50376 1987 333



# présentée à

L'UNIVERSITÉ DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE FLANDRES ARTOIS

pour obtenir le titre de

# DOCTEUR

Spécialité Sciences des Matériaux

par

Loeïz NAZÉ

# ÉTUDE PAR MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE EN TRANSMISSION DES DÉFAUTS DE RÉSEAU DANS LES ORTHOPYROXÈNES DÉFORMÉS NATURELLEMENT ET EXPÉRIMENTALEMENT



5037 198

Soutenue le 10 Novembre 1987 devant la Commission d'Examen

Membres du Jury :

M.	J.	PAQUET
Μ.	C.	WILLAIME
M.	Ο.	JAOUL
M.	Ρ.	VEYSSIERE
M.	W.F.	MULLER
Mme	N.	DOUKHAN
M.	J.C.	DOUKHAN

Rapporteurs

Président

Examinateurs

# U.F.R. DE PHYSIQUE FONDAMENTALE

.

.

.

#### REMERCIEMENTS

Cette étude a été effectuée à l'Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres Artois, dans le Laboratoire de Structure et Propriétés de l'Etat Solide (UA CNRS 234).

Ce travail a été dirigé par Monsieur le Professeur Jean-Claude Doukhan, qui malgré sa charge de Directeur du laboratoire, a toujours trouvé le temps pour m'aider et me guider dans la préparation de cette thèse, ce dont je lui suis sincèrement reconnaissant.

Je n'aurais également pu mener cette étude sans l'aide et les conseils de Madame Nicole Doukhan qui a eu la patience de me transmettre une partie de son savoir en microscopie électronique en transmission ce qui représente à mes yeux un acquis très précieux.

J'apprécie particulièrement que Monsieur le Professeur Jacques Paquet ait accepté la présidence du jury car il m'a toujours conseillé avec beaucoup de gentillesse et m'a permis lors de nos discussions, hélas trop peu fréquentes, d'entrevoir le champ de connaissance de la géologie.

Je remercie Messieurs les Professeurs Christian Willaime (Université de Rennes I) et Olivier Jaoul (Université de Paris XI) d'avoir accepté la tâche de rapporteur de ce travail ainsi que Monsieur le Professeur Wolfgang F. Müller (Université de Darmstadt, RFA) et Monsieur Patrick Veyssière (Université de Poitiers) d'avoir bien voulu participer au jury.

Enfin je tiens à exprimer ma gratitude envers l'ensemble des membres du laboratoire, Professeurs, chercheurs, ingénieurs, techniciens, étudiants etc... dont l'aide et l'amitié ont été essentielles. Nous remercions les Docteurs E. Berger de l'Ecole des Mines de Paris, F. Boudier de l'Université de Nantes, J. Fabries du Muséum d'Histoire Naturelle de Paris, J. Michot de l'Université de Bruxelles, A. Ploquín de l'Université de Nancy, G. Raade du Muséum de Minéralogie d'Oslo, R. Emslie du Canadian Geological Survey pour les nombreux échantillons qu'ils nous ont gracieusement fournis, accompagnés de précieux commentaires.

Nous remercions le Professeur M. Paterson et le Docteur J. Bitmead de l'Australian National University pour avoir aimablement réalisé les essais de déformation sous pression de confinement gazeuse. SOMMAIRE

I- INTRODUCTION	1
II- CRISTALLOCHIMIE DES PYROXENES	3
II.1- Introduction	З
II.2- Modélisation de la structure des silicates	З
II.3- Les pyroxènes parmi les silicates	5
II.4- Description ionique	5
II.5- Composition chimique	9
II.6- Structure cristalline et groupes d'espace	12
II.7- Caractéristiques de la structure des pyroxènes	13
II.7.1- Les chaînes (SiO <sub>3</sub> ) <sub>o</sub>	13
II.7.2- Les chaînes de sites octaédriques Mi	16
II.7.3- Relations entre couches tétraédriques et	18
couches octaédriques	
II.7.4- Les sites $M_z$	18
II.7.5- Les structures réelles	20
III- ETUDE PAR MET DES SOUS-STRUCTURES DE DISLOCATIONS DANS DES OPX NATURELLEMENT DEFORMES	23
III.1- Introduction	23
III.2- Etudes antérieures	24
III.3- Observations	26
III.3.1- Orthopyroxènes de qualité gemme	27
III.3.2- Pyroxènes trempés depuis une haute	27
température	
III.3.3- Pyroxènes ayant subi un retour lent à la	30
température ambiante	
III.3.4- Orthopyroxènes sans calcium	44
III.4- Svnthèse	50

#### IV- DEFORMATION PLASTIQUE

· · ·	
IV.1- Revue des travaux antérieurs	53
IV.2- Fluage à haute température et pression	56
atmosphérique	
IV.3- Déformation sous pression de confinement solide	62
IV.4- Déformation sous pression de confinement gazeus	e 72
V- DISCUSSION ET CONCLUSION	80
ANNEXES	83
ANNEXE I: Conditions d'observation en M.E.T.	84
ANNEXE II: Microanalyse X	88
ANNEXE III: système de déformation sous pression de	95
confinement en milieu solide	

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

157

53

#### CHAPITRE I

INTRODUCTION

Les pyroxènes présentent une gamme de compositions fort étendue accompagnée d'un riche polymorphisme. Il en résulte un grand nombre de possibilités de transformations de phases à l'état solide lors de changements de température et de pression (exsolutions, transformations martensitiques, transformation ordre-désordre...). résultantes, Les microstructures microstructures de déformation (telles que densité et topologie des dislocations résiduelles, taille de grain, systèmes de glissement activés) ou les microstructures liées aux transformations de phase (répartition et composition des précipités, orientation des joints de phase) portent donc des informations nombreuses sur le passé thermomécanique des roches, qu'il est intéressant de décrypter. Pour cela i l est évident qu'une double étude doit être menée. D'une part une analyse des diverses microstructures rencontrées dans des pyroxènes naturellement déformés et d'autre part des essais en laboratoire permettant de trouver quelles conditions thermomécaniques peuvent engendrer ces microstructures. А priori, on pourrait être tenté de penser que, concernant 16 manteau supérieur, ces études devraient plutôt être menées sur l'olivine, qui en est le constituant principal. Cependant 1a structure cristallographique de l'olivine et ses propriétés de recristallisation dynamique sont telles que ce minéral ne conserve que très peu de "mémoire" des événements tectoniques anciens. Les microstructures de l'olivine reflètent bien la dernière étape, c'est à dire le dernier événement tectonique, tandis que les pyroxènes superposent des traces de divers événements qui ne sont pas contemporains les uns des autres. On peut donc à long terme reconstituer une partie de l'histoire des roches mantellaires par l'étude de leurs divers minéraux constituants.

Cette étude se présente donc comme l'une des contributions à la connaissance des défauts de réseau dans les pyroxènes : défauts créés par des déformations naturelles dans des conditions de confinement de température, de pression de et vitesse de déformation mal connues, et par des déformations expérimentales dans des conditions bien mieux établies mais avec des vitesses de déformation d'ordres de grandeur plus élevés que les vitesses de déformation naturelles. La comparaison entre les deux types de déformations exigerait donc, pour pouvoir être pleinement quantitative, la connaissance des lois permettant l'extrapolation des résultats expérimentaux aux vitesses de déformations beaucoup plus faibles. De telles lois ne sont pas encore bien établies et il ne faut donc pas encore espérer pouvoir tirer des conclusions géologiques précises des observations rapportées dans ce mémoire. De telles affirmations seraient hautement spéculatives et donc là mène par criticables. Nous nous en sommes délibérément abstenus. I1 ne nous a cependant pas échappé que nos observations soulèvent des problèmes d'ordre géologique ou géophysique. Ceux-ci sont donc simplement indiqués et nos résultats comparés à d'autres résultats obtenus antérieurement.

#### CHAPITRE II

#### II.1- Introduction

Le terme de pyroxène regroupe des silicates de compositions très variées, mais dont les structures présentent une organisation caractéristique très similaire, bâtie sur des chaînes simples de tétraèdres (SiO<sub>4</sub>).

structure cristalline d'un matériau de On peut décrire la vue diverses manières. Nous adopterons ici un point de cristallochimique adapté à notre problème, à savoir la prédiction des systèmes de glissement. On mettra donc en lumière l'aspect stérique (empilement d'ions) et on s'intéressera également à l'intensité des liaisons entre les divers atomes.

#### II.2- Modélisation de la structure des silicates

Dans les silicates, les liaisons entre atomes "iono sont covalentes", c'est à dire qu'elles ne sont ni purement ioniques purement covalentes. Ainsi lorsque l'on cherche à пi interpréter les propriétés cristallographiques physiques, mécaniques 👘 des minéraux à partir des chimiques ou considérations structurales, on peut être amené à considérer nos cristaux soit comme un assemblage plus ou moins compact d'ions, soit comme un assemblage d'entités tétraédriques et octaédriques. On utilisera l'une ou l'autre de ces deux approches selon les problèmes à étudier (structure de coeur, dissociation, mobilité des dislocations).

\* La modélisation ionique d'un silicate consiste à décrire le cristal comme un empilement presque compact d'anions  $O^{2-}$ 

dans lequel les cations (dont le rayon ionique est plus faible que celui des  $O^{2-}$ ) occupent des sites intersticiels. Dans 11 11 sous-réseau anionique compact, les sites interstitiels sont l'on tétraédriques ou octaédriques et compte un site octaédrique et deux sites tétraédriques par anion. En général, on peut supposer que le glissement et la dissociation des dislocations se produiront dans les plans denses du sous-réseau gouverne les propriétés anionique qui ainsi mécaniques. Le sous-réseau cationique impose la symétrie les paramètres et donc également le vecteur cristallins, de Burgers des dislocations.

\* L'autre modélisation consiste à décrire la structure à partir des sites réels occupés par les cations. Ces sites (qui correspondent aux sites interstitiels du sous-réseau anionique précédent) sont inscrits entre les anions qui entourent les cations dans la structure réelle. Les cations forment avec leurs oxygènes premiers voisins, des liaisons fortes et dirigées assimilées à des liaisons covalentes. Il s'agit donc d'ensembles très rigides qui sont en général des tétraèdres ou des octaèdres. Ces entités sont organisées de façon à respecter les directions des liaisons, et la structure n'est en général pas compacte. Le glissement facile des dislocations se produit dans des plans tels que les entités en question ne sont pas rompues. Il en résulterait, sinon, une forte friction de réseau s'opposant au mouvement des dislocations.

\* La règle de Pauling prédit la coordinance du site occupé par un cation donné en fonction du rapport des rayons ioniques  $r_e/r_a$  (c=cation, a=anion).

. Pour 0,225<r\_/r\_<0,414, le cation occupera un site tétraédrique.

. Pour 0,414< r\_/r\_<0,732, le cation occupera un site octaédrique.

. Pour  $r_e/r_e>0,732$ , le cation occupera un site de coordinance 8.

-4-

Ainsi Si<sup>4+</sup> ( $r_{\odot_1}$ <sup>4+</sup>=0,39 Å et  $r_{\odot}$ <sup>2-</sup>=1,32 Å) se placera en site tétraédrique. L'ion Al<sup>3+</sup> ( $r_{A1}$ <sup>3+</sup>=0,57 Å) avec un rapport  $r_{A1}$ <sup>3+</sup>/ $r_{\odot}$ <sup>2-</sup>=0,43, pourra se placer en site tétraédrique ou octaédrique.

#### II.3- Les pyroxènes parmi les silicates

Les silicates sont classés en fonction de l'arrangement des tétraèdres  $(SiO_4)$ . Les pyroxènes appartiennent au groupe des silicates à chaînes infinies de tétraèdres, ou inosilicates . Dans les pyroxènes, chaque chaîne  $(SiO_3)_{\infty}$  est formée par la répétition d'un motif élémentaire composé de deux tétraèdres  $(SiO_4)$  associés par un sommet.

#### II.4- Description ionique

Le sous-réseau anionique presque compact correspond, soit à un réseau cubique face centré, soit à un empilement hexagonal compact. Considérons le cas d'un sous-réseau anionique CFC. La figure la présente le schéma classique de l'empilement des plans denses  $(111)_{CFC}$  d'ions  $O^{2-}$  suivant l'alternance ... ABCABCA... Les sites tétraédriques et octaédriques forment respectivement les "couches"  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  et a, b, c. Sur la figure 1b on n'a représenté que les couches tétraédriques et octaédriques qui ne sont pas vides dans un pyroxène. On obtient alors une alternance de couches octaédriques et de doubles couches tétraédriques partiellement occupées par les cations: 2/3 de sites tétraédriques et 1/3 des sites octaédriques de chacune de ces couches sont inoccupés, ce qui correspondrait à une formule structurale [M] [T] Og.

La distorsion du sous-réseau anionique et la position des sites octaédriques occupés par rapport aux sites tétraédriques impose une distinction entre deux types de sites octaédriques  $M_1$  et  $M_z$ . Le site  $M_z$  peut d'ailleurs être suffisamment distordu pour passer de la coordinance 6 à la coordinance 8. On obtient

-5-





Fig. 1a

Fig. 1b

Figure 1: Description ionique

1a: empilement des plans denses (111) dans un réseau compact CFC A,B,C: plans (111) a,b,c: couches de sites octaédriques  $\alpha, \beta, \gamma$ : couches de sites tétraédriques

1b: empilement compact d'ions  $O^{=-}$  dans les pyroxènes. Si<sup>4+</sup> en position tétraédrique  $M_1$ ,  $M_{=}$  en position octaédrique

-6-

Tableau 1: distribution des cations dans les sites T,  $M_1$  et  $M_2$ .

т	Mı	Mz
Si 4+	ann ann an ann ann ann ann ann ann ann	
A13+	A1 =+	
Fe <sup>3+</sup>	Fe <sup>3+</sup>	
	Ti⁴+	
	Cr <sup>s+</sup>	
	<b>∨</b> ≈+	
	Ti <sup>3+</sup>	
	Sc <sup>3+</sup>	
	Zn <sup>2+</sup>	
	Zr4+	
	Mg <sup>2+</sup>	Mg <sup>₂+</sup>
	Fe <sup>2+</sup>	Fe <sup>z+</sup>
	Mn <sup>2+</sup>	Mn≈+
		Ca <sup>2+</sup>
		Na <sup>2+</sup>
		Li+

. •

Tableau 2: substitutions.

Pour chaque site, R est un élément du tableau 1. Le cation substituant est indiqué (R)

Site	M2	M <sub>1</sub>	T	Exemples	Noms, remarques
normal	<b>R</b> 2+	RZ+	2R**		
substitution (1)	(R*)	(R3+)	2R**	Na+-Al <sup>3+</sup> Na+-Fe <sup>3+</sup> Na+-Cr <sup>3+</sup> Na+-Sc <sup>3+</sup>	
substitution (2)	(R+)	R <sup>2+</sup> (R <sup>4+</sup> ) 1/2 1/2	2R*+	Na+-Ti 4+ V2	(à titre de curiosité)
substitution (3)	R2+	(R <sup>3+</sup> )	(R <sup>3+</sup> )R <sup>4+</sup>	A1 3+-A1 3+ Fe3+-A1 3+ Cr3+-A13+	substitution de Tschermak
substitution (4)	R <b>2</b> +	$R_{V_2}^{z+}(R_{V_2}^{s++})$	(R <sup>3+</sup> )R <sup>4+</sup>	Ti 👫 -Al 3+ V2	Ti Tschermak
substitution (5)	(#_)R <b>2+</b> ¥2`¥2	(R <sup>3+</sup> )	2R**	#1/2 <sup>-A1 3+</sup>	oyroxène non stoechiométrique (#≃lacune)

-8-

alors la formule structurale  $[M_{2}](M_{1})(T)_{2}O_{6}$ .

Notons que l'on obtient une présentation tout à fait semblable en partant d'un sous-réseau anionique HC.

#### II.5- Composition chimique

Il s'agit de "remplir" les cases  $[M_{2}]$ ,  $[M_{1}]$  et [T] de la formule structurale  $[M_{2}]$   $[M_{1}]$   $[T]_{2}O_{6}$  tout en respectant la neutralité électrique et l'encombrement stérique (règles de Pauling).

Le tableau 1 précise les ions que l'on peut rencontrer dans chaque type de site. Les différentes combinaisons obtenues à partir de ce tableau ne sont bien entendu valables que si elles assurent l'électroneutralité de la formule.

Une technique relativement simple permet de cerner l'aspect chimique des pyroxènes en évitant de se perdre dans le dédale des compositions chimiques et des noms (plus de cent !). Cette technique consiste à considérer comme "normaux" les pyroxènes pour lesquels les sites  $M_1$  et  $M_{\pi}$  sont occupés par des cations divalents et les sites T par Si<sup>4+</sup>. On procède ensuite à partir de ce pyroxène "normal", à des substitutions de cations conservant les lois d'électroneutralité et le taux d'occupation des sites (tableau 2).

A partir de ces substitutions , on peut définir un certain nombre de pyroxènes "simples" (ou "extrêmes" "pôles" ou ou "end-members"), puis les solutions solides entre termes extrêmes. On obtient alors une classification basée sur seulement 13 termes extrêmes (auxquels il faut ajouter quelques polymorphes) et leurs solutions solides. Le tableau 3 présente ainsi la liste de 20 noms auxquels il serait (officiellement) souhaitable de se limiter lorsque l'on parle de pyroxènes (Fabries, communication personnelle). Cette liste, présentée à Tableau 3: classification, nomenclature

NUITS	*END-MEMBER	SOLUTION SOLIDE	GROUPE SPATIAL
I. Mg-Fe PYROXENES			
1- ENSTATITE ( <u>En</u> ) 2- FERROSILITE ( <u>Fs</u> )	Mg <sub>z</sub> Si <sub>z</sub> O <sub>6</sub> Fe <sup>z+</sup> Si <sub>z</sub> O <sub>6</sub>	(Mg,Fe)₂Si₂0₀	<u>Pbca</u>
3- CLINDENSTATITE 4- CLINDFERROSILITE		(Mg,Fe)₂Si₂O₀	<u>P</u> 2 <sub>1</sub> / <u>c</u>
5- PIGEONITE II. Mn-Mg PYROXENES		(Mg,Fe,Ca) <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> D <sub>o</sub>	<u>P</u> 21/ <u>c</u>
6- DONPEACORITE		(Mn,Mg)MgSi <sub>2</sub> O <sub>6</sub>	<u>Pbca</u>
7- KANDITE ( $\underline{Ka}$ )	MnMgSi <sub>z</sub> 0 <sub>e</sub>	(Mn,Mg)MgSi <sub>z</sub> O <sub>o</sub>	<u>P</u> 21/ <u>C</u>
8- DIOPSIDE ( <u>Di</u> ) 9- HEDENBERGITE ( <u>Hd</u> )	CaMgSizO <sub>d</sub> CaFe <sup>z+</sup> SizO <sub>d</sub>	Ca(Mg,Fe)Siz0a	<u>C</u> 2/ <u>c</u>
10- AUGITE		(Ca,Mg,Fe) <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>6</sub>	<u>C</u> 2/ <u>c</u>
11- JOHANNSENITE ( <u>Jo</u> ) 12- PETEDUNNITE ( <u>Pe</u> )	CaMnSi <sub>z</sub> O <sub>o</sub> CaZnSi <sub>z</sub> O <sub>o</sub>		<u><u><u></u><u></u><u></u><u></u><u></u><u></u><u></u><u></u><u></u><u></u><u></u><u></u><u></u><u></u><u></u><u></u><u></u><u></u></u></u>
13- ESSENEITE ( $\underline{ES}$ ) IV. Ca-Na PYROXENES	CaFe <sup>3+</sup> AlSiO <sub>6</sub>		<u>C</u> 2/ <u>c</u>
14- OMPHACITE		$(Ca, Na) (R^{2+}, Al) Si_{2}O_{6}$	<u><u>C</u> 2/ <u>c</u> , <u>P</u> 2/ <u>n</u></u>
V. Na PYROXENES		(ca,na/)((* ,re* /31206	
16- JADEITE ( <u>Jd</u> ) 17- AEGIRINE ( <u>Ae</u> )	NaAlSizQo NaFe <sup>3+</sup> SizQo	Na (A1 , Fe <sup>3+</sup> ) Si <sub>2</sub> 0 <sub>6</sub>	<u>C</u> 2/ <u>c</u>
18- KOSMOCHLOR ( <u>Ko</u> ) 19- JERVISITE ( <u>Je</u> )	NaCr <sup>-3+</sup> Si <sub>z</sub> 0 <sub>6</sub> NaSc <sup>3+</sup> Si <sub>z</sub> 0 <sub>6</sub>		<u>C</u> 2/ <u>c</u> <u>C</u> 2/ <u>c</u>

.





titre indicatif, complète les travaux de classification présentés par Deer et al.(1978) et Cameron et Papike (1980 et 1981) qui rassemblent pratiquement l'intégralité des données concernant les compositions chimiques des pyroxènes.

Nous nous sommes principalement intéressés aux pyroxènes dits "du quadrilatère". Ce quadrilatère correspond à la partie du diagramme ternaire de pôles  $Mg_2Si_2O_6$ ,  $Fe_2Si_2O_6$ ,  $Ca_2Si_2O_6$  limitée par la ligne CaMgSi\_2O\_6, CaFeSi\_2O\_6 (figure 2).

On a l'habitude de faire entrer dans ce quadrilatère tous les pyroxènes dont la composition présente de faibles substitutions des ions Si<sup>4+</sup>,  $Mg^{2+}$ ,  $Fe^{2+}$  et Ca<sup>2+</sup> par d'autres cations. La limite de substitution admissible peut atteindre 0,15 cations pour 6 Oxygènes. La composition des pyroxènes les plus fréquemment rencontrés dans la nature peut alors s'inscrire dans ce quadrilatère.

#### II.6- Structure cristalline et groupes d'espace

La structure des pyroxènes a fait l'objet de nombreuses études depuis les premiers travaux de Warren et Modell (1930). Actuellement, les différents minéraux reconnus comme pyroxènes présentent une structure cristallographique appartenant à l'un des huit groupes spatiaux suivants: P2, C2, P2/n, P21/c, C2/c pour les pyroxènes monocliniques ou clinopyroxènes (CPX), Pbca, Pbcn, et peut-être P21ca pour les pyroxènes orthorombiques ou orthopyroxènes (OPX), Pbcn correspond à une phase haute température de l'OPX Pbca. P2, ca, d'abord identifié parmi des pyroxènes d'origine lunaire (Smyth, 1974) a été récemment contesté par Sasaki et al.(1984).

Aux pyroxènes du quadrilatère, (figure 2), correspondent les structures Pbca,  $P2_1/c$  et C2/c. Les pyroxènes calciques du groupe diopside, hedenbergite, augite sont monocliniques de

groupe spatial C2/c. Les pyroxènes ferromagnésiens du groupe enstatite, ferrosilite, pigeonite présentent deux structures. La pigeonite correspondant à une composition en calcium supérieure à  $Ca_{\odot, \odot \varpi}$ , a la structure monoclinique P2<sub>1</sub>/c. Pour une composition en calcium inférieure à  $Ca_{\odot, \odot \varpi}$ , les pyroxènes de la solution solide correspondant aux termes extrêmes enstatite  $Mg_{\Xi}Si_{\Xi}O_{\odot}$  et ferrosilite Fe $_{\Xi}Si_{\Xi}O_{\odot}$  ont très généralement une structure orthorombique Pbca.

Cependant ces orthopyroxènes peuvent subir une transformation de phase de type martensitique qui les "inverse" en pyroxènes de structure monoclinique  $P2_1/c$  (voir chapitre IV). On préfère généralement appeler ces derniers clinoenstatite – quelque soit leur composition – plutôt que clinopyroxène, terme que l'on réserve aux pyroxènes de structure C2/c et, à la rigueur, à la pigeonite (structure monoclinique P2\_1/c).

A haute température (T>1080°C), l'enstatite de structure orthorombique Pbca ("orthoenstatite") se transforme en protoenstatite, pyroxène de structure également orthorombique mais de groupe d'espace Pbcn. La température de transformation s'élève avec la teneur en Fe. Au dessus d'une composition Feo.10, les pyroxènes ferromagnésiens adoptent à haute température la structure monoclinique C2/c. Eventuellement, on parle alors de "high clinoenstatite" et "high clinoferrosilite" pour marquer la différence avec (low-) clinoenstatite et (low-) clinoferrosilite (voir par exemple Smith, 1969).

#### II.7- Caractéristiques de la structure des pyroxènes

II.7.1 - Les chaînes (SiO₃)∞

Les tétraèdres  $(SiO_4)$  -et éventuellement quelques  $(AlO_4)$ - sont presque réguliers. Chaque tétraèdre partage deux de ses sommets avec deux tétraèdres adjacents, formant



Figure 3: chaînes tétraédriques  $(SiO_3)_{\infty}$  dans une sous-couche tétraédrique (cas d'un OPX de structure C2/c).



Figure 4: chaîne tétraédrique  $(SiO_{\Im})_{\infty}$ , définition de l'angle  $\alpha$ 

ainsi des chaînes parallèles à l'axe  $\vec{c}$  (figure 3). Chaque chaîne est formée par la répétition d'un motif de deux tétraèdres. La longueur de ce motif de répétition définit le paramètre c'qui est approximativement de 5,2 Å dans tous les pyroxènes. La base de chaque tétraèdre (correspondant à la face qui partage deux sommets avec les tétraèdres adjacents) est approximativement parallèle au plan (100) (correspondant à un plan dense du sous-réseau anionique idéalisé). Tous les tétraèdres d'une chaîne "pointent" donc approximativement dans la direction [100] \*. Les chaînes adjacentes pointent alternativement dans le sens  $+\vec{a}$  et  $-\vec{a}$ . La distance entre deux chaînes identiques (pointant dans le même sens) successives, correspond au paramètre  $\vec{b}$  (approximativement 9 Å).

Les autres caractéristiques des chaînes  $(SiO_{\Xi})_{\infty}$  dépendent du groupe spatial régissant la structure ou pour une même structure, du type de cations occupant les sites  $M_1$  et  $M_{\Xi}$ .

L'angle  $\alpha$  entre les tétraèdres, défini par la figure 4, peut varier de 130° à 180°. Le paramètre 🔂 restant sensiblement constant, plus l'angle entre les tétraèdres est proche de 180°, plus les tétraèdres seront petits (rappelons qu'il s'agit de tétraèdres réguliers). De façon schématique, on peut considérer que l'extension plus ou moins forte des chaînes permet d'adapter la structure à la taille des cations en sites octaédriques. C'est sans doute cette souplesse de la structure qui permet l'existence de larges solutions solides. Le mêne argument permet d'interpréter les différences d'inclinaison de la base des tétraèdres par rapport au plan (100).

Certains pyroxènes ne présentent qu'un seul type de chaîne. D'autres présentent deux types de chaînes caractérisés par des angles différents (et, éventuellement des motifs légèrement différents). Le passage d'un type de chaîne à l'autre ne nécessite que de très petits déplacements des atomes, de sorte que les pyroxènes correspondants peuvent présenter une phase désordonnée à haute température et des antiphases à basse température (cas de l'omphacite).

II.7.2- Les chaînes de sites octaédriques M<sub>1</sub>

Parmi les sites octaédriques occupés, on distingue les sites  $M_1$ , qui partagent une arête et forment ainsi des chaînes  $(M_1O_4)_{\infty}$  parallèles aux chaînes tétraédriques, et les sites  $M_{\Xi}$  distribués de part et d'autre des  $M_1$ . En règle générale, les sites  $M_1$  sont peu distordus tandis que les  $M_{\Xi}$  peuvent être suffisamment distordus pour passer à une coordinance 8. Les octaèdres  $M_1$  (figure 5) sont tels que deux de leurs faces sont approximativement parallèles au plan (100).

