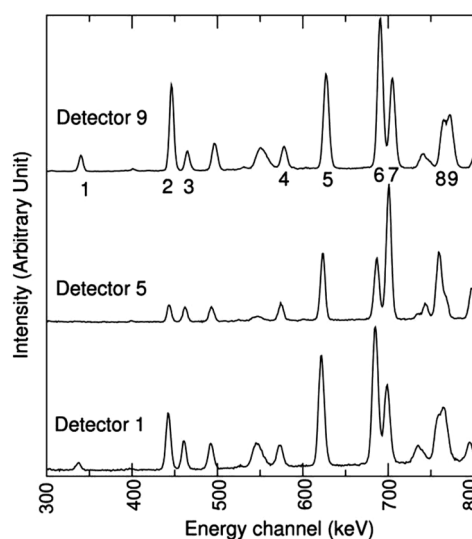
Le pic 1 (020) est absent du détecteur 5. Les doublets 6-7 (131-112) et 8-9 (041-210) présentent une inversion d'intensité sur ce même détecteur par rapport aux deux autres.



**Figure 2.14 :**  $d_{hkl}$  mesurés (triangles) pour les plans {110} dans un piston d'alumine, ajustés par l'équation de Singh et al. (1998) dans Polydefix (pointillés) en fonction de l'angle azimutal  $\psi$  (donc de la position des détecteurs). Le détecteur 5 collecte les  $d_{hkl}$  les plus grands, alors que les détecteurs 1 et 9 collectent les plus petits.

Ce type d'information est utilisé pour extraire un éventuel développement d'orientation préférentielle des grains par rapport à la direction de contrainte. Nous verrons plus loin le protocole utilisé. Polydefix permet de générer un fichier de texture. Ce fichier sert d'entrée à Beartex®, logiciel de reproduction/simulation d'orientations préférentielles.

**Figure 2.15 :** spectres de diffraction (nombre de coups par rapport à l'énergie) pour les détecteurs 1, 5 et 9 pour un échantillon de forstérite à 5 GPa et 1373 K (#1 : 020 ; #2 : 021 ; #3 : 101 ; #4 : 002 ; #5 : 130 ; #6 : 131 ; #7 : 112 ; #8 : 041 ; #9 : 210).



## II.5. UTILISATION DES PISTONS COMME CALIBRANTS DE CONTRAINTE

Mesurer la pression et la contrainte appliquées à un échantillon silicaté de type olivine est soumis à des limites techniques évidentes comme le bruit de fond, mais aussi intrinsèques du fait de l'échantillon lui-même. Les pics peuvent être mal définis ou sont souvent en doublets (distances interréticulaires trop proches), certains autres ne peuvent être utilisés car superposés à ceux de l'enstatite. Ceci engendre des différences non négligeables dans la mesure des contraintes et pression entre les différents plans.

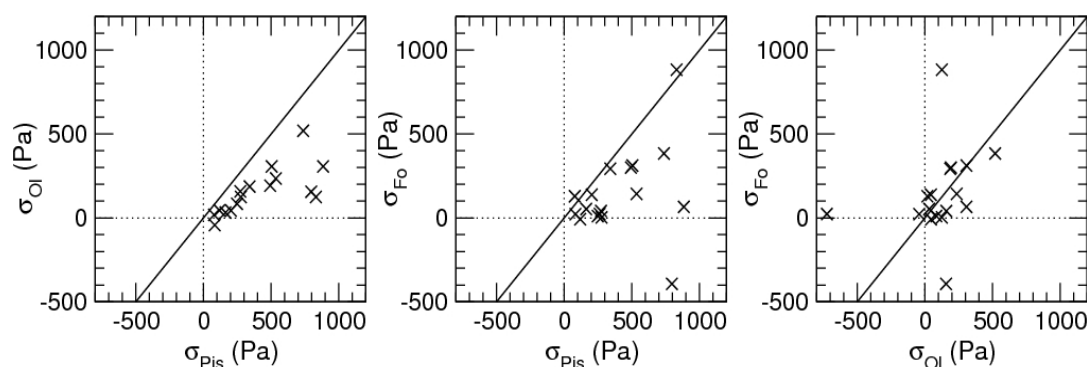
Dans l'alumine, les plans sélectionnés ne sont ni en doublets, ni soumis à la pollution d'une autre phase. Les pics sont bien mieux définis. De plus, le standard d'alumine utilisé en presse ouverte a permis de calibrer l'énergie.

En supposant que la cellule subit une déformation géométriquement cylindrique et homogène, la contrainte mesurée dans les différents matériaux de la colonne devrait être la même. Ainsi, celle mesurée dans les pistons en alumine doit être représentative de la contrainte appliquée aux échantillons.

Nous avons vu précédemment qu'il existait un gradient thermique dans la colonne. Ceci a été observé en comparant les pressions obtenues dans les différents matériaux : la pression est plus élevée dans les pistons à température nominale. Si la géométrie est cylindrique, elle devrait être constante. En corrigeant la température dans les pistons de 200°, cette valeur de pression est ramenée à une valeur constante tout au long de la colonne. Une calibration plus précise a été établie après nos travaux par Raterron *et al.* (2013) et peut désormais être prise en compte pour effectuer cette correction. Ceci ne remet cependant pas en cause la correction de 200° utilisée ici.

Cette correction effectuée, on suppose que l'on peut désormais utiliser la contrainte vue par les pistons. Si l'on compare les contraintes tirées des pistons avec celles des différentes olivines (figure 2.16) pour toutes les expériences de cette étude, on constate que, l'ensemble, est cohérent avec une évolution plutôt linéaire, bien corrélé et n'a pas un comportement aléatoire.

Les divergences observées peuvent s'expliquer par une croissance de grains lors de la déformation dans l'olivine, une colonne de déformation asymétrique, un gradient de pression trop fort... mais ne permet pas de rejeter, dès lors, l'utilisation des pistons comme calibrants de la contrainte, puisqu'à priori, l'alumine ne présente pas de recristallisation.



**Figure 2.16 :** comparaison des contraintes mesurées dans la forstérite (Fo), l'olivine (Ol) et les pistons (Pis) pour toutes les expériences réalisées à NSLS et utilisées pour déterminer la rhéologie de l'olivine.

Par ailleurs, on pourrait s'interroger sur la validité des expériences en utilisant deux matériaux certes proches en comportement et composition, mais présentant une rhéologie monocristalline un peu différente (Raterron *et al.*, 2009, 2012 ; Girard *et al.*, 2010). Le même type de comparaison (figure 2.16) montre qu'il n'est pas aberrant de comparer forstérite et olivine dans une même colonne de déformation sous les mêmes conditions, car l'ensemble montre une tendance linéaire. Néanmoins, les analyses des données nous ont montré que les contraintes étaient mal définies à partir des échantillons, avec peu de résolution et beaucoup de bruit. Utiliser les contraintes déterminées à partir des pistons est donc la solution que nous avons employée. Les valeurs négatives indiquent en réalité une croissance de grains (donc un changement de mécanisme de déformation) ou un défaut technique lors de l'expérience, non identifié.

Ainsi, les pistons ont servi de calibrants de contrainte et pression tout au long des expériences.

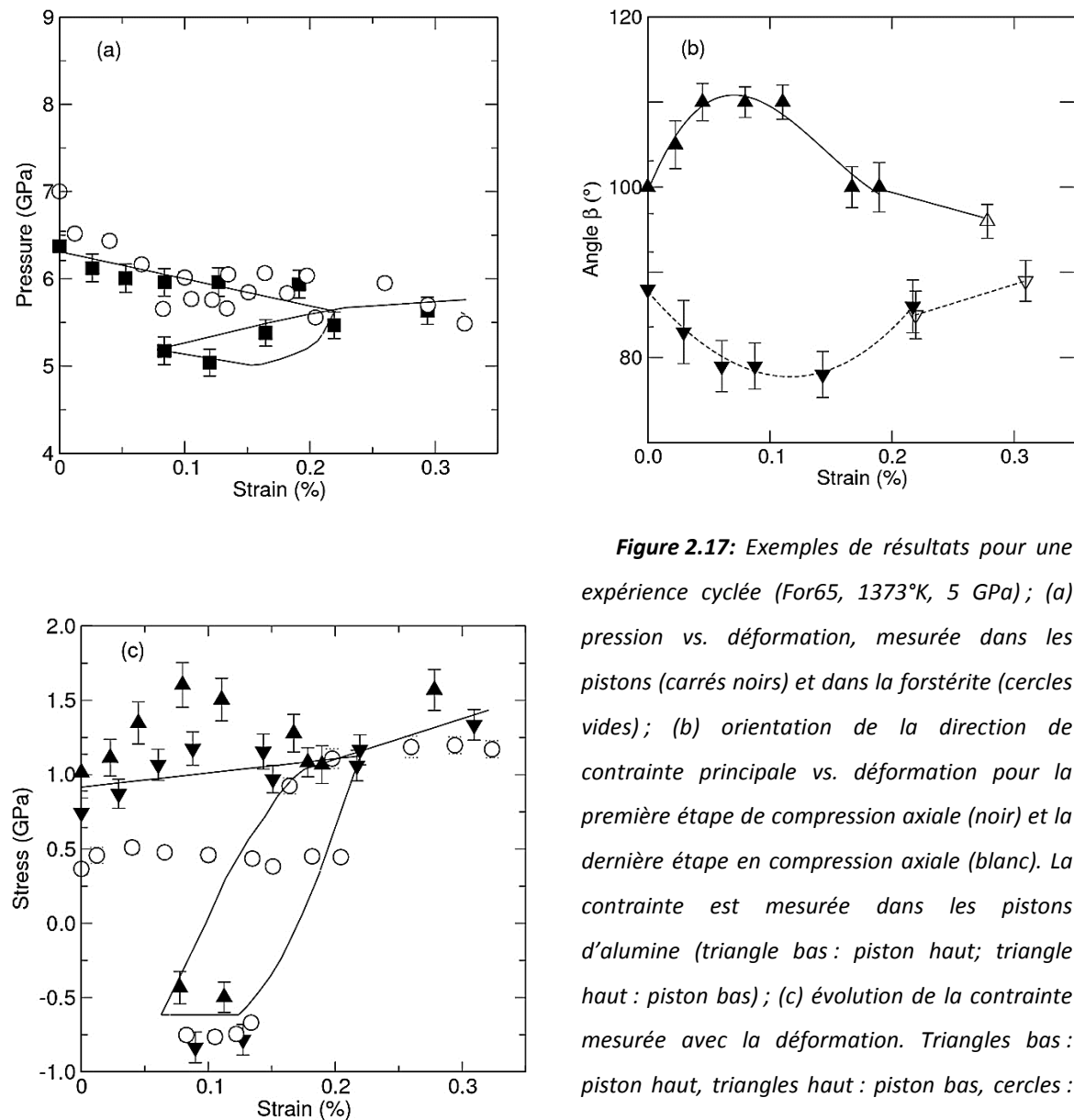
## II.6. EXEMPLE : ETUDE CYCLEE

Pour valider chacune des deux méthodes décrites dans les sections précédentes, une expérience en 3 étapes de déformation a été réalisée à 1373 K avec de la poudre de forstérite pure (expérience For65). Elle fait également l'objet de l'article ci-joint, publié dans la revue *Journal of Applied Crystallography* en 2012.

Deux phases de compression axiale se sont déroulées en rapprochant les deux enclumes verticales par injection d'huile dans les vérins principaux. Elles sont séparées par une phase en

compression latérale : en rétractant par rejet d'huile des enclumes verticales, afin de conserver la pression de confinement constante, les enclumes latérales s'avancent.

La pression a été mesurée dans l'échantillon et dans chacun des pistons (voir chapitre 5 pour le tableau de résultat) après correction du gradient thermique.



**Figure 2.17:** Exemples de résultats pour une expérience cyclée (For65, 1373°K, 5 GPa); (a) pression vs. déformation, mesurée dans les pistons (carrés noirs) et dans la forstérite (cercles vides); (b) orientation de la direction de contrainte principale vs. déformation pour la première étape de compression axiale (noir) et la dernière étape en compression axiale (blanc). La contrainte est mesurée dans les pistons d'alumine (triangle bas : piston haut; triangle haut : piston bas); (c) évolution de la contrainte mesurée avec la déformation. Triangles bas : piston haut, triangles haut : piston bas, cercles : forstérite. Le tracé noir est un guide visuel au travers des données de contrainte mesurées dans les pistons.

La première étape s'est déroulée en compression axiale, à une vitesse de  $3,3 (0,2) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  jusqu'à 23% de déformation. La pression, mesurée dans les pistons haut et bas ainsi que dans l'échantillon de forstérite est de 5,9 (0,2) GPa (figure 2.17a). Sur la figure 2.17b, on peut constater que la colonne de déformation était désorientée par rapport à la verticale (direction de contrainte principale) pendant cette première étape. Le piston était désaxé de  $10^\circ$ , le piston bas était bien orienté. Au cours de l'expérience, cet écart s'est accentué pour chacun d'eux, avoisinant les  $110^\circ$  pour le piston haut et  $80^\circ$  d'axe pour le piston bas. Ils sont revenus à leur position initiale à la fin de cette première phase. L'échantillon entre ces pistons a subi un champ de contrainte orienté à  $95^\circ$ . Les contraintes moyennes mesurées dans les pistons (figure 2.17c) sont de 850 (120) MPa puis augmente jusqu'à 1300 (90) MPa au début du cycle de déformation. Après 7% de déformation, cette contrainte est constante et 1100 (150) MPa.

La deuxième phase s'est déroulée en compression latérale, à une vitesse (négative en raison de la direction de compression) de  $-1,0 (0,1) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  pour une déformation de 16%. La pression est globalement inchangée ( $5,1 \pm 0,7 \text{ GPa}$ ), et on constate une inversion du champ de contrainte (d'où le signe négatif là encore) autour de -625 (175) MPa. L'orientation n'a pas été représentée ici, dans un souci de clarté pour le rendu graphique, mais surtout en raison du faible nombre de points à disposition pour cette étape.

### III. MESURE DE LA TEXTURE

#### III.1. PRINCIPE

Le nouveau multidétecteur installé sur la ligne X17B2 offre la possibilité du suivi du développement de textures au sein de l'échantillon grâce aux différentes orientations azimutales disponibles, ce qui n'était pas réalisable auparavant sur cette ligne. La déformation plastique induit une rotation des grains dans un polycristal. La statistique d'orientations obtenue, aussi appelée texture, peut être mesurée par diffraction, et apporte des informations importantes sur la plasticité du matériau.

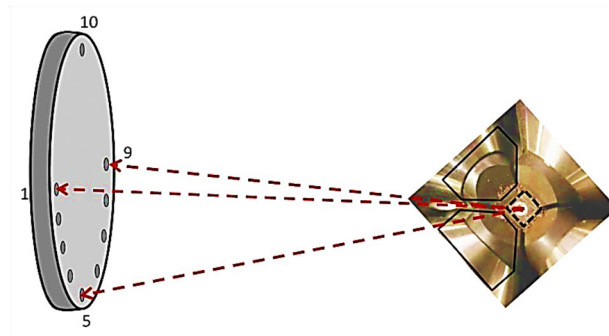
Dans ce cas, il faut se concentrer non plus sur la variation de la position des pics, mais sur l'évolution de leur intensité respective, par détecteur (donc en fonction de l'angle azimutal), *i.e.*, en fonction de l'orientation des différents plans considérés. En effet, un développement de texture va orienter certains plans dans des directions particulières par rapport à la direction de déformation. Il peut donc y avoir une majorité de grains dans une orientation donnée par



rapport à une autre. Les pics seront alors plus intenses pour le plan considéré dans le cas d'une orientation préférentielle par rapport à une texture aléatoire et vont donc modifier l'intensité du signal sur les différents détecteurs pour les pics considérés.

La mesure de texture, cependant, n'est pas aisée car beaucoup de sources d'erreur peuvent brouiller le signal : effet de l'assemblage autour de l'échantillon, sensibilité des détecteurs, pics resserrés ou superposés... Au cours de cette thèse, nous avons donc mis au point une procédure permettant de les évaluer avec les pistons car comme déjà expliqué auparavant, les spectres d'alumine sont moins source d'erreur puisque les pics sont bien définis.

### III.2. CORRECTIONS



**Figure 2.18:** vue schématique représentant les trajets de faisceau transmis et diffractés. Le faisceau diffracté collecté dans le détecteur latéral 5 traverse l'enclume arrière, en diamant fritté ; les intensités mesurées sur ce détecteur sont donc fortement atténuées. A l'inverse, les trajets vers les détecteurs 1 et 9 ne traversent pas d'enclume. Les intensités mesurées y seront donc beaucoup moins atténuées.

Deux sources d'erreur principales affectent les intensités mesurées sur chaque détecteur : les éléments du multidétecteur ne possèdent pas tous la même sensibilité au signal, et le chemin traversé par chaque faisceau diffracté dépend du détecteur considéré. L'espace disponible entre les enclumes est vertical. Ainsi, les rayons X diffractés et collectés par les détecteurs verticaux 1 et 9 ne traversent aucune enclume (figure 2.18). Les faisceaux dirigés vers les détecteurs latéraux (2 à 8), en revanche, traversent une épaisseur plus ou moins importante d'enclume. Le diamant fritté est partiellement transparent aux rayons X, mais le signal le traversant en est néanmoins affecté avec une perte du nombre de coups, d'où un effet d'ombre des enclumes sur les intensités.

Pour corriger ces sources d'erreur, nous avons mis au point une procédure de normalisation fondée sur la somme des intensités mesurées pour tous les pics pour un même détecteur. Elle

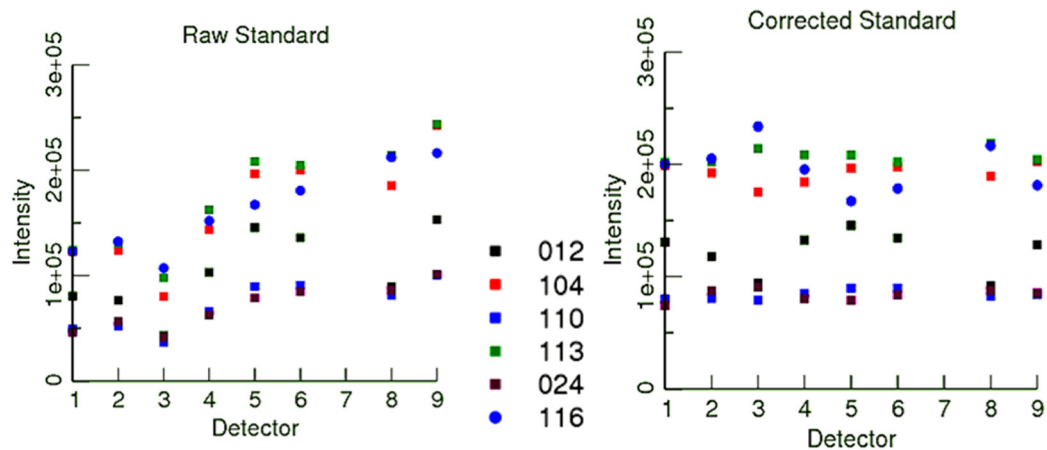
ne dépend donc que du matériau considéré et des intensités moyennes mesurée. Ce calcul permet donc d'obtenir, pour chaque détecteur un facteur de correction en tenant compte à la fois de sa sensibilité intrinsèque et de l'effet d'ombre des enclumes. Ce facteur correctif est ensuite appliqué aux intensités mesurées avant l'analyse de texture.

Soit  $\sum_j I$  la somme des intensités ( $I$ ) des pics de l'alumine pour le détecteur  $j$ . Cette somme est ensuite normalisée par celle d'un détecteur de référence (nous avons choisi arbitrairement le 5 ici). On obtient alors, pour chaque détecteur  $j$ , un facteur de correction  $F_{corr}^j$  :

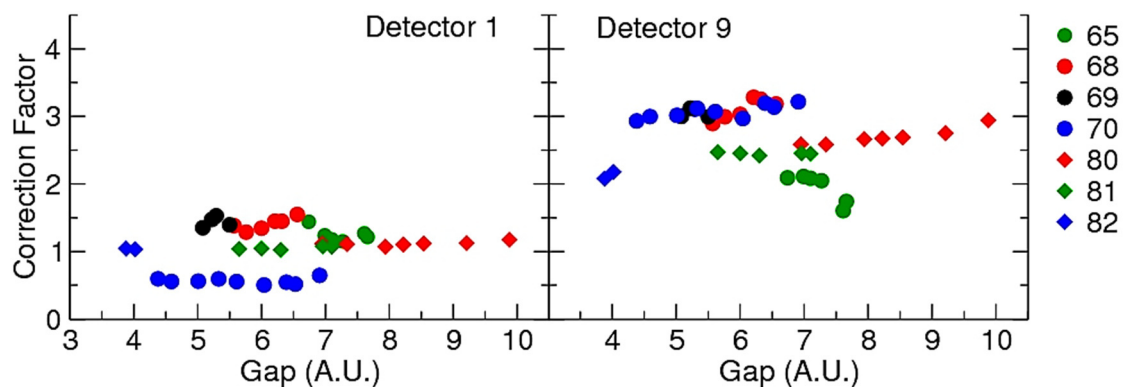
$$F_{corr}^j = \frac{\sum_j I}{\sum_5 I} \quad (2.20)$$

L'intérêt de cette normalisation supplémentaire est d'effacer l'influence du temps de collecte et de l'intensité du faisceau incident. Ce facteur peut être établi à n'importe quel moment au cours de l'expérience : lors de la calibration sur un standard, quand la presse est ouverte, ou au cours de l'expérience. Presse ouverte, cette mesure n'est pas affectée par l'ombre de l'enclume arrière et les facteurs calculés ne tiennent compte que de la sensibilité de chacun des détecteurs. La figure 2.19a montre un exemple d'une telle correction. Sur cette figure, il apparaît clairement, par exemple, que les intensités brutes mesurées sont plus importantes pour le détecteur 9 que pour le détecteur 1. Après correction (figure 2.19b), l'ensemble est lissé et les intensités mesurées ne dépendent pratiquement plus de l'orientation, ce qui confirme l'hypothèse de départ selon laquelle il n'y a pas de texture initiale.

Une fois la presse fermée, l'expérience montre que ce facteur, pour un détecteur donné, est quasi constant au cours de l'expérience (figure 2.20). Il ne dépend donc pas, ou très peu, des conditions expérimentales (pression, déformation, température). Dans ce cas, le facteur calculé permet de corriger à la fois les effets de sensibilité des détecteurs, et de l'ombre des enclumes. La figure 2.21, par exemple, montre les intensités brutes d'un spectre collecté après ~20% de déformation. Celles-ci ont une allure de berceau, du fait de l'ombre exercée par les enclumes. De plus, les intensités mesurées sur les détecteurs 1 et 9 sont différentes alors que les plans contribuant à la diffraction sur chacun de ces détecteurs sont dans une géométrie identique. Après l'application du facteur de correction, l'ensemble est lissé (figure 2.21b), le signal est prêt pour ajustement d'une texture. La figure 2.21c, enfin, montre que les facteurs de correction sont indépendants du choix de matériau utilisé pour effectuer la calibration. Les facteurs de correction calculés sont donc indépendants du choix de standard et peuvent s'appliquer à tout autre matériau présent dans la même cellule.

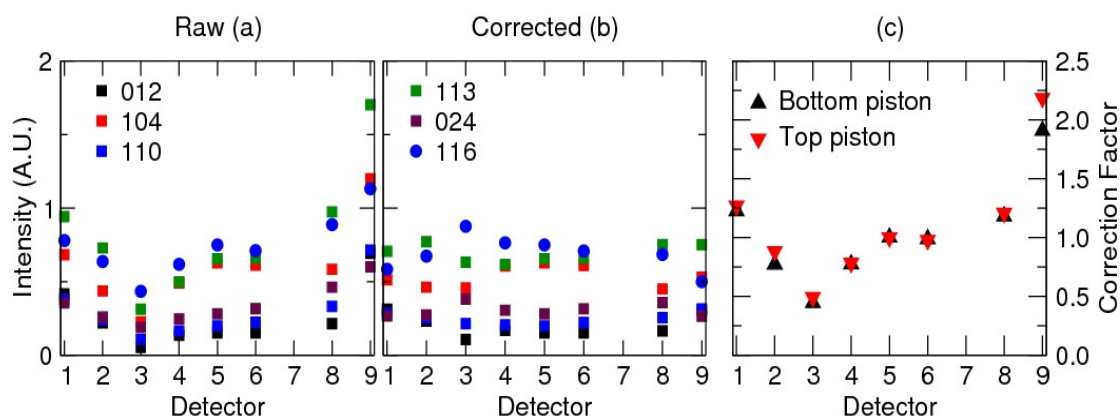


**Figure 2.19 :** (gauche) Intensités brutes mesurées dans le standard en alumine, presse ouverte, pour chaque pic et détecteur considéré. (b) Intensités corrigées pour ce même standard. L'absence de données sur le détecteur 7 est due à une panne matérielle.



**Figure 2.20:** évolution du facteur de correction calculé pour le détecteur 1 (gauche) et le détecteur 9 (droite) en fonction de l'espace entre les enclumes (unités arbitraires) pour plusieurs expériences.

Cette procédure est maintenant intégrée au logiciel Polydefix qui, après calibration des différents détecteurs et interpolation des données sur une grille régulière de  $5^\circ$ , fournit des fichiers de texture expérimentale compatibles avec le logiciel Beartex. En faisant l'hypothèse d'une symétrie cylindrique de la texture autour de la direction de compression, Beartex peut ensuite y ajuster une fonction de distribution des orientations, représentant de manière statistique la distribution des orientations dans l'échantillon.



**Figure 2.21:** (a) Exemple d'intensités brutes mesurées dans l'alumine lors de l'expérience For65 à 1373 K et 5.5 GPa. Les intensités sont représentées en fonction du numéro du détecteur, pour chaque pic d'alumine considéré. (b) Intensités extraites de ce même spectre, corrigées des effets de sensibilité des détecteurs et d'ombre des enclumes. (c) Facteurs de correction établis pour chaque détecteur à partir des données collectées dans les pistons haut et bas.

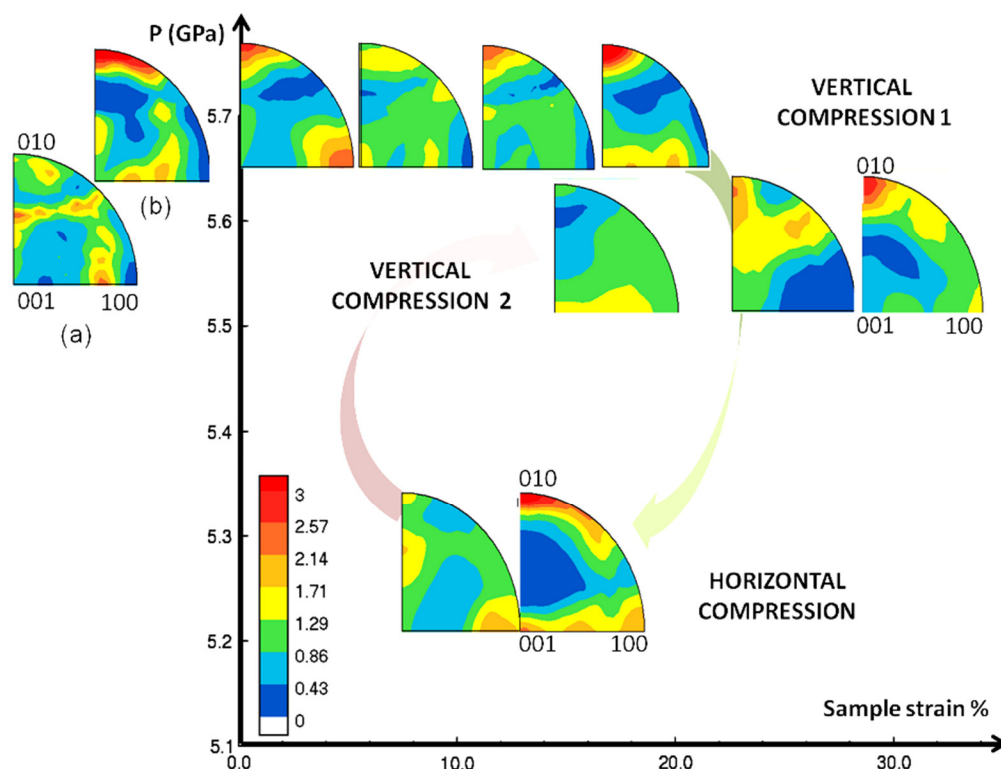
### III.3. REPRESENTATION DES TEXTURES

Avec la déformation, un polycristal développe une texture. Les grains de l'agrégat s'orientent préférentiellement par rapport à la déformation, en fonction des mécanismes de plasticité activés. On parle alors d'orientation préférentielle de réseau (OPR, LPO en anglais). La texture globale est représentée par une fonction de distribution des orientations (ODF) qui donne une information tridimensionnelle sur l'orientation des grains dans l'agrégat. L'ODF est difficile à visualiser et on représente donc le développement de texture grâce à des projections de cette ODF, les figures de pôles et figures de pôles inverses. Ces dernières reproduisent la statistique d'orientation des grains par rapport à une direction particulière. Dans notre cas, nous étudions le comportement de matériaux en déformation axiale, il est donc plus approprié de représenter la texture sous forme de figures de pôles inverses de la direction de compression. Dans ces figures, un maximum d'intensité observé à un pôle donné atteste que la famille de plans considérée est majoritairement perpendiculaire à la direction de déformation. Ainsi, un maximum d'intensité, par exemple, au pôle 010 indique que les plans de type (010) sont majoritairement perpendiculaires à la direction de déformation.

### III.4. APPLICATION ET VALIDATION DU PROTOCOLE

L'expérience cyclée, décrite dans la section II.6, nous a permis de valider notre protocole d'inversion des textures sur des données de D-DIA obtenues sur la ligne X17B2 de NSLS. Nous avons mesuré les variations d'intensités de diffraction de notre échantillon de forstérite (pics

021, 101, 002, 130, 131, 112, 041, 210), corrigées à l'aide du protocole décrit dans la section III.2 de ce chapitre. Ces intensités ont ensuite servi à inverser la texture au sein de l'échantillon à l'aide du logiciel BEARTEX. Les résultats sont présentés sous forme de figures de pôles inverses de la direction de déformation (la direction des enclumes verticales) dans la figure 2.22.

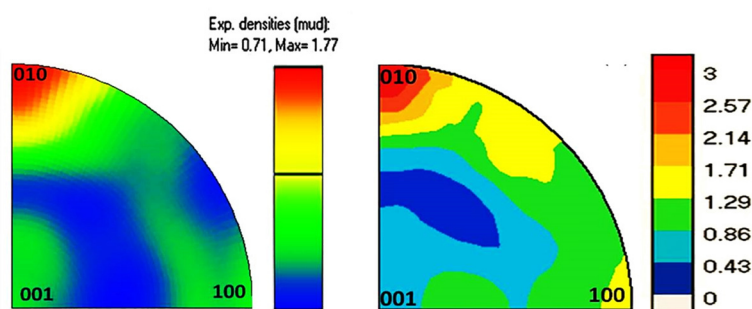


**Figure 2.22:** Figures de pôles inverses de la direction de déformation représentant les orientations préférentielles d'un agrégat de forstérite lors de l'expérience For65. (a) presse ouverte, (b) presse fermée à 5,7 GPa. Reste de la figure à 1373 K : développement de texture dans l'échantillon au cours d'une expérience de déformation cyclée : compression axiale, jusqu'à 20% de déformation, compression latérale pour ramener l'échantillon à 10% de déformation, puis compression axiale jusqu'à 20% de déformation. Projection 001, échelle en m.r.d. (multiples of a random distribution).

Dès la mise en pression et température, on constate l'apparition d'un maximum marqué en 010. Ce maximum est renforcé au cours de la première compression axiale. On ne peut exclure à ce stade que ce maximum ne soit pas hérité de la compression à froid car il correspond à la signature de plans de type (010) majoritairement perpendiculaires à la direction de déformation. Lors de la deuxième phase, en compression latérale (rétraction des enclumes verticales), le maximum en 010 disparaît et laisse place à une texture plus aléatoire. Enfin, lors de la seconde phase de compression axiale, le maximum en 010 réapparaît. On peut donc en déduire que cette texture avec un maximum en 010 est véritablement induite par la déformation en compression.

Une interprétation grossière de cette texture indique que les plans de type (010) correspondent au plan de glissement dominant dans la forstérite à 1373 K et 5 GPa. Cette analyse sera approfondie dans le chapitre 5 de ce manuscrit.

Cette première analyse indique que notre méthode permet de suivre un développement de texture, apparemment cohérent, dans un échantillon polycristallin déformé dans la presse D-DIA. Pour confirmer nos résultats, l'échantillon obtenu à la fin de l'expérience a été trempé en pression et température en essayant, au maximum d'y préserver la microstructure. Nous avons ensuite réalisé une étude EBSD sur ce même échantillon sur l'instrument CamScan Crystal Probe X500FE installé au Laboratoire Géosciences Montpellier avec l'aide de Fabrice Barou. La comparaison entre les résultats obtenus *in situ* et par EBSD est présentée dans la figure 2.23. On constate un bon accord entre les deux techniques, ce qui valide le protocole que nous avons développé.



**Figure 2.23 :** comparaison entre l'étude EBSD post-mortem (gauche) de l'échantillon ayant subi une déformation cyclée et l'extraction de texture à partir des variations d'intensités corrigées pour le dernier spectre collecté (droite) de ce même échantillon. Un même maximum d'intensité est observé en 010 pour les méthodes d'analyse de texture, bien que les échelles, en m.r.d, diffèrent..

### III.5. ANALYSES POST-MORTEM

Déformer des échantillons aux conditions du manteau supérieur, en effectuant un suivi *in situ* de la déformation, de la contrainte, et des textures développées, permet de déduire une loi de fluage aux conditions réelles de l'expérimentation. Ceci a pour objectif de modéliser au mieux l'intérieur terrestre et de remettre les données obtenues dans leur contexte géodynamique de la partie supérieure de la Terre. En ce qui concerne l'olivine, de nombreuses expériences ont été réalisées sur une large gamme de conditions afin d'étudier l'influence de paramètres comme la pression, la température, la taille de grain, la fugacité d'oxygène et la « teneur en eau » (concentration d'hydrogène) notamment (voir III.6).

La quantité d'eau révèle un changement de plasticité du matériau par incorporation d'hydrogène aux défauts du cristal (*e.g.*, Mei et Kohlstedt, 2000a, b ; Karato et Jung, 2003 ; Girard *et al.*, 2013). Qui dit défauts cristallins sous-entend lacunes, dislocations entre autres... Il est donc nécessaire de vérifier, *a minima*, la « teneur en eau » à l'issue des expériences pour en mesurer la réelle influence.

Dans nos expériences, la fugacité d'oxygène n'a pas été contrôlée. Il aurait fallu enserrer les poudres dans une capsule de platine, malheureusement opaque aux rayons-X, ou de Nickel, mais qui atténue très fortement le signal. Le rhénium permet de faire ce contrôle, mais nous n'avons mis à l'interface que des petites sections, ce qui ne permet pas de contrôler la fugacité sur toute la colonne.

Enfin, ce type d'expérience se prête volontiers à une analyse *a posteriori* de la taille de grain et de la présence de défauts linéaires par microscopie en transmission avec diffraction, mais aussi à l'aide de la technique EBSD (voir ci-dessous).

### III.6. PREPARATION DES ECHANTILLONS

Les assemblages déformés ont été enduits d'Epofix® sous vide afin d'assurer la cohésion des échantillons lors de leur découpe et libération du reste de la cellule. Les cellules ont été sciées diamétralement au plus proche du centre de la colonne de déformation et perpendiculairement au faisceau. Si divers bains à l'éthanol ou l'acétone ne l'ont pas entièrement évincé, l'Epofix® est totalement détruit lors du passage à l'amincisseur ionique, employé ultérieurement pour la préparation au MET.

### III.7. MESURES INFRA-ROUGES

Les monocristaux d'olivine utilisés comme matériau de départ contenaient moins de 2 wt. ppm d'H<sub>2</sub>O (<32 H/10<sup>6</sup>Si) sous forme de groupements hydroxyle (Raterron *et al.*, 2009). De même, la poudre de forstérite ne contenait pas d'eau détectable (Raterron *et al.*, 2007). En revanche, la teneur en H<sub>2</sub>O est difficile à contrôler durant les expériences en D-DIA (Li *et al.*, 2006 ; Durham *et al.*, 2009). Des mesures quantitatives *a posteriori* ont donc été réalisées sur certains échantillons, aussi bien dans l'olivine que dans la forstérite.

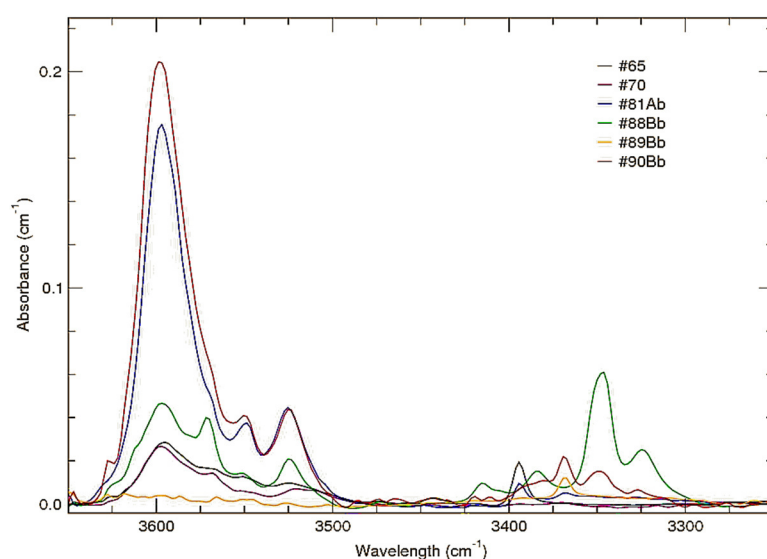
Les échantillons ont été amincis et polis jusqu'à 150-250 µm d'épaisseur, à l'aide de draps de polissage de carbure de silice de grain 6 µm, et d'un poli à l'alumine à 1 µm pour la face contenant le centre de la colonne de déformation. Les mesures ont ensuite été effectuées avec un Spectromètre Infrarouge à Transformée de Fourier (VERTEX 70, Bruker) couplé à un

microscope (Hyperion 3000, Bruker), au Laboratoire de Spectrochimie Infrarouge et Raman de Lille, avec l'aide de Jannick Ingrin. Chaque spectre présenté correspond à l'accumulation de 512 mesures avec un faisceau non polarisé de  $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ .

L'Epofix® est riche en liaisons CH. Sous vide, le polymère s'infiltre dans les éventuelles fractures générées lors de la décompression. Bien que les échantillons soient soigneusement nettoyés à l'éthanol et l'acétone, des résidus peuvent subsister lors des mesures à l'infrarouge et altérer le signal.

Les spectres d'absorption, après correction de la ligne de base, ont été affinés avec le logiciel FitOpus sur une gamme de longueurs d'ondes restreinte à  $3650 - 3250\ \text{cm}^{-1}$ . La figure 2.24 présente pour la forstérite, à titre indicatif, les absorbances mesurées en fonction du nombre d'onde pour quelques expériences. On peut constater la présence de pics caractéristiques des liaisons OH correspondant aux défauts de l'olivine susceptibles d'accueillir un hydrogène. Les groupements CH du polymère sont en bandes assez bien représentées et généralement bien séparées (à  $\sim 2900\ \text{cm}^{-1}$ ) de celles de l'olivine *sensus lato* pour être décorrélés des analyses.

Les calibrations de Paterson (1982), d'une part, et de Bell *et al.* (2003), d'autre part, ont été utilisées pour calculer la teneur en hydrogène, exprimée en nombre d'atomes d'hydrogène par nombre d'atome de silicium. La première permet de comparer le résultat obtenu avec les données de la littérature, mais sous-estime grandement les quantités absolues en concentration. La seconde, plus récente et mieux adaptée à l'olivine, s'appuie sur une comparaison avec une méthode de mesures expérimentales quantitatives fiable. On en tire la concentration en groupements hydroxyles ( $\text{OH}^-$ ).



**Figure 2.24 :** spectre d'absorption de la forstérite en fonction du nombre d'onde.



### III.8. MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION (MET)

La microscopie électronique en transmission est fondée sur les interactions entre d'électrons rapides et la matière. Comme l'a montré Louis de Broglie en 1924, une particule de masse  $m$  animée d'une vitesse  $v$  se comporte comme une onde de longueur d'onde  $\lambda$  :

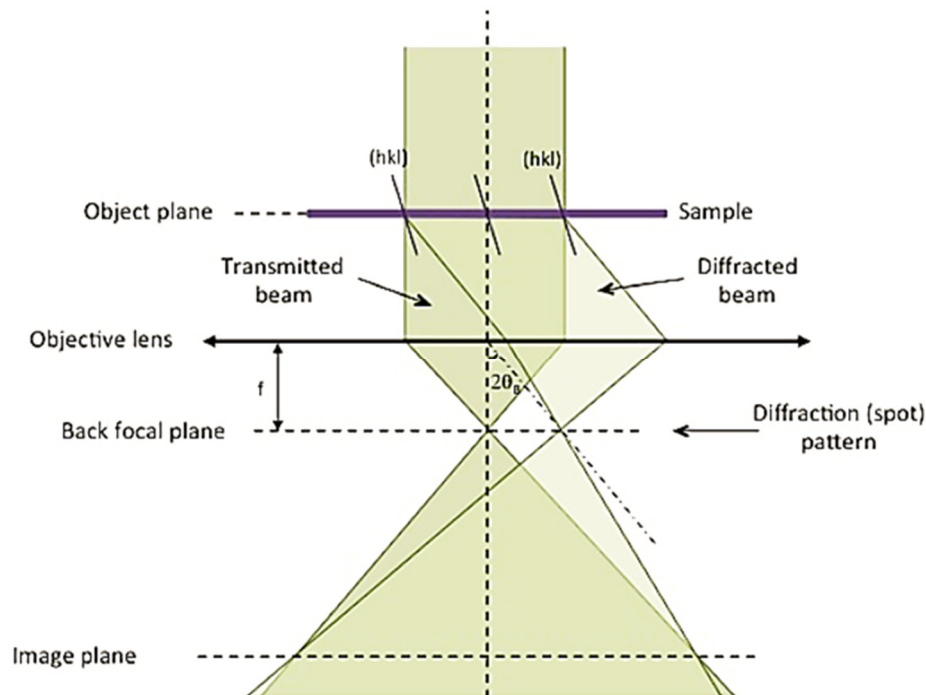
$$\lambda = \frac{h}{mv} \quad (2.21)$$

Dans un microscope électronique, les électrons, qui sont des particules chargées, sont accélérés par application de tensions de quelques centaines de keV. Elles atteignent alors des vitesses proches de celle de la lumière dans le vide (la masse exprimée ci-dessus doit donc inclure une correction relativiste). Comme le montre le tableau ci-dessous, ces longueurs d'onde sont tout à fait adaptées à l'étude de l'organisation de la matière à l'échelle atomique dans les solides.

| $E_0$ (kV)    | 100   | 120    | 200   | 300    | 400    |
|---------------|-------|--------|-------|--------|--------|
| $\lambda$ (Å) | 0,037 | 0,0334 | 0,025 | 0,0196 | 0,0164 |

Le microscope électronique à transmission utilise un principe établi par Max Knoll et Ernst Ruska en 1931 consistant à soumettre un échantillon très mince (quelques dizaines de nm d'épaisseur au maximum afin d'être transparent aux électrons rapides) à un faisceau d'électrons généré par un canon (une pointe de  $\text{LaB}_6$  en ce qui nous concerne), puis accélérés. Un système de lentilles magnétiques et de position fixe permet d'obtenir une image agrandie d'un échantillon (l'objet). Les appareils utilisés dans cette étude sont un Philips CM30 (tension d'accélération des électrons : 300 keV) et un FEI Tecnai G2-20 Twin de (tension d'accélération : 200 keV), appartenant au Centre Commun de Microscopie de Lille.

Un échantillon cristallin peut être décrit par un motif qui se répète de manière triplement périodique dans l'espace selon un réseau. Cette périodicité est à l'origine des phénomènes de diffraction de l'onde électronique. Il est commode de décrire ce phénomène à partir de la loi de Bragg qui exprime la réflexion sélective (à l'angle de Bragg  $\theta_B$ ) de l'onde électronique sur une famille de plans réticulaires (hkl).



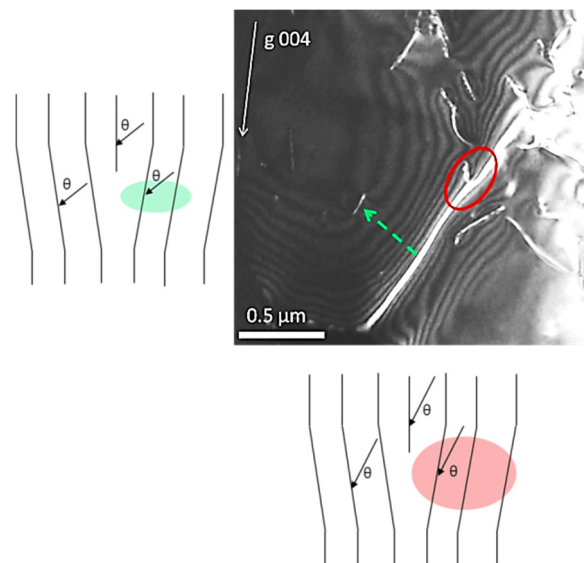
**Figure 2.25:** diffraction en aire sélectionnée des électrons avec un faisceau transmis parallèle. Le cliché de diffraction est obtenu sur le plan focal image (P. Cordier).

La lentille la plus importante du microscope est la lentille objectif qui permet de former, dans le plan image, la première image agrandie de l'échantillon situé dans le plan objet. La figure 2.25 montre la configuration de fonctionnement du MET, dite conventionnelle, correspondant à un éclairage en faisceau parallèle. Si pour l'orientation de l'échantillon une famille de plans réticulaires est en position de Bragg, un faisceau diffracté incliné de  $2\theta_B$  par rapport à la direction incidente sortira de l'échantillon. Ce faisceau passera par un foyer secondaire du plan focal image de la lentille objectif. On observe bien dans ce plan un cliché de points qui constitue le cliché de diffraction. La sélection dans le plan focal image du faisceau transmis (parallèle à l'axe optique) ou d'un faisceau diffracté à l'aide d'un diaphragme (dit de contraste) permet de réaliser des images contrastées. On parle de champ clair lorsque le diaphragme ne laisse passer que le faisceau transmis pour former l'image. On parle de champ sombre lorsque l'on sélectionne un faisceau diffracté. Le contraste de ces images pourra être interprété assez facilement si on prend soin d'orienter l'échantillon de manière à ce qu'une seule famille de plan réticulaire soit en position de Bragg. On parle de conditions « en deux ondes ». Un tel mode de formation d'image sera intrinsèquement très sensible à toute distorsion des plans réticulaires du cristal. Elle permettra donc d'imager les dislocations qui sont sources d'un champ de déplacement élastique. Si on éclaire un cristal contenant une dislocation selon une orientation proche des conditions de Bragg, celles-ci ne seront satisfaites que dans une zone voisine du

cœur de la dislocation pour laquelle la distorsion des plans cristallins « en ramène certaines portions en conditions de Bragg exactes ». En champ sombre, la dislocation apparaîtra donc comme une ligne claire positionnée d'un côté de la dislocation. Plus l'écart aux conditions de Bragg sera élevé, plus la zone diffractante sera limitée spatialement et proche de la ligne de dislocation. Ce mode de « haute résolution » est appelé champ sombre en faisceau faible (Weak Beam Dark Field, WBDF). Il est particulièrement adapté aux études de structures fines de dislocations et aux cas où les lignes de dislocations sont très proches.

Le mode d'observation en faisceaux faibles peut être illustré à l'aide de la figure 2.26. L'échantillon étant très mince, il est souvent distordu et présentera une courbure locale. De ce fait, seule une petite zone de l'aire observée sera dans des conditions parfaites de Bragg. En s'éloignant même très légèrement de cette zone, l'écart aux conditions de Bragg augmente et la finesse de l'image d'une dislocation est améliorée.

**Figure 2.26:** image en WBDF d'une olivine déformée à  $\sim 5$  GPa et 1373 K à deux vitesses différentes puis à 1573 K à deux autres vitesses (#81B), et schémas des conditions de Bragg « idéales » en rouge avec écart à Bragg nul. En s'éloignant de la zone légèrement, la surface de l'échantillon est courbée, les conditions ont un peu changé avec  $s$  non nul. Les dislocations sont plus fines.



Comme déjà indiqué auparavant pour la préparation des échantillons à analyser en spectrométrie infrarouge, les assemblages déformés ont été sciés diamétralement près du centre de la colonne. Le but est d'observer au plus proche de la zone diffractante les grains du polycristal et leur microstructure. La plupart des échantillons observés au MET ont subi au préalable une analyse en spectrométrie infrarouge. Ils étaient donc initialement polis et ramenés à une épaisseur de l'ordre de 200  $\mu\text{m}$ . La face contenant le centre de la colonne ayant déjà subi un polissage fin, la lame a encore été amincie jusqu'à environ 30  $\mu\text{m}$  par l'envers, puis polie au 1  $\mu\text{m}$  sur une lame de verre. Collée sur une grille de molybdène 100 mesh, puis décollée de la

lame de verre à l'acétone, l'ensemble a été soumis à un amincissement ionique jusqu'à perçage de la lame et obtention d'une zone observable fine sur laquelle des franges de Fresnel peuvent être observées. L'obtention de grandes plages minces est importante afin d'étudier les microstructures de dislocations.

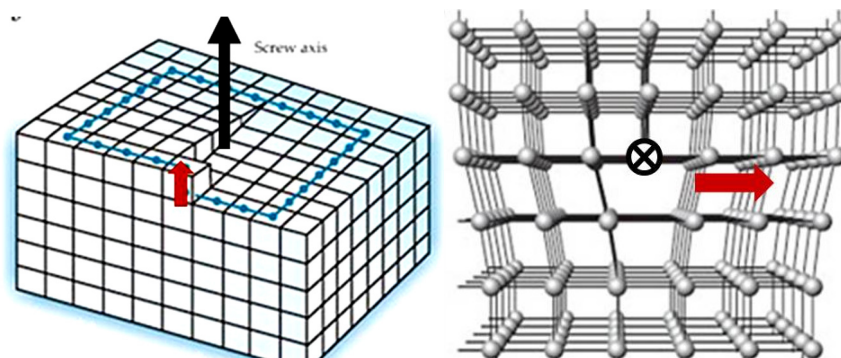
### III.8.1. TAILLE DE GRAINS

La taille de grains est une contrainte importante des mécanismes de déformation, et du comportement de la plasticité du matériau pendant l'expérience. En effet, si les grains à l'origine étaient de l'ordre de  $5\ \mu\text{m}$ , une taille plus élevée pourrait indiquer, voire confirmer, une croissance cristalline ou une recristallisation dynamique non souhaitée. Qui plus est, de gros grains d'olivine sont plus susceptibles d'induire de la déformation intracristalline. Cette information peut donc permettre d'interpréter des sauts observés dans la rhéologie tirée de ces expériences, par des contraintes trop faibles.

### III.8.2. DISLOCATIONS

#### III.8.2.1. Généralités

Une dislocation est un défaut dans le cristal qui lui permet de se déformer plastiquement par propagation de cisaillement plastique.



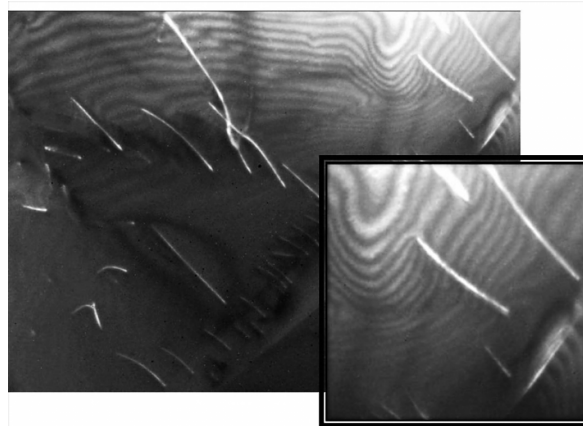
**Figure 2.27 :** représentations schématisques d'une dislocation vis (gauche) et d'une dislocation coin (droite). La flèche noire et la croix représentent la ligne de dislocation, les flèches rouges, le vecteur de Burgers (ou direction de déplacement).

Une dislocation est un défaut linéaire caractérisé localement par son vecteur ligne et globalement par le vecteur de Burgers qui est la quantité élémentaire de cisaillement subie par le cristal après passage de la dislocation. Selon que le vecteur de Burgers est perpendiculaire ou parallèle à cette ligne (figure 2.27), on parlera de dislocation coin ou vis respectivement. La

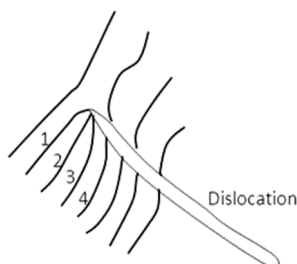
dislocation glisse dans son plan de glissement (plan contenant la ligne et le vecteur de Burgers) selon une direction perpendiculaire à la ligne.

### III.8.2.2. Caractérisation de dislocations

L'observation des dislocations au microscope électronique en transmission est principalement fondée sur le contraste de diffraction. Le réseau cristallin étant légèrement distordu au voisinage du défaut (voir figure 2.27), les conditions de diffractions seront localement affectées. Une dislocation sera visible ou non selon que la famille de plans réticulaires mise en condition de Bragg sera affectée par le champ de déplacement de la dislocation. On voit sur la figure 2.27 (droite) que les plans verticaux sont très distordus alors que les plans horizontaux ne le sont pas (dans cette représentation). Si ces derniers sont en position de réflexion de Bragg, le défaut ne donnera pas lieu à un contraste. On parle d'extinction.



**Figure 2.28:** photographie MET (WBDF) d'un échantillon d'olivine et schéma des franges coupées par la dislocation. Ici  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 4$  avec  $\vec{g} = 004$ , donc  $\vec{b} = [001]$ .



Pour caractériser une dislocation, on utilise deux types de critères :

- l'extinction du contraste: cela revient à chercher des conditions de diffractions  $\vec{g}$  telles que les défauts ne sont pas en contraste. La direction du vecteur de Burgers pourra être caractérisée si deux vecteurs de diffraction indépendants réalisant l'extinction du contraste sont trouvés. Le vecteur de Burgers est alors parallèle à  $\vec{g}_1 \times \vec{g}_2$ . En pratique, dans un minéral comme l'olivine

dont on connaît les vecteurs de Burgers, on peut se contenter de les discriminer à l'aide d'une seule condition d'extinction bien choisie.

- les franges d'Ishida: cette technique a été développée par Ishida *et al.* (1976) puis appliquée au MET par Ishida *et al.* (1980). Elle consiste en WBDF à compter le nombre  $n$  de franges d'égale épaisseur qui s'arrêtent sur la ligne de dislocation (en contraste). Ishida a montré que  $\vec{g} \cdot \vec{b} = n$ . Cette technique donne donc potentiellement accès au vecteur de Burgers (figure 2.28). A partir de trois expériences indépendantes, il suffit de résoudre un système de trois équations à trois inconnues où  $\vec{g}_i \cdot \vec{b} = n$ .

La détermination des plans de glissement est plus délicate. Lorsque des bandes de glissement denses et bien individualisées existent, une technique consiste, si l'orientation de la lame le permet, à les mettre « de bout », afin de caractériser le plan qui les contient. Ceci n'est pas toujours possible. A l'inverse, l'observation de longues lignes de dislocations indique qu'elles sont contenues dans un plan proche du plan moyen de la lame mince. Il peut alors être possible de faire des hypothèses sur la nature de ce plan.

### III.8.2.3. Systèmes de glissement et dislocations dans l'olivine

Le réseau cristallin de l'olivine est orthorhombique. Deux types de dislocations ont été observés (Ave'Lallemant et Carter, 1970 ; Phakey *et al.*, 1972 ; Kohlstedt et Goetze, 1974 ; Boullier et Nicolas, 1975 ; Caristan, 1975 ; Durham et Goetze, 1977a ; Durham *et al.*, 1977 ; Gueguen, 1977, 1979 ; Zeuch et Green, 1977 ; Evans et Goetze, 1979 ; Darot, 1980 ; Darot et Gueguen, 1981 ; Gaboriaud *et al.*, 1981 ; Michaut, 1981 ; Gueguen et Darot, 1982 ; Kashima *et al.*, 1983 ; Mackwell *et al.*, 1985 ; Bai *et al.*, 1991 ; Bai et Kohlstedt, 1992) dans l'olivine naturelle ou déformée en laboratoire : celles glissant dans la direction [100] dans les plans {031}, {021}, {011}, (010) et (001). Elles sont dites de type <a>. Il existe aussi des dislocations de type <c> (direction de glissement [001]) dans les plans {110}, (100) et (010), l'olivine ayant déjà été largement observée et les vecteurs de Burgers étant désormais bien connus, aucune caractérisation complète n'a donc été conduite ici, mais de la simple identification pour laquelle un seul produit  $\vec{g} \cdot \vec{b}$  suffit.

Outre identifier la microstructure en présence, les observations MET ont permis aussi d'estimer la taille de grains, la présence de sous-joints ou non et leur densité (indice de restauration), de systèmes de glissement dans la forstérite, de mécanismes de glissement dévié, mais aussi d'estimer la densité des dislocations par la méthode de Ham (1961).

