

N° d'ordre : 2319

x50376
1998
133

THESE

présentée à

l'Université des Sciences et Technologies de Lille

pour l'obtention du grade de :

Docteur de l'Université

Spécialité : Sciences des Matériaux

par

Violaine VOEGELE

*Etude par Microscopie Electronique
en Transmission de la plasticité des grenats*

Obtenu le 29 septembre 1998

Membres du jury :

M. J.C. DOUKHAN

M. J. RABIER

M^{me} V. SAUTTER

M. S. MACKWELL

M. J.P. MORNIROLI

M. P. CORDIER

Président

Rapporteur

Rapporteur

Examineur

Examineur

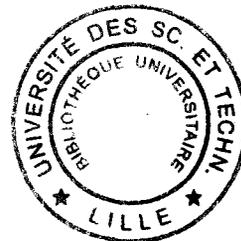
Directeur de thèse



D 030 172507 0

Jan 2006 4/6

REMERCIEMENTS



Ce travail a été effectué au Laboratoire de Structure et Propriétés de l'Etat Solide à l'Université des Sciences et Technologies de Lille.

Monsieur Patrick CORDIER m'a accueilli dans son groupe de recherche et a dirigé cette thèse. J'ai beaucoup appris à son contact et je tiens à lui exprimer ma gratitude pour sa grande disponibilité et son aide qui m'ont permis de mener à bien ce travail.

Monsieur J.C. DOUKHAN a accepté de présider le jury de cette thèse. Je le remercie pour l'intérêt qu'il a porté à mon travail.

Madame V. SAUTTER (Laboratoire de Minéralogie, Muséum National d'Histoire Naturelle) et Monsieur J. RABIER (Laboratoire de Métallurgie Physique, Université de Poitiers) ont accepté d'être les rapporteurs de ce travail. Je tiens à leur exprimer ici ma reconnaissance pour l'examen attentif de mon manuscrit.

Messieurs S. MACKWELL (Bayerisches Geoinstitut, Université de Bayreuth) et J.P. MORNIROLI (Laboratoire de Métallurgie, Université de Lille) ont bien voulu examiner ce travail. Je les remercie pour l'intérêt qu'ils m'ont ainsi témoigné.

Enfin, je n'oublie pas les membres du laboratoire, et je remercie plus particulièrement M. BACIA, A. BATAILLE, C. DALLE, J.F. DHENIN, A. DESROUSSEAU, P. JOREAU, H. LEROUX et P. RATERRON qui m'ont témoigné leur aide et leur amitié au cours de ce travail.

TABLE DE MATIERES

INTRODUCTION	5
<u>Chapitre I : GENERALITÉS SUR LES GRENATS</u>	11
I.1. Structure grenat	13
I.1.1. Description	13
I.1.2. Défauts de structure	16
I.1.2.1. Dislocations	16
I.1.2.2. Macles dans la majorite quadratique	18
I.2. Travaux antérieurs sur la déformation des grenats	19
<u>Chapitre II : TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES</u>	23
II.1. Microscopie Electronique en Transmission	27
II.1.1. Préparation des échantillons	27
II.1.2. Observation des microstructures de déformation	27
II.1.2.1. Champ clair / Champ noir	28
II.1.2.2. Faisceau faible	28
II.1.3. Caractérisation des dislocations	29
II.1.3.1. Extinction du contraste	29
II.1.3.2. Microscopie électronique en haute résolution	30
II.1.3.3. Diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle (LACBED)	
a) Principe	31
b) Application du LACBED à la caractérisation des dislocations	35
c) Exemple de détermination du vecteur de Burgers et de la direction de ligne d'une dislocation	36
II.1.4. Microanalyse X	39
II.2. Techniques de hautes pressions	40
II.2.1. Position du problème	40
II.2.2. Obtention des conditions (P,T) du manteau	41
II.2.3. Technique multi-enclumes	42
II.3. Mesure de OH dans les grenats par spectroscopie infrarouge	44
II.3.1. Principe	44
II.3.2. Technique	45
II.3.3. Analyse de OH dans les grenats	45

Chapitre III :

<i>ETUDE DE LA PLASTICITE DE $Ca_3Ga_2Ge_3O_{12}$</i>	47
III.1. Introduction	51
III.1.1. Approche des analogues	51
III.1.2. Choix de $Ca_3Ga_2Ge_3O_{12}$	52
III.2. Déformation expérimentale	52
III.2.1. Elaboration de $Ca_3Ga_2Ge_3O_{12}$	52
III.2.2. Conditions expérimentales	53
III.2.3. Données mécaniques	54
III.2.3.1. Paramètres rhéologiques	54
III.2.3.2. Courbe de fluage	55
III.3. Observations en Microscopie Electronique en Transmission	55
III.3.1. Matériau de départ	55
III.3.2. Recuits	57
III.3.3. Echantillons déformés sans recuit préalable	57
III.3.4. Echantillons déformés avec recuit préalable	53
III.4. Discussion	63
III.4.1. Mécanismes de déformation	63
III.4.1.1. Systèmes de glissement	63
III.4.1.2. Structure de coeur	64
III.4.1.3. Mode de déformation	64
III.4.2. Interaction dislocations-précipités	65
III.4.3. Comparaison avec les autres grenats	66
III.4.4. Conclusion	68

Chapitre IV :

<i>DEFORMATION EXPERIMENTALE DE GRENATS</i>	69
IV.1. Conditions expérimentales	73
IV.1.1. Assemblage modifié	73
IV.1.2. Matériau de départ	75
IV.1.3. Conditions de pression et température	75
IV.1.4. Déroulement d'un essai	76
IV.2. Observations en Microscopie Electronique en Transmission	77
IV.2.1. Essai à température ambiante	77
IV.2.2. Essais à 700°C	77
IV.2.3. Essai à 900°C	82
IV.2.4. Essai à 1100°C	84
IV.2.5. Essais à 1400°C	86

IV.3. Discussion	87
IV.3.1. Déformation en presse multi-enclumes	87
IV.3.2. Mécanismes de déformation	89
IV.3.2.1. Seuil de plasticité	89
IV.3.2.2. Systèmes de glissement	89
IV.3.2.3. Restauration et montée des dislocations	91
IV.3.3. Influence de l'eau	91

Chapitre V :

<i>OBSERVATION DE GRENATS DÉFORMÉS DANS LA NATURE</i>	93
V.1. Présentation générale des échantillons	95
V.2. Eclogites de groupe C : éclogites des Alpes	97
V.3. Eclogites du groupe B : éclogites dans granulites de Bragance	111
V.4. Eclogites du groupe A	114
V.4.1. Grenat dans gneiss de Bragance	114
V.4.2. Pyroxénites à grenat de Lherz	116
V.4.3. Eclogites de Yakutia	118
V.4.4. Eclogites de Koidu	119
V.5. Autres grenats	123
V.5.1. Cornéenne à grenat clinopyroxène (Flamanville)	123
V.5.2. Grenat dans grospydite (Moravie)	126
V.6. Discussion	128
V.6.1. Transition fragile-ductile	128
V.6.2. Mécanismes de déformation dans les grenats silicates	129
V.6.2.1. Systèmes de glissement	129
V.6.2.2. Dislocations associées à des franges faibles	130
V.6.3. Extrapolations de la déformation expérimentale à la nature	130
V.6.4. Influence de la chimie	131
V.6.5. Influence de l'eau	133

Chapitre VI :

<i>ETUDE DES DISLOCATIONS DANS LE GRENAT MAJORITE</i>	135
VI.1. Présentation des échantillons étudiés	139
VI.1.1. Majorite synthétique	139
VI.1.2. Majorite provenant de la veine de choc Acfer 90072	141

VI.2. Microscopie Electronique en Transmission	143
VI.2.1. Majorite synthétique	143
VI.2.1.1. Majorite quadratique	143
VI.2.1.2. Majorite cubique	147
VI.2.2. Majorite dans la météorite Acfer	148
VI.3. Discussion	152
VI.3.1. Origine et signification des microstructures observées	152
VI.3.2. Dislocations et plasticité dans la majorite	154
<i>Chapitre VII : DISCUSSION GÉNÉRALE</i>	157
VII.1. Mécanismes de déformation	159
VII.1.1. Seuil de plasticité	159
VII.1.2. Systèmes de glissement	160
VII.1.3. Structure de coeur et mobilité des dislocations	160
VII.1.4. L'approche des analogues dans la structure grenat	163
VII.2. Déformation plastique en presse multi-enclumes	164
VII.3. Implications géodynamiques	166
<i>CONCLUSION</i>	169
<i>ANNEXES</i>	173
<u>Annexe A</u> : Distances d'extinction	175
<u>Annexe B</u> : Détermination des paramètres rhéologiques pour $\text{Ca}_3\text{Ga}_2\text{Ge}_3\text{O}_{12}$	177
<u>Annexe C</u> : Description des échantillons naturels	181
<i>REFERENCES</i>	185

Introduction

Le cadre général de ce travail est l'étude de la rhéologie du manteau terrestre. Le manteau terrestre se décompose en trois grandes structures : le manteau supérieur, la zone de transition et le manteau inférieur (*figure 1*).

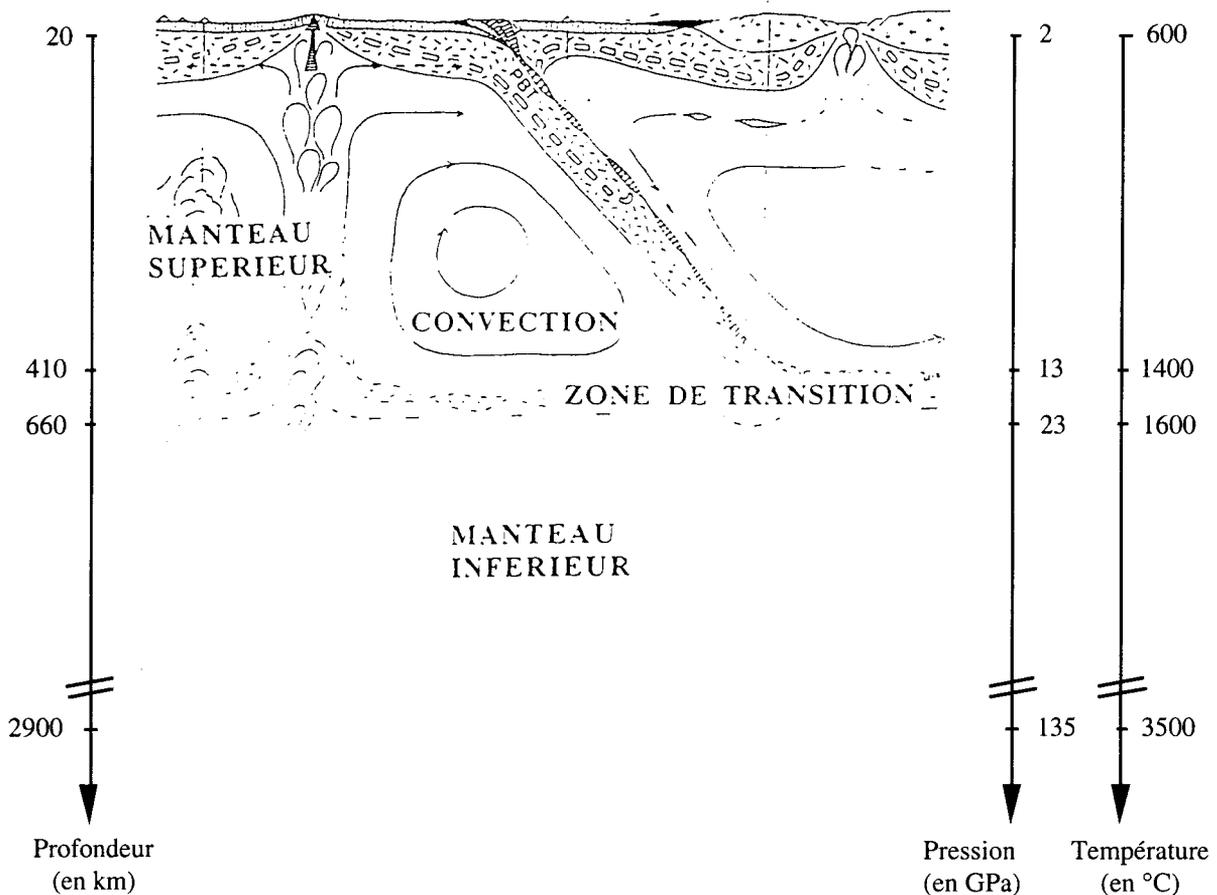


figure 1: Schéma simplifié du manteau

A quelques exceptions près (xénolithes dans des basaltes, inclusions dans des diamants, massifs ophiolitiques, péridotites abyssales et kimberlites), le manteau terrestre n'est pas accessible à l'observation directe. La plupart de informations sont acquises par des modèles ou au travers de mesures indirectes.