Dans les structures courantes qui nous intéressent plus particulièrement (Pbca, P21/c, C2/c), les sites octaédriques Mi sont tous identiques mais présentent éventuellement deux orientations différentes. A partir des vecteurs  $\vec{a}$ ,  $\vec{b}$  et  $\vec{c}$ définissant la maille élémentaire, on peut préciser le sens dans lequel pointe la face triangulaire (parallèle à (100)) d'un octaèdre (on entend par face supérieure, la face vue par un observateur regardant la structure dans le sens (1001\*). On note + (respectivement - ) un octaèdre dont la face supérieure pointe vers  $+\vec{c}$  (respectivement  $-\vec{c}$ ) (figure 6). Tous les octaèdres d'une chaîne  $(M_1O_4)_{\infty}$  et même d'une couche octaédrique ont le même signe. Suivant la structure, toutes les couches octaédriques sont identiques (octaèdres tous de signes +) ou alternent suivant les séquences ...+-+-... ou ···++--++---. · ·



Figure 5: chaînes octaédriques  $(M_1O_{4})_{\infty}$  dans une sous-couche octaédrique



Figure 6: a) chaîne d'octaèdres  $(M_1O_4)_{\infty}$  notée + b) chaîne d'octaèdres  $(M_1O_4)_{\infty}$  notée -

Chaque tétraèdre est relié par deux sommets aux deux couches octaédriques adjacentes. Thompson (1970) définit pour les chaînes de tétraèdres, les types S(same) et O(opposite) suivant l'orientation de la base triangulaire des tétraèdres par rapport à la face triangulaire de l'octaèdre vers lequel il pointe. Pour une chaîne de type S, ces deux faces triangulaires pointent dans le même sens et pour une chaîne de type O, dans des sens opposés. Notons que dans le cas d'une chaîne tétraédrique totalement dépliée (angle entre les tétraèdres de 180°), on ne peut plus définir un type O ou S, ce type de chaîne sera alors noté E(extended) (figure 7).

Sueno et al. (1976) définissent enfin, pour chaque chaîne tétraédrique, les caractères N et P qui font référence à l'orientation relative des faces triangulaires parallèles à (100) des octaèdres et tétraèdres reliés latérallement (N pour des orientations opposées, P pour des orientations similaires) (figure 8).

II.7.4 - Les sites M<sub>z</sub>

Les sites  $M_Z$  sont situés de part et d'autre des chaînes d'octaèdres  $(M_1O_4)_{\infty}$ . Leur coordinance est de 6 ou de 8 suivant les structures. Les polyèdres correspondant sont irréguliers (ils ne sont d'ailleurs généralement pas représentés). La taille du cation que l'on peut placer en M₂ dépend de la symétrie de la structure. En effet, la taille du site  $M_{2}$ , dépend des caractères (P ou N) des deux chaînes tétraédriques qui juxtent ce site. La figure 8 présente trois configurations possibles du site M<sub>20</sub> dans une





Figure 8:

Caractères N et P des chaînes tétraédriques et taille du site M<sub>2</sub> dans une structure idéalisée ( $\alpha = 120^{-1}$ )







structure idéalisée (angle de 120° entre les tétraèdres des chaînes (TO<sub>3</sub>)<sub> $\infty$ </sub>). Cette figure permet de comparer la taille du site M<sub>2</sub> en fonction de la séquence  $\begin{bmatrix} N \\ N \end{bmatrix}$ ,  $\begin{bmatrix} N \\ P \end{bmatrix}$  ou  $\begin{bmatrix} P \\ P \end{bmatrix}$  correspondant à l'organisation des chaînes tétraédriques et octaédriques qui délimitent ce site.

II.7.5 - Les structures réelles

Nous avons résumé les principes généraux régissant l'organisation des sites dans les structures des pyroxènes. Cet aspect topologique est largement développé dans divers travaux dont Cameron et al.(1980 et 1981) présente une revue très complète.

L'ensemble des symboles + ou -, S ou O, N ou P, ainsi que le ou les angles des chaînes tétraédriques définissent complètement la structure d'un pyroxène. Ce symbolisme peut paraître abstrait et compliqué. Il représente pourtant une grande simplification dans la description de la structure des pyroxènes. Il s'applique également aux amphiboles et aux biotites ( c'est à dire l'ensemble des "biopyriboles"). Les passages d'une structure à une autre ne se décrivent bien qu'à l'aide du symbolisme décrit ci-dessus.

Nous allons pour terminer, résumer les caractéristiques correspondant aux trois structures les plus fréquentes: Pbca,  $P2_1/c$  et C2/c. Ces caractéristiques sont résumées dans les diagrammes de la figure 9. (I-beam diagrams).

#### \* orthopyroxènes Pbca (figure 9a)

On distingue deux types (A et B) de chaînes tétraédriques, chacune construite à partir d'un motif de deux tétraédres équivalents. Les angles caractéristiques valent, selon la composition chimique, de 160 à 170° pour la chaîne A et 135 à 145° pour la chaîne B. Toutes les chaînes (TO<sub>3</sub>)∞ sont en

-20-



C2/c



P21/c





Pbca

Figure 9: "I-beam diagrams" des structures C2/c, P2<sub>1</sub>/c et Pbca (d'après Cameron et Papike, 1981). configuration O. Les couches tétraédriques formées de chaînes A alternent avec les couches formées de chaînes B. Les couches octaédriques présentent la séquence  $\dots ++--++--\dots$ . Les sites  $M_{\Xi}$  ont tous la configuration  $\Pr(ou \Pr)$ .

#### \* clinopyroxènes P21/c (figure 9b)

On distingue deux types (A et B) de chaînes tétraédriques), chacune construite à partir d'un motif de deux tétraédres équivalents. Les chaînes de type A et B ont respectivement un angle entre tétraédres d'environ 160 à 170° et 140 à 150°. Les chaînes A sont en configuration S et les chaînes B en configuration O. Les couches tétraédriques formées soit de chaînes A (S), soit de chaînes B(O) alternent et sont séparées par des couches octaédriques, toutes de signe +. Les sites  $M_{z}$ ont tous la configuration P

#### \* clinopyroxènes C2/c (figure 9c)

Les chaînes tétraédriques formées de deux tétraédres équivalents sont toutes identiques. L'angle entre tétraédres est de 160 à 175°. Toutes les couches tétraédriques sont en configuration O. Toutes les chaînes octaédriques sont de signe +. Tous les sites  $M_{2}$  ont la configuration  $\frac{1}{2}$ .

#### CHAPITRE III

### ETUDE PAR MET DES SOUS-STRUCTURES DE DISLOCATIONS DANS DES OPX NATURELLEMENT DEFORMES

#### III.1- Introduction

L'étude par MET des minéraux s'est généralisée dans les années partie grâce à la mise au point des techniques 70. en d'amincissement par bombardement ionique. En vingt ans, de très nombreux minéraux ont été ainsi étudiés. Cependant, les études portant sur les dislocations et les sous-structures de déformation des OPX sont restées très rares. L'une des raisons possibles de ce faible intérêt est peut-être que les OPX sont considérés comme un constituant mineur du manteau supérieur ou tout au moins comme un constituant n'intervenant pratiquement pas dans la rhéologie de ce manteau. En effet, celle-ci est sans doute gouvernée par la plasticité de l'olivine d'où de très nombreuses études sur ce minéral (expériences de fluage dans des conditions variées, investigations poussées en MET des mécanismes de propagation des dislocations...). Pour les roches quartzo-feldspathiques de l'écorce terrestre, c'est le quartz qui joue ce rôle primordial et les études sur l'adoucissement hydrolytique de ce minéral sont également très nombreuses tandis que la plasticité des feldspaths est beaucoup moins bien connue. Les feldspaths et les pyroxènes partagent une autre propriété qui a attiré l'attention des minéralogistes depuis longtemps. Tous deux possèdent une grande richesse de variétés polymorphiques et leurs transformations de phases au cours de refroidissements lents conduisent à des phénomènes d'exsolution, de mise en ordre partielle... qui peuvent être des indicateurs de la cinétique de refroidissement. Ce sont en MET donc surtout ces derniers aspects qui ont été étudiés dans l'un et l'autre cas.

Dans les OPX, les exsolutions sont liées au contenu en calcium et apparaissent comme de fines lamelles de CPX riches en Ca (tandis que la matrice s'appauvrit en calcium). Ces lamelles nucléent et croissent dans le plan (100). Ceci entraine une l'on complication lorsque veut étudier les sérieuse sous-structures de dislocations laissées par une déformation naturelle. En effet, ce plan (100) est également le plan de glissement facile, il y a donc superposition des deux phénomènes, et même probablement interaction, les exsolutions nucléant préférentiellement sur les dislocations. I1 peut en particulièrement compliqué et non résulter un paysage exploitable. Un choix judicieux des échantillons en fonction des études à réaliser est donc capital.

#### III.2- Etudes antérieures

Les premières caractérisations par MET (très incomplètes) de dislocations dans des pyroxènes naturellement déformés sont Vander dues à Lally et al. (1972) Kohlstedt et Sande puis grande majorité (1973). Elles ont montré que la des dislocations sont de vecteur de Burgers [001] (la plus petite translation de réseau) et glissent dans (100) de sorte que la seul système de glissement. structure Pbca aurait un Ces dislocations sont parfois dissociées avec des largeurs de dissociation variant d'un échantillon à l'autre. Dans la mesure où il s'agit de configurations en équilibre ou bien figées depuis un état d'équilibre de haute température, l'énergie de faute varierait avec la composition et (ou) les conditions thermodynamiques (température McLareñ et pression). et Etheridge (1976) observent essentiellement les mêmes dislocations c'plus ou moins dissociées. L'analyse du contraste de faute a conduit ces divers auteurs à proposer diverses réactions de dissociations possibles. Il s'agit, dans les deux cas, de dissociations en deux partielles colinéaires avec des vecteurs de Burgers de partielles très inégaux, l'un étant beaucoup plus petit que l'autre de sorte que la petite partielle est généralement invisible.

I1 semble maintenant assez clair, que dislocations ces dissociées sont des sites préférentiels de nucléation tardive de phases étrangères (exsolutions) ou d'altérations (lamelles d'amphiboles) de sorte que l'analyse du contraste de faute peut conduire à des résultats contradictoires car il ne s'agit plus à proprement parler d'une faute d'empilement. Lorsque l'exsolution l'altération ou progresse, ces lamelles s'épaississent et deviennent des précipités semi-cohérents avec des dislocations de raccordement dans les joints de phase. L'étude des exsolutions semble avoir beaucoup plus attiré l'attention des microscopistes. Des études assez détaillées ont été publiées par Champness et Lorimer (1973, 1974 et 1976) et Vander Sande et Kohlstedt (1974);l'avénement par des techniques de haute résolution ("lattice imaging") a permis d'analyser en détail la nucléation et la croissance de ces lamelles (Boland (1974), Iijima et Buseck (1975) et Buseck et Iijima (1975). Des études détaillées sont rassemblées dans deux revues, Wenk (1976) et Buseck et al.(1980).

Enfin Van Duysen et al. (1985) ont étudié les dislocations de raccordement entre lamelles et matrice, et ont montré que selon l'épaisseur de celles-ci, les différences de paramètres sont soit par déformation élastique accomodées, pure (petits précipités cohérents), soit par une seule famille de dislocations coins de vecteur de Burgers  $\vec{c}$  (dissociés), le désaccord dans l'autre direction du joint (direction  $\overrightarrow{b}$ ) étant accomodé élastiquement, soit enfin, pour les plus grosses lamelles d'exsolution, par deux familles de dislocations coins de vecteur de Burgers  $\vec{b}$  et  $\vec{c}$ , toutes deux dans les plans (100). C'est un bilan énergétique qui gouverne le choix de l'une ou l'autre de ces configurations. Il convient de bien noter que ces dislocations et ces lamelles sont très certainement apparues tardivement, lors du refroidissement et n'ont donc rien à voir avec les dislocations laissées par la déformation antérieure. Ce sont cependant les dislocations de raccordement qui généralement envahissent le paysage et obscurcissent ou

même cachent complètement la sous-structure de dislocations laissée par la déformation.

Enfin McLaren et Etheridge (1980) ont étudié les pliages (kinking) qui représentent un mode de déformation apparaissant souvent dans les cristaux ayant peu de systèmes de glissement comme ces OPX ou le disthène ou certains feldspaths. Il semble cependant extrêmement difficile d'étudier en MET les zones des plis et de caractériser les dislocations qui auraient pu générer ces pliages car ces régions sont généralement altérées et peuvent présenter de la recristallisation. La microscopie optique semble mieux adaptée à l'étude de ces kinks.

#### III.3- Observations

Pour pouvoir étudier correctement les sous-structures de dislocations dans des OPX naturellement déformés sans être gêné comme les auteurs antérieurs par des phénomènes d'exsolutions d'altérations, ou nous avons été amené à sélectionner sévèrement les matériaux en nous limitant à des roches fraîches (sans altération) et pauvres en calcium (pour éviter les exsolutions) ou trempées (par exemple OPX ramonés par des volcans). Certains de ces échantillons nous ont été fournis par des géologues qui ont pu alors nous indiquer plus ou moins précisément leur contexte géologique. D'autres échantillons proviennent de musées ou même de marchands de minéraux et dans ce dernier cas les informations sur leur contexte géologique sont beaucoup plus incertaines. Ceci est évidemment très regrettable, mais il faut cependant bien rappeler que l'on peut à priori supposer que les mécanismes fondamentaux de déformation plastique restent les mêmes dans tous les cas (glissement et (ou) montée de dislocations, maclage, fracture...). Par contre, ce choix nous a empêché de bien évaluer le rôle possible de la composition (en particulier de la teneur en calcium) sur les microstructures de déformation. Nous avons cependant systématiquement évalué le plus

-26-

précisément possible, les compositions des zones étudiées par microanalyse X, ce qui a exigé de mettre au point le système d'analyse LINK en élaborant des standards et en calibrant cet accessoire de microanalyse. Ce travail est décrit dans l'annexe II. Nos observations sont présentées ci-dessous suivant un classement assez subjectif et arbitraire (échantillons "gemme", échantillons trempés d'origine volcanique, échantillons très déformés...). Les échantillons sont repérés par un numéro arbitraire (qui correspond simplement à leur place dans la lithothèque du laboratoire) et l'ensemble des observations est brièvement résumé dans le tableau 4. Après avoir décrit avec précision l'ensemble de nos observations, nous présenterons une courte synthèse de nos résultats.

III.3.1- Orthopyroxènes de qualité "gemme"

Il s'agit de cristaux transparents, non altérés qui ont été achetés et dont l'origine est à peu près inconnue. Deux cristaux ont été étudiés. L'un P1 est une bronzite de composition sensiblement  $Mg_{1,\oplus}Fe_{0,\oplus}Si_{\mathbb{Z}}O_{\Phi}$ , la teneur en Ca est inférieure à 1% atomique des sites  $M_{\mathbb{Z}}$ . L'autre cristal, P2 est de l'enstatite presque pure de composition  $Mg_{1,\oplus1}Fe_{0,\oplus7}Ca_{0,\oplus1}Mn_{0,\oplus1}Si_{\mathbb{Z}}O_{\Phi}$ .

Dans les deux cas, les compositions semblent homogènes. On n'observe optiquement, ou en MET, aucune exsolution. De plus en MET on n'observe aucune dislocation. Ces cristaux ont été utilisés pour des expériences de déformation à température ambiante par microindentation ou par rayures afin de caractériser les systèmes de glissement (Van Duysen et al. (1985)).

III.3.2- Pyroxène trempé depuis une haute température

Il s'agit d'une pyroxénite ramonée par un volcan du Puy et



Figure 11:

P5, pyroxénite remontée par un volcan et donc trempée rapidement depuis les conditions de température et pression du magma. CPX présentant une grande densité de petits précipités qui ont sans doute été nucléés lors de la remontée.





Figure 12:

P5, OPX présentant un début de précipitation sur les coeurs de dislocation.



#### Figure 13:

P5. OPX présentant des bulles qui pourraient être dues à la précipitation de l'eau pendant le ramonage. Les dislocations sont en configuration de montée, indiquant que la déformation a eu lieu à haute température

fournie par E. Berger (Ecole des Mines, Fontainebleau) (P5. tableau 4). Cette roche contient à la fois des CPX et des OPX. ce qui permettrait de faire de la géothermobarométrie. Pour notre part, nous avons voulu vérifier, d'une part Si les pyroxènes (CPX et OPX) ont ou n'ont pas eu le temps d'exsolver, fine même à une échelle très qui ne serait pas détectable optiquement, et, d'autre part, caractériser la sous-structure être dislocations qui doit bien représentative des conditions de déformation du manteau. I1 s'agissait donc de répondre à la question: les pyroxènes participent-ils à la déformation ou sont-ils des objets durs et indéformables autour desquels l'olivine s'écoule plastiquement lors du fluage lent et sous faible contrainte du manteau supérieur ?

Les analyses réalisées par la microanalyse X en STEM indiquent des compositions homogènes tant pour le CPX (augite C2/c) que 1'0PX pour (hypersthène de composition: Mg1,44Feo.3mCao.ozAlo.1zSi1.7106 avec une teneur en Ti, Cr et Mn inférieure à 0.5% des sites M). Comme prévu, on n'observe pas de lamelles d'exsolution ni dans le CPX ni dans l'OPX ce qui confirme bien que dans le manteau, vers 1000°C, les pyroxènes sont homogènes et équilibrés. La vitesse de trempe (i.e. de ramonage) est inconnue. I 1 semble cependant qu'elle ait été assez lente pour permettre un début de précipitation dans le CPX mais pas dans 1'OPX comme 1e montre la figure 11. Il s'agit d'une nucléation homogène, les germes ayant une taille de quelques centaines d'Angstroms seulement. L'OPX, par contre est vierge de tout début de précipitation sauf sur les coeurs de dislocations comme le montre la figure 12. L'étape de nucléation des exsolutions semble donc être plus difficile dans l'OPX que dans le CPX. On observe aussi dans l'OPX des bulles qui pourraient être dues â la précipitation de l'eau durant le ramonage (figure 13). I1 n'est pas possible de prouver qu'il s'agit effectivement d'eau ni d'estimer la quantité précipitée, cependant cette hypothèse nous parait assez vraisemblable. Il est en effet maintenant

bien démontré qu'il y a un peu d'eau dans le manteau et qu'une partie de cette eau est dissoute dans divers minéraux nominalement non hydratés, dont en particulier l'olivine et les pyroxènes (Miller et al. (1987), Boland (1986)). Cette eau pourrait être soluble uniquement lorsque la pression est assez élevée et elle précipiterait rapidement lorsque la pression baisse à haute température, ce qui est bien le cas du ramonage. Enfin, cette hypothèse est cohérente avec l'aspect de la sous-structure de dislocations qui est caractérisée par des dislocations en configuration de montée. En effet, dans les quelques cas étudiés convenablement, jusqu'à présent, l'eau a toujours un effet adoucissant marqué qui, en particulier, accélère la montée des dislocations. On verra plus loin, par comparaison aux autres OPX, que l'on rencontre rarement des paysages de montée aussi marqués. Enfin, il est tout à fait raisonnable d'admettre une concentration d'eau importante dans des magmas ou dans des zones proches de la zone magmatique.

-----

Contrairement au cas des OPX trempés, il s'agit iCi de pyroxènes refroidis lentement. Pour faciliter les observations, nous nous sommes cependant limités à l'étude des matériaux à très gros grains dans lesquels il était facile de découper des lames minces dans des orientations choisies pour pouvoir examiner ces lamelles, soit de bout ce qui permet de préciser la répartition des lamelles, leur densité, leur composition..., soit dans le plan des lamelles pour étudier des interfaces. Enfin, nous avons, en général, étudié les sous-structures de dislocations dues à la déformation, uniquement lorsque celle-ci restait bien visible dans les régions sans lamelles, c'est à dire des OPX relativement pauvres en calcium.
- P3 Eulite de St Paul (Labrador).

Echantillon fourni par P. Barrian (Musée de Minéralogie, Université de Paris VI). Ce cristal et ses exsolutions ont déjà été étudiés par Van Duysen et al. (1985). La composition de la matrice est Mgo, amFellmCao, orSirOo et celle des lamelles est Mgo, Feo, Cao, SigOs. Nous avons essayé de redissoudre ces lamelles par recuit à haute température (5 jours à 850°C). Il n'y aucune a évidence d'évolution de la sous-structure de dislocation de l'épaisseur ou de la fréquence des lamelles (figure 14).

- P6 Pyroxénite de Balmuccia (Alpes italiennes).

Echantillon fourni par F.Boudier, Université de Nantes. Seuls les grains d'OPX ont été étudiés. Ils présentent des exsolutions d'augite. La composition de la matrice est : Mgi.saFeo.ssAlo.14Sii.9sOa (avec des teneurs en Ca, Mn, Ti et Cr inférieures à 0,5% des sites M), et celle des lamelles:

Mgo,esFeo,isCao,e4Cro,o4Alo,28Sii,87Oa

(la teneur en Ti restant inférieure à 1% des sites  $M_1$ ). (On remarque que les lamelles calciques sont enrichies en Al et Cr).

La figure 15 montre des parois de dislocations de raccordement bordant les lamelles de CPX. Il s'agit d'une organisation régulière à deux familles de dislocations coins orthogonales, des dislocations  $\vec{b}$  et  $\vec{c}$  (ces dernières sont hors contraste sur la figure 15). On remarque aussi sur cette figure 15, qu'entre les lamelles, il y a d'autres dislocations qui résultent certainement de la déformation. Ces dislocations (des  $\overline{b}$ en l'occurence, les  $\vec{c}$  étant hors contraste) sont bien confinées dans leur plan de glissement (100) qui est le plan de la lame mince. La densité de telles dislocations libres est de l'ordre de  $2 \times 10^{\circ} \text{cm}^{-2}$  pour chaque famille ( $\overrightarrow{b}$  et  $\overrightarrow{c}$ ), les b



# Figure 14:

P3, lamelles d'exsolution. Les lamelles parallèles aux plans (100) de la matrice ont 1000 à 2500 Å d'épaisseur et sont espacées de quelques microns





Figure 15:

P6, deux lamelles d'exsolution sont rendues visibles par les dislocations de raccordement dans les joints de phase. Faisceau faible avec g = 060; seules les dislocations  $\vec{b}$ sont en contraste mais les différences de paramétres entre matrice et lamelles sont compensées par des dislocations  $\vec{b}$  et  $\vec{c}$  dans le plan commun (100)



Figure 16:

P6, dislocations  $\vec{b}$  coins. Faisceau faible g = 060

-32-

présentant généralement des directions préférentielles très marquées parallèles à  $\overline{c}$  (figure 16).

Certaines dislocations semblent avoir été bloquées par le réseau de dislocations de raccordement (figure 15). Cette interaction entre dislocations libres et dislocations de raccordement serait donc le résultat de mouvements tardifs (à température modérée) des dislocations "libres". De méne les orientations coins très marquées des dislocations  $\overline{b}$  (figure 16) pourraient être le résultat d'un mouvement des dislocations libres, jusqu'à leur vallée de Peierls, à température modérée. La sous-structure de dislocations "libres" observée serait donc plutôt représentative de cette température inférieure à 1 a température d'exsolution, pour laquelle les dislocations étaient encore faiblement mobiles. Ces considérations restent malheureusement très qualitatives, aucune des températures cidessus ne pouvant être précisée. En tous cas, comme dans l'eulite étudiée précédemment, on note dans ce pyroxène une absence d'eau précipitée (ou en tout cas de bulles) ainsi gue l'absence de traces claires de montée des dislocations qui la n'auraient pu être effacées par dernière étape de transformation à basse température (par exemple des sous-joints bien organisés).

- P41 Hypersthène d'Ambatofatra (Madagascar).

Echantillon fourni par J. Fabries, Muséum d'Histoire Naturelle de Paris. Il s'agit d'un échantillon collecté il y a très longtemps et dont le contexte géologique est inconnu. Cet échantillon présente une déformation macroscopique importante qui apparait sous la forme de "pliages en genoux" (kinks pour les anglos saxons). Ces "kinks" plus ou moins réguliers sont révélés par la trace de lamelles d'exsolution (correspondant au plan (100)) comme le montre la micrographie optique de la figure 17. Les zones des "kinks" sont souvent formées de petits grains plus ou moins désorientés par rapport aux deux bandes



Figure 17:

-34-

P41, micrographie optique en transmission (Nicols croisés) montrant les pliages en genoux, l'organisation des sous-joints et les zones recristallisées



Figure 18:

P41, lamelle d'exsolution de CPX dans l'OPX du cristal plié qu'elles séparent. Les différentes parties du cristal séparées par les "kinks" sont courbées et la figure 17 montre l'organisation des nombreux sous-joints provoquant cette courbure.

L'observation en MET de différentes régions de ce cristal montre que les lamelles d'exsolution sont très épaisses et fort espacées (du moins à l'échelle du microscope électronique (figure 18)). La composition de la matrice déterminée par microanalyse X est en moyenne:

Mg1,26Feo.67Cao.ozAlo.10Si1.78O6 et celle des lamelles :

Mgo,75Feo,25Cão,eoTio,o2Cro,o1Alo,17Si1,98O6.

(Cette composition est proche de celle du diopside lorsque l'on ne tient pas compte de l'aluminium). La configuration des lamelles est cohérente avec un séjour très long à température encore assez élevée (bien qu'en dessous de la limite de solubilité). Un tel refroidissement très lent a permis la croissance importante de lamelles de clinopyroxènes espacées. Ce "recuit" a pu influencer la sous-structure de dislocations originale. En tous cas, celle-ci apparait maintenant comme résultant d'une déformation à relativement haute température avec des indices de montée (nombreux sous-joints de dislocation  $\vec{c}$ ). La figure 19 montre une série de trois sous-joints de dislocations 🔂 bien organisés. Ces sous-joints sont tous les trois dans des plans (001) et sont de flexion pure (les dislocations sont coin). Dans cette région, la sous-structure ne présente que des sous-joints de dislocations  $\vec{c}$  et pratiquement pas de dislocations libres. En d'autres endroits, cependant, on observe à la fois des sous-joints identiques aux précédents (sous-joints de flexion pure constitués de dislocations coin régulièrement espacées) et une grande densité de dislocations libres (toutes des dislocations  $\vec{c}$ , semble-t-il), présentant des formes festonnés (figure 20). En inclinant la lame mince de sorte que le plan (100) se retrouve vertical, les dislocations apparaissent rectilignes (figure. 21), ce qui montre qu'il

dislocations bien confinées dans leur plan s'agit de de glissement et vraisemblablement épinglées sur des obstacles qui pas visibles. La densité des dislocations ne sont libres atteint 8x10°cm-z. Ces observations en MET montrent que deux étapes de déformation à des températures différentes se sont superposées: d'une part une déformation à relativement haute température qui a conduit à la formation des sous-joints et d'autre part une déformation qui a généré des dislocations  $\vec{c}$ confinées dans leur plan de glissement et qui s'est vraisemblablement produite à plus basse température puisqu'il n'y a pas d'indications de montée. A ces traces de déformation se superposent les lamelles d'exsolution qui représentent une autre étape de l'histoire de cette roche. Sur la figure 22, on observe à la fois des sous-joints de trace parallèle à (001) et des lamelles de CPX de trace parallèle à (100) qui apparaissent perpendiculaires aux précédentes et découpent donc une sorte de damier dans l'échantillon. Enfin quelques dislocations libres également visibles . Il est remarquable sont que les sous-joints "traversent" les lamelles qui contiennent ainsi une partie de sous-joints de flexion constituée de dislocations  $\vec{c}$ coin dans le CPX. (Notons d'ailleurs que les relations d'épitaxie entre lamelles de CPX et matrice d'OPX sont telles que Cmatrice=Clamelle).