Un des indices de restauration est lié à l'observation de sous-joints. Lorsqu'un excès de dislocations de même type est stocké dans le grain, ces dislocations peuvent s'arranger pour former des sous-joints qui minimisent l'énergie élastique. On distingue les sous-joints de flexion constitués d'empilements de dislocations coin et les sous joints de torsion constitués de deux réseaux de dislocations vis. Un sous-joint bien organisé, pour lequel l'espacement régulier des dislocations permet d'accommoder les gradients de déformation du grain, nécessite un peu de montée, et donc de diffusion.

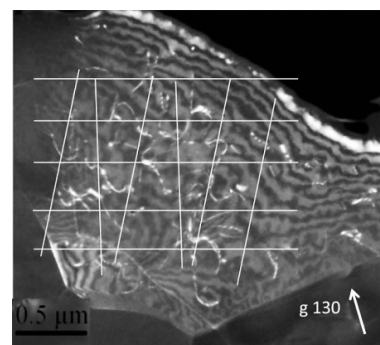
Les dislocations vis dont le vecteur de Burgers est parallèle à la ligne de dislocation, n'ont pas de plan de glissement propre. Si leur structure de cœur le permet, elles sont donc susceptibles de changer de plan de glissement au cours de leur déplacement. Ce phénomène s'appelle le glissement dévié. Dans l'olivine, il est susceptible d'affecter les dislocations [001] qui présentent une friction de réseau marquée sur les dislocations vis.

#### III.8.2.4. Densités de dislocations

La méthode de Ham permet d'estimer la densité de dislocations  $\rho$  (en  $\text{m}^{-2}$ ), c'est à dire la longueur de ligne de dislocations dans un volume donné (figure 2.29). Elle consiste à dénombrer le nombre ( $n$ ) d'intersections entre les dislocations et une trame aléatoire de longueur  $L$  (rapportée à l'échelle de l'image) considérant une épaisseur  $t$  d'échantillon :

$$\rho = \frac{2n}{Lt} \quad (2.22)$$

**Figure 2.29 :** exemple de calcul de densité de dislocations en WBDF dans un échantillon de forstérite. Ici la trame ramenée à l'échelle de l'image mesure  $3,2 \times 10^{-5} \text{ m}$ , l'épaisseur de la zone est estimée à  $50^{-9} \text{ m}$  pour 56 intersections. La densité est donc d'environ  $14 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ .

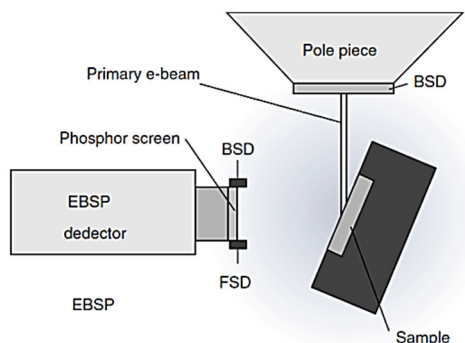


### III.9. ELECTRON BACKSCATTERING DIFFRACTION (EBSD)

Pour vérifier la méthode d'extraction des textures décrite ci-dessus, les orientations préférentielles de l'échantillon For65 ont été analysées en EBSD. Ce type d'analyse est effectué

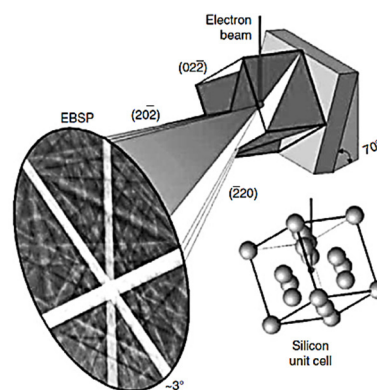
sur une face polie de l'échantillon. L'échantillon est incliné à  $70^\circ$  par rapport au faisceau incident dans un microscope électronique à balayage (figure 2.30). L'indexation est effectuée grâce aux lignes de Kikuchi acquises en tout point de la surface balayée par le faisceau focalisé.

Quand le faisceau primaire interagit avec la matière, il se forme une figure de diffraction constituée de lignes que l'on appelle les lignes de Kikuchi. A l'aide d'un détecteur placé sur le trajet des électrons, on enregistre ce cliché de diffraction (figure 2.31) qui est caractéristique de l'orientation cristalline du point « éclairé » par le faisceau. Celui-ci est balayé sur une surface définie ce qui va permettre de cartographier les différentes orientations cristallines de l'échantillon. Cette cartographie permettra de remonter à la texture de l'échantillon. L'orientation des grains est enregistrée selon la convention des angles d'Euler. Trois angles d'Euler décrivent un ensemble de rotations possibles qui peuvent mettre en coïncidence deux orientations entre elles. Pendant une mesure, c'est ce qui relie le cliché de diffraction avec le point balayé sur l'échantillon. La convention la plus commune utilisée est celle de Bunge avec les angles  $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$ . L'angle  $\varphi_1$  va décrire une rotation autour de l'axe z, puis  $\Phi$  autour de x, et enfin  $\varphi_2$  autour de z (figure 2.32).

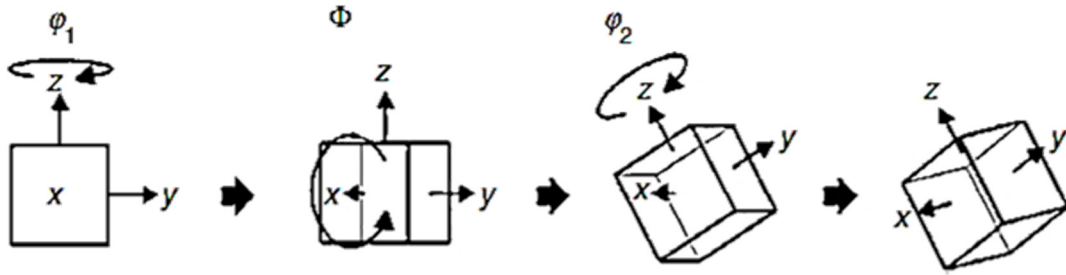


**Figure 2.30:** schéma du dispositif d'orientation d'un échantillon dans un MEB (Maitland et Sitzman, 2007).

**Figure 2.31:** Interaction échantillon/ électron, laissant apparaître les lignes de Kikuchi. Exemple à partir d'un système cubique (Maitland et Sitzman, 2007).





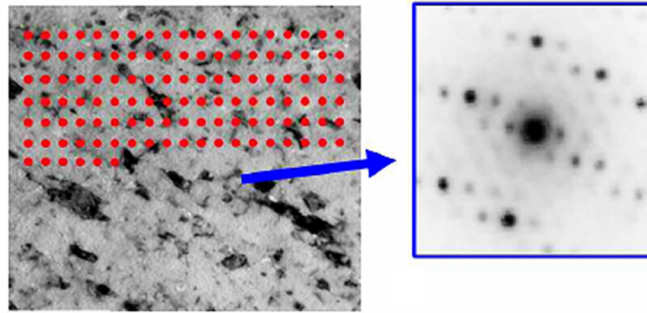


**Figure 2.32:** Rotations des angles eulériens selon la convention de Bunge (Maitland et Sitzman, 2007).

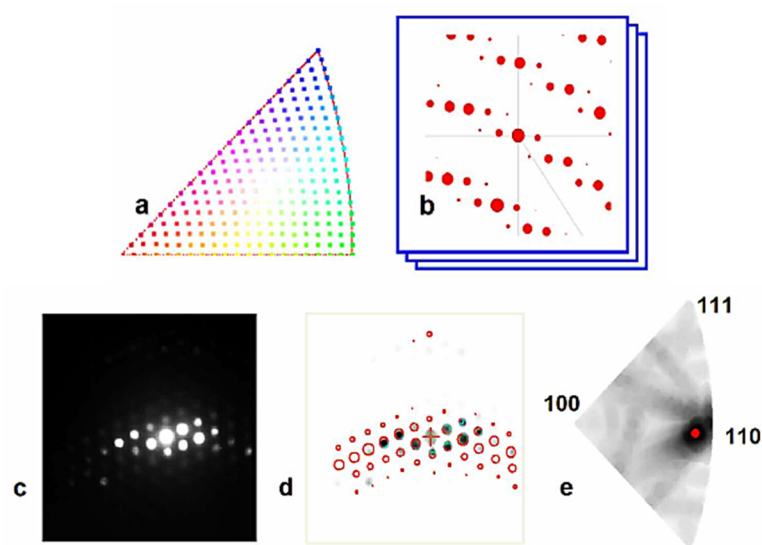
Pour les cartes EBSD, la microstructure de l'échantillon est reconstruite en 2D et donne accès à la taille de grains et leur forme, la texture, la distribution des grains dans une direction, des phases, l'état de déformation, la distribution aux joints de grains et bien d'autres informations. Les propriétés d'un pixel ou d'un groupe de pixel analysés à partir des clichés d'orientation obtenus sont comparés, en utilisant les angles eulériens, au(x) pixel(s) ou groupes de pixels voisins ou à une référence. Par une palette de couleurs, la surface de l'échantillon est retracée en respectant l'orientation de chaque grain et donne une cartographie de leur orientation, donc, entre autres choses, à la texture développées. Ceci peut aussi être traduit ensuite dans une figure pôle inverse.

### III.10. CARTOGRAPHIE D'ORIENTATION EN MET (ASTAR)

Cette technique, développée par Rauch *et al.* (2008), repose sur le principe de l'EBSD appliquée au MET. Le faisceau, focalisé, balaye là aussi l'échantillon tandis que les clichés de microdiffraction (clichés de points) sont enregistrés (figure 2.33). L'indexation automatique est réalisée par comparaison entre chaque cliché expérimental et une banque de clichés de diffraction calculés préalablement (figure 2.34). Cette banque peut être calculée pour plusieurs phases. La technique permet alors de réaliser des cartographies de phase (technique non utilisée dans la présente étude). Nous n'avons réalisé qu'une étude exploratoire sur cette technique qui n'est actuellement pas disponible au laboratoire.



**Figure 2.33 :** (d'après Rauch et al., 2008). Balayage de la surface de l'échantillon par le faisceau (points rouges) et un cliché de microdiffraction correspondant à l'un de ces points.



**Figure 2.34 :** (d'après Rauch et al., 2008). Des clichés de diffraction sont calculés (b) pour toutes les orientations possibles définies dans le triangle standard (a). Le cliché expérimental (c) est alors comparé à cette banque de données jusqu'à ce qu'un accord soit trouvé (d). La carte de corrélation permet de visualiser l'orientation qui donne le meilleur accord.





### 3. RHEOLOGIE DE L'OLIVINE DE SAN CARLOS

#### I. CONTEXTE

Pour mieux comprendre la plasticité du manteau supérieur, composé majoritairement d'olivine, nous avons cherché à contraindre la déformation plastique de ce minéral déjà largement étudiée (cf chapitre 1), et dont l'effet de pression est maintenant bien compris sur le monocristal (*e.g.*, Bai *et al.*, 1991 ; Mei et Kohlstedt, 2000 ; Durinck *et al.*, 2005 ; Raterron *et al.*, 2007, 2009, 2011, 2012 ; Girard *et al.*, 2010), mais dont le comportement de la forme polycristalline reste à préciser (*e.g.*, Couvy *et al.*, 2004 ; Li, 2004 ; Li *et al.*, 2006 ; Durham *et al.*, 2009 ; Dixon *et al.*, 2012 ; Hilairet *et al.*, 2012).

Les travaux antérieurs sur monocristaux montrent que l'activation des systèmes de glissement possibles (chapitre 1) dans l'olivine est une fonction de la pression. En effet, il semble que l'on passe d'un système de glissement  $\langle a \rangle$  dominant vers  $\langle c \rangle$  dominant aux alentours de 7 GPa pour une gamme de températures allant de 1373 K à 1673 K. Les travaux de cette thèse visent à vérifier cette observation dans le cas d'un polycristal.

Des poudres d'olivine (et de forstérite, voir chapitre 4) ont été déformées en compression aux conditions du manteau supérieur sous presse D-DIA, sur ligne synchrotron en utilisant la technique de diffraction décrite au chapitre 2.

#### II. DOMAINE ETUDIE

##### II.1. PRESSION, TEMPERATURE ET VITESSES DE DEFORMATION

Pour être dans les conditions du manteau supérieur et vérifier les observations sur monocristaux, les expériences ont été réalisées avec l'olivine, toujours accompagnée dans la

cellule d'un deuxième échantillon de forstérite pour comparaison (voir tableau 3.1) entre 3,8 et 8,1 GPa et 1373-1673 K. Les vitesses de déformation enregistrées dans l'olivine vont de 1,1 à  $5,8 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . La méthode de déformation, la préparation des échantillons et de l'assemblage sont décrites dans le chapitre 2.

Le traitement des images de radiographie permet de suivre le raccourcissement de l'échantillon et l'évolution de la vitesse de déformation. En observant le taux de raccourcissement en fonction du temps, on estime être à l'état stationnaire quand une droite est obtenue. On en déduit la vitesse de déformation de la pente observée. Ceci permet de s'assurer des conditions expérimentales. Selon le raccourcissement atteint, l'expérience peut être poursuivie si les enclumes ne sont pas trop proches.

Le traitement des spectres de diffraction de l'olivine a permis d'extraire les textures à tout moment de l'expérience. Ceux de l'alumine, corrigés du gradient de température évoqué au chapitre 2, donnent la pression et contrainte appliquées en chaque point de déformation, en régime stationnaire.

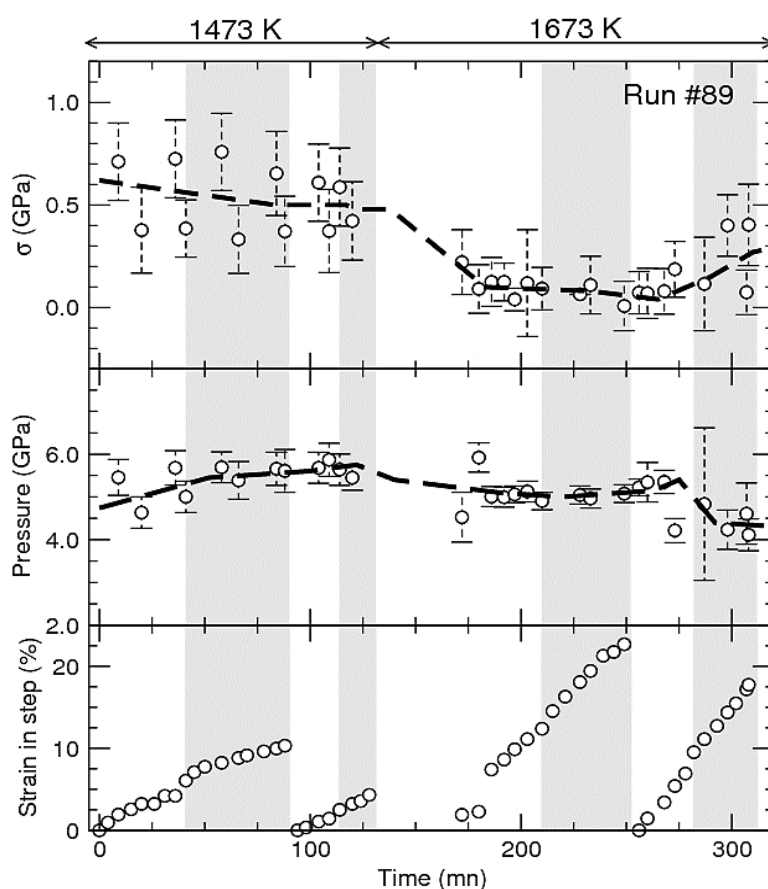
Une expérience (San267) a été réalisée à 1373 K,  $\sim 5$  GPa, en cycle (de la même façon que l'expérience For65 décrite au chapitre 2), avec une première étape en compression axiale à  $4,3 (0,1) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , suivie de 30 min de relaxation. Une deuxième étape en compression latérale à  $2,7 (0,1) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  précède une dernière en compression axiale à  $2,4 (0,1) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . A nouveau, une phase de relaxation de 30 min est réalisée. Le but de la relaxation est d'homogénéiser la contrainte, de bien marquer la microstructure développée et de s'assurer qu'elle ne disparaît pas.

Dans les autres expériences, les échantillons n'ont subi que des compressions axiales. Selon la pression appliquée (plus elle est forte, plus les enclumes sont proches avant même de déformer), il est possible de réaliser 2 à 4 points de déformation, en modifiant soit la température, soit la vitesse de déformation appliquée, au cours de l'expérience.

Par exemple, l'expérience 89 (figure 3.1) s'est déroulée à pression quasi constante ( $\sim 5$  GPa). Les enclumes sont assez éloignées pour envisager au moins trois points de déformation en régime stationnaire. Les deux premières étapes se sont déroulées à 1473 K. Le premier point est à  $1,3 (0,1) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , le second à  $1,1 (0,1) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Une troisième étape s'effectue à 1673 K. La vitesse est de  $4,4 (0,1) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . A l'issue de ce point de déformation, les enclumes sont encore assez éloignées. Un dernier point est tenté à la même température en accélérant à

$5,3 (0,1) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . L'expérience est interrompue par l'arrêt des vérins hydrauliques et de l'injection de courant (trempe à température ambiante).

La pression ainsi que les contraintes appliquées sont calculées après l'expérience et après traitement des données de diffraction dans les pistons d'alumine, en corrigeant les effets du gradient de température au sein de la colonne de compression, comme indiqué dans le chapitre 2. Ces valeurs sont reportées dans le tableau 3.1. On trouvera la pression et les contraintes pour chaque piston haut et bas, la moyenne de ces valeurs, et à titre comparatif, les valeurs obtenues dans l'échantillon d'olivine.



**Figure 3.1 :** expérience For89 avec 4 étapes de déformation. En bas : vitesse en fonction du temps, au centre : pression en fonction du temps ; en haut : contrainte en fonction du temps. Les plages grisées correspondent aux régimes stationnaires. Deux premiers points à 1473 K se déroulent à pression constante ( $\sim 5$  GPa), le premier à la vitesse de  $1,3 (0,1) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  donnant une contrainte de 535 (244) MPa, le second plus lentement ( $1,1 (0,1) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ) pour une contrainte de 504 (217) MPa. Après chauffage jusque 1673 K, un troisième point de déformation, réalisé à  $4,4 (0,1) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , donne une contrainte de 83 (62) MPa. Une dernière phase plus lente ( $5,3 (0,1) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ) est réalisée avec une contrainte de 248 (242) MPa.

| Run | Compression | T (K) | $\dot{\epsilon} \times 10^{-5} \text{ (s}^{-1}\text{)}$ | $\sigma_{(T0-200 \text{ K})}$<br>(MPa) |            |           |             | P         |           |           |            | Paterson (1982)      |                      |                      | Bell <i>et al.</i> 2003 |                      |
|-----|-------------|-------|---------------------------------------------------------|----------------------------------------|------------|-----------|-------------|-----------|-----------|-----------|------------|----------------------|----------------------|----------------------|-------------------------|----------------------|
|     |             |       |                                                         | Top                                    | Btm        | Moyenne   | Ol          | Top       | Btm       | Moyenne   | Ol         | Abs.cm <sup>-2</sup> | ppm/H <sub>2</sub> O | 10 <sup>6</sup> H/Si | ppm/H <sub>2</sub> O    | 10 <sup>6</sup> H/Si |
|     |             |       |                                                         |                                        |            |           |             |           |           |           |            | Ol                   | Ol                   | Ol                   | Ol                      | Ol                   |
| 80  | Axiale      | 1473  | 3.40 (0.5)                                              | 125 (156)                              | 399 (129)  | 262 (194) | -725 (2247) | 3.1 (0.1) | 4.6 (0.1) | 3.8 (0.1) | 4.0 (0.1)  |                      |                      |                      |                         |                      |
| 81  | Axiale      | 1373  | 3.80 (0.10)                                             | 593 (192)                              | 170 (62)   | -         | 367 (30)    | 6.2 (0.2) | 4.9 (0.1) | 5.6 (0.2) | 7.2 (0.1)  | 274                  | 72                   | 1201                 | 155                     | 2584                 |
|     | Axiale      | 1373  | 2.70 (0.10)                                             | 653 (105)                              | 333 (88)   | 493 (228) | 192 (26)    | 4.9 (0.2) | 4.2 (0.1) | 4.6 (0.2) | 6.0 (0.1)  |                      |                      |                      |                         |                      |
|     | Axiale      | 1573  | 2.80 (0.06)                                             | 206 (99)                               | -49 (40)   | 78 (181)  | 18 (58)     | 5.2 (0.1) | 4.3 (0.1) | 4.8 (0.1) | 4.4 (0.1)  |                      |                      |                      |                         |                      |
|     | Axiale      | 1573  | 5.80 (0.20)                                             | 341 (88)                               | -          | 341 (285) | 187 (25)    | 4.9 (0.2) | -         | 4.9 (0.2) | 4.2 (0.1)  |                      |                      |                      |                         |                      |
| 82  | Axiale      | 1373  | 2.60 (0.10)                                             | 545 (264)                              | 1116 (137) | 831 (337) | 125 (106)   | 8.1 (0.1) | 7.5 (0.2) | 7.8 (0.2) | 10.6 (0.1) | 376                  | 91                   | 1526                 | 212                     | 3539                 |
|     | Axiale      | 1573  | 2.50 (0.50)                                             | -                                      | 163 (83)   | 163 (83)  | 32 (20)     | -         | 7.1 (0.1) | 7.1 (0.1) | 9. (0.1)   |                      |                      |                      |                         |                      |
| 87  | Axiale      | 1373  | 1.80 (0.06)                                             | 700 (152)                              | 773 (214)  | 737 (117) | 519 (165)   | 5.1 (0.4) | 5.0 (0.4) | 5.1 (0.4) | 5.9 (0.2)  | -                    | -                    |                      |                         |                      |
|     | Axiale      | 1573  | 2.40 (0.30)                                             | 203 (241)                              | -          | 203 (134) | 44 (28)     | 5.7 (0.3) | 3.5 (0.4) | 4.6 (0.4) | 5.2 (0.2)  | -                    | -                    |                      |                         |                      |
|     | Axiale      | 1573  | 2.50 (0.20)                                             | 94 (62)                                | 459 (164)  | 276 (251) | 125 (58)    | 6.0 (0.2) | -         | 6.0 (0.2) | 6.1 (0.2)  | -                    | -                    |                      |                         |                      |
| 88  | Axiale      | 1473  | 1.60 (0.06)                                             | 921 (164)                              | 847 (176)  | 884 (110) | 307 (341)   | 6.9 (0.4) | 7.1 (0.4) | 7.0 (0.4) | 8.6 (0.2)  | 179                  | 39                   | 643                  | 101                     | 1689                 |
|     | Axiale      | 1673  | 2.80 (0.30)                                             | 103 (100)                              | 442 (174)  | 272 (256) | 158 (154)   | 8.3 (0.3) | 6.9 (0.3) | 7.6 (0.3) | 7.8 (0.2)  |                      |                      |                      |                         |                      |
| 89  | Axiale      | 1473  | 1.30 (0.10)                                             | 363 (115)                              | 706 (156)  | 535 (244) | 235 (87)    | 5.3 (0.4) | 5.7 (0.4) | 5.5 (0.4) | 5.7 (0.2)  | 71                   | 9                    | 153                  | 40                      | 664                  |
|     | Axiale      | 1473  | 1.10 (0.20)                                             | 422 (191)                              | 597 (190)  | 504 (217) | 307 (77)    | 5.5 (0.3) | 5.6 (0.4) | 5.6 (0.4) | 5.9 (0.2)  |                      |                      |                      |                         |                      |
|     | Axiale      | 1673  | 4.40 (0.60)                                             | 64 (100)                               | 101 (60)   | 83 (62)   | -43 (124)   | 5.1 (0.2) | 4.9 (0.2) | 5.0 (0.2) | 5.5 (0.1)  |                      |                      |                      |                         |                      |
|     | Axiale      | 1673  | 5.30 (0.10)                                             | 95 (147)                               | 402 (24)   | 248 (242) | 84 (89)     | 4.7 (1.2) | 4.2 (0.4) | 4.5 (0.8) | 4.8 (0.2)  |                      |                      |                      |                         |                      |



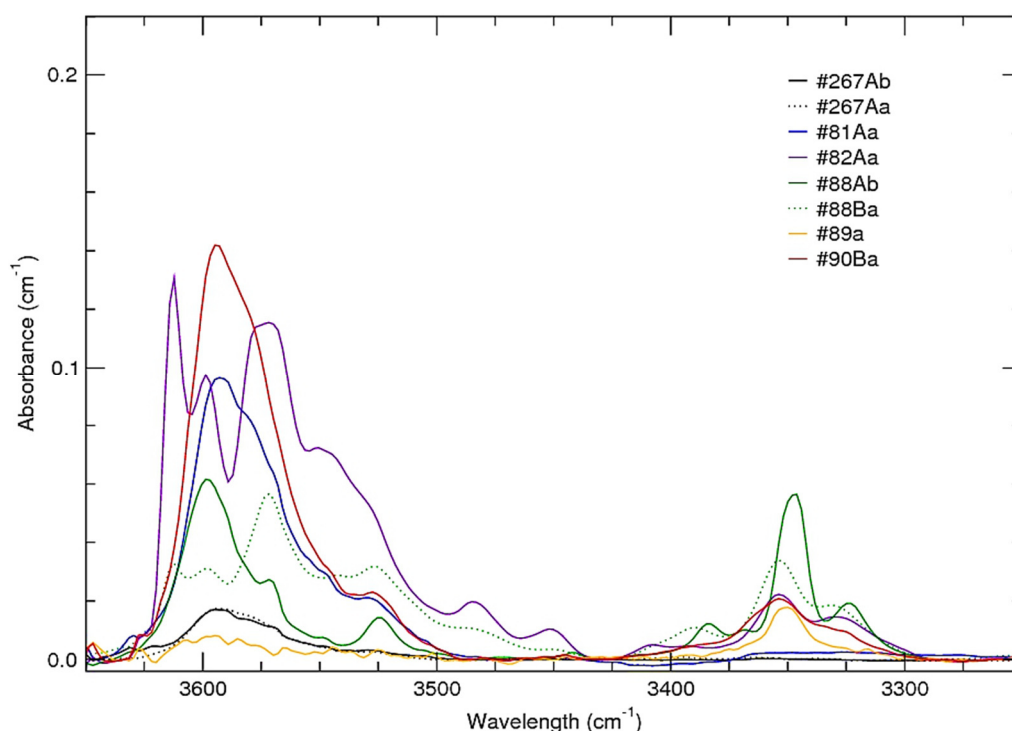
|     |            |      |             |            |            |            |           |           |           |           |           |     |    |      |     |      |
|-----|------------|------|-------------|------------|------------|------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----|----|------|-----|------|
| 90  | Axiale     | 1473 | 1.70 (0.08) | 608 (169)  | 985 (170)  | 796 (291)  | 156 (405) | 6.5 (0.4) | 7.6 (0.4) | 7.1 (0.4) | 7.9 (0.2) | 286 | 74 | 1244 | 161 | 2691 |
|     | Axiale     | 1673 | 4.50 (0.00) | 64 (100)   | 172 (80)   | 118 (54)   | 45 (192)  | 7.6 (0.2) | 8.5 (0.3) | 8.1 (0.4) | 7.2 (0.1) |     |    |      |     |      |
| 267 | Axiale     | 1373 | 4.30 (0.10) | 766 (257)  | 835 (177)  | 780 (134)  | 145 (55)  | 4.8 (0.3) | 5.6 (0.4) | 5.2 (0.4) | 4.2 (0.2) | 96  | 26 | 434  | 54  | 900  |
|     |            |      |             |            |            |            |           |           |           |           |           | 87  | 23 | 385  | 49  | 816  |
|     | Relaxation | 1373 | -           | 393 (197)  | 353 (178)  | 421 (179)  | 37 (59)   | 4.9 (0.4) | 4.8 (0.3) | 4.9 (0.4) | 3.8 (0.2) |     |    |      |     |      |
|     | Latérale   | 1373 | 2.70 (0.05) | 770 (252)  | -607 (589) | -683 (192) | -249 (97) | 4.4 (0.4) | 5.3 (0.5) | 4.9 (0.4) | 4.6 (0.2) |     |    |      |     |      |
|     | Axiale     | 1373 | 2.40 (0.07) | 871 (1328) | 963 (861)  | 918(152)   | 268 (69)  | 4.3 (0.4) | 5.3 (0.5) | 4.8 (0.4) | 4.9 (0.2) |     |    |      |     |      |
|     | Relaxation | 1373 | -           | 710 (141)  | -          | 732 (182)  | 171 (132) | 4.4 (0.4) | -         | 4.4 (0.4) | 4.6 (0.2) |     |    |      |     |      |

**Tableau 3.1 :** conditions de déformation expérimentales en régime stationnaire. Btm : piston bas, Top : piston haut, Ol : olivine. L'expérience #267 a été réalisée en 5 étapes, dont la première en compression uniaxiale, suivie de 30 minutes de relaxation, la troisième en compression latérale, la 4ème en compression uniaxiale et enfin 30 minutes de relaxation. Les valeurs de pression et de contraintes sont mesurées dans les pistons et l'olivine, mais seules celles des pistons ont été utilisées pour établir la rhéologie.

## II.2. TENEUR EN EAU

Nous avons vu dans le chapitre 1 que l'eau avait une influence sur la rhéologie de l'olivine. Pour pouvoir s'assurer de nos conditions d'expériences et comparer avec les données de la littérature, il faut vérifier la teneur en eau des échantillons déformés.

Elle n'a pas été contrôlée durant les expériences, comme déjà évoqué au chapitre 2. Dans ce même chapitre, la spectrométrie infrarouge est utilisée pour mesurer cette quantité, la préparation des échantillons pour la mesure, et les calibrations pour les calculs y sont décrits.



**Figure 3.2 :** Spectres infrarouge de l'olivine en fonction du nombre d'onde pour quelques échantillons (267 en noir, vérifié deux fois, 81 en bleu, 82 en violet, 88 en vert vérifié deux fois, 89 en jaune, 90 en rouge).

Les quantités mesurées dans les échantillons d'olivine sont reprises dans le tableau 3.1. La teneur en eau, recalculée en utilisant les calibrations de Paterson (1982) et Bell *et al.* (2003) dépasse les 200 ppm H/Si, ce qui indique que les conditions expérimentales à la fin des expériences étaient « hydratées » (Kohlstedt *et al.*, 1996). Les mesures ne donnent pas la moindre information sur ce qui a pu se produire au cours de la déformation mais, dans tous les cas, nous ne pouvons pas considérer nos échantillons comme « secs ». Il en sera tenu compte pour établir la rhéologie de ces poudres et les comparer aux données de la littérature.

### II.3. MECANISME PLASTIQUE

Quelques échantillons d'olivine ont été observés au MET (échantillons #267, #81, #90 notamment). A partir de la partie centrale des spécimens, coupés diamétralement, des lames de 25  $\mu\text{m}$  d'épaisseur ont été préparées et polies de chaque côté, puis amincies à l'aide d'un faisceau Argon de 5 keV.

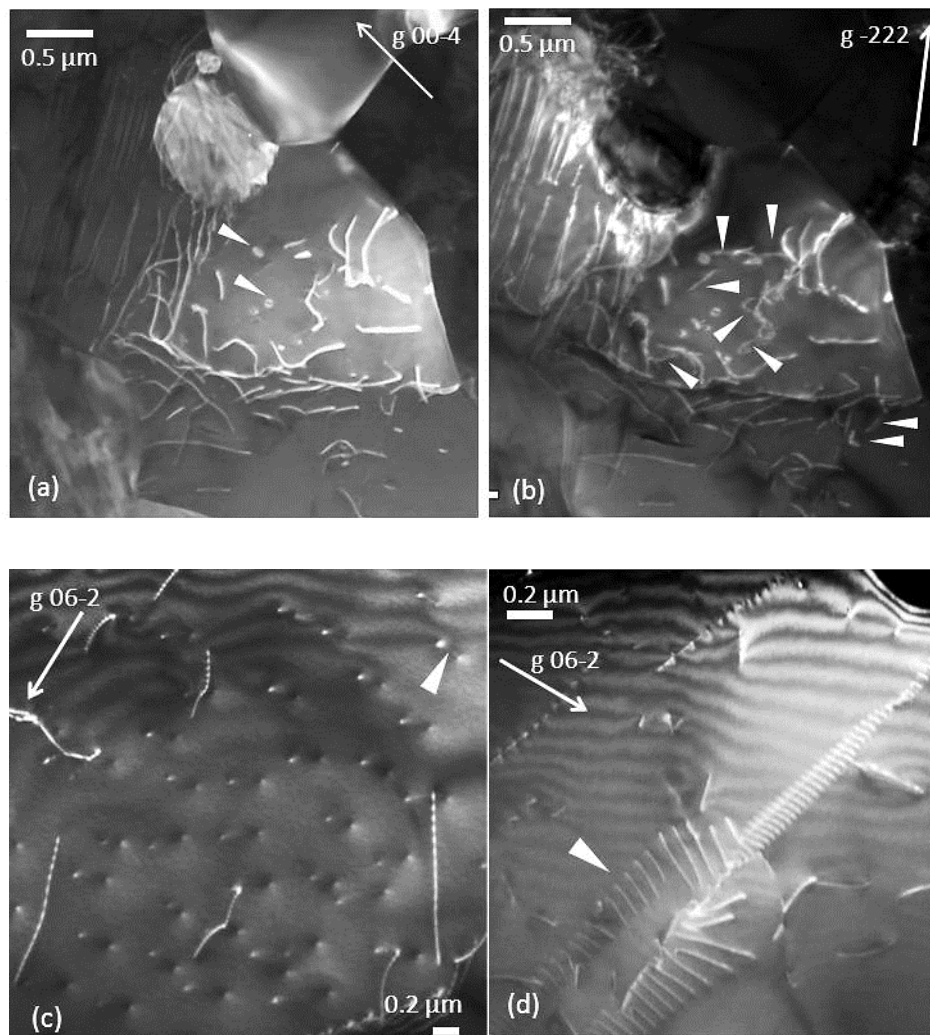
Le tableau 3.2 résume les résultats des observations effectuées au microscope sur les polycristaux déformés à différentes conditions du manteau supérieur.

A 1373 K et  $\sim 5,0$  GPa (#267), la taille de grains est d'environ 3  $\mu\text{m}$ . La densité de dislocations varie entre 3 et  $10 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$ . Beaucoup de dislocations [001] sont observées, souvent en boucles (flèches blanches sur la figure 3.3a), parfois en sous-joints. Quelques dislocations [100] sont visibles (flèches blanches sur la figure 3.3b) avec les dislocations [001].

La taille des grains et la densité des dislocations sont comparables à 1573 K et 4,8 GPa (#81A), avec 4  $\mu\text{m}$  et  $4 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$  (maximum  $14 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$ ), respectivement. Si des dislocations [001], souvent en boucles, sont toujours observables, les dislocations [100] et les sous-joints sont plus fréquents.

Au-delà de 1573 K et à haute pression (#90A), des signes de restauration sont détectés. Les grains sont plus gros (7  $\mu\text{m}$ ), et la densité de dislocations libres a diminué (figure 3.3c) de 0,5 à  $7 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$ , avec environ  $1 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$  pour les dislocations [100] et  $4 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$  pour le type [001]. Beaucoup plus de sous-joints, très bien organisés avec des dislocations [001] sont observés (figure 3.3d).

Il apparaît donc que la déformation a bien eu lieu en régime de dislocations, avec des signes de montée de dislocations.



**Figure 3.3:** images MET en Weak-Beam Dark Field (WBDF). (a) Echantillon 267A (3 étapes de déformation,  $\sim 5$  GPa, 1373 K) ;  $\vec{g}=00-4$  ; dislocations  $[001]$ , boucles sessiles (triangles) et sous-joints en formation. (b) Echantillon 267A. Même zone avec  $\vec{g}=-222$  ; des dislocations  $[100]$  sont visibles (triangles) car en contraste. (c) Echantillon 90A ( $\sim 7.6$  GPa, 1473-1673 K) ;  $\vec{g}=06-2$ , dislocations  $[001]$ . Une relaxation en surface de l'échantillon engendre un contraste résiduel qui permet d'apercevoir de nombreuses dislocations  $[100]$  alors qu'elles devraient être éteintes. (d) Echantillon 90A: dislocations  $[001]$  formant des sous-joints bien organisés avec  $\vec{g}=06-2$ .

| Echantillon | Conditions |           | Taille de grains  | Dislocations   |                                      |                                                                      |
|-------------|------------|-----------|-------------------|----------------|--------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|
|             | T (K)      | P (GPa)   | ( $\mu\text{m}$ ) | Types          | Densité ( $10^{13} \text{ m}^{-2}$ ) | Observations                                                         |
| 267         | 1373       | 5,2 (0,4) | 3                 | [100]<br>[001] | 3 à 10                               | Boucles sessiles et sous-joints de type [001], [100] moins fréquents |
|             |            | 4,9 (0,4) |                   |                |                                      |                                                                      |
|             |            | 4,9 (0,4) |                   |                |                                      |                                                                      |
|             |            | 4,8 (0,4) |                   |                |                                      |                                                                      |
|             |            | 4,4 (0,4) |                   |                |                                      |                                                                      |
| 81A         | 1373       | 5,6 (0,2) | 4                 | [100]<br>[001] | 4 (max 14)                           | Boucles [001]<br>(100] et sous-joints fréquents                      |
|             |            | 4,6 (0,2) |                   |                |                                      |                                                                      |
|             | 1573       | 4,8 (0,1) |                   |                |                                      |                                                                      |
|             |            | 4,9 (0,2) |                   |                |                                      |                                                                      |
| 90A         | 1473       | 7,1 (0,4) | 7                 | [100]          | 1                                    | Nombreux sous-joints [001]                                           |
|             | 1673       | 8,1 (0,4) |                   | [001]          | 4                                    |                                                                      |

**Tableau 3.2 :** résumé des observations microscopiques effectuées sur les échantillons déformés.

### III. RESULTATS

#### III.1. EXPOSANT DE CONTRAINTE DE L'OLIVINE POLYCRISTALLINE

En reprenant l'équation 1.10 (chapitre 1) décrivant le comportement plastique de l'olivine polycristalline, on peut en déduire l'exposant de contrainte du matériau à condition de connaître les autres paramètres. On obtient ainsi :

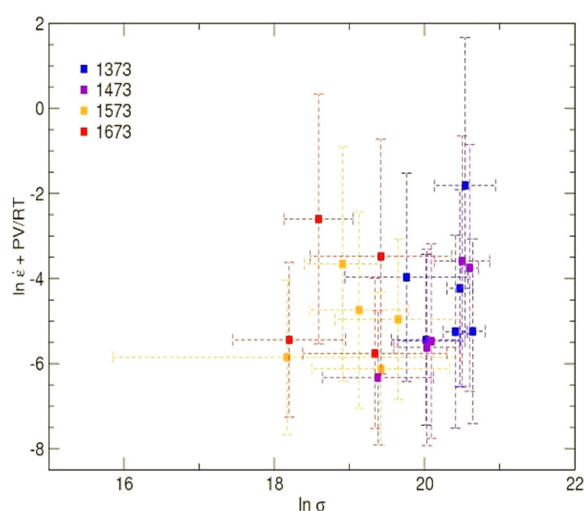
$$\ln \dot{\epsilon} + \frac{PV^*}{RT} = n \ln \sigma + \ln A - \frac{E^*}{RT} \quad (3.1)$$

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A + n \ln \tau - \frac{E^*}{RT} - \frac{PV^*}{RT} \quad (3.2)$$

$$\ln \dot{\epsilon} + \frac{PV^*}{RT} = n \ln \tau + \ln A - \frac{E^*}{RT} \quad (3.3)$$

Si, pour une température donnée, la représentation de  $\ln \dot{\epsilon} + \frac{PV^*}{RT}$  en fonction de  $\ln \tau$  a une évolution linéaire, la pente correspond à l'exposant de contrainte, et  $\ln A - \frac{E^*}{RT}$  constitue

l'ordonnée à l'origine. La figure 3.4 montre les données expérimentales tracées pour chaque température étudiée avec les incertitudes respectives, en supposant  $V^* = 12,8 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$  (voir plus loin). Quelle que soit la température appliquée, il n'est pas possible de distinguer de tendance linéaire entre les points expérimentaux. Par conséquent, cette représentation des données ne permet pas d'extraire d'exposant de contrainte. Les incertitudes sur les données tracées sur cette figure sont larges et dues à la résolution du multidétecteur. Il n'est pas possible d'extraire l'exposant de contrainte à partir de nos données à haute pression.



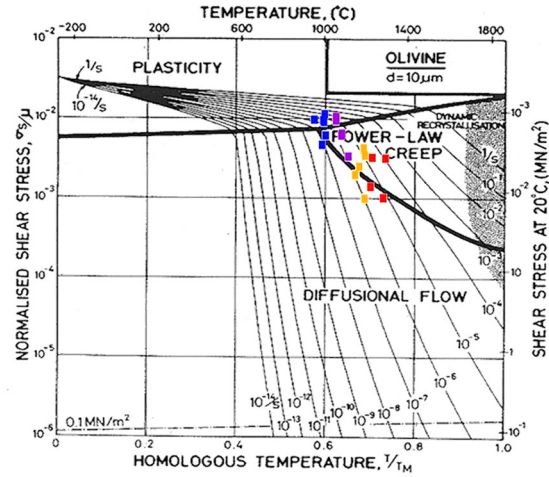
**Figure 3.4 :**  $\ln \dot{\epsilon} + \frac{PV}{RT}$  vs.  $\ln \sigma$  pour les quatre températures expérimentales testées (bleu 1373 K, mauve 1473 K, orange 1573 K, rouge 1673 K).

Nous avons donc choisi d'utiliser un exposant de contrainte de 3,5, en accord avec les données de la littérature. Cette valeur correspond bien au régime de fluage dislocation mis en évidence par les observations de microscopie.

Pour conforter cette hypothèse, les données sont tracées sur une carte de déformation de Frost et Ashby (2005) (<http://engineering.dartmouth.edu/defmech/>) pour une taille de grain de  $10 \mu\text{m}$  (figure 3.5). La contrainte expérimentale est normalisée au module de cisaillement de l'olivine et tracée en fonction de la température expérimentale normalisée à la température de fusion du minéral. Nous avons représenté nos données expérimentales par des carrés bleus pour 1373 K, mauves pour 1473 K, oranges pour 1573 K et rouges pour 1673 K. Cette carte présente selon les conditions auxquelles sont soumis les agrégats dans quel régime ils devraient se déformer principalement. Les points de nos expériences sont essentiellement situés dans un régime de fluage- dislocation. Ceci est confirmé par les nombreux défauts observés en MET. On

peut donc utiliser un exposant de contrainte de  $n_{ol}=3,5$  (Hirth et Kohlstedt, 2003), valeur bien admise dans la communauté pour l'olivine polycristalline.

**Figure 3.5:** Carte de déformation pour l'olivine polycristalline pour une taille de grains de  $10\ \mu\text{m}$ . D'après Frost and Ashby 2005 (<http://engineering.dartmouth.edu/defmech/>).



### III.2. EFFETS DE PRESSION SUR LA RHEOLOGIE DE L'OLIVINE

Pour s'appuyer au maximum sur les données expérimentales (température, pression, contrainte) et faire le moins d'hypothèses possibles sur la rhéologie de l'olivine, on peut réécrire l'équation de déformation plastique en régime de dislocation telle que :

$$\mathcal{H}^{P,T} = H^*(P) - RT \ln A = RT(n \ln \sigma - \ln \dot{\epsilon}) \quad (3.4)$$

où  $\mathcal{H}^{P,T}$  est un terme dépendant de la pression et de la température, proche de l'enthalpie d'activation, et peut être tracé en fonction des seules données expérimentales et d'une unique hypothèse, sur l'exposant de contrainte, que nous imposons à 3,5 (Hirth et Kohlstedt, 2003). Les autres quantités, la température, la contrainte, et la vitesse de déformation sont mesurées dans l'expérience. L'intérêt de cette représentation est donc de se rapprocher au plus près des données expérimentales, tout en effectuant un nombre d'hypothèses minimal.

Si le tracé de  $\mathcal{H}^{P,T}$  en fonction de la pression est linéaire, la variation de l'enthalpie de déformation est linéaire avec la pression et un volume d'activation peut être défini. La pente de la droite obtenue correspondra alors directement au volume d'activation puisque dans ce cas,

$$\mathcal{H}^{P,T} = (E^* - RT \ln A) + PV^* \quad (3.5)$$

L'abscisse à l'origine, fonction de la constante  $A$  et de l'énergie d'activation  $E^*$  des lois de rhéologie basse pression, sera ajustée aux données expérimentales de basse pression de la littérature.

Si le tracé de  $\mathcal{H}^{p,T}$  en fonction de la pression n'est pas linéaire, un volume d'activation unique ne peut être défini car l'enthalpie d'activation ne varie pas linéairement avec la pression. L'effet de pression sur la rhéologie de l'olivine polycristalline doit alors être traité différemment.

Les effets de la taille de grains (McDonnell *et al.*, 2000), de l'activité d'enstatite, et de la fugacité d'oxygène sont inclus dans le terme préexponentiel  $A$  qui peut prendre des formes plus développées (chapitre 1).

L'incertitude sur les valeurs de  $\mathcal{H}^{p,T}$  est calculée à partir des erreurs expérimentales sur la pression, la vitesse de déformation, et la contrainte. Les erreurs, et en particulier sur la contrainte, sont importantes dans les expériences sous haute pression. La résolution obtenue ne permet pas, par exemple, d'ajuster avec pertinence tous les paramètres classiques de la loi de rhéologie, tels que l'exposant de contrainte comme on a pu le voir ci-dessus. C'est pourquoi, quand cela est possible, nous nous appuyons au maximum sur les données obtenues à basse pression.

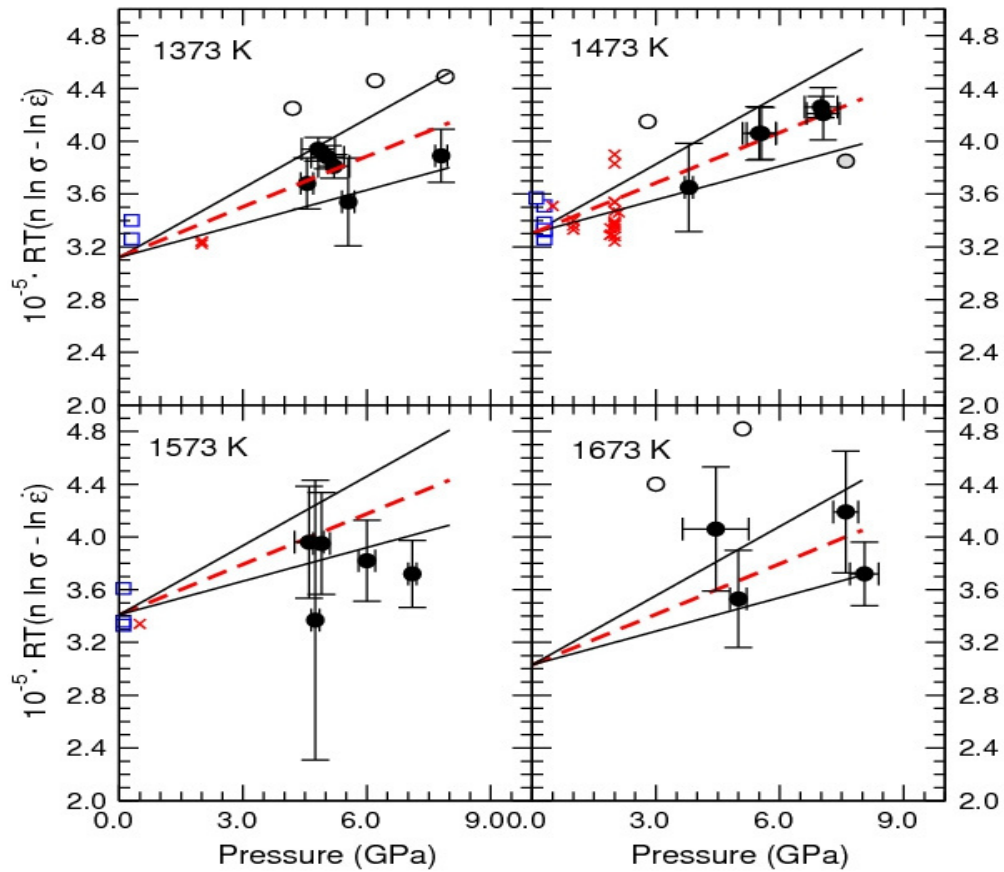
La figure 3.6 présente l'évolution du paramètre  $\mathcal{H}^{p,T}$  en fonction de la pression pour les quatre températures étudiées (1373, 1473, 1573, et 1673 K). Nos données expérimentales sont représentées en cercles noirs. Les expériences menées à NSLS ayant été réalisées dans des conditions "hydratées" ( $C_{OH} > 200$  ppm H/Si, calibration Paterson), les données sont comparées à d'autres expériences sur polycristaux d'olivine dans des conditions de « saturation » en eau et en taille de grains comparables.

Sur la figure 3.6, la représentation de  $\mathcal{H}^{p,T}$  en fonction de la pression permet de comparer les données à haute pression et à celles de basse pression pour des polycristaux déformés dans des conditions expérimentales différentes.

Ainsi, d'autres données à haute pression sur D-DIA en compression sont ajoutées (Hilairt *et al.*, 2012, cercles blancs), ou en cisaillement (Ohuchi *et al.*, 2010, cercles gris). Des données à basse pression, sur des polycristaux d'olivine ou de dunite, en presses de Griggs (croix rouges) ou Paterson (carrés bleus), sont également reportées (Chopra et Paterson, 1984 ; Mei et Kohlstedt, 2000 ; Jung et Karato, 2001a ; Karato et Jung, 2003 ; Jung *et al.*, 2006 ; Katayama et Karato, 2008 ; Demouchy *et al.*, 2012).



A 1473 K, l'ensemble des données, *i.e.*, données à haute pression corrélées aux données à basse pression, montre bien une évolution linéaire de  $\mathcal{H}^{P,T}$  avec de la pression, et ce dans la fenêtre d'incertitude de nos données expérimentales. En moyennant les données basse pression obtenues en presse Paterson pour ancrer notre ajustement, la pente de la droite obtenue donne un volume d'activation de  $12,8 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ . Afin d'estimer l'incertitude sur ce résultat, nous avons aussi tracé les droites de pente maximale et minimale autour de nos points expérimentaux (traits pleins noirs sur la figure 3.6), obtenant ainsi une incertitude de  $\pm 5 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$  sur le volume d'activation. Cette estimation graphique est rapide et surestime l'incertitude, qui pourrait être affinée par un calcul plus précis. Cependant, afin de ne pas sur-interpréter nos données, nous avons choisi de conserver cette valeur de  $\pm 5 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ .



**Figure 3.6:** paramètre  $\mathcal{H}^{P,T}$  en fonction de la pression pour les quatre températures étudiées (1373, 1473, 1573, 1673 K). Les données haute pression de cette étude sont représentées en cercles noirs, avec leur incertitude propre. D'autres données de haute pression en D-DIA ont été ajoutées (Hilairet et al., 2012) en cercles vides en compression, en cisaillement en cercles gris (Ohuchi et al., 2010). Des données basse pression sont représentées avec des croix rouges pour des expériences en presses de Griggs (Jung et Karato, 2001a ; Karato et Jung, 2003 ; Jung et al., 2006 ; Katayama et Karato, 2008) et en carrés bleus pour des expériences en Paterson (Chopra et Paterson, 1984 ; Mei et Kohlstedt, 2000 ; Demouchy et al., 2012) en torsion. La ligne rouge pointillée correspond à l'ajustement linéaire à 1473K entre les données haute pression de ce travail et les données basse pression. Les droites noires représentent l'incertitude sur la pente obtenue.

Cette valeur de volume d'activation est ensuite reportée aux autres températures. A 1373 K, ce volume d'activation montre toujours un bon accord avec les données expérimentales. En revanche, à 1573 et 1673 K, nous ne disposons pas d'assez de données et les incertitudes expérimentales sont trop importantes pour pouvoir conclure sur l'effet réel de pression sur la rhéologie de l'olivine. A 1573 K, la pente prédéfinie ne peut plus être ajustée aux données expérimentales. En effet, ces dernières s'alignent sur une pente moins importante, et l'on peut envisager qu'elle soit nulle. L'effet de pression est donc moins important à cette température. A 1673 K, nous pouvons observer la même tendance, mais les données expérimentales, statistiquement faibles, sont soumises à de fortes incertitudes. Plus d'expériences à cette température seront nécessaires pour régler ce problème.

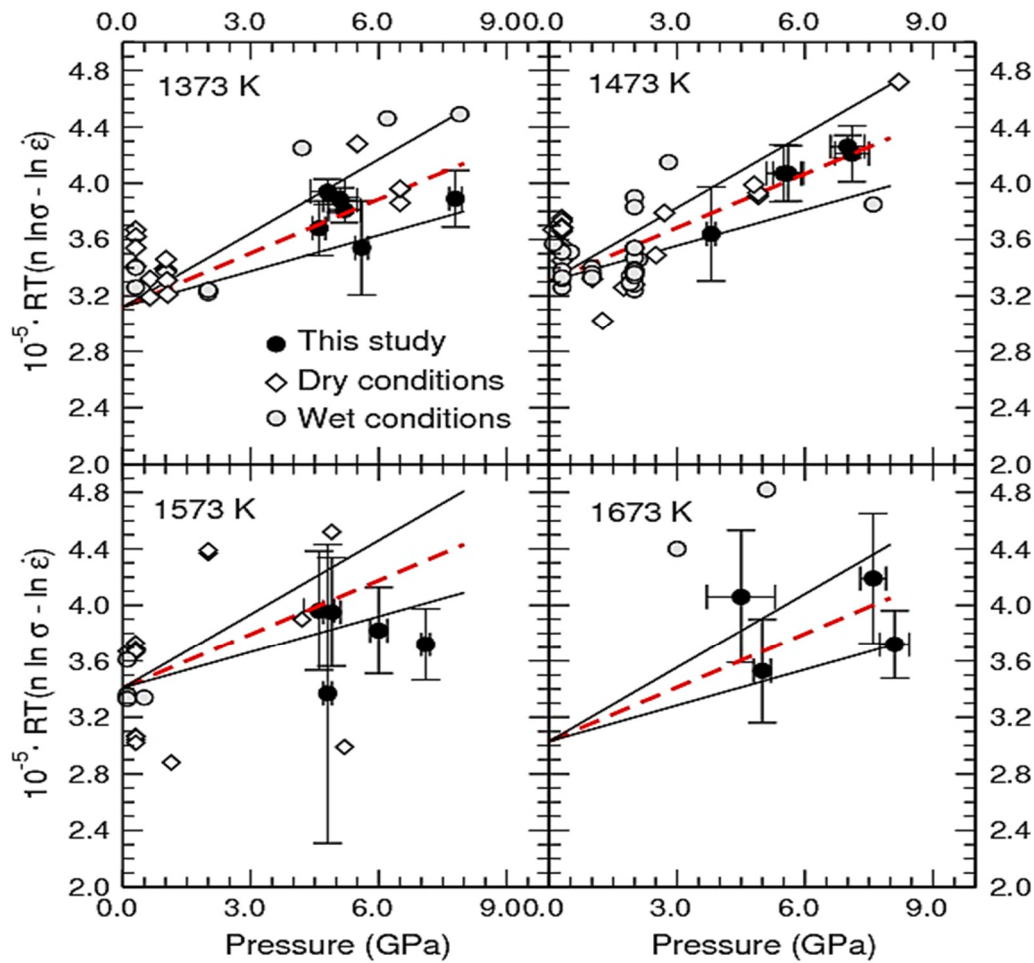
### III.3. EFFET DE L'EAU

Pour étudier un éventuel effet d'eau simultané à celui de la pression sur la plasticité de l'olivine polycristalline, des données en conditions « sèches » sont ajoutées à la figure 3.6.

La figure 3.7 présente le paramètre  $\mathcal{H}^{p,T}$  en fonction de la pression pour l'ensemble des données de la figure 3.6 en conditions « hydratées » (cercles noirs, cette étude, cercles blancs, autres données), et des expériences obtenues en conditions « sous-saturées » ou « sèches » ( $C_{OH} < 200$  ppm H/Si, calibration de Paterson) pour des tailles de grains comparables.

Pour les températures supérieures, l'interrogation quant au comportement plastique de l'olivine polycristalline reste sans réponse. Notons cependant qu'une température de 1673 K est relativement élevée et qu'il est très fréquent d'y observer une croissance de grains et recristallisation. A cette température les contraintes mesurées sont rarement de plus de 100 MPa, avec une forte incertitude. Il est difficile alors d'établir une rhéologie à si haute température. Ceci devra être repris plus en détails lors de travaux ultérieurs à l'aide, en particulier, d'un appareil offrant une meilleure résolution pour la mesure de la contrainte. Ajouter davantage d'éléments intermédiaires au multidétecteur permettrait d'ajuster plus finement le modèle de Singh *et al.* (1998) sur les données.

En tous les cas, on notera, vu l'homogénéité du comportement des données, qu'à 1373 et 1473 K, et en supposant  $n=3,5$ , le volume d'activation apparent est sensiblement le même en conditions « hydratées » qu'en conditions « sèches ». Autrement dit, l'effet de pression est supérieur à un éventuel effet d'eau sur la rhéologie de l'olivine. Ce point sera discuté dans la section IV.