Les modèles minéralogiques du manteau (*figure 2*) sont obtenus à partir de la comparaison des profils de vitesses des ondes sismiques (et du profil de densité) en fonction de la profondeur avec les données cristallographiques et élastiques des minéraux susceptibles d'entrer dans la composition du manteau. Ces minéraux sont eux même synthétisés sous des conditions extrêmes dans des presses multi enclumes ou des enclumes à cellule diamant. L'obtention de ces données à haute pression et haute température a représenté l'un des enjeux majeurs de la géophysique au cours de ces dernières années.

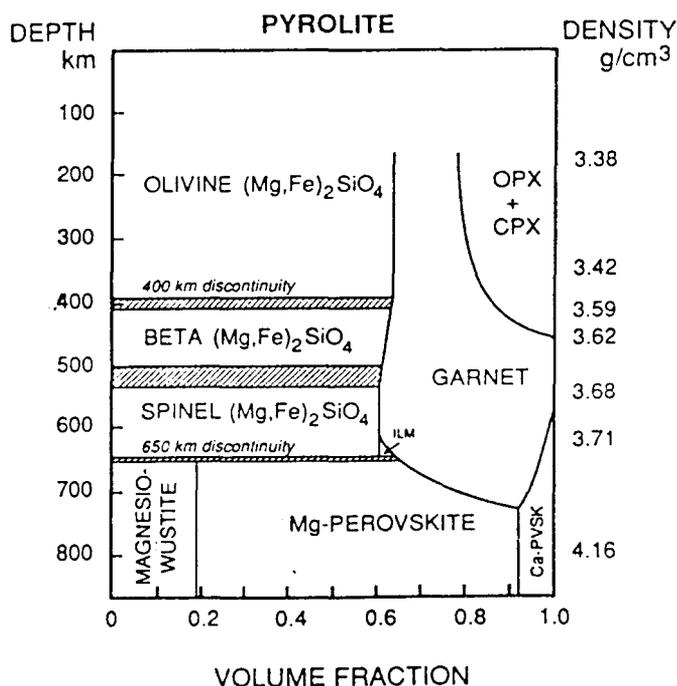


figure 2 : Proportion relative des différents minéraux en fonction de la pression pour le modèle pyrolite (d'après Ringwood, 1991).

Le but de cette étude est la rhéologie du grenat. Le grenat est une phase mineure dans les péridotites du manteau supérieur (5%) mais il est particulièrement présent :

(i) dans les zones de subduction où la croûte océanique (constituée de basalte hydraté et de gabbro) et la lithosphère dunitique descendent dans le manteau. Avec l'enfouissement, les basaltes océaniques au sommet de la plaque se transforment à pression croissante en éclogites (pyroxène + grenat). A des profondeurs supérieures à 400 km, le clinopyroxène se dissout progressivement dans la structure grenat et les éclogites se transforment complètement en grenatite vers 450 km de profondeur (Irifune et al., 1986).

(ii) Dans la zone de transition où le grenat (sous forme majorité) atteint 40 % en volume pour une composition péridotite (modèle pyrolite, *figure 2*), et jusqu'à 60 % en volume pour une composition basaltique.

La Terre évacue sa chaleur interne par convection dans le manteau (qui correspond à 84% du volume total terrestre). La croûte en subduction matérialise la branche descendante froide des cellules de convection terrestre. Il s'agit alors de savoir : i) si cette croûte peut traverser la discontinuité des 670 km c'est-à-dire être entraînée dans le manteau inférieur; ii) à quelle vitesse une telle hétérogénéité basaltique peut être digérée par brassage convectif dans le manteau supérieur péridotitique. Pour répondre à ces questions, il faudrait connaître la rhéologie du grenat dans des conditions de pression (de 2 à 23 GPa) et de température extrêmes (de 600 à 1600°C).

Les expériences de déformation en laboratoire en presse multi-enclumes permettent aujourd'hui de reproduire les conditions extrêmes de pression et température du manteau. Cependant, elles ne fournissent pas de données mécaniques comme les expériences (de fluage par exemple) réalisées couramment à pression ambiante. Il n'est pas encore possible en presse multi-enclumes de contrôler précisément la contrainte appliquée ni la vitesse de déformation. Les lois rhéologiques ne sont donc pas accessibles directement. Par contre, l'observation des microstructures de déformation conduisent à la connaissance des mécanismes élémentaires de déformation. La Microscopie Electronique en Transmission est l'outil privilégié pour caractériser les microstructures de déformation.

L'approche des analogues consiste à étudier un matériau ayant, à pression ambiante, la même structure que la phase de haute pression recherchée. Les essais réalisés dans les machines de déformation conventionnelles permettent de déterminer des lois rhéologiques. Il faut ensuite extrapoler ces lois aux phases de haute pression dans les conditions pertinentes du manteau. Cette approche a longtemps été la seule possible pour étudier la rhéologie des minéraux du manteau. Elle reste aujourd'hui très utile en complément des essais réalisés sous hautes pressions.

Dans le *chapitre I* nous présentons les structures des grenats et de la majorite et nous résumons les travaux antérieurs sur la plasticité des grenats. Le *chapitre II* détaille les principales techniques expérimentales utilisées au cours de ce travail : la microscopie électronique en transmission (et plus précisément la diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle), mais aussi les techniques de haute pression et la spectroscopie infrarouge. Le *chapitre III* présente l'étude de $\text{Ca}_3\text{Ga}_2\text{Ge}_3\text{O}_{12}$, germanate de structure grenat dans lequel les sites cationiques sont occupés par des cations de même charge que dans les grenats naturels. Dans le *chapitre IV*, nous étudions la déformation expérimentale de grenats en presse multi-enclumes par l'observation des microstructures de déformation générées sous pression dans une large gamme de température. Le *chapitre V* est consacré à l'étude des microstructures de grenats déformés dans la nature et à leur comparaison avec celles des grenats déformés expérimentalement. Le *chapitre VI* aborde l'étude des dislocations dans le grenat majorite. Dans ce but, nous comparons les microstructures d'échantillons issus d'une météorite fortement choquée (Acfer) avec celles d'échantillons synthétisés en presse multi-enclumes. Nous discutons l'ensemble de ce travail dans le *chapitre VII*.

Chapitre I

Généralités sur les grenats

I.1. Structure grenat

I.1.1. Description

La structure grenat (groupe spatial Ia3d) est cubique centrée et contient huit unités de formule $X_3 Y_2 Z_3 O_{12}$. Le réseau oxygène ne peut être assimilé à une structure compacte, il doit plutôt être décrit en termes de polyèdres de coordination. La structure consiste en une alternance de tétraèdres ZO_4 et d'octaèdres YO_6 qui se partagent les sommets pour former un réseau tridimensionnel (*figure I.1*). A l'intérieur de celui-ci, les cavités peuvent être décrites comme des cubes distordus (dodécaèdres) de huit oxygènes qui contiennent les ions X. Les sites de même coordination sont occupés par le même type de cations, et les cations de plus grand rayon ionique occupent les sites dodécaédriques.

La structure peut également être décrite en terme d'empilement tridimensionnel de cylindres (*figure I.2*) qui sont en contact mais ne se coupent pas (O'Keefe et Andersson, 1977). Cette approche rend compte de la distorsion et de la rotation des octaèdres suivant $\langle 111 \rangle$.

Nous distinguerons par la suite les grenats 2-3-4 et les grenats 3-3. Ces dénominations font référence à la valence des cations occupant les polyèdres de coordination. Ainsi dans les grenats 2-3-4, les sites dodécaédriques X sont occupés par des cations chargés 2+, les sites octaédriques Y par des cations chargés 3+ et les sites tétraédriques Z par des cations chargés 4+. C'est le cas des grenats silicates. Dans le cas des oxydes de structure grenat 3-3, les sites Y et Z sont occupés par les mêmes cations trivalents et les sites X sont également occupés par des cations trivalents.

Les grenats peuvent être partagés en deux familles :

- les alumineux ou pyralspites (**pyrope**, **almandin**, **spessartine**)
- les calciques ou ougrandites (**ouvarovite**, **grossulaire**, **andradite**)

La composition, le paramètre de maille et la densité des différents types de grenat sont donnés dans le *tableau I.1*.

nom	formule	paramètre de maille (nm)	densité
pyrope	$Mg_3Al_2Si_3O_{12}$	1,146	3,58
almandin	$Fe_3Al_2Si_3O_{12}$	1,153	4,32
spessartine	$Mn_3Al_2Si_3O_{12}$	1,162	4,19
ouvarovite	$Ca_3Cr_2Si_3O_{12}$	1,200	3,83
grossulaire	$Ca_3Al_2Si_3O_{12}$	1,185	3,59
andradite	$Ca_3(Fe, Ti)_2Si_3O_{12}$	1,206	3,86

tableau I.1 : Familles de grenats silicates.

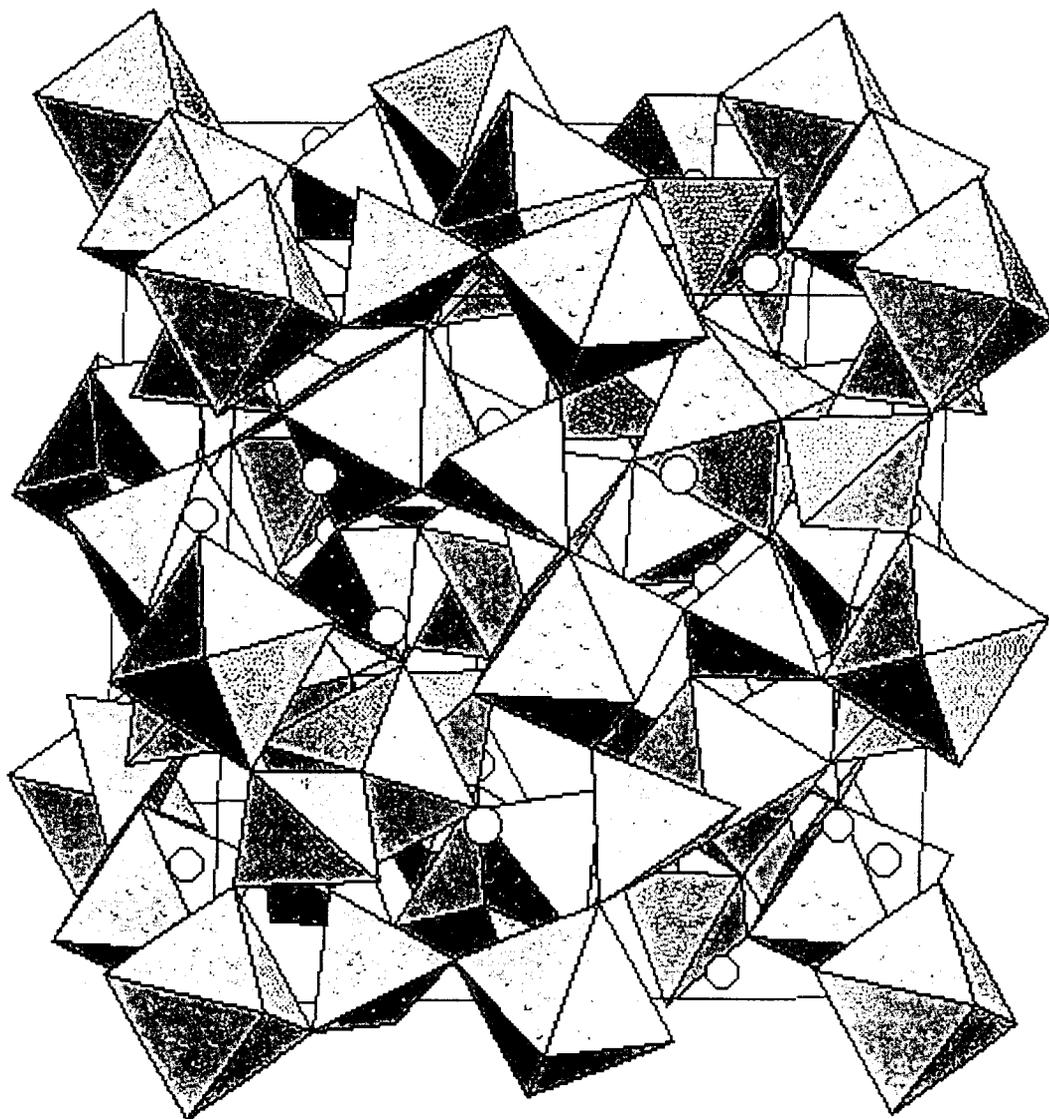


figure I.1 : Représentation de la structure grenat (les petites sphères représentent les cations en sites dodécaédriques).