A partir de l'ensemble de ces observations, on peut tenter de reconstituer l'histoire de cette roche. Ainsi le pyroxène originel aurait d'abord subi une déformation produisant des dislocations  $\vec{c}$  qui se sont réarrangées en sous-joints. Ces sous-joints de flexion se sont regroupés de manière à plier progressivement le cristal "en accordéon". Un tel pliage peut être provoqué par une compression du cristal dans une direction proche du plan (100). La formation des "kinks" qui correspondent à des désorientations brutales du cristal pouvant atteindre 60° autour de [010] (qui est d'ailleurs également l'axe de flexion des sous-joints de dislocations  $\overline{c}$  coin), serait l'étape finale du pliage en "accordéon". Le "kinking"

-36-



Figure 19:

-37-

P41, trois sous-joints de flexion pure de dislocations  $\vec{c}$  coin paralléles à  $\vec{b}$ 

BI



Figure 20:

P41, sous-joint de flexion et dislocations  $\vec{c}$  festonnées. Ces dernières sont confinées dans leur plan de glissement (100) comme le montre la figure 21



P41, dislocations  $\vec{c}$  confinées dans leur plan de glissement (100) résulterait d'instabilités provoquées par l'accumulation de sous-joints de flexion ou une augmentation importante 1a de désorientation créée par chaque sous-joint et d'une forte concentration de contrainte aux "plis" du cristal. (McLaren et Etheridge (1980) proposent plusieurs mécanismes pouvant conduire au "kinking"). Cependant les zones de "kink" sont plus ou moins recristallisées et présentent systématiquement une forte altération. Par exemple, la figure 23 montre deux régions désorientées de 10° autour de [010] et séparées par une complètement amorphisée, d'environ 1 micron petite bande d'épaisseur. Nos observations en MET ne nous ont pas permis de déterminer plus précisément la structure de ces "kinks" et on ne peut dire s'ils correspondent à une accumulation très importante de sous-joints ou à une zone où le cristal se serait fracturé. Quoi qu'il en soit, la formation de sous-joints de flexion constitués de dislocations  $\vec{c}$  coin et la formation des "kinks" sont deux phénomènes qui sont liés et qui ont du se produire à une température assez élevée pour permettre l'organisation des sous-joints mais cependant trop faible pour puissent intervenir que les processus de montée avec suffisamment d'efficacité.

Les dislocations "libres" festonnées observées entre les sous-joints seraient alors les traces d'un glissement (100)[001] postérieur à la formation des sous-joints. Ce glissement aurait d'ailleurs pu se produire plus facilement dans les zones du cristal "plié" particulièrement bien orientées par rapport à la direction de la compression.

L'exsolution est généralement considérée comme un phénomène tardif et l'on peut supposer qu'elle est intervenue après la déformation. Les exsolutions ont cru avec les relations d'épitaxie habituelles (100) annul //(100) matrice de sorte que de part et d'autre d'un sous-joint, les deux parties d'une lamelle se trouvent légèrement désorientées. Cette désorientation doit donc être accomodée par un sous-joint qui



Figure 22:

P41,	s	ous-j	joints	de
dislocat	ions	S C	(//(001))	et
lamelles	de	CPX	(//(100))	



# Figure 23:

P41, bande de matériau amorphe séparant deux régions désorientées de 10<sup>°</sup> autour de [010] prolonge celui de la matrice. Cependant l'observation en microscopie optique montre que les exsolutions d'épaisseurs variables peuvent être suivies de part et d'autre des têtes de plis. Une exsolution d'épaisseur constante donnée peut ainsi être interrompue par une bande comportant des zones amorphes et grains recristallisés puis réapparaitre des avec systématiquement avec la même largeur comme Si elle avait simplement subi la désorientation provoquée par le pliage. Ces observations donneraient à supposer que l'exsolution est un phénomène sinon antérieur, du moins contemporain de la déformation par sous-joints et par "kinking". Les lamelles d'exsolution auraient alors subi la déformation comme l'a subie la matrice d'OPX et leur croissance aurait pu se poursuivre ultérieurement, (en même temps que se serait produite la. recristallisation observée dans les zones des "kinks").

Il faut encore signaler quelques caractéristiques remarquables de la sous-structure de dislocation observée dans cet échantillon.

- Des réactions entre des dislocations  $\vec{b}$  et des dislocations  $\vec{c}$ sont illustrées par la figure 24. Il n'a pas été possible de caractériser (mettre hors contraste) toutes les jonctions. On remarque que certaines branches de ces jonctions apparaissent faiblement dissociées.

Les dislocations  $\vec{c}$  peuvent apparaitre comme parfaites (figures 19, 20, 21). On observe également des dislocations c très largement dissociées avec une partielle au contraste fort et l'autre au contraste faible (figure 25). A ce type de faute correspondent des lamelles de clinoenstatite: on en observe une assez grande densité dans la figure 25 mais elles sont en réalité présentes partout. C'est en fait un phénomène beaucoup plus banal qu'il n'est généralement admis comme on le verra plus loin. Enfin certains contrastes de frange ne sont pas bordés par des dislocations visibles ou sont bordés sur un seul



Figure 24:

P41, jonctions entre dislocations  $\vec{b}$  et  $\vec{c}$ . Certaines dislocations semblent légèrement dissociées



Figure 25:

P41, dislocations  $\vec{c}$  largement dissociées. Les fautes correspondent à des lamelles élémentaires de clinoenstatite



## Figure 26:

P41, sous-joint de dislocation  $\vec{c}$ et fautes. Ces fautes ne peuvent pas être interprétées comme résultant d'une dissociation dans (100). côté par une dislocation visible ou il peut même y avoir seulement une dislocation visible au milieu de la faute (figure 26). Ces fautes correspondent donc à des réactions de dissociation différentes. Dans la mesure où ces configurations ont été figées à partir d'un état d'équilibre à haute température, il faut admettre que la ou les énergies de faute varient considérablement avec des paramètres thermodynamiques température, tels que la la pression, la contrainte déviatorique, la composition... Ils peuvent être de très bons l'on marqueurs si peut arriver à les calibrer expérimentalement.

En résumé, cet échantillon montre bien que contrairement au cas de l'olivine qui restaure facilement, les OPX peuvent conserver les marques superposées de diverses étapes de l'histoire thermodynamique d'une roche.

Notons que nous avons tenté d'analyser la sous-structure de dislocation d'un échantillon provenant d'intrusion du nord-est des provinces de Grenville (Canada)(P53) et présentant également un pliage en "accordéon". Ce matériau est cependant très altéré et les essais d'amincissement n'ont jusqu'à maintenant pas permis d'obtenir des lames minces correctement observables en MET.

Des gros grains d'OPX d'une werbstérite de Lerz (P54)(échantillon fourni par J. Paquet) présentent également des zones pliées (soulignées par la trace des plans (100)). L'observation en MET révèle une sous-structure de dislocation assez similaire à celle observée dans l'échantillon P41: sous-joints de dislocations desorientant la structure autour de [010], dislocations libres, dissociations de largeurs variables, divers contrastes de fautes. Les figures 27 et 28 sont bien représentatives du paysage observé dans ces grains d'OPX. Notons que ces grains ont une composition moyenne Mg1,78Feo,19Alo,16Si1,07C6 (la teneur en Ca est inférieure à 0,5% des sites  $M_{\Xi}$  ) et ne présentent pas (â l'échelle du MET) de lamelles d'exsolutions.

-42-



LE

Figure 27:

P54, paysage typique dans un grain d'OPX présentant des pliages: sous-joints de dislocations  $\vec{c}$ , dislocations isolées, fautes (w.b., g = 202)



Figure 28:

P54, sous-joints de dislocations  $\vec{c}$  et fautes complexes dans une zone voisine de la figure 27 (w.b., g = 202)

# III.3.4- Orthopyroxènes sans calcium

Nous avons beaucoup recherché ce genre de pyroxènes, avec une composition la plus proche possible du pôle enstatite, pour nos essais de déformation en machine de Griggs. Ceci nous a conduit à examiner les sous-structures de dislocation avant déformation expérimentale. La plupart des échantillons examinés provient Norvège. C'est d'anorthosites de le cas notamment des échantillons P23 (acheté à un marchand de minéraux et provenant en principe d'Oedegaarden, Norvège), P25 (fourni par le Musée de Minéralogie d'Oslo et provenant d'Espedalen, Norvège), P33 ( fourni par J. Michot de l'Université Libre de Bruxelles et provenant du massif d'Egersund-Ogna dans le Rogaland, Norvège), P34 (acheté chez Minerals Unlimited USA et provenant du Bamble, Norvège; c'est ce type d'échantillons de Bamble qui a servi aux expériences de Coe et Kirby (1975) sur l'inversion) et P42 (fourni par J. Fabries, Muséum d'Histoire Naturelle de Paris. enstatite de Kjornestad, Norvège). Dans tous les cas, ce sont de très gros grains centimétriques. Les échantillons sans déformation apparente P23, P25, P34, P42 présentent néanmoins un certain nombre de défauts de réseau visibles en MET bien qu'ils aient optiquement des extinctions très franches (non ondulantes). En règle générale, on observe , dans tous ces échantillons non déformés, des lamelles de clinoenstatite en plus ou moins grande densité. La figure 29 montre ainsi une grande densité de lamelles très fines. Il s'agit de l'enstatite P42 de composition proche du pôlə enstatite: Mg1,92Fe0,08SizO6 ( avec des tracés de Ca, Ti, Cr et Al inférieures à 0,5% atomiques par site  $M_{z}$ ). On observe plus rarement des dislocations généralement regroupées en empilements ou en sous-joints de très faible désorientation comme sur la figure 30 correspondant à l'échantillon P23 dont la composition est très proche de celle de l'enstatite pure (Mg<sub>1,77</sub>Fe<sub>0,03</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>6</sub>, pas de calcium détectable).





Figure 29:

P42, très fines lamelles de clinoenstatites dans l'OPX



Figure 30:

P23, sous-joint de dislocations  $\vec{c}$ 

P33 Α l'opposé, l'échantillon de composition Mg1,3Feo.6Cao.ozAlo.11Si1.4406 (et des traces de Cr, Mn et Ti) est un hypersthène riche en fer, manifestement déformé dans le régime ductil à haute température. De nombreux sous-joints bien organisés de dislocations  $\vec{b}$  ou  $\vec{c}$ , ou  $\vec{b}$  et  $\vec{c}$ témoignent de cette déformation (figures 31, 32, 33). La figure 32 montre un sous-joint composite (dislocations  $\vec{b}$  et  $\vec{c}$ ). Se superposent aux sous-joints, des dislocations libres  $\overline{b}$  et C généralement confinées dans le plan de glissement (100), les dislocations b présentant une orientation préférentielle coin marquée (figure 31). La densité de dislocations libres est de l'ordre de 2x10°cm<sup>-z</sup> pour chaque famille. Comme dans les échantillons déformés précédents, on trouve encore des dislocations  $\vec{c}$  dissociées avec des largeurs de dissociation très variables (figure 33). Il semble donc qu'encore une fois, la sous-structure de dislocations de cet échantillon contienne la superposition de plusieurs étapes de déformation réalisées à des températures différentes.

i- une déformation à haute température conduisant à une structure cellulaire caractérisée par des sous-joints bien organisés. Il est manifeste que les deux systèmes de glissement (100)[001] et (100)[010] ont fonctionné.

ii- un régime de déformation à plus basse température pour lequel la montée devient négligeable et qui serait même contrôlé par de la friction de Peierls pour les dislocations b. Il est possible que cette étape corresponde à une très faible déformation et soit juste le résultat d'un mouvement très limité des dislocations vers leurs vallées de Peierls pendant le refroidissement.

iii- enfin une étape au cours de laquelle les dislocations  $\vec{c}$  se sont dissociées. Certaines des dissociations sont des lamelles élémentaires de clinoenstatite et sont probablement le résultat d'une contrainte élevée à très basse température comme semblent le démontrer nos expériences de déformation.



Figure 31:

P33, dans ce grain, c'est le glissement (100)[010] qui a été le plus activé. g = 060; seules les dislocations de vecteur de Burgers [010] sont en contraste. Elles présentent toutes un caractère coin.



Figure 32:

P33, sous - joint de dislocations  $\vec{b}$  et sous - joint composé de dislocations  $\vec{b}$  et  $\vec{c}$  (agrandissement ci-contre)





Figure 33:

P33, g = 221. Les contrastes de frange correspondent à des surfaces fautées parallèles à (100). Certaines de ces fautes correspondent à des lamelles élémentaires de clinoenstatite

# Figures 34, 35 et 36:

images en haute résolution (lattice imaging) réalisées sur une lame de P33, dont le plan est proche de (001)

Figure 34:

plans (100) dans la matrice et la lamelle.  $d(100)_{CFX} # 18 \dot{A}$  $d(100)_{CFX} # 9 \dot{A}$ 



Figure 35:

région différente de celle de la figure 34. d(100)<sub>1=m=11=</sub> # 9 Å

9Å



Figure 36:

région différente de celles des figures 34 et 35. d(210)= 6,3 Å Quelques images de haute résolution (lattice imaging) ont été réalisées sur ces lamelles de clinoenstatite: figures 34, 35 et 36. Comme on peut le remarquer, il n'y a pas de dislocation d'interface pour ces lamelles très fines.

Notons pour terminer que dans aucun des échantillons on ne détecte de trace d'eau (pas de bulles).

#### III.4- Synthèse

L'ensemble des observations précédentes fait ressortir les points suivants:

- il y a au moins deux systèmes de glissement dans les OPX: (100) [001] qui était déjà connu et qui est le système de glissement aisé, et (100)[010] qui semble être contrôlé par de la friction de réseau jusqu'à des températures qui pourraient être relativement élevées.

- Des dislocations  $\vec{c}$  dissociées en deux partielles suivant la réaction  $\vec{c}$  -> 0.83 $\vec{c}$ +0.17 $\vec{c}$  sont presque systématiquement présentes dans nos échantillons. Cependant, la transformation ortho-clinoenstatite dont ces fautes représentent une "amorce" apparait comme un mode de déformation très limité dans la plupart des échantillons.

- La montée des dislocations peut intervenir à haute température et participer à la déformation. L'eau qui semble présente dans des échantillons proches des zones magmatiques peut avoir un effet accélérateur de la montée des dislocations et est donc un facteur aidant à la déformation ductile.

- Le pliage ("kinking") est un autre mode de déformation qui apparait dans certains échantillons très déformés. Ce mode de déformation semble apparaitre lorsqu'un minéral présente préférentiellement un unique plan de glissement, ce qui semble

jusqu'iCi être le cas des pyroxènes pour lesquels le seul plan de glissement observé est (100). Ce pliage se produirait alors dans les grains dont l'orientation n'est pas favorable à un cisaillement direct sur ce plan. C'est apparemment une façon de palier à un manquement au critère de Von Mises qui précise que cinq systèmes de glissement indépendants sont nécessaires pour permettre une déformation arbitraire homogène. La formation des kinks serait alors une réponse de la structure orthopyroxène à un régime de contrainte arbitraire. L'étude du mécanisme de formation de ces kinks dans les OPX à partir d'observations en s'avère difficile à cause de MET l'altération et de la recristallisation des têtes de plis.

Bien que l'on n'ait étudié que quelques OPX assez particuliers et dont le contexte géologique n'est pas toujours connu, il est manifeste que les pyroxènes sont déformables et que l'étude des sous-structures de dislocation laissées par cette déformation permet d'en retrouver les diverses étapes. Nous avons essayé de quantifier les conditions de température et de pression correspondantes par des essais de déformation qui sont décrits dans le chapitre suivant.

# Tableau 4: résumé des compositions et des défauts de réseau observés dans les différents OPX présentés dans cette étude

BU

	composition	origine	observations
P1	Mgı,∍Feo,∍SizOs	?	<ul> <li>Petits cristaux de qualité gemme</li> <li>Pas de dislocation ni de lamelle d'exsolution</li> <li>(déformé expérimentalement par microindentation par Van Duysen et al. (1985))</li> </ul>
P2	Mg1,91Fe5,07Ca0,01 Mno,01SizUs	Tanzanie	- Petits cristaux de qualité cemme - Pas de dislocations ni de lamelles d'exsolution - (déformé expérimentalement par fluage, chapitre IV.4.2)
P3	matrice: Mgo,48 Fe <sub>1,5</sub> Cao,o2Si2O6 lamelles: Mgo,3 Feo,9Cao,8Si2O6	Saint Paul (Labrador)	<ul> <li>Gros monocristal d'eulite</li> <li>Nombreuses lamelles d'exsolution avec des dislocations b et c d'interface</li> </ul>
P5	OPX: Mg,,44F80,38 Cao,o7Alo,17Si1,91O6 CPX: Mgo,9F80,26 Cao,63Alo,28Si1,92O6	Le Puy (France)	<ul> <li>Pyroxénite trempée depuis une haute température</li> <li>OPX: pas de lamelle d'exsolution, dislocations non dissociées en configuration de montéee</li> </ul>
P6	matrice: Mg1,56Fe0,33 Alo,14Si1,73G6 lamelles: Mg0,85Fe0,13 Cao,84Cr0,04Alo,25 Si1,87G6	Massif de Balmuccia (Alpes Italiennes)	<ul> <li>Pyroxénite, seuls les grains d'OPX ont été étudiés: nombreuses lamelles d'exsolution avec des dislocations d'interface, dislocations libres b et c dans (100); les dislocations b ont un caractère coin marqué</li> </ul>
P23	Mg <sub>1,97</sub> Fe <sub>0,03</sub> SizQ <sub>6</sub>	Oedegaarden (Norvège)	<ul> <li>Gros monocristal avec de fines fissures</li> <li>Faible densité de dislocations (déformé expérimentalement sous pression de confinement solide et gazeuse)</li> </ul>
P25	Mg1, Fe0, 24Ca0, 01Si 206	Espedalen (Norvège)	- Gros monocristal avec quelques fractures - Faible densité de dislocations, lamelles de clinoenstatite
P33	Mg1,3FB0,6Ca0,02Al0,11 Si1,94Q6	Rogaland (Norvège)	- Gros cristal très déformé - Nombreux sous-joints de grain, grande densité de dislocations b et c dissociées ou non
P41	matrice: Mg1,26Fe0,67 Ca0,02Al0,10Si1,7506 lamelles: Mg0,75Fe0,23 Ca0.36Tí0,02CF0,01 Al0,17Sí1,7506	Ambatofatra (Madagascar)	<ul> <li>Gros cristal très déformé, plié "en accordéon" (kinks)</li> <li>Grande densité de dislocations c libres ou organisées en sous-joints, jonctions entre dislocations b et c, nombreuses lamelles d'exsolution</li> </ul>
P42	Mg1,92Fe0,08SizO6	Kjornestad (Norvège)	- Gros monocristal avec quelques fractures - Faible densité de dislocations, lamelles de clinoenstatite
P54	Mg1,78Fe5,17Alo,18 Si1,87Qg	Lerz (France)	<ul> <li>Grains d'OPX d'une werbstérite</li> <li>Pliages visibles optiquement</li> <li>Pas d'exsolution, très nombreux sous-joints de dislocations c dissociées ou non</li> </ul>

. .

#### CHAPITRE IV

### DEFORMATION PLASTIQUE

#### IV.1- Revue des travaux antérieurs

Les de premiers essais déformation expérimentale d'orthopyroxènes ont été rendus possibles par la mise au point de machines avec pression de confinement permettant d'éviter la fissuration dans des minéraux et des roches très durs. Les travaux pionniers de Griggs et en particulier, sa machine encore largement utilisée ont permis la floraison d'un très grand nombre d'études mais il faut bien reconnaitre que les pyroxènes n'appartiennent pas au groupe des minéraux les plus étudiés, car, à tort ou à raison, ils sont considérés comme des constituants de faible importance pour la rhéologie du manteau.

Les premières études portant sur la déformation des OPX (Turner et al. (1960), Raleigh (1965, 1967), Borg et Handin (1966), Riecker et Rooney (1967), Munoz (1968), voir également la revue de ces travaux par Smith (1969) ) ont mis en lumière la transformation de l'orthoenstatite de structure Pbca еn clinoenstatite de structure  $P2_1/c$ . Puis l'étude de cette transformation a été reprise plus en détail par Coe (1969).Green et Radcliffe (1972), Raleigh et al. (1971), Coe et Muller (1973), Coe et Kirby (1975), Ross et Nielsen (1977). Seuls Raleigh et al. (1977) et Ross et Nielsen (1977) se sont interessés au mode de déformation conventionnel correspondant au glissement de dislocations. Ross et Nielsen (1977) indiquent un effet adoucissant de l'eau. L'ensemble de ces études met bien en évidence le système de glissement (100)[001] seulement. Les autres systèmes de glissement ou de déformation nécessaires pour satisfaire au critère de Von Mises seraient, outre l'inversion, la montée de dislocations ou le glissement aux joints pour les polycristaux. Tous les auteurs s'accordent

pour dire que la montée est un phénomène lent. Les expériences de recuit, même à haute température, conduisent à des évolutions très faibles de la sous-structure de dislocation. Ces résultats sont bien cohérents avec l'hypothèse de départ à savoir que les pyroxènes doivent très peu participer à la déformation du manteau. On peut enfin signaler qu'il n'y а eu aucune étude systématique des propriétés mécaniques des OPX en fonction de leur composition, en particulier de leur teneur en quelques pour-cent destabilise calcium, qui à partir de la structure. (Kirby et Etheridge (1981) proposent d'ailleurs un couplage entre déformation et précipitation).

Le phénomène de la transformation "ortho--->clino" (fréquemment appelée inversion) étant le mode de déformation qui a été le plus étudié et qui est le mieux compris actuellement, nous décrirons brièvement ci-dessous ce mécanisme de déformation assez inusuel. On sait maintenant que cette transformation est de type martensitique, c'est à dire qu'elle peut être engendrée par une contrainte de cisaillement (cission) ou en tous cas. qu'elle est accompagnée par une déformation (cisaillement). Certaines études se situaient dans le cadre de la thermodynamique d'équilibre et cherchaient à préciser le domaine de stabilité des deux phases dans l'espace T) (P. (Sarver et Hummel (1962), Kuzel (1963), Sclar et al. (1964),Boyd et England (1965), Akimoto et al. (1966)). Ainsi que nous l'avons déjà précisé, inversion les relations entre et déformation par cisaillement suivant le système (100)[001] ont fait l'objet d'un assez grand nombre d'études depuis Turner et al. (1960). L'ensemble de ces études a permis de mettre en évidence le rôle de la contrainte déviatorique sur le système (100) [001] dans cette transformation. Cette contrainte devient un paramètre thermodynamique au même titre que T et Ρ, et la stabilité des diverses phases doit être vue dans l'espace (P.  $T,\sigma$ ). Il se pourrait même que la clinoenstatite ne soit stable que lorsqu'elle est soumise à une cission. En outre. Coe et Kirby (1975) et Kirby (1976) ont montré que la clinoenstatite

-54-



## Figure 37:

Représentation schématique de la transformation ortho-clincenstatite d'après Coe and Kirby (1975). La région ombragée est une lamelle de clinoenstatite (C.E) dans la matrice d'orthoenstatite (O.E). La clinoenstatite se forme par "démaclage" de l'orthoenstatite lors du glissement d'une dislocation partielle (P.D) dans (100). Le vecteur faute de associé est  $\Delta$ c=5/6c. Les divers axes cristallins montrant les relations épitaxiales sont indiqués: a\* est un vecteur de réseau réciproque.

-55-

est nucléée par la dissociation de dislocations  $\vec{c}$  dans (100) selon la réaction:  $\vec{c} \longrightarrow 0.83\vec{c}+0.17\vec{c}$  (ou  $\vec{c} \longrightarrow 1/6\vec{c}+5/6\vec{c}$ ).

C'est la partielle de vecteur de Burgers le plus grand qui est mobile et qui dans son mouvement génère une faute. Cette faute, moyennant quelques réarrangements atomiques mineurs, est une lamelle de clincenstatite élémentaire. La nucléation d'autres dislocations c dissociées dans le plan (100) adjacent, épaissit progressivement la lamelle. Le cristal d'orthoenstatite est envahi par de telles lamelles et se transforme complètement avec un cisaillement de 13,3°. Selon l'idée originale de Ito (1935), on peut parler d'un démaclage à l'échelle de la maille élémentaire. Ce modèle très parlant est repris par les divers auteurs et explicité sur la figure 37. Les domaines de stabilité de l'orthoenstatite et de la clinoenstatite seraient séparés par la surface d'équation  $T=566(-C)+4,5P(kbar)-300\sigma(kbar)$ (Grover (1972) et Coe et Kirby (1975)). Les lois de

comportement seraient d'après Ross et Nielsen (1977):

- pour le mode de déformation par inversion:  $\dot{\epsilon}$ =3,19x10<sup>-7</sup>exp(-7,3 + 1,8/RT) =,4+0,27

- pour la déformation plus conventionnelle par glissement de dislocation:  $\dot{\epsilon}=2,32 \times 10^3 \exp(-64,8 + 2,1/RT) = .9 + 0.29$ 

La limite entre les deux modes de déformation serait régie par la formule:  $-\log \dot{\epsilon} = 13, 4(1/T)-21, 4.$ 

#### IV.2- Fluage à haute température et pression atmosphérique

Nous avons pu trouver quelques petits cristaux d'enstatite (P2, tableau 4), de "qualité gemme" (très peu colorés et très transparents) dans lesquels nous avons taillé des toutes petites éprouvettes de fluage: 1,8x1,8x4mm<sup>2</sup>. Deux Figure 38:

représentation stéréographique des orientations des axes de compression des éprouvettes de déformation.



orientation 1 pour activer (100)[001]



orientation 2 pour activer (100) [010]



orientation 3 pour activer (010) [001]



Figure 39:

enstatite fluée à 1065°C et pression atmosphérique, fines lamelles de clinoenstatite

202

1 μ**m** 



Figure 40:

même échantillon que figure 39; lamelles de clinoenstatite, dislocations largement dissociées et dislocations entières orientations ont été testées: une à  $45^{\circ}$  de  $\vec{a}$  et  $\vec{c}$ (orientation (1), figure 38) pour activer le système de glissement (100)[001], l'autre à  $45^{\circ}$  de  $\vec{a}$  et  $\vec{b}$  (orientation (2), figure 38) pour activer le système de glissement (100) [010].

Diverses températures et contraintes ont été testées. Pour l'une et l'autre des orientations, on n'a pu détecter aucune déformation au dessous de 1000°C: les échantillons cassent pour une contrainte de l'ordre de 20kg/mm<sup>2</sup>. Par manque de donc d'éprouvettes, nous n'avons pu trouver matière, les conditions de température et de contrainte qui auraient permis produire de la déformation ductile dans de la deuxième orientation.

Par contre, pour la première, nous avons bien pu mettre en évidence les deux régimes de déformation distincts, inversion glissement des dislocations  $\vec{c}$  à 1065°C. Pour . et une contrainte résolue sur le système (100)[001], inférieure à 70 MPa, l'enstatite se déforme par glissement à une vitesse très faible (Éde l'ordre de 10<sup>-e</sup>s<sup>-1</sup>). A partir de 70 MPa, on déclenche l'inversion qui est un mode de déformation beaucoup plus rapide (Éde l'ordre de 10-4g-1. En réduisant 1 a contrainte à une valeur légèrement inférieure à 70 MPa. la déformation par inversion stoppe et on revient à une vitesse de déformation très lente correspondant glissement au de dislocations 🔂 entières. Nous avons pu ainsi plusieurs fois basculer d'un mode de déformation à l'autre et il n'y a presque pas d'hystérèsis: le changement de régime se produit toujours vers 70 MPa.

Nous avons étudié en MET, les microstructures de dislocation laissées par cette déformation composite. On s'attend donc à trouver à la fois des traces laissées par l'inversion (dislocations largement dissociées et lamelles de clinoenstatite) et des traces de déformation par glissement sur



Figure 41:

même échantillon que figures 39 et 40, région où on a essentiellement des dipôles coin c



Figure 42:

a) région voisine de celle présentée figure 41. Les dipôles coins étroits se sont repincés pour donner de petites boucles de dislocations. b) "sketch" décrivant le mécanisme de formation des boucles pour repinçage des dipôles coins.

-60-





#### Figure 43:

Après déformation dans les conditions limites, on observe des dislocations c largement dissociées. Par chauffage in situ (dans le microscope) d'une petite région (par beam pulse), on provoque des contraintes dues à la dilatation différentielle. Ces contraintes font bouger les dislocations et on montre ainsi que c'est la partielle de grand vecteur de Burgers qui est mobile.

a) avant "beam pulse", la partielle qui va bouger et étendre la faute est repérée par une flèche.

b) après un chauffage court (0,5 seconde) et intense, la partielle s'est déplacée. Sa mobilité est plus grande que celle des dislocations c entières qui ne peuvent être déplacées par "beam pulse".