**Figure 3.7:** comparaison du paramètre  $\mathcal{R}^T$  en fonction de la pression entre les données en conditions « hydratées » (cercles noirs, cette étude, cercles blancs, autres données) de la figure 3.6 et des expériences sur polycristaux à basse et haute pression en conditions « sèches » ( $C_{OH} < 200$  ppm H/Si, calibration de Paterson) pour des tailles de grains comparables (losanges - Karato et al., 1986 ; Green et Borch, 1987 ; Borch et Green, 1989 ; Mei et Kohlstedt, 2000 ; Karato et Jung, 2003 ; Li et al., 2006 ; Durham et al., 2009 ; Kawazoe et al., 2009 et Faul et al., 2011). A 1473 K, la tendance entre les deux types d'expériences est la même, donnant le même volume d'activation apparent ( $V^* = 12,8 \pm 5$  cm<sup>3</sup>.mol<sup>-1</sup>). Il n'y a pas de différence notable entre les différentes conditions, toutes incertitudes et différences expérimentales (conditions, pression, techniques, etc...) prises en compte. Il en va de même à 1373 K : une même dépendance linéaire en pression est observée jusqu'à 8.1 GPa.

### III.4. COMPARAISON AU MONOCRISTAL

#### III.4.1. RHEOLOGIE DU MONOCRISTAL

La rhéologie de l'olivine monocristalline a largement été étudiée expérimentalement (e.g., Bai et al., 1991 ; Mei et Kohlstedt, 2000 ; Hirth et Kohlstedt, 2003 ; Raterron et al., 2007, 2009, 2012 ; Demouchy et al., 2009 ; Girard et al., 2010). La déformation plastique d'un monocristal d'olivine revient à étudier le mouvement des dislocations selon des plans cristallographiques particuliers d'échantillons orientés favorablement pour y activer une déformation.

La loi est paramétrée pour une direction et un système de glissement donné. Il faut donc que, lors des expériences, le monocristal testé soit orienté de telle sorte que le système souhaité soit activé. On mesure la vitesse de déformation de l'échantillon en fonction de la température, de la pression et de la contrainte appliquée. On en tire l'exposant de contrainte, et selon les cas étudié, le volume ou l'énergie d'activation, et la constante préexponentielle  $A$ .

Dans les monocristaux n'interviennent que des mécanismes de déformation intragranulaires, tels que le glissement ou la montée des dislocations. Dans les polycristaux, il faut tenir compte d'autres phénomènes intervenant aux joints de grains. A basse température, les joints de grains sont principalement des obstacles à la propagation de la déformation plastique. A haute température, les joints de grains peuvent être le siège de mécanismes de déformation propres (mécanismes diffusifs, glissement et/ou migration des joints de grains) et peuvent donc assister la plasticité.

#### III.4.2. DU MONOCRISTAL AU POLYCRISTAL

On suppose qu'en régime de dislocations, la déformation de l'olivine polycristalline est régie par le glissement des dislocations dans le grain et leur montée. Elle est aussi accommodée par d'autres mécanismes, pas toujours bien identifiés, comme la diffusion aux joints de grains (Coble), la recristallisation dynamique et le glissement ou la migration des joints de grains (Van Der Wal *et al.*, 1993 ; De Bresser *et al.*, 2001 ; Ter Heege *et al.*, 2004) et le glissement aux joints de grains (Hansen *et al.*, 2011, 2012). L'effet de pression sur ces mécanismes n'a pas encore été mis en évidence.

La plasticité est une déformation à volume constant, sans changement de pression. Par conséquent, dans un polycristal, la cohésion doit être maintenue entre les grains. Ils ne sont donc pas libres de se déformer indépendamment. De ce fait, chaque grain applique une distribution de contraintes sur ses grains voisins et réciproquement. Plusieurs modèles existent pour passer de l'échelle du grain à celle du polycristal et, ici, nous allons nous restreindre à une approximation moyenne de la déformation de l'olivine polycristalline par des approches de type Sachs et Taylor.

#### **Modèles de Sachs et Taylor**

Le modèle de Sachs, (1928) suppose une contrainte homogène dans le polycristal. Chaque grain est libre d'y réagir indépendamment, quel que soit son environnement direct. Les grains

orientés favorablement vont donc se déformer préférentiellement. La vitesse de déformation globale du polycristal est alors surestimée.

Dans le modèle de Taylor (1938), en revanche, les grains interagissent et subissent une déformation à vitesse de déformation homogène. Chaque grain se déforme en activant 5 systèmes de glissement indépendants pour maintenir la compatibilité géométrique entre voisins. Dans ce cas, la contrainte globale dans le polycristal est surestimée. Chaque grain subit une contrainte qui lui est propre, dépendant de son environnement proche et de la vitesse de déformation globale.

Ces deux modèles (*e.g.*, Winther *et al.*, 1997 ; Dawson et Wenk, 2000) constituent les bornes limites de notre approche. En effet, la déformation du polycristal se situe entre ces cas extrêmes.

D'autre part, la contrainte moyenne appliquée à l'échantillon est connue. Le modèle de Sachs est donc le calcul le plus facile à aborder. En effet, il suffit d'identifier un système de glissement favorable pour chaque grain pour effectuer les calculs. Ici, nous prendrons une approche encore plus minimaliste. Dans chaque grain du polycristal, pour une contrainte macroscopique donnée, nous allons activer tous les systèmes de déformation connus et faire l'hypothèse que la vitesse de déformation du grain est la somme des vitesses de déformation de tous ces modes. Avec une telle hypothèse, les vitesses obtenues doivent obligatoirement être supérieures à celles observées dans le polycristal.

#### III.4.3. MODELE DE SACHS APPLIQUE A L'OLIVINE POLYCRISTALLINE - MODELE GLOBAL

Raterron *et al.* (2012) ont établi, à partir des lois rhéologiques pour les monocristaux déformés sous hautes pressions (Raterron *et al.*, 2009 ; Girard *et al.*, 2010), un modèle pour la plasticité des agrégats en équilibre avec Opx ( $a_{\text{Opx}} = 1$ ) jusqu'à 10 GPa. Selon Bai *et al.* (1991), la déformation d'une olivine polycristalline est une combinaison de l'activation des 3 systèmes de glissement actifs dans le minéral, *i.e.*, le glissement de dislocations [100] dans le plan (010), de dislocations [001] dans le plan (010), ainsi que [100](001) et [001](100) activés conjointement.

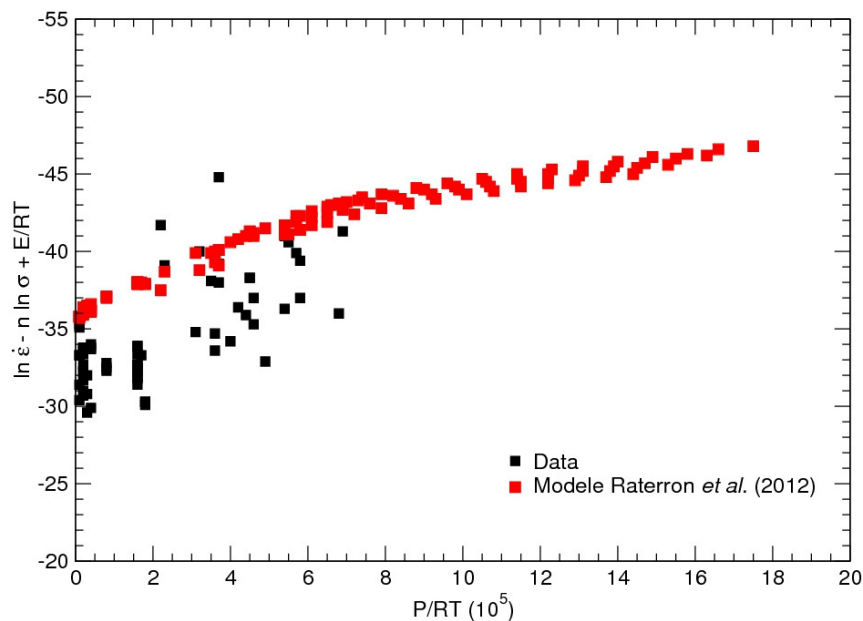
Dans leur article Raterron *et al.* (2011) établissent un modèle global de comportement de l'olivine polycristalline en supposant une texture aléatoire dans l'agrégat et en effectuant une moyenne des facteurs de Schmidt sur toutes les orientations du polycristal. On en déduit

$$\dot{\epsilon}_{poly} = 0,123 \sum \dot{\epsilon}_{sc} \quad (3.6)$$

où  $\dot{\epsilon}_{poly}$  est la vitesse de déformation du polycristal et les  $\dot{\epsilon}_{sc}$  sont les vitesses de déformation sur chacun des systèmes de glissement. Le modèle complet, tenant compte des 4 systèmes de glissement dominant, [100](010), [001](010), [100](001) et [001](100), est présenté dans Raterron *et al.* (2012).

Pour regrouper les données correspondant à toutes les pressions et températures sur un même graphique, il convient de tracer  $\ln \dot{\epsilon} - n \ln \sigma + E/RT$  en fonction de  $P/RT$ . La figure 3.8 est la représentation de ce modèle (en rouge) avec les données expérimentales pour l'olivine (cette étude et la littérature), toutes températures, pressions et vitesses confondues. Dans la loi modèle, on constate une évolution linéaire jusqu'à 8 GPa, ce qui appuie l'hypothèse de développement de la loi de déformation à l'aide d'un volume d'activation. Au-delà de 8 GPa, on remarque un changement de pente dû au changement d'activités relatives des systèmes de glissement  $\langle a \rangle$  et  $\langle c \rangle$ . L'expression de la loi rhéologique à l'aide d'un volume d'activation unique pour le polycristal serait donc compromise.

Les données expérimentales semblent suivre la même pente que le modèle, mais se situent systématiquement sous les prédictions. Jusqu'à 7 GPa, on peut conclure à un volume d'activation moyen, corroborant à la fois les données expérimentales et le modèle basé sur des données obtenues sur monocristaux, de l'ordre de  $10 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ . En revanche, le décalage en ordonnée entre les données expérimentales et le modèle reste à expliquer.



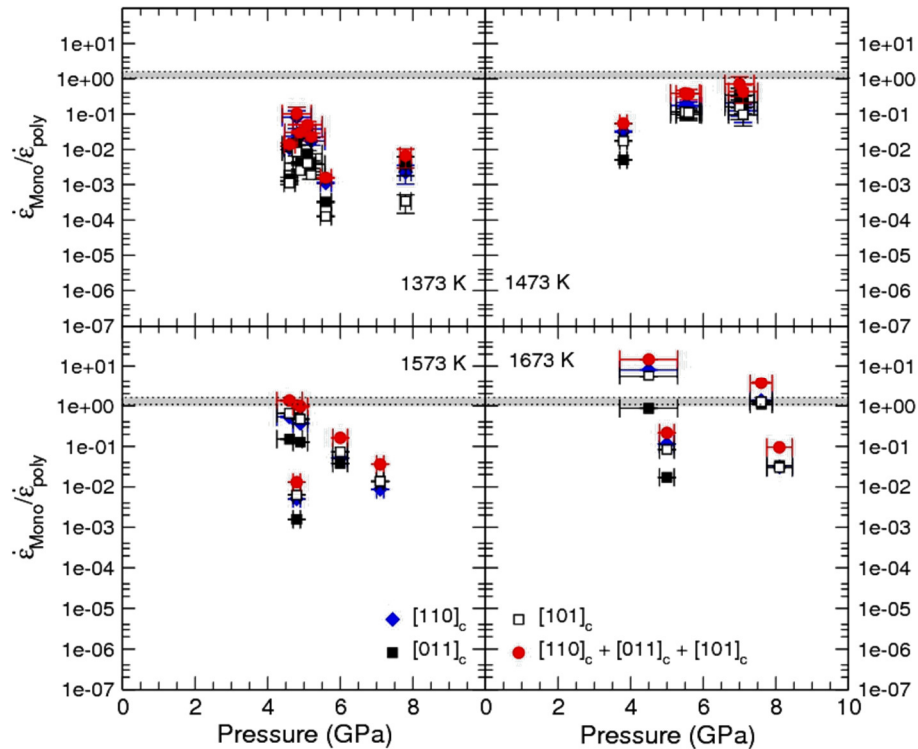
**Figure 3.8 :** courbes  $\ln \dot{\epsilon} - n \ln \sigma + E^*/RT$  en fonction de  $P/RT$ . En noir, données expérimentales de obtenues sur polycristaux, en rouge, modèle de Raterron *et al.* (2012) fondé sur des mesures sur monocristaux.

## III.4.4. MODELE DE SACHS APPLIQUE A L'OLIVINE POLYCRISTALLINE - ETUDE PRECISE

Comparer la plasticité des monocristaux avec celle des polycristaux peut nous éclairer sur la part des mécanismes mis en jeu lors de la déformation. Une façon simple de le faire est d'étudier le rapport des vitesses de déformation. Pour quantifier la part active de l'un ou l'autre mécanisme agissant sur la plasticité des agrégats, les vitesses expérimentales obtenues sur monocristaux sont rapportées à celles obtenues sur polycristaux. Pour faciliter la comparaison, les données expérimentales seront normalisées à une contrainte de 400 MPa selon :

$$\dot{\epsilon}_{400 \text{ MPa}} = \left( \frac{400}{\sigma_{exp}} \right)^{3.5} \dot{\epsilon}_{exp} \quad (3.7)$$

où  $\dot{\epsilon}_{400 \text{ MPa}}$  et  $\dot{\epsilon}_{exp}$  sont les vitesses normalisée et mesurée, respectivement,  $\sigma_{exp}$  est la contrainte expérimentale en MPa. Les vitesses sur monocristaux sont calculées à PT identiques pour une contrainte de 400 MPa selon les données de Raterron *et al.* (2012). L'exposant de contrainte est choisi à 3,5.



**Figure 3.9:** rapport entre les vitesses obtenues sur des monocristaux de différentes orientations et les vitesses expérimentales sur polycristaux en fonction de la pression pour les températures testées (1373, 1473, 1573 et 1673 K). Les vitesses sur monocristaux sont calculées à partir des lois rhéologiques établies par Raterron *et al.* (2012). Toutes les vitesses sont normalisées à une contrainte de 400 MPa (voir texte). Les cercles rouges indiquent le rapport entre la somme des vitesses pour monocristaux et les vitesses des polycristaux. La plage grisée correspond au résultat attendu si les monocristaux et polycristaux se déforment à la même vitesse (voir le texte pour les détails explicatifs).

La figure 3.9 montre le rapport entre les vitesses de l'olivine monocristalline pour chacune des 3 orientations et celles des agrégats déformés pour les 21 points de déformation réalisés (bleu  $[110]_c$ , noir  $[011]_c$ ,  $[101]_c$  blanc) en fonction de la pression pour les 4 températures testées. Si la déformation du polycristal peut s'expliquer par l'activation de ces trois systèmes de glissement reconnus dans l'olivine, la somme des vitesses des monocristaux ainsi calculées doit rendre compte de la plasticité de l'agrégat et être supérieure à la vitesse observée sur le polycristal. Ce rapport entre la vitesse observée sur le polycristal et la somme des vitesses mesurées pour chaque orientation du monocristal est représenté en rouge.

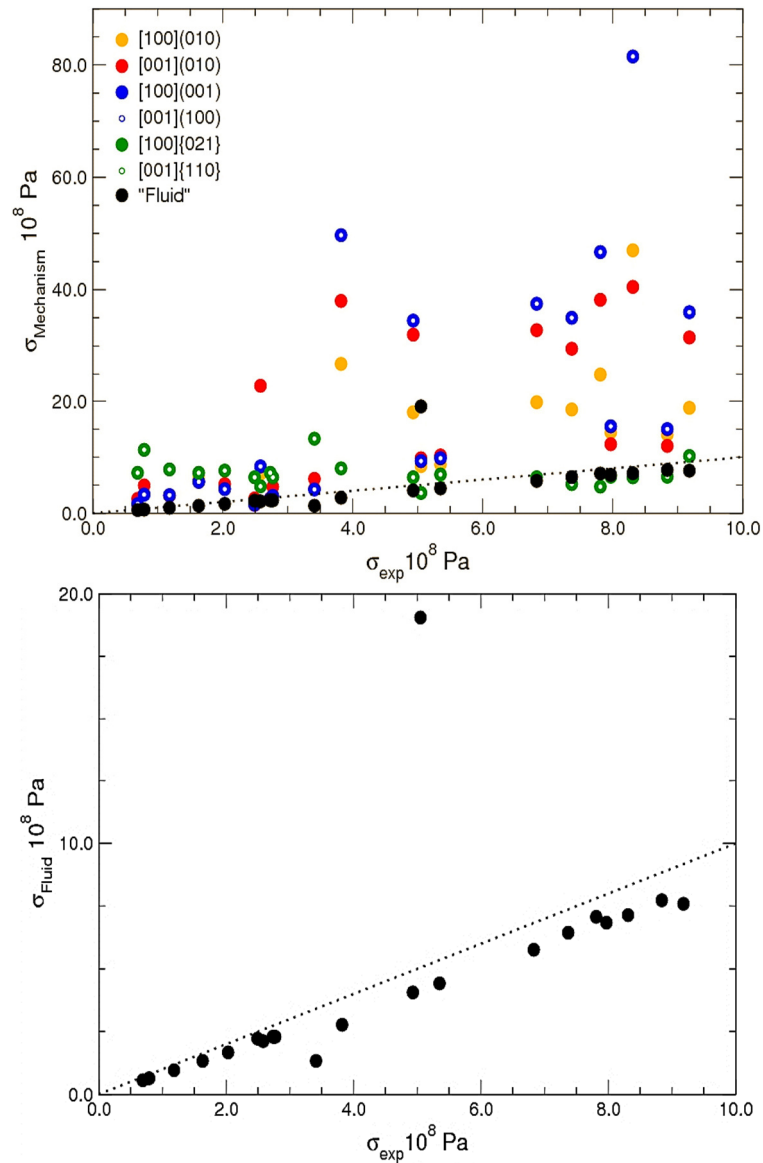
En général, le monocristal orienté selon un glissement facile est supposé être plus ductile (puisque dans une orientation préférentielle) que le polycristal. Les vitesses de déformation des monocristaux doivent donc être plus élevées que celle de l'agrégat, et les rapports de la figure 3.9, de fait, supérieurs à 1.

Pour des températures inférieures à 1573 K, et moyennant 2 exceptions, ce rapport est systématiquement inférieur à 1. Pour des températures supérieures, 50 % des données sont au-dessus de 1. Ceci implique que, dans le polycristal, il existe un mécanisme d'accommodation supplémentaire, ne pouvant se ramener à un glissement de dislocations dans les orientations précédemment établies. Ceci sera discuté plus loin.

#### III.4.5. MODÈLE VISCO-PLASTIQUE AUTO-COHÉRENT: VISCO-PLASTIC SELF-CONSISTENT (VPSC)

Des approches plus abouties de modélisation polycristalline sont développées en sciences des matériaux. Le programme de type VPSC, développé à l'ENSAM Paris par Olivier Castelnau et Fabrice Detrez (voir un exemple d'application dans Castelnau *et al.*, 2010), permet de reproduire la contrainte attendue en régime stationnaire dans un polycristal en fournissant les contraintes théoriques pour les différents systèmes :  $[100](010)$ ,  $[001](010)$ ,  $[100](001)$  et  $[001](100)$ ,  $[100](021)$ ,  $[001]\{110\}$ . Ces systèmes ne sont pas suffisants pour conserver la cohésion dans l'olivine, un nouveau mécanisme, entièrement isotrope et dénommé « Fluide » a donc été récemment ajouté dans le programme (Detrez *et al.* (in prep)).





**Figure 3.10 :** (a, en haut) contraintes calculées et ajustées pour chaque système considéré en fonction de la contrainte expérimentale ([100](010) jaune, [001](010) rouge, [100](001) bleu, [001](100) bleu vide, [100]{021} vert, [001]{110} vert vide, « Fluide » noir). La ligne pointillée correspond à la droite de corrélation linéaire; (b, en bas) contrainte ajustée pour le « Fluide » grâce au code VPSC en fonction de la contrainte expérimentale.

Pratiquement, on donne au programme la vitesse expérimentale, en compression. Les contraintes de fluage des systèmes  $[110]_c$ ,  $[011]_c$  et  $[101]_c$  sont ajustées sur les données de Raterron *et al.* (2012). Celle des systèmes  $[100]\{021\}$  et  $[001]\{110\}$  est fondée sur les travaux de Couvy *et al.* (2004) et de Durinck *et al.* (2005, 2007). La contrainte d'écoulement du système manquant, le système « Fluide », est alors ajustée pour caler la contrainte obtenue par simulation sur la contrainte expérimentale. La figure 3.10a présente les contraintes d'écoulement pour chacun de ces systèmes en fonction de la contrainte expérimentale. Il

apparaît que pour tous les systèmes, excepté ce fameux système « Fluide », il n'y a pas de corrélation simple avec la contrainte expérimentale. En ne se concentrant que sur la contrainte ajustée pour le « Fluide » (figure 3.10b), on constate qu'elle évolue linéairement et proportionnellement à la contrainte du polycristal. La contrainte d'écoulement de ce système doit correspondre à peu près à la contrainte de l'agrégat. Ceci signifie que ce mécanisme, non identifié, accommode la majeure partie de la déformation du polycristal et contrôle sa rhéologie.

## IV. DISCUSSION

### IV.1. EFFET DE PRESSION SUR LA RHEOLOGIE DE L'OLIVINE

Les données expérimentales à 1673 K montrent une grande hétérogénéité sur les contraintes (figure 3.4). Ces dernières sont d'ailleurs plutôt faibles (moins de 100 MPa) avec de fortes incertitudes, dépassant souvent la valeur nominale de contrainte (tableau 3.1). Ceci peut s'expliquer par le fait que le calcul de contrainte dans des expériences de déformation à partir de la diffraction sur une population de grains dans des orientations différentes est peu précis. En effet, il existe une hétérogénéité de contraintes dans l'agrégat. De plus, à ces températures, la variation des positions de pics en diffraction en fonction de l'orientation devient difficile à mesurer. Ainsi, plus la contrainte enregistrée est faible, plus l'incertitude sera forte. Dans la situation actuelle, nos données à ces températures ne nous paraissent donc pas exploitables.

Durham *et al.* (2009) ont travaillé sur de l'olivine polycristalline déformée en D-DIA en conditions « sèches », pour des pressions allant jusqu' à 5 GPa. Le volume d'activation qu'ils ont pu déduire vaut  $V^* = 9,5 \pm 7 \text{ cm}^3.\text{mol}^{-1}$ . La même équipe a réitéré et affiné les expériences jusqu'à 9 GPa, et ils obtiennent  $V^* = 15 \pm 4 \text{ cm}^3.\text{mol}^{-1}$  (Dixon *et al.*, 2012). Cependant, ils mesurent les contraintes directement dans l'olivine et calculent le volume d'activation en prenant l'exposant de contrainte et l'énergie d'activation de Hirth et Kohlstedt (2003). Nishihara *et al.* (2008) ont travaillé jusqu'à 11 GPa et trouvent un volume de  $\sim 14 \text{ cm}^3.\text{mol}^{-1}$ , bien qu'il y ait eu dans leur expérience un durcissement des contraintes. Nous rappelons dans le tableau 3.3 (voir chapitre 1) d'autres valeurs de volumes d'activations calculés sur des polycristaux d'olivine déformés selon différentes conditions. La valeur du volume d'activation que nous obtenons ici ( $V^* = 12,8 \pm 5 \text{ cm}^3.\text{mol}^{-1}$ ) est en accord les valeurs trouvées dans la littérature récente.

Nous tenons à attirer l'attention du lecteur sur le fait que notre approche de l'estimation de l'effet de pression, consistant à se conformer le plus possible aux données expérimentales et en

n'ayant qu'à supposer un exposant de contrainte, permet de mieux contrôler les erreurs expérimentales. Le volume d'activation déterminé ici est donc très bien contraint.

Nous avons vu dans la section III.3 que le modèle de Raterron *et al.* (2012), reposant sur l'hypothèse de l'activation conjointe des trois systèmes de glissement dans l'olivine, suggérait un changement de la dépendance en pression au-delà de 7 GPa (soit ~250 km de profondeur dans le manteau). En d'autres termes, un changement de mécanisme de déformation est attendu, qui devrait se traduire par une décroissance du volume d'activation. Ce modèle ne peut être vérifié dans notre étude car nos données ne sont utilisables qu'en-dessous de 8 GPa (voir figure 3.7). Il est nécessaire, pour confirmer cette observation, de réaliser à l'avenir des expériences de déformation sur polycristaux à des pressions supérieures. Afin que, si tel doit être le cas, la rupture de pente soit bien marquée, ces expériences devraient être menées idéalement entre 10 et 12 GPa.

|                                     |                      | Conditions |           |                                     |     | $V^*$<br>(cm <sup>3</sup> .mol <sup>-1</sup> ) | Appareil        |
|-------------------------------------|----------------------|------------|-----------|-------------------------------------|-----|------------------------------------------------|-----------------|
|                                     |                      | $P$ (GPa)  | $T$ (K)   | $\dot{\epsilon}$ (s <sup>-1</sup> ) | $N$ |                                                |                 |
| Ross <i>et al.</i> 1979             | Sec                  | 0.2-0.4    | 1373-1623 |                                     |     | 13.4 (2.0)                                     | Griggs          |
| Green et Borch 1987                 |                      | 1.2-2.5    | 1373-1573 | $10^{-4}$ - $10^{-5}$               |     | 27.0                                           | Piston-cylindre |
| Borch et Green 1989                 | Hydraté <sup>a</sup> | 0.6-2.0    | 1250-1700 | $10^{-6}$                           |     | 27.0                                           | Griggs          |
| Karato et Rubie 1997                |                      | 0.3-15.0   | 300-1900  | $10^{-4}$ - $10^{-5}$               | 3.0 | 14.0 (1.0)                                     | Multi-enclumes  |
| Kohlstedt et Wang 2001 <sup>b</sup> |                      | 0.2-0.4    |           |                                     |     | 23.0                                           |                 |
| Wang 2002 <sup>c</sup>              | Sec                  | 0.0-0.5    | 1473-1523 | $10^{-4}$ - $10^{-6}$               | 3.3 | 23.0                                           | Gas-medium      |
| Karato et Jung 2003                 | Hydraté              | 1.0-2.0    | 1473-1573 | $10^{-4}$                           | 3.0 | 24.0 (3.0)                                     | Griggs          |
|                                     | Sec                  | 1.0-2.0    | 1473-1573 | $10^{-4}$                           | 3.0 | 14.0 (2.0)                                     | Griggs          |
| Li <i>et al.</i> 2006               | Hydraté (?)          | 9.6        | 1473      | $10^{-5}$                           | 3.0 | 0.0 (5.0)                                      | D-DIA           |
| Durham <i>et al.</i> 2009           | Sec                  | 2.7-4.9    | 1473      | $10^{-6}$ - $10^{-5}$               | 4.0 | 9.5 (7.0)                                      | D-DIA           |
| Kawazoe <i>et al.</i> 2009          | Sec                  | 4.9-9.6    | 1300-1870 | $10^{-5}$                           | 3.5 | 17.5 (2.5)                                     | RDA             |
| Dixon <i>et al.</i> 2012            | Sec                  | 1.5-9.0    | 1373      |                                     |     | 14.0 (3.0)                                     | D-DIA           |

<sup>a</sup> d'après Hirth et Kohlstedt 1996

<sup>c</sup> d'après Durham *et al.* 2009

<sup>b</sup> d'après Hirth et Kohlstedt 2003

<sup>d</sup> d'après Mei et Kohlstedt 2000

**Tableau 3.3 :** Conditions de déformation de l'olivine polycristalline et volumes d'activations en régime de dislocations.

## IV.2. EFFET DE L'EAU

L'effet de l'eau sur la rhéologie de l'olivine, ainsi qu'abordée au chapitre 1 a été étudié depuis les années 1980. En conditions « hydratées », un adoucissement d'environ un ordre de grandeur (à peu près d'un facteur 1,5) en termes de contraintes par rapport aux conditions « sèches » est observé (Chopra et Paterson, 1984 ; Poumellec et Jaoul, 1984 ; Mackwell *et al.*, 1985 ; Karato *et al.*, 1986 ; Mei et Kohlstedt, 2000 ; Karato et Jung, 2003 ; Demouchy *et al.*, 2012 ; Girard *et al.*, 2013). Avec un exposant de contrainte de  $n_{ol} = 3,5$ , les vitesses de déformation en conditions « hydratées » sont à peu près 4 fois plus importantes qu'en conditions « sèches ». La fugacité de l'eau et la concentration en groupements OH augmentent fortement à haute pression. Un adoucissement important est donc attendu en conditions « hydratées » (*e.g.*, Karato et Jung, 2003).

Contraindre la loi rhéologique en conditions « sèches » ou « hydratées » n'est pas trivial car à haute pression, il est difficile d'estimer l'effet de la fugacité en eau au cours de l'expérience (Li *et al.*, 2006 ; Durham *et al.*, 2009). De plus, dans la loi de fluage en régime de dislocations, l'effet de l'eau pourrait affecter plusieurs paramètres : la vitesse de déformation, la fugacité d'oxygène et celle de l'hydrogène. De fait, les volumes d'activation pour l'olivine polycristalline « hydratée » varient dans la littérature sur une large gamme, allant de 0 à 27 cm<sup>3</sup>.mol<sup>-1</sup> (*e.g.*, Karato et Jung, 2003 ; Li *et al.*, 2006, voir tableau 3.1).

Sur la figure 3.7, il est difficile de différencier les données « hydratées » et « sèches » et, dans les deux cas,  $\mathcal{H}^{P,T}$  évolue linéairement avec la pression jusqu'à 8 GPa, avec un volume d'activation  $V^*=12,8\pm5$  cm<sup>3</sup>.mol<sup>-1</sup> estimé à 1473 K. Il apparaît donc que l'effet de pression est largement dominant sur l'effet de l'eau sur la rhéologie de l'olivine. A une pression donnée, des conditions hydratées impliquent un adoucissement de rhéologie mais, observé sur une gamme de 0-8 GPa, l'effet de pression prédomine largement. En tout état de cause, Girard *et al.* (2013) ont déterminé un adoucissement des contraintes de l'ordre de 1,5 pour la forstérite en conditions « hydratées » par rapport à des conditions « sèches ». La résolution sur nos données ne permet pas de comparer quantitativement la rhéologie selon les conditions.

## IV.3. COMPARAISON AU MONOCRISTAL

La comparaison entre les vitesses de déformation observées sur polycristaux et celles calculées pour la somme des 3 orientations favorables permet d'évaluer les contributions relatives des régimes de déformation associés et les apports d'autres mécanismes, tel que le glissement aux joints de grains.

Sur la figure 3.9, les rapports entre vitesses mesurées et vitesses prédites sont presque toujours inférieurs à 1 pour les températures  $\leq 1573$  K. Le polycristal semble donc plus ductile que chaque monocristal entre 1373 et 1573 K. Les rapports de vitesses de déformation entre les polycristaux et les monocristaux sont de l'ordre de 10 à 100. Les polycristaux ont été déformés en conditions « hydratées », alors que les vitesses de déformation des monocristaux sont calculées en conditions « sèches ». On peut s'interroger sur l'origine d'un tel contraste entre les différentes vitesses.

En termes de contraintes, Mackwell *et al.* (1985) et Girard *et al.* (2013) ont identifié une rhéologie 1,5 fois plus ductile en conditions hydratées qu'en conditions sèches. En termes de vitesse de déformation ceci équivaut à une vitesse de déformation 4 fois plus rapide en conditions hydratées. Ceci ne suffit pas à expliquer l'écart observé uniquement par un effet d'eau sur la rhéologie des monocristaux/ polycristaux.

Cet écart représente la contribution d'un (ou de plusieurs) mécanisme(s) différent(s) de ceux résultant de l'activation de systèmes de glissements. Dans la majorité des cas (excepté à 1673 K), la contribution du glissement intragranulaire est estimée au maximum à 10% en conditions sèches, et à 40% en conditions hydratées compte-tenu du facteur ci-dessus. Cela signifie qu'un autre mécanisme impliquant les joints de grains, en régime de dislocations en conditions hydratées sous 8 GPa et sous 1673K, intervient à 60% au maximum dans la déformation de l'olivine polycristalline.

Le code VPSC permet une approche du problème par un modèle plus précis. Il en résulte que pour déformer un polycristal, la contribution d'un mécanisme autre que le glissement dans les systèmes connus est nécessaire et que ce mécanisme, en réalité, domine le comportement plastique de l'olivine dans ces conditions.

## V. CONCLUSIONS

Vingt-et-un points de déformation en régime stationnaire ont été réalisés sur ligne synchrotron en presse D-DIA aux conditions du manteau supérieur. Les expériences ont été menées sur l'olivine polycristalline, jusqu'à une pression de 8 GPa ( $\sim 250$  km de profondeur) et des températures allant de 1373 à 1673 K.

L'effet de pression sur la rhéologie du minéral est linéaire dans cette gamme d'étude en conditions « hydratées » avec un volume d'activation de  $12,8 \pm 5 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ . Comparée à des conditions « sèches », il apparaît que la sensibilité à la pression est comparable voire identique.

L'effet d'eau semble en outre être bien moins important et aurait été surestimé dans des travaux antérieurs (*e.g.*, Green et Borch, 1987 ; Borch et Green, 1989 ; Kohlstedt, 2006).

La déformation de monocristaux a servi à modéliser une loi de déformation pour les polycristaux (Raterron *et al.*, 2012). Ce modèle montre un changement de la dépendance en pression vers 8 GPa. En utilisant nos données expérimentales, nous ne pouvons pas observer une telle transition car la pression appliquée à nos échantillons est inférieure à 8 GPa. Ceci doit être expérimentalement confirmé avec des polycristaux à  $P > 10$  GPa.

Il apparaît que les mécanismes aux joints de grains (diffusion Coble, glissement aux joints de grain interviennent pour 60 % dans la déformation des polycristaux en conditions « hydratées » et dans la gamme de température 1373-1573 K. Par conséquent, les mécanismes intracristallins, comme observés dans les monocristaux, sont actifs à 40 % au plus. Si cette hypothèse a déjà été proposée précédemment (Hirth et Kohlstedt, 1995 ; Hansen *et al.*, 2011, 2012), elle est estimée quantitativement pour la première fois dans cette étude. Nous constatons en outre que la déformation plastique d'un polycristal en régime de dislocations ne peut être régie par la seule contribution des systèmes de glissement, mais qu'un autre mécanisme non identifié et impliquant les joints de grains entre en jeu.

Il est bon de prévoir à l'avenir une étude de la rhéologie de l'olivine polycristalline aux conditions du manteau supérieur profond. Si l'observation d'un changement de comportement plastique avec la pression, selon le modèle de Raterron *et al.* (2012), est confirmée, ceci indiquera une transition vers un autre mécanisme de déformation. Vérifier les contributions des différents mécanismes mis en jeu entre les mécanismes intracristallins et ceux se produisant au niveau des joints de grains à des pressions supérieures sera possible et apportera des réponses plus pertinentes sur la dynamique du manteau supérieur.







## 4. RHEOLOGIE DE LA FORSTERITE POLYCRISTALLINE

### I. CONTEXTE

La majorité de ce chapitre s'inspire grandement du précédent. En effet, si le but de cette thèse est d'étudier le comportement plastique de l'olivine polycristalline aux conditions du manteau supérieur et de contraindre ainsi la rhéologie de cette couche terrestre, nous souhaitons aussi aborder cette question sous un aspect de physique des minéraux et vérifier l'effet du fer sur le comportement de ce minéral. L'olivine est une solution solide plus ou moins riche en fer ( $(\text{Mg,Fe})_2[\text{SiO}_4]$ , chapitre 1). La forstérite, silicate magnésien ( $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ ), est un des deux pôles pur de l'olivine, l'autre pôle étant la fayalite ( $\text{Fe}_2\text{SiO}_4$ ).

D'autre part, ce minéral a été étudié sous forme monocristalline essentiellement (Durham et Goetze, 1977b ; Durham *et al.*, 1977, 1979 ; Darot et Gueguen, 1981 ; Gueguen et Darot, 1982 ; Raterron *et al.*, 2007) et peu de travaux récents ont été consacrés à la forme polycristalline à haute pression (Couvry *et al.*, 2004 ; Couvry, 2005 ; Raterron *et al.*, 2011 ; Girard *et al.*, 2013).

Des poudres de forstérite ont été déformées soit comme un seul échantillon pour mettre au point diverses méthodes de traitement du signal, soit en parallèle avec de l'olivine (voir chapitre 3), et toujours en compression aux conditions du manteau supérieur sous presse D-DIA sur ligne synchrotron.

### II. DOMAINE ETUDIE

#### II.1. PRESSION, TEMPERATURE ET VITESSES DE DEFORMATION

Les expériences #65, #68, #69 et #70 ont été réalisées avec un seul échantillon de forstérite pure. Les autres expériences (#79, #80, #81, #82, #87, #88, #89, et #90) visaient à déformer deux

échantillons, un d'olivine (voir chapitre 3), l'autre de forstérite. Chacun des polycristaux a été mélangé avec 5% en poids d'enstatite pour éviter la croissance de grain dans l'olivine d'une part, et pour que les conditions d'expérience soient les mêmes d'autre part. La préparation des poudres, le montage des cellules, le relevé des contraintes et de pression, la mesure de la vitesse de déformation sont expliqués dans le chapitre 2 avec une description succincte dans le chapitre 3.

Dans la majeure partie des mesures, les deux poudres, olivine et forstérite, ont subi les mêmes conditions de déformation (pressions, températures, vitesses), ce qui permettra de comparer le comportement plastique de ces deux matériaux. La déformation s'est déroulée en compression axiale pour la plupart des points expérimentaux.

Les détails des conditions (température, vitesse de déformation, pression, contrainte) pour chacun d'eux sont présentés dans le tableau 4.1. La gamme de pression s'étend de 3,1 à 8,1 GPa pour des températures comprises entre 1373 et 1673 K et des vitesses de déformation allant de 0,5 à  $5,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .

Les cellules avec un seul échantillon ont subi un seul point de déformation. Les autres en ont subi au moins deux, jusqu'à quatre si les conditions le permettaient, soit en chauffant entre deux points, soit en modifiant la vitesse de déformation. Un exemple d'expérience en 4 points est donné dans le chapitre 3.

D'autres expériences ont présenté certaines spécificités que l'on reprend ci-dessous.

L'expérience 65 est une expérience cyclée en 3 étapes, avec une première phase en compression axiale, une seconde en compression latérale et une dernière en compression axiale à nouveau. Elle a été réalisée à 1373 K pour une pression de  $\sim 5$  GPa, et a servi à mettre au point des protocoles de traitement des données. Elle est davantage décrite dans le chapitre 2 et l'article Bollinger *et al.* (2012).

| Run | Compression | T (K) | $\dot{\epsilon} \times 10^{-5} \text{ (s}^{-1}\text{)}$ | $\sigma_{(70-200 \text{ K})}$<br>(MPa) |            |            |            | P<br>(GPa) |           |           |           | Paterson (1982)      |                      |                      | Bell et al., (2003)  |                      |
|-----|-------------|-------|---------------------------------------------------------|----------------------------------------|------------|------------|------------|------------|-----------|-----------|-----------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|
|     |             |       |                                                         | Top                                    | Btm        | Moyenne    | Fo         | Top        | Btm       | Moyenne   | Fo        | Abs.cm <sup>-2</sup> | ppm/H <sub>2</sub> O | 10 <sup>6</sup> H/Si | ppm/H <sub>2</sub> O | 10 <sup>6</sup> H/Si |
|     |             |       |                                                         |                                        |            |            |            |            |           |           |           | Fo                   | Fo                   | Fo                   | Fo                   | Fo                   |
| 65  | Axiale      | 1373  | 3,8 (0,07)                                              | 1109 (81)                              | 1284 (217) | 1196 (88)  | 449 (41)   | 5,2 (0,2)  | 6,3 (0,2) | 5,8 (0,2) | 5,9 (0,1) | 130                  | 32                   | 531                  | 73                   | 1224                 |
|     | Latérale    | 1373  | 2,4 (0,05)                                              | -809 (785)                             | -465 (87)  | -637 (172) | -748 (62)  | 4,4 (0,2)  | 5,9 (0,2) | 5,2 (0,2) | 5,7 (0,1) |                      |                      |                      |                      |                      |
|     | Axiale      | 1373  | 5,5 (0,06)                                              | 1157 (185)                             | 1327 (313) | 1242 (85)  | 1143 (146) | 5,3 (0,2)  | 5,8 (0,2) | 5,6 (0,2) | 5,9 (0,1) |                      |                      |                      |                      |                      |
| 68  | Axiale      | 1373  | 4,8 (0,05)                                              | 592 (355)                              | 386 (200)  | 489 (1220) | 356 (187)  | 4,4 (0,1)  | 3,8 (0,1) | 4,1 (0,1) | 3,3 (0,1) | 40                   | 10                   | 175                  | 22                   | 375                  |
| 69  | Axiale      | 1373  | 4,4 (0,06)                                              | 230 (122)                              | 295 (167)  | 263 (48)   | 209 (126)  | 5,7 (0,1)  | 5,5 (0,1) | 5,6 (0,1) | 5,5 (0,1) |                      |                      |                      |                      |                      |
| 70  | Axiale      | 1373  | 4,5 (0,17)                                              | 965 (97)                               | 953 (143)  | 959 (56)   | 754 (119)  | 3,7 (0,2)  | 2,4 (0,1) | 3,1 (0,1) | 2,4 (0,1) |                      |                      |                      |                      |                      |
| 79  | Axiale      | 1473  | 1,7 (0,35)                                              | 93 (114)                               | 198 (123)  | 146 (96)   | 233 (36)   | 3,0 (0,1)  | 3,2 (0,1) | 3,1 (0,1) | 3,5 (0,1) | 400                  | 106                  | 1777                 | 226                  | 3769                 |
| 80  | Axiale      | 1473  | 1,5 (0,17)                                              | 125 (156)                              | 399 (129)  | 262 (194)  | 23 (86)    | 3,0 (0,1)  | 4,6 (0,1) | 3,8 (0,1) | 2,7 (0,1) |                      |                      |                      |                      |                      |
| 81  | Axiale      | 1373  | -                                                       | -                                      | -          | -          | -          | -          | -         | -         | -         |                      |                      |                      |                      |                      |
|     | Axiale      | 1373  | 2,2 (0,03)                                              | 653 (105)                              | 333 (88)   | 493 (228)  | 300 (33)   | 4,9 (0,2)  | 4,2 (0,1) | 4,6 (0,2) | 4,5 (0,1) | 400                  | 106                  | 1777                 | 226                  | 3769                 |
|     | Axiale      | 1573  | 2,7 (0,05)                                              | 206 (99)                               | -49 (40)   | 78 (181)   | 129 (39)   | 5,2 (0,1)  | 4,3 (0,1) | 4,8 (0,1) | 4,1 (0,1) |                      |                      |                      |                      |                      |
|     | Axiale      | 1573  | 4,5 (0,20)                                              | 341 (88)                               | -          | 341 (285)  | 293 (34)   | 4,9 (0,2)  | -         | 4,9 (0,2) | 3,4 (0,1) |                      |                      |                      |                      |                      |
| 82  | Axiale      | 1373  | 0,9 (0,05)                                              | 545 (264)                              | 1116 (137) | 831 (337)  | 883 (60)   | 8,1 (0,1)  | 7,5 (0,2) | 7,8 (0,2) | 8,2 (0,1) | 400                  | 106                  | 1777                 | 226                  | 3769                 |
|     | Axiale      | 1573  | 1,7 (0,01)                                              | -                                      | 163 (83)   | 163 (83)   | 53 (20)    | -          | 7,1 (0,1) | 7,1 (0,1) | 6,5 (0,1) |                      |                      |                      |                      |                      |
| 87  | Axiale      | 1373  | 1,9 (0,06)                                              | 700 (152)                              | 773 (214)  | 737 (117)  | 384 (208)  | 5,1 (0,4)  | 5,0 (0,4) | 5,1 (0,4) | 3,8 (0,1) | -                    | -                    | -                    | -                    | -                    |
|     | Axiale      | 1573  | 4,4 (0,16)                                              | 203 (241)                              | -          | 203 (134)  | 138 (67)   | 6,0 (0,2)  | -         | 6,0 (0,2) | 4,6 (0,1) |                      |                      |                      |                      |                      |
|     | Axiale      | 1573  | 3,4 (0,38)                                              | 94 (62)                                | 459 (164)  | 276 (251)  | 3 (8)      | 5,7 (0,3)  | 3,5 (0,4) | 4,6 (0,4) | 3,2 (0,1) |                      |                      |                      |                      |                      |

| Run | Compression | T (K) | $\dot{\epsilon} \times 10^{-5} \text{ (s}^{-1}\text{)}$ | $\sigma_{(T0-200 \text{ K})}$<br>(MPa) |           |           |             | P<br>(GPa) |           |           |           | Paterson (1982)      |                      |                      | Bell <i>et al.</i> , (2003) |                      |
|-----|-------------|-------|---------------------------------------------------------|----------------------------------------|-----------|-----------|-------------|------------|-----------|-----------|-----------|----------------------|----------------------|----------------------|-----------------------------|----------------------|
|     |             |       |                                                         |                                        |           |           |             |            |           |           |           | Abs.cm <sup>-2</sup> | ppm/H <sub>2</sub> O | 10 <sup>6</sup> H/Si | ppm/H <sub>2</sub> O        | 10 <sup>6</sup> H/Si |
|     |             |       |                                                         | Top                                    | Btm       | Moyenne   | Fo          | Top        | Btm       | Moyenne   | Fo        | Fo                   | Fo                   | Fo                   | Fo                          | Fo                   |
| 88  | Axiale      | 1473  | 0,9 (0,05)                                              | 921 (164)                              | 847 (176) | 884 (110) | 66 (515)    | 6,9 (0,4)  | 7,1 (0,4) | 7,0 (0,4) | 6,6 (0,1) | 145                  | 30                   | 493                  | 82                          | 1371                 |
|     | Axiale      | 1673  | 2,0 (0,43)                                              | 103 (100)                              | 442 (174) | 272 (256) | 41 (421)    | 8,3 (0,3)  | 6,9 (0,3) | 7,6 (0,3) | 4,9 (0,1) |                      |                      |                      |                             |                      |
| 89  | Axiale      | 1473  | 1,1 (0,03)                                              | 363 (115)                              | 706 (156) | 535 (244) | 143 (237)   | 5,3 (0,4)  | 5,7 (0,4) | 5,5 (0,4) | 5,0 (0,1) | 52                   | 7                    | 110                  | 30                          | 493                  |
|     | Axiale      | 1473  | 0,5 (0,40)                                              | 422 (191)                              | 597 (190) | 504 (217) | 312 (96)    | 5,5 (0,3)  | 5,6 (0,4) | 5,6 (0,4) | 4,7 (0,2) |                      |                      |                      |                             |                      |
|     | Axiale      | 1673  | 1,2 (0,24)                                              | 64 (100)                               | 101 (60)  | 83 (62)   | 22 (75)     | 5,1 (0,2)  | 4,9 (0,2) | 5,0 (0,2) | 3,6 (0,1) |                      |                      |                      |                             |                      |
|     | Axiale      | 1673  | 2,2 (0,4)                                               | 95 (147)                               | 402 (24)  | 248 (242) | 11 (117)    | 4,7 (1,2)  | 4,2 (0,4) | 4,5 (0,8) | 3,3 (0,2) |                      |                      |                      |                             |                      |
|     | Axiale      | 1673  | 2,7 (0,02)                                              | 608 (169)                              | 985 (170) | 796 (291) | -393 (1275) | 6,5 (0,4)  | 7,6 (0,4) | 7,1 (0,4) | 6,8 (0,1) | 353                  | 94                   | 1565                 | 199                         | 3327                 |
| 90  | Axiale      | 1473  | 4,5 (0,01)                                              | 64 (100)                               | 172 (80)  | 118 (54)  | -8 (66)     | 7,6 (0,4)  | 8,5 (0,3) | 8,1 (0,4) | 6,5 (0,1) |                      |                      |                      |                             |                      |
|     | Axiale      | 1673  |                                                         |                                        |           |           |             |            |           |           |           |                      |                      |                      |                             |                      |

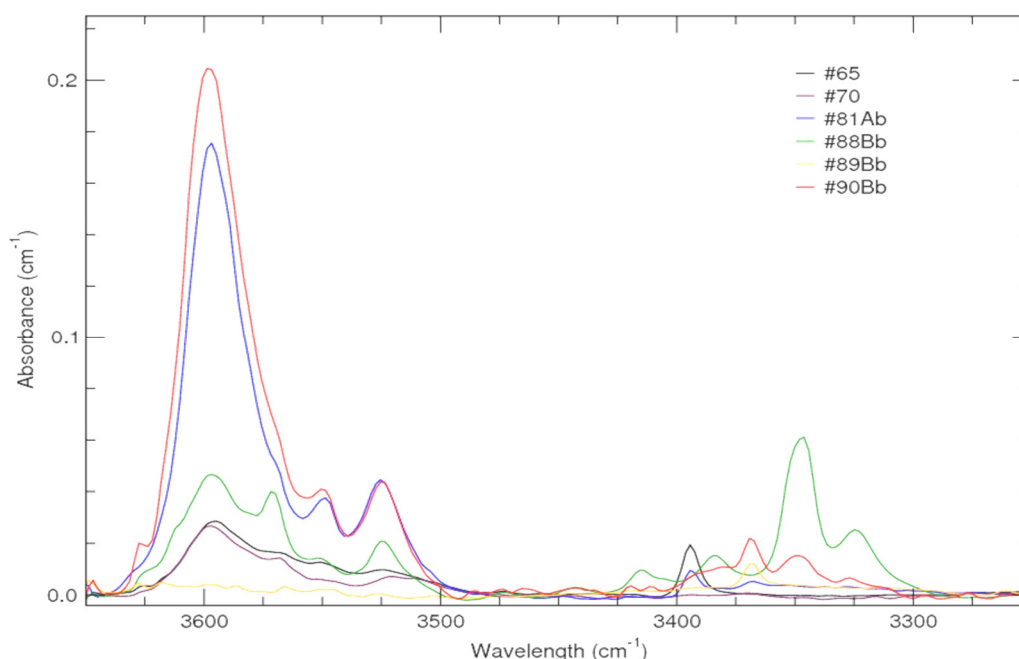
**Tableau 4.1:** conditions de déformation expérimentales en régime stationnaire. Btm : piston bas, Top : piston haut, Fo : forstérite. L'expérience #65 a été réalisée en 3 étapes, dont la première en compression uniaxiale, la seconde en compression latérale, la dernière en compression latérale. Les valeurs de pression et les contraintes sont mesurées dans les pistons et l'olivine, mais seules celles des pistons ont été utilisées pour établir la rhéologie.

L'expérience 70 est celle ayant subi le plus fort taux de déformation avec 40% de raccourcissement. L'expérience 79 s'est déroulée avec deux échantillons, l'un de forstérite, l'autre d'olivine. Malheureusement, les feuilles de rhénium n'étaient pas suffisamment planes ni centrées dans la colonne, ce qui n'a pas permis de mesurer par contraste le raccourcissement de l'olivine. L'expérience 81 comporte 4 points de déformation. Le premier point n'a été consacré qu'à l'olivine car les données étaient déjà disponibles pour la forstérite avec l'expérience 68.

## II.2. TENEUR EN EAU

Nous avons vu dans le chapitre 1 que l'eau avait potentiellement une influence sur la rhéologie de l'olivine. Il en va de même pour la forstérite. En effet, par exemple selon Girard *et al.* (2013), la teneur en eau peut rendre la plasticité de la forstérite 1,5 fois plus facile qu'en conditions « sèches ». Pour pouvoir s'assurer de nos conditions d'expérience et les comparer avec les données obtenues sur l'olivine, il faut vérifier la teneur en eau des échantillons déformés.

Elle n'a pas été contrôlée durant les expériences, comme déjà évoqué au chapitre 2. Dans ce même chapitre, la spectrométrie infrarouge utilisée pour mesurer cette quantité, la préparation des échantillons pour la mesure, et les calibrations pour les calculs y sont décrits. Les mesures ont été effectuées sur quelques échantillons et les spectres d'absorption sont reportés sur la figure 4.1.



**Figure 4.1 :** Spectres infrarouge de la forstérite en fonction du nombre d'onde pour quelques échantillons (#65, #70, #81, #88, #89, #90).

Les quantités mesurées dans les échantillons de forstérite sont reprises dans le tableau 4.1. La teneur en eau, recalculée en utilisant les calibrations de Paterson (1982) et Bell *et al.* (2003), dépasse les 200 ppm H/Si, ce qui indique que les conditions expérimentales à la fin des expériences étaient « hydratées » (Kohlstedt, 2006). Les mesures ne donnent pas la moindre information sur ce qui a pu se produire au cours de la déformation. Il en sera tenu compte pour établir la rhéologie de la forstérite.

### II.3. MECANISME PLASTIQUE

Quelques échantillons de forstérite ont été observés au MET (échantillons #65, #70, #88, #89). A partir de la partie centrale des spécimens, coupés diamétralement, des lames de 25  $\mu\text{m}$  d'épaisseur ont été préparées et polies de chaque côté, puis amincies au faisceau Argon 5keV. Le tableau 4.2 résume les résultats des observations effectuées au microscope sur les polycristaux déformés à différentes conditions du manteau supérieur.

A 1373 K et  $\sim 5,5$  GPa (#65), la taille de grains varie de 0,5 à 3  $\mu\text{m}$  avec peu de contraste. Certaines boucles sessiles [100] et [001] (figure 4.2a) ont été observées, de même que de fréquents sous-joints ( $6 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$ ) régulièrement espacés (tous les 0,7  $\mu\text{m}$ ). La friction de réseau est forte, avec du cross-slip et de la montée. L'échantillon a été fortement écroui avec une forte densité de dislocations [001] de 10 à  $23 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$  (figure 4.2b) et [100] avec  $25 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$  (figure 4.2c). Les plans permettant leur glissement ont été identifiés ici comme (010) et {110}.

A  $\sim 7,3$  GPa et 1673 K, l'échantillon 88B révèle une taille de grains plus importante de 3 à 5  $\mu\text{m}$ . Les grains ne présentent pas tous le même taux de déformation : certains ne montrent aucune dislocation ou très peu quand d'autres conservent de nombreux vestiges de sollicitation. On distingue tous les 0,7  $\mu\text{m}$  de nombreux sous-joints ( $2 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$ ) bien organisés avec des dislocations [001] (figure 4.2d). Ceci atteste d'une montée de dislocations ou de cross-slip. Des dislocations [100] sont également visibles (figure 4.2e). La densité moyenne de dislocations est moins importante que dans l'échantillon 65 avec 1 à  $3 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$ . Les plans de glissement identifiés sont (100) et {110}.

A 1673 K et  $\sim 5,2$  GPa (échantillon 89B), les grains varient en taille de 3 à 7  $\mu\text{m}$  et présentent surtout des dislocations [001] ( $2,7 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$ ).