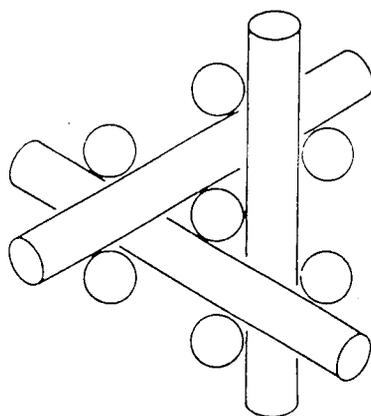


figure I.2 : Empilement de cylindres dans la structure cubique centrée (coupe selon un axe $\langle 111 \rangle$). D'après O'Keefe et Andersson (1977)

Les sites X (dodécaédriques) sont grands. Lorsqu'ils sont occupés par des cations de grand rayon ionique (Ca^{2+} par exemple), la structure grenat est stable même à basse pression. Par contre, lorsqu'ils sont occupés par des cations de petit rayon ionique (Mg^{2+} par exemple), la structure ne sera stabilisée que sous haute pression. Ainsi, les grenats ougrandites (Ca^{2+} en sites dodécaédriques) sont stables à plus basse pression que les grenats pyralspites. De même, le grenat almandin $\text{Fe}_3\text{Al}_2\text{Si}_3\text{O}_{12}$ est plus stable à basse pression que le pyrope $\text{Mg}_3\text{Al}_2\text{Si}_3\text{O}_{12}$ (le rayon ionique de Fe^{2+} est plus grand que le rayon ionique de Mg^{2+}).

Grenat dans la zone de transition : cas de la majorite

Dans la zone de transition, le pyroxène se dissout dans la structure grenat (*figure 2*). Il en résulte une chimie un peu particulière du grenat qui se trouve enrichi en silicium. Il est appelé majorite et a pour formule structurale $\text{Mg}_3(\text{Mg},\text{Si})_2\text{Si}_3\text{O}_{12}$. La présence de Mg^{2+} (qui est un plus gros cation que Al^{3+}) en sites octaédriques a pour conséquence une distorsion des octaèdres. La distorsion entraîne un déplacement du centre des tétraèdres et des dodécaèdres (mais pas des octaèdres) et donc une baisse de symétrie de la maille. Cela correspond à une petite distorsion quadratique par rapport à la symétrie cubique. Le groupe d'espace de la majorite est $I4_1/a$.

Dans $\text{Mg}_3(\text{Mg},\text{Si})_2\text{Si}_3\text{O}_{12}$, la mise en ordre partielle de Mg et Si dans les sites octaédriques (Angel et al., 1989; Phillips et al., 1992) se traduit par l'alternance de deux types d'octaèdres. Le premier type d'octaèdres est riche en Mg (jusqu'à 88%) et pauvre en Si (< 12%) tandis que le deuxième type est riche en Si (jusqu'à 88%) et pauvre en Mg (< 12%).

La majorite a été découverte en 1970 par Smith et Mason dans la météorite Coorara. Elle a également été trouvée dans les chondrites choquées des météorites de Tenham (Binns et al., 1969; Binns, 1970), Catherwood (Coleman, 1977) et de Sixiangkou (Chen et al., 1996). Elle a également été trouvée sous forme d'inclusions dans les diamants (Moore et al., 1991).

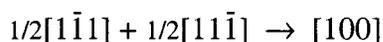
En accord avec la description de Smith et Mason (1970), la majorite est définie comme une solution solide avec au moins une partie des sites octaédriques remplis par Mg et Si et cela indépendamment de la symétrie. Ainsi, le terme majorite s'applique normalement aux grenats sursaturés en Si et non exclusivement au pôle $\text{Mg}_4\text{Si}_4\text{O}_{12}$.

I.1.2. Défauts de structure

I.1.2.1. Dislocations

Le plus petit vecteur de translation de la structure cubique centrée est $1/2\langle 111 \rangle$. On peut donc s'attendre à ce que, comme dans les métaux cubiques centrés, le glissement $\langle 111 \rangle$ domine la déformation plastique.

Les dislocations $1/2\langle 111 \rangle$ peuvent réagir entre elles et former des jonctions $\langle 100 \rangle$. Par exemple, on peut avoir la réaction suivante :



Rabier et al. (1976b) ont étudié les dissociations de dislocations possibles dans la structure grenat. Le sous-réseau de cations en sites octaédriques a le plus court vecteur de translation de la sous-structure (cubique centrée de paramètre $a/2$), ainsi les possibilités de dissociations des dislocations peuvent raisonnablement être restreintes à celles n'affectant pas le sous-réseau le plus dense. En conséquence, les vecteurs de faute possibles sont les translations du sous-réseau octaédrique. Les octaèdres d'oxygène ne se correspondent pas exactement dans de telles translations qui affectent le sous-réseau d'oxygènes et les autres sous-réseaux cationiques.

Deux types de défauts plans peuvent être associés aux translations $1/4\langle 111 \rangle$ et $1/2\langle 100 \rangle$ (ou $1/2\langle 110 \rangle$) du sous-réseau de cations en sites octaédriques. Ces défauts plans peuvent être décrits en étudiant les fautes d'empilement résultantes dans les sous-réseaux dodécaédriques et tétraédriques (Rabier et al, 1976b).

(i) la faute de vecteur $1/4\langle 111 \rangle$ est associée à un réarrangement atomique impliquant l'occupation par des cations dodécaédriques et tétraédriques de sites initialement vides (*figure I.3.a*). Cette faute est accompagnée par un changement d'énergie électrostatique.

(ii) la faute de vecteur $1/2\langle 100 \rangle$ ou $1/2\langle 110 \rangle$ est associée à une modification des sous-réseaux X et Z, elle revient en fait à échanger les positions des cations dodécaédriques et tétraédriques (*figure I.3.b*).

Dans les grenats 3-3, les cations dodécaédriques et tétraédriques sont différents mais ont la même valence. Cette faute n'entraîne donc pas de changement d'énergie électrostatique. Elle correspond uniquement à une faute d'ordre et est énergétiquement plus favorable que la faute de vecteur $1/4\langle 111 \rangle$.

Dans les grenats 2-3-4, cette faute correspond à un échange des cations bivalents avec des cations tétravalents. Elle est donc accompagnée de changement d'énergie électrostatique. Cependant, elle est probablement énergétiquement plus favorable que la faute de vecteur $1/4\langle 111 \rangle$. En effet, la faute de vecteur $1/2\langle 100 \rangle$ ou $1/2\langle 110 \rangle$ correspond à un échange de sites chargés $2+$ et des sites chargés $4+$, alors que la faute de vecteur $1/4\langle 111 \rangle$ entraîne un échange entre des sites non chargés et des sites chargés $2+$ ou $4+$.

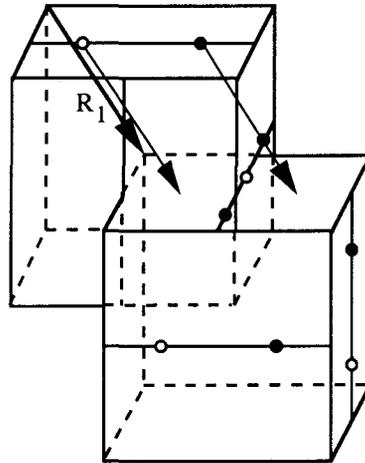


figure I.3.a : Ordres cationiques se déduisant l'un de l'autre par une translation $R_1 = 1/4\langle 111 \rangle$ (d'après Rabier et al., 1976b).

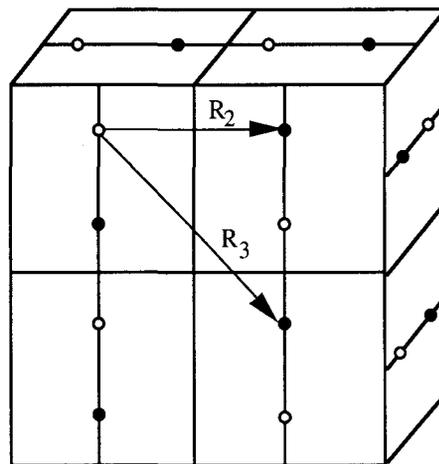


figure I.3.b : Ordres cationiques se déduisant l'un de l'autre par une translation $R_2 = 1/2\langle 100 \rangle$ ou $R_3 = 1/2\langle 110 \rangle$ (d'après Rabier et al., 1976b).

I.1.2.2. Macles dans la majorite quadratique

Angel et al. (1989) rapportent deux types de macles dans la majorite : des macles par pseudo-symétrie et des macles par mérièdrie.

Une macle par pseudo-symétrie (*figure I.4.a*) peut apparaître lorsque le cristal possède presque un élément de symétrie (par exemple, un cristal quadratique dont le rapport a/c est voisin de 1, possède presque un axe ternaire, il est pseudo-cubique). Les deux cristaux de part et d'autre de la macle se déduisent l'un de l'autre par l'opération de ce pseudo élément de symétrie. Le défaut à deux dimensions qui forme l'interface entre les deux cristaux est une paroi de macle. De telles macles peuvent être produites lors de la croissance du cristal, au cours d'une transformation de phase ou sous l'action d'une contrainte mécanique.

Dans le cas d'une macle par mérièdrie (*figure I.4.b*), les deux cristaux de part et d'autre de la paroi ont rigoureusement un réseau commun et le cristal est moins symétrique que son réseau.

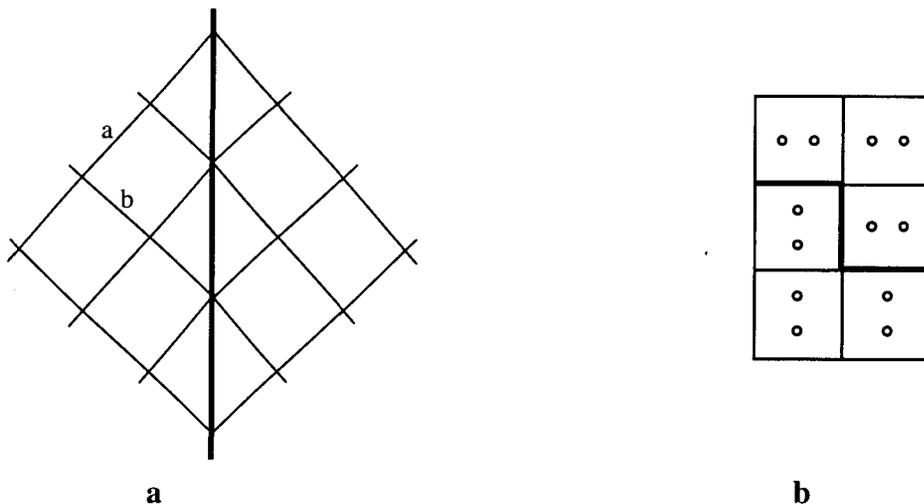


figure I.4 : a) Macle par pseudo-symétrie. b) Macle par mérièdrie.

(d'après Willaime, 1987)

Dans la majorite de symétrie quadratique, ces macles sont interprétées comme des signes d'une transition de phase de la symétrie cubique à la symétrie quadratique pendant la trempe (Angel et al., 1989).

I.2. Travaux antérieurs sur la déformation des grenats

La déformation des grenats a été peu étudiée jusqu'à présent. Une des raisons en est que les grenats sont cubiques et donc optiquement isotropes. Par conséquent, les microstructures de déformation ne peuvent pas être étudiées par microscopie optique.

D'autres techniques ont cependant permis de mettre en évidence la déformation plastique dans les grenats. Dès 1968, Dalziel et Bailey ont utilisé les distorsions des taches de diffraction (en Laue) pour révéler la déformation dans des roches mylonitiques. Cette déformation plastique est reliée à la texture de la roche. La même technique a été utilisée par Ross (1973) pour expliquer l'origine de la forme aplatie des grenats dans une mylonite de Colombie britannique. Une approche très différente a été développée par Carstens (1969, 1971). Les grenats sont attaqués chimiquement par une solution à 20% de HF (24 h à température ambiante). La dissolution du cristal, lente, se produit de manière sélective sur les défauts, en particulier à partir des dislocations. Le coeur de la dislocation est ainsi attaqué sur toute sa longueur et le petit canal ainsi formé est visible en microscopie optique. Les images montrent les microstructures de dislocations dans le volume et à une échelle relativement large. En particulier, Carstens, a étudié les enchevêtrements de dislocations et les cellules de déformation dans un grenat riche en pyrope provenant d'une péridotite (Carstens, 1969); il a également mis en évidence la relaxation plastique dans une matrice de grenat (pyrope) autour d'inclusions de pyroxènes (Carstens, 1971). Cette technique a l'avantage de fournir des informations précieuses sur la mésostructure. Par contre, elle ne permet pas de caractériser les dislocations et d'identifier les systèmes de glissement. Ces caractérisations seront menées à bien grâce aux études en MET sur lesquelles nous reviendrons plus loin.