-61-

(100) [001] (dislocations  $\vec{c}$  entières). C'est bien ce que l'on observe, comme le montrent les figures 38 à 43. La figure 39 montre une région envahie par les lamelles de clinoenstatite. Sur la figure 40, on observe à la fois des lamelles. des dislocations largement dissociées et des dislocations entières. On remarque que seule l'une des deux dislocations partielles, bordant la faute d'emplilement est visible. Cette observation est en accord avec toutes les observations précédentes qui supposent que c'est la petite partielle de vecteur de Burgers 1/6c qui n'est pas visible.

La figure 41 correspond à une région ou on a uniquement des dislocations entières. Il s'agit pour l'essentiel de dipôles coins laissés dans leur sillage par les dislocations  $\vec{c}$  vis mobiles. A la température de l'essai, la pipe diffusion est assez efficace pour permettre le repincement de ces dipôles qui se transforment en une série de pétites boucles circulaires. Ceci est bien illustré par la figure 42(a et b). Par contre, la diffusion en volume n'est pas encore efficace à cette température et les dislocations libres entières restent bien confinées dans leur plan de glissement comme le montre l'analyse stéréographique des dislocations sur la figure 41.

Nous avons pu vérifier directement par observation, in situ le microscope électronique), que ce sont bien (dans les dislocations partielles 5/6c qui sont mobiles et génèrent la formation de la clinoenstatite et que ces partielles sont plus mobiles que les dislocations  $\vec{c}$  entières. En chauffant une lame mince dans le microscope par "beampulses", on a pu provoquer l'extension des fautes par mouvement de cette partielle 5/6c (figures 43 a et b).

## IV.3- Déformation sous pression de confinement solide

Dans le cadre de cette étude sur les orthopyroxènes, nous avons entrepris la mise au point d'un montage de déformation sous

-62-

pression de confinement solide. Ce montage a été réalisé au laboratoire sur le modèle de la machine conçue par Griggs dans les années 60. La réalisation et la mise au point de notre "machine de Griggs" a réclamé de notre part un long travail technique qui représente une grande partie de notre activité durant la préparation de cette thèse. Nous exposons en détail dans l'annexe III les caractéristiques de notre machine et les considérations que nous avons été amenés à formuler à la suite des nombreux essais destinés à son perfectionnement.

Comme nous le précisons dans l'annexe III, le principal défaut des montages de déformation sous pression de confinement solide réside dans l'introduction de contraintes parasites résultant à la fois de l'imperfection de la transmission de la pression par le milieu de confinement solide et des forces de frottement sur le piston de force. Pour que les essais réalisés avec cette machine puissent nous fournir des résultats quantitatifs, les contraintes parasites doivent être, sinon négligeables, du suffisamment faibles, pour ne moins pas à elles seules provoquer la déformation de l'échantillon et (ou) cacher la réponse réelle de l'échantillon. En dépit des nombreuses modifications que nous avons effectuées sur notre montage, nos échantillons d'orthopyroxènes se sont avérés présenter des caractéristiques mécaniques trop faibles pour que nous puissions déduire des informations des courbes de force et de déplacement enregistrées pendant nos essais. En effet, pendant l'essai de déformation, les forces de frottement sur le piston de force sont, dans notre montage, suffisamment importantes pour "noyer" totalement la réponse l'échantillon. de L'enregistrement de la force exercée sur le piston de déformation axiale n'est alors plus du tout significatif du comportement de l'échantillon. Il faut également noter que des tests de mise en pression de confinement et en température (c'est à dire des essais arrêtés avant 1'introduction volontaire d'une contrainte déviatorique) ont montré que nos échantillons d'orthopyroxène subissent pendant cette étape une

déformation relativement importante (systématiquement plus de 8% de déformation mesurée sur l'axe de l'éprouvette pour une montée à 8 kbar, 800°C), dans des conditions de pression, contrainte et vitesse de déformation inconnues. Nous ne donnons courbe de déformation pour ces échantillons donc pas de déformés sous pression de confinement solide. L'observation еп MET de ces échantillons a cependant apporté des résultats que nous présentons ici.

Les éprouvettes de déformation de 4x4x10mm<sup>3</sup> ont été taillées dans un gros monocristal d'enstatite de composition Mg<sub>1,97</sub>Fe<sub>0,03</sub>Si<sub>z</sub>O<sub>6</sub> (P23, tableau 4) selectionné pour sa relative "propreté" (peu de défauts préexistants, voir chapitre III). Nous avons choisi deux orientations de l'axe de compression telles que, en principe, l'inversion ne puisse être activée par une contrainte déviatorique axiale, soit:

- d'une part à 45° de [100] et de [010] (orientation (2), figure 38) afin de promouvoir le système de glissement (100) [010] dans ce cas, le facteur de Schmid est maximum ( $\emptyset$ =0,5) sur ce système et nul pour les systèmes (100)[001] et (010)[001].

- d'autre part à  $45^{\circ}$  de [010] et de [001] (orientation (3), figure 38) afin de promouvoir le système de glissement (010)[001] - dans ce cas, le facteur de Schmid est maximum (Ø=0,5) sur ce système et nul pour les systèmes (100)[001] et (100)[010].

Si le système de glissement (100) [010] a, ainsi que nous l'avons déjà précisé, été plusieurs fois observé dans des échantillons d'OPX déformés naturellement ou expérimentalement le système (010)[001] n'a été identifié que par Ross et Nielsen (1977)dans de l'enstatite polycristalline déformée expérimentalement. En plus du système (100) [001] , un second système de glissement dans la direction  $\vec{c}$  est possible car les chaînes de tétraèdres (SiO<sub>3</sub>)∞ qui forment l'ossature rigide

du squelette des pyroxènes ne sont pas rompues par des dislocations  $\vec{c}$  quels que soient leurs plans de glissement.

Les essais de déformation ont été réalisés sous une pression de confinement de 8 kbar (pression mesurée) à 800°C (température choisie pour limiter la dégradation du milieu de confinement) et à une vitesse de déformation d'environ  $2.10^{-6}$ s<sup>-1</sup>. Le milieu de confinement était soit de la "soft-fired" pyrophyllite, soit du talc. Les échantillons sont revêtus d'une gaine cylindrique de diamètre extérieur 6mm (voir annexe III). Les taux de déformation n'ont pu être contrôlés pendant la nous n'avons généralement déformation car pas réussi à déterminer avec certitude le point de départ de la déformation (le "hit-point", voir annexe III). Les taux de déformation ont alors été "constatés" après l'expérience.

L'observation en MET des échantillons déformés montre que, bien que les orientations des éprouvettes aient été choisies de manière à donner un facteur de Schmid nul sur le système (100) de l'orthoenstatite [001] et à éviter l'inversion en clincenstatite, celle-ci s'est systématiquement produite. La figure 44 montre une région très riche en lamelles de clinoenstatite qui sont vues "debout". De nombreuses partielles "fortes", 0.837 sont également visibles. Ce paysage est typiquement rencontré dans les échantillons qui ont une subi déformation importante (c'est à dire dont le taux de déformation  $\Delta l/l$  dépasse 15%). Ces lamelles occupent alors l'ensemble des zones observables des lames minces et l'on ne peut généralement identifier d'autres traces déformation, de les observations se trouvant particulièrement compliquées par la présence de ces nombreuses lamelles. Notons de plus que ces échantillons fortement déformés présentent de nombreuses fractures et qu'il a été quelquefois impossible d'en extraire des lames minces.

Dans les échantillons moins déformés ( $\Delta 1/1 < 15\%$ ), nous avons cependant pu effectuer des observations plus complètes dans des



Figure 44:

échantillon déformé sous pression de confinement solide. Région envahie de lamelles de clinoenstatite dans un échantillon fortement déformé



Figure 45:

échantillon orienté pour promouvoir le système (100) [010]

45a: le glissement de dislocations  $\overline{b}$  a effectivement été activé.



45b: zone immédiatement voisine de la figure 45a montrant une très grande densité de lamelles de clinoenstatite. La transformation de l'orthoenstatite en clinoenstatite a donc également été activée.
zones moins riches en lamelles de clinoenstatite. Ainsi, on a clairement pu vérifier que le glissement (100)[010], promu par l'orientation (2), avait effectivement été activé. La figure 45a montre une assez grande densité de dislocations  $\overline{b}$  dans une zone où la densité des lamelles de clinoentatite (ou de fautes) est déjà importante. (La figure 45b présente la zone immédiatement voisine de la figure 45a). Ces dislocations b ont un caractère coin marqué avec une direction parallèle à  $\vec{c}$  comme le montre bien la figure 46. On ne relève aucune trace de montée à cette température d'essai (800°C). Les dislocations sont confinées dans leur plan de glissement et il n'y a pas de sous-joints. Ces dislocations Ъ sont systématiquement identifiées dans les zones où la densité de lamelles de clinoenstatite parallèles à (100) est suffisamment faible pour ne pas géner l'observation. Ces zones sont cependant rares et nos observations restent parcellaires.

L'observation en MET des échantillons déformés dans l'orientation (3) de manière à promouvoir un éventuel glissement (010)[001] n'a pas permis de vérifier si ce systèmé peut être effectivement activé. On observe principalement, cette fois encore, une grande densité de lamelles de clinoenstatite mais pas de trace de glissement dans le plan (010).

Le fait que la transformation en clinoenstatite intervienne systématiquement dans nos expériences de déformation en machine de Griggs est un obstacle à la fois pour le déroulement correct de nos essais de déformation et pour l'observation en MET des échantillons déformés.

L'examen en MET des échantillons soumis à un simple test de mise en pression de confinement et en température (c'est à dire sans l'introduction volontaire d'une contrainte déviatorique) montre que l'inversion s'est déjà largement développée pendant cette étape. Les contraintes accidentelles qui sont inévitablement produites dans ce type de montage, peuvent être





# Figure 46:

les dislocations  $\vec{b}$  produites par la déformation ont un caractère coin marqué, leur direction préférentielle étant parallèle à  $\vec{c}$ . rendues responsables de l'activation de l'inversion. La mise en pression de confinement est une étape relativement "brutale" et il est probable que l'inversion est la réponse préférentielle de l'échantillon aux brusques écarts à un régime de contrainte hydrostatique auxquels il est soumis. Ce mode de déformation par inversion s'accorde mal aux raccourcissements mesurés sur ces échantillons. On n'observe cependant généralement de pas traces nettes de glissement suivant les systèmes promus par l'orientation des éprouvettes. Une partie de la déformation globale de ces échantillons peut être attribuée à une fracturation plus ou moins importante échantillons (les d'origine présentent d'ailleurs de fines fissures). I 1 est également probable que la déformation par inversion provoque une désorientation de certaines zones du cristal qui conduirait au raccourcissement observé. Dans le cas des échantillons de manière à promouvoir le système (010) [001] orientés (orientation (3)), le plan (100) est parallèle à l'axe de compression. La déformation par inversion pourrait alors désorientation provoquer une de certaines parties qui conduirait à un pliage du cristal comparable à celui observé dans les échantillons déformés naturellement par kinking (P41, chapitre III.3.3 ), Nous ne sommes cependant pas en mesure de justifier une telle hypothèse. De manière très qualitative, nous remarquerons cependant que les échantillons orientés pour promouvoir le système (010) [001] (orientation (3)) semblent "supporter" la mise en pression de confinement et en température, "moins bien" que les échantillons orientés pour promouvoir le système (100)[010] (orientation (2)), les taux de déformation mesurés sur les échantillons correspondant à l'orientation (3), s'avérant systématiquement supérieurs à ceux des échantillons correspondants à l'orientation (2) pour des tests de mise en pression et en température identiques.

Lorsque l'essai de déformation réel commence, les échantillons ont donc subi une déformation relativement importante (on estime  $\Delta l/l>8\%$  pour une montée à 800°C et 8 kbar). Dans le cas de l'orientation (2), la déformation se poursuit par le glissement sur le système (100) [010] mais également par inversion (les lamelles de clinoenstatite semblent en effet plus nombreuses dans un échantillon ayant subi un essai de déformation complet que dans un échantillon soumis à un simple test de mise en pression et en température). Dans le cas de l'orientation (3), seule l'inversion semble être activée dans les conditions de nos essais (Pc=8 kbar, T=800°C).

Enfin. nous noterons que l'observation en MET de nos échantillons déformés nous a occasionnellement révélé la "réseaux" présence de de dislocations présentant une organisation très particulière, tels que ceux présentés figure 47 a et b. Ces réseaux de dislocations sont principalement formés de dislocations dont le vecteur de Burgers possède une composante  $\vec{b}$  importante. Quelques dislocations  $\vec{c}$  faiblement dissociées sont irrégulièrement enchevétrées dans ce réseau (elles produisent le faible contrast résiduel observé figure 47 b). Les analyses ne révélant aucune variation de composition dans ces régions, il ne s'agit pas de réseaux de dislocations d'interface avec une exsolution. Bien que de tels défauts n'aient jamais été relevés, lors des observations (plusieurs fois répétées) effectuées dans diverses régions du cristal (P23. tableau 4) dont nous extrayons nos éprouvettes de déformation, il semble raisonnable de considérer que ces sous-joints étaient présents avant l'essai de déformation. Cet exemple montre l'un des problèmes que peut présenter l'utilisation de cristaux relativement imparfaits dans ce type d'expériences. Les cristaux d'OPX qui présentent une perfection cristalline telle que celle du cristal utilisé pour nos expériences de fluage (cristal P2, tableau 4) sont rares et généralement petits, ce qui, hélas, s'accorde mal avec des essais de déformation en machine de Griggs.



0 gad

-71-



Figure 47a et b:

Sous-joints composés de dislocations b et c ayant interagi. Ces sous-joints étaient peut-être présents dans l'échantillon (extrait de P23) avant la déformation expérimentale.

### IV.4- Déformation sous pression de confinement gazeuse

Le Laboratoire de Recherche Minéralogique de l'Australian National University de Canberra (Professeur M. S. Paterson) a récemment réalisé à notre demande des déformations dans une machine à pression de confinement gazeuse qui est réputée pour introduire très peu de contrainte parasite.

Les deux échantillons soumis à ces essais sont identiques à ceux que nous avons testés dans notre machine de Griggs (échantillons d'enstatite extraits du cristal P23 (tableau 4) découpés suivant les orientations (2) et (3) (figure 38)). Les expériences ont été conduites à T=1000°C, Pc=3 kbar et une vitesse de déformation de l'ordre de 5.10°°s<sup>-1</sup>, et arrêtées après une déformation totale  $\Delta l/l=6\%$ .

Les courbes contrainte-déformation sont reportées figures 48a et 48b. On remarque sur ces deux courbes, des chutes de contrainte brutales qui peuvent à priori être attribuées à de la fissur ation ou à des instabilités de déformation. En outre, l'échantillon correspondant l'orientation à (3)(destinée à promouvoir le système (010) [001] ) présente une limite élastique de 50 MPa qui nous parait anormalement basse. Seul cet échantillon a jusqu'à maintenant été étudié en MET. Nos observations en MET révèlent diverses catégories de défauts:

\* Bien que cet essai ait été réalisé dans la meilleure machine de déformation sous pression de confinement actuellement en service dans le monde, et que l'échantillon soit orienté de manière à ce qu'une contrainte axiale ait un facteur de Schmid nul sur le système (100)[001], la figure 49 montre la présence de très nombreuses lamelles de clinoenstatite. L'inversion en clinoenstatite s'est donc produite et semble d'ailleurs s'être propagée dans une grande partie de l'échantillon. Cette transformation est peut-être responsable des chutes de contrainte présentées par la courbe figure 48b.

-72-

courbes de déformation des échantillons déformés sous pression de confinement gazeuse, =  $5.10^{-5}z^{-1}$ 

a) échantillon orienté pour activer (100)[010].



b) échantillon orienté pour activer (010)[001].



\* On observe des dislocations  $\vec{b}$  sans pouvoir dire clairement si le (ou un) glissement dans cette direction a été activé. La figure 50 montre des dipôles coins rectilignes. Leur très densité, estimée assez grossièrement sur l'ensemble de la région transparente est assez faible (<10<sup>7</sup>cm<sup>-2</sup>).

La figure 51 présente des dislocations  $\overline{b}$ ou du moins des dislocations dont le vecteur de Burgers une composante Ъ а importante- groupées par quatre. Nous n'avons pas cherché à caractériser complètement ces défauts.

La figure 52 montre également des dislocations  $\vec{b}$  dans des sous-joints constitués de deux familles de dislocations  $\vec{b}$  et  $\vec{c}$ . La figure 52a présente une vue d'ensemble avec plusieurs sous-joints bien organisés et les figures 52b et c montrent l'une et l'autre famille constituant l'un de ces sous-joints.

Il faut noter que ces observations sont éparses: plusieurs sous-joints sont présents dans une région, aucun dans une autre qui par contre contient des dipôles coins Ъ. Ceci jette чп doute sur la représentativité de ces défauts qui existaient peut-être avant déformation. Cette remarque rejoint celle faite à propos des sous-joints occasionnellement observés dans les échantillons déformés dans la machine de Griggs.

\* Dans certaines régions, on relève la présence de bulles sur lesquelles sont accrochées des dislocations  $\vec{c}$ ainsi que quelques dislocations  $\vec{b}$  (figure 53). Ces dislocations  $\vec{c}$  ont une orientation vis de sorte que l'on ne peut pas définir leur plan de glissement. Quant aux bulles que nous supposons être des bulles d'eau, il est encore une fois impossible de préciser si, elles étaient présentes avant déformation ou si elles résultent d'une précipitation à haute température.

Enfin, de grandes boucles de dislocation  $\vec{c}$  entières sont présentes en densité assez faible et hétérogène. Ces

-76-



# Figure 52a:

même échantillon que figures précédentes: sous-joints composés de dislocations b et c.



Figure 52b:

agrandissement d'une zone de la figure 52a. g = 202: les dislocations  $\overline{c}$ sont en contraste.



Figure 52c:

mēme	zone	q	ue
figure	52b.	g	• =
060:		1	es
disloca		b	
sont			en
contras	ste.		



Figure 53:

même échantillon que figures précédentes. Bulles sur lesquelles sont accrochées des dislocations  $\vec{c}$  au caractère vis marqué.



Figure 54:

même échantillon que figures précédentes. Boucles de dislocations c dans (100).

dislocations  $\vec{c}$  ont des directions préférentielles vis, les autres segments des boucles étant situés dans le plan (100). C'est la seule indication qui puisse suggérer que le glissement de dislocations  $\vec{c}$  entières se soit effectivement produit. Ces boucles de dislocations  $\vec{c}$  entières dans (100) restent cependant difficiles à associer avec un éventuel glissement sur le système (010) [001] (figure 54).

En résumé, nos observations en MET, n'éclairent pas beaucoup les mécanismes qui ont pu provoquer la déformation enregistrée sous la très faible contrainte de 50 à 80 MPa. Seules les lamelles de clinoenstatite sont omni-présentes mais, en principe, elles n'expliquent pas le raccourcissement dans la direction comprimée.

#### CHAPITRE V

DISCUSSION ET CONCLUSION

Les résultats de nos essais de déformation sous pression de confinement montrent que, dans les conditions expérimentales, auxquelles nous pouvions accéder (T<1000°C,  $i>10^{-6}s^{-1})$ ,

l'inversion de l'orthoenstatite en clinoenstatite intervient systématiquement bien que nous ayons orienté nos échantillons de manière à ne pas solliciter le cisaillement sur le système (100)[001] . La grande facilité avec laquelle cette transformation de type martensitique peut se produire, justifie sans doute le fait que, jusqu'à maintenant, c'est ce mode de déformation qui a été principalement étudié. Il est cependant remarquable que, bien que des traces de cette transformation très fréquemment rencontrées dans les échantillons soient déformés naturellement, ce mode de déformation reste très limité dans la plupart de ces échantillons. I 1 semble donc qu'il y ait là un problème relevant du grand écart entre les conditions thermomécaniques de nos déformations expérimentales et celles des déformations naturelles.

Nos expériences de fluage montrent qu'il est possible d'atteindre une partie de l'espace ( $P_{e}$ , T,  $\sigma_{e}$ ) dans laquelle on n'active pas la déformation par inversion. Le point défini à pression atmosphérique par T=1065° et  $\sigma_{e}$ =70 MPa représente cependant la seule donnée précisant la limite entre la déformation par inversion et la déformation par glissement de dislocations c'entières, obtenue directement dans l'espace  $(P_{e}, T, \sigma_{e})$ . Les différents auteurs s'accordent pour dire que la dépendance en pression de cette limite est faible (4,5°C/kbar d'après Grover (1972)). Dans des conditions thermomécaniques proches de cette limite, la vitesse de déformation par glissement de dislocations  $\vec{c}$  entières dans (100) est de l'ordre de 10<sup>-e</sup>s<sup>-1</sup>. Bien qu'il soit jusqu'à

maintenant impossible d'extrapoler cette donnée aux vitesses de déformation naturelle beaucoup plus faibles, elle peut être un résultat considérée comme quantitatif important, ce glissement de dislocations  $\vec{c}$  dans (100) représentant le principal mode de déformation naturelle des orthopyroxènes. Ces expériences de fluage montrent d'autre part que la montée des dislocations 🔂 observée dans un certain nombre d'échantillons déformés naturellement réclame sans doute une température très élevée (T>1100°). Le rôle de l'eau qui peut accélérer la montée des dislocations dans les *échantillons* déformés naturellement, est cependant un élément qu'il ne faut pas négliger.

L'étude expérimentale de systèmes de glissement autres que le glissement facile des dislocations c dans (100) ne peut être menée que sous pression de confinement afin de limiter les risques de fracturation des échantillons. Pour obtenir des de perfectionner résultats quantitatifs, il est nécessaire notre machine de déformation sous pression de confinement solide de façon d'une à, part pouvoir atteindre des températures supérieures à 1000°C, et d'autre part, améliorer la transmission de la pression de confinement à l'échantillon et diminuer les contraintes parasites (provoquées par les forces de frottement). Il s'agit en effet principalement de réaliser des essais dans des conditions de température pression et contrainte permettant d'éviter la déformation par inversion.

Malgré les imperfections actuelles de notre montage de déformation sous pression de confinement solide, nous avons pu montrer qu'il est possible d'activer expérimentalement à P<sub>c</sub>=8 kbar et T=800°C le glissement des dislocations ħ dans (100), système qui prend une part active dans la déformation naturelle de certains des échantillons que nous avons étudiés. Ces dislocations b présentent systématiquement un caractère coin marqué ce qui suggère que leur glissement est contrôlé par de la friction de réseau. Il reste cependant à.

-81-

préciser les paramètres thermomécaniques qui pilotent ce glissement.

Le glissement de dislocations  $\vec{c}$  dans le plan (010) reste une hypothèse que nous n'avons pu vérifier. Le fonctionnement de ce système réclame, peut-être, une température élevée plus que celle de nos expériences (800°C et 1000°C) ou des conditions thermomécaniques auxquelles la déformation par inversion en clinoenstatite ne peut plus se produire. Cependant aucune trace de ce système de glissement n'a été relevée dans les échantillons déformés naturellement. Par contre iľ faut noter que la déformation par pliage (kinking) observée dans les échantillons naturels semble compatible avec une compression dans une direction proche du plan (100) ce qui est le cas lorsque l'on cherche à solliciter l'éventuel glissement de dislocation  $\vec{c}$  dans (010).

L'étude en MET des OPX déformés naturellement a montré que ces minéraux ont participé à la déformation du manteau et que, contrairement à l'olivine, ils ont conservé dans leur sous-structure de dislocation, les traces de diverses étapes de leur passé thermomécanique. Nos essais de déformation ont permis de vérifier au'il est. dans une certaine mesure. possible de recréer expérimentalement les principaux défauts de réseau produits par les déformations naturelles. Bien que nécessitant quelques progrès techniques, la quantification des conditions thermomécaniques dans lesquelles on peut provoquer les différents modes de déformation s'avère possible et permettra d'apporter un certain nombre d'informations sur les conditions thermomécaniques dans lesquelles les déformations naturelles se sont produites.

# ANNEXES

#### ANNEXE I

### CONDITIONS D'OBSERVATION EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE

#### A.I.1- Préparation des lames minces de MET

Les échantillons à observer en MET ont été préparés par la méthode usuelle mise au point au laboratoire. Les cristaux bruts (éventuellement orientés par la méthode de Laue en retour) sont découpés à l'aide d'une scie à fine lame diamantée. On obtient ainsi une lame du matériau, d'épaisseur 0,2 à 0,5 mm. L'une des faces de cette lame est ensuite polie à la pâte diamantée (granulométrie 6 microns), puis la lame est collée sur le fond d'une "cuvette" de verre de 30 microns de permet d'amener la lame du matériau profondeur. Ceci à l'épaisseur pétrographique standard de 30 microns par abrasion mécanique puis par polissage à la pâte diamantée de sa seconde face. Ces lames minces sont ensuite découpées en petites parties que l'on colle sur des supports ("grilles") de cuivre de 3 mm de diamètre de manière à faciliter leur manipulation et leur conservation. L'amincissement final est réalisé par bombardement ionique sous une tension accélératrice de 5,5 kV avec un angle d'incidence de 14°. Ces échantillons isolants sont enfin recouverts d'un fin dépôt de carbone (vaporisé sous vide) qui permet d'éviter les difficultés d'observation créées par l'accumulation de charges sur l'échantillon soumis au faisceau électronique dans le microscope.

### A.I.2- Conditions d'observation en MET des OPX

Nous avons utilisé tout au long de notre étude en microscope JEOL 200 CX équipé d'un STEM et d'une microanalyse X quantitative LINK 860. Nous avons travaillé avec un porte objet à double inclinaison (2 fois +/- 45°) qui permet d'effectuer des analyses X avec des perturbations modérées. Les spectres font apparaître quelques traces parasites provenant du microscope et du porte objet mais celui-ci permet de mettre verticaux (parallèles au faisceau électronique) les précipités ou exsolutions à analyser.

Les dislocations et défauts d'empilement ont été caractérisés par les méthodes standard: analyses stéréographiques pour les orientations et critères de non visibilité des dislocations pour  $\vec{g}$ .  $\vec{b}=0$  et  $\vec{g}$ .  $(\vec{b}\wedge\vec{u})=0$ . Ces méthodes simples se sont avérées suffisantes pour obtenir des caractérisations non ambigues, ce qui signifie que l'anisotropie élastique des OPX reste faible, tout au moins pour les champs de déformation des dislocations  $\vec{c}$ et  $\vec{b}$ .

La relative stabilité de la constante de diffraction de ce microscope a également été d'une grande aide pour l'analyse de l'espace réciproque. Il est en effet assez difficile de dépouiller les clichés de diffraction des OPX: d'une part les paramètres varient un peu avec la composition et d'autre part, il y a de nombreuses distances réticulaires très proches (voir tableau AI1).

Les bonnes conditions de diffraction pour imager les défauts en deux ondes sont assez rares. Les meilleures sont:

g = 202 pour les dislocations  $\overline{c}$ g = 060 pour les dislocations  $\overline{b}$ .

Les autres conditions de diffraction que nous avons utilisées sont principalement:

g = 420, g = 610, g = 440 (pour les dislocations  $\overline{b}$ ) g = 221, g = 131, g = 133, g = 321 (pour les dislocations  $\overline{b}$  et  $\overline{c}$ ). On peut mentionner que g = 202 ne met pas hors contraste les dislocations  $\overline{b}$  coin, le critère  $\overline{g}$ .  $(\overline{bAu}) = 0$  n'étant pas rempli dans ce cas. On peut donc généralement observer toute la sous-structure de dislocation avec cette condition de diffraction, les dislocations  $\overline{b}$  présentant préférentiellement la direction  $\overline{c}$ .

Enfin la faible convergence du JEOL 200 CX se prête bien à l'imagerie en faisceaux faibles (weak beam), que nous avons utilisée avec les diffractions présentant les plus forts facteurs de structure 202 et 060.