A partir de 1673 K, les grains plus gros et une densité de dislocations inférieure à celle rencontrée à 1373 K (bien que les échantillons ne présentent pas d'écrouissage), sont des indicateurs de restauration. Les sous-joints observés à 1373 K peuvent résulter de l'activation en

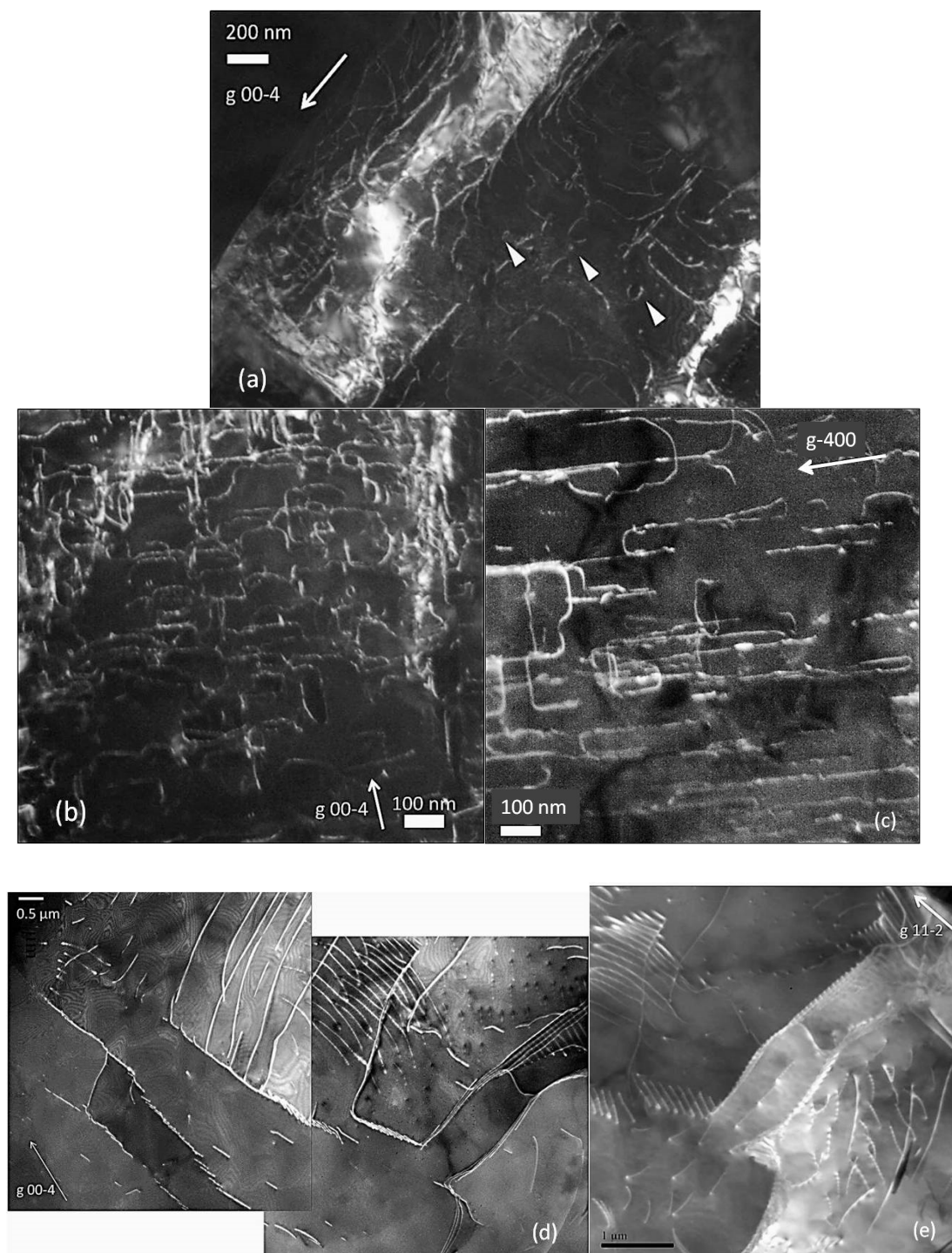
compression latérale de systèmes très différents de ceux rencontrés en compression uniaxiale qui peut les resolliciter. Les sous-joints observés ici ne constituent donc pas, vu le peu d'échantillons observés pour une conclusion statistique, une preuve de restauration.

| Echantillon | Conditions |           | Taille de grains<br>( $\mu\text{m}$ ) | Dislocations   |                                         |                                      | Plan           | Sous-joints                             |                                 |
|-------------|------------|-----------|---------------------------------------|----------------|-----------------------------------------|--------------------------------------|----------------|-----------------------------------------|---------------------------------|
|             | T (K)      | P (GPa)   |                                       | Types          | Densité<br>( $10^{13} \text{ m}^{-2}$ ) | Observations                         |                | Densité<br>( $10^{13} \text{ m}^{-2}$ ) | Espacement<br>( $\mu\text{m}$ ) |
| 65          | 1373       | 5.8 (0.2) | 0,5 à 3                               | [100]<br>[001] | 25<br>10 à 23                           | Boucles sessiles, cross-slip, montée | (010)<br>{110} | 6                                       | 0,7                             |
|             |            | 5.2 (0.2) |                                       |                |                                         |                                      |                |                                         |                                 |
|             |            | 5.6 (0.2) |                                       |                |                                         |                                      |                |                                         |                                 |
| 70B         | 1373       | 3,1 (0,1) | < 0,5<br>2 à 3                        |                | > 8,4                                   | 40 % de déformation                  |                |                                         |                                 |
| 88B         | 1473       | 7.0 (0.4) | 3 à 5                                 | [001]<br>[100] | 1 à 3                                   | Hétérogénéité de grains déformés     | (100)<br>{110} | 2                                       | 0,7                             |
|             | 1673       | 7.6 (0.3) |                                       |                |                                         |                                      |                |                                         |                                 |
| 89B         | 1473       | 5.5 (0.4) | 3 à 7                                 | [001]          | 2,7                                     |                                      |                |                                         |                                 |
|             |            | 5.6 (0.4) |                                       |                |                                         |                                      |                |                                         |                                 |
|             | 1673       | 5.0 (0.2) |                                       |                |                                         |                                      |                |                                         |                                 |
|             |            | 4.5 (0.8) |                                       |                |                                         |                                      |                |                                         |                                 |

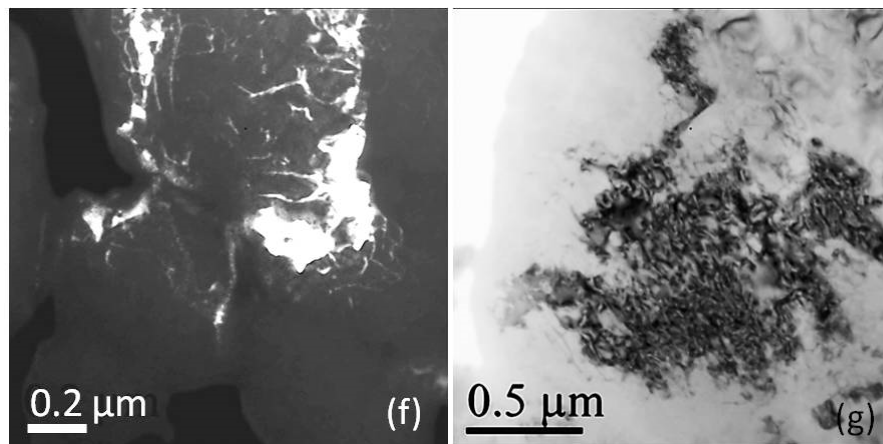
**Tableau 4.2 :** résumé des observations microscopiques effectuées sur les échantillons déformés.

L'échantillon 70 a été fortement déformé à 3,1 GPa et 1373 K avec près de 40% de raccourcissement à la vitesse de  $4,5 (0,1) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Il en résulte comme sur la figure 4.2f une très forte densité de dislocations (avec au minimum  $8,4 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ ). Comme le montre la figure 4.2g, le contraste est très perturbé et la taille des grains est même inaccessible. On peut cependant employer une autre méthode qui combine le principe de cartographie d'orientations comme en EBSD avec des observations en MET : ASTAR (voir chapitre 2 pour les détails techniques). La figure 4.3 montre une cartographie réalisée grâce à cette méthode sur l'échantillon 70 à Grenoble. La figure de pôle inverse permet d'identifier l'orientation des grains dans un polycristal en fonction des trois axes cristallographiques. La cartographie montre des petits grains (de moins de 0,2 à 0,5  $\mu\text{m}$ ) et des grains plus imposants (de 2 à 3  $\mu\text{m}$ ). ASTAR a recalculé l'orientation de chacun de ces grains et leur a assigné une couleur selon le référentiel choisi (ici, l'axe du faisceau). On peut ainsi constater que la plupart des grains sont mauves, et donc sont orientés en 110 selon le faisceau. Ceci permet pour quelques degrés de désorientation de dessiner la limite de chaque grain. Il est alors possible d'estimer leur taille.

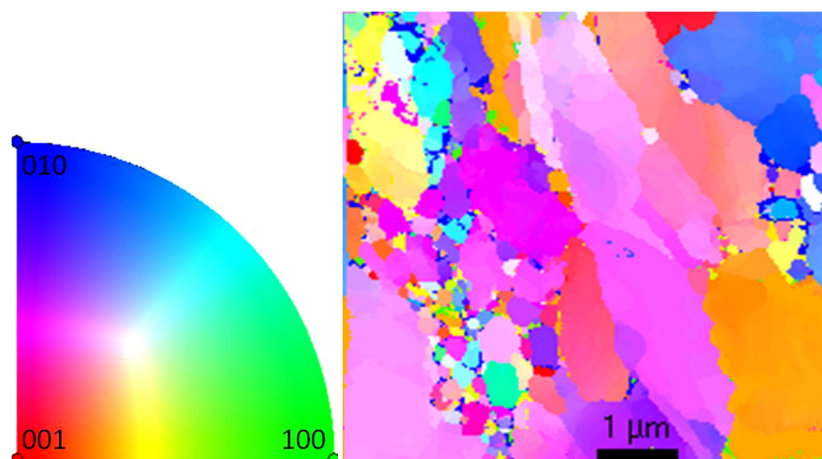
Il apparaît donc que la déformation a bien eu lieu en régime de dislocations, avec des signes de montée de dislocations, et une restauration à partir de 1673 K. A 1373 K, les grains sont très déformés et font moins de 3  $\mu\text{m}$ .







**Figure 4.2:** images MET en Weak-Beam Dark Field (WBDF). (a) Échantillon 65 (3 étapes de déformation, ~5 GPa, 1373 K);  $\vec{g}=00\text{-}4$ ; dislocations  $[001]$  avec leurs composantes vis et coin, boucles sessiles (flèches) dans le plan  $(010)$ . (b) Même échantillon avec  $\vec{g}=00\text{-}4$ ; dislocations  $[001]$  avec de longues sections vis. (c) Échantillon 65;  $\vec{g}=-400$ ; dislocations  $[100]$  avec leurs composantes vis et coin dans le plan  $(010)$ . (d) Échantillon 88B (~7.3 GPa, 1473-1673 K);  $\vec{g}=00\text{-}4$ ; dislocation  $[001]$  qui s'orientent en coin pour former un sous-joint de flexion. (e) Même zone que précédemment, qui permet d'observer les dislocations  $[100]$  en plus des dislocations  $[001]$  avec  $\vec{g}=11\text{-}2$ . (f) Échantillon 70 (1373 K, 2,4 GPa, près de 40% de déformation totale). La densité de dislocation est très forte et impossible à estimer (limite basse ici). (g) Même échantillon en champ clair (WB) autre zone. Le contraste est très perturbé.



**Figure 4.3:** (à gauche) figure de pôle inverse servant de référentiel couleur pour la cartographie et orientée selon l'axe du faisceau du microscope; (à droite) cartographie de l'échantillon 70 réalisée par ASTAR. La majorité des grains est orientée 110 selon le faisceau. Les grains avoisinants vont présenter une légère désorientation et auront des couleurs différentes. Ceci va permettre de dessiner leurs contours et de les faire apparaître.

### III. RESULTATS

#### III.1. EXPOSANT DE CONTRAINTE

La rhéologie à haute pression de la forstérite a été peu étudiée contrairement à celle de l'olivine, et ce, encore moins sous forme d'agrégats. Il est donc difficile de combiner nos données avec celles issues de la littérature sur la forstérite pour comprendre son comportement en pression, comme nous l'avons fait précédemment pour l'olivine (chapitre 3). Qui plus est, l'exposant de contrainte du matériau, s'il est bien contraint pour les monocristaux (Darot et Gueguen, 1981), l'est bien moins pour les agrégats et les estimations varient de 1,7 (McDonnell *et al.*, 2000) à 2,5 (Relandeau, 1981). Son énergie d'activation a également été peu contrainte. L'étude de sa rhéologie et des effets de pression à partir des données expérimentales est donc soumise à des hypothèses plus fortes que dans le cas de l'olivine.

Une solution, pour rester au plus près des données expérimentales, est de comparer directement les rapports des vitesses de déformations des matériaux au sein d'un même échantillon lorsque plusieurs points de déformation ont été réalisés à température et pression constantes. Comme pour le chapitre précédent, la seule hypothèse que nous allons imposer est un exposant de contrainte de 3,5 pour l'olivine (Hirth et Kohlstedt, 2003). La figure 4.4 et les équations suivantes permettent alors d'extraire un exposant de contrainte pour la forstérite polycristalline.

Pour un matériau répondant à une loi rhéologique classique (chapitre 2), on aura

$$\frac{\dot{\epsilon}_1}{\dot{\epsilon}_2} = \left( \frac{\sigma_1}{\sigma_2} \right)^n \quad (4.1)$$

où  $\dot{\epsilon}_1$  et  $\dot{\epsilon}_2$  sont deux vitesses de déformation obtenues pour deux contraintes différentes,  $\sigma_1$  et  $\sigma_2$ , à pression et température constantes. Les contraintes sont continues dans la colonne de déformation et, donc, s'appliquent à la fois à l'olivine et à la forstérite. Cette continuité des contraintes implique donc :

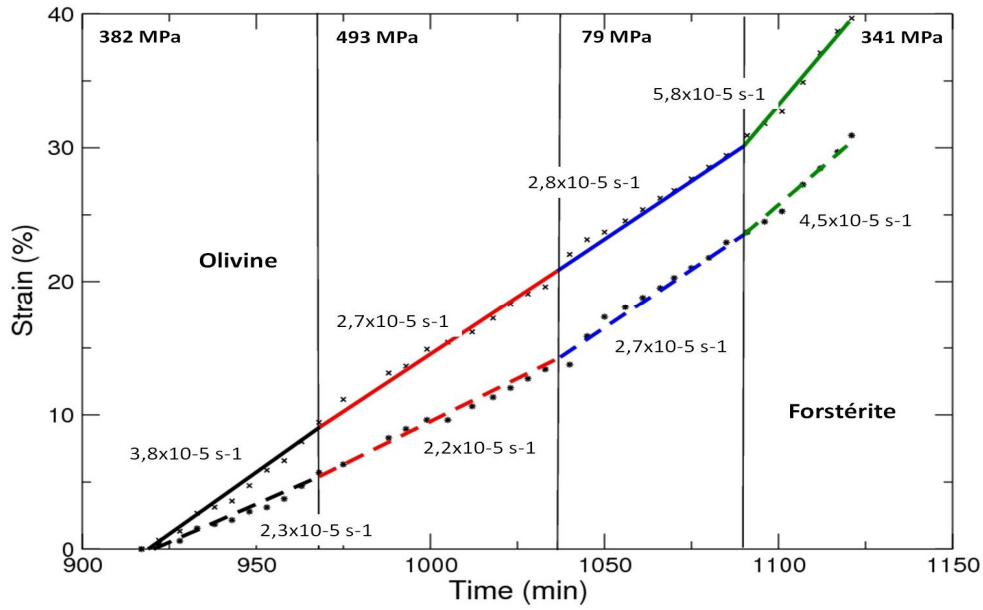
$$\frac{\dot{\epsilon}_{Fo}^1}{\dot{\epsilon}_{Fo}^2} = \left( \frac{\sigma_1}{\sigma_2} \right)^{n_{Fo}} = \left( \frac{\dot{\epsilon}_{Ol}^1}{\dot{\epsilon}_{Ol}^2} \right)^{n_{Fo}/n_{Ol}} \quad (4.2)$$

où  $\dot{\epsilon}_{Fo}^1$  et  $\dot{\epsilon}_{Fo}^2$  sont les vitesses mesurées dans la forstérite,  $\dot{\epsilon}_{Ol}^1$  et  $\dot{\epsilon}_{Ol}^2$  sont les vitesses mesurées dans l'olivine, et  $n_{Ol}$  et  $n_{Fo}$  sont les exposants de contrainte respectifs. Cette équation se réécrit :

$$n_{Fo} = n_{Ol} \left[ \ln \frac{\dot{\epsilon}_{Fo}^1}{\dot{\epsilon}_{Fo}^2} / \ln \frac{\dot{\epsilon}_{Ol}^1}{\dot{\epsilon}_{Ol}^2} \right] \quad (4.3)$$

où  $n_{Fo}$  est l'exposant de contrainte recherché. Dans notre cas, les vitesses de déformations sont mesurées expérimentalement et l'exposant de contrainte de l'olivine est connu. Il suffit donc, pour un point de mesure à pression et température constantes mais effectué à deux vitesses différentes, d'utiliser la relation ci-dessus pour calculer l'exposant de contrainte de la forstérite.

A partir de nos mesures de vitesses expérimentales à température constante, nous avons calculé selon l'équation 4.3 l'exposant de contrainte de la forstérite pour quatre couples expérimentaux. Les détails sont résumés dans le tableau 4.3. L'expérience 81 (points 3 et 4) à ~4,9 GPa et 1573 K, l'expérience 87 (points 2 et 3) pour ~5,2 GPa et 1573 K, et l'expérience 89, à ~5 GPa et 1473 K puis 1673 K. On peut constater une grande disparité des résultats. Pour l'expérience 81, on trouve  $n_{Fo}=2,4$  (0,5). Dans ce cas,  $\Delta\dot{\epsilon}_{Ol} = 3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $\Delta\dot{\epsilon}_{Fo} = 1,8 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Pour l'expérience 87, on trouve  $n_{Fo}=53,04$  (735,3) et  $\Delta\dot{\epsilon}_{Ol} = 0,1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $\Delta\dot{\epsilon}_{Fo} = -1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Pour l'expérience 88 (points 1 et 2), on trouve  $n_{Fo}=15,46$  (37,9),  $\Delta\dot{\epsilon}_{Ol} = -0,2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $\Delta\dot{\epsilon}_{Fo} = -0,6 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Enfin, l'exposant de contrainte vaut  $n_{Fo}=11,15$  (17,6) pour les points 3 et 4 de l'expérience 88, avec une différence entre les vitesses  $\Delta\dot{\epsilon}_{Ol} = 0,9 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $\Delta\dot{\epsilon}_{Fo} = 1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Les incertitudes calculées pour chacun de ces exposants sont d'autant plus élevées que les différences de vitesses entre les deux points de déformation considérés sont faibles. L'exposant de contrainte déterminé à partir de l'expérience 81, qui présente les écarts de vitesses les plus importants, est donc le mieux contraint. Cependant, rien ne permet d'exclure les points expérimentaux retenus pour ce calcul mais il convient de prendre en compte leurs incertitudes associées. L'exposant de contrainte final déterminé dans cette étude est la moyenne des exposants obtenus par ces essais, pondérée par l'incertitude sur chacun d'eux. Ainsi, l'exposant de contrainte  $n_{Fo}$  pour la forstérite polycristalline est de  $2,35 \pm 0,6$ . Du fait des lois de puissance utilisées, pour avoir une meilleure résolution sur ces données, il faudrait que, pour plus de mesures, les vitesses de déformation présentent au moins une différence d'un ordre de grandeur entre les deux points expérimentaux.



**Figure 4.4:** graphique illustrant les mesures de vitesses expérimentales pour deux échantillons déformés simultanément et pour deux valeurs de contraintes à un même couple de pression-température (expérience 81). Les changements relatifs de vitesse de déformation permettent de déterminer l'exposant de contrainte de l'un des deux matériaux connaissant celui du premier (voir texte).

| Run                      | Step | Pressure (GPa) | T (K) | $\dot{\epsilon}_{Ol}$ ( $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ) | $\dot{\epsilon}_{Fo}$ ( $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ) | $n_{Fo}$ | $\Delta n_{Fo}$                     |
|--------------------------|------|----------------|-------|----------------------------------------------------|----------------------------------------------------|----------|-------------------------------------|
| 81                       | 3    | 4.8            | 1573  | 2,8 (0,1)                                          | 2,7 (0,1)                                          | 2,34     | 0,5                                 |
|                          | 4    | 4.9            | 1573  | 5,8 (0,2)                                          | 4,5 (0,2)                                          |          |                                     |
| 87                       | 2    | 6.0            | 1573  | 2,4 (0,3)                                          | 4,4 (0,2)                                          | 53,04    | 735,3                               |
|                          | 3    | 4.6            | 1573  | 2,5 (0,2)                                          | 3,4 (0,4)                                          |          |                                     |
| 89                       | 1    | 5.5            | 1473  | 1,3 (0,1)                                          | 1,1 (0,1)                                          | 15,46    | 37,9                                |
|                          | 2    | 5.6            | 1473  | 1,1 (0,2)                                          | 0,5 (0,4)                                          |          |                                     |
|                          | 3    | 5.0            | 1673  | 4,4 (0,6)                                          | 1,2 (0,2)                                          | 11,15    | 17,6                                |
|                          | 4    | 4.5            | 1673  | 5,3 (0,1)                                          | 2,2 (0,4)                                          |          |                                     |
| $\langle n_{Fo} \rangle$ |      |                |       |                                                    |                                                    | 2,35     | $\Delta \langle n_{Fo} \rangle$ 0,6 |

**Tableau 4.3 :** calcul de l'exposant de contrainte  $n_{Fo}$  (et de l'incertitude) de la forstérite à partir des données expérimentales pour quatre points de déformation.

### III.2. EFFET DE PRESSION SUR LA RHEOLOGIE DE LA FORSTERITE

Comme déjà abordé, il n'existe que très peu d'études sur la rhéologie de la forstérite polycristalline. Pour comprendre l'effet de pression sur la rhéologie de l'olivine, nous allons donc reprendre la procédure utilisée dans le chapitre 3 et reposant sur la représentation, en fonction de la pression, de :

$$\mathcal{H}^{p,T} = H^*(P) - RT \ln A = RT(n \ln \sigma - \ln \dot{\epsilon}) \quad (3.1)$$

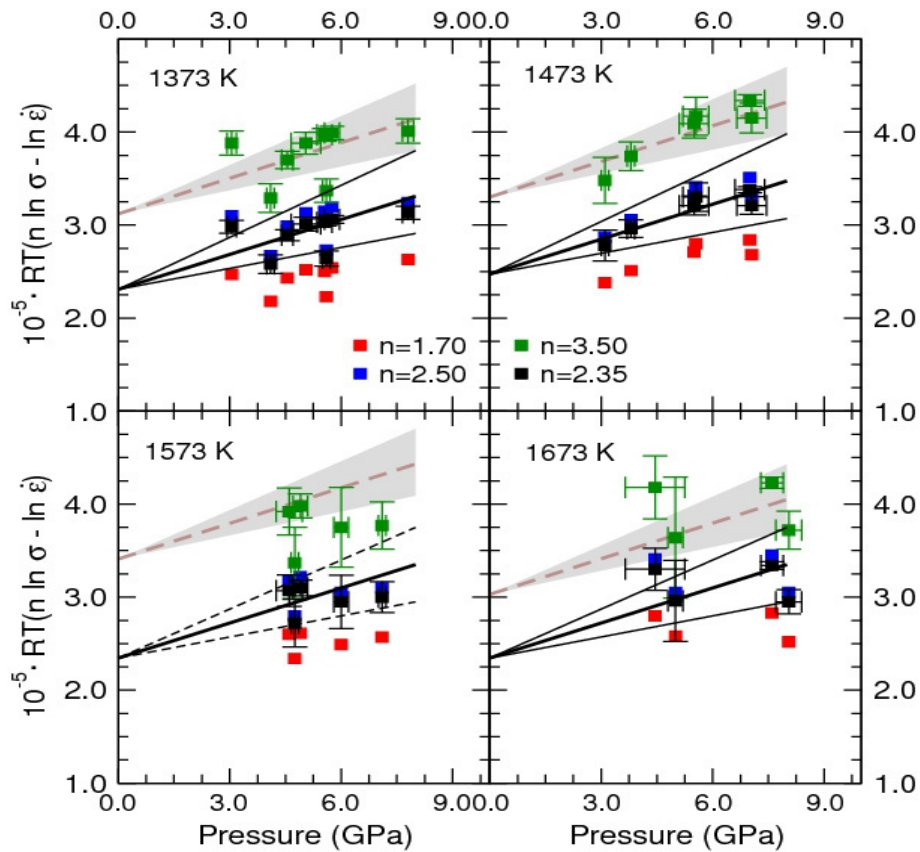
La figure 4.5 présente ce paramètre en fonction de la pression pour les 4 températures testées, avec les données expérimentales de la forstérite. La pente obtenue dans le chapitre précédent sur les données de l'olivine et les incertitudes associées au volume d'activation sont représentées par une droite marron et par la plage grisée respectivement.

Si l'on suppose que l'exposant de contrainte de la forstérite est égal à celui de l'olivine (soit  $n_{ol} = 3,5$ ), on constate que les points obtenus pour la forstérite (en vert) se superposent aux données de l'olivine. Avec des valeurs de  $n$  inférieures, telles que  $n_{Fo} = 2,35$  trouvée dans la section précédente, les points obtenus sur la forstérite sont différents de ceux obtenus dans l'olivine. Ceci dit, l'intérêt de cette représentation est de comprendre l'effet de pression sur la rhéologie. Cet effet est caractérisé par une évolution linéaire si un volume d'activation unique s'applique sur toute la gamme de pression considérée. Quelle que soit la valeur d'exposant de contrainte utilisé, la variation de  $\mathcal{H}^{p,T}$  avec la pression est similaire.

A 1473 K, l'évolution du paramètre  $\mathcal{H}^{p,T}$  est linéaire avec la pression. On peut donc en déduire un volume d'activation. En appliquant un exposant de contrainte différent (McDonnell *et al.*, 2000),  $n_{Fo} = 1,7$  ; (Relandeau, 1981),  $n_{Fo}=2,5$  et notre étude,  $n_{Fo}=2,35$ ), la pente est inchangée. Seule l'abscisse à l'origine, qui tient compte de l'énergie d'activation, de l'exposant de contrainte, et d'autres paramètres, diffère de celle de l'olivine. Ceci nous permet de définir, à partir de nos données expérimentales extrapolées aux basses pressions et pour l'exposant de contrainte déterminé ci-dessus, un volume d'activation pour la forstérite polycristalline de  $V^*=12,5 \text{ cm}^3.\text{mol}^{-1}$ . L'effet de pression observé sur la forstérite étant sensiblement identique à celui de l'olivine, il est possible d'appliquer la même incertitude de  $5 \text{ cm}^3.\text{mol}^{-1}$  pour la forstérite. Le calcul affinerait cette incertitude. La lecture graphique la surestime. Pour ne pas sur-interpréter nos données, nous garderons cette valeur surestimée de l'incertitude. La droite marron sur la figure 4.5 représente l'effet de pression sur l'olivine polycristalline déterminé au chapitre précédent (section III.1). La droite noire représente cet effet sur la forstérite polycristalline. Les droites plus fines ou en tirets indiquent l'incertitude sur cet effet.

A 1373 K, l'évolution est toujours linéaire et les observations restent les mêmes, avec le même volume d'activation. A 1573 K la pente est plus faible. L'effet de pression est moins important. Il en va de même à 1673 K, donnant un volume d'activation moins élevé, voire nul. Les données expérimentales à ces températures sont soumises à de fortes incertitudes sur la mesure de contrainte et, de plus, des mesures à plus basse pression manquent pour confirmer cette évolution.

Nous pouvons donc conclure que, pour des températures de 1373 et 1473 K, le volume d'activation de la forstérite ( $V^*=12,5\pm5$  cm<sup>3</sup>.mol<sup>-1</sup>) est très proche de celui de l'olivine ( $V^*=12,8\pm5$  cm<sup>3</sup>.mol<sup>-1</sup>). A 1573 et 1673 K, nous observons un changement de l'effet de pression, avec un volume d'activation plus faible, voire nul. Cependant, les résultats à ces deux températures devront être confirmés à l'avenir.



**Figure 4.5:** paramètre  $\mathcal{H}^{p,T}$  en fonction de la pression pour les quatre températures étudiées (1373, 1473, 1573, 1673 K). Chaque symbole représente une donnée expérimentale de haute pression pour la forstérite, calculé pour différents exposants de contrainte (rouge,  $n_{Fo} = 1,70$ , (McDonnell et al., 2000) ; bleu,  $n_{Fo} = 2,50$ , (Relandeau, 1981); vert,  $n_{Fo} = 3,5$ , comme dans l'olivine ; noir,  $n_{Fo} = 2,35$ , section III.1). Les zones grisées indiquent les ajustements obtenus sur les données d'olivine en conditions « hydratées » et la droite marron donne le volume d'activation de l'olivine (chapitre précédent, figure

3.4). La droite noire en trait plein représente l'effet de pression sur la forstérite, les droites plus fines ou en tirets l'incertitude sur le volume d'activation de la forstérite.

## IV. DISCUSSION

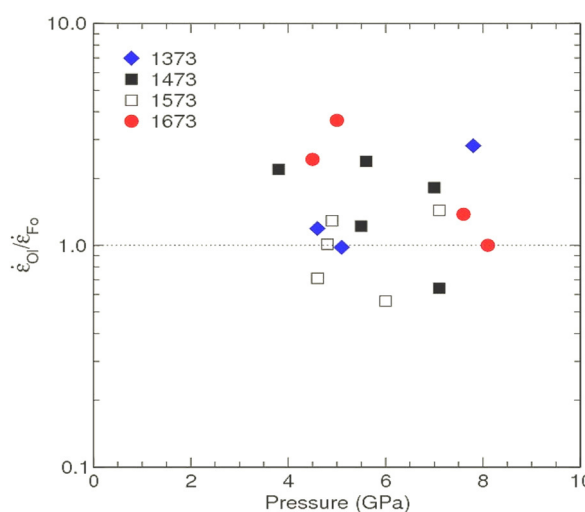
### IV.1. COMPARAISON OLIVINE/FORSTERITE

Nous avons étudié l'influence de la pression et de l'eau sur l'olivine, silicate ferromagnésien. En étudiant dans les mêmes conditions la rhéologie de la forstérite, on peut chercher à évaluer l'influence du fer sur la plasticité de l'olivine dans les conditions de notre étude. Cette influence est bien connue à basse pression et en conditions anhydres (Zhao *et al.*, 2009) : le fer augmente la ductilité de l'olivine.

La figure 4.6 présente les rapports de vitesses expérimentales entre l'olivine et la forstérite en fonction de la pression, quelle que soit la température. Ce rapport est généralement supérieur à 1 et peut monter jusqu'à 2. Ceci montre que l'olivine est plus facilement déformable que la forstérite. Les points sous cette limite pourraient indiquer un changement du comportement relatif de l'olivine et de la forstérite, mais nos observations ne permettent aucune corrélation ni en pression, ni en température, et sont donc difficiles à interpréter. Ce peut être dû à des défaillances techniques non décelées. S'ils ne peuvent être considérés comme témoins d'un changement de comportement, rien ne permet en revanche de les ignorer puisqu'une loi rhéologique a pu être établie en tenant compte de ces points. Ils représentent donc une incertitude expérimentale sur l'appréciation du comportement plastique.

Les expériences ayant été « hydratées » on peut s'interroger sur un éventuel effet de la teneur en eau pour expliquer les réponses différentes à la contrainte entre l'olivine et la forstérite. Girard *et al.* (2013) ont étudié la plasticité de monocristaux d'olivine et de forstérite « hydratés » orientés pour activer [100](010) à  $P = 4 - 7$  GPa et  $T = 1200^\circ$  C. Ils confirment que dans ces conditions l'eau a bien un effet sur le glissement [100](010) de l'olivine mais ils concluent que le fer ne le modifie pas.

Dans nos expériences portant sur des polycristaux, les mesures FTIR (tableau 3.1 du chapitre 3 et 4.3 de ce chapitre) indiquent une teneur en « eau » comparable pour l'olivine et la forstérite. Nous concluons donc que la différence de rhéologie que nous observons à haute pression entre olivine et forstérite reflète bien un effet du fer et non un effet masqué de la teneur en eau. La pression ne semble donc pas avoir un effet majeur sur le rôle du fer dans la plasticité de l'olivine.



**Figure 4.6** : rapport des vitesses expérimentales de déformation obtenues dans l'olivine et la forstérite déformées dans les mêmes conditions, pour les quatre températures testées, en fonction de la pression. L'olivine est généralement plus facilement déformable que la forstérite. Les points à l'écart de cette observation sont rares et dispersés, ce qui rend leur interprétation difficile.

#### IV.2. EFFET DE PRESSION SUR LA RHEOLOGIE DE LA FORSTERITE

La méthode employée pour déterminer l'exposant de contrainte de la forstérite possède l'avantage de ne considérer que les données expérimentales de vitesses de déformation, qui sont les mieux résolues. Il ne subsiste que l'hypothèse sur l'exposant de contrainte de l'olivine, qui est relativement bien contraint à 3,5 dans la littérature (Hirth et Kohlstedt, 2003, voir chapitre 3).

Cependant, dans l'équation 4.3,  $n_{Fo}$  ne peut être vraiment établi qu'à la condition d'avoir une nette différence entre les deux régimes de déformation utilisés. Si les vitesses expérimentales de déformation, pour chaque étape d'un couple de points expérimentaux à même température, ne sont pas assez différentes, l'incertitude sur  $n_{Fo}$  sera importante. En pondérant par son incertitude l'exposant déduit (Raterron *et al.*, 2012), on peut néanmoins obtenir une valeur acceptable pour l'exposant de la forstérite à partir de nos données expérimentales. Nous trouvons  $n_{Fo}=2,35 \pm 0,6$ . Cette valeur est cohérente avec celle déterminée par McDonnell *et al.* (2000) (1,7) et de Relandeau (1981) (2,5). Leurs travaux s'appuient sur des expériences à basse pression. L'exposant de contrainte de la forstérite polycristalline est déterminé à partir de la loi rhéologique. L'approche utilisée ici permet un calcul direct de ce paramètre. En effet, les vitesses de déformation peuvent être déduites très rapidement des mesures du taux de raccourcissement par radiographie en cours de déformation. Les vitesses sont bien résolues et les incertitudes sont très faibles. Dans notre analyse, nous avons bien tenu compte des incertitudes inhérentes à la mesure. A l'avenir, d'autres expériences sur ce matériau



sous forme polycristalline, déformé conjointement avec un matériau de référence dont l'exposant de contrainte est bien connu et admis, permettrait d'affiner encore notre résultat.

L'effet de pression sur la rhéologie de la forstérite polycristalline est sensiblement identique à celui observé dans l'olivine (chapitre 3) pour des températures  $T \leq 1573$  K. Au-delà, les conclusions sont confrontées aux mêmes manques de données à basse pression et aux incertitudes importantes sur la mesure de contrainte. Pour des températures  $T \leq 1573$  K, nous trouvons un volume d'activation de  $12,5 \pm 5 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ . Au-delà de 1573 K, le volume d'activation semble s'annuler, mais cette observation devra être confirmée à l'avenir.

Les mesures infrarouges montrent une teneur en groupements hydroxyles comparable à celle de l'olivine. On peut s'avancer en supposant que l'effet de l'eau sur ce matériau est moindre par rapport à l'effet de pression, comme pour l'olivine. En tout état de cause, Girard *et al.* (2013) ont déterminé un adoucissement des contraintes de l'ordre de 1,5 pour la forstérite en conditions « hydratées » par rapport à des conditions « sèches ».

L'exposant de contrainte trouvé dans cette étude peut être appliqué aux données de rhéologie de la figure 4.5. Il n'affecte pas le volume d'activation obtenu mais l'ordonnée à l'origine. Sur cette figure, on observe que celle-ci est inférieure à celle déterminée pour l'olivine. L'ordonnée à l'origine est fonction du terme préexponentiel  $A$ , et de l'énergie d'activation. Malheureusement, les incertitudes sur nos données sont trop importantes et nous n'avons pu extraire aucune de ces deux grandeurs.

## V. CONCLUSION

Vingt-trois points de déformation en compression axiale en régime stationnaire ont été réalisées sur ligne synchrotron sous presse D-DIA pour déformer de la forstérite polycristalline aux conditions du manteau supérieur, jusqu'à une pression de 8,2 GPa (~250 km de profondeur) et des températures allant de 1373 à 1673 K.

Pour des températures  $\leq 1573$  K, l'effet de pression sur ce silicate est linéaire et le volume d'activation déduit de cette observation est de  $12,5 \pm 5 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ . Cette observation est comparable à celle de l'olivine qui donne un volume d'activation de  $12,8 \pm 5 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ , en conditions « hydratées ». Nous pouvons donc conclure que, comme dans le cas de l'olivine, l'effet de pression sur la rhéologie de la forstérite est largement dominant sur l'effet de l'eau (voir chapitre 3).

La résolution sur les données expérimentales ne permet pas de calculer ni l'énergie d'activation, ni le terme préexponentiel apparaissant dans la loi rhéologique. Cependant, dans notre représentation en  $\mathcal{H}^{P,T}$  fonction de  $P$ , on observe une différence de plusieurs ordres de grandeur entre les données obtenues sur l'olivine et la forstérite.

En comparant le comportement des deux matériaux déformés dans des conditions strictement identiques, un exposant de contrainte pour la forstérite a pu être établi, et donne  $n_{Fo} = 2,35 \pm 0,6$ .

L'olivine polycristalline est en général deux fois plus facile à déformer que la forstérite. Les mesures de Girard *et al.* (2013) indiquent que la teneur en eau rend l'olivine plus facilement déformable que la forstérite, mais ils n'observent pas d'effet du fer. L'effet de l'eau est normalisé dans la représentation du rapport des vitesses expérimentales pour chacun des matériaux en fonction de la pression, et rend compte de l'effet du fer sur la plasticité de l'olivine.

D'autres expériences doivent être menées sur ce minéral sous forme polycristalline pour mieux contraindre son exposant de contraintes, en appliquant une même température à un couple de points expérimentaux à des vitesses de déformation sensiblement différentes.

En tout état de cause, le traitement des spectres de diffraction de la forstérite est plus facile, probablement en raison du fer dans l'olivine qui rend plus difficile le traitement du signal. En effet, le fer permet la croissance de grains, ce qui est moins fréquent avec la forstérite, même en présence d'enstatite (McDonnell *et al.*, 2000). La forstérite offre ainsi une résolution un peu plus fine que l'olivine. A rhéologie comparable et d'un point de vue purement technique, la forstérite pourra être un analogue tout à fait adapté à l'olivine.





## 5. TEXTURES DE DEFORMATION DANS L'OLIVINE

### I. INTRODUCTION

Dans ce chapitre, les textures générées dans les échantillons déformés au cours de cette étude sont mesurées dans la forstérite et dans l'olivine en fonction de la pression et de la température auxquelles s'effectue la déformation. Un des apports de cette étude réside sans aucun doute dans l'exploitation des nouvelles possibilités offertes par le multidétecteur installé sur la ligne X17B2. La méthode que nous avons mise au point (chapitre 2) nous permet ainsi de mesurer *in situ* l'évolution des textures générées dans les échantillons au cours de la déformation. Leur traitement puis analyse doivent faire émerger des tendances selon les conditions expérimentales appliquées.

Les modélisations de plasticité polycristallines (VPSC) permettent de corréler les textures expérimentales avec les mécanismes élémentaires de déformation mis en jeu dans la déformation des échantillons. Ceci permet de manière indirecte de tirer des informations sur les mécanismes activés en fonction des conditions expérimentales ( $P$ ,  $T$ ,  $\dot{\epsilon}$ ).

Au-delà de la connaissance des mécanismes activés, les textures présentent un intérêt supplémentaire puisqu'elles peuvent être utilisées pour interpréter l'anisotropie sismique observée dans le manteau. En effet, une des clés de l'interprétation de l'anisotropie sismique consiste à la relier au développement des orientations préférentielles des cristaux résultant des déformations plastiques impliquées dans la convection mantellique.

Des études récentes (*e.g.*, Couvy *et al.*, 2004 ; Durinck *et al.*, 2005 ; Jung *et al.*, 2006, 2009 ; Castelnau *et al.*, 2010), ont montré que les mécanismes de déformation de l'olivine pouvaient

être affectés par la pression ou le contenu en eau. Il est donc important de mieux documenter expérimentalement la réponse plastique de l'olivine dans les conditions du manteau supérieur puisque ces changements de mécanismes sont susceptibles de modifier profondément l'anisotropie sismique qui en résulte (Mainprice *et al.*, 2005).

## II. METHODE

Les textures expérimentales engendrées par les déformations sur polycristaux ont été extraites selon la procédure décrite au chapitre 2, à partir des spectres de diffraction de l'olivine ou de la forstérite, entre 3.1 et 8.1 GPa et 1373-1673 K.

### II.1. SIMULATION VPSC (VISCO-PLASTIC SELF-CONSISTENT MODELING)

Pour mieux les comprendre et révéler une tendance en fonction des conditions expérimentales, nous avons utilisé le modèle établi par Castelnau *et al.* (2010) pour mesurer l'effet de cinq systèmes de glissements connus ( $[100](010)$ ,  $[001](010)$ ,  $[100](001)$  et  $[001](100)$ ,  $[100]\{021\}$  et  $[001]\{110\}$ ) dans l'olivine sur la texture d'un polycristal. Les détails concernant le code de calcul sont disponibles dans leur article. Le principe est brièvement décrit dans le chapitre 3. Un des paramètres d'entrée important du code est la contrainte critique projetée (CRSS, Critical Resolved Shear Stress en anglais) des différents systèmes de glissement. Celui-ci influence ensuite l'activité relative des différents systèmes et les textures simulées. Ces CRSS sont mal connues, il est nécessaire de tester différentes hypothèses faisant intervenir ces paramètres pour modéliser les textures. L'activation d'un système préférentiellement aux autres est assurée en appliquant une CRSS faible (1) par rapport à celles des autres (30). L'olivine ne disposant pas d'assez de systèmes de glissement pour assurer les conditions de compatibilité, un mécanisme de déformation *ad hoc* isotrope est ajouté au modèle avec une CRSS forte (10).

Pour comparer les simulations aux données expérimentales, les systèmes sont activés en compression avec une vitesse de déformation de  $0,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et un taux de raccourcissement de 30%. La texture générée dans le polycristal est représentée par une figure de pôle inverse de la direction de compression (figure 5.1).

Une faiblesse des expériences de déformation en compression provient de la difficulté à identifier les directions de glissement à partir des textures. Généralement, seuls les plans peuvent être identifiés. De plus, les textures de compression peuvent être difficiles à lier aux résultats de la littérature qui présentent généralement des textures de cisaillement. Dans chacun des cas, nous avons donc simulé les textures de cisaillement après déformation à la

vitesse de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et un taux de déformation de 200% pour permettre une comparaison plus aisée.

Les figures de pôles inverses sont tracées avec pole8, et les figures de pôles avec le logiciel MTex. Cet outil, développé par Ralf Hielscher et Florian Bachmann (<http://code.google.com/p/mtex/>), permet entre autres de tracer des figures de pôles et des figures de pôles inverses, des cartes d'analyses EBSD, de calculer des tenseurs élastiques et de reconstruire des anisotropies, à partir de fichiers d'entrée adaptés aux besoins. Les anisotropies sont ensuite déduites des textures de cisaillement pour chacun des systèmes activés dans le polycristal avec MTex.

Pour illustrer les textures générées par chacun des systèmes de glissement possibles dans l'olivine et les utiliser comme référence dans l'interprétation des données expérimentales, la figure 5.1 présente des simulations dans des cas simplifiés où un seul (ou au maximum deux) des systèmes est activé dans un polycristal. Dans tous les cas, le reste de la déformation est accommodée par un système isotrope. Ces textures sont modélisées à la fois en compression et en cisaillement et, si possible, mises en relation avec la nomenclature (A, B, C, D, E) proposée par Jung *et al.* (2006). Le taux de déformation appliqué est de 200% en cisaillement dextre.

Ce que l'on peut observer sur la figure 5.1 pour les systèmes [100](010), [001](010), [100](001) et [001](100) est une rotation des grains amenant la direction de glissement dominante dans la direction de linéation, avec le plan de glissement dominant dans le plan de foliation. Dans ces cas simples où un système avec peu d'équivalents de symétrie domine la déformation, la texture obtenue est donc relativement intuitive.

Pour des systèmes plus complexes faisant intervenir des plans intermédiaires et ayant des équivalents de symétrie, comme [100]{021} et [001]{110}, la direction de glissement s'oriente toujours dans la direction de linéation. L'alignement des plans de glissement est moins intuitif et doit être analysé en détail.

Enfin pour un polycristal dont la déformation est dominée par les systèmes [100](001) et [001](100) activés simultanément, les orientations des directions [100] et [001] sont symétriques et les directions [010] sont dans le plan de cisaillement et orthogonales à la direction de cisaillement. L'interprétation est rendue difficile car il en ressort deux directions de glissement perpendiculaires l'une à l'autre qui respectent chacune une orientation cristallographique, l'une dans le sens de la linéation, l'autre lui étant perpendiculaire. Il en ressort également un plan de glissement orthogonal au plan de cisaillement. Ceci est cohérent avec l'activation d'un tel

système duplex, et donne donc une texture aléatoire en compression, comme le montre la figure de pôle inverse.

Ces simulations permettent aussi, après identification des textures dominantes dans les échantillons déformés, d'évaluer le type d'anisotropie sismique attendue. A partir des textures de cisaillement, les vitesses de propagation des ondes  $P$  et  $S$  dans le polycristal correspondant,  $V_p$  et  $V_s$ , ont ensuite été calculées avec MTex. Pour chacune des textures de cisaillement, la figure 5.2 présente la vitesse de propagation des ondes de compression en fonction de l'orientation ainsi que les figures d'anisotropie de polarisation des ondes  $S$ . Ceci permettra de comparer les observations expérimentales aux données sismiques provenant du manteau.

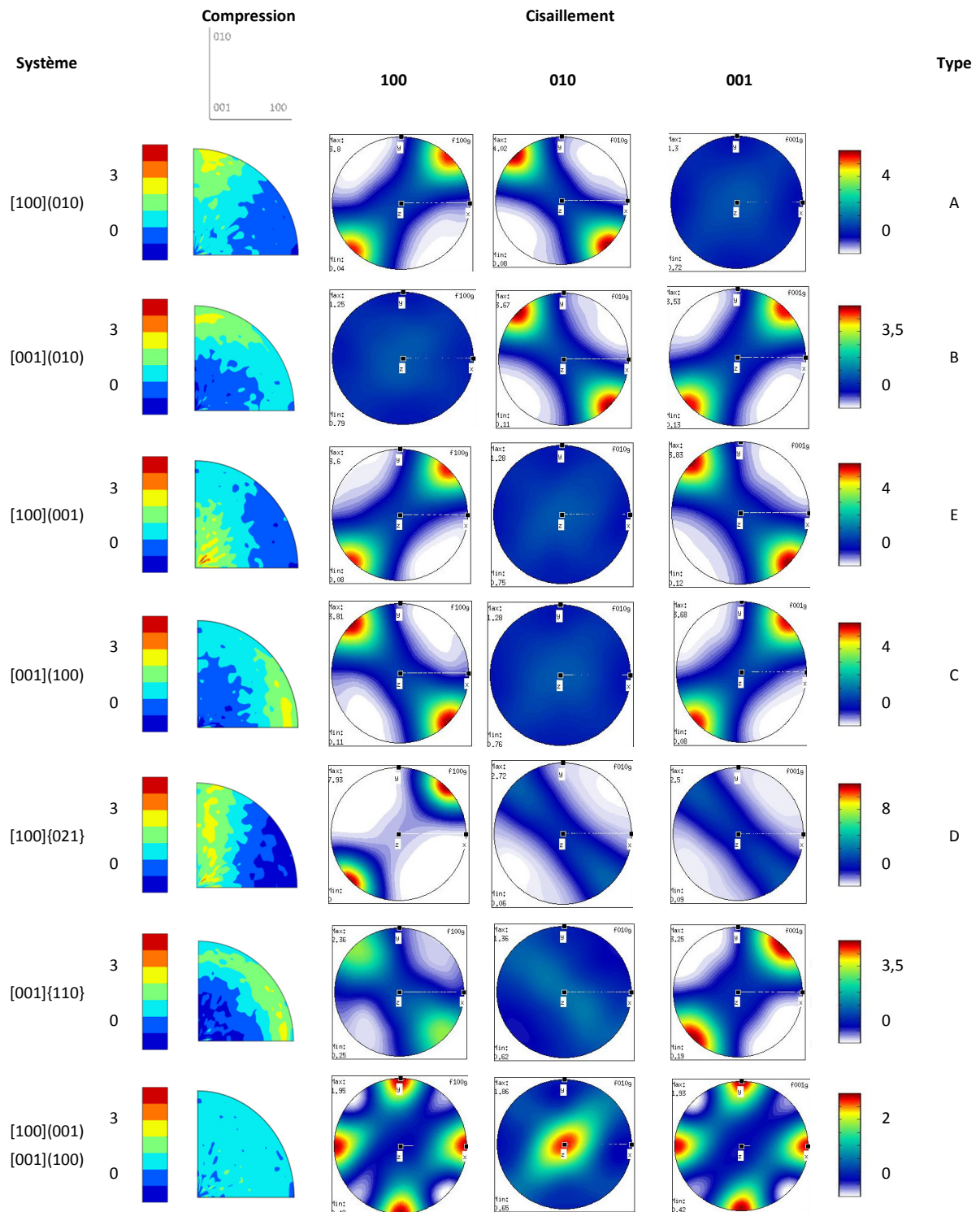
L'activation en cisaillement avec un taux de déformation de 200% du système  $[100](010)$ , génère une anisotropie azimutale des ondes  $P$  forte, de 11,2%, avec un maximum de vitesse dans la direction de linéation et un minimum perpendiculairement à cette direction. Pour les ondes  $S$ , l'anisotropie de polarisation est maximale (8%) dans le plan de foliation et orthogonalement à la direction de cisaillement.

Un système  $[001](010)$  dominant donnera une anisotropie azimutale de 3,8%, les ondes  $P$  les plus rapides, dans ce cas aussi, étant dans la direction de linéation. L'anisotropie de polarisation, pour les ondes  $S$ , est maximale (2,5%) dans le plan de foliation et parallèlement à la linéation. On peut noter que cette anisotropie sera moins marquée qu'une anisotropie due à l'activation principalement du système  $[100](010)$ .

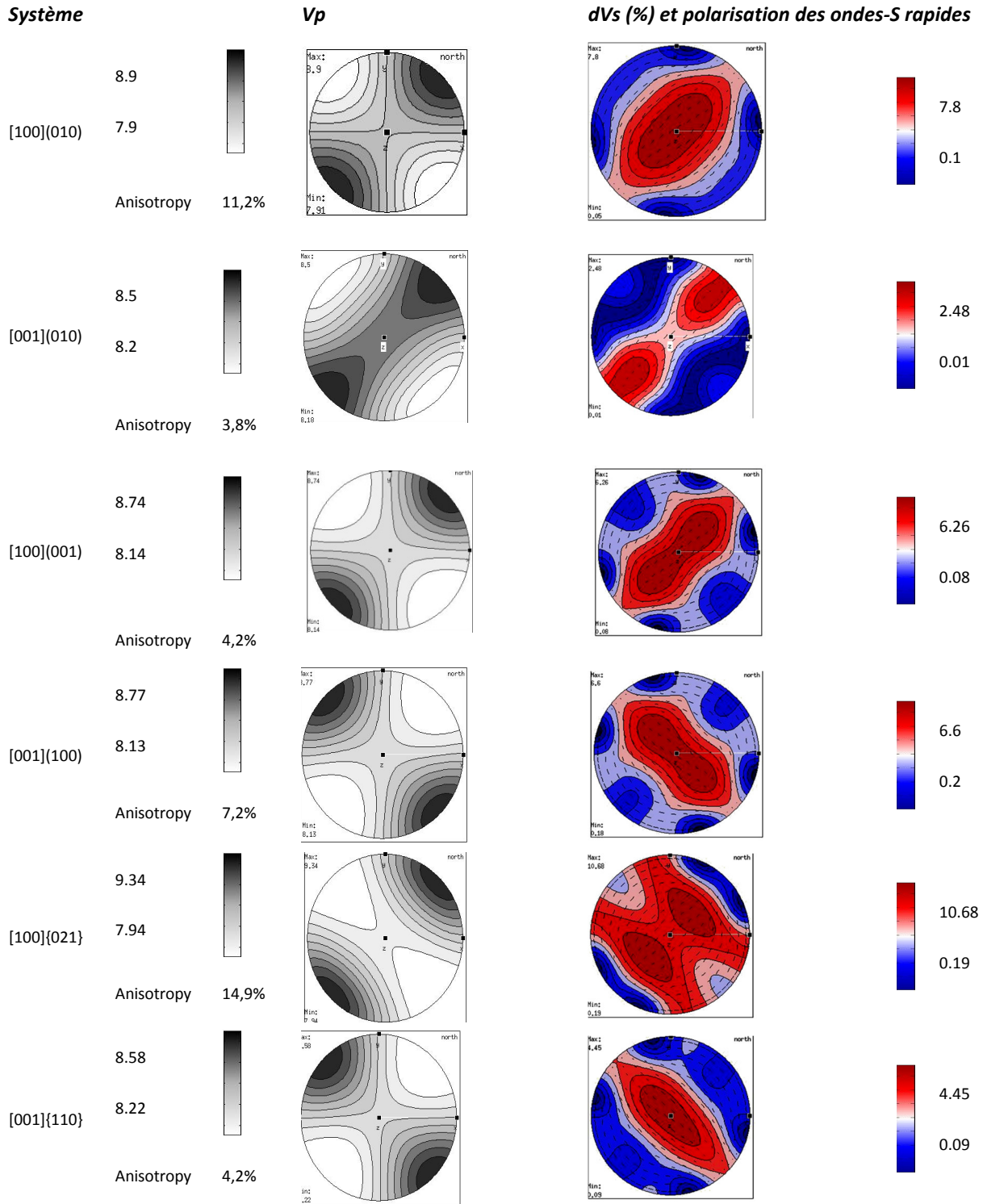
Dans un polycristal, si le système  $[100](001)$  est dominant, l'anisotropie azimutale sera de 4,2%, les ondes  $P$  les plus rapides se propageant dans la direction de linéation. Les ondes  $S$ , l'anisotropie sera maximale dans le plan de foliation, perpendiculairement à la direction de cisaillement. L'anisotropie de polarisation maximale générée sera de 6,3%.

Dans le cas où  $[001](100)$  est préférentiellement activé, les ondes  $P$  seront les plus lentes dans la direction de linéation, contrairement au système  $[100](100)$ . Cette anisotropie sera un peu plus forte et de 7%. Concernant l'anisotropie de polarisation, elle sera maximale (6%) dans le plan orthogonal à la direction de linéation.





**Figure 5.1:** Simulations de textures de compression et de cisaillement pour la forsterite ou l'olivine en fonction du mécanisme de déformation dominant. A gauche : mécanisme dominant. Ensuite, textures de compression représentées par des figures de pôles inverses de la direction compression; textures de cisaillement représentées par des figures de pôles des directions [100], [010] et [001] (direction de cisaillement à l'est, normale au plan de cisaillement au nord), et, si possible, identification avec les textures-types de Jung et al. (2006)



**Figure 5.2:** Vitesses d'ondes sismiques P ( $V_p$ , en km/s), anisotropie de polarisation des ondes S ( $dV_s$ , en %) et direction de polarisation des ondes S rapides correspondant aux textures de cisaillement de la figure 5.1 (direction de cisaillement à l'est, normale au plan de cisaillement au nord). A droite, système de glissement dominant.

L'activation dominante d'un système  $[100]\{021\}$  dans un polycristal engendre une anisotropie azimutale presque aussi forte que le système  $[100](010)$ . L'anisotropie de polarisation sera maximale (11%) dans toutes les directions exceptée celle de la linéation.

Enfin, un système  $[001]\{110\}$  dominant générera des ondes  $P$  rapides perpendiculairement à la linéation, donnant une anisotropie azimutale de 4%. L'anisotropie de polarisation sera maximale (4,5%) dans le plan perpendiculaire à la linéation et minimal dans la direction de linéation.

Ces simulations de textures pour identifier les systèmes actifs selon les conditions  $PT$  et les calculs d'anisotropie correspondante vont servir à mieux appréhender l'anisotropie observée dans le manteau supérieur.

## II.2. MESURES EXPERIMENTALES

Les textures expérimentales de cette étude ont été extraites des spectres de diffraction de l'olivine et de la forstérite déformées entre 3.1 et 8.1 GPa pour 1373 à 1673 K (voir tableaux des détails expérimentaux dans les chapitres 3 et 4). Seules les expériences 79 pour l'olivine et 89-1, 89-2 pour l'olivine et la forstérite ont été omises car une croissance de grains est fortement suspectée, ce qui rend l'extraction de textures impossible. Le protocole d'extraction et de correction des données brutes est décrit au chapitre 2. Il est possible de tirer une texture à partir de chaque spectre de diffraction collecté. Ceci permet de vérifier si une texture étudiée en cours de déformation est héritée ou non de la compression à froid et de vérifier que la texture obtenue reste relativement constante dans le régime stationnaire. Pour l'interprétation, nous avons choisi d'étudier les textures à la fin de chaque point de déformation effectué en régime stationnaire.

Les textures développées sont traduites sous formes de figures de pôle inverses de la direction de compression. Elles montrent la statistique d'orientation préférentielle des grains dans l'agrégat par rapport à la direction de compression.

La figure 5.3 présente trois exemples de textures extraites des données de diffraction pour chacun des matériaux étudiés ici, avec les conditions expérimentales auxquelles elles ont été obtenues. L'échelle est la même pour toutes les figures. Les textures obtenues sont comparées aux modèles VPSC ci-dessus pour identifier le système dominant mis en jeu.

Pour la forstérite, la texture de l'expérience 68 présente un maximum d'intensité en 010 et un minimum en 100. Ceci signifie que le plan de glissement dominant est (010) à 1373 K et 4,1 GPa. La direction ne peut pas être déterminée directement. Le modèle VPSC correspondant à cette figure de pôle suggère un système de glissement dominant de type  $[100](010)$ .

L'expérience 88-1 présente un maximum étalé en 001 vers 101, avec un minimum marqué en 100. Il est difficile de déduire avec certitude un plan de glissement dominant mais il se situe probablement vers (001). Une comparaison aux modèles VPSC nous orientent vers des systèmes de type  $[100](001)$  ou  $[100]\{021\}$ , donc donnant une direction de glissement  $[100]$  dominante à 1473 K et 7,0 GPa.