Quelles sont les propriétés mécaniques des grenats ? La plupart des études disponibles à ce jour ont porté sur le comportement au fluage haute température d'oxydes à structure grenat. Les paramètres rhéologiques, tels l'exposant de contrainte n et l'énergie d'activation Q (qui peut être reliée à la diffusion de l'espèce la plus lente du cristal) ont été déterminés par des essais à vitesse de déformation constante et des essais de fluage. Ces paramètres rhéologiques diffèrent suivant les études.

Dans $Gd_3 Ga_5 O_{12}$ (GGG) monocristallin déformé suivant $\langle 100 \rangle$, Wang et al. (1996) proposent une valeur de n entre 2,9 et 3,3 et une valeur de Q entre 610 et 740 kJ/mol.

Dans $Y_3 Al_5 O_{12}$ (YAG) monocristallin, plusieurs directions de compression ont été étudiées. Suivant $\langle 100 \rangle$, Corman (1993) obtient $n = 2,7$ et $Q = 674$ kJ/mol; suivant $\langle 110 \rangle$, $n = 6,2$ et $Q = 650$ kJ/mol; suivant $\langle 111 \rangle$, $n = 5,6$ et $Q = 710$ kJ/mol. Suivant $\langle 135 \rangle$, Blumenthal et Phillips (1996) trouvent $n = 3,8$ et $Q = 596$ kJ/mol.

Dans des échantillons de $Y_3Fe_5O_{12}$ (YIG) monocristallins comprimés suivant $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$, Rabier (1979) obtient n compris entre 4 et 5 et Q entre 405 et 580 kJ / mol.

La seule étude portant sur la déformation expérimentale d'un grenat silicate (almandin) est celle de Smith (1982). Il propose n entre 4,3 et 5,1 et Q autour de 440 kJ/mol.

La plupart des auteurs soulignent la résistance au fluage élevée des grenats. Wang et al. (1996) et Karato et al. (1995) suggèrent que la grande résistance au fluage est principalement due au glissement difficile des dislocations liée à la forte contrainte de Peierls et que la résistance au glissement des dislocations contrôle la vitesse de fluage. Karato et al. (1995) postulent que cette résistance au fluage élevée peut être également appliquée à la phase haute pression du grenat (majorite) et suggèrent que les couches riches en grenat dans les zones de subduction et dans la zone de transition seraient beaucoup plus dures que les zones environnantes. Ingrin et Madon (1997) ont caractérisé les microstructures de dislocations d'un assemblage grenat-spinelle déformé naturellement, d'un assemblage grenat-spinelle déformé dans une machine de Griggs à 900°C et 0,8 GPa, et de 2 assemblages majorite-ringwoodite synthétisés respectivement à 10 GPa et 18 GPa en cellule à enclumes diamant. Dans tous les cas, le spinelle et la ringwoodite contiennent une forte densité de dislocations tandis que le grenat et la majorite sont exempts de dislocations. Ces auteurs en concluent que la majorite est plus dure que la ringwoodite environnante dans la zone de transition.

De nombreuses études portent sur la caractérisation en MET des microstructures de déformation des grenats.

Dans GGG déformé à basse température, Garem et al. (1985) observent de la microplasticité en tête de fissures avec la germination de dislocations parfaites et de dislocations partielles. Ces dernières appartiennent souvent à de larges rubans de fautes.

Les études portant sur les oxydes déformés à haute température ($T/T_m > 0,7$) sont plus nombreuses. Dans YAG, Corman (1993) observe une déformation uniforme et suggère que le mécanisme de déformation serait le fluage par dislocations. Dans YIG, Rabier et al. (1979) observent des sous-joints et les ont caractérisés de manière approfondie. Ils se sont formés à partir de dislocations de vecteur de Burgers $1/2\langle 111 \rangle$ et sont attribués à de la montée de dislocations. Des dislocations de jonctions $\langle 100 \rangle$ mais également quelques jonctions de vecteur de Burgers $\langle 110 \rangle$ sont trouvées. De telles dislocations sont dissociées en deux partielles de vecteurs de Burgers colinéaires $1/2\langle 110 \rangle$ pour diminuer leur énergie élastique. Rabier et al. (1981) suggèrent que le glissement des dislocations dans la structure grenat serait assisté par de la diffusion. Ils montrent que les dislocations de vecteur de Burgers $1/2\langle 111 \rangle$ pourraient se dissocier en deux dislocations partielles $1/4\langle 111 \rangle$ et que cette dissociation comporterait une composante coin qui rendrait le glissement des dislocations difficile.

Smith (1982) a déformé expérimentalement des grenats naturels et a observé en dessous de 820°C la présence de fissures accompagnées d'une forte densité de dislocations.

La ductilité de grenats naturels est observée par : Doukhan et al. (1994) dans des grenats d'un xénolithe ultraprofond ($P > 10$ GPa); Chen et al. (1996) dans des assemblages éclogite-coésite (2,8 GPa, 850°C), quartz-éclogite ($P > 1,4$ GPa, 750°C); Brenker (1997) dans des éclogites de métapelites (0,8 GPa, 750°C); Weber et al. (1997) dans des éclogites (2 GPa, 600°C).

Quels sont les systèmes de glissement dans la structure grenat ? Certaines études ne portent que sur les vecteurs de Burgers, surtout dans le cas des grenats silicates. Le vecteur de Burgers majoritairement trouvé est $1/2\langle 111 \rangle$: Rabier et al. (1976a) dans $Y_3Fe_5O_{12}$, Ando et al. (1993) dans des éclogites et dans des péridotites à grenat; Doukhan et al. (1994) dans des grenats d'un xénolithe ultraprofond; Brenker (1997) dans des éclogites de métapelites. Ando et al. (1993) suggèrent que l'activité des dislocations $1/2\langle 111 \rangle$ augmente avec la contrainte. Certains auteurs montrent la présence de dislocations $\langle 100 \rangle$: Doukhan et al. (1994) dans des réactions de jonctions, Rabier et al. (1979) dans des sous-joints.

Par contre, les plans de glissement sont insuffisamment établis, les seules études détaillées portent sur les oxydes à structure grenat. Le système de glissement dominant est $1/2\langle 111 \rangle\{0\bar{1}1\}$: dans les oxydes $Y_3Fe_5O_{12}$ (Rabier et al., 1976a), $Gd_3Ga_5O_{12}$ (Garem et al., 1982; Wang et al., 1996) et $Y_3Al_5O_{12}$ (Blumenthal et Phillips, 1996) mais aussi dans des éclogites de métapelites (Brenker, 1997). Les plans $\{112\}$ et $\{123\}$ semblent également activés bien qu'ils n'aient été caractérisés que dans les oxydes (Garem et al., 1982). Le système $\langle 010 \rangle\{100\}$ est également trouvé dans $Gd_3Ga_5O_{12}$ (Garem et al., 1985).

Le paramètre de maille des grenats est tel que l'on s'attend à ce que les dislocations soient dissociées. Les observations de dislocations dissociées sont cependant peu nombreuses. A basse température, des dislocations partielles $1/4\langle 111 \rangle$ ont été observés par Garem et al. (1985) dans GGG. A haute température, Rabier et al. (1981) ont observé la dissociation de dislocations $1/2\langle 111 \rangle$ en deux dislocations partielles $1/4\langle 111 \rangle$.

L'orientation préférentielle des dislocations dans les plans (110) suivant les directions $\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$ est attribuée à une dissociation hors de leur plan de glissement (Garem et al., 1982). Les configurations les plus stables correspondent à des dislocations vis (Rabier, 1979).

Nous avons vu ci-dessus que la déformation ductile se traduisait par la présence de dislocations formant des jonctions et des sous-joints (Doukhan et al., 1994; Chen et al., 1996; Weber et al., 1997; Brenker, 1997). Cependant, le mode de déformation dominant (fluage par dislocation ou par fluage par diffusion) des grenats dans la nature est très débattu. Ainsi, Ji et

Martignole (1994 et 1996) suggèrent que le grenat se déforme par fluage par dislocations. Ils ont étudié des grenats allongés dans des assemblages de quartz et de feldspath dans des mylonites de la zone de cisaillement de Morin (Québec). Ils suggèrent que le grenat est plus dur que le quartz et le feldspath à basse température ($<700^{\circ}\text{C}$) tandis qu'il serait plus ductile que le quartz et le feldspath au dessus de 900°C . Ce travail a été discuté par Den Brok et Kruhl (1996) qui proposent au contraire le fluage par diffusion aux joints de grains comme mode de déformation dominant. D'autres auteurs proposent également le fluage par diffusion comme mode de déformation. D'une part, Kleinschrodt (1996) a étudié des grenats de forme allongée dans des granulites de la croûte continentale (Highland complex, Sri Lanka) et se base sur l'absence d'orientation cristallographique préférentielle dans les grains de grenat pour rejeter l'hypothèse du fluage par dislocations comme mode de déformation. D'autre part, Azor et al. (1997) ont étudié des grenats aplatis de forme ellipsoïdale dans une zone de cisaillement (massif ibérien) et se fondent sur la zonation chimique et la forme des grains dans les trois dimensions pour proposer le fluage par diffusion comme mode de déformation.

Chapitre II

Techniques expérimentales

Ce chapitre est consacré à la présentation des outils utilisés dans cette étude :

- la microscopie électronique en transmission (MET) a constitué l'essentiel de notre travail. Nous détaillons plus particulièrement deux aspects : la technique des faisceaux faibles, qui permet l'observation fine des microstructures de déformation, et la diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle (LACBED) mise en oeuvre pour la caractérisation des dislocations.

- les techniques de haute pression (presse multi-enclumes) ont été utilisées pour la déformation expérimentale des échantillons de grenat. Bien que les échantillons n'aient pas été déformés par nos soins, nous présentons cette technique pour une meilleure compréhension de l'ensemble du travail.

- nous présentons enfin brièvement la spectroscopie infrarouge qui nous a permis de déterminer la teneur en OH des échantillons.

II.1. Microscopie Electronique en Transmission

L'analyse des microstructures de déformation en MET nécessite :

- leur observation en mode image (en champ clair, en champ sombre ou en faisceau faible). La technique en faisceau faible est abondamment utilisée dans cette étude pour l'étude des dislocations et des défauts plans qui leur correspondent.

- la caractérisation des défauts (et plus précisément le vecteur de Burgers, la direction de ligne et le plan de glissement des dislocations) qui peut se faire par la méthode classique de l'extinction du contraste, par la mesure de circuit de Burgers en microscopie électronique en haute résolution ou par la diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle.

II.1.1. Préparation des échantillons

L'interaction des électrons avec la matière étant très forte, les échantillons doivent être très minces (épaisseur inférieure à 500 nm pour une tension d'accélération de 300kV) pour être transparents aux électrons. Les échantillons sont amincis mécaniquement à 20 μm au papier abrasif (SiC), puis polis à la pâte diamant 6, 3 et 1 μm . Ils sont ensuite collés à la colle araldite sur une rondelle de cuivre percée puis ils sont soumis à un bombardement d'ions argon. Les conditions de l'amincissement ionique sont les suivantes : tension d'accélération de 5 kV, débit de 0,5 mA pour chacun des deux faisceaux, angle d'incidence compris entre 13 et 15°. L'amincissement se poursuit jusqu'à obtention de bords minces transparents aux électrons (c'est à dire inférieurs à 500 nm).

II.1.2. Observation des microstructures de déformation

La formation d'images basée sur le contraste d'amplitude (ou de diffraction) se fait en mode dit "en deux ondes". Dans ce mode, le cristal est orienté de manière à n'avoir qu'une seule famille de plans réticulaires (hkl) en position de Bragg. On peut distinguer trois modes de formation d'image :

- champ clair
- champ sombre
- faisceau faible

II.1.2.1. Champ clair / champ sombre

En champ clair, le diaphragme objectif (ou de contraste) est centré sur le faisceau transmis qui est le seul à contribuer à la formation de l'image.