:	<u> </u>	1/0	<u> </u>	100	010	1,001
	100	540	10 7147	0	un-	00
	1		10,2102	Ť.	1.0	7.9
. 4	E   200	1098	9,1080	0	90	90
1	010	1175	0 0171	on	1 0	00
,		11.00	0,0101		V I	77
1	110	1260	7,9334	64.2	25.8	90
4	1 210	1970	6 3775	1 45 0	44 4	00
1		1 1 1 1 1	0,000	1 40,7	1 44.1	70
	300	1647	6,0721	0	90	90
ł.	001	1071	5 1701	00	<b>0</b> 0	- A
1	1001	17.01	J J,1/71	70	70	U U
	310	2000	5,0002	34.6	55.4	90
:	101	2007	1 0017	76 1	60	1 1 5 5
	1.01	1 2007	1 4,701/	1 / 4 • 4	70	13.7
÷ <del>*</del>	400	2196	4.5541	1 0	90	90
ł	1.001	2221	4 5001	1 20 4	0.5	
:	401		4.0021	00.4	74	27.0
ì	011	2240	4.4652	90	59.6	30.4
	000	35/0	6 6511	8		
1 *	·   020	2207	4,4055	A0	Ų į	90
X	111	2306	4.3368	76.2	40.5	33.1
	600	0775	1 3070			
	1 120	2000	4.2830	/5,4	13.5	1 79
÷.	410	2472	4 0459	27 3	47 7	on l
			110100	1110	UL 1	10
*	411	2474	4,0093	63.9	62,9	39.3
÷	270	2521	3.9447	A4 2	75 g	ΦA
				1		1
1	100	6662	3.7404 J	47.5	90	40.5
1	500	2745	3.6432	1 0	90	90
	+	0750			/ ¥ / <del>*</del> -	
+ *	1 311	2/80	3,5972	55,7	55,9	46
	370	2804	<u>7.5444</u>	5A	34	90
	1 101	0001				10
	401	2724	3 <b>,</b> 4200	41,3	<b>7</b> 0	48,7
	510	2970	9447 7	22 5	47 5	on
			0,0007		07,0	1.0
1 ž	021	2980	3,3561	90	40.4	49.6
1 *	171	3030	7, 3004	79 A	41 5	50 /
			0,0000		71,0	1 4V • *
*	411	136	3,1883	45,6	68,81	52
*	420	7159	7 1240	45 0	AA i	on
		0100	0,1000	7011	7792	70
1 *	221	3175	3,1492	69,8	44,4	52,6
I ¥	400	3794	0370 T		ūΛ	on
			0,0000	v	7V	70
	501	3356	2,9798	35.1	90	54.9
	070	TADA	7 0777	00	Δ	30
	000	0404	4,1017	7.	V	70
1 X	321	3405	2.9373	61.1	48,2	55.4
	170	7440	2 0005	00 0	5 9	- CA
	100	0770	4 ( <i>1</i> 002	00,0	7,44	70
*	510	3484	2.8705	19	71	90
*	511	3547	0 0000	70 0	74 7	
<b>^</b>		1 2942	4,0440	37.2	/1.0	3/
	520	3561	2.8078	39.6	50.4	90
+	070	7577	0 70F0	7	17.0	00
	200	00//	44737	/4.44	4/47	70
1 ¥	421	3701	2.7017	53.6	52.2	59.6
	1 770	7701	O LAAS		പട്ട	00
	0.00	0/01	7.0440	04,4	LU,O	79
	601	3818	2,6192	30.4	90	59.6
	700	7947	2 4027	ō.	00	64
		0040	4,0020	· ·	70	70
*	002	3862	2.5896	<del>7</del> 0	90	1 () [
¥	102	3900	2,5430 I	<u>91</u> 0	90 1	a i l
					<u></u>	
	031	5714	2,5553	<del>7</del> 0	29.6	60,4
¥	131	3952	2,5305	92 I	τ∩ = Ι	50 0
		7007	2,0000			00.0
*	611	5883	2,3106	]2,42	73,4	51
¥	620	4000	2,5001	TA AL	55 4	96 I
1	1 -1-	1000		-7,0	10047	10
l	/10	400/	2,4958	16.5	73.5	90
¥	202	4015	7, <b>19</b> 09	7 <u>4</u> (	en l	19.0
				2 T # 4		7 بالدة
	012	4025	2,4845	90	73,6	16.4
¥	430	4051	7.4494 I	57 0	77 0 1	on I
				<u>مبریت</u>	04.0	14
÷	521	4051	2,4684	47,3	55.9	61.5
¥	112	4040	2.4417	82.51	77 0 1	10 1
			1,7017	04.4	/0,0	10.1
Ť	231	4065	Z,4603	74.3	33.1	61.81
¥	212	4172	7.3949	74 7	74 2 1	25 5
				171/	1714	- 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1
*	- 302	4148	2,3820	56.7	90	23.1
¥	331	174A	2,3552	47 2	74 7	47
			3 70754		20.17	<u>uu</u>
	701	4301	2,3253	25.7	70	b3,3∣
¥	312	4349	2.2995	67.7	74.9	27 4
		47-7-	0.0010			
	330	43/3	2.2869	51.1	38.7	90
¥	<b>. 3</b> 00 l	4392	2,2770	οt	90	90 I
				<u> </u>		

Tableau A.I.1

plans réticulaires (hkl)distances interréticulaires (d en

Å) et 1/d (en  $10^{4}Å^{-1}$ )

- angles avec (100), (010) et (001) (en degrés décimaux)

 les réflexions possibles (ne satisfaisant pas aux conditions d'extinction) sont indiquées par \*

## ANNEXE II

#### MICROANALYSE X

#### A.II.1- Principes généraux

Les accessoires de microanalyse X se sont beaucoup développés ces dernières années. Nous avons travaillé avec un équipement de conception déjà ancienne qui exige un étalonnage long et minutieux (introduction de profils standard, calibrage des coefficients élément par élément). Cet étalonnage nous a demandé un travail assez long que l'on rappelle brièvement ci-dessous.

Le principe de la microanalyse X est très simple. Les divers éléments chimiques A, B, C... de l'échantillon sont irradiés par les électrons du faisceau incident d'énergie E<sub>o</sub>. Ces éléments chimiques absorbent une partie de l'énergie des électrons et réémettent un rayonnement Х discret. caractéristique de l'élément en question (raie K, L,...). Les photons X émis dans la bonne direction entrent dans un détecteur (monocristal épais de silicium le plus pur possible) où ils génèrent des paires électrons-trou. Grâce à une d.d.p. appliquée au silicium, on obtient donc une charge Q proportionnelle à l'énergie du photon X incident. Cette charge est mesurée par un F.E.T. et classée grâce à un analyseur multicanaux. La proportion de photons X, caractéristiques d'un élément chimique A, B С. ou est donc еп principe proportionnelle à la concentration de cet élément dans l'échantillon. Une bonne analyse implique donc qu'un électron incident d'énergie Eo n'interagit qu'une seule fois avec l'échantillon, la probabilité d'interaction n'étant fonction que de Es et de l'élément chimique A, B ou C en question. Оп appelle  $Q_A(E_O)$  la probabilité d'ionisation de l'élément A par l'électron d'énergie Eo. On suppose donc que

l'échantillon est très mince et la quantité de photons X émis est proportionnelle à:

 $I_A = V_A . Q_A(E) . t$ 

où  $v_A$  est la concentration volumique de l'échantillon en élément A et t est l'épaisseur de l'échantillon.

Si l'échantillon était épais, il faudrait remplacer cette expression par:

$$I_{A} = V_{A} \qquad \left( \begin{array}{c} Q_{A}(E) & dE \\ \frac{dE}{dt} \end{array} \right)$$

Cette simplification est appelée l'approximation de lame mince. On suppose aussi que dans les conditions ci-dessus, les corrections de numéro atomique et de fluorescence (corrections Z et F) peuvent être traitées comme des constantes entrant dans le coefficient de sensibilité de l'appareil de sorte que les intensités X des éléments A et B sont:

 $I_{A} = V_{A}Q_{A}D_{A}t$  $I_{B} = V_{B}Q_{B}D_{B}t$ 

D est un coefficient qui prend en compte ces corrections Z et F et la sensibilité du détecteur. Si on rapporte les diverses intensités mesurées à l'intensité d'un élément donné (le silicium en l'occurence)

 $\frac{I_{A}}{I_{B}} = \frac{v_{A}}{v_{Bi}} \quad \begin{array}{c} K^{A}_{Bi} & \text{et } I_{B} \\ & I_{Bi} & \end{array} \quad \begin{array}{c} v_{A} & K^{B}_{Bi} \\ & I_{Bi} & \end{array}$ 

K×<sub>s</sub>, est souvent appelé le coefficient de Cliff-Lorimer de l'élément chimique X par rapport au silicium. C'est ce coefficient qui doit être déterminé expérimentalement pour chaque couple (X, Si) sur des échantillons de composition connue.

### A.II.2- Calibration

Contrairement aux détecteurs X à cristaux, le détecteur Si (compensé Li) est associé à un amplificateur à très grand gain qui présente un bruit de fond (minimisé par sa mise en basse température), des fluctuations et dérives diverses, et qu'il faut systématiquement réajuster. Le principe d'ajustement de l'équipement LINK est basé sur:

i) un pic artificiel généré par l'appareil qui définit le zéro
ii) un autre pic à enregistrer sur un élément donné qui permet d'ajuster le gain. Nous avons choisi le cuivre qui est un élément systématiquement présent dans nos préparations puisque nos échantillons sont collés sur une "grille" de cuivre.

On enregistre donc un spectre généré par la "grille" qui gain de l'analyseur. On enregistre définit le zéro et le ensuite le spectre d'un élément pur (par exemple sur une fine feuille d'aluminium ou d'alumine, l'oxygène n'étant pas détecté car son rayonnement X est complètement absorbé par fenêtre la de beryllium du détecteur). La partie intéressante du spectre -50 eV de part et d'autre de la raie K $\alpha$  de l'aluminiumest stockée en mémoire: c'est le standard qui sera utilisé pour l'analyse. On répète cette opération pour tous les éléments utiles (Na, Mg, Si, Ca, Fe,...).

Il faut encore déterminer les coefficients de Cliff-Lorimer de chacun de ces éléments. Pour cela, on a réalisé des lames minces dans des corps de composition connue: fostérite synthétique MgzSizO4 pour le magnésium, disthène ou andalousite Al<sub>z</sub>SiO<sub>z</sub> pour l'aluminium, wollastonite CaSiO<sub>z</sub> pour le calcium, etc. L'analyse sur des régions très fines permet de trouver les K×<sub>si</sub> sans avoir à se préoccuper de corrections d'épaisseur. Ces opérations représentent l'étape nécessaire de calibration. A cause des fluctuations et instabilités de l'appareil, elles ont du être répétées plusieurs fois.

## A.II.3- Mesure de l'épaisseur

L'épaisseur est un paramètre important pour réaliser des analyses correctes. Nous le montrons sur un exemple simple.

Si l'on veut analyser une fostérite  $Mg_{z}SiO_{4}$  relativement épaisse, on note que les photons X générés dans le bas de la lame mince doivent traverser celle-ci avant d'atteindre le détecteur. Au cours de cette traversée, ils sont partiellement absorbés de façon différente pour les photons X des divers éléments. Le coefficient d'absorption massique pour le magnésium dans l'échantillon vaut:

$$\mu_{\text{echantilion}}^{X} = 48/140 \times \mu_{\text{H}_{\text{ff}}}^{X} + 28/140 \mu_{\text{fi}}^{X} + 64/140 \mu_{\text{fi}}^{X}$$

où les fractions 48/140, 28/140 et 64/140 sont les proportions massiques de Mg, Si et Fe dans la fostérite. Les tables de rayons-X donnent les valeurs suivantes:

$$\mu^{\mathsf{M}_{\mathbf{S}_{\mathsf{M}_{\mathbf{S}}}}} = 463; \ \mu^{\mathsf{M}_{\mathbf{S}_{\mathsf{N}}}} = 802; \ \mu^{\mathsf{M}_{\mathbf{S}_{\mathsf{O}}}} = 2432,$$

...

de sorte que le coefficient d'absorption massique pour le magnésium dans l'échantillon vaut:

 $\mu^{M*} = 48/140 \times 463 + 28/148 \times 802 + 64/140 \times 2432$ = 1440

Le critère de film mince pour Mg dans la forstérite est:

 $\mu^{M_{sechantillen}} \times \rho_{sechantilien} \times t < 0,1$ 

Dans ces conditions, il n'y a pas de correction d'absorption à apporter (absorption négligeable) pour une épaisseur d'échantillon t inférieure à 2330 Å (on a pris  $\rho = 3g.cm^{-3}$ ). Le même calcul doit être effectué pour le silicium dans la fostérite. Il conduit à une épaisseur maximale très semblable: t<2260 Å.

Si on considère maintenant de la fayalite  $Fe_zSiO_4$ , on trouve que les corrections d'absorption ne sont négligeables que si l'épaisseur est inférieure à 1450 Å, ce qui correspond à une lame extrêmement mince.

Pour une olivine qui aurait la composition Mg1Fe1SiO4, l'épaisseur devrait être inférieure à 1000 Å pour que les photons X de Mg ne soient pas absorbés par le fer. On peut considérer l'exemple suivant pour illustrer notre propos: soit échantillon d'épaisseur 5.10-°cm et un de composition Mg1Fe1SiO4. En l'absence de correction, on obtiendrait un résultat d'analyse: Mgo,77Fe1,33SiO4 (l'oxygène étant déterminé par stoechiométrie). Il faut donc apporter une correction d'épaisseur de 1,72 sur Mg et 1,33 sur le Si et aucune sur Fe. Cet exemple montre l'importance de la correction d'épaisseur qui est d'autant plus critique que l'échantillon contient des éléments chimiques avec des Z très éloignés.

En règle générale, nous avons mesuré l'épaisseur par la méthode des tâches de contamination illustrée par la figure A.II.1. Elle permet d'obtenir une précision de l'ordre de 10%.

La figure A.II.2 indique les valeurs des coefficients de Cliff-Lorimer que nous avons obtenues expérimentalement.

-92-

mesure de l'épaisseur des lames minces par la méthode des tâches d'irradiation.



irradiation de la lame

image observée après inclinaison de la lame mince, mesure de d sur micrographie:  $e=d/sin\theta$  étalonnage de la microanalyse du laboratoire: coefficients de Cliff-Lorimer K $*_{\boxplus i}$  pour les raies (K $\alpha$ +K $\beta$ ) des principaux éléments analysés.



SYSTEME DE DEFORMATION SOUS PRESSION DE CONFINEMENT EN MILIEU SOLIDE

## A.III.1 INTRODUCTION

Notre machine de déformation sous pression de confinement en milieu solide a été réalisée dans notre laboratoire. Elle est conçue suivant le principe mis au point par Griggs dans les années 60. Ce type de montage est d'ailleurs usuellement appelé "machine de Griggs". Cette machine d'un type nouveau dans notre laboratoire nous permet d'une part d'accéder à l'étude de l'influence de la pression sur la déformation plastique des minéraux, d'autre part de mener des essais de déformation sous forte contrainte en diminuant les risques de fracturation. Notre étude sur les pyroxènes a débuté en même temps que nous avons entrepris les premiers essais destinés à la mise au point de cette machine. Cette mise au point s'est révélée très délicate et a nécessité un grand nombre de modifications du système tel qu'il avait été préalablement imaginé. Ce travail représente une grande partie de notre activité durant 1a préparation de cette thèse. C'est pourquoi nous nous sommes attachés à présenter de manière relativement détaillée le fonctionnement de notre machine.

Nous exposons également les informations que nous avons accumulées en trois ans de manipulation sur cette machine. Notre but était seulement de mettre au point une machine nous permettant de réaliser les essais nécessaires pour notre étude sur les pyroxènes. La tache s'est révélée plus ardue que nous ne l'avions imaginé. Nous nous sommes entre autre heurtés à de nombreuses difficultés technologiques auxquelles notre laboratoire n'avait pas encore été confronté. ( en particulier la définition d'un système d'alimentation et de régulation thermique assez spécial, et la réalisation d'assemblage dans des matériaux peu usuels).

Il faut également remarquer que les difficultés que nous avons rencontrées au cours de la mise au point de cette machine ont été accentuées par le fait que nous avons dès les premiers essais, tenté de réaliser la déformation d'échantillons d'orthopyroxènes dont les caractéristiques s'accordent mal avec les exigences réclamées par cette technique. Nous avons d'ailleurs été amenés à examiner des problèmes de fonctionnement de cette machine qui seraient passés inaperçus lors d'une étude portant sur un autre minéral plus résistant.

## A. III. 2 DESCRIPTION DU MONTAGE

L'échantillon à déformer est placé au centre d'une cellule de pression de confinement. Il est entouré d'une gaine réalisée dans un matériau transmettant correctement la pression.

Deux systèmes indépendants permettent:

l'un d'exercer une pression sur le milieu de confinement qui la transmet à l'échantillon.

 l'autre de produire une déformation plastique de l'échantillon (comme dans un système de compression uniaxiale classique).

De plus un four situé dans le milieu de confinement autour de l'échantillon permet d'amener l'échantillon à la température choisie pour l'essai.

A.III.2.1- Le système de pressurisation (figure AIII1 et 2)

Il se compose d'un vérin hydraulique solidaire de la partie supérieure du bâti. Son piston de grand diamètre appuie sur le piston de pression de confinement de plus petit diamètre (24 mm), lui même en contact avec l'assemblage. Le rapport de diamètres constitue un amplificateur de pression tel que pour une pression d'huile maximale de 700 bar la pression de confinement atteindrait théoriquement 22 kbar.

Le vérin est alimenté par une pompe à débit variable, ce qui permet d'accélérer ou de ralentir la descente du piston. Le circuit hydraulique est muni de deux vannes principales permettant:

- soit d'isoler le vérin de la pompe (on évite ainsi les pertes

Légende de la figure A.III.1:

p.f.: piston de force

v.:vérin

p.v.: piston du vérin de pression

p.c.: piston de pression de confinement

cell: cellule de confinement

m.c.: milieu de confinement

b.a.: base de l'assemblage

b.c.: base de la cellule

p.i.: plateau inférieur du bâti de pression



Légende figure A.III.2:



b.I.: băti Instron (force)

t.m.: traverse mobile

c.f.: capteur de force

p.f.: piston de force

b.p.: bâti de pression

c.d.: capteur de déplacement (L.V.D.T.)

t.r.: tiges de rappel du capteur de déplacement

v.: vérin de pression

c.p.: capteur de pression d'huile

p.c.: piston de pression de confinement

cell.: cellule dans sa chemise de refroidissement

b.c.: base de la cellule

c.h.: canalisation d'huile

c.e.: canalisation d'eau

t.c.: barrette de connection des thermocouples sur les cables de compensation

c.c.: cables de compensation

I: amenée du courant

Figure A.III.2:



machine de déformation sous pression de confinement solide.



de pression provoquées par le retour de l'huile dans la pompe, le clapet anti-retour n'étant pas suffisament étanche).

- soit d'ouvrir le circuit vers le réservoir d'huile (on provoque ainsi la remontée du piston et la chute instantanée de la pression).

Une microvanne supplémentaire montée en parallèle sur le circuit principal permet de provoquer une très faible fuite d'huile vers le réservoir. La chute de pression dans le circuit peut alors être ramenée à des valeurs correspondant à une diminution de la pression de confinement très lente et régulière de quelques bars par seconde.

- Mesure de pression

La pression d'huile est mesurée par un capteur à pont de jauges (Schaewitz) dont le signal est interprété par un conditionneur (Newport). Ce conditionneur affiche la valeur de la pression dans le circuit hydraulique multipliée par le rapport de la surface des pistons:

Seffective du verin Paffichee = Phuile X ----- = 31,5Phuile Spiston de confinement

Cet affichage donne donc la valeur théorique de la pression de confinement. Cette valeur est cependant supérieure à la pression réellement exercée sur l'échantillon ainsi que nous l'exposerons ultérieurement. A.III.2.2- Système de déformation uniaxiale

Cette déformation est réalisée grâce à un piston qui traverse les pistons du système de pressurisation et vient s'appliquer directement sur l'échantillon. On exerce une force F sur ce piston au moyen d'une machine d'essais mécaniques Instron à vis, (le bâti de pression étant placé sous sa traverse mobile). Il faut d'abord exercer sur le piston une force  $\emptyset$  équilibrant la pression de confinement et c'est seulement la force F-Ø qui produit la déformation plastique. Ce principe se trouve compliqué par l'intervention des forces de frottement auxquelles est soumis ce piston.

La machine Instron permet d'exercer une force maximale F de 10000 kgf et d'imposer des vitesses de déformation très lentes (jusqu'à un minimum de 1  $\mu$ m/min).

La cellule de force est placée sous la traverse mobile et la force est transmise par un piston d'acier  $\emptyset$ =50mm traversant le bâti de la machine de Griggs, le vérin hydraulique et le piston produisant la pression de confinement. A ce niveau, une sévère réduction de section est nécessaire ce qui entraine un changement de matériau; la force est donc transmise à l'échantillon par un piston (Ø=6mm) en carbure de tungstène puis par un piston d'alumine de même diamètre dans la partie chaude de l'assemblage.

- Mesure de la déformation

La déformation de l'échantillon est associée à la descente de la traverse mobile de l'Instron. On ne peut cependant utiliser l'enregistrement du déplacement de cette traverse pour décrire directement la déformation de l'échantillon. En effet le bâti de l'Instron, la cellule de force et l'ensemble des pistons subissent une déformation élastique qu'il est nécessaire de
soustraire du déplacement de la traverse mobile pour mesurer la déformation réelle de l'échantillon.

Afin d'éliminer la déformation du bâti et de la cellule de force, on utilise un capteur de type LVDT qui mesure la variation de longueur entre le haut du piston de force et. le plateau inférieur du bâti de pression sur lequel s'appuie la. base de la cellule. En toute rigueur on mesure donc la déformation de l'échantillon à laquelle s'ajoute la déformation élastique des pistons. La raideur de l'ensemble des pistons mesurée lors d'essais "à vide" (l'échantillon et les deux pistons d'alumine sont alors remplacés par un unique piston d'alumine), est estimée à 25  $\mu$ m pour 1000 kgf. (Précisons que cette valeur a été établie pour une pression de confinement sur le piston d'alumine entre 6,5 et 9,5 kbar -ce qui correspond à force axiale d'équilibrage de 1800 à 2700 kgf- une une température de 650 à 850°C et une force axiale supplémentaire variant entre 0 et 3500 kfg). La rigidité de la machine est donc telle que la déformation élastique à soustraire est de 1µm pour 0,14 kbar de contrainte déviatorique sur un échantillon de 6mm de diamètre (ou de 7,07  $\mu$ m pour 1 kbar de contrainte déviatorique).

A.III.2.3- Cellule

Les systèmes de pressurisation et de déformation agissent sur l'échantillon par l'intermédiaire d'un ensemble de gaines et de pistons constituant l'assemblage.

Celui-ci est placé dans la cellule annulaire de confinement. Cette cellule réalisée en acier "maraging" (Marval 18)(Aubert et Duval) à haute limite élastique est constitué d'une âme précontrainte par frettage dans une ceinture. Elle est calculée de manière à pouvoir résister aux contraintes correspondant à une pression de confinement théorique maximale de 20 kbar (2GPA). La cellule et l'assemblage reposent sur une base en acier traité posée sur le plateau inférieur du bâti de pression.

Notons que la cellule est revêtue d'une chemise de refroidissement en laiton. La circulation d'eau dans cette chemise permet de dissiper la chaleur transmise à la cellule au cours de l'essai.

A.III.2.4- Assemblage (figure AIII3)

Il est essentiellement constitué de 2 gaines cylindriques coaxiales. Placé entre ces deux gaines, le four entoure donc entièrement la gaine intérieure. L'échantillon prolongé de deux pistons d'alumine est placé au centre.

La gaine extérieure est formée de deux parties afin de permettre l'introduction des thermocouples.

- La partie inférieure est réalisée en pyrophyllite recuite à haute température (>900°C). Cette pièce ne participe pas à la transmission de la pression de confinement. Son rôle est de maintenir en place les thermocouples qui la traversent. Elle englobe la base de carbure de tungstène sur laquelle s'appuie le piston d'alumine inférieur.

- La partie supérieure de la gaine extérieure ainsi que la gaine intérieure sont réalisées dans le matériau choisi comme milieu de confinement (soft fired pyrophyllite, talc, chlorure de sodium).

Une rondelle de plomb sépare le piston de pression de confinement de la partie supérieure de ces gaines. Cette rondelle permet d'homogéneiser la pression exercée par le piston sur la surface supérieure de l'assemblage. Deux bagues coniques s'adaptent sur le piston de confinement de manière à éviter l'extrusion du plomb. Notons pour terminer la présence de trois rondelles de cuivre destinées à assurer les contacts électriques du four.

- Matériaux utilisés comme milieu de confinement

Divers matériaux peuvent être utilisés comme milieu de confinement solide dans les machines de déformation de type Griggs. Les trois matériaux les plus cités sont la pyrophyllite, le talc et le sel.

\* Pyrophylitte

Notre choix s'est d'abord porté sur la pyrophyllite. Ce matériau est en effet censé transmettre correctement la pression. Il est utilisable jusqu'à des températures supérieures à 1300°C. De plus c'est un très bon isolant électrique. Enfin la matière brute est facilement disponible.

La pyrophyllite est une céramique naturelle usinable commercialisée en France sous le nom de Stumatite (Société Stumat, St Uze, Drome). Cette matière brute doit être recuite à température modérée 550°C-650°C) pendant au moins une heure afin d'obtenir une matière plus stable appelée par les anglo-saxons "soft-fired pyrophyllite". Celle-ci a perdu la majeure partie de son eau et le milieu de confinement peut être considéré comme sec. En effet, le rôle de l'eau dans la déformation des pyroxènes est mal connu et nous avons cherché à éliminer ce paramètre mal contrôlable. (Une faible quantité d'eau est cependant produite pendant l'essai à haute température par la dégradation progressive de la pyrophyllite suivant les réactions: pyrophyllite + 3 corundum  $\rightarrow$  4Al<sub>a</sub>SiO<sub>m</sub>+4H<sub>a</sub>O

pyrophyllite ---> Al<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub>+3SiO<sub>2</sub>+H<sub>2</sub>O

Le recuit 650°C provoque une dilatation des pièces en pyrophyllite de 1 à 2% : Il faut donc retoucher les pièces au



Thermocouples

tour, ce qui peut être une opération délicate. En effet une fois recuite la matière est beaucoup plus difficile à usiner avec précision. Un recuit à 900°C ne provoque pas de dilatation supplémentaire mais il devient alors impossible d'usiner cette pyrophyllite avec les outils d'atelier classiques. Le matériau ainsi recuit perd d'ailleurs beaucoup de son aptitude à transmettre la pression.

Il faut noter que la pyrophyllite (au moins la Stumatite) peut présenter des hétérogénéités importantes qui ne se révèlent qu'après recuit par des discontinuités de dilatation soulignées par de fortes différences locales de grain et de couleur (la pyrophyllite crue est gris foncé et s'éclaircit lors du recuit à 650°C pour devenir blanche après recuit à 900°C et enfin de plus en plus rose lorsque l'on élève la température du recuit au dessus de 1000°C.

Nous avons donc réalisé les pièces en pyrophyllite en plusieurs étapes:

usinage des pièces en pyrophyllite brute suivant des cotes
d'ébauches évaluées pour une dilatation de 1,5%

- recuit vers 650°C

- rectification des pièces recuites.

- recuit à 900°C (ou plus) pour les pièces de base de l'assemblage qui ne sont pas destinées à transmettre la pression de confinement mais qui nécessitent d'être réalisées dans un matériau résistant sous forte contrainte, peu déformable et isolant électrique.

Notons que des temps de recuit de une heure sont suffisants, des temps supérieurs ne nous ayant pas semblé avoir une grande influence sur la qualité des pièces obtenues. L'utilisation de la "soft-fired" pyrophyllite comme milieu de confinement a entrainé un certain nombre de problèmes que nous exposerons ultérieurement. Nous avons alors trouvé le moyen de nous approvisionner en talc.

Le talc est un matériau qui a couramment été utilisé comme milieu de confinement dans ce type de machines. C'est un transmetteur de pression meilleur la pyrophyllite. que Cependant son utilisation à des températures supérieures à 800°C est délicate car il se transforme graduellement en eau + enstatite + cristobalite. Cette évolution débute vers 700°C à pression ambiante . A température relativement basse le talc évacue une assez grande quantité d'eau contenue dans le matériau de départ soit en inclusions soit dans de nombreuses fissures. Le talc peut alors être considéré comme un milieu humide ce qui peut avoir une influence sur le comportement plastique des échantillons à déformer.