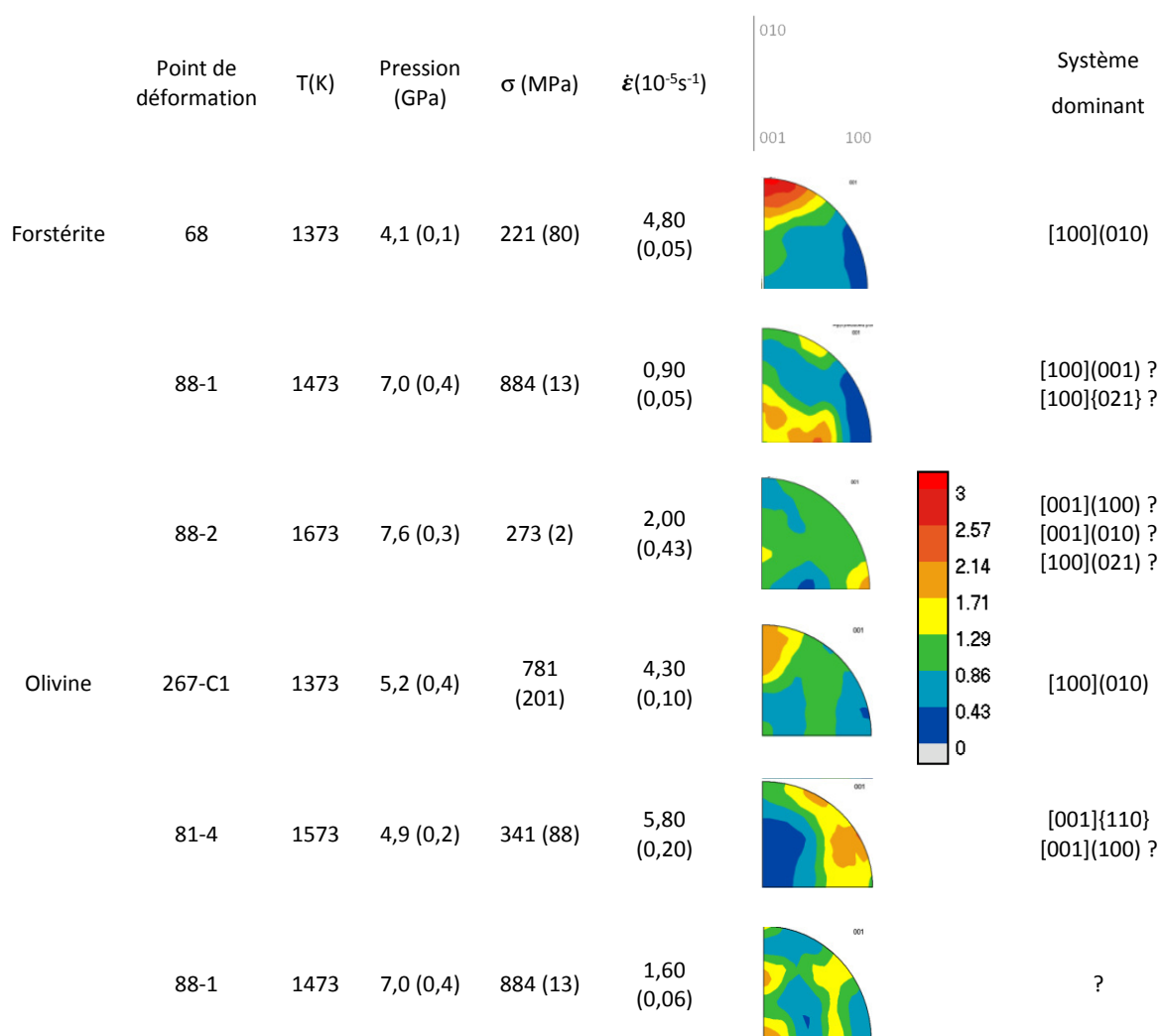
A 7,6 GPa et 1673 K, la texture engendrée (88-2) est relativement faible, avec un léger maximum d'intensité qui s'étend vers (010). Dans nos simulations VPSC, la combinaison de glissement selon  $[100](001)$  et  $[001](100)$  permet d'obtenir des textures aléatoires comme celle observée ici, mais ce résultat n'est pas unique et d'autres combinaisons de système permettraient d'arriver au même résultat.

En ce qui concerne l'olivine, la texture de l'expérience 267-C1 présente un maximum d'intensité en 010. Le plan de glissement dominant est (010) à 1373 K et 5,2 GPa. On identifie facilement le système  $[100](010)$  comme dominant en comparant les résultats expérimentaux avec les modèles de la figure 5.1.

Un maximum d'intensité est observé en 100 et s'étale vers 011 pour l'expérience 81-4. Le système dominant ne peut pas être clairement mis à jour, mais les modèles suggèrent à 4,9 GPa et 1573K les systèmes  $[001]\{110\}$  ou  $[001](100)$ .

Enfin, à 1473 K et 7,0 GPa, les textures expérimentales ne présentent pas de maximum clair mais une orientation plutôt aléatoire.

Si les modèles permettent une identification plus aisée et directe pour certaines textures, il apparaît néanmoins que certaines d'entre elles, selon les conditions expérimentales, ne soient pas suffisamment définies dans les échantillons déformés pour contraindre les mécanismes de déformation activés. Il reste tout de même possible de dégager une tendance générale en fonction de la pression et de la température.



**Figure 5.3 :** quelques exemples de textures expérimentales extraites des spectres de diffraction, avec les conditions d'expérience associées. Représentation sous forme de figures de pôles inverses. Échelle en m.r.d.

### III. DISCUSSION

A partir des textures observées dans les expériences aussi bien dans la forstérite que dans l'olivine polycristalline, quelques tendances concernant l'activation de systèmes de glissement ont pu être identifiées en fonction de la température et de la pression. Seul le système de glissement [100](010) est bien représenté en-dessous de 6 GPa et pour des températures inférieures à 1673 K, et ce pour les deux matériaux étudiés. Au-delà, on rencontre une grande variabilité des systèmes de glissements pouvant être préférentiellement activés (figure 5.4), avec [100]{021}, [100](001), [001](010), [001]{110}, [001](100). Il n'est pas à exclure une activation conjointe des systèmes [100](001) et [001](100). Aucune tendance claire ne peut donc être

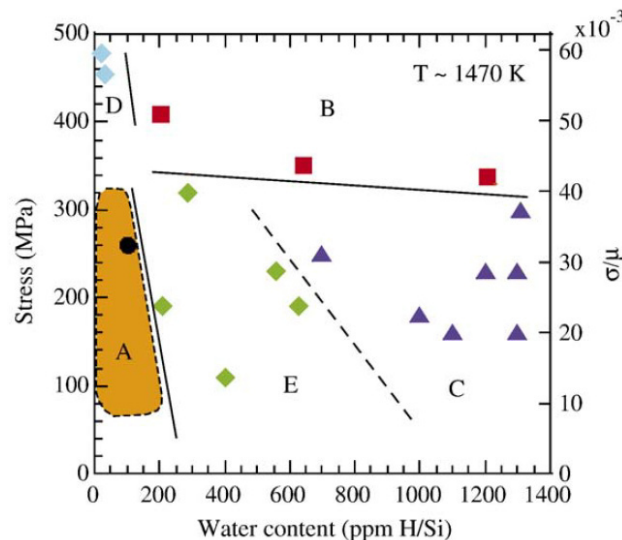
dégagée au-delà de 6 GPa et 1673 K. En revanche, il est certain que les observations ne sont plus compatibles avec un glissement dominant dans le plan (010).

Si les données donnent des résultats bien contraints et définis en-dessous de 6 GPa, les textures au-delà de cette gamme sont beaucoup plus bruitées. Il devient difficile de distinguer une quelconque orientation préférentielle. Ceci peut être dû à une croissance de grains en court d'expérience qui n'a pas pu être détectée sur les spectres. Certains des échantillons ont par ailleurs montré des signes de restauration au-delà de 1573 K lors des observations en microscopie électronique. A ce stade, il est intéressant de mettre en regard cette observation avec le changement de comportement rhéologique au-delà de 6 GPa.

Plusieurs facteurs peuvent expliquer cette variabilité. Une des causes possibles est la présence d'eau en quantité suffisamment significative pour favoriser la diffusion dans les grains en cours de déformation. Comme observé dans le chapitre 3, les mécanismes aux joints de grains ne sont pas à ignorer bien que l'on soit en régime de dislocations. Ceci favorise la croissance de grains et la recristallisation dynamique peut devenir le mécanisme de déformation dominant, ayant pour effet d'atténuer et de modifier la texture.

Les textures développées dans l'olivine en régime de dislocations sont très souvent interprétées comme résultant de l'activation d'un seul système de glissement (ou très majoritaire) actif. S'il est vrai qu'en-dessous 6 GPa et 1673 K nous pouvons identifier une prépondérance de [100](010), rien n'indique qu'au contraire, à plus hautes conditions, la plasticité ne soit pas assurée par la combinaison de plusieurs systèmes (et c'est en réalité très probablement le cas). Si plusieurs systèmes sont actifs, la texture en est modifiée, ce qui rend son interprétation plus difficile.

A partir de nos données expérimentales, quelques systèmes, bien que difficilement reliés aux conditions PT, peuvent être comparés aux textures-types de l'olivine identifiées par Jung *et al.* (2006). En effet, bien que la teneur en eau n'ait pas été contrôlée au cours des expériences (voir chapitres 3 et 4), il s'avère que les conditions de déformation aient été « hydratées » avec plus de 200 ppm H/Si pour la plupart des échantillons, aussi bien de forstérite que d'olivine, et pour toutes les expériences. Sous 6 GPa et 1573 K, le système dominant identifié est [100](010), ce qui correspondrait à une texture de type A (figure 5.3). Les textures de type C ou E, correspondant à un maximum en 100 ou 001 en compression, n'apparaissent pas de manière systématique dans nos expériences. Nous ne nous pousserons donc pas plus loin l'analyse des effets de l'eau qui ne peut, à elle seule, expliquer la transition de texture que nous observons.



**Figure 5.4 :** Diagramme résumant les différentes textures observées par Jung *et al.* (2006) en fonction de la contrainte et de la teneur en eau (voir chapitre 1) à  $T \sim 1470\text{K}$ .

L'effet de pression sur les textures développées dans des polycristaux d'olivine « sèche » a été étudié par Ohuchi *et al.* (2011) en cisaillement. Dans leurs expériences, ils ont mis en évidence une transition de textures de type A vers des textures de type B ou C vers 7,6 GPa. Reprenant cette approche, la figure 5.5 montre une représentation synthétique des textures que nous obtenons en fonction de la pression et de la température. Trois domaines clairement identifiés apparaissent sur ces figures. En-deçà de 6,5 GPa et 1600 K, nous observons une texture de type 010 bien définie. Au-delà de 6,5 GPa, nous observons l'amorce d'une transition vers un nouveau type de texture qui reste à déterminer. Au-delà de 1600 K, en revanche, nos textures sont souvent aléatoires et très bruitées, ce qui pourrait provenir de difficultés expérimentales liées à une croissance de grains par exemple.

Dans nos expériences, la transition de textures « basse pression » vers des textures « haute pression » se situe aux alentours de 6,5 GPa, soit 1 GPa plus bas que les observations d'Ohuchi *et al.* (2011). Nos expériences ont été réalisées en conditions hydratées, contrairement à celles d'Ohuchi *et al.* (2011). Ayant noté un adoucissement de la plasticité en présence d'eau (voir chapitre 4, Girard *et al.*, 2013), cette transition de textures en présence d'eau devrait arriver à une pression légèrement plus basse, ce qui correspond aux observations.

#### IV. APPLICATION AU MANTEAU

La figure 5.5 résume les systèmes de glissement identifiés à partir des données expérimentales (carrés) en fonction de la pression et de la température. Afin d'en tirer des

conclusions sur les mécanismes actifs dans le manteau, une échelle en profondeur est également représentée, de même que trois géothermes du manteau supérieur (océanique jeune 20 Ma, océanique vieux 80 Ma, continental). Nos données ne permettent pas d'apporter de conclusion dans un contexte océanique jeune car nous ne disposons pas d'observations crédibles pour ces températures. En revanche, que ce soit en domaine continental ou océanique vieux, nos résultats apportent des indications assez claires.

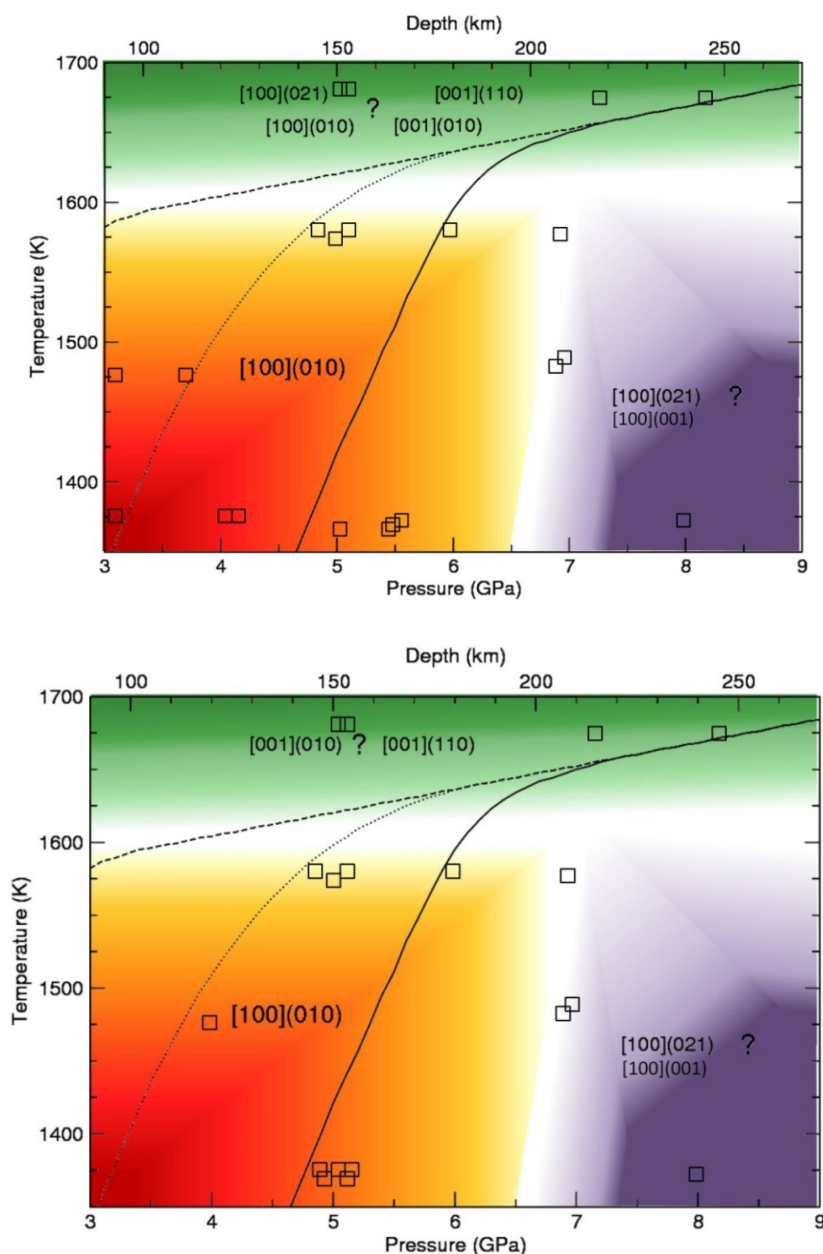
Jusque 150-250 km de profondeur, les textures expérimentales portent la signature de l'activation dominante du système [100](010). Cette observation est en plein accord avec l'observation d'une anisotropie sismique continue et cohérente jusqu'à ces profondeurs. Au-delà de cette profondeur, la situation est plus complexe. On peut y voir soit l'influence de la température soit celle de la pression.

La figure 5.5 montre que dans les deux cas (augmentation de  $P$  à  $T$  constante en-dessous de 1673 K ou augmentation de  $T$  à  $P$  constante en-dessous de 7 GPa), on perd alors la signature de cette texture marquée attribuée au système [100](010). Les textures expérimentales sont alors plus complexes et leur interprétation peut être sujette à discussion, mais il est clair qu'elles ne résultent pas d'une déformation dominée par un glissement selon un plan et une direction bien déterminée. Dans tous les cas, ces textures sont moins propices à la génération d'anisotropie sismique. En effet un cisaillement associé à une déformation selon [100](010) génère une anisotropie simple et importante dans le polycristal. Pour les autres modes de déformation, la texture développée se complexifie et ce d'autant plus si plusieurs systèmes sont activés en parallèle.

Ceci est à mettre en relation avec l'observation d'une chute d'anisotropie dans le manteau à partir de 200km de profondeur. La figure 5.6 présente le profil radial de cette anisotropie jusqu'à -400 km en fonction de la pression et de la profondeur (Debayle *et al.*, 2005), sous l'Australie (tirets), sous les continents (pointillés) à l'exception de l'Australie, et sous la croûte océanique (trait plein).

Ne considérant que les continents (sans l'Australie) et sous les océans, l'anisotropie diminue entre la partie supérieure du manteau et 200km de profondeur. Sous les continents, elle passe de 1,4% à 1,3 GPa pour atteindre ~0,7% à -200km. Sous les océans, elle croît de 1,15% à 1,40% jusque -100 km pour décroître jusque 0,5 % à -200km. En-deçà de cette profondeur, que ce soit sous les continents ou sous les océans, elle est à peu près constante jusqu'à -400km pour ~0,6%.



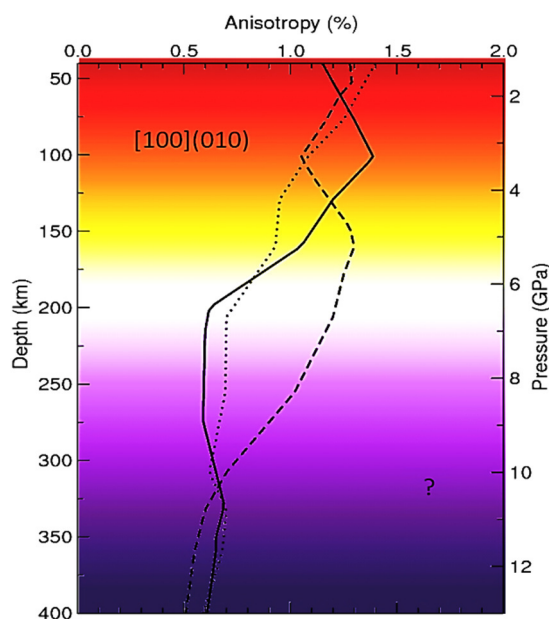


**Figure 5.5:** systèmes de glissement identifiés dans les échantillons déformés au cours de cette étude, en fonction de la pression et la température. Trois géothermes sont représentés à titre indicatif (tirets : océanique 20 Ma jeune « chaud » ; pointillés : océanique 80 Ma vieux « froid » ; trait plein : continental froid). En orange : système de glissement  $[100](010)$  bien identifié. Mauve : systèmes de glissement  $[100]\{0kl\}$  incertains. Vert : textures n'ayant pas permis d'identifier de système de glissement en particulier. En haut : pour la forstérite, en bas : pour l'olivine. Les carrés représentent les points de pression et température pour lesquels des données expérimentales ont été utilisées pour essayer d'identifier les systèmes mis en jeu.

A basse pression, nous avons vu que le système de glissement  $[100](010)$  était le système dominant la déformation de l'olivine polycristalline, jusqu'à 6-7 GPa, et qu'il faut considérer d'autres systèmes simultanément au-delà de cette pression. La chute d'anisotropie peut donc

s'expliquer par l'activation de  $[100](010)$  dans la zone supérieure du manteau, et l'activation progressive d'autres systèmes au fur et à mesure que la profondeur augmente ne permet plus de produire une anisotropie marquée. Passés 7 GPa,  $[100](010)$  n'est plus le système de prédilection.

Nous interprétons donc la baisse d'anisotropie sismique en-deçà de 200 km de profondeur comme un changement de mécanisme plastique dans l'olivine. Ce changement de mécanisme plastique induit des textures plus complexes et moins propices à la génération d'anisotropie. Cependant, on pourrait aussi imaginer que la déformation est plus importante à faible profondeur (asthénosphère) qu'à plus grande profondeur, ce qui peut aussi contribuer à réduire l'anisotropie en-deçà de 200 km. Nos études ne permettent pas de différencier ces effets qui devront, à l'avenir, être décollés en couplant, par exemple, des modèles géodynamiques de déformation dans le manteau à des simulations d'anisotropie basées sur les systèmes de glissement mis en évidence dans nos travaux.



**Figure 5.6:** anisotropie observée dans le manteau supérieur (jusqu'à -400 km) en fonction de la pression et de la profondeur, d'après Debayle et al. (2005). Tirets: anisotropie sous l'Australie ; pointillés : sous les continents exceptée l'Australie ; trait plein, sous les plaques océaniques. La déformation plastique de la zone supérieure semble gouvernée par l'activité du système de glissement  $[100](010)$ . En-deçà de -200 km, il n'y a pas de prépondérance apparente de l'activité de l'un ou l'autre des systèmes de glissement de l'olivine.





## CONCLUSION

Les expériences réalisées au cours de cette étude ont permis de poursuivre l'effort d'acquisition de données toujours plus fines relatives aux expériences de déformation sous hautes pressions. La mesure de textures a été couramment obtenue en cellules à enclumes de diamants ou en presses gros volumes, mais essentiellement sur le produit d'expériences en utilisant un faisceau monochromatique. Nous avons tiré parti au cours de ces travaux des possibilités du multidétecteur installé à NSLS pour étendre la couverture angulaire d'acquisition de données. L'emploi d'enclumes opaques affectant le signal a nécessité le développement d'une analyse pour se libérer des effets d'ombre, permettant aujourd'hui d'extraire des mesures de textures à partir d'expériences de déformation en D-DIA en faisceau blanc. La possibilité de réaliser ces mesures *in situ* est particulièrement importante puisqu'elle permet de tirer le meilleur parti des cycles de déformations réalisés sur synchrotron.

Dans le cadre de cette thèse, les expériences ont porté sur la plasticité de l'olivine et de la forstérite polycristallines. Nos expériences ont été menées sur une gamme de pression-température allant de 3 à 8 GPa et de 1373 à 1673 K, respectivement, et ont permis de déterminer des paramètres clés des lois rhéologiques de chacun des deux minéraux (volumes d'activations de  $12,8 \pm 5 \text{ cm}^3.\text{mol}^{-1}$  pour l'olivine et de  $12,5 \pm 5 \text{ cm}^3.\text{mol}^{-1}$  pour la forstérite, exposant de contrainte de la forstérite  $n_{Fo} = 2,35 \pm 0,6$ ) en ne nous concentrant que sur les données expérimentales avec pour seule hypothèse l'exposant de contrainte de l'olivine. Cette approche de la plasticité

à haute pression est novatrice et a été permise par les nombreuses avancées technologiques qui offrent des données bien contraintes. Nous montrons également que dans ces conditions, le fer tend à adoucir l'olivine par rapport à la forstérite.

Les échantillons pouvant être considérés comme hydratés ( $> 200$  ppm H/Si), nous avons pu en outre étudier l'effet de l'eau de la plasticité de l'olivine sur cette gamme de conditions expérimentales, et il n'apparaît pas d'influence notable de ce paramètre dans la déformation. Plus particulièrement, nous montrons un effet de pression bien plus marqué comparé à celui de l'eau.

La comparaison de nos données avec celles réalisées dans des conditions comparables sur des monocristaux a permis de montrer que, dans la gamme de température 1373-1573K, les joints de grains contribuent de manière très significative à la plasticité de l'olivine. Nous ne sommes cependant pas en mesure de préciser le mécanisme de déformation impliqué (diffusion Coble, glissement aux joints de grain).

En dessous de 6-7 GPa, nos expériences génèrent des textures assez marquées et identifiées comme résultant de l'activation principale du système de glissement [100](010). Au-delà de ces pressions, les textures deviennent moins précises et plus aléatoires. D'autres systèmes de glissements, voire d'autres mécanismes de déformation entrent clairement en jeu. Ces observations peuvent être mises en relation avec les observations d'anisotropie sismique dans le manteau supérieur. En effet, de la surface jusque -200 km, l'anisotropie sismique diminue pour des raisons non encore identifiées. Les textures que nous observons en-dessous de cette profondeur alignent les axes [100] dans le sens de cisaillement des roches. Ces axes étant ceux qui correspondent au maximum de vitesses de propagation des ondes sismiques, les textures génèrent une anisotropie sismique marquée. En revanche les textures peu marquées que nous observons à plus hautes pressions n'induisent pas de forte anisotropie. Nos expériences fournissent donc de nouveaux éléments d'interprétation à cette évolution de l'anisotropie sismique dans le manteau supérieur.

Divers aspects ont été abordés au cours de ces travaux pour appréhender la géodynamique du manteau supérieur. Certaines conclusions méritent d'être approfondies et sont dépendantes des techniques actuelles ou de celles à venir, comme

pour étudier la plasticité des pressions supérieures à 8 GPa. Pouvoir collecter ces informations permettrait de vérifier le modèle établi par Raterron *et al.* (2012) et identifier quel(s) système(s) de glissement et/ou mécanisme(s) agit sur la rhéologie au-delà de 8 GPa. Il est très envisageable et prometteur de poursuivre le développement de textures dans l'olivine si le multidétecteur dispose de davantage de positions intermédiaires. Ceci d'une part permettrait de réduire l'incertitude sur les contraintes, mais surtout affinerait encore le signal pour extraire les orientations préférentielles. Couplées à la rhéologie contrainte au-delà de 8 GPa, il sera alors possible de poursuivre l'étude avec des polyphasés de la composition d'une lherzolite, pour s'approcher encore plus près des conditions du manteau. Bien sûr la complexité d'un tel jeu de données n'est pas négligeable, mais la compréhension de la physique des minéraux est sans cesse enrichie par des calculs *ab initio* et des modélisations multiéchelles, qui devront dialoguer avec les résultats des approches expérimentales sous hautes pressions.





## REFERENCES

Amiguet, E., Raterron, P., Cordier, P., Couvy, H. et Chen, J. (2009). Deformation of diopside single crystal at mantle pressure. 1: Mechanical data, *Phys. Earth Planet. Inter.* **177 (3-4)**, 122-129.

Anderson, O. L. et Isaak, D. G. (1995). Elastic constants of mantle minerals at high temperature dans *A handbook of physical constants, Mineral Physics & Crystallography*, T. J. Ahrens, **2**, 64-97. Washington, DC: A. G. U.

Ashworth, J. R. et Barber, D. J. (1975). Electron petrography of shock-deformed olivine in some stony meteorites, *Earth and Planetary Science Letters* **27**, 43-50.

Ave'Lallemant, H. G. et Carter, N. L. (1970). Syntectonic Recrystallization of Olivine and Modes of Flow in the Upper Mantle, *Geol. Soc. Am. Bull.* **81**, 2203-2220.

Bai, Q., Mackwell, S. J. et Kohlstedt, D. L. (1991). High-Temperature creep of olivine single crystals: 1. Mechanical results for buffered samples, *J. Geophys. Res.* **96 (B2)**, 2441-2463.

Bai, Q. et Kohlstedt, D. L. (1992). High-temperature creep of olivine single crystals, 2. Dislocation structures, *Tectonophysics* **206**, 1-29.

Bell, D. R., Rossman, G. R., Maldener, J., Endisch, D. et Rauch, F. (2003). Hydroxide in olivine: A quantitative determination of the absolute amount and calibration of the IR spectrum, *J. Geophys. Res.* **108 (B2)**, 2105.

Blacic, J. B. (1972). dans *Flow and Fracture of Rocks* **16**, A. G. U. Monograph, 109-115. H. C. Heard, I. Y. Borg, N. L. Carter and C. B. Raleigh.

Bollinger, C., Merkel, S. et Raterron, P. (2012). In situ quantitative analysis of stress and texture development in forsterite aggregates deformed at 6 GPa and 1373 K, *J. Appl. Crystallogr.* **45 (2)**, 263-271.

- Borch, R. S. et Green, H. W. I. (1989). Deformation of peridotite at high pressure in a new molten salt cell: comparison of traditional and homologous temperature treatments, *Phys. Earth Planet. Inter.* **55 (3-4)**, 269-276.
- Boullier, A. M. et Nicolas, A. (1975). Classification of texture and fabrics of peridotite xenoliths from South African kimberlite, *Physics and Chemistry of the Earth* **9**, 467-468.
- Bowen, N. L. et Schairer, J. F. (1932). The system, FeO-SiO<sub>2</sub>, *American Journal of Science* **5-24 (141)**, 177-213.
- Bystricky, M., Kunze, K., Burlini, L. et Burg, J.-P. (2000). High Shear Strain of Olivine Aggregates: Rheological and Seismic Consequences, *Science* **290**, 1564-1567.
- Caristan, Y. (1975). La déformation plastique des lherzolites de l'étang de Lers, *PhD thesis*, Universités de Paris VI et Paris VII.
- Carrez, P., Walker, A. M., Metsue, A. et Cordier, P. (2008). Evidence from numerical modelling for 3D spreading of [001] screw dislocations in Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> forsterite, *Philos. Mag.* **88**, 2477-2485.
- Carter, N. L. et Ave'Lallemant, H. G. (1970). High Temperature Flow of Dunite and Peridotite, *Geol. Soc. Am. Bull.* **81 (8)**, 2182-2202.
- Castelnau, O., Cordier, P., Lebensohn, R. A., Merkel, S. et Raterron, P. (2010). Microstructures and rheology of the Earth's upper mantle inferred from a multiscale approach, *Comptes Rendus Physique* **11**, 304-315.
- Chopra, P. N. et Paterson, M. S. (1981). The Experimental Deformation of Dunite, *Tectonophysics* **78**, 453-473.
- Chopra, P. M. et Paterson, M. S. (1984). The role of water in the deformation of dunite, *J. Geophys. Res.* **89 (B9)**, 7861-7876.
- Cordier, P., Raterron, P. et Wang, Y. (1996). TEM investigation of dislocation microstructure of experimentally deformed silicate garnet, *Phys. Earth Planet. Inter.* **97**, 121-131.
- Cordier, P. et Rubie, D. C. (2001). Plastic deformation of minerals under extreme pressure using a multi-anvil apparatus, *Materials Science and Engineering: A* **A09-310**, 38-43.
- Cordier, P., Thurel, E. et Rabier, J. (2002). Stress determination in multianvil deformation experiments based on dislocation curvatures measurements: Application to wadsleyite and ringwoodite, *Geophys. Res. Lett.* **29 (9)**, 1354-1358.
- Cottrell, A. H. (1953). Dislocations and plastic flow in crystals. Oxford: Clarendon Press.

- Couvy, H., Frost, D. J., Heidelbach, F., Nyilas, K., Ungár, T., Mackwell, S. et Cordier, P. (2004). Shear deformation experiments of forsterite at 11 GPa - 1400°C in the multianvil apparatus, *Eur. J. Mineral.* **16** (6), 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, Université des Sciences et Technologies de Lille.
- Darot, M. (1980). Déformation expérimentale de l'olivine et de la forsterite, *PhD thesis*, Univ. de Nantes.
- Darot, M. et Gueguen, Y. (1981). High-temperature creep of forsterite single crystals, *J. Geophys. Res.* **86**, 6219-6234.
- Dawson, P. R. et Wenk, H. R. (2000). Texturing of the upper mantle during convection, *Philosophical Magazine A* **80**, 573-598.
- Debayle, E., Kennett, B. et Priestley, K. (2005). Global azimuthal seismic anisotropy and the unique plate-motion deformation of Australia, *Nature* **433**, 509-512.
- De Bresser, J., Ter Heege, J. et Spiers, C. (2001). Grain size reduction by dynamic recrystallization: can it result in major rheological weakening?, *Int. J. Earth Sci.* **90** (1), 28-45.
- Demouchy, S., Schneider, S. E., Mackwell, S. J., Zimmerman, M. E. et Kohlstedt, D. L. (2009). Experimental deformation of olivine single crystals at lithospheric temperatures, *Geophys. Res. Lett.* **36** (4), L04304.
- Demouchy, S., Tommasi, A., Barou, F., Mainprice, D. et Cordier, P. (2012). Deformation of olivine in torsion under hydrous conditions, *Phys. Earth Planet. Inter.* **202–203** (0), 56-70.
- Detrez, F., Castelnau, O., Cordier, P., Hilairet, N., Merkel, S. et Raterron, P. Rheology of polycrystals lacking four independent slip systems : a multiscale approach applied to olivine, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, (in prep).
- Dixon, N., Durham, W. B., Kohlstedt, D., Mei, S. et Xu, L. (2012). *AGU Fall meeting*, **MR11A-2466**
- Dupas, C., Doukhan, N., Doukhan, J. C., Green II, H. W. et Young, T. E. (1994). Analytical electron microscopy of a synthetic peridotite experimentally deformed in the olivine stability field, *J. Geophys. Res.* **99**, 15821-15832.
- Durham, W. B. et Goetze, C. (1977a). Plastic flow of oriented single crystals of olivine: 1. Mechanical data, *J. Geophys. Res.* **82** (36), 5737-5753.
- Durham, W. B. et Goetze, C. (1977b). A comparison of the creep properties of pure forsterite and iron-bearing olivine, *Tectonophysics* **40**, T15-T18.

## REFERENCES

- Durham, W. B., Goetze, C. et Blake, B. (1977). Plastic flow of oriented single crystals of olivine: 2. Observations and interpretations of the dislocation structures, *J. Geophys. Res.* **82 (36)**, 5755-5770.
- Durham, W. B., Froidevaux, C. et Jaoul, O. (1979). Transient and steady-state creep of pure forsterite at low stress, *Phys. Earth Planet. Inter.* **19**, 263-274.
- Durham, W. B. et Rubie, D. C. (1997). Properties of Earth and Planetary Materials at High Pressure and Temperature dans *Geophysical Monograph Series*, M. H. Manghnani & Y. Syono, (63-70), Washington DC: AGU.
- Durham, W. B., Weidner, D. J., Karato, S.-i. et Wang, Y. (2002). New Developments in Deformation Experiments at High Pressure, *Rev. Mineral. Geochem.* **51 (1)**, 21-49.
- Durham, W. B., Mei, S., Kohlstedt, D., Wang, L. et Dixon, N. (2009). New measurements of activation volume in olivine under anhydrous conditions, *Phys. Earth Planet. Inter.* **172 (1-2)**, 67-73.
- Durinck, J., Legris, A. et Cordier, P. (2005). Pressure sensitivity of olivine slip systems: first-principle calculations of generalised stacking faults, *Phys. Chem. Miner.* **32 (8-9)**, 646-654.
- Durinck, J., Devincere, B., Kubin, L. et Cordier, P. (2007). Modeling the plastic deformation of olivine by dislocation dynamics simulations, *Am. Mineral.* **92 (8-9)**, 1346-1357.
- Dziewonski, A. M. et Anderson, D. L. (1981). Preliminary reference Earth model, *Phys. Earth Planet. Inter.* **25**, 297-356.
- Evans, B. et Goetze, C. (1979). The temperature variation of hardness of olivine and its implication for polycrystalline yield stress, *J. Geophys. Res.* **84**, 5505-5024.
- Faul, U. H., Fitz Gerald, J. D., Farla, R. J. M., Ahlefeldt, R. et Jackson, I. (2011). Dislocation creep of fine-grained olivine, *J. Geophys. Res.* **116**, B01203.
- Fei, Y. (1995). Thermal expansion dans *A handbook of physical constants, Mineral Physics & Crystallography.*, T. J. Ahrens, **2**, 64-97. Washington, DC: A. G. U.
- Friedel, J. (1967). Dislocation. Oxford: Pergamon Press.
- Frost, D. et Dolejs, D. (2007). Experimental determination of the effect of H<sub>2</sub>O on the 410-km seismic discontinuity, *Earth and Planetary Science Letters* **256**, 182-195.
- Gaboriaud, R. J., Darot, M., Gueguen, Y. et Woigard, J. (1981). Dislocations in olivine indented at low temperatures, *Phys. Chem. Minerals* **7**, 100-104.
- Girard, J., Chen, J., Raterron, P. et Holyoke, C. W. (2010). Deformation of single crystal sample using D-DIA apparatus coupled with synchrotron X-rays: In situ stress and strain measurements at high pressure and temperature, *Journal of Physics and Chemistry of Solids* **71**, 1053-1058.

- Girard, J., Chen, J., Raterron, P. et Holyoke, C. W. (2013). Hydrolytic weakening of olivine at mantle pressure: Evidence of [100](010) slip system softening from single-crystal deformation experiments, *Phys. Earth Planet. Inter.* **216**, 12–20.
- Green, D. H. et Ringwood, A. E. (1963). Mineral assemblages in a model mantle composition, *J. Geophys. Res.* **68**, 937-945.
- Green, H. W. I. et Borch, R. S. (1987). The pressure dependence of creep, *Acta Metall.* **35 (6)**, 1301-1305.
- Green, H. W. I. et Borch, R. S. (1989). A new molten salt cell for precision stress measurement at high pressure, *Eur. J. Mineral.* **1**, 213-219.
- Griggs, D. T. (1936). Deformation of rocks under high confining pressure, *The Journal of Geology* **44**, 541-577.
- Griggs, D., Turner, F. et Heard, H. (1960). Deformation of rocks at 500°C to 800°C dans *Rock Deformation* **79**, G. S. o. America, 39-104.
- Griggs, D. T. (1967). Hydrolitic weakening of quartz and other silicates, *Geophysical Journal of the Royal Astronomical Society* **14**, 19-31.
- Gueguen, Y. (1977). Dislocations in mantle peridotite nodules, *Tectonophysics* **39 (1-3)**, 231-254.
- Gueguen, Y. (1979). Dislocations in naturally deformed terrestrial olivine: classification, interpretation, applications dans *Bull. Minéral., Geophys. Monogr. Ser.*, A. G. U, 178-183.
- Gueguen, Y. et Darot, M. (1982). Les dislocations dans la forstérite déformée à haute température, *Philos. Mag. A* **45**, 419-442.
- Ham, R. K. (1961). The determination of dislocation densities in thin films, *Philos. Mag.* **6 (69)**, 1183-1184.
- Handin, J. W. (1953). An application of high pressure in geophysics: experimental rock deformation, *Am. Soc. Mech. Eng. Trans.* **75**, 315-325.
- Handy, M. R. (1989). Reformation regimes and the rheological evolution of fault zones in the lithosphere: the effects of pressure, temperature, grainsize and time, *Tectonophysics* **163**, 119-152.
- Hansen, L. N., Zimmerman, M. E. et Kohlstedt, D. L. (2011). Grain boundary sliding in San Carlos olivine: Flow law parameters and crystallographic-preferred orientation, *J. Geophys. Res.* **116**, B08201.
- Hansen, L. N., Zimmerman, M. et Kohlstedt, D. L. (2012). The influence of microstructure on deformation of olivine in the grain-boundary sliding regime, *J. Geophys. Res.* **117**, B09201.

- Hilairet, N., Wang, Y., Sanehira, T., Merkel, S. et Mei, S. (2012). Deformation of olivine under mantle conditions: An in situ high-pressure, high-temperature study using monochromatic synchrotron radiation, *J. Geophys. Res.* **117**, B01203.
- Hirth, G. et Kohlstedt, D. L. (1995). Experimental constraints on the dynamics of the partially molten upper mantle: 2. Deformation in the dislocation creep regime, *J. Geophys. Res.* **100**, 15441-15449.
- Hirth, G. et Kohlstedt, D. L. (1996). Water in the oceanic upper mantle: implications for rheology, melt extraction and the evolution of the lithosphere, *Earth Planet. Sci. Lett.* **144**, 93-108.
- Hirth, G. et Kohlstedt, D. L. (2003). dans *Inside the Subduction Factory*, *Geophys. Monogr. Ser.* **138**, J. Eiler, 85-105, Washington, D. C.
- Irfune, T. (2002). Application of synchrotron radiation and Kawai-type apparatus to various studies in high-pressure mineral physics, *Mineral. Mag.* **66** (5), 769-790.
- Isaak, D. G., Anderson, O. L. et Goto, T. (1989). Elasticity of single-crystal forsterite measured to 1700 K, *J. Geophys. Res.* **94**, 5895-5906.
- Isaak, D. G. (1992). High-temperature elasticity of iron-bearing olivines, *J. Geophys. Res.* **97**, 1871-1885.
- Ishida, H., Miyamoto, N. et K., K. (1976). Determination of the Burgers vector of a dislocation from equal-thickness fringes observed with a plane wave of X-rays, *J. Appl. Crystallogr.* **9**, 240-241.
- Ishida, Y., Ishida, H., Kohra, K. et Ichinose, H. (1980). Determination of the Burgers vector of a dislocation by weak-beam imaging in a HVEM, *Philos. Mag. A* **42**, 453-462.
- Jin, D. H., Karato, S. et Obata, M. (1998). Mechanisms of shear localization in the continental lithosphere: Inference from the deformation microstructures of peridotites from the Ivrea zone, northwestern Italy, *J. Struct. Geol.* **20**, 195-209.
- Joreau, P., Leroux, H. et Doukhan, J. C. (1997). A transmission electron microscope investigation of shock metamorphism in olivine of the Ilafegh 013 chondrite, *Meteorites and Planetary Science* **32**, 309-316.
- Jung, H. (2001). Water-Induced Fabric Transitions in Olivine, *Science* **293**, 1460-1463.
- Jung, H. et Karato, S. (2001a). Effects of water on dynamically recrystallized grain-size of olivine, *J. Struct. Geol.* **23**, 1337-1344.
- Jung, H. et Karato, S. (2001b). Water-Induced Fabric Transitions in Olivine, *Science* **293**, 1460-1463.
- Jung, H., Katayama, I., Jiang, Z., Hiraga, T. et Karato, S. (2006). Effect of water and stress on the lattice-preferred orientation of olivine, *Tectonophysics* **421** (1-2), 1-22.

- Jung, H., Mo, W. et Green, H. W. (2009). Upper mantle seismic anisotropy resulting from pressure-induced slip transition in olivine, *Nature Geoscience* **2** (1), 73-77.
- Karato, S. I., Paterson, M. S. et Fitz Gerald, J. D. (1986). Rheology of synthetic olivine aggregates: Influence of grain size and water, *J. Geophys. Res.* **91** (B8), 8151-8176.
- Karato, S. (1989). Grain growth kinetics in olivine aggregates, *Tectonophysics* **168**, 255-273.
- Karato, S.-I. et Rubie, D. C. (1997). Toward an experimental study of deep mantle rheology: a new multianvil sample assembly for deformation studies under high pressures and temperatures, *J. Geophys. Res.* **102** (B9), 20111-20120.
- Karato, S., Riedel, M. R. et Yuen, D. A. (2001). Rheological structure and deformation of subducted slabs in the mantle transition zone: implications for mantle circulation and deep earthquakes, *Phys. Earth Planet. Inter.* **127**, 83-108.
- Karato, S. I. et Jung, H. (2003). Effects of pressure on high-temperature dislocation creep in olivine, *Philos. Mag.* **83** (3), 401-414.
- Karato, S. I., Jung, H. et Katayama, I. (2009). Geodynamic Significance of Seismic Anisotropy of the Upper Mantle: New Insights from Laboratory Studies, *Annu. Rev. Earth Planet. Sci.* **36** (1), 59-95.
- Karato, S.-i. (2010). Rheology of the Earth's mantle: A historical review, *Gondwana Research* **18**, 17-45.
- Kashima, K., Sunagawa, I. et Sumino, K. (1983). Plastic deformation of olivine single crystals, *Science Reports of the Tohoku University*, **III**, **15**, 281-407.
- Katayama, I., Jung, H. et Karato, S.-i. (2004). New type of olivine fabric from deformation experiments at modest water content and low stress, *Geology* **32**, 1045-1048.
- Katayama, I. et Karato, S. (2006). Effect of temperature on the B- to C-type olivine fabric transition and implication for flow pattern in subduction zones, *Phys. Earth Planet. Inter.* **157**, 33-45.
- Katayama, I. et Karato, S.-i. (2008). Low-temperature, high-stress deformation of olivine under water-saturated conditions, *Phys. Earth Planet. Inter.* **168** (3-4), 125-133.
- Kawazoe, T., Karato, S.-i., Otsuka, K., Jing, Z. et Mookherjee, M. (2009). Shear deformation of dry polycrystalline olivine under deep upper mantle conditions using a rotational Drickamer apparatus (RDA), *Phys. Earth Planet. Inter.* **174** (1-4), 128-137.
- Kinsland, G. L. et Basset, W. A. (1977). Strength of MgO and NaCl polycrystals to confining pressures of 250 kbar at 25°C, *Journal of Applied Physics* **48**, 978-985.
- Kohlstedt, D. L. et Goetze, C. (1974). Low-stress high-temperature creep in olivine single crystals, *J. Geophys. Res.* **79**, 2045-2051.

- Kohlstedt, D. L., Keppler, H. et Rubie, D. C. (1996). Solubility of water in the  $\alpha$ ,  $\beta$  and  $\gamma$  phases of (Mg,Fe) $_2$ SiO $_4$ , *Contrib. Mineral. Petrol.* **123** (4), 345-357.
- Kohlstedt, D. L. et Mackwell, S. J. (1998). Diffusion of hydrogen and intrinsic point defects in olivine, *Zeitschrift Fur Physikalische Chemie-International Journal of Research in Physical Chemistry & Chemical Physics* **207**, 147-162.
- Kohlstedt, D. L. et Wang, Z. (2001). *AGU Fall Meeting*, **T21C-01**
- Kohlstedt, D.L. (2006). Water and rock deformation: The case for and against a climb-controlled creep rate, dans *Water in Nominally Anhydrous Minerals*, H. Keppler and J.R. Smyth, *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, Mineralogical Society of America, **62** (1), 377-396.
- Langenhorst, F., P., Joreau, P. et Doukhan, J.-C. (1995). Thermal and shock metamorphism of the Tenham chondrite: a TEM examination, *Geochimica et Cosmochimica Acta* **59** (9), 1835-1845.
- Leroux, H. (2001). Microstructural shock signatures of major minerals in meteorites, *Eur. J. Mineral.* **13**, 253-272.
- Li, L. (2004). X-ray strain analysis at high pressure: Effect of plastic deformation in MgO, *J. Appl. Phys.* **95**, 8357.
- Li, L., Weidner, D., Raterron, P., Chen, J. H., Vaughan, M., Me, S. H. et Durham, B. (2006). Deformation of olivine at mantle pressure using the D-DIA, *Eur. J. Mineral.* **18** (1), 7-19.
- Liu, W., Li, B., (2006). Thermal equation of state of (Mg $_0.9$ Fe $_{0.1}$ ) $_2$ SiO $_4$  olivine, *Phys. Earth Planet. Inter.* **157** (3-4), 188-195.
- Liebermann, R. C. et Wang, Y. (1992). High-Pressure Research: Application to Earth and Planetary Sciences, *Geophysical Monograph Series*, M. H. Manghnani & Y. Syono, **(67)** 19-31, Washington DC: AGU.
- Mackwell, S. J., Kohlstedt, D. L. et Paterson, M. S. (1985). The role of water in the deformation of olivine single crystals, *J. Geophys. Res.* **90** (B13), 11319-11333.
- Madon, M. et Poirier, J. P. (1983). Transmission electron microscope observation of alpha, beta, gamma (Mg,Fe) $_2$ SiO $_4$  in shocked meteorites: planar defects and polymorphic transitions, *Phys. Earth Planet. Int.* **33**, 31-44.
- Mainprice, D., Tommasi, A., Couvy, H., Cordier, P. et Frost, D. J. (2005). Pressure sensitivity of olivine slip systems and seismic anisotropy of Earth's upper mantle, *Nature* **433**, 731-733.
- Maitland, T. et Sitzman, S. (2007). Scanning Microscopy for Nanotechnology: techniques and applications, W. Zhou & Z. L. Wang, 41-75. New York: *Springer-Verlag*.



- McDonnell, R. D., Peach, C. J., van Roermund, H. L. M. et Spiers, C. J. (2000). Effect of varying enstatite content on the deformation behavior of fine-grained synthetic peridotite under wet conditions, *J. Geophys. Res. B: Solid Earth* **105**, 13535-13553.
- Mei, S. et Kohlstedt, D. L. (2000a). Influence of water on plastic deformation of olivine aggregates: 1. Diffusion creep regime, *J. Geophys. Res.* **105 (B9)**, 21457-21469.
- Mei, S. et Kohlstedt, D. L. (2000b). Influence of water on plastic deformation of olivine aggregates: 2. Dislocation creep regime, *J. Geophys. Res.* **105 (B9)**, 21471-21481.
- Michaut, M. (1981). Etude du fluage de forsterite et d'olivine monocristallines, PhD thesis, PhD thesis, Université Paris-sud.
- Nishihara, Y., Tinker, D., Kawazoe, T., Xu, Y., Jing, Z., Matsukage, K. et Karato, S. (2008). Plastic deformation of wadsleyite and olivine at high-pressure and high-temperature using a rotational Drickamer apparatus (RDA), *Phys. Earth Planet. Inter.* **170 (3-4)**, 156-169.
- Ohuchi, T., Kawazoe, T., Nishiyama, N., Yu, N. et Irifune, T. (2010). Technical development of simple shear deformation experiments using a deformation-DIA apparatus, *J. Earth Sci.* **21**, 523-531.
- Ohuchi, T., Kawazoe, T., Nishihara, Y., Nishiyama, N. et Irifune, T. (2011). High pressure and temperature fabric transitions in olivine and variations in upper mantle seismic anisotropy, *Earth Planet. Sci. Lett.* **304 (1-2)**, 55-63.
- Osugi, J., Shimizu, K., Inoue, K. et Yasunami, K. (1964). A compact cubic anvil high pressure apparatus, *The Review of Physical Chemistry of Japan* **34 (1)**, 1-6.
- Paterson, M. S. et Weaver, C. W. (1970). Deformation of Polycrystalline MgO under Pressure, *Journal of the American Ceramic Society* **53**.
- Paterson, M. S. (1982). The determination of hydroxyl by infrared absorption in quartz, silicate glasses and similar materials, *Bull. Minéral.* **105**, 20-29.
- Paterson, M. S. (1990). The brittle-ductile transition in rocks: The Heard volume, A. G. Duba, W. B. Durham, J. W. Handin & H. F. Wang, 187-194. Washington, DC: A. G. U.
- Paterson, M. S. et Olgaard, D. L. (2000). Rock deformation tests to large shear strains in torsion, *J. Struct. Geol.* **22**.
- Phakey, P., Dollinger, G. et Christie, J. M. (1972). dans Flow and fracture of rocks **16**, *Geophys. Monogr. Ser.*, 117-133.
- Poirier, J.-P. (1975). On the slip systems of olivine, *J. Geophys. Res.* **80**, 4059-4061.
- Poirier, J. P. (1976). Plasticité à haute température des solides cristallins, ed. Eyrolles, Paris, France.

## REFERENCES

- Poirier, J. P. (1985). High-temperature deformation processes in metals, ceramics and minerals dans *Creep of crystals*, C. E. S. Series, 76-93. Cambridge: Cambridge University Press.
- Poirier, J. P. (1995), Plastic rheology of crystals, in *Mineral Physics & Crystallography: A Handbook of Physical Constants*, T. J. Ahrens, **2**, 237–247, AGU, Washington, D. C.
- Poumellec, B. et Jaoul, O. (1984). *Materials Science Research*, dans *Deformation of Ceramic Materials II* **18**, R. Tressler & R. Bradt, 281-305. Springer US.
- Presnall, D. C. (1995). Phase diagrams of Earth-forming minerals dans *Mineral Physics & Crystallography: A Handbook of Physical Constants* **2**, 248–268. Washington, D. C.: T. J. Ahrens.
- Raleigh, C. B. (1968). Mechanisms of plastic deformation of olivine, *J. Geophys. Res.* **73**, 5391-5406.
- Raterron, P., Chen, J., Li, L., Weidner, D. et Cordier, P. (2007). Pressure-induced slip-system transition in forsterite: Single-crystal rheological properties at mantle pressure and temperature, *Am. Mineral.* **92 (8-9)**, 1436-1445.
- Raterron, P., Amiguet, E., Chen, J., Li, L. et Cordier, P. (2009). Experimental deformation of olivine single crystals at mantle pressures and temperatures, *Phys. Earth Planet. Inter.* **172 (1-2)**, 74-83.
- Raterron, P. et Merkel, S. (2009). In situ rheological measurements at extreme pressure and temperature using synchrotron X-ray diffraction and radiography, *J. Synchrotron. Radiat.* **16 (6)**, 748-756.
- Raterron, P., Chen, J., Geenen, T. et Girard, J. (2011). Pressure effect on forsterite dislocation slip systems: Implications for upper-mantle LPO and low viscosity zone, *Phys. Earth Planet. Inter.* **188 (1-2)**, 26-36.
- Raterron, P., Girard, J. et Chen, J. (2012). Activities of olivine slip systems in the upper mantle, *Phys. Earth Planet. Inter.* **200-201**, 105-112.
- Raterron, P., Merkel, S. et Holyoke, C. (2013). Axial Temperature Gradient and Stress Measurements in the D-DIA Cell Using Alumina Pistons, *Rev. Sci. Instrum.* **84**-043906
- Rauch, E. F., Veron, M., Portillo, J., Bultreys, D., Maniette, Y. et Nicolopoulos, S. (2008). Automatic Crystal Orientation and Phase Mapping in TEM by Precession Diffraction, Microscopy and Analysis Nanotechnology Supplement **Nov. 2008**.
- Relandeau, C. (1981). High temperature creep of forsterite polycrystalline aggregates, *Geophys. Res. Lett.* **8**, 733-736.
- Ross, J. V., Ave'Lallemant, H. G. et Carter, N. L. (1979). Activation volume for creep in the upper mantle, *Science* **203 (4377)**, 261-263.

- Rybacki, E., Renner, J., Konrad, K., Harott, W., Rummel, F. et 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.
- Sachs, G. Z. (1928). *Ver. Deu. Ing.* **72**, 734-736.
- Sharp, T. G., Bussod, G. Y. A. et Katsura, T. (1994). Microstructures in beta-Mg<sub>1.8</sub>Fe<sub>0.2</sub>SiO<sub>4</sub> experimentally deformed at transition-zone conditions, *Phys Earth Planet Interiors* **86**, 69-83.
- Singh, A. K., Balasingh, C., Mao, H.-K., Hemley, R. J. et Shu, J. (1998). Analysis of lattice strains measured under nonhydrostatic pressure, *J. Appl. Phys.* **83** (12), 7567-7575.
- Taylor, G. J. (1938). *J. Inst. Met.* **62**, 307.
- Ter Heege, J. H., De Bresser, J. H. P. et Spiers, C. J. (2004). Composite flow laws for crystalline materials with log-normally distributed grain size: theory and application to olivine, *J. Struct. Geol.* **26** (9), 1693-1705.
- Thurel, E. et Cordier, P. (2003). Plastic deformation of wadsleyite: I. High pressure deformation in compression, *Phys. Chem. Minerals* **30**, 256-266.
- Tingle, T. N., Green, H. W., Scholz, C. H. et Koczyński, T. A. (1993). The Rheology of faults triggered by the Olivine Spinel transformation in Mg<sub>2</sub>GeO<sub>4</sub> and its implications for the mechanism of deep-focus earthquakes, *J. Struct. Geol.* **15**, 1249-1256.
- Tommasi, A., Mainprice, D., Canova, G. R. et Chastel, Y. (2000). Viscoplastic self-consistent and equilibrium-based modeling of olivine lattice preferred orientations: Implications for the upper mantle seismic anisotropy, *J. Geophys. Res.* **105**, 7893-7908.
- Turner, F. J., Griggs, D. T., Clark, R. H. et Dixon, R. H. (1956). Deformation of Yule marble. part VII: Development of oriented fabrics at 300-500°C, *Geological Society of America Bulletin* **67**, 1259-1294.
- Van Der Wal, D., Chopra, P. N., Drury, M. R. et Gerald, J. D. F. (1993). Relationships between dynamically recrystallized grain size and deformation conditions in experimentally deformed olivine rocks, *Geophys. Res. Lett.* **20** (14), 1479-1482.
- Wang, Y., Durham, W. B., Getting, I. C. et Weidner, D. J. (2003). The deformation-DIA: A new apparatus for high temperature triaxial deformation to pressures up to 15 GPa, *Rev. Sci. Instrum.* **74** (6), 3002.
- Wang, Y., Rivers, M., Sutton, S., Nishiyama, N., Uchida, T. et Sanehira, T. (2009). The large-volume high-pressure facility at GSECARS: A "Swiss-army-knife" approach to synchrotron-based experimental studies, *Phys. Earth Planet. Inter.* **174**, 270-281.
- Wang, Z. (2002). Effects of Pressure and Water on the Kinetic Properties of Olivine, *PhD thesis*, University of Minnesota.

## REFERENCES

Weidner, D. J., Wang, Y. et Vaughan, M. T. (1994). Yield strength at high pressure and temperature, *Geophys. Res. Lett.* **21**, 753-756.

Weidner, D., Wang, Y., Chen, G., Ando, J. I. et Vaughan, M. T. (1998). *Geophysical Monograph*, dans *Properties of Earth and Planetary materials at high pressure and temperature* **101**, 473-482. A. G. U.

Weidner, D. J. (1998). Reviews in Mineralogy, Vol. 37, Ultrahigh Pressure Mineralogy: *Physics and Chemistry of the Earth's Deep Interior*, R. J. Hemley, 493-524. Washington, DC: Mineralogical Society of America.

Weidner, D. J., Vaughan, M. T., Wang, L., Long, H., Li, L., Dixon, N. A. et Durham, W. B. (2010). Precise stress measurements with white synchrotron x rays, *Rev. Sci. Instrum.* **81 (1)**, 013903.

Yamazaki, D. et Karato, S.-i. (2001). High-pressure rotational deformation apparatus to 15 GPa, *Rev. Sci. Instrum.* **72**, 4207.

Zener, C. et Hollomon, J. H. (1944). Effect of Strain Rate Upon Plastic Flow of Steel *Journal of Applied Physics* **15 (1)**, 22-32.

Zeuch, D. H. et Green, H. W. (1977). Naturally decorated dislocations in olivine from peridotite xenoliths, *Contrib. Mineral. Petrol.* **62**, 141-151.

Zha, C.-s., Duffy, T. S., Downs, R. T., Mao, H.-K. et Hemley, R. J. (1996). Sound velocity and elasticity of single-crystal forsterite to 16 GPa, *J. Geophys. Res.* **101**, 17535-17545.

Zha, C.-s., Duffy, T. S., Downs, R. T., Mao, H.-K. et Hemley, R. J. (1998). Brillouin scattering and X-ray diffraction of San Carlos olivine direct pressure determination to 32 GPa, *Earth Planet. Sci. Lett.* **159**, 25-33.