En champ sombre, le diaphragme est centré sur un faisceau diffracté hkl et ainsi seuls les faisceaux élémentaires correspondants à la réflexion sélective hkl contribuent à la formation de l'image. Les zones qui diffractent apparaissent en clair.

Lorsque le cristal est en position de Bragg ($s = 0$), la largeur d'image des dislocations atteint $\xi/3$. Dans le grenat, le faible facteur de diffusion atomique de l'oxygène conduit à des distances d'extinction assez grandes (*annexe A*) ce qui implique des images de dislocations larges en conditions de Bragg (*figure II.2.a*). Pour étudier la structure fine des dislocations, nous avons donc utilisé de façon presque systématique la méthode en faisceau faible.

I.1.2.2. Faisceau faible (FF)

La technique en faisceau faible a été découverte par Cockayne et al. (1969) et permet de mettre en évidence, au voisinage d'un défaut induisant une distorsion locale de réseau, le lieu des domaines sous inclinaison de Bragg.

Lorsque le cristal est en position de Bragg, il diffracte fortement sauf aux endroits soumis au champ de contrainte des dislocations. Dans la technique en faisceau faible, on considère toujours une seule famille de plans diffractants mais on écarte le cristal de la position de Bragg. Le champ de déformation dû à la dislocation est alors utilisé pour corriger l'écart à l'orientation de Bragg (*figure II.1*).

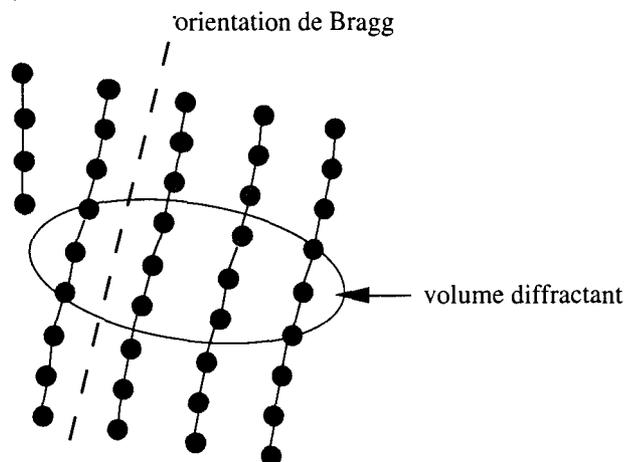
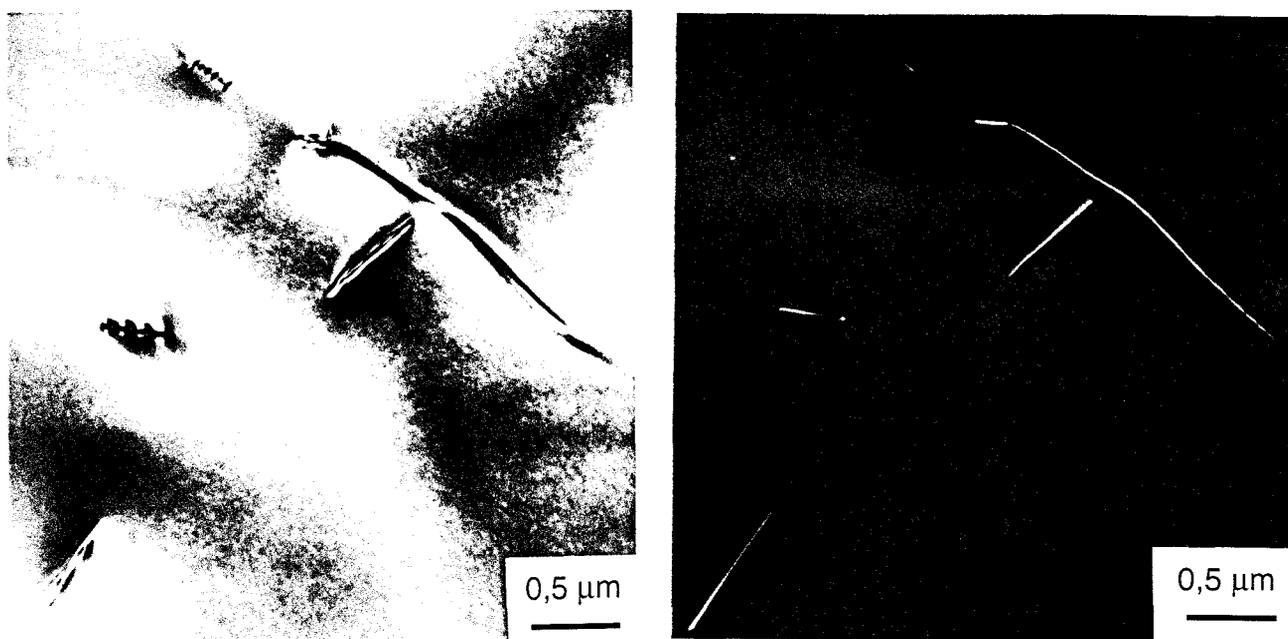


figure II.1 : Faisceau faible. "Rattrapage" de l'incidence de Bragg dans un petit volume distordu de cristal au voisinage du coeur d'une dislocation.

Plus s est grand, plus la distorsion requise est importante, et plus il faut se rapprocher du coeur de la dislocation pour trouver des plans en position de Bragg. L'image en faisceau faible

sera d'autant plus fine et d'autant plus proche de la position réelle de la ligne de dislocation que le cristal est écarté de la position de Bragg. Il faut alors veiller à ne pas exciter une autre réflexion non désirée. Ce défaut se traduit généralement en faisceau faible par un soulignement noir de la ligne de la dislocation.

La figure II.2 représente les mêmes dislocations imagées en champ clair (figure II.2.a) et en champ noir en conditions de faisceau faible (figure II.2.b).



a) champ clair

b) champ noir faisceau faible (CNFF)

figure II.2 : Dislocations dans le grenat imagée avec le même vecteur diffraction. $g = 400$

La résolution des images en faisceau faible est liée à la largeur projetée du volume de cristal en situation de Bragg. Elle n'est pas limitée par celle du microscope mais par le nombre insuffisant de centres diffuseurs.

I.1.3. Caractérisation des dislocations

II.1.3.1. Extinction du contraste

Un défaut cristallin caractérisé par un champ de déplacement \mathbf{R} perturbera localement les conditions de diffraction sauf si le déplacement est parallèle à la famille de plans réflecteurs de normale \mathbf{g} (\mathbf{g} est également appelé vecteur de diffraction), c'est à dire si :

$$\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} = 0$$

Dans le cas d'une dislocation coin (de vecteur de Burgers \mathbf{b}) en milieu élastique isotrope, l'expression analytique du champ de déplacement comporte deux termes qu'il faut annuler simultanément pour donner lieu à une extinction totale. Le critère d'extinction devient donc :

$$\begin{aligned} \mathbf{g} \cdot \mathbf{b} &= 0 \\ \mathbf{g} \cdot (\mathbf{b} \wedge \mathbf{u}) &= 0 \end{aligned}$$

Dans le cas du grenat, il est difficile d'obtenir des conditions deux ondes exactes. Le grand paramètre de maille du grenat (entre 11 et 12 Å) donne un réseau réciproque très dense et plusieurs réflexions sont fréquemment excitées simultanément. De plus, les seules réflexions qui ont de faibles distances d'extinction et qui donnent donc de bonnes conditions en "deux ondes" sont $\langle 400 \rangle$, puis $\langle 420 \rangle$ (*annexe A*). Ce faible nombre de réflexions disponibles rend délicate la caractérisation du vecteur de Burgers des dislocations par le critère de non-contraste $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$. L'interprétation des contrastes peut être ambiguë lorsque des vecteurs de diffraction \mathbf{g} de faible facteur de structure sont utilisés. Les dislocations ont donc été caractérisées par d'autres méthodes que celle de l'extinction du contraste, d'une manière générale par la diffraction électronique en faisceau convergent à grande angle (LACBED) et dans un cas particulier de dissociation où le LACBED n'était pas applicable, nous avons utilisé la microscopie électronique en haute résolution (MEHR).

II.1.3.2. Microscopie Electronique en Haute Résolution (MEHR)

La MEHR fournit des informations très localisées avec une résolution du même ordre de grandeur que le paramètre cristallin mais seule la projection de la structure est observée. L'échantillon doit être orienté de telle sorte que le faisceau électronique incident soit parallèle à un axe de zone important. L'image du réseau cristallin est formée par les interférences entre les faisceaux diffractés et le faisceau transmis.

Pour déterminer le vecteur de Burgers d'une dislocation, celle-ci doit être mis de bout, c'est à dire avec sa direction de ligne parallèle au faisceau électronique incident. On trace le circuit de Burgers autour de la dislocation et le défaut de fermeture correspond au vecteur de Burgers de la dislocation.

Les limitations de cette technique sont les suivantes :

- il faut travailler sur des zones extrêmement minces (< 10 nm).
- la ligne de dislocation doit être quasi perpendiculaire au plan de la lame pour être mise facilement de bout.
- on n'obtient qu'une projection (dans le plan du cliché) du vecteur de Burgers de la dislocation.
- si le champ de déplacement de la dislocation est susceptible de se relaxer en surface, la contribution relative des effets de relaxations en surface est plus grande en lame très mince.

Cette technique n'a été utilisée que de manière ponctuelle lors d'un séjour dans l'équipe du Professeur T.G. Sharp à l'Université de Tempe (Arizona).

II.1.3.3. Diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle (LACBED)

a) Principe

En diffraction électronique en faisceau convergent (ou encore CBED pour : Convergent Beam Electron Diffraction), on peut considérer le faisceau incident comme étant constitué de faisceaux élémentaires parallèles convergeant dans le plan objet et d'orientations différentes entre eux. Les faisceaux qui sont en position de Bragg donnent des faisceaux diffractés hkl qui apparaissent dans le plan focal de l'objectif (c'est à dire sur l'écran du microscope en mode diffraction) sous forme d'une ligne claire d'excès d'électrons hkl située dans le disque diffracté. Les électrons constituant les faisceaux diffractés ont été prélevés dans le faisceau incident (*figure II.3*). Cela se traduit par la présence dans le disque transmis d'une ligne sombre de défaut d'électrons hkl . Comme ce phénomène peut se produire pour plusieurs familles de plans réticulaires, on observe simultanément, dans le faisceau transmis plusieurs lignes de défaut.

Plus l'angle de convergence du faisceau incident est grand, plus le diamètre du disque transmis est grand et plus il y aura de ligne de défauts. Il y a donc intérêt à utiliser une grande convergence pour augmenter le nombre d'informations. Cependant, lorsque la convergence est trop importante, les disques se superposent (cliché de Kossel, *figure II.4*) ce qui entraîne une qualité médiocre des clichés dans ces zones de superposition.

Pour comprendre l'origine de cette superposition, considérons un faisceau de convergence plus forte que sur la *figure II.3*. La largeur du faisceau implique que le phénomène de diffraction peut se produire pour la famille de plans hkl et pour la famille $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$. Les faisceaux diffractés hkl et $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$ donnent dans le plan focal deux lignes d'excès d'électrons; les faisceaux transmis donnent deux lignes de défaut d'électrons. La géométrie du phénomène de diffraction entraîne la superposition des lignes de défaut hkl et d'excès $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$ ainsi que des lignes d'excès hkl et de défaut $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$. Or l'un des types de ligne a un défaut d'électrons tandis que l'autre a un excès d'électrons. La superposition de ces deux types de lignes produit donc une annulation du contraste et explique la mauvaise qualité des clichés de Kossel.