Nous nous sommes approvisionnés en blocs de talc provenant des carrières de Luzenac (Ariège). Le carottage de ces blocs à l'aide d'un foret diamanté lubrifié par jet d'eau permet d'obtenir des cylindres. Les pièces aux cotes exactes sont ensuite réalisées par tournage. L'ensemble de ces opérations est relativement aisé, pourvu que l'on évite les fissures et les veines de minéraux étrangers lors du carottage. On obtient alors des pièces relativement homogènes, plus ou moins translucides suivant leur état de fissuration. Le talc étant un très bon lubrifiant, les mises en place du four entre les deux gaines de talc et de l'ensemble dans la cellule sont grandement facilitées.

#### \* NaCl

Le chlorure de sodium est un matériau réputé comme permettant d'obtenir un milieu transmetteur de pression de qualité supérieure à la pyrophylitte et au talc, l'on në tant que dépasse pas sa température de fusion (jusqu'à 1080°C å 1.5 GPa). (A plus haute température, d'autres sels tels que NaF. CaCl ou CaF<sub>z</sub> peuvent être utilisés (Mirwald et al (1975)). Le choix d'un assemblage entièrement en sel semble rarement avoir été adopté, peut-être afin d'éviter la corrosion de la cellule provoquée par un contact direct avec une gaine extérieure en NaCl. La fabrication de pièces en sel se fait habituellement par compactage sous pression de NaCl en poudre placé dans une cellule dont les dimensions sont calculées de façon à obtenir directement une gaine aux côtes désirées.

Nous avons pour notre part essayé d'usiner ces pièces à partir de gros blocs de sel fabriqués industriellement (et destinés à l'alimentation en étable des bovins et ovins !). En dehors des problèmes provoqués par la forte corrosion des outils utilisés pour l'usinage, cette méthode s'est avérée inutilisable, les blocs de départ étant trop poreux. En effet pour permettre une transmission correcte de la pression de confinement, le sel doit être préablement compacté à une pression supérieure È 1 a de confinement à laquelle pression les pièces vont être soumises. Dans le cas contraire, sous l'effet de la pression de confinement, le sel subit une accentuation du compactage et ne transmet donc pas intégralement la pression.

Un montage destiné à la fabrication des gaines en sels sous une pression supérieure à 10 kbar est en cours de réalisation au laboratoire. - Lubrification

La gaine extérieure en pyrophyllite est revêtue d'une feuille de graphite (Papyex, Carbone Lorraine) qui permet de parfaire l'ajustement de l'assemblage dans la cellule lors de sa mise en place et de faciliter son extraction après l'essai.

Cette feuille a été supprimée pour les pièces en talc qui sont avec des cotes suffisamment précises. réalisées La lubrification naturelle reste convenable même aprés le chauffage auquel elles sont soumises pendant l'essai et l'extraction de l'assemblage hors de la cellule de confinement, se fait sans problème particulier en exerçant une pression relativement faible (200 à 300 bars pour un assemblage ayant subi une pression de 8 kbar au cours de l'essai).

## A.III.2.5- Four

L'élément chauffant est un cylindre de graphite coaxial avec l'échantillon. Il est placé entre les gaines extérieure et intérieure constituant le milieu de confinement.

La plupart des expérimentateurs travaillant sur ce type de machine utilisent des cylindres de graphite réalisés par usinage au tour à partir d'un bloc de graphite. Nous avons pour notre part utilisé une feuille de graphite souple "papyex" de 0,2 mm d'épaisseur qui entoure exactement la gaine de confinement intérieure. Ce système choisi pour la simplicité de sa réalisation et que nous avions d'abord considéré comme provisoire s'est avéré très satisfaisant. En effet ce type de four permet un chauffage efficace pendant environ 10 heures vers 800°C; sa dégradation se produisant -ainsi que dans un four usiné d'ailleurs- par diffusion du carbone dans l'ensemble de la gaine intérieure et dans la gaine extérieure sur une distance pouvant atteindre 5mm suivant le durée du fonctionnement et le milieu de confinement (pyrophylitte ou talc).

La souplesse du papyex permet de réaliser relativement facilement un assemblage exempt de jeu ce qui est un avantage lors de mise en pression de l'ensemble. Le papyex n'est pas du tout fragile et il résiste parfaitement aux contraintes mécaniques auxquelles il est soumis lors du montage ainsi que lors de la mise en pression au cours de laquelle des déplacements des gaines ou même la fissuration de celles-ci peuvent se produire.

La résistance de ce four diminue à mesure que la température s'élève (le carbone est un matériau dont la résistivité diminue lorsque sa température s'élève). Notons qu'une évaluation de cette résistance a été obtenue indirectement par mesure du courant et de la tension sur le primaire du transformateur et de la tension sur le secondaire. Les valeurs correspondantes varient entre  $3.10^{-2}$  et  $3.5.10^{-2}$  Ohms vers  $800^{\circ}$ C.

\* Circuit électrique

Les liaisons du four avec l'extérieur de la cellule sont assurées par un jeu de rondelles de cuivre qui assurent le contact entre le papyex et les éléments de l'assemblage permettant le passage du courant électrique.

L'une des phases de l'alimentation électrique est branchée sur le bâti de pression (qui est d'ailleurs en contact électrique avec l'ensemble du montage: machine Instron, vérin, pistons de force et de pression de confinement, cellule, chemise de refroidissement). Elle rejoint l'extrémité supérieure du four par l'intermédiaire du piston de confinement et la bague de plomb. L'autre phase est branchée sur la base de la cellule et rejoint l'extrémité inférieure du four par l'intermédiaire du plot de base en carbure de tungstène. La base de la cellule est isolée électriquement du bâti de pression par un disque d'alumine, de la chemise de refroidissement par une bague en matière plastique (Locoflex) et de la cellule par un disque de mica percé de manière à laisser le passage au plot de carbure de tungstène et aux thermocouples.

A.III.2.6- Thermocouples (figure AIII4)

Le couple Platine/Platine, 10% Rhodium a été choisi pour sa sensibilité dans la gamme de température 0°-1700°C. La relative facilité de réalisation de ces thermocouples est un avantage important puisque ces thermocouples ne peuvent être récupérés après l'essai.

Le thermocouple est protégé par une gaine d'alumine ("capillaires") découpée avec précision afin d'éviter tout contact accidentel entre les deux fils du thermocouple ou entre ceux-ci et la base métallique qui fait partie du circuit d'alimentation électrique du four.

La soudure du thermocouple (réalisée à l'aide d'un micro-chalumeau oxygène-butane) est elle-même intégrée dans une fente de la gaine que l'on rebouche avec du ciment céramique afin de l'isoler du four, du carbone qui pourrait diffuser dans la gaine intérieure et de la gaine de cuivre de l'échantillon.

Ces thermocouples sont très fragiles et il nous a semblé préférable de placer deux thermocouples dans des positions symétriques par rapport à l'échantillon. Un thermocouple est relié au régulateur et peut en cas de défectuosité être immédiatement remplacé par le thermocouple "de secours". Ce dernier est habituellement branché sur un enregistreur ce qui Figure A.III.4:

gaine "capillaire" en alumine de gainage des thermocouples: découpe en deux pièces.



permet de comparer en permanence les mesures des deux thermocouples.

Les thermocouples traversent le four et la gaine intérieure. les mesures de T sont donc effectuées au voisinnage immédiat de l'échantillon. La horizontale partie des gaines des thermocouples est ajustée dans une gorge taillée dans la base en pyrophyllite, ce qui renforce leur tenue mécanique. Les traversent gaines ensuite verticalement la base en pyrophyllite, le disque de mica et la base d'appui de la cellule d'où les fils de thermocouples sortent latéralement protégés dans des gaines en polyéthylène ou en téflon.

Les thermocouples sont reliés au régulateur et à l'enregistreur par des cables "compensés" cuivre -cupronickel. La connection des fils de platine rhodié 10% et platine avec respectivemnt les fils de cuivre et cupronickel est assurée par des barettes de liaison réalisées dans des métaux analogues afin d'éviter les couples parasites que pourraient créer l'intervention die métaux étrangers, (le principe de la compensation réside dans l'annulation réciproque des couples platine rhodié-cuivre et platine-cupronickel qui produisent des f.e.m égales). Les cables de compensation sont équipés de connecteurs (également "compensés") permettant l'échange rapide des thermocouples en cas de défaut du thermocouple de régulation. La compensation de soudure froide est assurée électroniquement à l'entrée du régulateur.

A.III.2. 7-Système d'alimentation électrique du four et de régulation en température

\* Régulateur et bloc thyristor

Le choix d'un système d'alimentation régulé du four adapté à notre montage a présenté un certain nombre de difficultés provoquées par la faible inertie thermique de notre four et la faible résistance du résistor.

Plusieurs essais ont été effectués avec divers matériels existants au laboratoire ou spécialement réalisés dans le cadre de la mise au point de cette machine: régulation par contacteur statique en courant continu, régulation au primaire d'un transformateur de puissance par train d'onde rapide. Nous avons également travaillé en régulant la température "à la main" à l'aide d'un autotransformateur variable au primaire d'un transformateur de puissance. Ces dernières expériences nous ont permis d'établir les paramètres nécessaires au choix définitif du système de régulation.

Le système utilisé consiste en une régulation proportionnelle, dérivée et intégrale (PID) commandée par la mesure fournie par le thermocouple et pilotant par signal analogique un bloc thyristor de modulation en angle de phase de la tension d'alimentation (matériel Eurotherm). Cette tension modulée d'amplitude 220V entre au primaire d'un transformateur de rapport 22 qui permet d'obtenir au secondaire une tension modulée d'amplitude 10 V.

L'intensité efficace traversant le résistor peut alors atteindre jusqu'à 400 A (intensité limite admissible par le transformateur) ce qui est très largement suffisant pour produire la puissance nécessaire à l'obtention des températures d'essai (jusqu'à 1300-C). La mesure des tensions et intensités efficaces nous a permis de vérifier que la température dans le four est approximativement proportionnelle à I<sup>4</sup>, I étant l'intensité traversant le thyristor.

\* Accessoires de sécurité

- Nous avons intercalé un autotransformateur variable entre le bloc thyristor et le transformateur. Son réglage en fonction des mesures de la température obtenues lors des essais de régulation "à la main" permet de limiter l'amplitude de la tension et ainsi la tension efficace maximale à l'entrée du transformateur.

En effet, les paramètres PID du régulateur sont établis de manière à obtenir une régulation au degré près autour de la température du point de consigne mais l'indication par le thermocouple d'une température largement inférieure à la consigne provoque de la part du régulateur une demande de "puissance" maximale. En l'absence d' autotransformateur, le bloc thyristor alimente alors le transformateur avec une tension efficace de 220 V (il n'y a alors pas de limitation dans l'angle de phase). La très faible inertie thermique du montage permet une réponse immédiate en température et celle-ci peut immédiatement et très largement dépasser la consigne (overshoot) sans que le régulateur ait pu réagir. rðle Le de l'autotransformateur variable est de limiter la tension maximale à l'entrée du transformateur à une valeur légèrement supérieure à la tension efficace nécessaire pour atteindre la température désirée. la régulation travaille alors autour de la température de consigne en modulant dans une gamme de 90 à 95% de la tension maximale (220 V).

Ce système permet d'éviter les surchauffes trop importantes consécutives à une mauvaise information donnée par le thermocouple à la suite d'une éventuelle détérioration, (court circuit entre le fils du thermocouple, rupture, contact électrique avec le four ou avec une phase d'alimentation).

- Remarquons que le régulateur est dans une certaine mesure capable de détecter une telle erreur de mesure (mesure absente ou en dehors de limites préalablement établies) et d'imposer automatiquement une tension efficace fixe programmée préalablement. Cependant la conformation de l'appareil (entre autre la dépendance entre les paramètres PID et les limites d'acceptabilité de mesure de thermocouple) ainsi que la. temporisation accordée lors de la détection d'une mesure de température inacceptable rendent ce système inefficace avec un montage d'aussi faible inertie thermique.

Dans le cas où la mesure de température devient impossible (destruction des deux thermocouples) nous gardons la possibilité d'imposer manuellement la tension efficace délivrée par le bloc thyristor (ou par l'autotransformateur variable), ce qui permet à l'aide d'un étalonnage préalable de maintenir la température dans les valeurs proches de la consigne.

- L'évaluation de la température en fonction de puissance la par le système d'alimentation délivrée électrique reste cependant très approximative. La faible inertie thermique du four provoque une assez grande sensibilité de la température aux variations du débit de l'eau dans la chemise de refroidissement de la cellule ou même aux variations de la température ambiante. A titre indicatif, on peut noter qu'une puissance de .1000 Watts permet de maintenir l'échantillon aux alentours de 800°C.

- Limitation du courant

Le bloc thyristor est équipé d'un dispositif réglable de limitation de l'amplitude de l'intensité le traversant. La valeur de l'intensité maximale admissible est réglée à un

niveau légèrement supérieur à l'intensité réclamée par le résistor à la tension imposée par le régulateur pour maintenir la température de consigne. Ce système permet d'éviter les risques qu'entrainerait une surintensité provoquée par un éventuel court-circuit entre les deux phases d'alimentation du résistor. Ce type d'incident se traduit évidemment par une chute de température détectée par les thermocouples. Il est cependant prudent de mesurer en permanence la tension et l'intensité dans l'un des niveaux du circuit d'alimentation électrique.

- Notons pour teminer que la modulation d'angle de phase est le principe le mieux adapté à la régulation d'un système de faible inertie thermique mais produit cependant un fort parasitage électromagnétique. Il a donc été nécessaire de blinder tous les cables transportant les signaux analogiques de mesure ou de commande.

Nous avons également été amenés à intercaler des disques de mica entre les têtes des capteurs de force et de déplacement et leurs surfaces d'appui de manière à éviter le "bouclage" du courant par l'intermédiaire de ces appareils ce qui provoquait le parasitage des signaux de mesure qu'ils émettent et même leur destruction par échauffement.

Les mesures des valeurs efficaces des tensions et des intensités modulées en angle de phase nécessitent des voltmètres et des ampèremètres adaptés à la mesure de signaux non sinusoïdaux (système RMS: mesure efficace vraie).

A.III.2.8- Echantillon

L'assemblage est prévu pour la déformation d'échantillons cylindriques de diamètre 6mm. Nous ne disposons cependant pas d'un matériel de carottage performant permettant d'extraire des éprouvettes cylindriques de nos cristaux. Nous avons donc choisi de découper des éprouvettes de forme parallépipédiques de section 4x4 mm<sup>2</sup>. Leur adaptation dans l'assemblage est assurée par l'intermédiaire d'une gaine de cuivre. Cette gaine est réalisée par électrodéposition sur une matrice de section 4x4 mm<sup>2</sup> en dural qui est ensuite éliminée par attaque à la soude. La pièce de cuivre percée d'un trou de section carrée est ensuite tournée au diamètre de 6mm.

Ce procédé permet d'utiliser des éprouvettes extraites d'échantillons trop petits pour être carottés et d'économiser les échantillons rares. la gaine de cuivre présente également l'avantage d'améliorer l'homogénéisation de la température de l'échantillon.

Le cuivre est utilisable jusqu'à sa température de fusion (1083°C à 0,1 MPa). Pour des essais à température plus élevée, il est nécessaire de réaliser des gaines en fer.

## A.III.3- REMARQUES GENERALES SUR LES ESSAIS DE DEFORMATION SOUS PRESSION DE CONFINEMENT

#### A.III.3.1- INTRODUCTION

La réussite d'un essai de déformation sous pression de confinement solide réside en fait dans le déroulement correct de la montée en pression de confinement et en température.

Tout au long de cette étape, il est impossible de maintenir l'échantillon sous un régime de contrainte parfaitement hydrostatique, cependant l'écart à un tel régime doit rester aussi petit que possible afin d'éviter de provoquer des déformations accidentelles (dans des conditions thermomécaniques ( $P_{e}$ , T, É,  $\sigma$  inconnues) ou même la fracturation de l'échantillon, ce qui parasiterait et rendrait caduques les résultats de l'essai de déformation ultérieur.

Cette étape s'est révélée particulièrement difficile dans nos essais sur les orthopyroxènes. La nature même de nos échantillons a sans doute accentué la mise en évidence des imperfections de notre montage et des processus expérimentaux généralement adoptés dans ce type d'essai.

Nous présenterons ici les considérations que nous avons déduites des observations effectuées pendant le déroulement de nos essais de mise en pression de confinement. Il s'agit d'une description des phénomènes qui interviennent pendant l'élévation de la pression dans l'assemblage et qui perturbent le bon déroulement de cette étape. Notre exposé reste très qualitatif et nous nous bornons à l'explication des mécanismes qui influencent le régime de contrainte auquel est soumis l'échantillon. La compréhension de ces mécanismes est nécessaire lorsque l'on cherche à améliorer la technique de déformation sous pression de confinement en milieu solide de manière à pouvoir l'appliquer à des échantillons qui supportent mal les écarts à un régime de contrainte hydrostatique pendant la mise en pression.

A.III.3.2- Processus expérimentaux

L'élévation de la pression de confinement sur l'échantillon peut être produite soit par la seule action du vérin sur le piston de confinement (ce que nous appellerons le processus "classique"), soit par l'action simultanée du vérin sur le piston de confinement et de la machine Instron sur le piston de force.

a- Processus "classique" de mise en pression de confinement

Dans son montage original, Griggs intercalait un disque de plomb de 1 à 2 mm d'épaisseur entre le piston d'alumine et le piston de carbure de tungstène. Une faible force appliquée sur le piston de carbure de tungstène assurait le contact entre les différents éléments de la chaîne de mesure.

La descente du vérin sur le piston annulaire de pression de confinement provoque la compression de la rondelle de plomb et du milieu de confinement.

Dès que la pression dans le plomb atteint environ 400 bar, celui-ci flue et transmet cette pression à la chaîne de déformation par l'intermédiaire du disque de plomb. Cette pression se traduit alors sur le piston de carbure de tungstène par une force qui tend à le faire remonter. Cette force est transmise à la cellule de force ce qui permet de contrôler la réaction du plomb (le déplacement correspondant à cette force la cellule est également détecté sur le capteur sur de déplacement).

La pression dans le plomb est également intégralement transmise axialement à l'échantillon par l'intermédiaire du piston d'alumine. Cependant cette même pression n'est pas intégralement transmise, latéralement à l'échantillon par le milieu de confinement.

Nous sommes donc dans une situation où la pression latérale sur l'échantillon est plus faible que la pression exercée axialement, la différence entre ces deux pressions se traduisant par une contrainte déviatorique de compression.

Cette méthode de mise en pression de confinement ne peut donc pas s'appliquer aux échantillons qui ne peuvent résister à cette contrainte déviatorique.

b- Mise en pression de confinement avec contrôle de la contrainte axiale

Nous avons alors tenté de contrôler la pression transmise par le piston d'alumine en supprimant le disque de plomb intercalé entre le piston de carbure de tungstène et le piston d'alumine. Ces deux pistons sont alors directement en contact. La force exercée sur la tête du piston d'alumine n'est plus imposée par la pression dans le plomb mais par la machine Instron.

L'augmentation progressive de la pression dans l'assemblage à l'aide du vérin doit alors s'accompagner de l'augmentation de la force exercée par l'Instron sur le piston d'alumine de manière à équilibrer la pression sur l'échantillon.

Cette force doit théoriquement correspondre à une pression sur le piston d'alumine, inférieure à la pression dans le plomb, (pression affichée) de façon à équilibrer la pression réellement transmise à l'échantillon par le milieu de confinement. Ce processus expérimental réclame donc un étalonnage de la pression réellement transmise à l'échantillon mais jusqu'ici semble mieux adapté que la méthode de mise en pression de confinement "classique", pour des échantillons ne pouvant supporter qu'un très faible déviateur à la pression hydrostatique.

L'étape de cette mise en pression de confinement est en fait rendue délicate par l'intervention de la friction entre le milieu de confinement et le piston de déformation axiale.

A.III.3. 3- Effet des frictions et du compactage de l'assemblage pendant la montée en pression

L'accroissement de la pression dans le milieu de confinement provoque l'augmentation des frictions entre la chaîne de déformation axiale et le milieu de confinement. Ces frictions se traduisent par l'apparition d'une force de frottement sur le piston de force qui modifie la force axiale à laquelle est soumis l'échantillon pendant une montée en pression suivant l'un ou l'autre des deux principes présentés précédemment. Ces frictions joueront donc un grand rôle sur l'amplitude de la contrainte déviatorique à laquelle sera soumis l'échantillon pendant la montée en pression de confinement.

Cette description du "fonctionnement" des frictions et de leur influence sur l'échantillon reste très qualitative. En effet la complexité des déplacements ne permet pas de quantifier les principes que nous présentons.

Au cours de cet exposé, nous présentons d'abord l'effet de la friction et du compactage de l'assemblage sur le piston d'alumine puis l'effet de la friction et de la descente de la bague de plomb sur le piston de carbure de tungstène.  a-Friction entre le piston d'alumine et la gaine intérieure de l'assemblage

L'intensité de la force de frottement exercée par la gaine intérieure du milieu de confinement sur le piston d'alumine croit avec la pression exercée par le milieu de confinement sur le piston (c'est à dire avec la pression de confinement). Elle est également fonction du coefficient de frottement entre l'alumine et le matériau de confinement ce que nous traduisons qualitativement en précisant que pour une même pression la force de frottement sur le piston dans la pyrophyllite est plus importante que dans le talc.

Le sens de la force de frottement exercée par la gaine intérieure sur le piston est systématiquement opposé au sens de la force " extérieure" qui tendrait à déplacer le piston par rapport à la gaine. On peut considérer que le frottement entre ces deux pièces est un frottement solide, c'est à dire que le déplacement relatif est nul tant que la force extérieure qui provoquerait ce déplacement est inférieure à la force de frottement. La force extérieure à laquelle est soumis le piston d'alumine est la résultante de la force exercée sur la tête du piston par la pression dans le plomb ou le piston de carbure de tungstène, suivant le processus utilisé, et la réaction de l'échantillon.

On peut analyser le rôle de la friction sur la force à laquelle est soumis l'échantillon pendant la montée en pression en considérant deux hypothèses extrêmes. Dans un premier cas, nous supposons que l'assemblage est compact et qu'il ne se contracte pas. La force exercée par l'Instron ou par le plomb tend donc à faire descendre celui-ci par rapport à l'assemblage puisque l'on cherche à maintenir l'échantillon en compression. La force de frottement est donc dirigée vers le haut (opposée à la descente du piston d'alumine). - Dans le cas où la force sur la tête du piston d'alumine est imposée par la pression dans le plomb (processus "classique"), une force de frottement importante peut avoir pour effet de limiter suffisamment la transmission de la pression par le piston d'alumine pour que l'échantillon subisse une pression axiale insuffisante pour équilibrer la pression transmise latéralement par le milieu de confinement. L'échantillon est alors soumis à un effort équivalent à une traction sous pression de confinement qui peut entrainer de la déformation cassante car l'échantillon est fragile. Une force de frottement plus importante peut limiter suffisamment la transmission par le piston d'alumine de la pression dans le plomb pour que l'échantillon se retrouve cette fois soumis à une pression latérale supérieure à sa pression axiale.

- Dans le cas où la force sur la tête du piston d'alumine est imposée par le piston de carbure de tungstène, la machine Instron devra exercer la force nécessaire pour équilibrer la pression transmise à l'échantillon par le milieu de confinement augmentée, cette fois de la force de frottement sur le piston d'alumime (notons au passage que jusqu'ici nous n'avons pas tenu compte dans ce processus de la force de frottement exercée par la bague anti-extrusion et le plomb sur le piston de carbure de tungstène, dont nous parlerons plus loin).

Vu sous cet angle, le contrôle de la force sur l'échantillon grâce à la machine Instron s'avère encore réalisable bien que réclamant (en plus de l'étalonnage de la pression transmise par le milieu de confinement) l'étalonnage de la force de frottement sur le piston d'alumine.

Le deuxième cas extrême correspond à un milieu non compact de sorte que l'élévation de la pression de confinement s'accompagne du compactage de l'assemblage qui se traduit par l'affaiszement des gaines en talc ou en pyrophyllite. L'ensemble échantillons-pistons ne devant subir qu'une

déformation élastique, le raccourcissement de cette chaîne d'éléments reste faible. La force de frottement à laquelle est soumis le piston d'alumine tend donc à entrainer celui-ci vers le bas. Cette force est alors intégralement transmise à l'échantillon.

Dans le cas où le compactage de l'assemblage se produit de façon permanente et continue, la force axiale d'équilibre sur l'échantillon est égale à la somme de la force exercée sur la tête du piston en alumine et de la force de frottement et non à leur différence comme dans le cas précédent. Maintenir l'équilibre par le contrôle de la force axiale Sur l'échantillon à l'aide de l'Instron devient alors impossible si force de frottement la dépasse la force requise pour l'équilibrage de la pression de confinement sur l'échantillon. On ne peut réussir une expérience de montée en pression hydrostatique que si le frottement est suffisamment faible pour que l'on puisse toujours maintenir un équilibre avec l'Instron.

Il s'agit maintenant de compléter le bilan des forces exercées sur l'échantillon en analysant les forces de frottement appliquées sur le piston de carbure de tungstène, par le cylindre de plomb.

b- Friction entre le piston de carbure de tungstène et le plomb

Le piston de carbure de tungstène est soumis à une force de frottement au niveau de son contact avec le plomb et la bague anti-extrusion. On peut évaluer approximativement cette force à partir des mesures données par la cellule de force. On constate qu'elle est d'autant plus élevée que le mouvement relatif des deux pistons est rapide et que l'équilibre s'établit après relaxation d'une partie visqueuse de cette force. La force de frottement solide résiduelle évaluée en inversant le sens de déplacement relatif des deux pistons ne dépasse jamais 100kgf et varie peu avec la pression. Elle diffère d'un essai à

l'autre suivant l'état de surface du piston en carbure de tungstène et l'ajustement entre ce piston et la bague antiextrusion. L'utilisation d'un piston carbure de de tungstène fritté directement au diamètre de (et non 6mm pas rectifié à la meule diamant, ce qui produit un état de surface moins lisse) et d'une bague parfaitement ajustée et enduite de graisse au sulfure de molybdène  $MoS_{z}$  (Molylkote G) permet d'abaisser cette force de frottement solide à moins de 25 kg à 8kbars à température ambiante. Une température élevée dans l'assemblage provoque l'affaiblissement de la partie visqueuse de la force.

Cette force de frottement doit être prise en compte dans la somme des forces que l'on doit exercer à l'aide de l'Instron lorsque l'on tente d'équilibrer la force axiale sur l'échantillon à l'aide de l'Instron. Il faut alors se referrer aux mouvements relatifs des pistons de force et confinement pour déterminer le sens de cette force de frottement.

La bague de plomb subit l'effet de compactage du milieu de confinement donc la force de frottement sur le piston de force est dirigée vers le bas. La force que l'on doit exercer avec l'Instron doit être diminuée d'autant pendant la montée en pression.

Cette force de frottement sur le piston de carbure de tungstène apparait vers 500 bar de pression de confinement. Cette force de frottement peut s'avérer supérieure aux 100kgf précédemment cités, en particulier si la montée en pression s'effectue à température ambiante.

A.III.3.4- Mise en température

L'élévation de la température dans l'assemblage provoque divers phénomènes qui affectent à la fois la chaîne de déformation axiale et le milieu de confinement. L'élévation de la température peut être produite soit avant que l'on débute la mise en pression, soit alors que l'échantillon est déjà soumis à une pression de confinement. Ces deux procédés présentent des inconvénients et des avantages que nous exposons ici.

Dans le cas où l'on augmente la température alors que l'échantillon est soumis à la pression de confinement, on remarque que:

- la dilatation de l'échantillon et des pistons réclame la remontée du piston d'alumine qui est soumis à diverses forces s'opposant à ce déplacement.