Zhao, Y. H., Li, X. F., Zimmerman, M. et Kohlstedt, D. L. (2009). Simple shear deformation experiment on iron rich olivine aggregates, *Acta Petrol. Sin.* **25 (10)**, 2687-2693.

## **ANNEXES**



# *In situ* quantitative analysis of stress and texture development in forsterite aggregates deformed at 6 GPa and 1373 K

Caroline Bollinger,\* Sébastien Merkel and Paul Raterron

Unité Matériaux et Transformations, Université Lille 1, CNRS, F-59655, Villeneuve d'Ascq, France.  
Correspondence e-mail: caroline.bollinger@ed.univ-lille1.fr

Received 28 October 2011  
Accepted 6 February 2012

The investigation of materials plastic properties at high pressure is a fast-growing field, owing to the coupling of high-pressure deformation apparatuses with X-ray synchrotron radiation. In such devices, materials strain and strain rate are measured by time-resolved radiography, while differential stress is deduced from the elastic response of the  $d$  spacing of the crystallographic planes as measured by X-ray diffraction. Here a new protocol is presented, which allows the *in situ* measurement of stress and texture development in aggregates deformed at high pressure for experiments carried out with the recently installed ten-element energy-dispersive detector at the X17B2 beamline of the National Synchrotron Light Source (Brookhaven National Laboratory, Upton, NY, USA). Cycling deformation of a forsterite specimen was carried out at a pressure of  $\sim 6$  GPa and a temperature of  $\sim 1373$  K, using a deformation-DIA apparatus. Diffraction peak energies are analysed in terms of differential stress and principal stress direction, while the intensities of peaks obtained at different azimuths are analysed in terms of lattice preferred orientation (LPO). The development and evolution of a marked LPO, with the (010) plane perpendicular to the compression axis, is observed *in situ* during the run and is confirmed by electron backscatter diffraction measurements on the run product.

© 2012 International Union of Crystallography  
Printed in Singapore – all rights reserved

## 1. Introduction

In the dislocation creep regime, lattice preferred orientation (LPO) in deformed aggregates results from the reorientation of grains within the aggregate under the effect of dislocation movements, applied stress and the surrounding grains. Dislocation slip-system activity depends on the differential stress and thermodynamic parameters such as temperature ( $T$ ) and pressure ( $P$ ).

In this study, a polycrystal of  $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$  forsterite ( $\text{Fo}_{100}$ ) is plastically deformed at  $P \simeq 6$  GPa and  $T \simeq 1373$  K, in a deformation-DIA apparatus (D-DIA) coupled with 'white' X-ray synchrotron radiation. Forsterite, the Mg end member of olivine solid solution, is elastically anisotropic (Zha *et al.*, 1996) with few dislocation slip systems, leading to the formation of marked LPO on deformation. It is also an important compound in geology since olivine is the main constituent of the Earth's upper mantle. Information on olivine deformation at high pressure is thus critical to better constrain the upper-mantle rheology, and to interpret seismological data that sample textures in deformed rocks.

Simultaneous *in situ* recording of sample strain, stress and LPO in high-pressure deformation apparatus remains a difficult task and an active field of development. While this procedure is sometimes available on synchrotron beamlines using monochromatic beams (*e.g.* Miyagi *et al.*, 2008; Hilairt

*et al.*, 2012), most experiments performed on energy-dispersive beamlines such as X17B2 at the National Synchrotron Light Source (Brookhaven National Laboratory, Upton, NY, USA) are usually limited to the estimation of sample stress and strain (*e.g.* Durham *et al.*, 2002; Li *et al.*, 2006; Burnley & Zhang, 2008; Amiguet *et al.*, 2009). Recently, a new permanent ten-element energy-dispersive multi-detector was installed at this beamline. The system was designed to provide stress measurements with a precision of about 10 MPa for silicate minerals, far greater than the previous systems (Weidner *et al.*, 2010). The aim of this article is to present a new protocol using this new detector, which allows the collection *in situ* of detailed information on the stress environment, including movement of the principal stress direction and LPO development in plastically deforming aggregates with low symmetry.

## 2. Deformation experiment

Experiments with on-line D-DIA apparatuses have been extensively described (*e.g.* Durham *et al.*, 2002; Raterron & Merkel, 2009; Wang *et al.*, 2009). The important features of this apparatus and the one specific to our experiment are described below. In the D-DIA, a cubic pressure medium is compressed between six anvils using the main ram (Fig. 1). Under pressure, deformation is promoted by moving forward

## research papers

the top and bottom (vertical) anvils, both mounted onto independent rams, while maintaining the oil pressure in the apparatus main ram at a constant level. This allows the four lateral anvils to retract in compensation of the forward motion of the vertical anvils, hence maintaining the medium volume and pressure at a constant level. Such geometry promotes axisymmetric compression of the pressure medium at constant  $P$  and  $T$ , with a maximum achievable strain of about 40%. Cycling deformation, by moving the vertical anvils alternately forward and backward is also possible in the D-DIA. In the present experiment, cycling deformation of a forsterite sample was carried out using five tungsten carbide (WC) anvils together with one back lateral anvil made of sintered diamond. The role of the sintered-diamond anvil, relatively transparent to the hard X-ray beam, is to ensure transmission of the diffracted beams arising from the sample toward the energy-dispersive multi-detector placed downstream (see details below).

### 2.1. Sample and cell assembly

The forsterite specimen used in this study was obtained by grinding down pieces of a single crystal of pure forsterite ( $\text{Fo}_{100}$ ) in an alumina mortar, reducing it to a fine-grained powder at the binocular scale (average grain size typically  $\sim 10\ \mu\text{m}$ ). The starting  $\text{Fo}_{100}$  crystal was provided by Takaya Nagai (Okaido University, Japan).

Fig. 2(a) shows a schematic cross section of the 6.15 mm-edge cubic cell used here. This deformation cell assembly has been successfully used previously to investigate materials deformation properties at high pressure (e.g. Durham *et al.*, 2009; Amiguet *et al.*, 2009; Raterron *et al.*, 2009; Girard *et al.*, 2010; Raterron *et al.*, 2011).

The pressure medium consists of a mixture of 5:1 epoxy and boron, transparent to X-rays. The  $\text{Fo}_{100}$  powder is loaded

between two machinable-alumina pistons in a cylindrical hole (2 mm length at run conditions and 1.2 mm in diameter) at the centre of the cell. The role of the machinable-alumina pistons is (i) to accommodate part of the cold-compression deformation, and (ii) while hard sintered at run conditions, to ensure the transmission of strain onto the specimen during deformation. Pistons and specimen are thus stacked up in the compression column within a boron nitride (BN) sleeve. Rhenium foils (25  $\mu\text{m}$  thick) strongly absorb the X-rays. They are placed between the pistons and the forsterite sample in order to mark the specimen ends by absorption contrast on the X-ray radiographs collected during deformation (see Fig. 2b and §2.2).

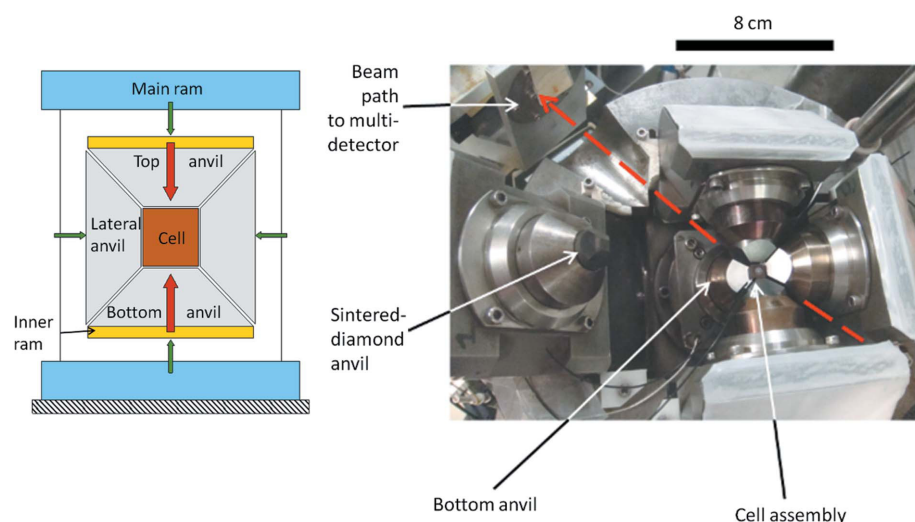
Heat is generated with a cylindrical graphite furnace, separated from the boron-epoxy medium by an alumina sleeve. The temperature is measured using two horizontal W3%Re–W25%Re thermocouples (no pressure correction), which junctions are placed next to the sample *via* holes made through the furnace. The uncertainty on  $T$ , mostly due to gradients within the cell, has been previously calibrated in a similar cell to less than  $20\ \text{K mm}^{-1}$ . Given the size of our specimen, we estimate the uncertainty on the forsterite sample temperature to be  $\pm 50\ \text{K}$ . However, temperature gradients are expected over the whole column and temperatures in the alumina piston can be up to 200 K lower than that of the sample. This will have to be accounted for in the pressure and stress calculations.

### 2.2. Deformation conditions

The forsterite powder and the pressure medium were cold compressed for about 3 h to the desired pressure of 6 GPa. The temperature was then increased by steps: it was first ramped up to 373 K for 8 min, then to 873 K for 9 min and finally to the run temperature of  $T \simeq 1373\ \text{K}$  for 30 min. After

the first two steps, the temperature was kept constant, allowing the cell to plastically adjust to the new temperature. The temperature was then maintained for 45 min at 1373 K before deformation was begun. The purpose of this final annealing is threefold: to relax the internal stress accumulated in the cell during cold compression, to ensure high-temperature sintering of the specimen and pistons, and to restore specimen cold-compression damage.

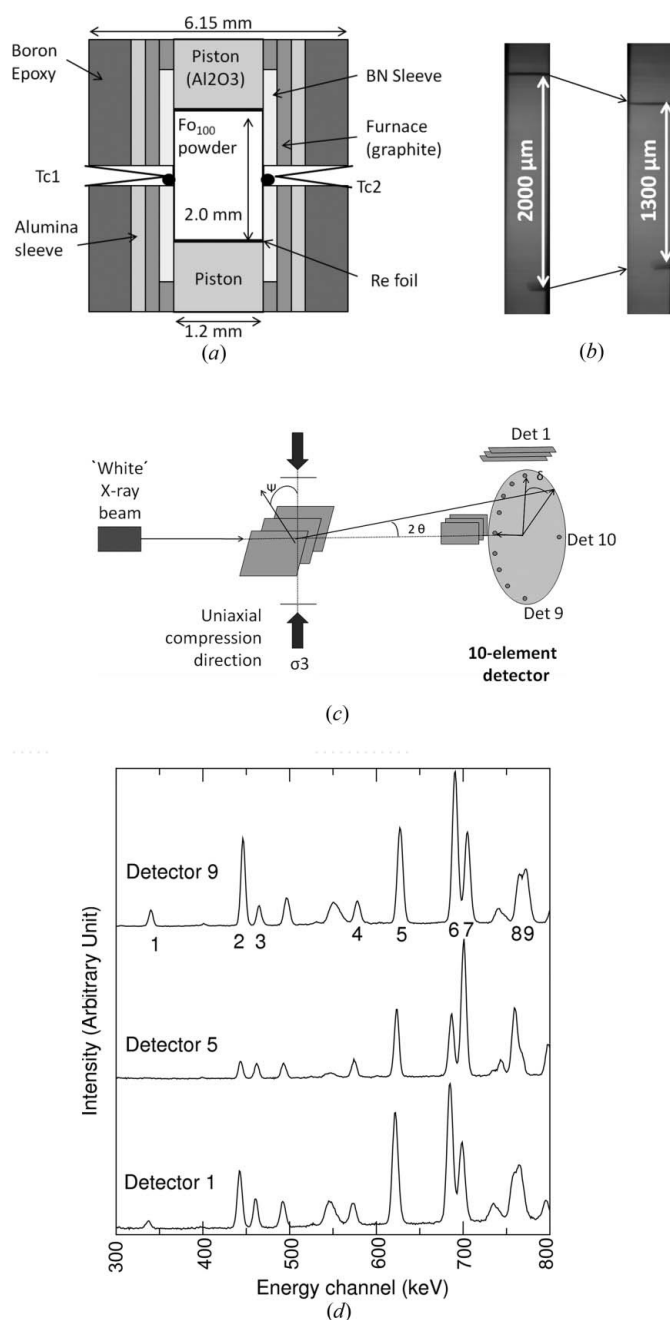
Three subsequent steps of deformation were then performed: (i) step 1 in axial compression by advancing the top and bottom (vertical) anvils at a strain rate of  $3.3\ (2) \times 10^{-5}\ \text{s}^{-1}$ , resulting in a shortening of the sample by 23%; (ii) step 2 in lateral compression by retracting the vertical anvils at a strain rate of  $-1.0\ (1) \times 10^{-5}\ \text{s}^{-1}$ , inducing an elongation of 16.0%; and



**Figure 1**

Left: scheme illustrating the principles of the D-DIA with one pair of lateral anvils, and the vertical anvils. The white square surrounding the anvils represents the oil that is intended to maintain at a constant level the confining pressure (small green arrows) applied by the main ram. Larger red arrows show the forward motion of the vertical anvils due to the movement of the inner ram. Right: photograph of the cell assembly surrounded by the back-sintered diamond anvil, the three other lateral anvils and the bottom anvil (the top anvil is not visible).



**Figure 2**

(a) Cross section of the cell assembly used for the three-step experiment. Tc1 and Tc2 are the thermocouples in contact with the forsterite powder. The Re foils permit us to follow the forsterite sample strain using radiography. (b) X-ray radiograph of the forsterite sample at the beginning and the end of the three-step experiment at 6 GPa and 1373 K. The length of the sample is measured using the contrast of the Re foils placed between the powder and the pistons. (c) Schematic (adapted from Raterron & Merkel, 2009) of the sample and the ten-element multi-detector during the experiment. The first nine elements are evenly distributed every  $22.5^\circ$ , over a range of  $180^\circ$ . The tenth detector is placed  $90^\circ$  before the start of the nine-element system. Each detector collects energy-dispersive diffraction spectra. (d) Example of diffraction spectra from the forsterite powder for detectors 1, 5 and 9 versus energy channel. Peak No. 1 corresponds to the 020 line, No. 2 to 021, No. 3 to 101, No. 4 to 002, No. 5 to 130, No. 6 to 131, No. 7 to 112, No. 8 to 041 and No. 9 to 210. The 020 peak is absent on the  $180^\circ$  azimuth (on detector 5), while it is present on detectors 1 and 9. Similarly, the intensities for 131 and 112 vary with orientation, i.e. detector number.

(iii) step 3 in axial compression at  $1.2 (1) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  for a shortening of 24.7% of the cell. This resulted in a 61.2% cumulated strain over the whole experiment. During each of these steps, the vertical pistons were advanced or retracted at a constant rate, which translated into a specimen constant positive (compression) or negative (extension) strain rate  $\dot{\varepsilon}$ . This cyclic deformation is a nonstop process of moving the pistons back and forth with no adjustment time between each cycle. During deformation, the specimen strain  $\varepsilon$  and strain rate  $\dot{\varepsilon}$  were measured by X-ray radiography, while  $P$  and the differential stress  $\tau$  experienced by the specimen were determined after the run by analysing the X-ray diffraction data (see next section). Details on  $P$ ,  $T$ , differential stress  $\tau$ , sample strain  $\varepsilon$  and strain rate  $\dot{\varepsilon}$  for each step are reported in Table 1. At the end of the run, the specimen was quenched by turning off the furnace power, while both D-DIA vertical anvils were stopped. The pressure was then decreased gradually to room pressure for about 90 min.

During decompression, the length of the sample was kept constant by manually adjusting the vertical anvil positions to preserve the microstructures. Electron backscatter diffraction (EBSD) was then used to investigate the run-product texture (see details below).

### 2.3. X-ray data collection

At the NSLS X17B2 beamline, a polychromatic X-ray beam in the range 14–100 keV is generated by a superconducting wiggler. X-ray imaging and diffraction data are collected during the run. Switching from the imaging mode to diffraction mode is performed by moving the front slits. During the present experiment, diffraction spectra from the top alumina piston, the centre of the sample and the bottom piston (Fig. 2a), as well as images of the whole assembly, were collected alternately. Diffraction spectra were collected for a live time of 200 s, and one image was recorded approximately every 300 s, between each diffraction spectrum collection.

**2.3.1. Imaging mode.** In imaging mode, the front slits are removed and the large incident beam goes through the D-DIA front-anvil gap, across the sample and cell assembly. Specimen radiographs (Fig. 2b) are collected downstream on a YAG crystal fluorescing under the X-rays, and recorded with a CCD camera (Vaughan *et al.*, 2000). On time-resolved radiographs, the Re foils placed at the sample ends appear as black marks, allowing measurement of sample length ( $l$ ) as a function of time. Sample strain is then calculated as  $\varepsilon = \ln(l_0/l)$ , where  $l_0$  is the initial sample length; deducing the strain rate  $\dot{\varepsilon}$  is then straightforward.

**2.3.2. Diffraction mode and the ten-element multi-detector.** In diffraction mode, the front slits are inserted to reduce the cross section of the incident beam to  $100 \times 100 \mu\text{m}$ . X-rays diffracted by either a piston or the sample can then be collected using the multi-detector placed downstream, behind a conical slit (Fig. 2c). The conical slit imposes a diffraction angle  $\theta$  (here,  $2\theta = 6.6^\circ$ ). It also reduces the diffraction volume by collecting only the diffracted beams arising from a small volume at its virtual tip. When the system is properly aligned, the investigated material sits at the virtual tip of the conical

**Table 1**

Conditions in the steady state for each step of the three-step experiment: duration, pressure, differential stress, sample strain and strain rate, and orientation of the principal stress direction.

Results for pressure and stress are provided for the forsterite sample (For) and both bottom (btm) and top (top) alumina pistons. The pressure and stress for forsterite were calculated assuming  $T = 1373$  K, as measured by the thermocouples placed close to the sample. For the alumina pistons, they were calculated assuming both  $T = 1373$  K and  $T = 1173$  K in order to assess the effect of possible temperature gradients in the assembly. Values in parentheses are standard uncertainties and refer to the least significant digits.

|        |         |      | Pressure P (GPa) |            |            |            |            |               | $\tau = \sigma_3 - \sigma_1$ (MPa) |               |               |               |             |     | Sample strain rate<br>$10^{-5} \dot{\epsilon}$ (s <sup>-1</sup> ) | Cumulated sample strain<br>$\epsilon$ (%) | Step sample strain<br>$\epsilon$ (%) | Steady state step sample strain<br>$\epsilon$ (%) | Angle (° $\beta$ ) |     |     |
|--------|---------|------|------------------|------------|------------|------------|------------|---------------|------------------------------------|---------------|---------------|---------------|-------------|-----|-------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------|--------------------------------------|---------------------------------------------------|--------------------|-----|-----|
|        |         |      | 1373 K           |            | 1373 K     |            | 1173 K     |               | 1373 K                             |               | 1373 K        |               | 1173 K      |     |                                                                   |                                           |                                      |                                                   |                    |     |     |
|        |         |      | For              | Btm        | Top        | Btm        | Top        | For           | Btm                                | Top           | Btm           | Top           | For         | Btm |                                                                   |                                           |                                      |                                                   | Top                | For | Btm |
| Step 1 | Axial   | 1h48 | 6.7<br>(3)       | 7.9<br>(2) | 6.5<br>(1) | 6.4<br>(2) | 5.2<br>(2) | 700<br>(200)  | 1260<br>(500)                      | 1020<br>(200) | 1300<br>(150) | 1100<br>(120) | 3.3<br>(2)  | 23  | 23                                                                | 16                                        | 85                                   | 105                                               | 87                 |     |     |
| Step 2 | Lateral | 2h10 | 6.4<br>(1)       | 7.1<br>(2) | 5.6<br>(1) | 5.8<br>(2) | 4.4<br>(2) | −800<br>(150) | −450<br>(150)                      | −800<br>(100) | −450<br>(100) | −800<br>(100) | −1.0<br>(1) | 39  | 16                                                                | −7                                        | 90                                   | 90                                                | 70                 |     |     |
| Step 3 | Axial   | 2h01 | 6.8<br>(3)       | 7.1<br>(4) | 6.4<br>(3) | 6.2<br>(2) | 5.3<br>(2) | 1200<br>(600) | 1300<br>(400)                      | 1140<br>(300) | 1500<br>(130) | 1200<br>(100) | 1.2<br>(1)  | 64  | 25                                                                | 15                                        | 90                                   | 95                                                | 85                 |     |     |

slit; most collected X-rays are then representative of this material, with very limited pollution from other parts of the cell assembly.

Diffraction data were collected using the ten-element energy-dispersive multi-detector recently installed at X17B2 (Weidner *et al.*, 2010, and Fig. 2c). The ten independent elements of the multi-detector are disposed on a circle of 140 mm diameter, in order to optimize the coverage of diffracting-plane orientations relative to the load axis. Nine of the elements (numbered 1–9) are disposed along  $180^\circ$  of a circle, separated from each other by  $22.5^\circ$ ; the last element (numbered 10) is at  $90^\circ$  from this semi-circle. Each element is characterized by an azimuth angle  $\eta$ , which in the present study is  $0^\circ$  for element 10,  $90^\circ$  for element 1 and  $270^\circ$  for element 9.

Since the D-DIA back-anvil gap is vertical, the X-rays diffracted toward the vertical elements of the multi-detector (numbered 1 and 9) are directly collected. However, the X-rays diffracted laterally, toward the lateral elements (2–8 and 10), must go across one of the back anvils before reaching the detectors. We thus used one sintered-diamond back anvil, relatively transparent to X-rays, in order to collect diffraction data with the lateral elements of the detector (numbered 2–8). The X-ray counts for these elements are attenuated as a result of X-ray absorption by the sintered-diamond anvil. In the following, we will call this effect the ‘shadow effect’ of the back anvil. No data were collected at pressure with detector element 10 since the other back anvil, made of tungsten carbide, was opaque to X-rays.

During collection, ten diffraction spectra can be collected simultaneously. In our experiment, detector 7 was out of order, resulting in a final count of eight working detectors. Each of the eight working elements was calibrated at the beginning of the experiment, using a standard alumina powder diffraction spectrum collected before closing the press. Besides the well known alumina peak positions,  $^{57}\text{Co}$  decay peaks also appear on all spectra because of the presence of a Co radioisotope source in the vicinity of the multi-detector. These  $^{57}\text{Co}$  decay peaks along with the diffraction of the alumina standard were adjusted with a second-order fit in order to determine precisely the relationship between channel

number and energy as well as the diffraction angle  $2\theta$  for each element of the multi-detector.

**2.3.3. Geometrical conversions.** Each detector collects X-rays diffracted from grains in specific orientations with respect to the principal stress direction. Elements 1 and 9 collect diffraction spectra from subhorizontal diffracting planes, while element 5 collects X-rays from vertical diffracting planes. The other elements collect data from diffracting planes in intermediate orientations. The angle  $\psi$ , between the normal of a given diffracting plane and the vertical direction – which in the D-DIA in compression is the principal stress direction – is related to the azimuth angle  $\eta$  of a given element by the relation

$$\cos \psi = \cos \theta \cos \eta. \quad (1)$$

This characteristic allows measurement of variations in  $d$  spacing (Fig. 2d) for given crystallographic planes as a function of their orientation with respect to the vertical direction. Such data are critical when measuring the principal stress direction, or calculating the differential stress applied on a given material. Besides information about stress, information about sample texture can be deduced from the comparison of peak intensities in the spectra collected with different elements of the multi-detector (Fig. 2d). This requires, however, normalization of the diffraction spectra to account for the sensitivity of each element to the X-rays as well as for the anvil ‘shadow effect’.

### 3. Diffraction data processing

#### 3.1. Mean pressure and stress

Peaks collected for the alumina pistons and the forsterite sample were fitted using *Plot85* (<http://www.mpi.stonybrook.edu/NSLS/X17B2/Support/Plot85/plot85.htm>). For alumina, we fitted  $d$  spacings for the 012, 104, 110, 113, 024 and 116 first-order diffraction lines, alternately, in the top and bottom pistons. For forsterite, we fitted when possible the  $d$  spacings for the 020, 021, 101, 002, 130, 131 112, 041 and 210 first-order diffraction lines. Alumina peaks are sharper and much more

consistent at high temperature, leading to a greater accuracy of the obtained pressure and stress values.

To extract stress and pressure, the measured  $d$  spacings were fitted using the *Polydefix* software (<http://merkel.zoneo.net/Multifit>). The fit is based on the model of Singh *et al.* (1998), which relates the lattice elastic strains to the applied stress and the elastic properties of the material. In axial geometry, the stress applied onto the sample can be expressed as

$$\sigma_{ij} = \begin{vmatrix} \sigma_1 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_1 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_3 \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} \sigma_p & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_p & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_p \end{vmatrix} + \begin{vmatrix} -\tau/3 & 0 & 0 \\ 0 & -\tau/3 & 0 \\ 0 & 0 & 2\tau/3 \end{vmatrix} \\ = \sigma_p + D_{ij}, \quad (2)$$

where  $\sigma_1$  and  $\sigma_3$  are the radial and axial stress components,  $\tau = \sigma_3 - \sigma_1$  is the differential stress,  $\sigma_p$  the hydrostatic pressure, and  $D_{ij}$  the deviatoric stress tensor. For a polycrystal the measured  $d$  spacing can be expressed as (Singh *et al.*, 1998)

$$d_{hkl}^m = d_{hkl}^0 [1 + (1 - 3 \cos^2 \psi) Q_{hkl}], \quad (3)$$

where  $d_{hkl}^m$  is the measured  $d$  spacing for a given  $hkl$  line,  $d_{hkl}^0$  is the  $d$  spacing for this  $hkl$  line under hydrostatic pressure  $\sigma_p$ ,  $\psi$  is the angle between the diffracting plane normal and the principal stress direction, and  $Q_{hkl}$  is the lattice strain parameter.

Hydrostatic parameters  $d_{hkl}^0$  are then used to calculate the hydrostatic unit-cell volumes of each phase which, in turn, are used to calibrate the hydrostatic mean pressure using the equations-of-state of alumina (Anderson *et al.*, 1992) and forsterite (Zha *et al.*, 1996).

In the model of Singh *et al.* (1998),  $Q_{hkl}$  is a function of the elastic compliance  $S_{ij}$ , and the differential stress component  $\tau$  can be calculated using

$$\tau \propto (6G) \langle Q_{hkl} \rangle, \quad (4)$$

where  $G$  is the shear modulus of the aggregate under  $\sigma_p$ . Note that this model does not account for stress heterogeneities and stress relaxation induced by plastic deformation (Weidner *et al.*, 2004). More sophisticated approaches based on self-consistent models have been developed (Burnley & Zhang, 2008; Merkel *et al.*, 2009, 2012) but have not been successfully transferred to olivine (Hilaret *et al.*, 2012). Improving the self-consistent models to match the behaviour of polycrystalline forsterite goes beyond the scope of this paper.

Axial stresses deduced from forsterite and olivine using X-rays are not always consistent and are very prone to the effects of plastic deformation (*e.g.* Raterron *et al.*, 2009; Hilaret *et al.*, 2012). Therefore, in the rest of the analysis, we will rely on the average stress measured in the alumina pistons. During the experiment, pressure and stress appear systematically higher in the bottom alumina piston (Table 1). This is probably related to temperature gradients within the sample assembly. In order to account for these, the pressure and stresses in the alumina pistons were recalculated assuming a 200 K temperature difference between the pistons and the sample (Table 1), and these values will be used for the rest of

the paper. Further experiments, however, will be needed to clarify this point.

Fig. 3(a) shows experimental 110  $d$  spacings measured for alumina during deformation step 1 in axial compression, deformation step 2 in lateral compression and deformation step 3 in the second axial compression, together with the fit of the data using equation (3). In axial compression, the  $d$  spacings are minimal for elements 1 and 9, which sample planes almost perpendicular to the maximum stress direction, while the  $d$  spacings are at a maximum value for element 5 (minimum stress direction). The opposite occurs during deformation step 2 in bi-axial lateral compression. During the three deformation steps, the mean pressure remains relatively constant (between 5.3 and 6.0 GPa), with a decrease during step 2 (Table 1 and Fig. 3b). The mean stress deduced from the top and bottom pistons (Fig. 3c) increases at the beginning of step 1 from 850 to 1300 MPa, then remains constant at about 1100 MPa between 8 and 23% sample strain. During deformation step 2, the axial strain decreases from 23% back to 7%, while the stress is reversed to a negative value of -650 MPa. During step 3 in the second axial compression, the sample strain increases from 7 to 32% and the stress is again positive up to ~1400 MPa.

### 3.2. Principal stress direction

In axial compression, the principal stress direction can be characterized by the angle  $\beta$  with the horizontal direction: when compression is strictly vertical,  $\beta = 90^\circ$ .  $\beta$  can be deduced by adjusting the azimuth of crystallographic planes exhibiting a minimal  $d$  spacing (Fig. 3a). Table 1 shows the  $\beta$  values measured at the top and bottom pistons for each step of deformation. The variations of  $\beta$  with deformation are shown in Fig. 3(d) for deformation steps 1 and 3. During step 1 (first axial compression),  $\beta$  in the bottom piston increases to reach  $110^\circ$  at  $\varepsilon = 7\%$ , then decreases to  $100^\circ$  at  $\varepsilon = 20\%$ ; in the top piston, it first decreases to reach  $82^\circ$  at  $\varepsilon = 7\%$ , then increases to  $87^\circ$  at  $\varepsilon = 23\%$ . During step 3 (second axial compression),  $\beta$  decreases in the bottom piston to reach  $95^\circ$  at the end of the run, while in the top piston it increases and reaches  $89^\circ$ . These results show that, during the compression experiment in the D-DIA at 1373 K, the principal stress direction is not always along the vertical axis, but may lie up to  $10^\circ$  off this axis. The origin of this misorientation is likely to be slight misorientations of the top and bottom pistons during the deformation of the cell as shown below.

### 3.3. Textures

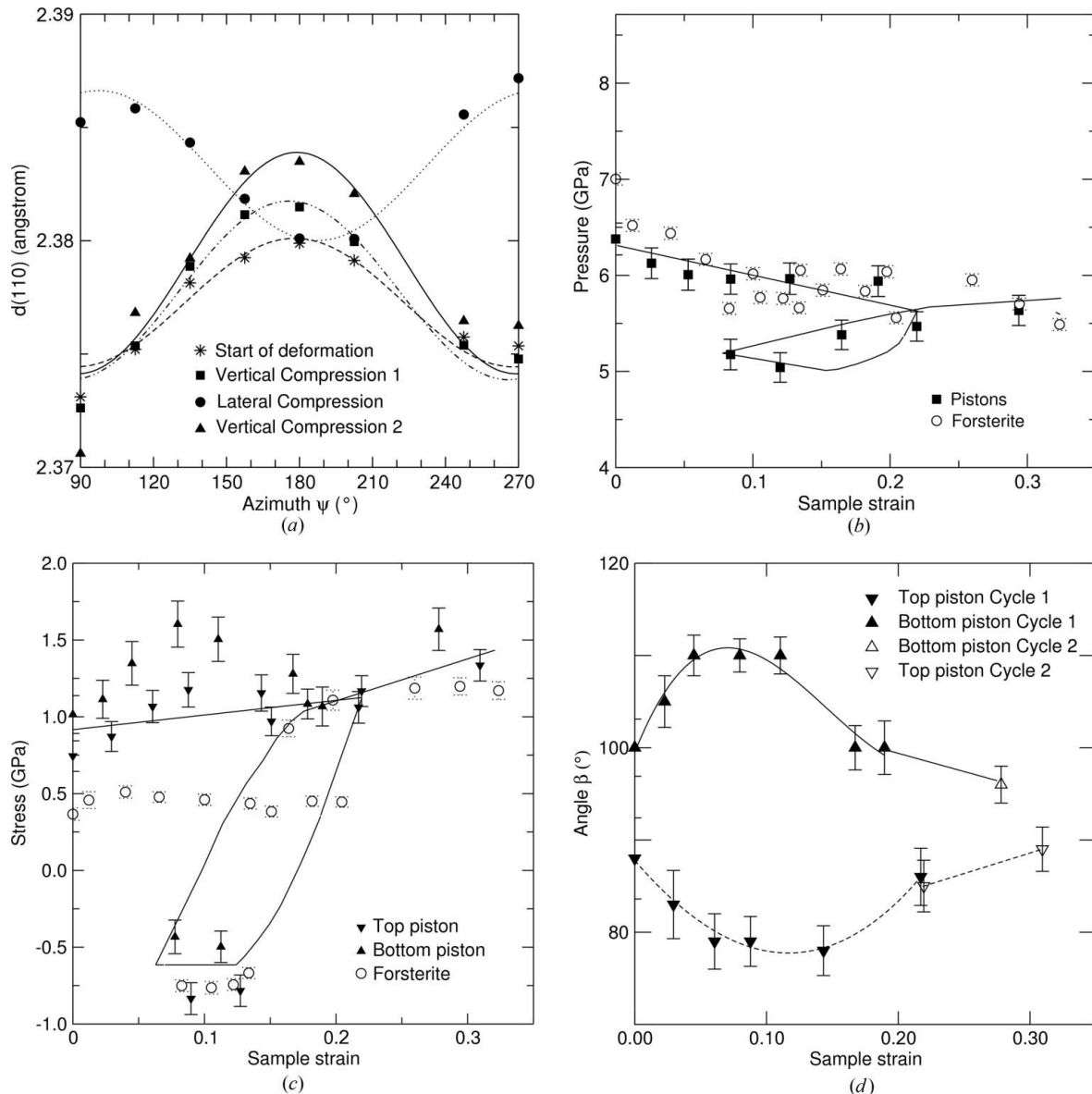
Sample LPO, *i.e.* grain orientation statistics in the deformed aggregate, can be measured *in situ* using the variation of diffraction peak intensities with orientation. Using the present set up, diffraction spectra are collected every  $22.5^\circ$ , measured from the azimuth. The software *Polydefix* was used to interpolate intensities between detector elements in order to obtain data every  $5$  or  $10^\circ$  as is necessary for texture analysis. However, the comparison between diffraction peak intensities from different detectors requires a correction of the 'shadow' effect due to X-ray absorption by the D-DIA back anvil, as

## research papers

well as a normalization of the different responses (sensitivities) of the multi-detector elements.

**3.3.1. Detector count normalization.** Fig. 4(a) shows the alumina-peak relative intensity as typically measured with all elements during compression of the cell. In this figure, the cradle shape affecting the counts from element to element results from both the D-DIA back-anvil ‘shadow’ effect and the sensitivities of different elements to the X-rays. The shadow effect is visible, for instance, in the low intensity affecting elements 3–6; while differences in element sensitivities are visible when comparing, for instance, elements 1 and 9

where no ‘shadow’ effect is observed. Since all elements collect X-rays arising from comparable alumina volumes, one can use the sum of all alumina-peak intensities per element to normalize their individual responses. Fig. 4(b) shows the sum of alumina-peak intensities per element, as normalized with the total alumina counts for element 5. This sum – which integrates both the element sensitivity and the X-ray absorption due to the ‘shadow’ effect – can be used as a correction/normalization factor: dividing the raw peak intensity by this factor allows the correction of both sensitivity and ‘shadow’ effects. The resulting corrected peak intensities can then be



**Figure 3**

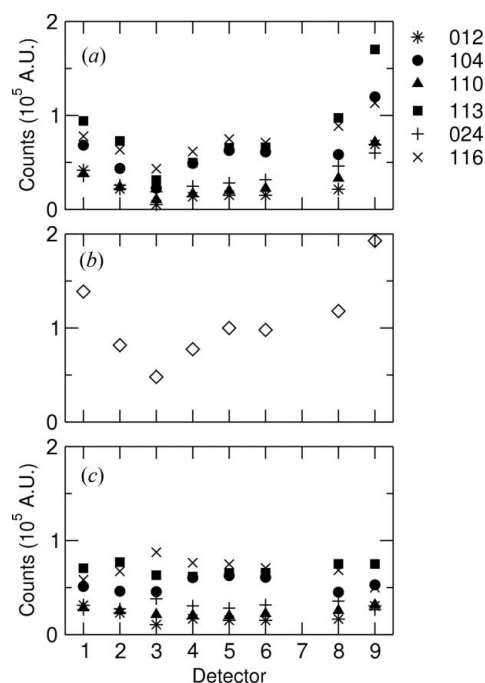
(a) Measured and fitted 110 alumina  $d$  spacings *versus* orientation. Stars, squares, circles and triangles indicate data collected at the beginning of the run, at the end of the first step of axial compression, at the end of the lateral compression and at the end of the run, in axial compression again, respectively. Symbols represent experimental data and lines are the results of fits of the lattice strain equation. (b) Evolution of the mean pressure during the three-step experiment *versus* sample strain. Filled squares and open circles are data measured in the alumina pistons and forsterite sample, respectively. The pressure remained constant at about 6 GPa during the whole run. (c) Evolution of the mean stress *versus* strain. Solid triangles and open circles indicate data measured in the pistons and in the forsterite sample, respectively. An inversion of the stress field is observed when alternating between lateral and axial (vertical) compression. Stresses do not start from 0 because of the hardening of the alumina pistons during the cold compression. Lines are guides to the eye through the piston experimental data. (d) Orientation of the maximum stress direction  $\beta$  measured in the alumina pistons *versus* sample strain for both axial compression steps. For clarity, data measured during lateral compression have been omitted.

compared for spectra from different elements of the multi-detector to obtain texture information. Fig. 4(c) shows the alumina-spectra intensities shown in Fig. 4(b) after correction.

An application is now available in the *Polydefix* software that allows plotting of the diffraction data corrected for element-sensitivity and 'shadow' effects. To operate this correction, the user can choose any element as reference. Correction factors can thus be calculated for any series of spectra collected at a given time. This allows the user to follow possible evolutions of these factors during the run. Such evolution can be due, for instance, to changes in element responses to the X-rays for long run duration, or changes in the geometry of diffraction, *i.e.* changes in anvil-gap width *etc.*

It is worth noticing here that the present correction protocol can be applied to any other material, yet the resulting correction factors (*e.g.* Fig. 4b) are more accurately determined when using aggregates exhibiting weak or no LPO. Although possible LPO effects are smoothed by the summation of all peak intensities in a given diffraction spectrum, such effects can still affect the resulting correction factors. Applying this method to alumina aggregates leads to accurate correction factors, while less accurate factors are obtained using diffraction spectra arising from olivine. This is probably because deformed olivine aggregates often exhibit strong LPOs. Therefore, we used the alumina-piston spectra to calculate element correction factors. We also verified that using top-piston or bottom-piston spectra, or spectra arising from different areas in a given piston, did not significantly affect the resulting correction factors.

**3.3.2. Texture development in deformed forsterite.** After normalization of the diffraction spectra arising from the



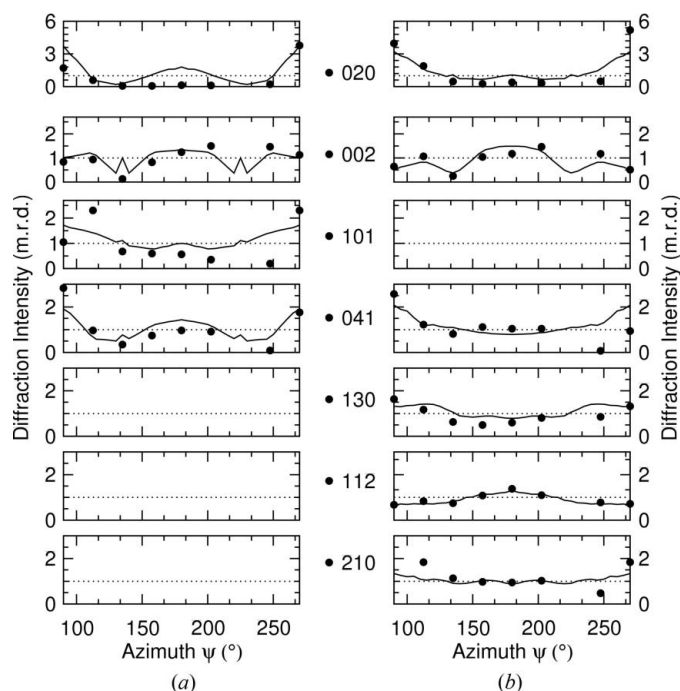
**Figure 4**

(a) Raw alumina intensity versus detector number, with a cradle shape (during this run, detector 7 was out of order); (b) correction factor versus detector number; (c) corrected alumina intensity versus detector number.

deformed forsterite, the remaining variation in peak intensity with orientation is representative of the aggregate LPO. The aggregate texture can thus be extracted from peak-intensity variations between elements of different azimuths.

The texture can be represented by an orientation distribution function (ODF). The ODF is required to estimate anisotropic physical properties of polycrystals such as elasticity or plasticity (Kocks *et al.*, 1998) and can be calculated using the variation in diffraction intensity with orientation using tomographic algorithms such as *WIMV* (Matthies & Vinel, 1982), as implemented in the *BEARTEX* package (Wenk *et al.*, 1998). This technique has been successfully applied to measure textures and deduce active high-pressure deformation mechanisms (Wenk *et al.*, 2006). Before intensity correction, the software can only adjust for four forsterite poles (020, 002, 101 and 041; Fig. 5a). After correction (Fig. 5b), six forsterite poles can be fitted (020, 002, 041, 130, 112 and 210), improving the accuracy of the fit. In Fig. 5(b), one can see a marked maximum intensity for the 010 pole in the compression direction, representative of forsterite texture at the end of the run.

This protocol was applied to each series of spectra (at given times) for the whole set of experimental data. From the obtained ODFs, inverse poles figures were calculated (Fig. 6). There is no marked LPO in the forsterite sample before pressurization, as shown by the open press spectra. However, texture developments can be observed during cold compres-



**Figure 5**

Diffraction intensities versus orientation for forsterite at the end of the experiment. Circles are experimental data and lines are recalculated from the ODF. Experimental intensities have been scaled to those of the ODF, expressed in multiples of random distribution (m.r.d.). (a) ODF calculated from raw data using peaks 020, 002, 101 and 041; (b) ODF calculated from data corrected for detector sensitivity and shadow effect for peaks 020, 002, 041, 130, 210 and 112.

## research papers

sion. A marked LPO is observed after deformation step 1 (first axial compression), with the (010) plane oriented normal to the compression direction. This texture is then lost, with a nearly random orientation after deformation step 2 (lateral compression); it is restored at the end of the run after deformation step 3 (second axial compression).

### 4. Discussion and conclusion

Using the full potential of the new ten-element multi-detector installed at NSLS X17B2, we show here that, in addition to the *in situ* measurement of differential stress values, the orientation of the principal stress direction, texture developments and evolution in the sample can be observed *in situ* during deformation at extreme *P* and *T* conditions in the D-DIA.

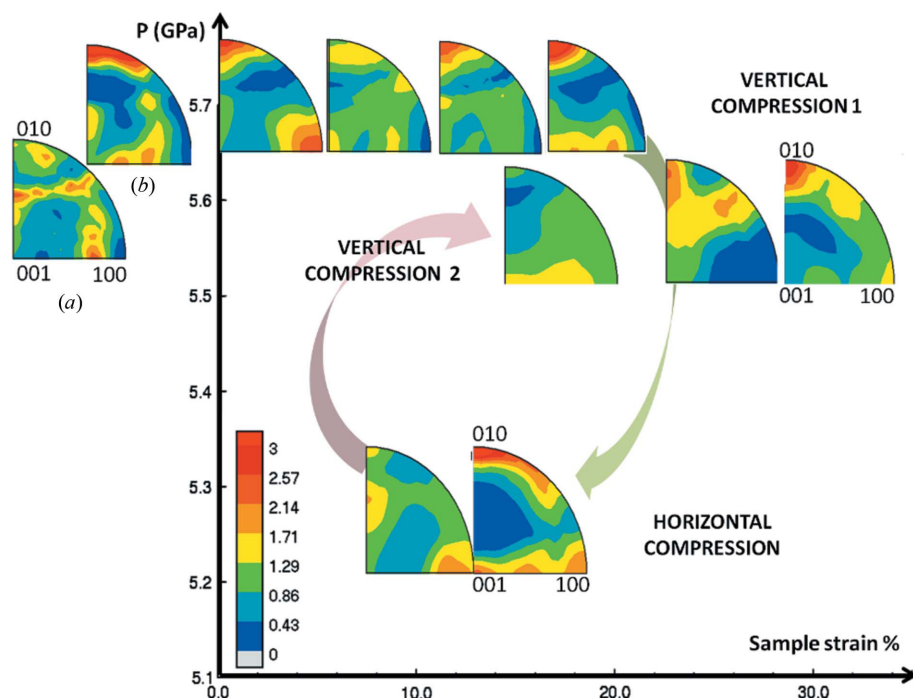
During this experiment (denoted run FOR65), we observed a high stress value at the beginning of the deformation. This initial deviatoric stress is due to the cold compression while the alumina pistons become harder and denser. Upon deformation, we observed a reversal of the stress field upon lateral compression with respect to the axial compression at steps 1 and 3: the stresses and strain rate become negative while sample strain is decreasing (Fig. 3c). This result was expected and has been previously reported during cycling deformation experiments at high temperature in the D-DIA (Li *et al.*, 2006) but gives us confidence in our analysis. Stress values measured in the top piston slightly differ from those measured in the bottom piston. This shows that moderate stress gradients of the order of 22% are present in the D-DIA cell during deformation at 1373 K, consistent with previous reports (*e.g.* Amiguet *et al.*, 2009).

The stress magnitude significantly decreases from 1100 MPa to −650 MPa during the lateral compression with respect to deformation step 1, which translates into a decrease of sample strain rate from  $3.3 \times 10^{-5}$  to  $-1.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  (Table 1). This result is consistent with previous reports on the forsterite strain rate dependence on differential stress: assuming a classical power law, we find a stress exponent  $n \simeq 2$ , while stress exponents ranging from 1.3 and 2.7 have been reported for small grain size aggregates and single-crystal deformation, respectively (*e.g.* Darot & Gueguen, 1981; Ji *et al.*, 2001). However, the large differential stress [1400 (120) MPa] observed during deformation step 3 cannot be reconciled with the observed strain rate of  $1.2 \times 10^5 \text{ s}^{-1}$  unless it is assumed that the actual stress in step 3 was significantly lower than the measured nominal value (taking into account stress uncertainty). Another possible explanation is that the forsterite sample experienced significant strain hardening during deformation, leading to a significant increase of the flow stress for a given strain rate at the end of the run. Strain hardening may indeed have occurred during the run: at 1373 K restoration processes are limited in forsterite, and the FOR65 sample cumulated strain is in excess of 60% taking into account all three deformation steps.

It is critical to obtain accurate constraints on the principal stress direction and actual stress values when studying the rheology of materials at high pressure. Here, we show that diffraction data can be used for *in situ* measurement of orientation variations of a few degrees, and to follow these variations throughout the run. In the case of run FOR65, the observed misorientations are small and probably due to piston

misorientations. Fig. 7 shows a cross section of the FOR65 run product. One can see in this figure that both top and bottom pistons are slightly off the cell-assembly axis, exhibiting tilts of a few degrees consistent with those measured *in situ* by X-ray diffraction. Such small tilts do not significantly affect the stress field experienced by the sample, *i.e.* in the D-DIA during axial deformation, assuming a vertical principal stress direction is reasonable. However, in other high-pressure devices with more complex geometry – *e.g.* shear deformation experiments in multi-anvil apparatus, Kawai-type deformation cell or the rotational Drickamer apparatus (see Raterron & Merkel, 2009) – accurate measurement of the principal stress direction may be critical to accurately measure the applied stress.

Another important result is the new protocol to measure *in situ* texture developments in materials deformed at high pressure. In order to test this protocol and the obtained textures, EBSD measurements were carried out



**Figure 6**

Inverse pole figures of the compression direction for forsterite as a function of pressure and strain during deformation: (a) collected with the press open, at room pressure and temperature, at the beginning of the experiment; (b) collected at ~6 GPa and room temperature, just before heating the sample. Equal area projection. Linear scale in m.r.d.

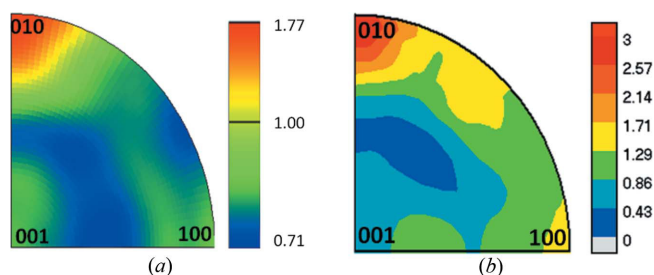


on the FOR65 run product using the CamScan Crystal Probe X500FE installed at Géosciences Montpellier, France. Fig. 8(a) shows the obtained inverse pole figure of the compression direction, while the inverse pole figure measured *in situ* by X-ray diffraction at the end of run FOR65 is shown in Fig. 8(b). The good agreement between the two inverse pole figures validates the proposed protocol for *in situ* measurement of sample texture using 'white' X-ray diffraction. These figures, as well as the inverse pole figure obtained at the end of deformation step 1 (see Fig. 6), exhibit marked maxima for the 010 pole. Even if an initial maximum is observed in cold compression, this texture is regenerated upon the second compression, performed at high temperature. The development of such texture in the deformed aggregate strongly suggests that (i) forsterite is deformed by dislocation creep during the run and (ii) dislocations glide preferentially in the (010) plane. This suggests that [100](010) and/or [001](010) dislocation slip systems were dominant at 6 GPa and 1373 K. This result is consistent with previous reports on olivine aggregate deformation at mantle *P* and *T* conditions (e.g. Jung *et al.*, 2009; Ohuchi *et al.*, 2011), which, again, gives us confidence in the new protocol for *in situ* texture measurement at high pressure presented here.



**Figure 7**

Cross section of the FOR65 run product. The white solid lines represent the axial direction; the dotted lines show the effective tilt  $\beta$  of both of the pistons from the axial direction.



**Figure 8**

(a) Inverse pole figure of the compression direction of the FOR65 run product obtained using EBSD; (b) inverse pole figure obtained using the last forsterite diffraction spectra for this same FOR65 run. Equal area projection. Linear scale in m.r.d.

The authors thank Jennifer Girard (Florida International University, USA) and Caleb Holoyoke (Texas A&M University, USA) for their assistance at the X17-B2 beamline, as well as Fabrice Barou (Université de Montpellier, France) for the EBSD investigation using the CamScan X500FE Crystal Probe at the Université of Montpellier. This research was supported by the Consortium for Materials Properties Research in Earth Sciences under NSF Cooperative Agreement EAR 06-49658, as well as the Agence Nationale de la Recherche grant BLAN08-2\_343541 'Mantle Rheology'.

## References

- Amiguet, E., Raterron, P., Cordier, P., Couvy, H. & Chen, J. (2009). *Phys. Earth Planet. Inter.* **177**, 122–129.
- Anderson, O. L., Isaak, D. & Oda, H. (1992). *Rev. Geophys.* **30**, 57–90.
- Burnley, P. C. & Zhang, D. (2008). *J. Phys. Condens. Matter*, **20**, 285201.
- Darot, M. & Gueguen, Y. (1981). *J. Geophys. Res.* **86**, 6219–6234.
- Durham, W. B., Mei, S., Kohlstedt, D. L., Wang, L. & Dixon, N. A. (2009). *Phys. Earth Planet. Inter.* **172**, 67–73.
- Durham, W. B., Weidner, D. J., Karato, S. & Wang, Y. (2002). *Rev. Mineral. Geochem.* **51**, 21–49.
- Girard, J., Chen, J., Raterron, P. & Holyoke, C. (2010). *J. Phys. Chem. Solids*, **71**, 1053–1058.
- Hilalret, N., Wang, Y., Sanehira, T., Merkel, S. & Mei, S. (2012). *J. Geophys. Res.* **117**, B01203.
- Ji, S., Wang, Z. & Wirth, R. (2001). *Tectonophysics*, **341**, 69–93.
- Jung, H., Mo, W. & Green, H. W. (2009). *Nat. Geosci.* **2**, 73–77.
- Kocks, U. F., Tomé, C. N. & Wenk, H.-R. (1998). *Texture and Anisotropy: Preferred Orientations and Their Effects on Material Properties*, p. 675. Cambridge University Press.
- Li, L., Weidner, D., Raterron, P., Chen, J., Vaughan, M., Mei, S. & Durham, B. (2006). *Eur. J. Mineral.* **18**, 7–19.
- Matthies, S. & Vinel, G. W. (1982). *Phys. Status Solidi B*, **112**, 111–114.
- Merkel, S., Gruson, M., Wang, Y., Nishiyama, N. & Tomé, C. N. (2012). *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.* **20**, 024005.
- Merkel, S., Tomé, C. & Wenk, H.-R. (2009). *Phys. Rev. B*, **79**, 1–13.
- Miyagi, L., Nishiyama, N., Wang, Y., Kubo, A., West, D. V., Cava, R. J., Duffy, T. S. & Wenk, H. R. (2008). *Earth Planet. Sci. Lett.* **268**, 515–525.
- Ohuchi, T., Kawazoe, T., Nishihara, Y., Nishiyama, N. & Irifune, T. (2011). *Earth Planet. Sci. Lett.* **304**, 55–63.
- Raterron, P., Amiguet, E., Chen, J., Li, L. & Cordier, P. (2009). *Phys. Earth Planet. Inter.* **172**, 74–83.
- Raterron, P., Chen, J., Geenen, T. & Girard, J. (2011). *Phys. Earth Planet. Inter.* **188**, 26–36.
- Raterron, P. & Merkel, S. (2009). *J. Synchrotron Rad.* **16**, 748–756.
- Singh, A. K., Balasingh, C., Mao, H.-K., Hemley, R. J. & Shu, J. (1998). *J. Appl. Phys.* **83**, 7567–7575.
- Vaughan, M., Chen, J., Li, L., Weidner, D. & Li, B. (2000). *17th Airapt Conference: Science and Technology of High Pressure*, pp. 1097–1098. Hyderabad: Universities Press.
- Wang, Y., Rivers, M., Sutton, S., Nishiyama, N., Uchida, T. & Sanehira, T. (2009). *Phys. Earth Planet. Inter.* **174**, 270–281.
- Weidner, D. J., Li, L., Davis, M. & Chen, J. (2004). *Geophys. Res. Lett.* **31**, 1–4.
- Weidner, D. J., Vaughan, M. T., Wang, L., Long, H., Li, L., Dixon, N. A. & Durham, W. B. (2010). *Rev. Sci. Instrum.* **81**, 1–5.
- Wenk, H. R., Lonardelli, I., Merkel, S., Miyagi, L., Pehl, J., Speziale, S. & Tommaseo, C. E. (2006). *J. Phys. Condens. Matter*, **18**, S933–S947.
- Wenk, H.-R., Matthies, S., Donovan, J. & Chateigner, D. (1998). *J. Appl. Cryst.* **31**, 262–269.
- Zha, C.-S., Duffy, T. S., Downs, R. T., Mao, H.-K. & Hemley, R. J. (1996). *J. Geophys. Res.* **101**, 17535–17545.





Elsevier Editorial System(tm) for Physics of the Earth and Planetary Interiors  
Manuscript Draft

Manuscript Number:

Title: Olivine rheology in dislocation creep: revisiting experimental data to 8 GPa.

Article Type: SI:High-Pressure Research

Keywords: San Carlos olivine; rheology; aggregate; single crystal; dislocation creep; high pressure; D-DIA

Corresponding Author: Ms. Caroline Bollinger,

Corresponding Author's Institution: UMET - Université Lille 1

First Author: Caroline Bollinger

Order of Authors: Caroline Bollinger; Sébastien Merkel; Paul Raterron; Patrick Cordier

**Abstract:** The rheology of polycrystalline San Carlos olivine is investigated on synchrotron beamline in the Deformation-DIA (D-DIA) at pressure (P) between 3 and 8 GPa, temperature (T) within 1373 - 1673 K, and at steady-state strain rates ranging from  $7 \times 10^{-6}$  to  $3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Investigation of run products by transmission electron microscopy (TEM) reveals microstructures characteristic of the so-called "dislocation creep regime"; Fourier transform infrared (FTIR) measurements reveal hydroxyl concentrations within 150 - 1200 ppm H/Si (Paterson's calibration), indicating 'wet' conditions of deformation. Comparison with previously published 'wet' deformation data, assuming a stress exponent  $n = 3.5$  in classical power law, results in a linear dependence of the activation enthalpy with P, i.e. in the activation volume  $V^* = 13 \pm 5 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ . This activation volume also accounts for previous data on 'dry' olivine aggregate deformation. Comparison of the strain rate obtained here for polycrystals with that obtained previously for single crystals indicates that intracrystalline deformation mechanisms, such as dislocation glide and climb, account for typically less than 40% of the aggregate total strain. Therefore, in the dislocation creep regime, typically more than 60% of 'wet' olivine aggregate high-T deformation is accommodated by mechanisms operating at grain boundaries, such as grain-boundary diffusion or sliding.