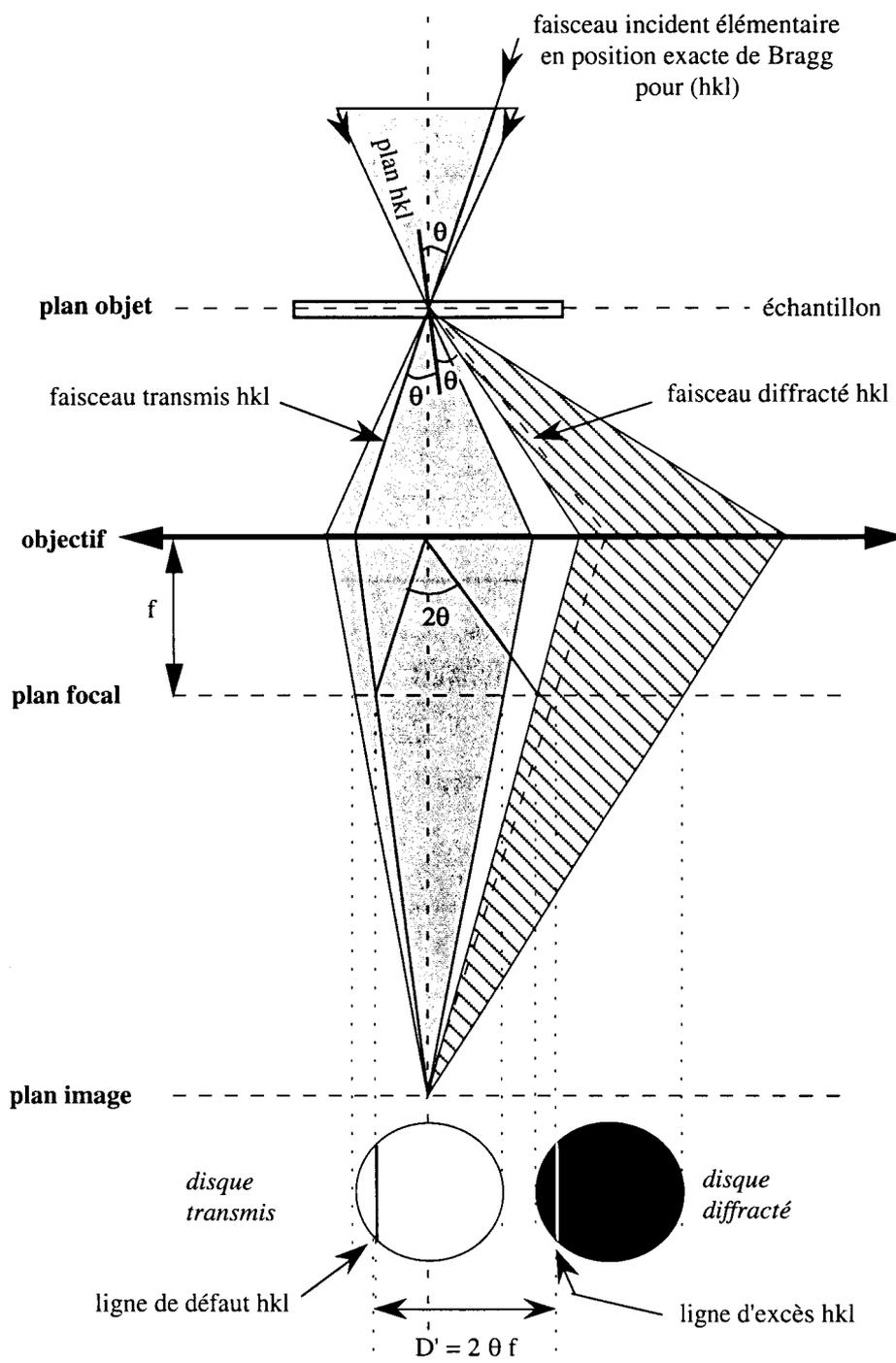


figure II.3 : Trajet optique des électrons pour la diffraction électronique en faisceau convergent (CBED). D'après Morniroli, 1998.

Il faut donc trouver un moyen d'augmenter la convergence sans qu'il y ait superposition des disques diffractés et transmis. Une des méthodes est d'éliminer un des deux disques en isolant le faisceau transmis ou le faisceau diffracté. Elle a été proposée par Tanaka (Tanaka et al., 1980) et est appelée diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle. Dans la suite nous utilisons l'acronyme anglais : LACBED (Large Angle Convergent Beam Electron Diffraction).

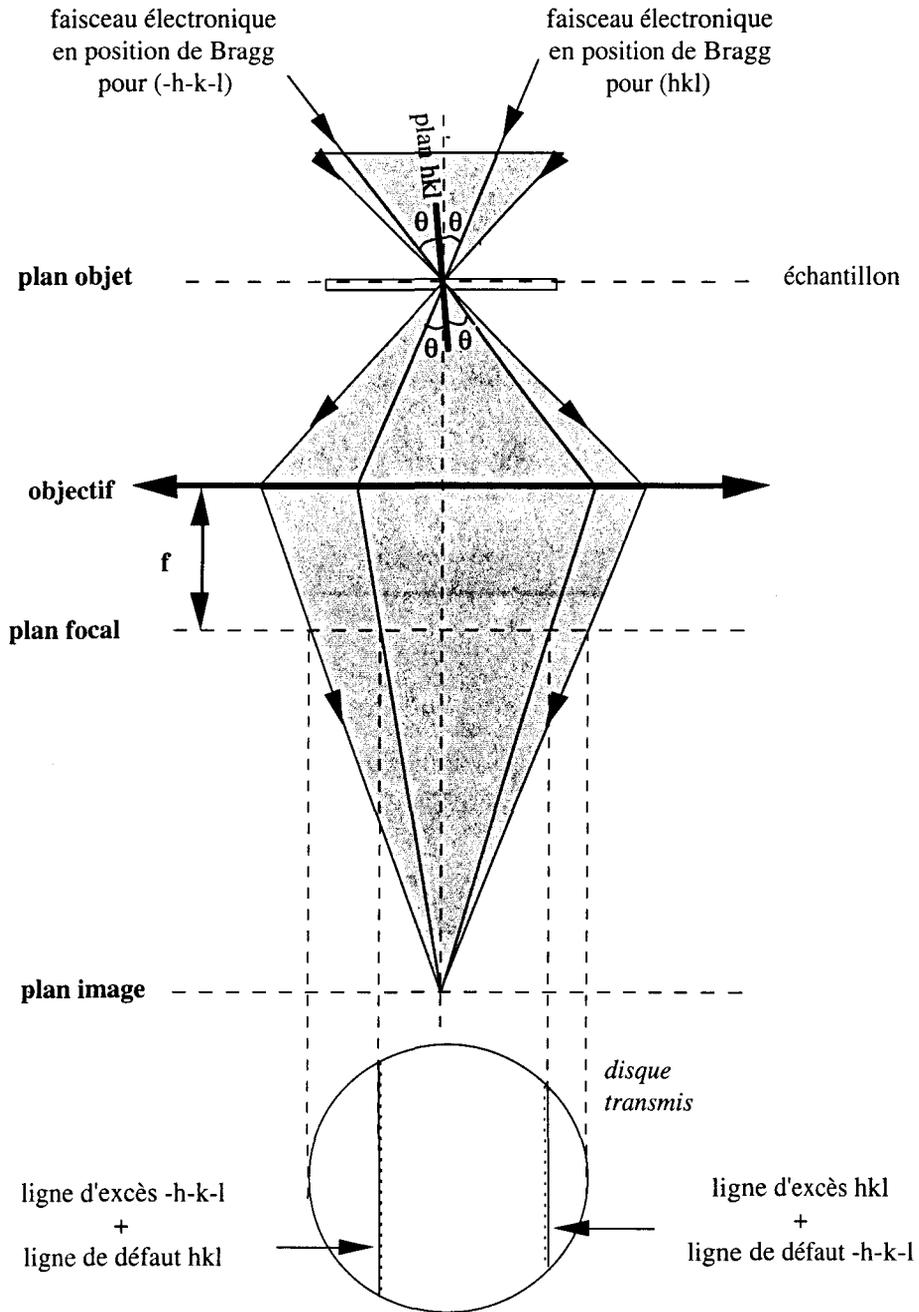


figure II.4 : Trajet optique des électrons pour le cliché de Kossel. D'après Mornioli, 1998.

Dans cette technique, le faisceau d'électrons incident a un demi-angle de convergence de l'ordre de 1 à 5° et une taille de faisceau compris entre 5 et 50 nm. Le faisceau incident est focalisé dans le plan objet de la lentille objectif. L'échantillon n'est pas placé dans le plan objet (qui est sa localisation habituelle et qui correspond à la position eucentrique de la platine goniométrique) mais il est surélevé (par exemple, il peut également être abaissé) d'une distance h (figure II.5). A cause du déplacement h de l'échantillon, les faisceaux transmis et les faisceaux diffractés hkl et $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$ sont séparés dans le plan objet de la lentille objectif ainsi que dans le plan image conjugué. Si l'on isole à l'aide du diaphragme d'aire sélectionnée le faisceau

transmis, on observe dans le plan focal de l'objectif les lignes sombres de défaut hkl et $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$ sur fond clair et le cliché sera de bonne qualité. Les lignes de défaut sont appelées lignes de Bragg car elles correspondent aux endroits de l'échantillon qui se trouvent en position exacte de Bragg.

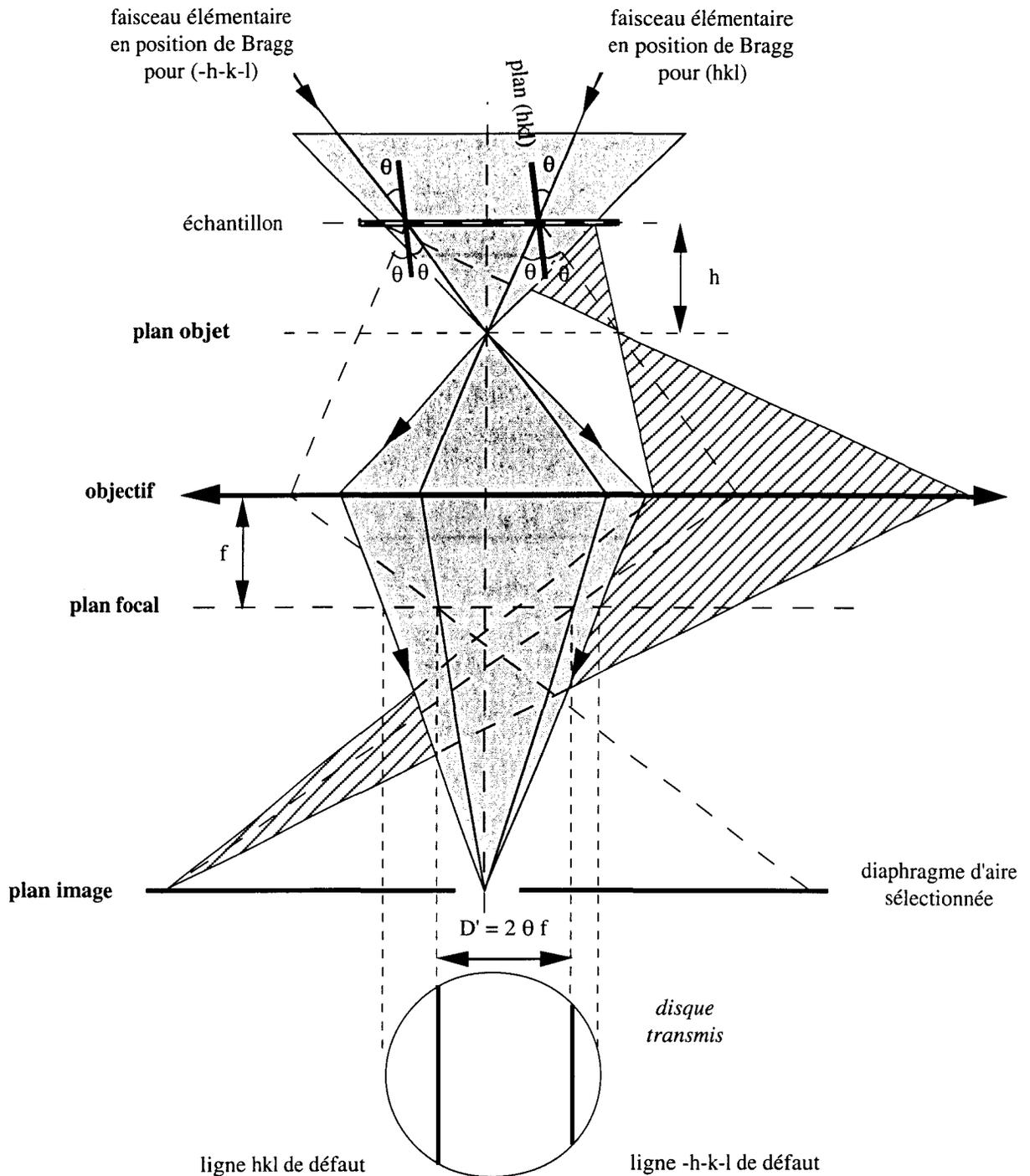


figure II.5 : Trajet optique des électrons en diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle (LACBED). D'après Morniroli, 1998.

b) Application du LACBED à la caractérisation des dislocations

Le LACBED est une méthode défocalisée et l'image de l'échantillon (qui n'est pas au point) vient se superposer au cliché de diffraction. Cette propriété permet de caractériser des défauts cristallins, par exemple le vecteur de Burgers d'une dislocation. Dans la zone du cristal autour d'une dislocation, les atomes sont déplacés par rapport à leur position dans le cristal parfait. Certains plans proches subissent donc une modification locale de leur orientation. La présence d'une dislocation affecte donc les clichés LACBED (qui sont des cartographies de l'intensité diffractée en fonction de l'orientation des plans réticulaires).