- les forces de frottement que subit les pistons de force (carbure de tungstène et alumine) de la part du milieu de confinement (plomb et pyrophyllite) évoluent en fonction des variations des coefficients de frottement entre les divers matériaux avec la température.

- la dilatation du milieu de confinement et de l'échantillon entraine à la fois l'augmentation de la pression de confinement moyenne et une inversion du gradient de pression (Pc est maintenant plus grande au centre qu'aux bords). Cette dilatation peut entrainer de nouveaux affaissements des gaines en pyrophyllite ou en talc.

L'ensemble de ces phénomènes produits par l'élévation de la température modifie le régime de contraintes auquel est préalablement soumis l'échantillon à la suite de la mise en pression. L'évolution de ce régime de contrainte peut éventuellement aller dans le sens de l'accentuation de l'écart à la pression hydrostatique en particulier lorsque la dilatation de l'ensemble piston-échantillon est contrariée par les forces de frottement exercées sur le piston d'alumine.

Il nous semble donc préférable d'atteindre la température désirée avant de débuter la mise en pression.

Il est cependant indispensable d'appliquer une pression de quelques dizaines de bar sur l'assemblage de manière à assurer le contact électrique entre les différents éléments du circuit. En ce qui concerne la force axiale, le poids du piston d'acier suffit pour maintenir l'ensemble en place.

Dans ces conditions, l'échantillon et les pistons peuvent se dilater presque librement. On prévient l'augmentation de la pression qui résulterait de la dilatation de l'assemblage (elle atteindrait plusieurs centaines de bar à 800°C) par la diminution correspondante de la pression d'huile dans le vérin. Une fois la température désirée atteinte, la mise en pression s'effectue suivant la procédure déjà décrite.

Notons que suivant la température à laquelle il est soumis, le milieu de confinement subit des transformations physicochimiques qui peuvent entrainer une modification du comportement du matériau.

Ainsi la calibration de la pression transmise latéralement à l'échantillon en fonction de la pression d'huile dans le vérin qui est généralement effectué à température ambiante ainsi que nous le décrirons ultérieurement nécessite une correction correspondant à l'influence de la température.

En ce qui concerne la friction sur le piston de force, la rondelle de plomb se trouve suffisamment proche du four pour que l'élévation de la température provoque l'affaiblissement des forces de frottement (ou d'enfoncement) sur le piston de force dans cette zone de l'assemblage. Ceci est un avantage lorsque l'on procède à la montée en température avant la montée en pression.

En fait l'inconvénient majeur présenté par une mise en température antérieure à la mise en pression nous semble provenir de l'influence de la température sur les propriétés échantillons: généralement mécaniques des les limites élastiques des échantillons sont plus faibles à haute température qu'à température ambiante. Dans се cas on peut craindre que les déformations accidentelles que l'échantillon peut subir au cours de la montée en pression soient facilitées par l'élévation de la température.

Remarquons pour terminer que la très faible inertie thermique de notre montage permet une élévation de température très rapide. Il est cependant préférable d'augmenter peu à peu la température de consigne (éventuellement de programmer la montée en température à l'aide d'un générateur de rampe) afin d'éviter les chocs thermiques sur l'échantillon et de permettre la relaxation des forces mises en jeu à la fois sur l'échantillon et dans l'assemblage sous l'effet de la température.

## A.III.3.5- Remarque

\_\_\_\_\_

L'exposé précédant n'est évidemment qu'une description simplifiée des mécanismes mis en jeu pendant l'étape de mise en pression et en température. En réalité, il est très difficile de quantifier les divers phénomènes pouvant conduire à une non hydrostaticité.

a- Méthode générale

Dans le cas d'une mise en pression suivant le processus classique nous ne disposons d'aucun moyen d'information sur le comportement de la chaîne de déformation axiale puisque celle-ci est interrompue par le disque de plomb placé entre le piston d'alumine et le piston de carbure de tungstène. Seul l'arrêt de l'essai et l'extraction de l'assemblage hors, de la cellule avant l'étape de déformation plastique nous permet:

- d'une part de contrôler l'effet de la mise en pression et өп température sur l'échantillon en vérifiant qu'il n'est n i fracturé ni déformé plastiquement ou, dans le cas contraire en mesurant ces déformations et éventuellement en effectuant des observations microscopiques pour déterminer le mode de déformation (glissement de dislocation, maclage, transformation martensitique).

 d'autre part de déduire des informations relatives au déroulement de cette étape à partir de l'examen de l'assemblage: état de sertissage du piston d'alumine, hauteur résiduelle des gaines en talc ou pyrophyllite.

b- Contrôle de la force et du déplacement

Au fur et à mesure de la descente du vérin et de l'élévation de la pression de confinement, il n'est pas possible de contrôler sur l'échantillon et rectifier instantanément la force axiale ou de suivre la déformation à l'aide de la machine Instron. En effet la cellule de force permet de mesurer la force exercée par la machine Instron sur les éléments compris entre la traverse mobile et la traverse fixe inférieure. Cependant cette succession d'éléments ou de chaînes de déformation est soumise à des forces supplémentaires.

Il s'agit d'une part des forces de frottement sur les pistons de carbure de tungstène et d'alumine dont nous avons déjà parlé. Ces forces sont difficiles à quantifier et nous avons montré qu'il n'est même pas toujours aisé d'en déterminer le sens. On ne détecte en fait que la force exercée par l'Instron sur le piston de carbure de tungstène et il est difficile de préciser la force exercée par ce piston sur le piston d'alumine et encore plus difficile d'apprécier précisément la force sur l'échantillon (qui est bien sûr la grandeur intéressante).

D'autre part la chaîne de déformation comprend, en plus de l'échantillon et de l'ensemble des pistons axiaux, un certain nombre de pièces (plot de carbure de tungstène, base de la cellule, disques d'isolation en alumine) qui sont soumises, par l'intermédiaire de l'assemblage, à la force créée par le vérin. Au cours de la montée en pression, cette force provoque la mise en place progressive puis la déformation élastique de cette partie de la chaîne. Ceci entraine un déplacement vers le bas de l'ensemble pistons échantillon et s'accompagne de la contraction de cet ensemble (élimination des jeux, contraction élastique sous l'effet des forces de frottement. Il en résulte un déplacement global non négligeable qui varie d'un essai à l'autre entre 200 et 800  $\mu$ m pour une pression de confinement de kbar. Ce déplacement variable est sans doute du 8 à l'élimination des jeux entre les nombreux éléments de la chaîne de déformation (8 éléments). Le déplacement apparait surtout pendant les deux premiers kilobar de la mise en pression et sa dispersion est sans doute liée à la qualité de l'usinage des surfaces de contact des différents éléments).

Une augmentation de la pression, (mêmə faible, quelques dizaines de bar), provoque donc une descente de l'ensemble de la chaîne de déformation par rapport à la traverse mobile de la machine Instron et se traduit systématiquement par l'enregistrement sur les capteurs d'un déplacement et d'une baisse de la force exercée par l'Instron (si l'on ne bouge pas la traverse). Ces effets sont analogues à ceux produits par une déformation de l'échantillon (provoquée par exemple par la contrainte produite par les forces de frottement).

Ainsi lorsque l'on augmente la pression de confinement, les variations de force et de déplacement détectées par les capteurs sont difficiles à interpréter. Par exemple une baisse de la force sur l'Instron peut être interprétée: - soit comme une diminution effective de la force exercée sur l'échantillon provoquée par la contraction de la partie inférieure de la chaîne de déformation. Il faudrait alors rectifier la contrainte sur l'échantillon en augmentant la force exercée par l'Instron.

- soit comme une augmentation de la force exercée sur l'échantillon provoquée par l'action combinée des forces de frottement et du compactage de l'assemblage. Il n'y a alors pas lieu d'augmenter la force exercée par l'Instron pour la ramener à la valeur de départ.

Dans les deux cas, on enregistre un déplacement qu'on ne peut systématiquement pas interpréter comme résultant d'une déformation de l'échantillon (il faut d'ailleurs remarquer que lorsque la traverse de l'Instron reste fixe les variations des mesures de force et de déplacement sont interdépendantes vu la position relative des deux capteurs: la mesure d'une force de 100 kg correspond en fait à la mesure d'une déformation élastique de  $5\mu$ m de la cellule de mesure de force grâce à i dez jauges de déformation. En plus de cette déformation de la cellule, il faut ajouter la déformation du bâtit de 1'Instron qui est de  $0, 1\mu$ m/kg. Une diminution de force de 100kgf est alors associée à une descente de  $15 \ \mu$ m du piston de force supérieure lorsque la traverse reste fixe ).

Dès que le vérin est en mouvement, les variations de force et de déplacement sont donc en général inexploitables et n'apportent aucun renseignement concernant la force axiale et l'éventuelle déformation subie par l'échantillon.

Lorsque le vérin est immobile, les capteurs peuvent cependant nous apporter un certain nombre d'informations. Par exemple, nous avons observé (à des pressions généralement inférieures à 4 kbar) des relaxations de pression pouvant atteindre 300 bar s'accompagnant d'une relaxation de la force et du déplacement. Nous interprétons ce phénomène comme le résultat d'un affaissement de l'assemblage sous l'effet de la force constante exercée par le vérin. Le piston de force est alors entrainé par friction dans cet affaissement ce qui provoque une augmentation de la contrainte de compression sur l'échantillon alors que la lecture de force sur l'Instron diminue.

Une fois la pression de confinement et la température stabilisées, la descente de la traverse de l'Instron est la seule opération nécessaire à la poursuite de l'essai. Les informations fournies par les capteurs sont alors exploitables de façon pratiquement identique à un essai de déformation classique. (il faut bien entendu tenir compte dans le dépouillement des courbes de force, des forces de frottement sur le piston axial).

A.III.3.6- Recherche du Hit point

Dans le cas où l'étape de mise en pression a été menée suivant le processus classique, c'est à dire-avec la présence de plomb entre le piston de carbure de tungstène et le piston d'alumine, la suite de l'essai consiste à amener ces deux pistons en contact (point de contact="hit-point").

Cette nouvelle étape consiste une fois la pression et la température stabilisées à enfoncer le piston de carbure de tungstène dans le plomb par descente de la traverse de la machine Instron. On élimine ainsi peu à peu le plomb qui flue et est repoussé vers la zone latérale à la chaine de déformation jusqu'à ce qu'il soit totalement éliminé d'entre les deux pistons et que ceux-ci se retrouvent en contact.

#### a- Départ

La force mesurée par l'Instron au départ de cette étape correspond à la force F d'équilibre avec la pression dans le plomb à la friction près. La force augmente plus ou moins jusqu'à une valeur F' où elle rapidement se stabilise approximativement jusqu'au "hit point". F'-F correspond à la somme de la force de frottement qui s'oppose au mouvement du piston, et de la force nécessaire pour chasser le plomb. Cette force dépend donc de la vitesse d'enfoncement du piston. On mesure ainsi une force d'enfoncement d'environ 200 kgf à 5  $\mu$ m/mn et de plus de 800 kgf à 50  $\mu$ m/mn. En réalité F' ne reste pas parfaitement stable mais croit légèrement car à la fois la pression de confinement et la surface de friction augmentent à piston s'enfonce (notons qu'il mesure que le nous parait inopportun de tenter de maintenir la pression à sa valeur de départ, toute action sur le vérin hydraulique interagissant avec la force axiale).

### b-double friction

Au cours de cette étape nous avons la possibilité à la fois de vérifier la mesure de la pression de confinement au niveau de la bague de plomb et d'évaluer la force de frottement exercée sur le piston de carbure de tungstène en fonction de la vitesse de déplacement.

La technique consiste à enfoncer le piston à une vitesse donnée jusqu'à ce que l'on atteigne la stabilisation de la force. Ωn inverse alors le mouvement de la traverse , permettant ainsi la remontée du piston à la même vitesse que pendant sa descente. La force décroit alors jusqu'à ce qu'elle se stabilise à une valeur F" inférieure à la force F d'équilibre avec la pression dans le plomb. F-F" correspond à la force de frottement sur le piston de carbure (qui s'oppose cette fois à la remontée du piston). En admettant que l'on a par cette opération simplement. inversé le sens de la force de frottement sur le piston de

carbure de tungstène, on considère que l'écart F'-F" entre les deux paliers correspond au double de la force de frottement et la valeur moyenne F'+F"/2 à la force F d'équilibre avec la pression de confinement exercée par le piston annulaire.

Notons que si l'on arrête le déplacement de la machine Instron chacune des stabilisations après deux correspondant à l'enfoncement ou à la remontée du piston et que l'on laisse relaxer la force, il reste un écart entre les deux valeurs qui correspond au double de la partie solide de la friction sur le piston de carbure de tungstène (voir chapitre A.III.3.3).

Ce principe de "double friction" permet d'obtenir des valeurs assez précises de la force de frottement sur le piston de carbure de tungstène en fonction de sa vitesse de déplacement. En particulier la force de frottement correspondant à la vitesse de l'essai de déformation est une donnée utile (bien qu'insuffisante) pour le dépouillement des courbes. Nous évaluons la précision de la force de frottement sur le piston de carbure de tungstène à + ou - 15 kgf.

c- Recherche du hit point

"hit-point" correspond Le à l'origine de l'essai de déformation. C'est à partir du "hit-point" que l'on mesure la contrainte sur l'échantillon ainsi que sa déformation. Le "hit-point" correspond donc à des valeurs de force et de déplacement qu'il convient d'évaluer avec le plus grand soin. La recherche du "hit point" est effectuée à vitesse relativement élevée (20 à 50  $\mu$ m/mn) de façon à limiter la durée de cette étape. Il est préalablement impossible de déterminer avec précision l'épaisseur de plomb séparant les deux pistons. Une évaluation grossière permet cependant d'effectuer rapidement le début de cette étape puis de revenir à une vitesse de déplacement plus faible (10 à 20  $\mu$  m/mn) lorsque l'on pense approcher du point de contact. Notons qu'il faut

éviter de modifier fréquemment la vitesse de déplacement (vitesse traverse) alors que l'on est supposé être proche du "hit point", ce qui risquerait de "noyer" la rupture de pente de la force dans les variations de la force d'enfoncement.

Le hit point est atteint lorsque l'on détecte une rupture dans la pente de l'enregistrement de la force Instron. Conventionnellement le "hit point" correspond au point d'intersection entre les tangentes à la courbe de force avant et après la rupture de pente.

Après le hit point la force croit plus rapidement puisque le déplacement de la traverse est maintenant contrarié par le frottement sur le piston d'alumine et la résistance de l'échantillon, en plus du frottement sur le piston de carbure de tungstène et la pression de confinement.

Dès que la rupture de pente est détectée la déformation de l'échantillon commence. Il faut donc immédiatement ramener la vitesse traverse à la vitesse choisie pour l'essai de déformation (1 à 5µm/mn). On peut éventuellement revenir en arrière en relevant lentement la traverse de manière à reprendre la déformation de l'échantillon à la vitesse désirée à partir du "hit point". Quoi qu'il en soit il faut être attentif à ne pas dépasser accidentellement la limite élastique de l'échantillon à la vitesse de déplacement choisie pour la recherche du "hit point".

## d- Remarque

Au cours de nos essais nous avons été confrontés à un problème important qui résulte cette fois encore du rôle joué par les frictions dans la transmission de la contrainte axiale: le hit point peut être difficile à détecter et "passer inaperçu ". Lorsque la friction sur le piston de carbure de tungstène est importante (forte friction au niveau de la bague anti

extrusion, et du plomb) et qu'elle dépasse 500 kgf à  $10\mu$ m/mn la rupture de pente de force peut être trop faible pour être détectée. Ce type d'accident s'est produit lors d'essais sur les OPX. Il est vraisemblable que la limite élastique de l'échantillon (ou même sa limite à la rupture) est faible et ne provoque pas une rupture de pente suffisamment nette. L'essai n'a alors plus aucune valeur. Il est d'ailleurs dans ce cas fortement à craindre que l'échantillon ait subi une déformation importante pendant la mise en pression. Koch (1983) met en doute l'intérêt de poursuivre un essai lorsque le test de double friction revèle une force de frottement très importante sur le piston de carbure de tungstène.

# A.III.3.7- Essai de déformation

L'essai de déformation réel débute une fois le hit point atteint et la vitesse de déplacement de la traverse réglée sur la vitesse désirée. Dès le "hit point", l'Instron exerce une force de compression sur une chaîne de déformation ininterrompue comme dans un essai de déformation classique. L'interprétation des courbes enregistrées après le hit point peut donner lieu à un certain nombre de réserves.

Si l'on prend comme nouvelle origine de contrainte pour l'essai de déformation, la force mesurée par l'Instron au "hit point" (correspondant à la somme de la contrainte d'équilibre avec la pression de confinement et de la friction sur le piston de carbure de tungstène) et que l'on suppose que la friction sur le piston d'alumine est nulle, la suite de l'essai doit révéler la courbe de déformation de l'échantillon sous pression de confinement à partir de l'enregistrement de la force et du. déplacement. L'essai idéal de déformation à vitesse constante doit révéler une augmentation presque linéaire de la force en fonction du déplacement qui traduit alors la déformation élastique de l'échantillon puis, la limite élastique une fois
atteinte, une stabilisation plus ou moins marquée qui reflète la déformation plastique de l'échantillon accompagnée d'un éventuel durcissement (consolidation).

Si maintenant on ajoute dans cette description "idéale" une force de frottement "parfaitement solide" sur le piston d'alumine (friction avec la gaine intérieure du milieu de confinement), cela se traduit par une élévation très rapide de la force mesurée par l'Instron nécessaire pour vaincre cette friction. Une fois la contrainte sur le piston d'alumine suffisante pour vaincre cette friction solide, on accède à la déformation de l'échantillon. On a alors simplement décalé l'origine (en force) de la déformation d'une valeur égale à la force de frottement solide sur le piston d'alumine.

En réalité, nous observons généralement une évolution de la force relativement éloignée du schéma idéal décrit ci-dessus. Le mécanisme de la friction ne peut être ramené à un simple "blocage", à une simple "marche" de contrainte. L'augmentation de la force nécessaire pour vaincre la friction sur le piston d'alumine se superpose en fait avec la réponse élastique de l'échantillon.

Lorsque cette friction est faible, après une période de transition correspondant à la superposition des frottements avec la réponse de l'échantillon, on retrouve, une fois la friction dépassée, la réponse élastique de l'échantillon suivie de son écoulement.

Lorsque la friction est importante la réponse de l'échantillon est totalement "noyée" dans l'augmentation de la contrainte nécessaire pour vaincre les frottements, en particulier lorsque la limite élastique est faible. On atteint éventuellement une stabilisation plus ou moins marquée de la force qui ne reflète même pas la contrainte d'écoulement du matériau étudié mais qui signifie que l'on a finalement vaincu les frottements sur le

-141-

piston d'alumine. Remarquons que dans ce cas il est fort probable que l'échantillon ait subi une déformation importante pendant la mise en pression et en température.

A.III.3.8- Retour à la pression et à la température ambiante.

Le retour à la pression et à la température ambiante est une étape tout aussi délicate que l'étape de montée en pression et en température. Qu'il s'agisse d'un véritable essai de déformation ou d'un simple test de mise en pression, cette dernière étape peut, comme lors de la mise en pression et en température provoquer la déformation accidentelle de l'échantillon ou même sa fracturation. D'une part on perd alors la possibilité de contrôler la valeur de l'essai de déformation (ou du test de mise en pression) par comparaison entre 1a déformation mesurée sur l'échantillon et le déplacement enregistré pendant l'essai. D'autre part, l'interprétation des observations en microscopie électronique de lames minces extraites de l'échantillon déformé sera faussée par la superposition des traces laissées soit par la déformation contrôlée de l'échantillon, soit par les déformations accidentelles ultérieures.

L'évolution du régime de contrainte auquel est soumis l'échantillon pendant cette étape est tout autant incontrolable que pendant l'étape inverse. Les phénomènes qui affectent alors ce régime de contrainte sont équivalents à ceux que nous avons présentés pour l'étape de montée en pression et en température.

Notons au passage, qu'une opération supplémentaire doit être effectuée avant d'entreprendre la baisse de la pression de confinement. L'essai de déformation se termine, après arrêt de la descente de la traverse de la machine Instron. La contrainte déviatorique doit d'abord être supprimée (par remontée de la traverse Instron) de manière à ramener la contrainte axiale sur l'échantillon à une valeur proche de l'équilibre avec la pression de confinement.

a- Retour à la température ambiante.

On peut considérer qu'une fois terminé l'essai de déformation, la contrainte axiale à et avant même de ramener 1a valeur d'équilibre avec la pression de confinement, il est nécessaire de baisser la température relativement rapidement (en évitant cependant les chocs thermiques) de manière à éviter une possible restauration et à "fixer" les traces laissées par la déformation. Il faut cependant remarquer que cette baisse de température entraine à la fois la contraction de l'ensemble "piston-échantillon" (et donc la diminution de la force sur la machine Instron) et la contraction de l'assemblage (et donc la diminution de la pression de confinement). Pendant la baisse rapide de la température, l'évolution d'une part de la pression transmise par le milieu de confinement et d'autre part de la force axiale, risque alors de modifier le régime de contrainte auquel est soumis l'échantillon et d'entrainer une déformation "post expérimentale".

La solution qui consiste à baisser la température après la pression présente le même genre d'inconvénients: en plus d'une éventuelle restauration sous l'effet de 1a température, l'échantillon peut subir une déformation "post-expérimentale" sous l'effet d'un déviateur à la pression hydrostatique créé accidentellement pendant la baisse de pression. Cette déformation peut également être facilitée par le fait que l'échantillon se trouve à haute température.

En réalité, la méthodologie que l'on adoptera pour cette étape dépend beaucoup des caractéristiques de l'échantillon. En fonction de l'aptitude du minéral à restaurer, de sa limite élastique ou d'autres considérations (telles que par exemple dans le cas des orthopyroxènes la limite du domaine de transformation en clinoenstatite, on choisira d'effectuer la baisse de température avant ou après la baisse de pression.

b- Retour à la pression ambiante.

La pression de confinement est abaissée très lentement par action sur la micro-vanne de décharge du circuit hydraulique. On provoque ainsi une très faible fuite dans le circuit sous pression. La baisse de pression peut ainsi être de quelques dizaines de bar par minute. Une dépressurisation très lente permet de limiter les risques de déformation ou de fracturation de l'échantillon que risquerait d'entrainer une variation rapide du régime de contrainte auquel il est préalablement soumis.

La baisse de pression de confinement doit bien entendu être coordonnée avec la diminution de la contrainte axiale créée par le piston de force. La technique usuelle consiste à baisser simultanément la pression dans le circuit hydraulique et la force exercée par l'Instron de manière à ce qu'une faible contrainte déviatorique maintienne l'échantillon sous l'effet d'une légère compression axiale. (Koch 1983, Veyssière et al. 1986). Ceci n'est pas toujours facile à réaliser. La méthode consiste à coordonner manuellement ou électroniquement les baisses de pression hydraulique et de force Instron en se fiant aux indications fournies par le capteur de pression et la cellule de force.

Remarquons cependant que cette fois encore la force mesurée par la cellule se reflète qu'approximativement la contrainte exercée par le piston d'alumine sur l'échantillon. Comme l'on mal le comportement de l'assemblage connait pendant la décompression (dilatation élastique ou contraction provoquée par la baisse de température ou parfaite stabilité dimensionnelle) on peut difficilement déterminer le sens dans lequel la force de frottement va intervenir dans le bilan des

forces exercées sur le piston d'alumine. Il en résulte une fourchette d'imprécision égale à deux fois la valeur de cette force de frottement.

Lorsque l'on entame la phase de décompression, on observe systématiquement une augmentation de la force mesurée par l'Instron. Cette augmentation de force peut devenir très importante (plusieurs centaines de kgf) si la décompression est rapide.

On peut d'ailleurs utiliser la pente de l'enregistrement de la force comme critère pour régler la vitesse de décompression car la réponse de la cellule de force est plus rapide que celle des capteurs de pression (c'est d'ailleurs la méthode utilisée par (1983)). Il s'agit alors de Koch l'effet des forces de frottement créées sur le piston de carbure de tungstène par le plomb et la bague anti-extrusion. Ce piston est ainsi entrainé dans la remontée du piston de confinement.

Cette augmentation de la force ne traduit donc pas une augmentation de la contrainte axiale sur l'échantillon mais au contraire sa diminution. Notons qu'il est bien entendu inopportun de tenter de s'opposer à l'augmentation de la force en relevant la traverse de l'Instron, ce qui aurait pour effet de diminuer excessivement la contrainte axiale exercée par le piston de force. Lorsque la décompression est très lente (quelques dizaines de bar par minute, la force se stabilise à moins de 200 kgf de sa valeur initiale (ou même peut revenir à une valeur proche de sa valeur initiale: le frottement "lâche")). la différence entre la valeur de stabilisation et la valeur initiale correspond alors à l'intensité de la force de frottement sur le piston de carbure de tungstène pour la vitesse de décompression imposée par la microvanne. Lorsque cette force est importante, il peut être nécessaire d'en tenir compte dans l'équilibre que l'on cherche à maintenir entre la pression de confinement et la force axiale.

Nous avions pour notre part imaginé de ramener l'assemblage dans la situation pré "hit point" c'est à dire de relever la traverse Instron jusqu'au moment ou le plomb puisse s'injecter entre le piston de carbure de tungstène et le piston d'alumine. Seule la décompression du circuit hydraulique est ensuite nécessaire, la contrainte axiale se trouvant alors imposée par la pression dans le plomb. Ce procédé s'est avéré inapplicable car il faut abaisser la force exercée par l'Instron bien au dessous de la valeur d'équilibre avec la pression hydrostatique avant que le contact entre les deux pistons "s'ouvre " et que le plomb puisse s'injecter. Pendant cette opération, l'échantillon risque donc de se déformer ou de casser.

## A.III.4- BILAN

Pour résumer l'exposé précédant nous dirons que nous nous heurtons à un certain nombre de phénomènes génants inhérents au principe même de ce type de machine:

- d'une part la transmission de la pression par le milieu de confinement solide est toujours imparfaite et mal connue.

- d'autre part il y a toujours une friction entre le piston de force et l'assemblage.

- enfin le compactage de l'assemblage, s'il est important est très génant et peut fausser complètement les expériences.

Nous allons donner quelques précisions concernant ces trois points en nous référant à la fois à notre expérience personnelle et à celle d'autres expérimentateurs. A.III.4.1- Transmission de la pression par le milieu de confinement.

\* approche théorique simplifiée

\_\_\_\_\_

On considère le contenu de la cellule de confinement comme un bloc cylindrique plein et homogène réalisé dans le matériau de confinement. On néglige alors le fait qu'il y a en réalité principalement deux matériaux de constantes élastiques différentes: le milieu de confinement proprement dit et, à l'intérieur, la chaîne de déformation axiale.

On décrit le comportement du cylindre en se référant aux axes principaux imposés par la géométrie du montage. Le tenseur des contraintes auxquelles est soumis le cylindre s'écrit alors:

$$\begin{pmatrix} \mathbf{P}_{\mathbf{v}} & \mathbf{O} & \mathbf{O} \\ \mathbf{O} & \mathbf{P}_{\mathbf{H}} & \mathbf{O} \\ \mathbf{O} & \mathbf{O} & \mathbf{P}_{\mathbf{H}} \end{pmatrix}$$

 $P_v$  étant la pression "verticale" exercée sur le cylindre par le piston de confinement.

 $P_H$  (pression "horizontale") correspond à la réaction de la cellule sur le cylindre.  $P_H$  est alors égale à la pression transmise latéralement à l'échantillon.

- ler cas:

Supposons d'abord que le cylindre se comporte comme un corps parfaitement élastique et que la cellule est parfaitement rigide, le tenseur des déformations s'écrit:

La loi de Hooke:  $\sigma = \lambda \theta \delta + 2\mu \xi$ se résume à  $\begin{cases} P_{\Psi} = \xi_{11}(\lambda + 2\mu) \\ P_{H} = \lambda \xi_{11} \end{cases}$ 

=

soit  $\frac{P_{M}}{P_{V}} = \frac{\lambda}{\lambda + 2\mu} = \frac{1}{1 + 2\mu} = \frac{v}{1 - v}$  $\frac{1}{\lambda}$ 

Pour v = 1/3, on aurait = 0,5. Dans ce cas, la pression transmise à l'échantillon est égale à la moitié de la pression produite par le piston.