# OLIVINE RHEOLOGY IN DISLOCATION CREEP: REVISITING EXPERIMENTAL DATA TO 8 GPa

Caroline Bollinger\*, Sébastien Merkel, Paul Raterron, Patrick Cordier

Unité Matériaux Et Transformations (UMET), CNRS, Université Lille 1, F-59655 Villeneuve d'Ascq, France

\*Corresponding author: [Caroline.Bollinger@ed.univ-lille1.fr](mailto:Caroline.Bollinger@ed.univ-lille1.fr)

## ABSTRACT

The rheology of polycrystalline San Carlos olivine is investigated on synchrotron beamline in the Deformation-DIA (D-DIA) at pressure ( $P$ ) between 3 and 8 GPa, temperature ( $T$ ) within 1373 - 1673 K, and at steady-state strain rates ranging from  $7 \times 10^{-6}$  to  $3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Investigation of run products by transmission electron microscopy (TEM) reveals microstructures characteristic of the so-called “dislocation creep regime”; Fourier transform infrared (FTIR) measurements reveal hydroxyl concentrations within 150 - 1200 ppm H/Si (Paterson's calibration), indicating ‘wet’ conditions of deformation. Comparison with previously published ‘wet’ deformation data, assuming a stress exponent  $n = 3.5$  in classical power law, results in a linear dependence of the activation enthalpy with  $P$ , i.e. in the activation volume  $V^* = 13 \pm 5 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ . This activation volume also accounts for previous data on ‘dry’ olivine aggregate deformation. Comparison of the strain rate obtained here for polycrystals with that obtained previously for single crystals indicates that intracrystalline deformation mechanisms, such as dislocation glide and climb, account for typically less than 40% of the

22 aggregate total strain. Therefore, in the dislocation creep regime, typically more than 60% of  
23 'wet' olivine aggregate high- $T$  deformation is accommodated by mechanisms operating at  
24 grain boundaries, such as grain-boundary diffusion or sliding.

25 Keywords: *San Carlos olivine; rheology; aggregate; single crystal; dislocation creep; high*  
26 *pressure; D-DIA.*

27

28

29 **INTRODUCTION**

30 Lattice preferred orientations (LPO) produced in olivine aggregate deforming in  
 31 dislocation creep are a key for the interpretation of upper mantle seismic velocity anisotropy  
 32 in terms of mantle flows (e.g., Gung et al., 2003; Kneller et al., 2005). Similarly, the  
 33 rheological properties of olivine constrain geodynamic processes such as upper-mantle  
 34 thermal convection and post-seismic relaxation (e.g., Gerya et al., 2002; Van Keken et al.,  
 35 2002; Freed and Burgmann, 2004; Kneller et al., 2007). Olivine aggregate plasticity in  
 36 dislocation creep is reasonably well documented at high temperatures ( $T$ ) and low pressure  
 37 ( $P < 3$  GPa) (e.g., Carter and Ave'Lallemant, 1970; Durham and Goetze, 1977; Durham et al.,  
 38 1977; Karato et al., 1986; Mei and Kohlstedt, 2000a, b; Hirth and Kohlstedt, 2003; Demouchy  
 39 et al., 2009; Faul et al., 2011) and recent advances in high- $P$  deformation devices (Yamazaki  
 40 and Karato, 2001; Wang et al., 2003; a review in Raterron and Merkel, 2009) now allow the  
 41 investigation of olivine rheology over the whole  $P$ - $T$  range of the upper mantle (Durham et  
 42 al., 2009; Ohuchi et al., 2011; Hilairet et al., 2012; Dixon et al., 2012). Despite those  
 43 advances, olivine flow law parameters remain poorly constrained at high  $P$ .

44 In classical power law creep, the effect of  $P$  on aggregate strain rate is quantified using  
 45 an activation volume  $V^*$  (Eq. 1). Reported values, however, range from 0 to  $27 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$   
 46 (Table 1, e.g., Ross et al., 1979; Green and Borch, 1987; Borch and Green, 1989; Karato and  
 47 Rubie, 1997; Kohlstedt and Wang, 2001; Wang, 2002; Karato and Jung, 2003; Li et al., 2006;  
 48 Durham et al., 2009; Kawazoe et al., 2009). Also, the effect of  $P$  on deformation mechanisms  
 49 at grain boundary remains unclear. At low  $P$ , dynamic recrystallization (Van Der Wal et al.,  
 50 1993; De Bresser et al., 2001; Ter Heege et al., 2004) and grain boundary sliding (Hansen et

al., 2011; Hansen et al., 2012), the later leading to superplastic behavior for small grain aggregates (Hiraga et al., 2010), have been reported but nothing is known regarding the effect of  $P$  on such mechanisms.

At the crystal scale, experimental data and calculations suggest a pressure-induced transition in the dominant dislocation slip systems, translating into changes in the produced LPO in the deformed polycrystals (e.g. Couvy, 2004; Durinck et al., 2005; Durinck et al., 2007; Raterron et al., 2007; Raterron et al., 2009; Jung et al., 2009; Raterron et al., 2012). For single crystals, this transition occurs between 6 and 9 GPa at 1673 K (Raterron et al., 2009), and its effect on aggregate plasticity remains to be constrained (e.g., Mainprice et al., 2005; Ohuchi et al., 2011; Raterron et al., 2011). At low  $P$ , changes in dominant dislocation slip systems have been attributed to the effect of increasing hydroxyl content ( $C_{OH}$ ) dissolved in olivine crystals (Karato and Jung, 2003; Jung et al., 2006). It has also been reported that small  $C_{OH}$  softens significantly olivine low- $P$  plasticity, by about one order of magnitude on the strain rate (Poumellec and Jaoul, 1984; Mackwell et al., 1985; Hirth and Kohlstedt, 2003; Demouchy et al., 2012). In high  $P$  experiments, however, controlling and/or maintaining crystal  $C_{OH}$  is challenging (Durham et al., 2009; Otsuka and Karato, 2011) and actual measurements of high  $C_{OH}$  on olivine rheology at high- $P$  have only been performed in single crystals (Girard et al., *in press*). Overall, more work is necessary in order to understand the respective effects of  $P$  and  $C_{OH}$  on olivine flow mechanisms.

Here we report new results from high  $P$ - $T$  deformation experiments performed on San Carlos olivine aggregates up to 8 GPa and 1673 K. Together with previous data, these results are interpreted in the aim of better understanding the respective effects of  $P$  and  $C_{OH}$  on olivine plasticity and lead to an activation volume of  $V^* = 13 \pm 5 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ . We then present

a comparison between olivine single crystal and polycrystal rheology and show that, in the dislocation creep regime, deformation mechanisms (to be identified) operating at grain boundaries contribute to more than 60% of the aggregate strain.

## I. EXPERIMENTAL DETAILS

Deformation experiments were performed in the Deformation-DIA apparatus (D-DIA, Durham et al., 2002; Wang et al., 2003) at the X17B2 beamline of the National Synchrotron Light Source (Upton, NY, USA), at  $P$  ranging from 3 to 8 GPa,  $T$  in the range 1373-1673 K and at controlled strain rates  $\dot{\epsilon}$  ranging from  $7 \times 10^{-6}$  to  $3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  (Table 2).

### *Starting material, $a_{\text{Opx}}$ and $f\text{O}_2$ conditions*

The starting material was prepared by grounding down one gem quality single crystal of San Carlos Olivine ( $\text{Mg}_{0.9}\text{Fe}_{0.1}\text{SiO}_4$ ) in an alumina-mortar, reducing it to a fine-grained powder at the optical scale (average grain size  $\sim 10 \text{ }\mu\text{m}$ ). The starting olivine crystal was dry, as verified by Fourier's transform infrared spectroscopy (FTIR, details below). The dry powder was mixed with a small fraction of natural Fe-bearing enstatite powder (5 wt. %) in order to buffer the orthopyroxenes (Opx) activity ( $a_{\text{Opx}} = 1$ ) and limit grain growth during deformation at high temperature. Each olivine specimen was simultaneously deformed with a forsterite specimen (pure  $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$  + 5 wt. % enstatite) - both materials separated by metal foils and alumina powder to avoid contact. Forsterite rheological data, however, goes beyond the topic of this study and is not reported here. Oxygen fugacity ( $f\text{O}_2$ ) was not controlled during the runs, to avoid encapsulating the specimens into metal jackets which diffraction lines would reduce the accuracy on stress ( $\sigma$ ) evaluation by X-ray diffraction. However, recovered specimens were transparent with no color alteration related to

oxidation or reduction, and no silica-rich or metallic micro-precipitates resulting from crystal destabilization (e.g., Raterron et al., 2000; Leroux et al., 2003) were observed at the TEM scale. This attests that olivine remained within its Redox stability field during the runs.

### **Experimental set up**

Specimens were loaded into the D-DIA deformation cell (Fig. 1) in between two machinable alumina end plugs; once sintered at high- $P$ , the end plugs become hard pistons. Taking advantage of the ten-element energy-dispersive multi-detector (Weidner et al., 2010),  $P$  and  $\sigma$  were measured *in situ* following the protocol described by Bollinger et al. (2012). Specimen strain ( $\epsilon$ ) and strain rate ( $\dot{\epsilon}$ ) were measured by time-resolved X-ray radiography (Vaughan et al., 2000) from the positions on radiographs of the metal foils placed at sample ends.

In the deformation cell,  $T$  is generated with a sleeve of graphite (the heater) and measured using two horizontal W3%Re-W25%Re thermocouples (no pressure correction) whose junctions are placed at the centre of the cell next to the alumina powder. The uncertainty on  $T$ , mostly due to vertical gradients within the cell, has been calibrated at the centre of this assembly (Raterron et al., *in review*) and can be in excess of  $\sim 150$  K/mm at 1673 K. Given the nominal temperature of the present runs and the size and vertical position of our specimens, we estimate the sample  $T$  uncertainty to  $\pm 100$  K during the run. Temperature gradients in the cell do not affect significantly X-ray diffraction stress measurement from the alumina pistons but they cannot be omitted if measuring the cell pressure from the equation of state alumina. Here,  $T$  gradients have been accounted for in the whole analysis.

## 118 ***Deformation protocol***

119 A total of 8 D-DIA experiments were performed, resulting in 20 steady-state  
 120 deformation conditions in axial compression (Table 2). Most experiments were performed  
 121 following the same protocol. The cell is first pressurized at room  $T$  and then brought to high  
 122  $T$  by supplying power to the graphite heater (Fig. 1). Hydrostatic conditions are maintained  
 123 at high  $T$  for about 1 hour at the onset of the run. This ensures the sintering of pistons and  
 124 specimens, the restoration of specimen damages, and the relaxation of internal stress  
 125 resulting from cold compression. Axisymmetric compression of the cell assembly by  
 126 displacement of D-DIA vertical anvils is initiated after the hydrostatic annealing, and  
 127 maintained at a fixed rate until the desired sample strain (typically several %) at constant  
 128 strain rate is achieved. Several temperature and/or sample strain-rate conditions are usually  
 129 tested during each run (Table 2; Fig. 2), while specimen images and diffraction spectra are  
 130 recorded by X-ray radiography and diffraction, respectively. At the end of the run,  $T$  is  
 131 quenched by turning off the power supply and both D-DIA vertical anvils are stopped.  $P$  is  
 132 then decreased gradually to room- $P$  for 1 to 2 hours. To preserve specimen deformation  
 133 microstructures during decompression, specimen length is maintained constant by adjusting  
 134 the vertical anvil positions. All experiments were performed in axial compression except for  
 135 a few tests during run 267 performed in lateral compression or relaxation (Table 2).

## 136 ***Pressure and stress measurements***

137  $\sigma$  and  $P$  in the D-DIA compression column are measured from  $d$ -spacing variations for  
 138 given planes in different orientations with respect to the principal stress directions (Chen et  
 139 al., 2004). For this measurement, alumina diffraction peaks are sharper and more consistent  
 140 at high  $T$  than those of olivine, leading to a greater accuracy on the obtained  $P$  and  $\sigma$ .



Alumina 012, 104, 110, 113, 024 and 116 first-order diffraction lines of alumina were used using the protocol reported in Bollinger et al. (2012). For this calculation, we systematically assumed that the alumina-piston temperature was 200 K below run nominal  $T$  (Raterron et al., *in review*) and verified, when possible, that  $P$  measured in the alumina pistons and olivine specimens were consistent.  $D$ -spacings were fitted with Plot85 (<http://www.mpi.stonybrook.edu/NSLS/X17B2/Software/software.htm>) and Polydefix (<http://merkel.zoneo.net/Multifit>) using the equation of state and elastic moduli reported by Anderson et al. (1992), and their pressure derivatives reported by Duan et al. (1999). This calculation is based on the equation of Singh et al. (1998) which relates lattice elastic strains,  $P$ ,  $\sigma$ , and elastic properties. This equation does account neither for stress heterogeneities within the aggregate nor for relaxation induced by plastic deformation. Consequently, different  $\sigma$  values are obtained from different  $hkl$  lines. Here, run nominal  $\sigma$  is obtained by averaging the values of  $\sigma$  obtained using different alumina  $hkl$  lines (weighted mean stress). More sophisticated approaches based on elastoplastic self-consistent aggregate modeling can be used to measure more accurately the “true” differential stress (see Li et al., 2004; Burnley and Zhang, 2008; Merkel et al., 2009). In the case of alumina, averaging  $hkl$ -line stresses gives reasonable estimates for the “true” differential stress (Raterron et al., *in review*). In all cases, steady state conditions of deformation were achieved when constant strain rate  $\dot{\epsilon}$  and  $\sigma$  were measured.

Figure 2 shows typical evolutions of  $P$ ,  $\sigma$ , and specimen strain rate vs. time. Deformation was performed in several steps. In the first step, steady state deformation is achieved at 1473 K and  $\dot{\epsilon} = 1.3 (0.1) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , while  $P$  is fairly constant at 5.5 (0.4) GPa and  $\sigma$ , measured alternatively on the top and bottom pistons, decreases from 630 (210) to 535 (178) MPa.

The second step is performed at 1473 K and  $\dot{\epsilon} = 1.1 (0.2) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ; during steady state,  $P = 5.6 (0.4) \text{ GPa}$  and  $\sigma$  remains at 505 (191) MPa. Step 3 is performed at 1673 K and  $4.4 (0.6) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ,  $P = 5.0 (0.2) \text{ GPa}$  and  $\sigma = 69 (91) \text{ MPa}$ . The final step is performed at 1673 K and  $5.3 (0.1) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ; during steady state,  $P = 4.5 (0.8) \text{ GPa}$  and  $\sigma = 249 (171) \text{ MPa}$ . Details for all experiments reported here are provided in Table 2.

### ***Samples hydroxyl contents and deformation microstructures***

The hydroxyl concentration ( $C_{OH}$ ) of deformed olivine aggregates was quantified by FTIR. Spectra were measured using a Bruker Hyperion 3000 IR microscope equipped with a MCT nitrogen-cooled detector. Transmission unpolarized spectra were recorded from  $\sim 0.2 - 0.4$ -mm thick double-polished sample sections supported on a  $\text{CaF}_2$  disc.  $C_{OH}$  was estimated from the integral absorbance of the OH-bands using the calibrations of Paterson (1982) and Bell et al. (2003) (Table 2). Values according to the calibration of Bell et al. (2003) were corrected by a factor 0.188 $\times 3$  to account for our unpolarized measurements on polycrystals.  $C_{OH}$  can vary up to 400% from one sample to another (Fig. 3), but all samples contain more than 380 ppm H/Si (Paterson's calibration). This large dispersion may reflect the different experimental conditions (initial powder humidity, duration of experiments, temperature). Although these contents are low compared to  $C_{OH}$  obtained at high  $P$  under water-saturated condition (Kohlstedt et al., 1996; Mosenfelder et al., 2006), it has been showed that a few hundred ppm H/Si significantly soften olivine plasticity (e.g., at low- $P$ : Hirth and Kohlstedt, 2003; Kohlstedt, 2006; Demouchy et al., 2012; at high- $P$ : Girard et al., *in press*). Such small  $C_{OH}$  also affects the textures produced in deformed olivine aggregates (e.g., Jung et al., 2006). We thus conclude that the present-experiments were performed in 'wet' conditions regarding olivine plasticity.

## 187 **TEM observations**

188 Thin sections (~25  $\mu\text{m}$  thick) for transmission electron microscopy (TEM) were prepared  
 189 from the center part of the deformed specimens. They were optically polished on both sides  
 190 then ion-thinned with a 5 keV argon beam, before carbon coating. A Philips CM30 and a FEI  
 191 Tecnai G2-20 Twin, operating respectively at 300 and 200 keV, were used to investigate  
 192 samples microstructures.

193 At 1373 K and 4.8 GPa (#267), the mean grain size is about 3  $\mu\text{m}$ . The dislocation density  
 194 is in the range  $3\text{--}10 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$ . We find many occurrences of [001]-dislocations, often forming  
 195 loops and sometimes arranging themselves in sub-grain boundaries (Fig. 4a). Although  
 196 secondary, some occurrence of [100] dislocations can be found (Fig. 4b).

197 The grain size and dislocation density are comparable at 1573 K and 5.1 GPa (#81A) at  
 198 about 4  $\mu\text{m}$  and  $4 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$  (maximum  $14 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$ ), respectively, with also mostly [001]  
 199 dislocations (again forming loops). [100] dislocation and subgrains boundaries are more  
 200 frequently found in this sample.

201 Above 1573 K (#90A) restoration occurred. The grain size (7  $\mu\text{m}$ ) is slightly larger. The  
 202 density of free dislocations is lower, 0.5 to  $7 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$ , about  $1 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$  for [100]-type (Fig.  
 203 4c) and  $4 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$  for [001] type, and many well-organized [001] subgrains boundaries are  
 204 visible (Fig. 4d).

205 We conclude from these observations that deformation occurred in the so-called  
 206 “dislocation creep regime”, which here refers to the climb-assisted dislocation creep regime  
 207 often identified in the case of large-grain olivine aggregate plasticity at high temperature.

## 208 **II. RHEOLOGICAL RESULTS**

## 209 ***Rheology formalism***

210 The high-temperature plastic behavior of mineral and ceramics aggregates is often  
211 analyzed in terms of a simple empirical law such as (Poirier, 1985):

$$212 \quad \dot{\varepsilon} = A \sigma^n e^{-(H^*/RT)}, \quad (1)$$

213 where the stress exponent  $n$  is constant,  $R$  is the gas constant and  $H^*$  is the apparent  
214 activation enthalpy. This law often includes pre-exponential factors (here  $A$ ) to account for  
215 the strain-rate sensitivity to the activity of a given phase (e.g.,  $a_{\text{OPX}}$ ) or the fugacity of a given  
216 fluid, or again a given impurity concentration (e.g.,  $C_{\text{OH}}$ ).  $A$ ,  $n$ , and  $H^*$  are adjustable  
217 parameters.

218 Equation (1) exhibits the formalism of thermally activated phenomena at constant  
219 entropy. As such, the activation enthalpy  $H^*$  is often expressed as  $H^* = E^* + PV^*$ , where  $E^*$   
220 and  $V^*$  are the apparent activation energy and volume, respectively. Values for  $E^*$  and  $V^*$   
221 are obtained by fitting experimental data over limited  $P$  and  $T$  ranges. Such an analysis  
222 implies that  $H^*$  varies linearly with pressure, an assumption which is not always verified.  
223 Indeed, given the complexity of aggregate deformation involving a number of combined  
224 deformation mechanisms with different  $P$  and  $T$  sensitivities (e.g. for olivine, Bai et al., 1991),  
225 single values of  $E^*$  and  $V^*$  may not account for aggregate general rheology in all deformation  
226 conditions. One can expect that over large  $P$ -ranges - because of changes in the dominant  
227 deformation mechanisms - the apparent  $H^*$  shows a more complex  $P$  sensitivity than a  
228 simple linear dependence. Along this line, Raterron et al. (2012) report a model for  
229 aggregate plasticity based on single-crystal rheological laws, which results in an apparent  $V^*$   
230 decreasing with increasing  $P$  for San Carlos olivine aggregates. Observations of such

variations of the apparent  $V^*$  was also previously reported for olivine (e.g., Hirth and Kohlstedt, 2003).

Let us emphasize that, within the experimental  $P$ ,  $T$  and  $\sigma$  ranges, using a power law such as Eq. (1) to fit the data is non-trivial and experimental uncertainties can greatly affect the fitted results (Korenaga and Karato, 2008). Let us finally note that, even after careful parameterization of rheological power laws, the validity of their extrapolation over orders of magnitude in terms of stress and strain rate to Earth's mantle conditions has been recently questioned in the case of MgO (Cordier et al., 2012). In the following, we analyze olivine deformation data using Eq. (1); yet, in order to avoid possible artifacts induced by the propagation of fitted-parameter errors, we rewrite Eq. (1) as a function of  $P$  and  $T$  which values arise directly from the experimental data, assuming a reasonable stress exponent  $n$ .

### ***Effect of pressure on olivine aggregate rheology***

Since we are interested in understanding the effect of  $P$  on olivine rheology, Eq. (1) is rewritten as:

$$\mathcal{H}^{P,T} = H^*(P) - RT \ln A = RT(n \ln \sigma - \ln \dot{\epsilon}), \quad (2)$$

Assuming  $n = 3.5$  – a reasonable value for olivine aggregate deformation (e.g., Hirth and Kohlstedt, 2003) – values for  $\mathcal{H}^{P,T}$  can be calculated from experimental  $T$ ,  $\sigma$  and  $\dot{\epsilon}$  (Eq. 2).  $\mathcal{H}^{P,T}$  dependence on  $P$  is that of the apparent activation enthalpy  $H^*$ . If  $\mathcal{H}^{P,T}$  varies linearly with  $P$ , a constant activation volume  $V^*$  can be defined (such as  $H^* = E^* + PV^*$ ) and extracted from  $\mathcal{H}^{P,T}$  versus  $P$  plots at a given  $T$ . If  $\mathcal{H}^{P,T}$  does not vary linearly with  $P$ , no constant  $V^*$  can be defined and other parameterization of the effect of  $P$  on rheology should be used. Plotting  $\mathcal{H}^{P,T}$  vs.  $P$  thus allows discriminating whether a constant  $V^*$  can be defined for a

given dataset, with no assumption on the pre-exponential parameter  $A$  and the activation energy  $E^*$ .

Figure 5 shows  $\mathcal{H}^{P,T}$  versus  $P$  for the four nominal  $T$  of our experimental dataset (black circles). Since these experiments were performed in ‘wet’ conditions, we compare our data with that obtained in other D-DIA studies on ‘wet’ olivine aggregate ( $C_{OH}$  typically > 200 ppm H/Si, Paterson calibration) of comparable grain size, both for deformation in compression (Hilaret et al., 2012, white circles) and in shear (Ohuchi et al., 2011, gray circles). Figure 5 also includes results from lower pressure experiments in Paterson and Griggs apparatuses on ‘wet’ natural dunite and sintered olivine aggregates (Chopra and Paterson, 1984; Mei and Kohlstedt, 2000b; Demouchy et al., 2012; Jung and Karato, 2001; Karato and Jung, 2003; Jung et al., 2006; Katayama and Karato, 2008). At 1473 K, all reported ‘wet’ data demonstrate a linear dependence with  $P$  of the apparent activation enthalpy  $H^*$ , within data scattering and uncertainties. The better fit at that temperature, through our data and a value at ambient  $P$  obtained by averaging room- $P$  published data, corresponds to an apparent  $V^* = 13 \pm 5 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ . This slope accounts reasonably well for all data plotted at 1473 K in Figure 5. When reported into the graphs at other temperatures, the 1473-K slope also correlates well with the data obtained at 1373 K. At higher temperature (1573 K and 1673 K) data is limited, scattered, and exhibit large uncertainties and it is difficult to draw solid conclusions regarding  $H^*$  sensitivity to pressure. Data at 1573 K may better correlate with a lower apparent  $V^*$ , or a non-linear  $P$  dependence for  $H^*$  (i.e., a  $V^*$  depending on  $P$ ), although more and better resolved data are needed to verify this point.

#### ***Effect of water on olivine aggregate rheology***

Figure 6 shows  $\mathcal{H}^{P,T}$  vs.  $P$  plots for a global deformation dataset for olivine aggregate including data obtained in ‘wet’ conditions, and data obtained in water-poor or dry conditions ( $C_{OH} < 200$  ppm H/Si, Paterson calibration) which we call ‘dry’ in the following. For these plots, we used the ‘wet’ data reported in Figure 5 together with ‘dry’ data from Green and Borch (1987), Karato et al. (1986), Borch and Green (1989), Mei and Kohlstedt (2000b), Karato and Jung (2003), Li et al. (2006), Kawazoe et al. (2009), Durham et al. (2009) and Faul et al. (2011). The slope of the line in Figure 6 is the one obtained from the 1473-K data in Figure 5 ( $V^* = 13 \pm 5 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ ). Despite significant scattering among data, due to different acquisition methods in different deformation apparatuses and/or large uncertainties, the global  $\mathcal{H}^{P,T}$  vs.  $P$  plots do not exhibit significant differences between ‘dry’ and ‘wet’ data. Remarkably, all data at 1373 K and 1473 K are reasonably well accounted for by the reported  $V^*$  slope; at higher temperature, data scattering increases which prevents drawing solid conclusions from the dataset. From the 1373 K and 1473 K plots, we thus conclude that, assuming  $n = 3.5$ , no significant difference in  $P$  sensitivity can be observed between ‘dry’ and ‘wet’ conditions of deformation up to 8 GPa. We further conclude that, at both these temperatures, a constant apparent activation volume  $V^* = 13 \pm 5 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$  accounts fairly well for the global dataset, within data scattering and uncertainties.

### ***Olivine aggregate rheology versus single-crystal rheology***

The high-temperature plasticity of ceramics and rocks, and more generally of polycrystals, involves numerous grain-boundary deformation mechanisms, such as grain boundary sliding and migration, Coble diffusion creep etc., which cannot take part in single-crystal deformation. In single crystals, only intracrystalline mechanisms - such as dislocation glide and climb, sub-grain boundary formation and migration, Nabarro-herring diffusion

creep, etc. - contribute to strain. Therefore, comparing aggregate strain rate with single-crystal strain rates at given deformation conditions gives insight on the respective contributions of intracrystalline deformation mechanisms versus other mechanisms contributing to the aggregate plasticity.

In the case of olivine deformation in the dislocation creep regime, where dislocation motions dominate plasticity, the aggregate strain rate is expected to lie between the strain rate of soft single crystals, which crystallographic orientation facilitates dislocation glide, and that of single crystal in hard orientations limiting dislocation glide. Bai et al. (1991) suggested that the deformation of polycrystalline olivine in this regime is controlled by the rheology of single crystals in three specific orientations favoring dislocation glide for olivine known slip systems, *i.e.* the  $[110]_c$ ,  $[011]_c$  and  $[101]_c$  orientations favoring the  $[100](010)$  slip system,  $[100](010)$  slip system, and the dual  $[100](001)$  and  $[001](100)$  slip systems activated together, respectively. In each orientation, the shear stress resolved in the active-dislocation glide plane(s) along the glide direction(s) is maximum (Schmid factor  $S = 0.5$ ). Raterron et al. (2012) report the rheological laws for single crystals in each of those three orientations, for 'dry' San Carlos olivine in equilibrium with Opx ( $a_{\text{Opx}} = 1$ ); these laws were parameterized from high- $T$  data collected at low  $P$  and to  $P$  reaching  $\sim 10$  GPa.

Figure 7 shows the ratios of olivine single-crystal strain rates for each of the three orientations by that of the aggregate strain rate, for the 20 steady state deformation conditions tested in the present study. For each data point, the aggregate strain rates were normalized to  $\sigma = 100$  MPa, assuming  $n = 3.5$ , according to the relation:

$$\dot{\epsilon}_{100 \text{ MPa}} = \left( \frac{100}{\sigma_{\text{exp}}} \right)^{3.5} \dot{\epsilon}_{\text{exp}}, \quad (3)$$



320 where  $\dot{\epsilon}_{100\text{ MPa}}$  and  $\dot{\epsilon}_{exp}$  are the normalized and measured strain rate, respectively, and  $\sigma_{exp}$   
 321 is the experimental stress in MPa (Table 2); single-crystal strain rates were calculated at  
 322 identical  $P$ - $T$  conditions for  $\sigma = 100$  MPa (Raterron et al., 2012). Also reported in Figure 7 is  
 323 the ratio of the sum of the three single-crystal strain rates - which must be greater than the  
 324 maximum contribution of intracrystalline mechanisms to the polycrystal strain rate – by the  
 325 aggregate normalized strain rate. Figure 7 shows that, at  $T \leq 1573$  K, the obtained ratios are  
 326 systematically  $< 1$ , *i.e.* that the aggregate strain rate is always higher - often by several orders  
 327 of magnitude - than that of the single crystals. At 1673 K, this situation is also verified for  
 328 two points out of four, although this statistics is tainted by the large data scattering at that  
 329 temperature (Fig. 5). The aggregate is, thus, systematically weaker than the single crystals,  
 330 even when the latter are oriented to favor dislocation glide on the easy slip systems (*i.e.*, in  
 331  $[110]_c$  and  $[011]_c$  orientations).

332 Such systematic cannot be solely explained by higher  $C_{OH}$  in the ‘wet’ aggregate (Table  
 333 2) than in the ‘dry’ single crystals, because ‘wet’ single crystals are not much weaker than  
 334 ‘dry’ crystals. Indeed, the strength of ‘wet’ olivine single crystals is  $\sim 1.5$  times softer (in  
 335 terms of stress) than that of the ‘dry’ crystals (Mackwell et al., 1985; Girard et al., *in press*),  
 336 which only translates into a factor 4 on the strain rate (assuming  $n = 3.5$ ). Similarly, possible  
 337 difference in  $fO_2$  conditions between experiments would at most translate into a factor 5 on  
 338 the strain rate (Keefner et al., 2011), which would also have a moderate effect on Figure 7  
 339 plots. More surprisingly, the aggregate strain rate at  $T \leq 1573$  K is always (but for one point)  
 340 higher than the sum of the single-crystal strain rates. These observations strongly suggest  
 341 that intracrystalline deformation mechanisms cannot account alone for all the aggregate  
 342 strain. We thus conclude, from the data obtained at  $T \leq 1573$  K, that other mechanisms

operating at grain boundary contribute significantly to the overall plastic behavior of the polycrystal; even in the so-called “dislocation creep regime”, with high dislocation densities (Fig. 4).

### III. DISCUSSION

As reported previously by several authors, stress measurements in D-DIA experiments – based on  $d$ -spacing variations among populations of grains in different orientations - are fairly inaccurate, mostly because of stress heterogeneities in the aggregate and the sensitivity of diffraction to shifts induced by stress; the lower the stress, the higher the uncertainties. This explains the significant scattering of experimental data at  $T = 1673$  K where stresses of a few hundred MPa or less exhibit high relative uncertainties (30% or higher, Table 2). The discussion below, thus, mostly focuses on the results obtained from data collected at  $T \leq 1573$  K, illustrated in Figures , 5, 6 and 7.

The  $\mathcal{H}^{P,T}$  vs.  $P$  plots reported in Figures. 5 and 6 allow a comparison and drawing of conclusions from raw data collected over different ranges of  $P$ , using different deformation devices, yet with minimum assumption on rheological law parameters, *i.e.* only assuming olivine stress-sensitivity exponent  $n = 3.5$ . The global raw dataset reported in Figure 6 exhibits no significant difference in  $P$  sensitivity between ‘wet’ and ‘dry’ aggregate rheology. The effect of water on olivine rheology has been the topic of a number of experimental studies since the early 80’s, all exhibiting a moderate weakening of ‘wet’ olivine with respect to ‘dry’ olivine at low- $P$ : typically within an order of magnitude on the strain rate (Poumellec and Jaoul, 1984; Chopra and Paterson, 1984; Mackwell et al., 1985; Karato et al., 1986; Mei and Kohlstedt, 2000b; Karato and Jung, 2003; Demouchy et al., 2012). However, the extrapolation of ‘wet’ rheological laws to high- $P$  has been problematic, since it raises the

question of whether the strain rate depends on water fugacity ( $f_{\text{H}_2\text{O}}$ ), or on olivine  $C_{\text{OH}}$ , or again on specific water-related point defect in the olivine solid solution, and to which power (often  $\sim 1$ , e.g., Kohlstedt, 2006). Besides, large uncertainties exist on the influence of  $P$  on ‘wet’ aggregate deformation with reported  $V^*$  ranging from virtually 0 to  $25 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$  (e.g., Karato and Jung, 2003; Li et al., 2006). Since  $f_{\text{H}_2\text{O}}$  and olivine  $C_{\text{OH}}$  both increased dramatically at high pressure, estimates of possible extreme weakening in the mantle of ‘wet’ olivine aggregates - by more than 4 orders on magnitude on the viscosity with respect to ‘dry’ olivine - have been reported (e.g., Karato and Jung, 2003).

Our data and the analyses illustrated in Figure 6 show that the effect of high  $C_{\text{OH}}$  on olivine weakening at high- $P$  may have been over-estimated: within experimental uncertainties, no significant difference is observed in the  $P$ -sensitivities of ‘dry’ and ‘wet’ olivine aggregates rheology. Indeed, both ‘wet’ and ‘dry’ deformation data are reasonably accounted for assuming a linear dependence on  $P$  (to 8 GPa pressure) for  $H^*$  (Eq. 1), with the apparent activation volume  $V^* = 13 \pm 5 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$  as deduced from the 1473-K ‘wet’ olivine data in Figure 4. This value is in good agreement with recent reports on ‘dry’ olivine aggregate deformation based on high- $P$  data: Durham et al. (2009) reports  $V^* = 9.5 \pm 7 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$  from data obtained at  $P$  up to 5 GPa; in a recent study, up to  $P = 9$  GPa, data from the same group translate into  $V^* = 15 \pm 4 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$  (Dixon et al., 2012); Nishihara et al. (2008), who performed one deformation experiment at  $P = 11$  GPa, report data consistent with  $V^* \sim 14 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ , although this latter value is tainted by significant strain hardening occurring during deformation. We, thus, conclude from the existing high-pressure data that, in order to estimate ‘dry’ or ‘wet’ olivine aggregate rheology at upper mantle conditions to 8 GPa pressure ( $\sim 250$ -km depth in the Earth), it is reasonable to use the classical power laws as

those reported by Hirth and Kohlstedt (2003) and account for the effect of pressure using the constant apparent  $V^* = 13 \pm 5 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ . From a model based on single-crystal deformation data, Raterron et al. (2012) suggest that such a linear dependence on  $P$  of the apparent activation enthalpy  $H^*$  may breakdown in the deep upper mantle, *i.e.*, that the apparent  $V^*$  may significantly decrease at  $P > 8 \text{ GPa}$ . The present analysis does not allow confirming or disproving this prediction, because of too scarce data at  $P > 8 \text{ GPa}$ . More data in the range 8 - 13 GPa will be required to settle this point.

Finally, we are able to quantify the respective contributions of strain produced by intracrystalline deformation mechanisms (dislocation glide and intracrystalline diffusion), with respect of that from grain-boundary mechanisms. It appears that contribution of dislocations to the aggregate strain in the so-called “dislocation creep regime” may have been overestimated. A maximum of this contribution can be estimated in Figure 7 from the highest ratios obtained from the three single-crystal orientations, assimilating strain-rate ratios to the fractions of strain produced by intracrystalline deformation mechanisms. At  $T \leq 1573 \text{ K}$ , we obtain ratios ranging from 0.1% to 90% of the total aggregate strain; in 12 cases out of 16, this contribution is  $< 10\%$ . Taking into account the difference in  $C_{OH}$  between the ‘wet’ aggregates and the ‘dry’ single crystals (*i.e.* multiplying crystal strain rate by a factor 4, see above), this limit increases to 40% of the aggregate strain. In other words, we estimate that more than 60% of olivine aggregate strain is often due to deformation mechanisms occurring at grain boundaries. Among possible mechanisms, diffusion along grain boundaries (Coble diffusion creep), which dominates deformation in the so-called “diffusion creep regime”, may also significantly contribute to strain in the “dislocation creep regime”. De Bresser et al. (1998), from experimental data on rock analogues, suggested that dynamic recrystallization (DRX) in Earth-material aggregates results in a deformation regime occurring

at the boundary between the dislocation and diffusion creep fields (see also, De Bresser et al., 2001). This could explain the piezometric relationship – *i.e.*, grain size vs. flow stress relationship; for olivine see Mercier et al. (1977) and Ross et al. (1980) - which would then be related to the equation delineating the field boundary. In this hypothesis, both diffusion creep and dislocation creep contribute equally to the aggregate plasticity, thus a significant fraction of the aggregate strain is produced by Coble diffusion creep. Another possible mechanism promoting strain at grain boundary is the so-called “grain boundary sliding” (GBS) mechanism (e.g., Langdon, 2006) which, over recent years, has been identified in San Carlos olivine as “dislocation-assisted grain boundary sliding” in low- $P$  deformation experiments (Hansen et al., 2011). Whether this mechanism is active at high pressure is unclear. Let us finally note that all the above-mentioned mechanisms, *i.e.*, Coble diffusion creep enhanced by DRX and GBS, can be simultaneously active and produce significant amount of strain at grain boundary in aggregates (e.g., Drury et al., 1989). The data reported here do not help discriminating among these mechanisms and their possible interactions. They show, however, that some or all of them are often responsible for more than 60% of the strain produced in olivine aggregates deformed at high- $P$  in the “dislocation creep regime”.

#### IV. CONCLUSION

Steady-state deformation experiments were performed in the D-DIA coupled with synchrotron radiation on polycrystalline olivine at  $P$ - $T$  conditions representative of upper-mantle geotherms down to depths of ~250 km ( $P$ , $T$ -range from 3 to 8 GPa and from 1373 to 1673 K, respectively). The results indicate that the effect of high- $P$  on the rheology of olivine is well accounted for assuming a linear dependence on  $P$  of the apparent activation enthalpy

436  $H^*$  with  $V^* = 13 \pm 5 \text{ cm}^3.\text{mol}^{-1}$  at upper mantle conditions to 8 GPa (250-km depth in the  
437 Earth), both for 'dry' or 'wet' olivine aggregate.

438 Single crystal deformation and changes in dominant slip system with  $P$  indicate that the  
439 linear dependence of the apparent activation enthalpy  $H^*$  on  $P$  may break down in the deep  
440 upper mantle. The present analysis, however, does not allow confirming or disproving this  
441 prediction, because of too scarce data at  $P > 8$  GPa.

442 A comparison between strain rates measured in single- and polycrystals of olivine under  
443 similar conditions indicate that, in the dislocation creep regime, intracrystalline deformation  
444 mechanisms account for less than 40% of the strain of the aggregate total strain. Therefore,  
445 more than typically 60% of 'wet' olivine aggregate strain is accommodated by mechanisms  
446 operating at grain boundary, such as Cobble diffusion creep or grain-boundary sliding. Such  
447 combined contributions of intracrystalline and grain-boundary deformation mechanisms to  
448 olivine aggregate strain has been previously proposed by several authors, and is here  
449 quantified for the first time.

450 In the future, rheological studies of olivine plastic behavior under deep upper-mantle  
451 conditions need to be completed with data in the range 8 - 13 GPa in order to evaluate the  
452 effect of changes in dominant slip systems on the  $P$  sensitivity of olivine plasticity, as well as  
453 to evaluate the respective contributions of intracrystalline versus grain-boundary  
454 deformation mechanisms to the aggregate plasticity.

455

456

457 **ACKNOWLEDGEMENTS**

458 The authors thank Hayian Chen (Stony Brook University), Jennifer Girard (Florida  
459 International University) and Caleb Holyoke (Texas A&M University), for their assistance at  
460 the NSLS X17B2 beamline. They are thankful to Jannick Ingrin for his help with FTIR data  
461 collection and treatment. The infrared measurements have been performed at the  
462 Laboratory of Infrared and Raman Spectrochemistry (LASIR) at the Université Lille 1. This  
463 research was supported by the Consortium for Materials Properties Research in Earth  
464 Sciences (COMPRES) under NSF Cooperative Agreement EAR 06-49658, as well as the Agence  
465 Nationale de la Recherche (ANR) Grant BLAN08-2\_343541 "Mantle Rheology". The TEM  
466 national facility in Lille (France) is supported by the Conseil Regional du Nord-Pas-de-Calais,  
467 the European Regional Development Fund (ERDF), and the Institut National des Sciences de  
468 l'Univers (INSU, CNRS). Use of the National Synchrotron Light Source, Brookhaven National  
469 Laboratory, was supported by the U.S. Department of Energy, Office of Science, Office of  
470 Basic Energy Sciences, under Contract No. DE-AC02-98CH10886.

471

472

473 **REFERENCES**

474 Anderson, O.L., Isaak, D., Oda, H., 1992. High-temperature elastic constant data on minerals  
475 relevant to geophysics. *Rev. Geophys.* 30 (1), 57-90.

476 Bai, Q., Mackwell, S.J., Kohlstedt, D.L., 1991. High-Temperature Creep of Olivine Single  
477 Crystals: 1. Mechanical Results for Buffered Samples. *J. Geophys. Res.* 96 (B2), 2441-2463.

478 Bell, D.R., Rossman, G.R., Maldener, J., Endisch, D., Rauch, F., 2003. Hydroxide in olivine: A  
479 quantitative determination of the absolute amount and calibration of the IR spectrum. *J.*  
480 *Geophys. Res.* 108 (B2), 2105.

481 Bollinger, C., Merkel, S., Raterron, P., 2012. In situ quantitative analysis of stress and texture  
482 development in forsterite aggregates deformed at 6 GPa and 1373 K. *J. Appl. Crystallogr.* 45  
483 (2), 263-271.

484 Borch, R.S., Green, H.W.I., 1989. Deformation of peridotite at high pressure in a new molten  
485 salt cell: comparison of traditional and homologous temperature treatments. *Phys. Earth*  
486 *Planet. Inter.* 55 (3-4), 269-276.

487 Burnley, P.C., Zhang, D., 2008. Interpreting in situ x-ray diffraction data from high pressure  
488 deformation experiments using elastic-plastic self-consistent models: an example using  
489 quartz. *J. Phys. Condens. Matter* 20 (28), 285201.

490 Carter, N.L., Ave'Lallemant, H.G., 1970. High Temperature Flow of Dunite and Peridotite.  
491 *Geol. Soc. Am. Bull.* 81 (8), 2182-2202.



- 492 Chen, J., Li, L., Weidner, D., Vaughan, M., 2004. Deformation experiments using synchrotron  
 493 X-rays: in situ stress and strain measurements at high pressure and temperature. *Phys. Earth*  
 494 *Planet. Inter.* 143-144, 347-356.
- 495 Chopra, P.M., Paterson, M.S., 1984. The role of water in the deformation of dunite. *J.*  
 496 *Geophys. Res.* 89 (B9), 7861-7876.
- 497 Cordier, P., Amodeo, J., Carrez, P., 2012. Modelling the rheology of MgO under Earth's  
 498 mantle pressure, temperature and strain rates. *Nature* 481 (7380), 177-180.
- 499 Couvy, H., Frost, D. J., Heidelbach, F., Nyilas, K., Ungár, T., Mackwell, S., Cordier, P.,  
 500 2004. Shear deformation experiments of forsterite at 11 GPa - 1400°C in the multianvil  
 501 apparatus. *Eur. J. Mineral.* 16 (6), 877-889.
- 502 De Bresser, J.H.P., Peach, C.J., Reijs, J.P.J., Spiers, C.J., 1998. On dynamic recrystallisation  
 503 during solid state flow: effects of stress and temperature. *Geophys. Res. Lett.* 25 (18), 3457-  
 504 3460.
- 505 De Bresser, J.H.P., Ter Heege, J.H., Spiers, C.J., 2001. Grain size reduction by dynamic  
 506 recrystallization: can it result in major rheological weakening?. *Int. J. Earth Sciences* 90 (1),  
 507 28-45.
- 508 Demouchy, S., Schneider, S.E., Mackwell, S.J., Zimmerman, M.E., Kohlstedt, D.L., 2009.  
 509 Experimental deformation of olivine single crystals at lithospheric temperatures. *Geophys.*  
 510 *Res. Lett.* 36 (4), L04304.
- 511 Demouchy, S., Tommasi, A., Barou, F., Mainprice, D., Cordier, P., 2012. Deformation of  
 512 olivine in torsion under hydrous conditions. *Phys. Earth Planet. Inter.* 202-203, 56-70.

- 513 Dixon, N., Durham, W.B., Kohlstedt, D., Mei, S., Xu, L., 2012. Measurement of activation  
514 volume for creep of anhydrous olivine at upper mantle pressures. AGU Fall meeting,  
515 Abstract MR11A-2466, San Francisco, CA, USA.
- 516 Drury, M.R., Humphreys, F.J., White, S.H., 1989. Effect of recrystallization on the importance  
517 of grain-boundary sliding during creep. *J. Mater. Sci.* 24 (1), 154-162.
- 518 Duan, W., Karki, B.B., Wentzcovitch, R.M., 1999. High-pressure elasticity of alumina studied  
519 by first principles. *Am. Mineral.* 84 (11-12), 1961-1966.
- 520 Durham, W.B., Goetze, C., 1977. Plastic flow of oriented single crystals of olivine: 1.  
521 Mechanical data. *J. Geophys. Res.* 82 (36), 5737-5753.
- 522 Durham, W.B., Goetze, C., Blake, B., 1977. Plastic flow of oriented single crystals of olivine: 2.  
523 Observations and interpretations of the dislocation structures. *J. Geophys. Res.* 82 (36),  
524 5755-5770.
- 525 Durham, W.B., Weidner, D.J., Karato, S.-i., Wang, Y., 2002. New developments in  
526 deformation experiments at high pressure. *Rev. Mineral. Geochem.* 51 (1), 21-49.
- 527 Durham, W., Mei, S., Kohlstedt, D., Wang, L., Dixon, N., 2009. New measurements of  
528 activation volume in olivine under anhydrous conditions. *Phys. Earth Planet. Inter.* 172 (1-2),  
529 67-73.
- 530 Durinck, J., Legris, A., Cordier, P., 2005. Pressure sensitivity of olivine slip systems: first-  
531 principle calculations of generalised stacking faults. *Phys. Chem. Miner.* 32 (8-9), 646-654.
- 532 Durinck, J., Devincere, B., Kubin, L., Cordier, P., 2007. Modeling the plastic deformation of  
533 olivine by dislocation dynamics simulations. *Am. Mineral.* 92 (8-9), 1346-1357.

- 534 Faul, U.H., Fitz Gerald, J.D., Farla, R.J.M., Ahlefeldt, R., Jackson, I., 2011. Dislocation creep of  
535 fine-grained olivine. *J. Geophys. Res.* 116, B01203.
- 536 Freed, A.M., Burgmann, R., 2004. Evidence of power-law flow in the Mojave desert mantle.  
537 *Nature* 430 (6999), 548-551.
- 538 Gerya, T.V., Stöckhert, B., Perchuk, A.L., 2002. Exhumation of high-pressure metamorphic  
539 rocks in a subduction channel: A numerical simulation. *Tectonics* 21 (6), 1056..
- 540 Girard, J., Chen, J., Raterron, P., Holyoke, C.W., 2012. Hydrolytic weakening of olivine at  
541 mantle pressure: Evidence of [100](010) slip system softening from single-crystal  
542 deformation experiments. *Phys. Earth Planet. Inter.*, *in press*.
- 543 Green, H.W.I., Borch, R.S., 1987. The pressure dependence of creep. *Acta Metall.* 35 (6),  
544 1301-1305.
- 545 Gung, Y., Panning, M., Romanowicz, B., 2003. Global anisotropy and the thickness of  
546 continents. *Nature* 422 (6933), 707-711.
- 547 Hansen, L.N., Zimmerman, M.E., Kohlstedt, D.L., 2011. Grain boundary sliding in San Carlos  
548 olivine: Flow law parameters and crystallographic-preferred orientation. *J. Geophys. Res.*  
549 116, B08201.
- 550 Hansen, L.N., Zimmerman, M., Kohlstedt, D.L., 2012. The influence of microstructure on  
551 deformation of olivine in the grain-boundary sliding regime. *J. Geophys. Res.* 117 B09201.
- 552 Hilairet, N., Wang, Y., Sanehira, T., Merkel, S., Mei, S., 2012. Deformation of olivine under  
553 mantle conditions: An in situ high-pressure, high-temperature study using monochromatic  
554 synchrotron radiation. *J. Geophys. Res.* 117, B01203.

- 555 Hiraga, T., Miyazaki, T., Tasaka, M., Yoshida, H., 2010. Mantle superplasticity and its self-  
556 made demise. *Nature* 468 (7327), 1091-1094.
- 557 Hirth, G., Kohlstedt, D.L., 2003. Rheology of the upper mantle and the mantle wedge: a view  
558 from the experimentalists, in: *Inside the Subduction Factory*, Geophys. Monogr. Ser. 138, J.  
559 Eiler (Ed.), AGU, Washington, D. C., pp. 83–105.
- 560 Jung, H., Karato, S., 2001. Effects of water on dynamically recrystallized grain-size of olivine.  
561 *J. Struct. Geol.* 23 (9), 1337-1344.
- 562 Jung, H., Katayama, I., Jiang, Z., Hiraga, T., Karato, S., 2006. Effect of water and stress on the  
563 lattice-preferred orientation of olivine. *Tectonophysics* 421 (1-2), 1-22.
- 564 Jung, H., Mo, W., Green, H.W., 2009. Upper mantle seismic anisotropy resulting from  
565 pressure-induced slip transition in olivine. *Nat. Geosci.* 2 (1), 73-77.
- 566 Karato, S.I., Paterson, M.S., Fitz Gerald, J.D., 1986. Rheology of synthetic olivine aggregates:  
567 Influence of grain size and water. *J. Geophys. Res.* 91 (B8), 8151-8176.
- 568 Karato, S.I., Rubie, D.C., 1997. Toward an experimental study of deep mantle rheology: a  
569 new multianvil sample assembly for deformation studies under high pressures and  
570 temperatures. *J. Geophys. Res.* 102 (B9), 20111-20120.
- 571 Karato, S.I., Jung, H., 2003. Effects of pressure on high-temperature dislocation creep in  
572 olivine. *Philos. Mag.* 83 (3), 401-414.
- 573 Katayama, I., Karato, S.I., 2008. Low-temperature, high-stress deformation of olivine under  
574 water-saturated conditions. *Phys. Earth Planet. Inter.* 168 (3-4), 125-133.

- 575 Kawazoe, T., Karato, S.I., Otsuka, K., Jing, Z., Mookherjee, M., 2009. Shear deformation of dry  
576 polycrystalline olivine under deep upper mantle conditions using a rotational Drickamer  
577 apparatus (RDA). *Phys. Earth Planet. Inter.* 174 (1-4), 128-137.
- 578 Keefner, J.W., Mackwell, S.J., Kohlstedt, D.L., Heidelbach, F., 2011. Dependence of  
579 dislocation creep of dunite on oxygen fugacity: Implications for viscosity variations in Earth's  
580 mantle. *J. Geophys. Res.* 116, B05201.
- 581 Kneller, E.A., van Keken, P.E., Karato, S.-i., Park, J., 2005. B-type olivine fabric in the mantle  
582 wedge: Insights from high-resolution non-Newtonian subduction zone models. *Earth. Planet.*  
583 *Sci. Lett.* 237 (3-4), 781-797.
- 584 Kneller, E.A., van Keken, P.E., Katayama, I., Karato, S., 2007. Stress, strain, and B-type olivine  
585 fabric in the fore-arc mantle: Sensitivity tests using high-resolution steady-state subduction  
586 zone models. *J. Geophys. Res.-Solid Earth* 112, B04406.
- 587 Kohlstedt, D., Keppler, H., Rubie, D.C., 1996. Solubility of water in the  $\alpha$ ,  $\beta$  and  $\gamma$  phases of  
588  $(\text{Mg,Fe})_2\text{SiO}_4$ . *Contrib. Mineral. Petrol.* 123 (4), 345-357.
- 589 Kohlstedt, D., Wang, Z., 2001. Grain-Boundary Sliding Accommodated Dislocation Creep in  
590 Dunite. AGU Fall Meeting, Abstract T21C-01, San Francisco, CA, USA.
- 591 Kohlstedt, D.L., 2006. The Role of Water in High-Temperature Rock Deformation. *Rev.*  
592 *Mineral. Geochem.* 62 (1), 377-396.
- 593 Korenaga, J., Karato, S. I., 2008. A new analysis of experimental data on olivine rheology. *J.*  
594 *Geophys. Res.* 113, B02403.

- 595 Langdon, T.G., 2006. Grain boundary sliding revisited: Developments in sliding over four  
596 decades. *J. of Mater. Sci.* 41 (3), 597-609.
- 597 Leroux, H., Libourel, G., Lemelle, L., Guyot, F., 2003. Experimental study and TEM  
598 characterization of dusty olivines in chondrites: Evidence for formation by in situ reduction.  
599 *Meteorit. Planet. Sci.* 38 (1), 81-94.
- 600 Li, L., Weidner, D., Raterron, P., Chen, J., Vaughan, M., 2004. Stress measurements of  
601 deforming olivine at high pressure. *Phys. Earth Planet. Inter.* 143-144, 357-367.
- 602 Li, L., Weidner, D., Raterron, P., Chen, J.H., Vaughan, M., Mei, S.H., Durham, B., 2006.  
603 Deformation of olivine at mantle pressure using the D-DIA. *Eur. J. Mineral.* 18 (1), 7-19.
- 604 Mackwell, S.J., Kohlstedt, D.L., Paterson, M.S., 1985. The role of water in the deformation of  
605 olivine single crystals. *J. Geophys. Res.* 90 (B13), 11319-11333.
- 606 Mainprice, D., Tommaso, A., Couvy, H., Cordier, P., Frost, D.J., 2005. Pressure sensitivity of  
607 olivine slip systems and seismic anisotropy of Earth's upper mantle. *Nature* 433, 731-733.
- 608 Mei, S., Kohlstedt, D.L., 2000a. Influence of water on plastic deformation of olivine  
609 aggregates: 1. Diffusion creep regime. *J. Geophys. Res.* 105 (B9), 21457-21469.
- 610 Mei, S., Kohlstedt, D.L., 2000b. Influence of water on plastic deformation of olivine  
611 aggregates: 2. Dislocation creep regime. *J. Geophys. Res.* 105 (B9), 21471-21481.
- 612 Mercier, J.C., Anderson, D.A., Carter, N.L., 1977. Stress in the lithosphere: inferences from  
613 steady state flow of rocks. *Pure Appl. Geophys.* 115 (1-2), 117-138.
- 614 Merkel, S., Tomé, C., Wenk, H.-R., 2009. Modeling analysis of the influence of plasticity on  
615 high pressure deformation of hcp-Co. *Phys. Rev. B* 79 (6), 064110.

- 616 Mosenfelder, J.L., Deligne, N., Asimow, P.D., Rossman, G.R., 2006. Hydrogen incorporation in  
617 olivine from 2-12 GPa. *Am. Mineral.* 91 (2-3), 285-294.
- 618 Nishihara, Y., Tinker, D., Kawazoe, T., Xu, Y., Jing, Z., Matsukage, K., Karato, S., 2008. Plastic  
619 deformation of wadsleyite and olivine at high-pressure and high-temperature using a  
620 rotational Drickamer apparatus (RDA). *Phys. Earth Planet. Inter.* 170 (3-4), 156-169.
- 621 Ohuchi, T., Kawazoe, T., Nishihara, Y., Nishiyama, N., Irifune, T., 2011. High pressure and  
622 temperature fabric transitions in olivine and variations in upper mantle seismic anisotropy.  
623 *Earth. Planet. Sci. Lett.* 304 (1-2), 55-63.
- 624 Otsuka, K., Karato, S.-i., 2011. Control of the water fugacity at high pressures and  
625 temperatures: Applications to the incorporation mechanisms of water in olivine. *Phys. Earth  
626 Planet. Inter.* 189 (1-2), 27-33.
- 627 Paterson, M.S., 1982. The determination of hydroxyl by infrared absorption in quartz, silicate  
628 glasses and similar materials. *Bull. Minéral.* 105, 20-29.
- 629 Poirier, J.P., 1985. High-temperature deformation processes in metals, ceramics and  
630 minerals, in: *Creep of crystals*, Cambridge Earth Science Series, Cambridge University Press,  
631 Cambridge, U.K.
- 632 Poumellec, B., Jaoul, O., 1984. Influence of  $pO_2$  and  $pH_2O$  on the high temperature plasticity  
633 of olivine, in: *Deformation of ceramics II* (R. E. Tressler and R. C. Bradt). Plen. Publish. Corp.,  
634 Chap. 19, pp. 281-305.
- 635 Raterron, P., Chopra, P.N., Doukhan, J.C., 2000.  $SiO_2$  precipitation in olivine: ATEM  
636 investigation of two dunites annealed at 300 MPa in hydrous conditions. *Earth. Planet. Sci.  
637 Lett.* 180, 415-423.

- 638 Raterron, P., Chen, J., Li, L., Weidner, D., Cordier, P., 2007. Pressure-induced slip-system  
639 transition in forsterite: Single-crystal rheological properties at mantle pressure and  
640 temperature. *Am. Mineral.* 92 (8-9), 1436-1445.
- 641 Raterron, P., Amiguet, E., Chen, J., Li, L., Cordier, P., 2009. Experimental deformation of  
642 olivine single crystals at mantle pressures and temperatures. *Phys. Earth Planet. Inter.* 172  
643 (1-2), 74-83.
- 644 Raterron, P., Merkel, S., 2009. In situ rheological measurements at extreme pressure and  
645 temperature using synchrotron X-ray diffraction and radiography. *J. Synchrotron. Radiat.* 16  
646 (6), 748-756.
- 647 Raterron, P., Chen, J., Geenen, T., Girard, J., 2011. Pressure effect on forsterite dislocation  
648 slip systems: Implications for upper-mantle LPO and low viscosity zone. *Phys. Earth Planet.*  
649 *Inter.* 188 (1-2), 26-36.
- 650 Raterron, P., Girard, J., Chen, J., 2012. Activities of olivine slip systems in the upper mantle.  
651 *Phys. Earth Planet. Inter.* 200-201, 105-112.
- 652 Raterron, P., Merkel, S., Holyoke, C. Axial Temperature Gradient and Stress Measurements in  
653 the D-DIA Cell Using Alumina Pistons. *Rev. Sci. Instrum.*, *submitted*.
- 654 Ross, J.V., Ave'Lallemant, H.G., Carter, N.L., 1979. Activation volume for creep in the upper  
655 mantle. *Science* 203 (4377), 261-263.
- 656 Ross, C.R., Ave'Lallemant, H.G., Carter, N.L., 1980. Stress dependence of recrystallized-grain  
657 and subgrain size in olivine. *Tectonophysics* 70 (1-2), 39-61.