Lorsqu'une ligne de dislocation (accompagnée de son champ de déformation) croise une ligne de Bragg de vecteur de diffraction \mathbf{g} , la ligne de Bragg subit à la fois une rotation et une séparation en un système de franges (*figure II.6*). Cherns et Preston (1986) ont montré que le nombre d'interfranges n est exactement égal au produit scalaire $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$. Si l'on place la ligne de dislocation sur trois lignes de Bragg (qui ne convergent pas toutes vers le même axe de zone), on obtient trois équations linéaires du type $\mathbf{g}_i \cdot \mathbf{b} = n_i$ dont la solution unique donne le vecteur de Burgers.

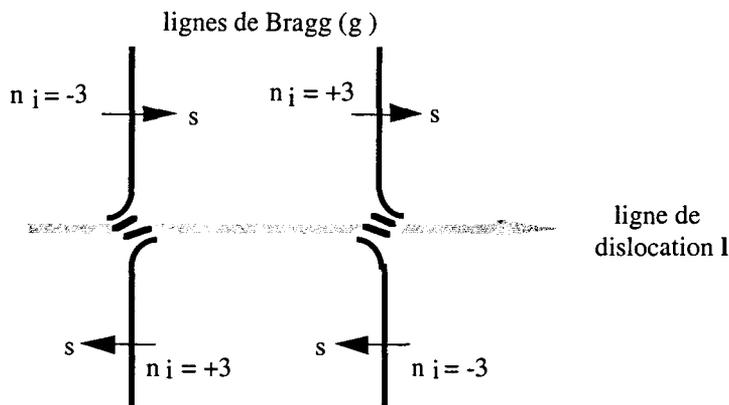


figure II.6 : Effet d'une ligne de dislocation sur une ligne de Bragg : règle de Cherns et Preston qui donne le signe de n_i en fonction de l'asymétrie du système de franges, de la direction de ligne l et de la direction de l'écart à la position de Bragg s .

Cette méthode nécessite la connaissance des paramètres suivants :

- (1) n_i , le nombre d'interfranges produites à l'intersection de la ligne de dislocation et de la ligne de Bragg \mathbf{g}
 - (2) la direction de la ligne de dislocation caractérisée par le vecteur unitaire \mathbf{u}
 - (3) les indices hkl de la ligne de Bragg \mathbf{g}
 - (4) la direction de l'écart à la position de Bragg s
- (3) et (4) sont identifiés par comparaison avec des clichés théoriques obtenus à l'aide d'un programme basé sur la théorie cinématique, qui a été spécialement conçu par J.P. Morniroli (USTL) pour cette application : Electron Diffraction.

c) Exemple de détermination du vecteur de Burgers et de la direction de ligne d'une dislocation

La première étape consiste à orienter l'échantillon pour atteindre l'axe de zone de travail. Pour cela, on utilise les lignes de Kikuchi qui apparaissent pour des zones de l'échantillon relativement épaisses et qui ont pour origine la diffusion inélastique des électrons dans le cristal. Pour obtenir le cliché de Kikuchi, on fait converger le faisceau sur une zone assez épaisse de l'échantillon (>100 nm) et on se place dans le plan focal (mode diffraction). Les axes de zones importants ($\langle 100 \rangle$ ou $\langle 110 \rangle$) sont facilement reconnaissables par le nombre important de lignes qui y convergent. Cependant, ils ne constituent pas de bons pôles de travail en LACBED car les conditions y sont trop dynamiques. On incline donc l'échantillon de manière à s'éloigner de ces pôles jusqu'à atteindre un pôle secondaire repérable par rapport aux pôles principaux et indexable grâce à des clichés de Kikuchi simulés. Les *figures II.7 et II.8* montrent le pôle [103] que nous avons souvent utilisé comme zone de travail pour l'indexation du vecteur de Burgers des dislocations. On se place ensuite en mode LACBED.

Pour déterminer le vecteur de Burgers d'une dislocation, on déplace l'échantillon jusqu'à observer l'effet de cette dislocation sur les lignes de Bragg du disque transmis. On cherche alors au moins trois lignes de Bragg (qui ne convergent pas toutes vers le même pôle) séparées par une même dislocation (*figure II.9*). L'interprétation des clichés à l'aide de la règle de Cherns et Preston (*figure II.6*) conduit de manière très fiable à l'identification du vecteur de Burgers : $1/2[1\bar{1}\bar{1}]$.

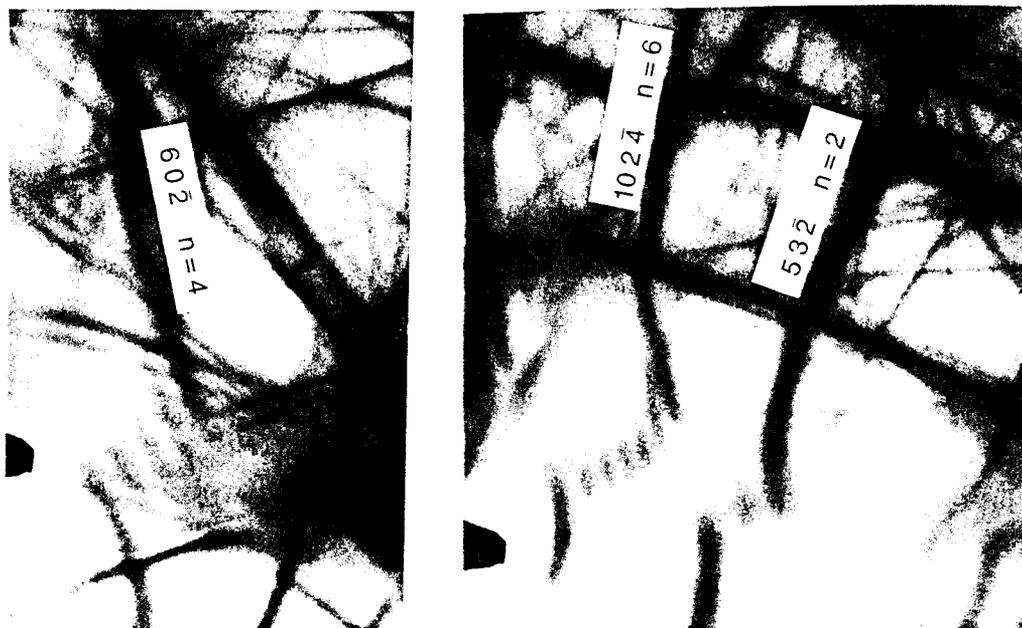


figure II.9 : Exemple de détermination par LACBED du vecteur de Burgers d'une dislocation $1/2[1\bar{1}\bar{1}]$ interceptant les lignes de Bragg $60\bar{2}$, $53\bar{2}$ et $102\bar{4}$.

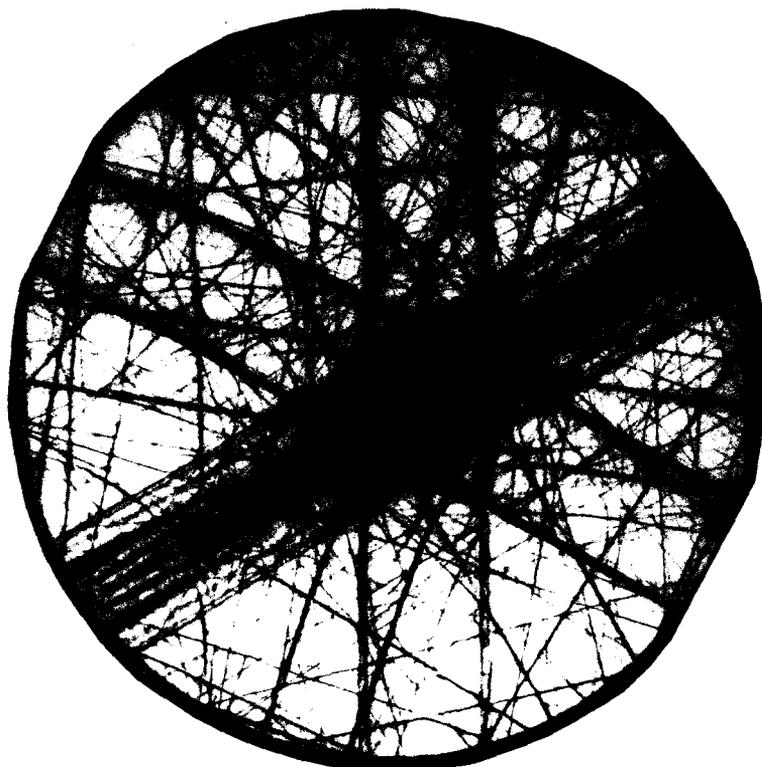


figure II.7 : Cliché expérimental d'un pôle [103] en LACBED

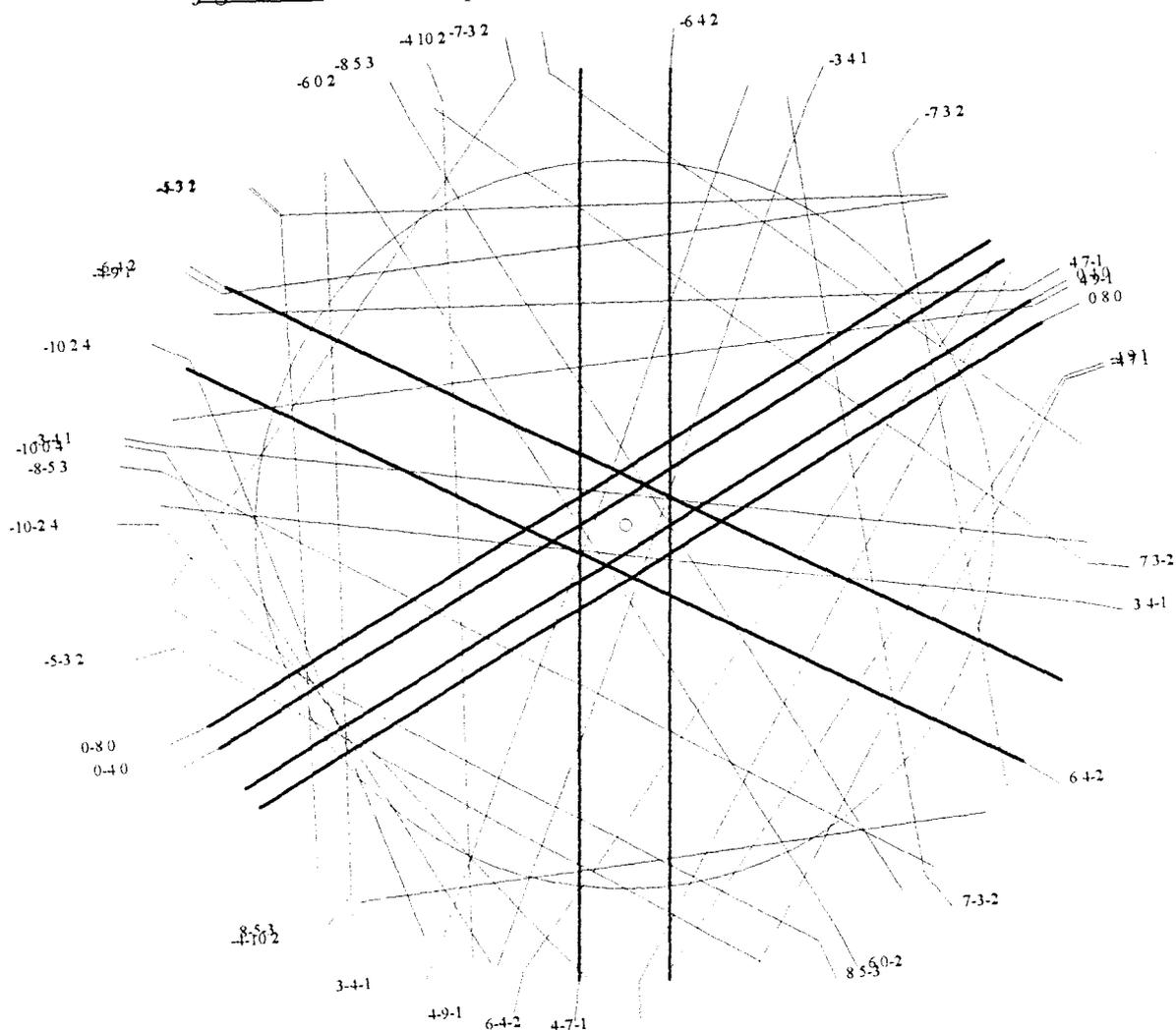


figure II.8 : Cliché simulé (Electron Diffraction) correspondant à la figure II.7.