- 2ème cas:

Nous restons dans le cas élastique mais nous supposons que la cellule se dilate faiblement. Le tenseur des déformations s'écrit alors:

 $\begin{pmatrix} \mathbf{E}_{1,1} & \mathbf{0} & \mathbf{0} \\ \mathbf{0} & \mathbf{E}_{\mathbf{ZZ}} & \mathbf{0} \\ \mathbf{0} & \mathbf{0} & \mathbf{E}_{\mathbf{ZZ}} \end{pmatrix} \text{ avec } \mathbf{E}_{\mathbf{ZZ}} = \mathbf{E}_{\mathbf{ZZ}} = \alpha \mathbf{E}_{1,1} \text{ et} \alpha \text{ petit et } \alpha < \mathbf{0}$ 

Le comportement élastique du cylindre se traduit par:

 $P_{\nu} = \mathcal{E}_{11}(2\mu + \lambda(1+2\alpha))$  $P_{H} = \mathcal{E}_{11}(2\alpha\mu + \lambda(1+2\alpha))$ 

$$P_{H} \qquad v + \alpha$$
  
soit  $-------- = f(\alpha + v)$   
$$P_{V} \qquad 1 + v(2\alpha - 1)$$

Pour v = 1/3 et  $\alpha = 0, 1$   $P_{H}$  ---= 0,39 la transmission de la pression est encore plus  $P_{V}$ 

mauvaise dans ce cas:  $P_{H} = 0.39 P_{v}$ 

- 3ème cas:

Nous ne pouvons en fait considérer le cylindre comme un corps élastique et la loi de Hoocke ne peut être utilizée.

L'approche plastique du problème utilise le critère de Tresca. Les contraintes principales exercées sur le cylindre étant:  $P_{v}$ ,  $P_{H}$  et  $P_{H}$ , le critère de Tresca s'écrit  $P_{v}-P_{H}=Y$ . limite élastique du milieu de confinement. Notons que cette équation est valable quelque soit la condition aux limites sur la cellule. Plus Y est petit, meilleure est l'hydrostaticité du confinement.

A partir de l'égalité  $P_v - P_H = Y$ , la connaissance de la limite élastique du matériau permet d'évaluer la pression  $P_H$ . transmise à l'échantillon en fonction de la pression  $P_v$ exercée sur le milieu de confinement par le piston.

La résistance à la compression de la soft-fired pyrophyllite utilisée dans nos assemblages se situe entre 65 MPa (stumatite crue) et 120 MPa (stumatite recuite à 1050 C) (valeurs données par le fournisseur). La non hydrostaticité serait donc de l'ordre de 100 MPa (1 kbar), donnée à comparer avec la résistance de l'échantillon (c'est à dire à sa limite élastique ou à sa limite de rupture). Ce matériau étant très peu plastique, on peut rapprocher la élastique de la résistance La limite à la compression. différence entre la pression exercée sur l'assemblage la et pression transmise latéralement à l'échantillon est alors d'au moins 65 MPa (0,65 kbar) à la température ambiante.

Dans le cas où l'assemblage est réalisé entiérement en talc, il faut tenir compte du fait que ce matériau subit un fort compactage.

Le critère de Tresca peut être étendu au compactage qui se produira par déformation dès que Pu-PH=Ycompactage. Uп durcissement se produit au fur et à mesure du compactage, c'est dire que Ycompactage est une fonction croissante à du pourcentage de compaction. Lorsque le compactage est complet, la déformation se poursuit à volume constant. Le critère de Tresca s'applique toujours la sous forme: Pu-PH=Yingappatible. Nous ne disposons cependant pas de données numériques permettant d'évaluer la non hydrostaticité résultant de l'utilisation du talc comme milieu de confinement.

\* point de vue expérimental

- La calibration expérimentale de la pression transmise à l'échantillon par le milieu de confinement est un problème qui jusqu'à maintenant n'a pu être résolu efficacement bien que l'ensemble des expérimentateurs se soient interéssés à la question. En fait la pression nominale de l'essai correspond généralement à la pression dans le circuit d'huile mesurée par les capteurs calibrés électroniquement et multipliée par le rapport des surfaces des pistons.

Eventuellement cette pression peut être calibrée à l'aide d'une cellule de force mesurant la force exercée par le vérin (procédé adopté à l'UCLA, Koch, 1983). On élimine alors de la mesure de pression les forces de frottements sur les joints du vérin hydraulique mais on n'atteint toujours pas l'état de contrainte dans le milieu de confinement au niveau de l'échantillon.

Un autre procédé consiste à calibrer la pression dans le circuit hydraulique en utilisant comme points de référence les pressions des transformations de phase de NH<sub>4</sub>F et RbCl qui s'accompagnent d'une importante variation de volume (Kaneda et 1968, Peyronneau et al. 1978). Cette technique al. est appliquée en remplaçant la majeure partie de l'assemblage (milieu de confinement et échantillon) par NH<sub>4</sub>F ou RbC1 (Demenet, 1986). Cette calibration permet d'éliminer de la mesure de pression non seulement les forces de frottement sur les joints du vérin hydraulique mais également la force de frottement sur la bague anti-extrusion assurant l'étanchéité entre le piston de confinement et la cellule. On obtient alors une mesure assez précise de la pression au niveau de la bague de plomb.

Nous accédons à une calibration pratiquement aussi précise en calculant la pression dans le plomb à partir de la mesure de la force exercée par le plomb sur le piston de carbure de tungstène lorsque celui-ci n'est pas en contact avec le piston d'alumine (voir A.III.3.6). Il faut en fait utiliser la moyenne des forces correspondant d'une part à l'enfoncement du piston dans le plomb (à vitesse minimale) et d'autre part à la remontée de ce piston sous l'effet de répulsion du plomb sous pression de façon à s'affranchir des forces de frottement créées par la bague anti-extrusion et le plomb sur ce piston. Notons que cette méthode très simple a été utilisée (Tullis. 1986). En fait il ne nous semble pas utile de mesurer avec une grande précision la pression exercée sur l'assemblage par le piston de confinement car la pression réellement transmise à l'échantillon ne peut être évaluée que très approximativement.

-150-

Nous avons essayé de calibrer la pression transmise à l'échantillon par le milieu de confinement en utilisant la technique basée sur le changement de phase de NH<sub>4</sub>F et RbCl. Il s'agit alors de mettre dans l'assemblage un léchantillon de NH\_F ou de RbCl . La transition qui se traduit par un changement de volume devrait être alors détectée өп observant les variations de la force exercée par l'Instron sur le piston axial. Ce procédé n'a jusqu'ici rien donné de satisfaisant. La calibration de la pression transmise à l'échantillon par le milieu de confinement reste une question importante à élucider. A titre indicatif, on peut noter que Koch (1983) suggère sur la base d'expériences de transitions de phase dans des assemblages simples utilisés en "piston-cylindre" (Kim 1974, Johannes 1978) que la pression exercée par le piston de confinement (pression mesurée) peut excéder la pression transmise à l'échantillon par le milieu de confinement d'environ 100 MPa (1 kbar).

- L'amélioration de la transmission de la pression de confinement à l'échantillon recquiert d'une part la diminution de la friction du matériau de confinement sur la cellule et d'autre part l'utilisation d'un milieu de confinement ayant une limite élastique faible.

La diminution de la friction sur la cellule a été réalisée par l'adjonction d'une feuille de Papyex entre l'assemblage en pyrophyllite et la cellule. Il ne nous a pas semblé nécessaire de faire de même pour les assemblages en talc qui présente une bonne lubrification.

Le plus important progrès que nous ayons réalisé nous semble être le passage de la soft-fired pyrophyllite au talc dans le choix du matériau constituant la gaine intérieure du milieu de En effet la gaine confinement. intérieure réalisée en soft-fired pyrophyllite se transforme rapidement en une pyrophyllite beaucoup plus dure à la température à laquelle elle est soumise au contact du four. Ce matériau perd alors beaucoup de son aptitude à transmettre la pression de confinement. Sous l'action de la température, la dégradation du talc n'entraine pas de durcissement de la gaine intérieure.

L'échange de la gaine extérieure en pyrophyllite par une gaine également en talc est une opération pour laquelle nous n'avons pu réellement évaluer l'influence sur la transmission de la pression. L'évolution de nos tests de mise en pression de confinement est en réalité beaucoup plus sensible aux modifications apportées à l'assemblage dans le but de diminuer la friction sur le piston de force.

A.III.4.2- Friction entre le piston de force et l'assemblage.

Dès nos premiers essais il nous a semblé essentiel de modifier notre assemblage de manière à diminuer cette friction que nous considérons comme le premier obstacle à la réussite de nos essais.

Nous avons pendant deux ans utilisé des assemblages entièrement constitués en pyrophyllite car nous ne pouvions pas alors disposer de talc (ni réaliser les gaines intérieures en sel). Sous pression de confinement élevée la friction entre la pyrophyllite et le piston d'alumine est très importante. Il nous est difficile de chiffrer cette force mais nous avons constaté que nos essais de déformation d'OPX n'avaient aucune signification car la réponse de l'échantillon à la contrainte exercée par le piston d'alumine était totalement noyée dans la force de friction. (Rappelons qu'il s'agit de cristaux d'OPX plus ou moins fissurés et non de cristaux synthétiques ou naturels de grande perfection cristalline et de très grande dureté).

Sur le modèle des assemblages, très sophistiqués utilisés par Koch (1983) nous avons réalisé la gaine intérieure en deux

parties: une partie inférieure, correspondant à la zone de pyrophyllite, l'échantillon en une partie supérieure correspondant au piston d'alumine en Macor (marque déposée Corning Glass). Cette céramique usinable de haute résistance à la compression permet de réaliser une gaine rigide laissant le piston d'alumine pratiquement libre de tout frottement dans cette partie de l'assemblage. Ce procédé s'avère tout à fait valable à température ambiante mais la résistance du Marcor s'affaiblit rapidement sous l'effet de la température du four avec lequel la gaine est en contact direct. La gaine se déforme alors et se resserre sur le piston d'alumine qui est alors soumis à une friction importante. Ajoutons que le four se détériore facilement au niveau du raccord entre pyrophyllite et Macor. Il faut noter que dans les assemblages utilisés par Koch (1983), la gaine de Macor est isolée du four par une gaine de pyrophyllite d'épaisseur inférieure à 1 mm. Nous ne disposons cependant pas des moyens techniques pour réaliser de telles pièces en pyrophyllite.

Nous avons également tenté de diminuer la friction entre le piston d'alumine et la gaine intérieure en pyrophyllite en intercalant une gaine réalisée en papyex entre ces deux pièces. Ce procédé n'a pas donné de résultats satisfaisants car l'ajustement de la gaine en papyex n'a jamais pu être réalisé aves précision.

L'utilisation du talc pour la réalisation de la gaine intérieure à fortement amélioré les performances de notre machine en diminuant la friction sur le piston de force en alumine. Cette force de frottement reste difficile à quantifier. Au regard de nos différents essais de déformation, nous l'estimons entre 200 kgf et 500 kgf pour une vitesse de déplacement maximale du piston de  $5\mu$ m/mn et une pression de confinement de 8 kbar. Cette relativement large fourchette reflète la faible reproductivité du comportement de l'assemblage relevée par divers expérimentateurs.. (Koch, 1983:

Tullis, 1986-86). Le problème majeur provoqué par l'utilisation du talc pour la réalisation de l'assemblage réside dans sa forte compaction sous l'effet de la pression.

A.III.4.3- Compaction de l'assemblage

Le talc que nous utilisons peut subir une forte compaction pendant l'essai. Nous avons déjà exposé les problèmes résultant de cette compaction pendant la mise en pression de confinement. Nous avons mesuré des raccourcissements de 3 à 4 mm sur les gaines extérieures en talc de 26 mm de hauteur initiale. Cette compaction résulte en partie de l'élimination des jeux entre les différentes pièces de l'assemblage mais elle est principalement provoquée par la nature même du matériau emtre autre par la présence de nombreuses fissures. L'effet de la compaction est beaucoup moins sensible dans le cas d'assemblages en pyrophyllite. La soft-fired pyrophyllite est un matériau déjà très compact avant d'être soumis à la pression et le faible raccourcissement mesuré sur les assemblages est provoqué par la fracturation des gaines dont la réalisation rendue peu précise par les difficultés techniques d'usinage ne permet pas un ajustement parfait à la fois entre elles et dans la cellule.

Les essais dont les résultats ont été les plus satisfaisants ont été réalisés en utilisant des assemblages mixtes constitués d'une gaine extérieure en pyrophyllite et d'une gaine intérieure en talc. On évite ainsi la trop forte compaction de l'assemblage en conservant les qualités du talc (meilleure transmission de la pression de confinement et plus faible friction sur le piston d'alumine). Remarquons que cette configuration de l'assemblage est fort proche de celle généralement adoptée par les expérimentateurs (Koch, 1983: Tullis, 1986: Veyssière et al. 1985), la gaine intérieure étant cependant souvent réalisée en sel.

Enfin notre remarque concernant la brutalité avec laquelle 1a pompe hydraulique provoque la montée en pression nous a récemment suggéré d'employer un système plus "doux" tel qu'une pompe à main ou une pompe pneumo-hydraulique telles que celles généralement employées par les expérimentateurs (Koch 1983. Tullis et al. 1986. Veyssière et al. 1985). Nous n'avons cependant pas eu le temps de tester un tel système et de vérifier si il apporte une réelle amélioration de nos résultats.

## A.III. 5- Conclusion

Quelque soit le matériau que l'on envisage de déformer avec ce montage, il nous semble nécessaire d'effectuer des tests de montée en pression de confinement et en température (sans introduction volontaire d'une contrainte déviatorique), afin de vérifier si les échantillons sont capables de supporter sans dommages les écarts à un régime hydrostatique qui interviennent à la fois pendant la montée en température et en pression et pendant le retour aux conditions ambiantes.

Du résultat de ces tests dépendra la fiabilité que l'on pourra accorder aux essais de déformation ultérieurs ainsi que l'interprétation que l'on donnera aux observations en microscopie électronique des lames minces extraites des échantillons déformés. Ainsi avons nous effectué de nombreux tests sur nos échantillons d'OPX qui ont révélé que ces échantillons subissent une déformation minimale de 8% pendant une montée à 8 kbar et 800°C immédiatement suivie d'un retour aux conditions ambiantes.

Les mêmes tests effectués sur des monocristaux de quartz humide et d'andalousite ont montré que ces échantillons subissent également une déformation plus ou moins importante. Enfin pour terminer, notons que nos essais de déformation d'échantillons d'OPX ne nous ont pas permis d'obtenir les courbes contrainte-déformation décrivant le comportement de ces échantillons.

Cependant, nous avons réalisé à Pc=8Kb et T=600°C des essais de déformation de monocristaux de quartz orientés de manière à activer le système (1010) [0001] dont les résultats ont été satisfaisants (courbes de contrainte et de déplacement exploitables, cohérence entre la déformation plastique enregistrée et la déformation mesurée sur l'échantillon après l'essai).



## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- AKIMOTO S., KATSURA T., SYONO Y., FUJSAWA H. et KOMADA E. (1965) - Polymorphic transitions of pyroxenes  $FeSiO_{=}$  and  $CoSiO_{=}$  at high pressure and temperature. J Geophys. Res., 70, 5269-5278.

- BOLAND J.N. (1974) - Lamellar structures in low calcium orthopyroxenes. Contrib. Mineral. Petrol., 47, 215-222.

- BOLAND J. N et TULLIS T.E. (1986) - Deformation behavior of wet and dry clinopyroxenite in the brittle to ductile transition region, dans Hobbs (1986), 35-49.

- BORG I. et HANDIN J. (1966) - Experimental deformation of crystalline rocks. Technophysics, 3, 249-368.

- BOYD F. R. et ENGLAND J. L. (1965) - The rhombic enstatite-clinoenstatite inversion. Carnegie Inst. Wash. Year Book, 64, 117-120

- BUSECK P. R. et IIJIMA S. (1974) - High resolution electron microscopy of silicates. Am. Mineral. 59,1-21.

- BUSECK P. R. et IIJIMA S. (1975) - High resolution electron microscopy of enstatite, II: geological applications. Am. Mineral., 60, 771-784.

- BUSECK P. R., NORD J. L. et VEBLEN D. R. (1980) - Subsolidus phenomena in pyroxenes, dans Prewitt (1980), 117-211.

- CAMERON M. et PAPIKE J. J. (1980) - Crystal chemistry of silicate pyroxenes, dans Prewitt (1980), 5-92.

- CAMERON M. et PAPIKE J. J. (1981) - Structural and chemical variations in pyroxenes, Am. Mineral, 66, 1-50.

- CHAMPNESS P. E. et LORIMER G. W. (1973) - Precipitation (exsolution) in an orthopyroxene, J. Mater. Sci., 8, 467-474.

- CHAMPNESS P. E. et LORIMER G. W. (1974) - A direct lattice-resolution study of precipitation (exsolution) in orthopyroxene. Phil. Mag., 30, 357-366.

- CHAMPNESS P. E. et LORIMER G. W. (1976) - Exsolution in silicates, dans Wenk (1980) 174-204.

- COE R. S. (1970). The thermodynamic effect of shear stress on the ortho-clino inversion in enstatite, and other coherent phase transitions characterized by finite simple shear, Contrib. Mineral. Petrol., 26, 247-264.

- COE R. S. et KIRBY S. H. (1975) - The orthoenstatite to clinoenstatite transformation by shearing and reversion by annealing: mechanism and potential applications. Contrib. Mineral. Petrol., 52, 29-56.

- COE R. S. et MULLER W. F. (1973) - Crystallographic orientation of clinoenstatite produced by deformation of orthoenstatite, Science, 180, 64-66.

- DEMENET J. L. (1987) - Thèse, Université de Poitiers.

- DEER W. A., HOWIE R. A. et ZUSSMAN J. (1978) - Rock- forming minerals, vol. 2A,  $2_{na}$  édition, Single chain Silicates, John Wiley, New York.

- DOUKHAN J. C., DOUKHAN N., NAZE L. et VAN DUYSEN (1986) -Défauts de réseau et plasticité cristalline dans les pyroxènes: une revue, Bull. Mineral., 109, 377-394.

- FABRIES J. (1987) -Nomenclature des pyroxènes, rapport de la commission spécialisée de l'I.M.A., communication orale.

- GREEN H. W. et RADCLIFFE S. V. (1972) - Deformation processes in the upper mantle, dans Flow and fracture of rocks, H. C. HEARD, I. Y. BORG, N. L. CARTER, C. B. RALEIGH, A.G.U., Geophysical Monograph 16, 139-156.

- GROVER J. (1972) - The stability of low-clinoenstatite in the system  $Mg_2Si_2O_6$  - CaHgSi\_2O\_6. Trans. Am. Geophys. Union, 53,539.

- HOBBS B. E., Heard H. C. (1986)- Mineral and rock deformation: laboratory studies. The Paterson Volume, Geophysical Monograph 36, A.G.U.

- IIJIMA S. et BUSECK P. R. (1975) - High-resolution electron microscopy of enstatite, I: twinning, polymorphism and polytypism, Am. Mineral., 60, 758-770.

- IIJIMA S. et BUSECK P. R. (1976) - High-resolution electron microcopy of unit cell twinning in enstatite dans Wenk (1980), 319-323.

- ITO T. (1935) - On the symmetry of the rhombic pyroxenes, Z. Krist., 90, 151-162.

- JOHANNES W. (1978) - Pressure comparing experiments with NaCl, AgCl, talc and pyrophyllite assemblies in a piston cylinder apparatus, Neues Jahrbuch fur Mineralogie 2, 84-92

- KIM T. K. (1974) - Analysis of pressure generated in a piston-cylinder type apparatus, J. Geophys. Res., 79, 3325-3333

- KIRBY S. H. (1976) - The role of crystal defects in the shear-induced transformation of orthoenstatite to clinoenstatite, dans Wenk (1976), 465-472.

- KIRBY S. H. et ETHERIDGE M. A. (1981) - Exsolution of Ca-clinopyroxène from orthopyroxene aided by deformation. Phy. Chem. Minerals, 7, 105-109

- KOCH P. S. (1983)- Rheology and microstructures of experimentally deformed quartz aggregates. Thèse UCLA.

- KOHLSTEDT D. L. et VANDER SANDE J. B. (1973)- Transmission electron microscopy investigation of the defect microstructure of four natural orthopyroxenes. Contrib. Mineral. Petrol., 42, 169-180.

- KUZEL H. J. (1963). Untersuchung des systems  $MgO-B_{\Xi}O_{\Xi}-SiO_{\Xi}$ . Neues Jahrb., Mineral., Abh., 100. 322-338.

- LALLY J. S., FISHER R. H., CHRISTIE J. M., GRIGGS D. T., HEUER A. H., NORD G. L. et RADCLIFFE S. V. (1972)- Electron petrography of Apollo 14 and 15 rocks. Proc. Lunar Sci. Conf., 3 rd, 401-422.

McLAREN A. C. et ETHERIDGE M. A. (1976) - A transmission electron microscope study of naturally deformed orthopyroxenes,
1: slip mechanisms. Contrib. Mineral. Petrol. 57, 163-177 (1976).

- McLAREN A. C. et ETHERIDGE M. A. (1980)- A transmission electron microscope of naturally deformed orthopyroxenes, II: mechanisisms of kinking. Bull. mineral 103, 558-563.

- MILLER G. H., ROSSMAN G. R. et HARTOW G. E. (1987)- The natural occurence of hydroxide in olivine. Phys Chem. miner., 14, 461-472.

- MIRWALD P. W., GETTING I. C. et KENNEDY G. C. (1975)- Low friction cell for piston-cylinder high-pressure apparatus. J.G. R. 80, 1519-1525.

- MULLER W. F. (1974)- One -dimensional lattice imaging of a deformation- induced lamellar intergrowth of orthoenstatite and clinoenstatite (Mg, Fe)SiO<sub>3</sub>. N. Jahrb. Mineral. Monatsch, 2, 83-88.

- MUNOZ J. L. (1968)- Effect of shearing on enstatite polymorphism. Carnegie Inst. Wash. Year Book, 66, 369-370.

- NAZE L., DOUKHAN N., DOUKHAN J. C., LATROUS K., (1987) - A TEM study of lattice defects in naturally and experimentally deformed orthopyroxenes. Bull. Mineral. 110, 497-512.

- PREWITT C. T. (1980) - Review in mineralogy, 7, Pyroxenes. Mineralogical Society of America.

- RALEIGH C.B. (1965)- Glide mechanisisms in experimentally deformed minerals. Science, 150, 739-741.

- RALEIGH C. B. (1967) - Plastic deformation of upper mantle silicate minerals. Geophys. J. R. astr. Soc., 14, 45-49.

- RALEIGH C. B., KIRBY S. H., CARTER N. L. et AVE LALLEMANT H. G. (1971)- Slip and the clinoenstatite transformation as competing rate processes in enstatite. J. Geophy. Res., 76, 17, 4011-4022.

- RIECKER R. E. et ROONERY T. P. (1967)- Deformation and polymorphism of enstatite under shear stress. Geol. Soc. Am. Bull., 78, 1045-1054.

- ROSS J. V. et NIELSEN K. C. (1978) - High temperature flow of wet polycristalline enstatite. Tectonophysics, 44, 233-261.

- SARVER J. F. et HUMMEL F. A. (1962)- Stability relations of magnesium metasilicate polymorphs. J. Amer. Ceram. Soc., 45, 152-156.

- SASAKI S., PREWITT C. T. et HARLOW G. E. (1984) - Alternative interpretation patterns attributed to low  $(P2_1/c)$  orthopyroxene. Amer. Mineral., 69, 1082-1089.

- SCLAR C. B., CARRISON L. C. et SCHWARTZ C. M. (1964)-High-pressure stability field of clinoenstatite and the orthoenstatite-clinoenstatiten transition Trans. Amer. Geophys. Union, 45, 121.

- SMITH J. V. (1969)- Crystal structure and stability of the MgSiO<sub>3</sub> polymorphs; physical properties and phase of Mg, Fe pyroxenes. Mineral. Soc. Amer. Spec. Pap., 2, 3-29.

- SMYTH J. R. (1974) - Low orthopyroxene from a lunar deep crystal rock: a new pyroxene polymorph of space group  $P2_1/ca$ . Geophys. Res. Letters, 1, 27-29.

- SUENO S., CAMERON M. et PREWITT C. T. (1976)-Orthoferrosilite: high temperature crystal chemistry. Amer. Mineral., 61, 38-53.

- THOMSON Jr. J. B. (1970)- Geometrical possibilities for amphibole structures: model biopyriboles. Amer. Mineral., 55, 292-293.

- TROMMSDORF V. et WENK H. R. (1968) - Terrestrial metamorphic clinoenstatite in kinks of bronzite crystals. Contrib. Mineral. and Petrol., 19, 158-168.

- TULLIS T.E. et TULLIS J. (1986)- Experimental rock deformation techniques, dans Hobbs (1986), 297-324.

- TURNER F. J., HEARD H. et GRIGGS D. T. (1966)- Experimental deformation of enstatite and accompanying inversion to clinoenstatite. Proc. 21st Int. Geol. Congr., 18, 399-408.

- VANDER SANDE J. B. et KOHLSTEDT D. L. (1974)- A high resolution electron microscopy study of exsolution in enstatite. Philos. Mag., 29, 1041-1049.

- VAN DUYSEN J. C., DOUKHAN N. et DOUKHAN J. C. (1985)-Transmission electron microscope study of dislocations in orthopyroxene (Mg, Fe)<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Phys. Chem. Minerals, 12, 39-44.

- VEYSSIERE P., RABIER J., JAULIN M., DEMENET J. L. et CASTAING J. (1985)- Instrumental modifications for compressive testing under hydrostatic confining conditions. Revue Phys. Appl., 20, 805-811.

- WENK H. R. (1976)- Electron Microscopy im Mineralogy, Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York.

## RESUME

L'étude des défauts de réseau produits par la déformation naturelle peut fournir des informations sur l'histoire thermomécanique des roches et des minéraux. Cependant cette technique réclame une calibration préalable établie à partir d'expériences de déformation en laboratoire dans des conditions de température, de pression de confinement et de vitesse de déformation connues. Nous présentons ici une étude des sous structures de dislocations observées dans divers orthopyroxènes provenant de roches métamorphiques et magmatiques. Nous avons identifié deux systèmes de glissement (100) 001 et (100) 010. Les différents modes de déformation observés dans ces échantillons sont, outre le glissement et la montée de dislocations l'inversion de l'orthopyroxène en clinoenstatite et le "pliage". Nous avons également effectué une série d'essais de déformation de monocristaux d'enstatite orientés de manière à promouvoir les systèmes de glissement (100) 001, (100) 010 et (010) 001. Ces déformations à haute température ont été réalisées soit par fluage à pression atmosphérique, ce qui permet d'accéder à de très faibles vitesses de déformation, soit sous pression de confinement solide à vitesse de déformation constante dans une machine de type Griggs que nous avons mise au point. Les essaís de fluage à 1065°C destinés à promouvoir le système (100) 001 permettent d'activer soit le glissement de dislocation de vecteur de Burgers 001 dans le plan (100) soit l'inversion, suivant la contrainte déviatorique sur ce système. Les essais de déformation d'échar tillons orientés pour promouvoir le système (100) 010 permettent à  $800^{\circ}$ C,  $10^{-6}$ s  $^{-1}$  et 800 MPa de pression de confinement d'activer outre l'inversion, le glissement de dislocations de vecteur de Burgers 010 dans le plan (100). L'inversion est systématiquement produite dans les conditions thermomécaniques de nos essais de déformation bien que les échantillons soient orientés de façon à ce que le facteur de Schmid sur le système (100) soit nul. Cette transformation n'est pas le mode de déformation prédominant dans 001 les orthopyroxènes déformés naturellement. Il est nécessaire de trouver les conditions expérimentales permettant d'éviter cette transformation afin d'obtenir des informations quantitatives sur les paramètres thermomécaniques ayant gouverné les déformations naturelles.