- 658 Singh, A.K., Balasingh, C., Mao, H.-K., Hemley, R.J., Shu, J., 1998. Analysis of lattice strains  
659 measured under nonhydrostatic pressure. *J. Appl. Phys.* 83 (12), 7567-7575.
- 660 Ter Heege, J.H., De Bresser, J.H.P., Spiers, C.J., 2004. Composite flow laws for crystalline  
661 materials with log-normally distributed grain size: theory and application to olivine. *J. Struc.*  
662 *Geol.* 26 (9), 1693-1705.
- 663 Van Der Wal, D., Chopra, P.N., Drury, M.R., Gerald, J.D.F., 1993. Relationships between  
664 dynamically recrystallized grain size and deformation conditions in experimentally deformed  
665 olivine rocks. *Geophys. Res. Lett.* 20 (14), 1479-1482.
- 666 Van Keken, P.E., Kiefer, B., Peacock, S.M., 2002. High-resolution models of subduction zones:  
667 Implications for mineral dehydration reactions and the transport of water into the deep  
668 mantle. *Geochem. Geophys. Geosy.* 3 (10), 1-20.
- 669 Vaughan, M., Chen, J., Li, L., Weidner, D., Li, B., 2000. Use of X-ray Imaging Techniques at  
670 High Pressure and Temperature for Strain Measurements. Universities Press, Hyderabad,  
671 India 17th Airapt Conference: Science and Technology of High Pressure, 1097–1098.
- 672 Wang, Z., 2002. Effects of Pressure and Water on the Kinetic Properties of Olivine (PhD  
673 Thesis). University of Minnesota, p. 134.
- 674 Wang, Y., Durham, W.B., Getting, I.C., Weidner, D.J., 2003. The deformation-DIA: A new  
675 apparatus for high temperature triaxial deformation to pressures up to 15 GPa. *Rev. Sci.*  
676 *Instrum.* 74 (6), 3002.
- 677 Weidner, D.J., Vaughan, M.T., Wang, L., Long, H., Li, L., Dixon, N.A., Durham, W.B., 2010.  
678 Precise stress measurements with white synchrotron X-rays. *Rev. Sci. Instrum.* 81 (1),  
679 013903.

680 Yamazaki, D., Karato, S., 2001. High-pressure rotational deformation apparatus to 15 GPa.

681 Rev. Sci. Instrum. 72 (11), 4207.

682

683

684 **Figures captions**

685 **Figure 1:** Cross-section of the cell assembly used for the experiments. Two samples (here,  
 686 olivine and forsterite powders), separated by an alumina buffer, can be studied  
 687 simultaneously. Tc1 and Tc2 are the thermocouples in contact with the alumina buffer. Re  
 688 foils are used to monitor samples strain using x-ray radiography. This paper focuses on  
 689 olivine rheology and results for forsterite will be presented in a subsequent paper.

690 **Figure 2:** Evolution of pressure, temperature, differential stress, and strain in step vs. time for  
 691 run 89. White and grey areas correspond to transient and steady states, respectively. At  $t=0$ ,  
 692 90, 210, and 250 min, temperature or applied deformation velocity, or both are changed.  
 693 Steady state is achieved when pressure, differential stress, and strain rate remain constant.  
 694 First, second, third, and fourth deformation steps are at 1475 K and  $1.3(0.1) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , 1475 K  
 695 and  $1.1(0.2) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , 1673 K and  $4.4(0.6) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , 1673 K and  $5.3(0.1) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , respectively.  
 696 Lines are guides to the eye through the experimental data. Alternate high and low values of  
 697 stress are due to alternate measurements in the top and bottom pistons.

698 **Figure 3:** Unpolarized FTIR spectrum for olivine run products, normalized to a 1-cm sample  
 699 thickness, after manually subtracting the baseline. Some samples (e.g. run 81, 82, 88, 90)  
 700 contain a substantial amount of water. Other samples (e.g. run 267, 89) are less hydrated. In  
 701 any cases, our olivine samples are not dry and hence, treated as 'wet' olivine.

702 **Figure 4:** TEM micrographs in Weak-Beam Dark Field (WBDF). (a) Sample 267A (3-steps  
 703 deformation experiment,  $\sim 5 \text{ GPa}$ , 1373 K). On this imaged performed with  $g = 00\text{-}4$ , one can  
 704 see free  $[001]$  dislocations, as well as sessile loops (arrowed) and sub-grain boundaries in

705 formation. (b) Sample 267A. Same area as (a) imaged with  $g=-222$ . Additional contrasts  
 706 (arrowed) correspond to  $[100]$  dislocations. (c) Sample 90A ( $\sim 7.6$  GPa, 1473-1673 K). On this  
 707 image performed with  $g=06-2$ , the dislocations in contrast are of the  $[001]$  type. The presence  
 708 of numerous  $[100]$  dislocations (out of contrast) can be however highlighted by the residual  
 709 contrast (arrowed) resulting from surface relaxation where the dislocation lines meet the  
 710 surface of the thin foil. (d) Sample 90A:  $[001]$  dislocations imaged with  $g=06-2$  forming well-  
 711 organized subgrains boundaries.

712 **Figure 5:**  $\mathcal{H}^{P,T} = RT (n \ln \sigma - \ln \dot{\epsilon})$  vs.  $P$  for wet olivine polycrystals. Differential stress,  
 713 pressure, temperature, and strain rate are measured experimentally and we assume  $n = 3.5$   
 714 (Eq. 1). The slope of  $\mathcal{H}^{P,T}$  vs.  $P$  curve is the activation volume  $V^*$ . Filled black circles, this  
 715 study, open black circles, other D-DIA compression experiments (Hilaret et al. 2012), grey-  
 716 filled black circles, shear deformation in the D-DIA (Ohuchi et al. 2010), red crosses, Griggs  
 717 apparatus experiments in simple shear (Jung and Karato 2001, Karato and Jung 2003, Jung et  
 718 al. 2006, Katayama and Karato 2008); open blue squares, Paterson apparatus experiments  
 719 (Chopra and Paterson 1984, Mei and Kohlstedt 2000, Demouchy et al. 2012 in torsion).  
 720 Dashed red line is the result of a linear fit to the data from the present study at 1473 K. Black  
 721 lines indicate results obtained assuming an error of  $\pm 5 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$  on  $V^*$ . When possible, the  
 722 value of  $\mathcal{H}^{P,T}$  at  $P = 0$  was adjusted to data obtained at low pressure.

723 **Figure 6:** Comparison of  $\mathcal{H}^{P,T}$  vs.  $P$  for experiments performed under 'wet' (white circles, this  
 724 study, dark circles, other studies from Figure 5) and 'dry' conditions (diamonds) (Borch and  
 725 Green 1989, Green and Borch 1986, Karato et al., 1986, Mei and Kohlstedt 2000, Karato and  
 726 Jung 2003, Li et al. 2006, Durham et al. 2009, Kawazoe et al. 2009 and Faul et al. 2011).

727 **Figure 7:** Ratio of the strain rates obtained for single crystals (orientations indicated) with  
728 that of polycrystals vs.  $P$ , at 1373, 1473, 1573 and 1673 K. Single-crystal strain rates are  
729 calculated from the corresponding rheological laws (Raterron et al,2012) and compared to  
730 the polycrystal strain rates measured in the present experiments, normalized to 100 MPa.  
731 Red circles show the ration of the sum of the strain rates for the three crystal orientations  
732 with that of the polycrystal.

733

734

735 **Tables captions**

736 **Table 1** : *Conditions of deformation and reported activation volume for olivine aggregate in*  
737 *dislocation creep regime.*

738 **Table 2** : *Steady-state conditions of deformation for each deformation step. Run #267 was a*  
739 *5-steps experiment, axial compression, 30 min relaxation, lateral compression, axial*  
740 *compression, and 30 min relaxation. Only data collected in axial compression was used for*  
741 *the rheological analysis. In all cases, we report pressures and stresses measured in the*

Figure 1

[Click here to download high resolution image](#)

Thèse de Caroline Bollinger , Lille 1, 2013

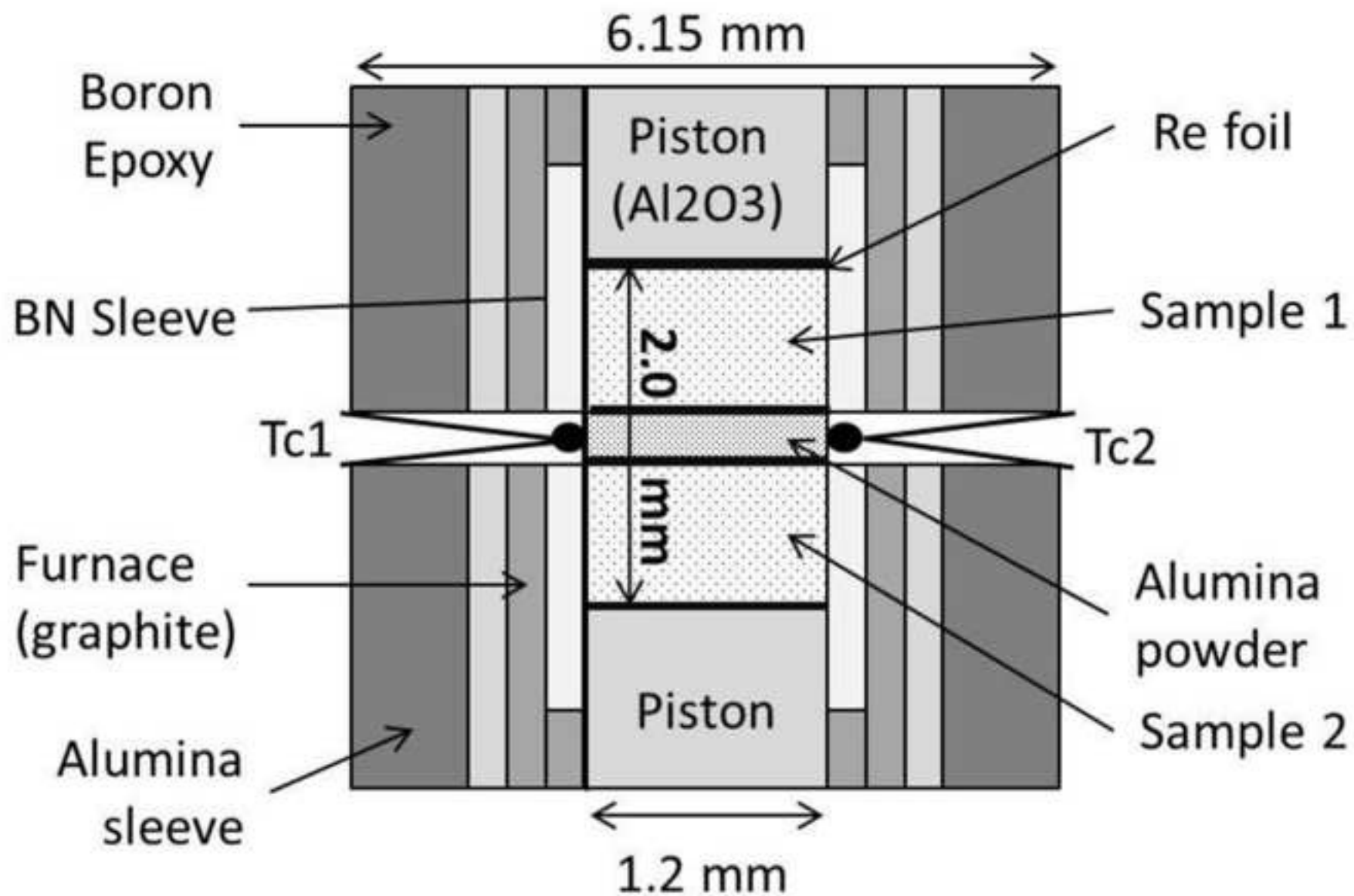


Figure 2  
[Click here to download high resolution image](#)

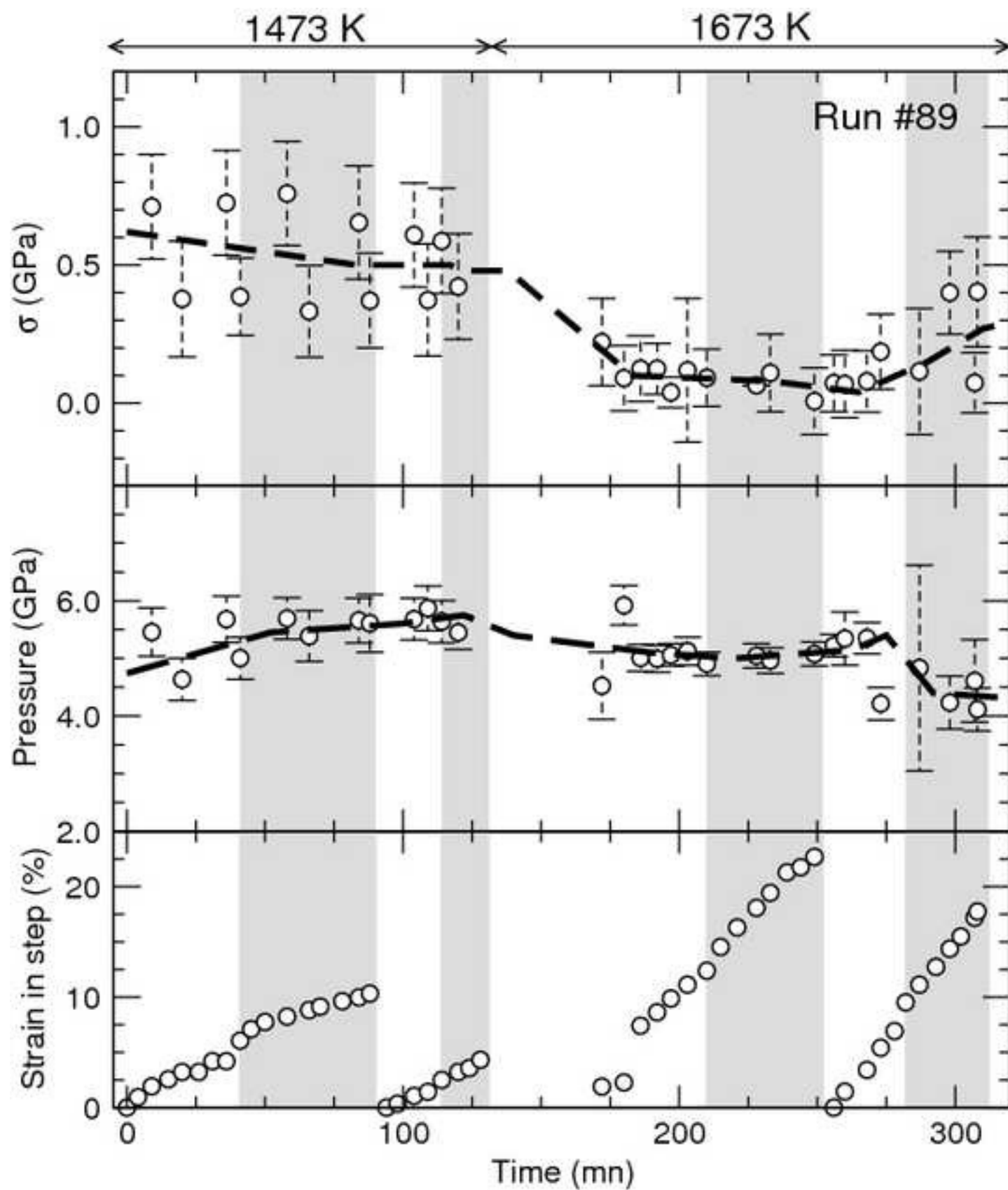




Figure 3

[Click here to download high resolution image](#)

Thèse de Caroline Bollinger , Lille 1, 2013

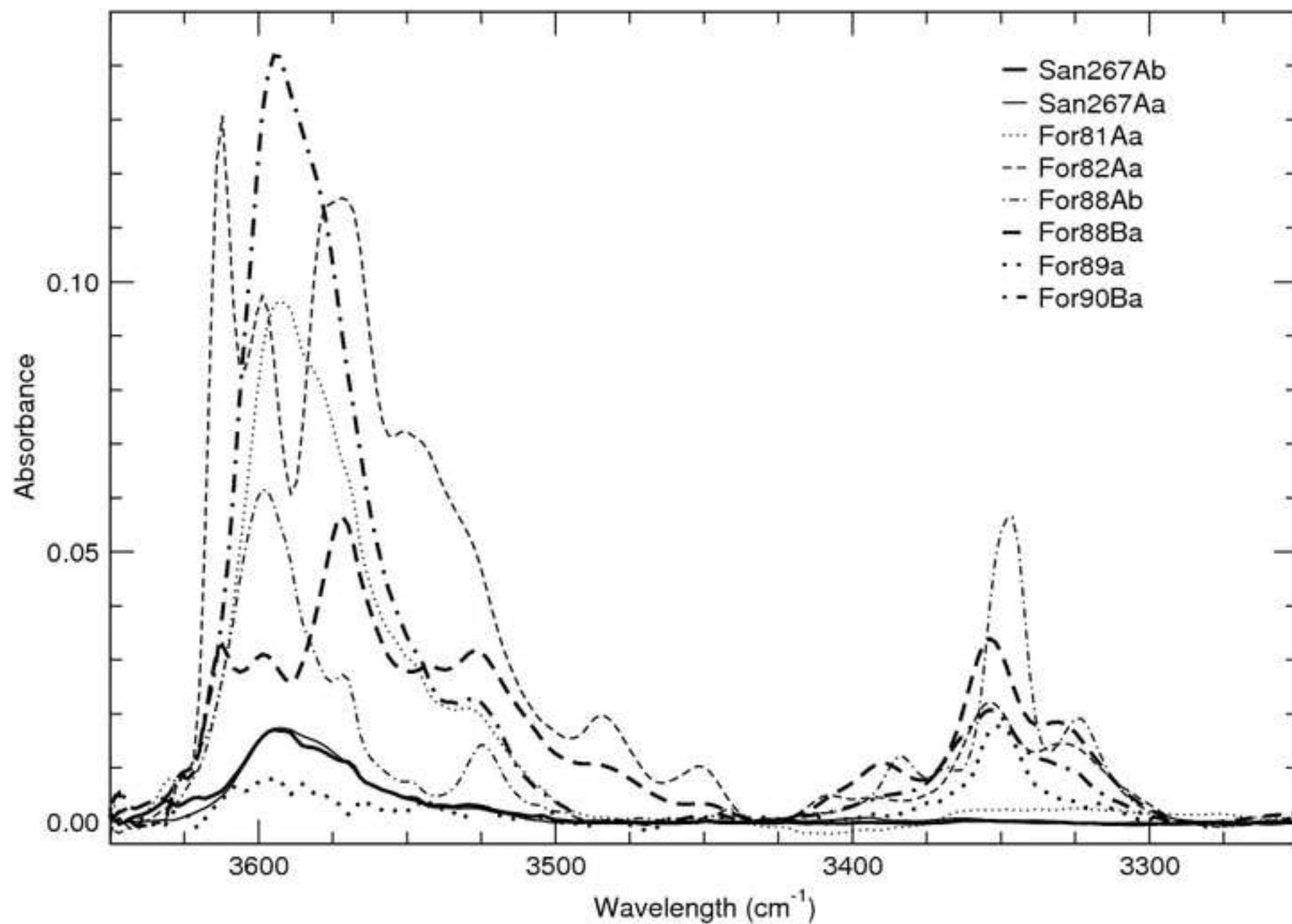
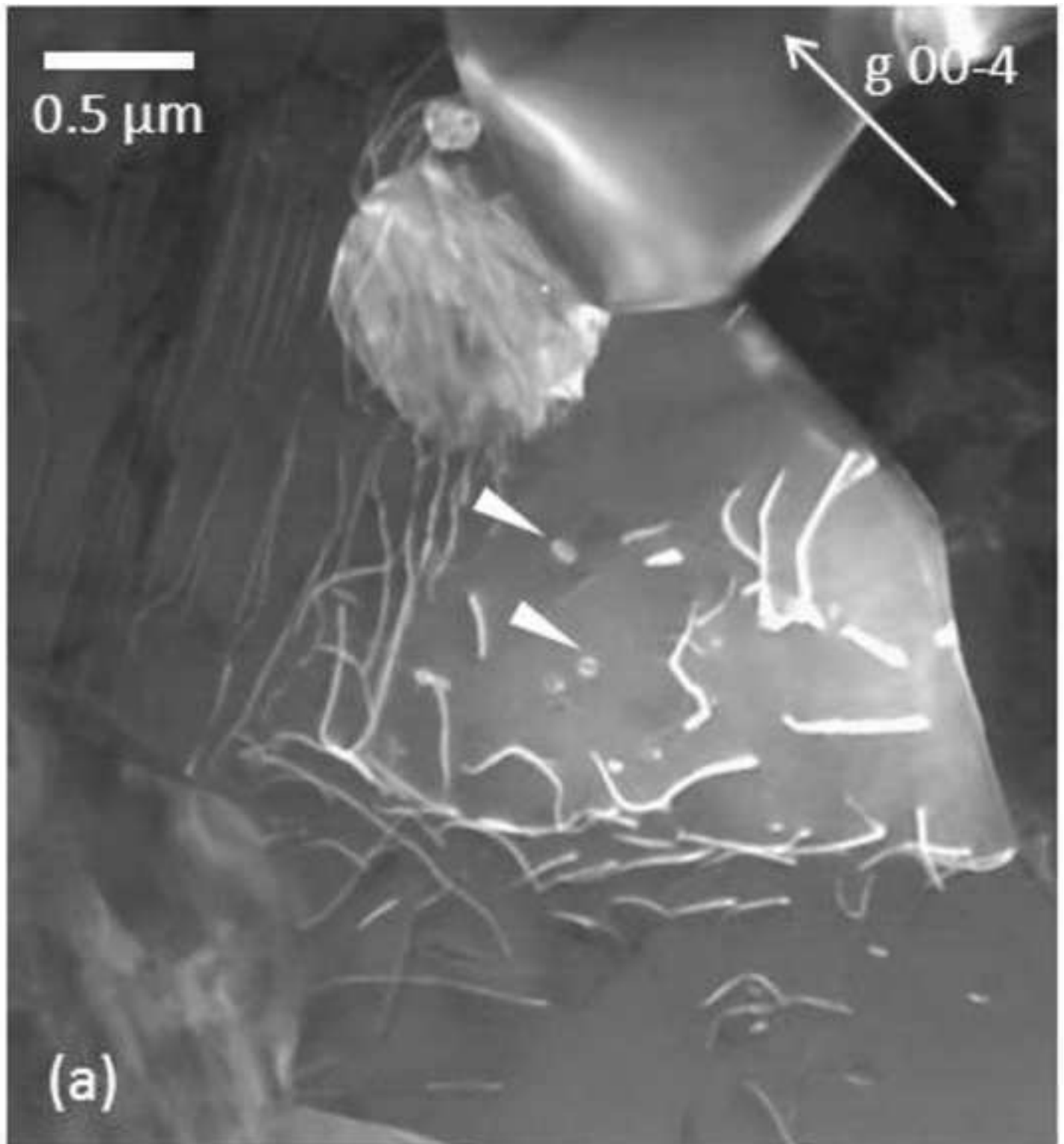
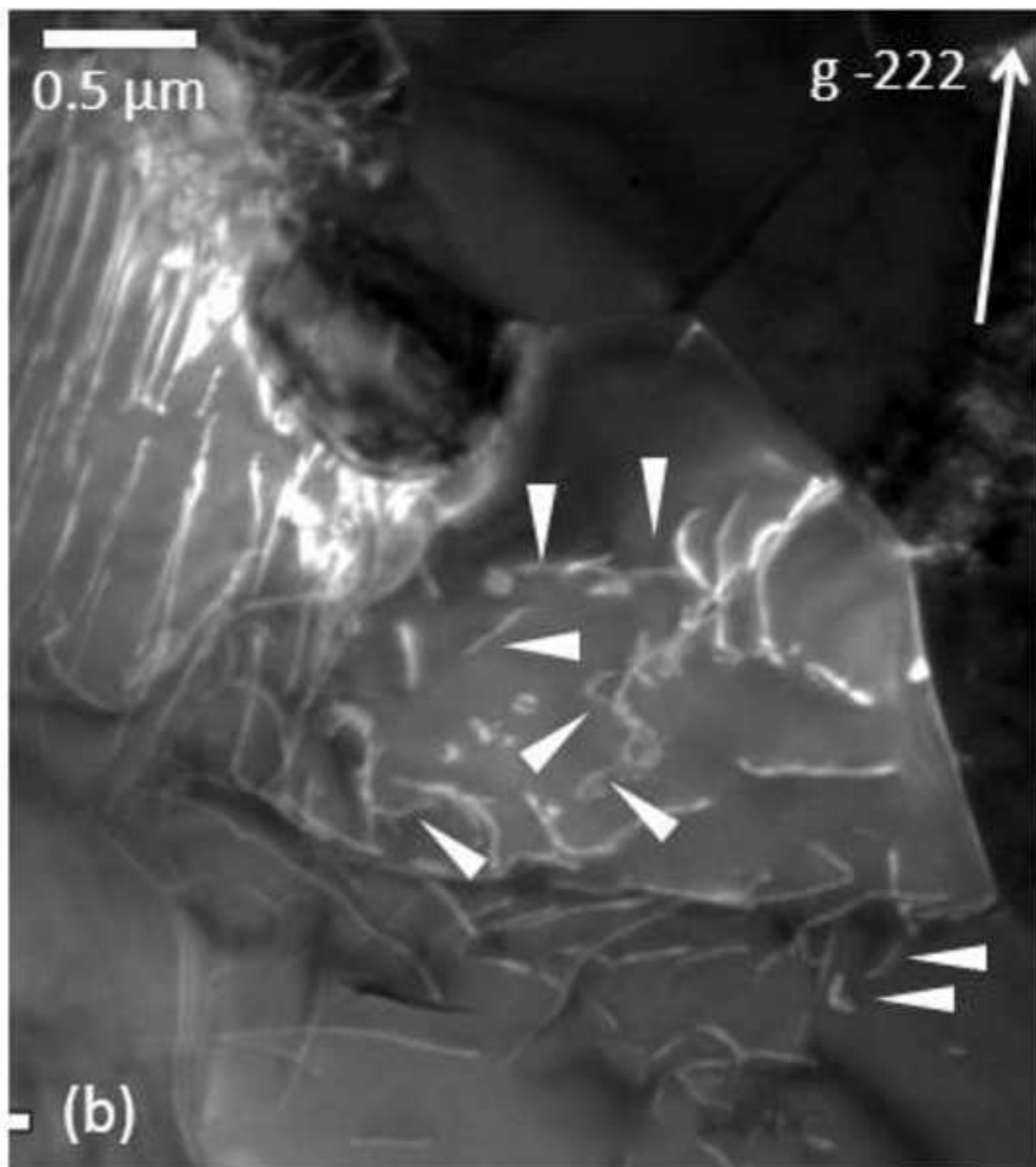


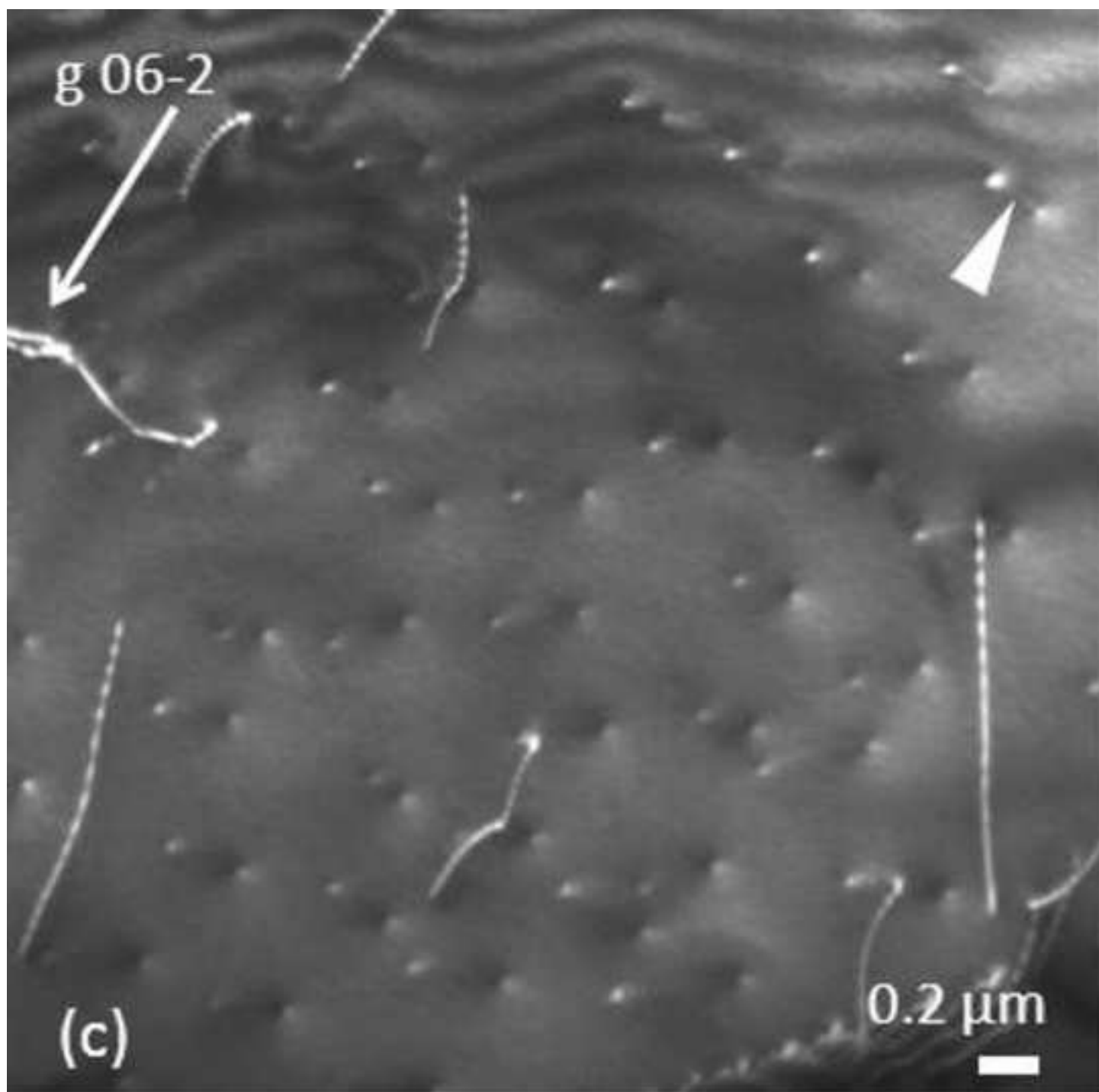
Figure 4a

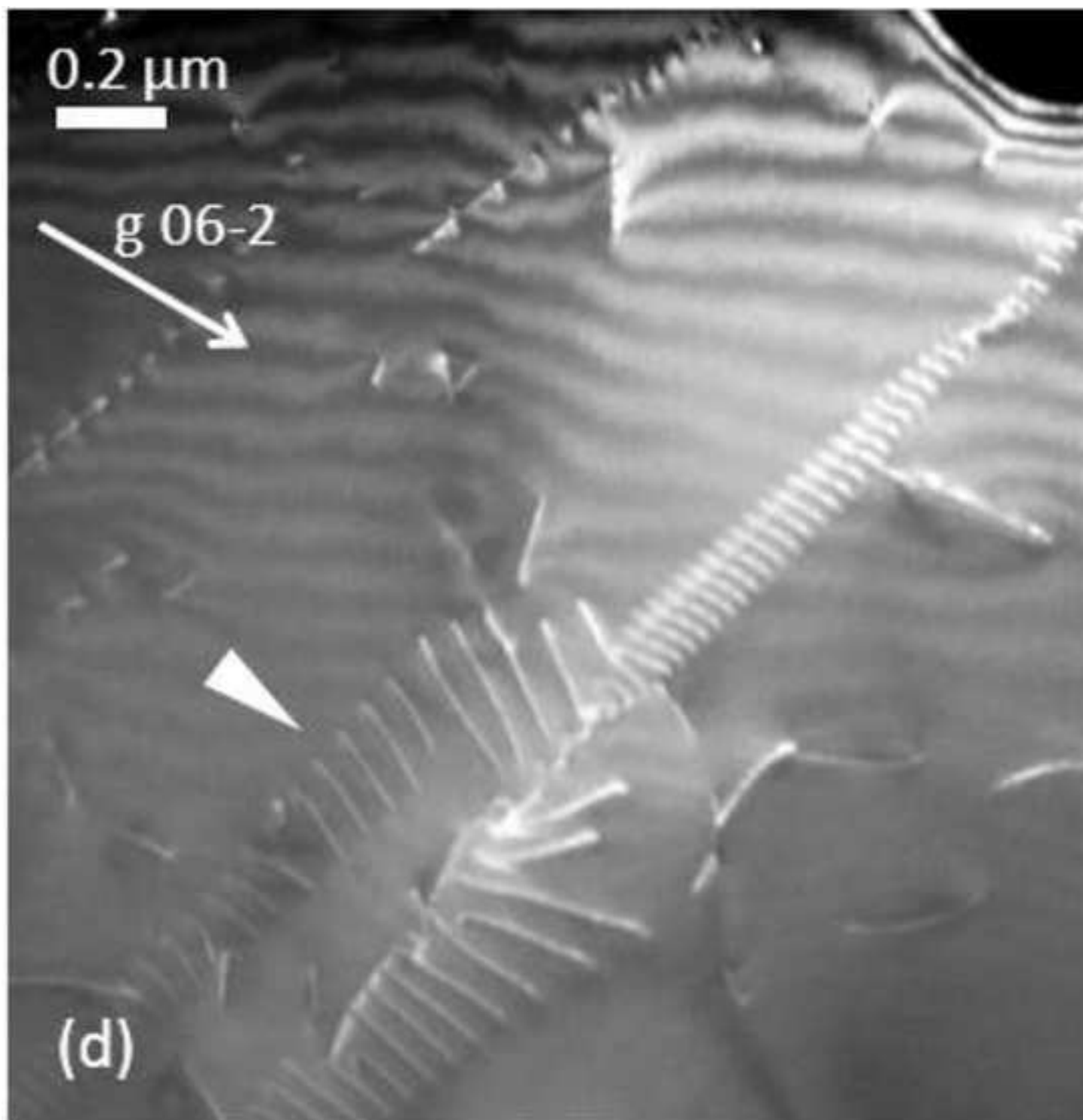
[Click here to download high resolution image](#)

Thèse de Caroline Bollinger , Lille 1, 2013











**Figure 5**  
[Click here to download high resolution image](#)

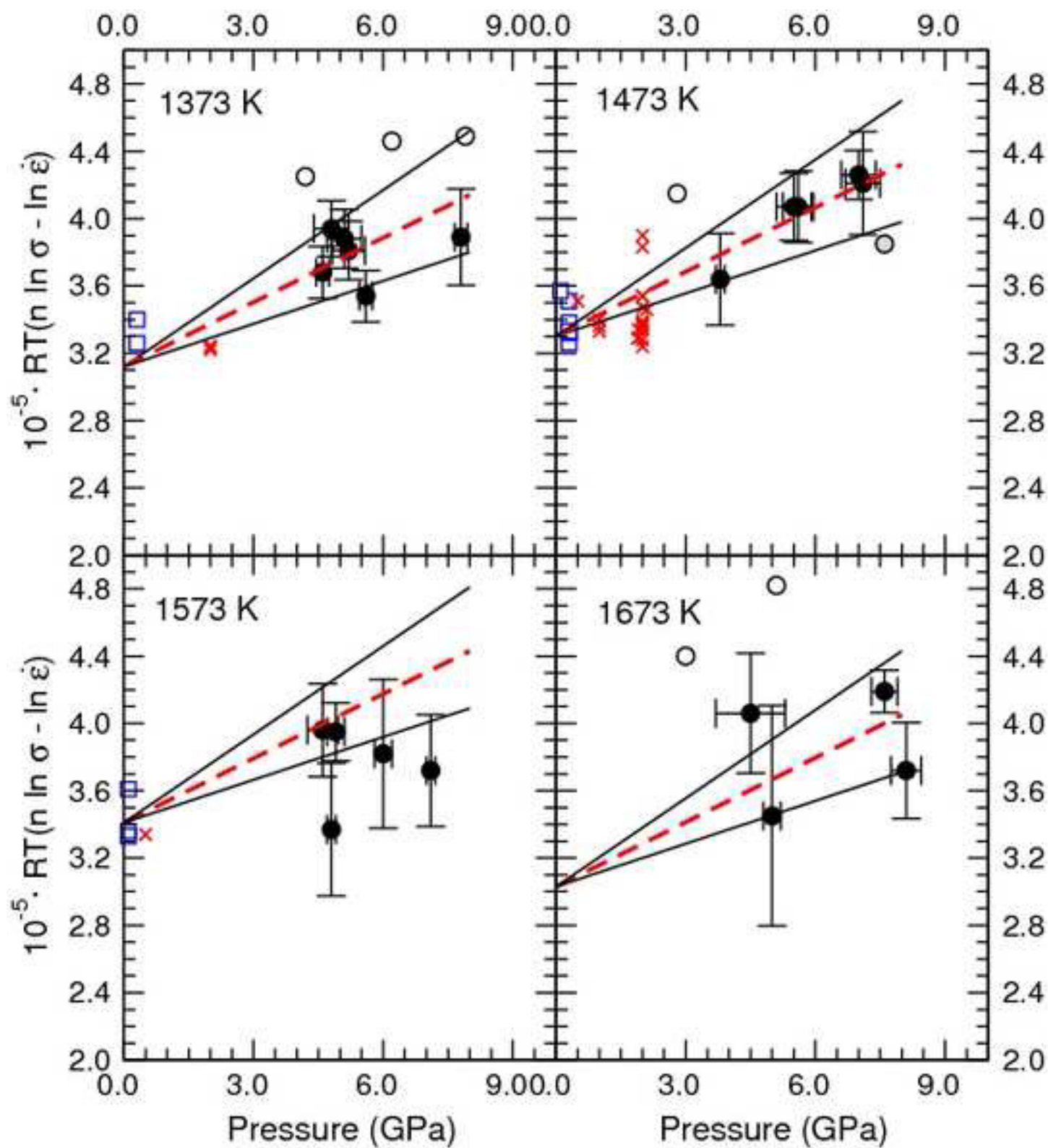


Figure 6

[Click here to download high resolution image](#)

Thèse de Caroline Bollinger , Lille 1, 2013

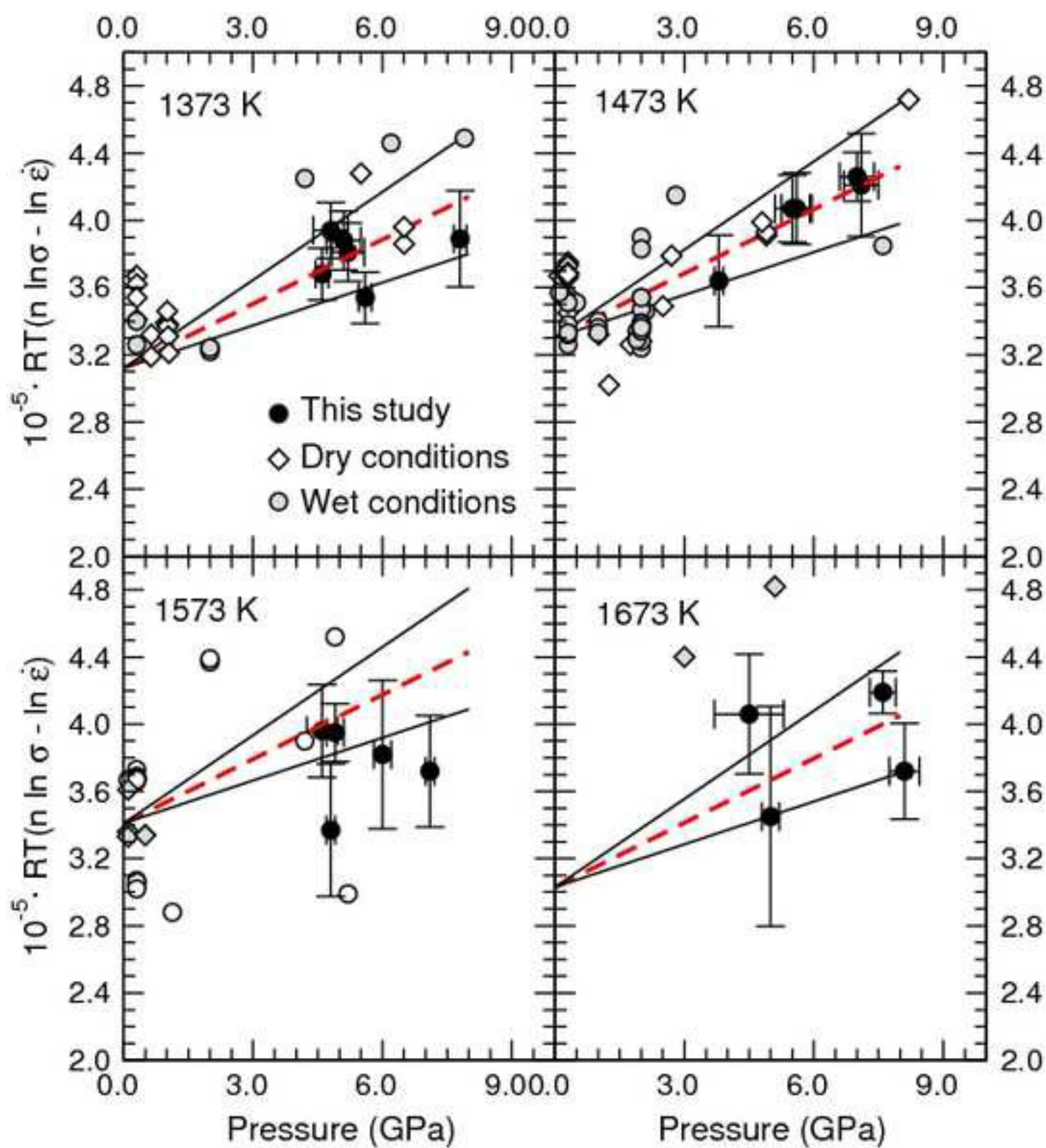


Figure 7

[Click here to download high resolution image](#)

Thèse de Caroline Bollinger , Lille 1, 2013

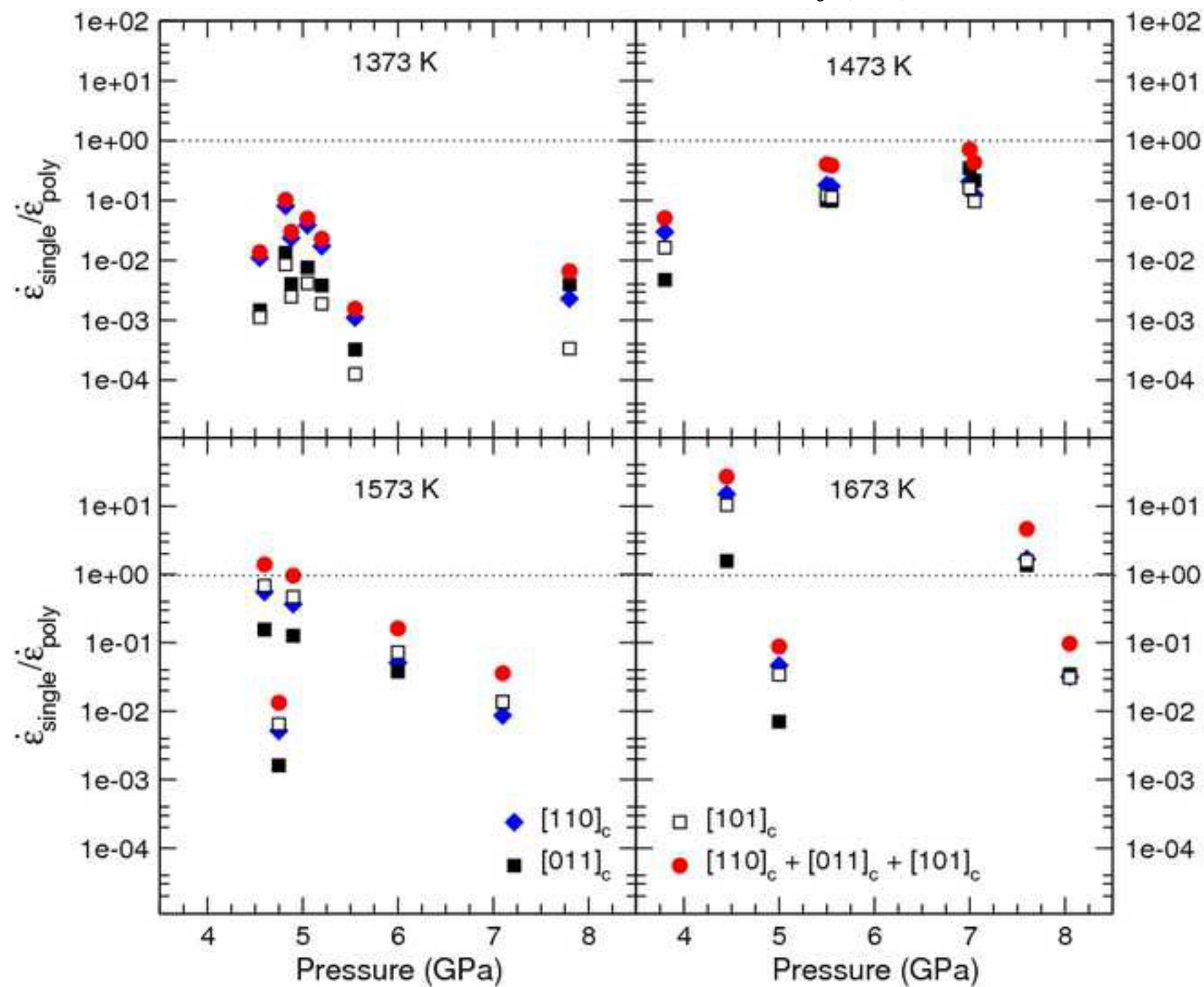




Table 1

<sup>a</sup> after Hirth & Kohlstedt 1996  
<sup>b</sup> after Hirth & Kohlstedt 2003  
<sup>c</sup> after Durham & al. 2009  
<sup>d</sup> after Mei & Kohlstedt 2000

| Reference                          | Sample                   | Conditions       |            |                                     |                                    | V* (cm <sup>3</sup> .mol <sup>-1</sup> ) | Apparatus       |
|------------------------------------|--------------------------|------------------|------------|-------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------------|-----------------|
|                                    |                          | P (GPa)          | T (K)      | $\dot{\epsilon}$ (s <sup>-1</sup> ) | n                                  |                                          |                 |
| Ross & al. 1979                    | Aggregates (dunite)      | Dry              | 0.2-0.4    | 1373-1623                           |                                    | 13.4 (2.0)                               | Griggs          |
| Green & Borch 1987                 | Aggregates               |                  | 1.2-2.5    | 1373-1573                           | 10 <sup>-4</sup> -10 <sup>-5</sup> | 27.0                                     | Piston-cylinder |
| Borch & Green 1989                 | Aggregates (peridotites) | Wet <sup>a</sup> | 0.6-2.0    | 1250-1700                           | 10 <sup>-6</sup>                   | 27.0                                     | Griggs          |
| Karato & Rubie 1997                | Aggregates               |                  | 0.3-15.0   | 300-1900                            | 10 <sup>-4</sup> -10 <sup>-5</sup> | 14.0 (1.0)                               | Multi-anvil     |
| Kohlstedt & Wang 2001 <sup>b</sup> | Aggregates               |                  | 0.2-0.4    |                                     |                                    | 23.0                                     |                 |
| Wang 2002 <sup>c</sup>             | Aggregates               | Dry              | 0.0-0.5    | 1473-1523                           | 10 <sup>-4</sup> -10 <sup>-6</sup> | 23.0                                     | Gas-medium      |
| Karato & Jung 2003                 | Aggregates               | Wet              | 1.0-2.0    | 1473-1573                           | 10 <sup>-4</sup>                   | 24.0 (3.0)                               | Griggs          |
|                                    |                          | Dry              | 1.0-2.0    | 1473-1573                           | 10 <sup>-4</sup>                   | 14.0 (2.0)                               | Griggs          |
|                                    |                          | Wet (?)          | 9.6        | 1473                                | 10 <sup>-5</sup>                   | 0.0 (5.0)                                | D-DIA           |
| Durham & al. 2009                  | Aggregates               | Dry              | 2.7-4.9    | 1473                                | 10 <sup>-6</sup> -10 <sup>-5</sup> | 9.5 (7.0)                                | D-DIA           |
| Kawazoe & al. 2009                 | Aggregates               | Dry              | 4.9-9.6    | 1300-1870                           | 10 <sup>-5</sup>                   | 17.5 (2.5)                               | RDA             |
| <i>This study</i>                  | <i>Aggregates</i>        | <i>Wet</i>       | <i>3-8</i> | <i>1373-1673</i>                    | <i>10<sup>-5</sup></i>             | <i>13.0 (5.0)</i>                        | <i>D-DIA</i>    |

Table 2

| Run | Compression | T (K) | $\dot{\epsilon} \cdot 10^{-5} \text{ (s}^{-1}\text{)}$ | $\sigma_{(T0-200 \text{ K})}$<br>(MPa) |            |            |             | P<br>(GPa) |           |           |            | Abs.cm <sup>-2</sup> | Paterson             |                      | Bell & al. 2003      |                      |
|-----|-------------|-------|--------------------------------------------------------|----------------------------------------|------------|------------|-------------|------------|-----------|-----------|------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|
|     |             |       |                                                        | Top                                    | Btm        | Mean       | Ol          | Top        | Btm       | Mean      | Ol         |                      | ppm/H <sub>2</sub> O | 10 <sup>6</sup> H/Si | ppm/H <sub>2</sub> O | 10 <sup>6</sup> H/Si |
|     |             |       |                                                        |                                        |            |            |             |            |           |           |            |                      | Ol                   | Ol                   | Ol                   | Ol                   |
| 80  | Axial       | 1473  | 3.40 (0.5)                                             | 125 (67)                               | 390 (67)   | 258 (67)   | -610 (1152) | 3.1 (0.1)  | 4.6 (0.1) | 3.8 (0.1) | 4.0 (0.1)  |                      |                      |                      |                      |                      |
| 81  | Axial       | 1373  | 3.80 (0.10)                                            | 593 (96)                               | 170 (62)   | 382 (79)   | 420 (34)    | 6.2 (0.2)  | 4.9 (0.1) | 5.6 (0.2) | 7.2 (0.1)  | 274                  | 72                   | 1201                 | 155                  | 2584                 |
|     | Axial       | 1373  | 2.70 (0.10)                                            | 653 (99)                               | 333 (88)   | 493 (94)   | 219 (30)    | 4.9 (0.2)  | 4.2 (0.1) | 4.6 (0.2) | 6.0 (0.1)  |                      |                      |                      |                      |                      |
|     | Axial       | 1573  | 2.80 (0.06)                                            | 206 (90)                               | -49 (40)   | 79 (65)    | 4 (22)      | 5.2 (0.1)  | 4.3 (0.1) | 4.8 (0.1) | 4.4 (0.1)  |                      |                      |                      |                      |                      |
|     | Axial       | 1573  | 5.80 (0.20)                                            | 341 (88)                               | -          | 341 (88)   | 183 (33)    | 4.9 (0.2)  | -         | 4.9 (0.2) | 4.2 (0.1)  |                      |                      |                      |                      |                      |
| 82  | Axial       | 1373  | 2.60 (0.10)                                            | 545 (106)                              | 1116 (83)  | 831 (95)   | 163 (46)    | 8.1 (0.1)  | 7.5 (0.2) | 7.8 (0.2) | 10.6 (0.1) | 376                  | 91                   | 1526                 | 212                  | 3539                 |
|     | Axial       | 1573  | 2.50 (0.50)                                            | -                                      | 163 (83)   | 163 (83)   | 21 (32)     | -          | 7.1 (0.1) | 7.1 (0.1) | 9. (0.1)   |                      |                      |                      |                      |                      |
| 87  | Axial       | 1373  | 1.80 (0.06)                                            | 701 (184)                              | 773 (192)  | 737 (188)  | 582 (68)    | 5.1 (0.4)  | 5.0 (0.4) | 5.1 (0.4) | 5.9 (0.2)  | -                    | -                    |                      |                      |                      |
|     | Axial       | 1573  | 2.40 (0.30)                                            | 94 (124)                               | 459 (174)  | 277 (149)  | 130 (56)    | 5.7 (0.3)  | 3.5 (0.4) | 4.6 (0.4) | 5.2 (0.2)  | -                    | -                    |                      |                      |                      |
|     | Axial       | 1573  | 2.50 (0.20)                                            | 203 (189)                              | -          | 203 (189)  | 93 (50)     | 6.0 (0.2)  | -         | 6.0 (0.2) | 6.1 (0.2)  | -                    | -                    |                      |                      |                      |
| 88  | Axial       | 1473  | 1.60 (0.06)                                            | 921 (20)                               | 847 (5)    | 884 (13)   | -427 (536)  | 6.9 (0.4)  | 7.1 (0.4) | 7.0 (0.4) | 8.6 (0.2)  | 179                  | 39                   | 643                  | 101                  | 1689                 |
|     | Axial       | 1673  | 2.80 (0.30)                                            | 103 (0)                                | 442 (3)    | 273 (2)    | -181 (244)  | 8.3 (0.3)  | 6.9 (0.3) | 7.6 (0.3) | 7.8 (0.2)  |                      |                      |                      |                      |                      |
| 89  | Axial       | 1473  | 1.30 (0.10)                                            | 363 (159)                              | 706 (197)  | 535 (178)  | 242 (111)   | 5.3 (0.4)  | 5.7 (0.4) | 5.5 (0.4) | 5.7 (0.2)  | 71                   | 9                    | 153                  | 40                   | 664                  |
|     | Axial       | 1473  | 1.10 (0.20)                                            | 422 (191)                              | 587 (190)  | 505 (191)  | 322 (88)    | 5.5 (0.3)  | 5.6 (0.4) | 5.6 (0.4) | 5.9 (0.2)  |                      |                      |                      |                      |                      |
|     | Axial       | 1673  | 4.40 (0.60)                                            | 36 (60)                                | 101 (122)  | 69 (91)    | 155 (61)    | 5.1 (0.2)  | 4.9 (0.2) | 5.0 (0.2) | 5.5 (0.1)  |                      |                      |                      |                      |                      |
|     | Axial       | 1673  | 5.30 (0.10)                                            | 95 (168)                               | 402 (174)  | 249 (171)  | 79 (64)     | 4.7 (1.2)  | 4.2 (0.4) | 4.5 (0.8) | 4.8 (0.2)  |                      |                      |                      |                      |                      |
| 90  | Axial       | 1473  | 1.70 (0.08)                                            | 608 (189)                              | 985 (218)  | 797 (204)  | 258 (522)   | 6.5 (0.4)  | 7.6 (0.4) | 7.1 (0.4) | 7.9 (0.2)  | 286                  | 74                   | 1244                 | 161                  | 2691                 |
|     | Axial       | 1673  | 4.50 (0.00)                                            | 64 (0)                                 | 172 (87)   | 118 (44)   | 171 (497)   | 7.6 (0.2)  | 8.5 (0.3) | 8.1 (0.4) | 7.2 (0.1)  |                      |                      |                      |                      |                      |
| 267 | Axial       | 1373  | 4.30 (0.10)                                            | 747 (191)                              | 814 (210)  | 781 (201)  | 139 (92)    | 4.8 (0.3)  | 5.6 (0.4) | 5.2 (0.4) | 4.2 (0.2)  | 96                   | 26                   | 434                  | 54                   | 900                  |
|     |             |       |                                                        |                                        |            |            |             |            |           |           |            | 87                   | 23                   | 385                  | 49                   | 816                  |
|     | Relax       | 1373  | *                                                      | 489 (180)                              | 353 (178)  | 421 (179)  | 46 (75)     | 4.9 (0.4)  | 4.8 (0.3) | 4.9 (0.4) | 3.8 (0.2)  |                      |                      |                      |                      |                      |
|     | Lateral     | 1373  | 2.70 (0.05)                                            | -777 (211)                             | -588 (190) | -683 (201) | -259 (73)   | 4.4 (0.4)  | 5.3 (0.5) | 4.9 (0.4) | 4.6 (0.2)  |                      |                      |                      |                      |                      |
|     | Axial       | 1373  | 2.40 (0.07)                                            | 878 (194)                              | 958 (202)  | 918(198)   | 308 (79)    | 4.3 (0.4)  | 5.3 (0.5) | 4.8 (0.4) | 4.9 (0.2)  |                      |                      |                      |                      |                      |
|     | Relax       | 1373  | *                                                      | 732 (182)                              | -          | 732 (182)  | 171 (70)    | 4.4 (0.4)  | -         | 4.4 (0.4) | 4.6 (0.2)  |                      |                      |                      |                      |                      |