Les clichés LACBED permettent également de déterminer la direction de ligne d'une dislocation. De manière générale, l'intersection de deux plans $h_1k_1l_1$ et $h_2k_2l_2$ contenant la ligne de dislocation donne la direction de ligne de cette dislocation (*figure II.10*).

Sur un cliché LACBED, lorsque une ligne de dislocation est contenue dans un plan ($h_1k_1l_1$), la projection de la ligne de dislocation apparaît parallèle à la ligne de Bragg $h_1k_1l_1$ (*figure II.11*). Il faut donc trouver au moins deux lignes de Bragg parallèles à la projection de la ligne de dislocation pour déterminer la direction de ligne d'une dislocation.

Cette technique n'est applicable que pour les dislocations présentant un segment rectiligne. Elle n'est donc pas adaptée pour les dislocations courbes. Une autre limite de cette technique se situe au niveau de la difficulté d'évaluation du parallélisme entre la ligne de Bragg et la ligne de dislocation.

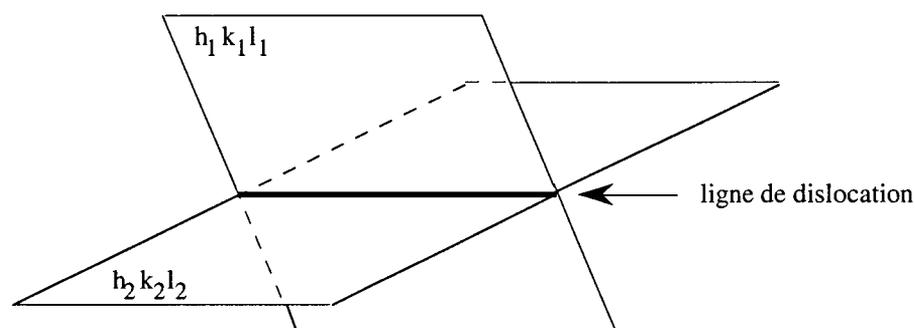


figure II.10 : Ligne de dislocation contenue dans les plans $h_1k_1l_1$ et $h_2k_2l_2$.

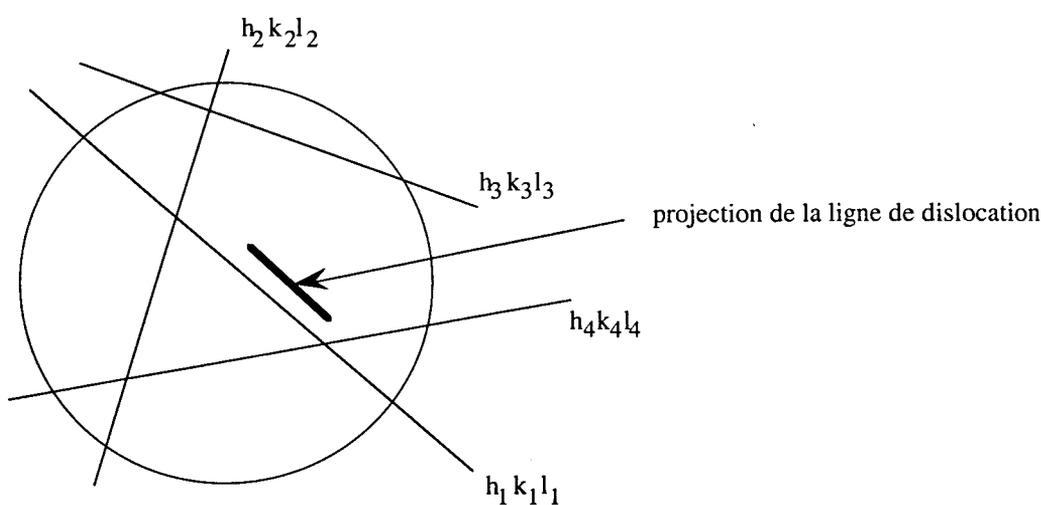


figure II.11 : Représentation simplifiée du disque transmis en mode LACBED contenant les lignes de Bragg $h_1k_1l_1$, $h_2k_2l_2$, $h_3k_3l_3$ et $h_4k_4l_4$. Cas de la ligne de dislocation parallèle à la ligne de Bragg $h_1k_1l_1$.

II.1.4. Microanalyse X

La microanalyse par dispersion d'énergie donne accès à la composition chimique; c'est le complément de la diffraction pour caractériser une phase. La faible épaisseur de l'échantillon permet une résolution spatiale très élevée (taille de la sonde de quelques nanomètres, volume minimum analysé de l'ordre de 10^{-6} mm³).

La précision de la microanalyse en MET est moins bonne que celle de la microsonde électronique conventionnelle. Les sources d'erreurs viennent principalement :

- de la correction d'absorption, elle ne peut être faite que si l'on connaît avec précision l'épaisseur de la zone analysée.
- de la cohérence imparfaite du faisceau électronique focalisé sur l'échantillon : une faible partie du faisceau irradie les zones voisines de celle que l'on veut analyser et apporte des contributions parasites à l'analyse.

Les autres sources d'incertitudes sont les mêmes que celles rencontrées pour la microsonde : calibration imparfaite de la chaîne de mesures, nécessité de déconvoluer des pics d'énergies proches et incertitude statistique qui diminue avec le taux de comptage.

Le système d'analyse utilisé (Noran, Voyager III) est équipé d'un détecteur Ge et d'une fenêtre ultra fine en parylène qui permet de quantifier les éléments légers (comme l'oxygène) avec des raies K de faible énergie.

Nous n'avons pas utilisé la méthode d'électroneutralité (Van Cappellen et Doukhan, 1994) pour réaliser la correction d'épaisseur car cette méthode ne prend pas en compte les ions OH⁻ qui peuvent être présents dans les grenats. Nous avons préféré effectuer la correction d'épaisseur en cherchant à obtenir la quantité d'oxygène du cristal parfait (60% dans le grenat).

II.2. Techniques de Haute Pression

II.2.1. Position du problème

Le but de cette étude est d'étudier la déformation plastique de phases qui ne sont stables que sous pression. Il faut pour cela disposer d'un dispositif qui permette : (i) d'appliquer une pression de confinement, (ii) de déformer plastiquement en mesurant et contrôlant la contrainte σ et la déformation ϵ (ou la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$).

Deux appareils sont actuellement utilisés en physique des minéraux et des roches : la machine de Griggs et celle de Paterson. Dans les deux cas, le principe est de comprimer avec un piston un échantillon placé dans un milieu transmettant une pression radiale P (*figure II.12*).

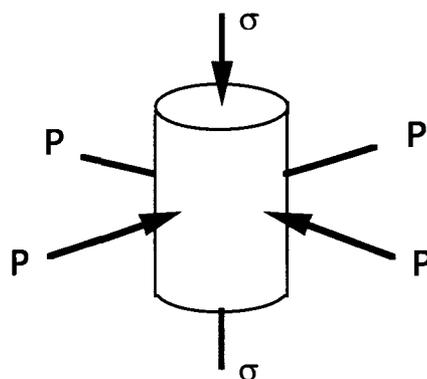


figure II.12 : Déformation plastique sous l'effet d'une contrainte σ et d'une pression de confinement P .

La machine de Griggs (Griggs et al., 1960) permet d'atteindre des températures de l'ordre de 800°C à 0,5 GPa dans un milieu transmetteur de pression solide (talc ou pyrophyllite).

Green et al. (1989) ont proposé une modification de la machine de Griggs en remplaçant le milieu transmetteur de pression par du sel (NaCl) fondu. Cet assemblage permet de travailler dans des gammes de pressions et de températures respectivement de 0,6 - 3,2 GPa et de 800 - 1400°C.

Paterson (1970) a étudié une amélioration de l'assemblage en utilisant un fluide (argon) comme milieu transmetteur de pression. Les frictions étant beaucoup plus faibles que pour un milieu transmetteur de pression solide, la contrainte et la déformation de l'échantillon peuvent être mesurées plus précisément. Les pressions atteintes sont 0,1 - 0,5 GPa et les températures de l'ordre de 1000°C.

La limitation en pression de ces machines de déformation est due à la résistance mécanique du matériau constituant le piston et la cellule de pression (~ 4 GPa pour le carbure de tungstène).

La déformation de minéraux du manteau terrestre nécessite des pressions élevées (> 3 GPa) qui ne sont pas accessibles dans les machines de Griggs et de Paterson. Il est donc nécessaire de se tourner vers d'autres techniques permettant d'atteindre des pressions supérieures.

II.2.2. Obtention des conditions (P,T) du manteau

Deux techniques permettent de reproduire les conditions de pression et température du manteau: la presse multi-enclumes et la cellule à enclumes de diamants. Des progrès considérables ont été réalisés ces dernières années dans ce domaine. Ces techniques sont utilisées pour synthétiser des phases de haute pression en vue de caractériser leur densité, leurs propriétés acoustiques, électriques et spectroscopiques.

Les caractéristiques de la presse multi-enclumes et de la cellule à enclumes de diamants sont reportées dans le *tableau II*.

paramètres	presse multi-enclumes	cellule à enclumes de diamants
pression	manteau supérieur et zone de transition (jusqu'à 25 GPa)	tout le manteau (jusqu'à 135 GPa)
température	bien contrôlée (jusqu'à 2500°C)	mal contrôlée (entre 2000 et 3000°C)
taille de l'échantillon	grand (environ 2 mm de diamètre et 3 mm de hauteur pour assemblage 18/12)	petit (environ 20 µm d'épaisseur et 100 µm de diamètre)

tableau II: Caractéristiques de la presse multi-enclumes et de la cellule à enclumes diamant.

Le champ de stabilité du grenat étant restreint au manteau supérieur, notre choix s'est tout naturellement porté sur la technique de presse multi-enclumes. Nous bénéficions ainsi d'un bon contrôle de la température et d'une charge expérimentale d'assez grande taille compatible avec l'étude de microstructures de déformation.

II.2.3. Technique multi-enclumes

Les presses multi-enclumes sont constituées de deux systèmes d'enclumes. Le premier système (*figure II.13*) est fixé de manière permanente à deux blocs de guidage d'une presse hydraulique (de 2000 tonnes dans le cas de la presse de Stony Brook). Il est constitué d'une sphère en acier divisée en 6 parties. Cette sphère possède en son centre une cavité cubique (d'arête 60 mm pour une presse 2000 tonnes) qui contient le deuxième système d'enclumes. Une pression hydraulique de 180 MPa correspond à une force axiale de 2000 tonnes et génère une pression de 3 GPa à l'interface entre le premier et le deuxième système d'enclumes.

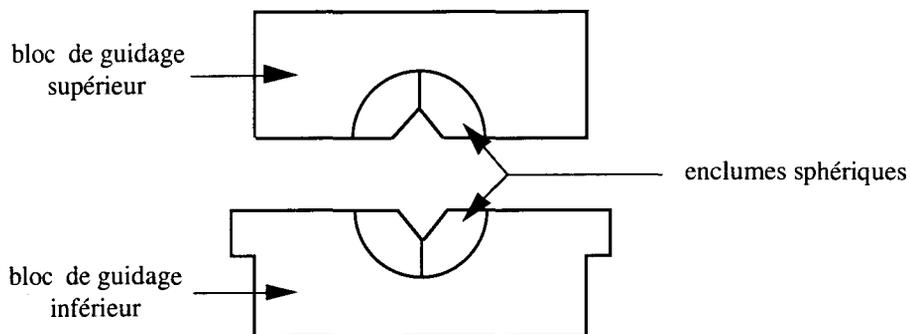


figure II.13 : Schéma du premier système d'enclumes.

Le second système d'enclumes (*figure II.14*) est assemblé hors de la presse et consiste en huit cubes de carbure de tungstène séparés par des joints en pyrophyllite. Chaque cube a un coin tronqué en une face triangulaire et les huit troncutures forment une cavité octaédrique dans laquelle se trouve le milieu transmetteur de pression. Ce milieu est un octaèdre (en MgO semifritté ou en pyrophyllite) de dimensions ajustées à la cavité octaédrique. Cet octaèdre contient l'échantillon qui est cylindrique. Les joints en pyrophyllite permettent d'éviter l'extrusion de l'octaèdre pendant le maintien sous pression et de stabiliser le déplacement des cubes.

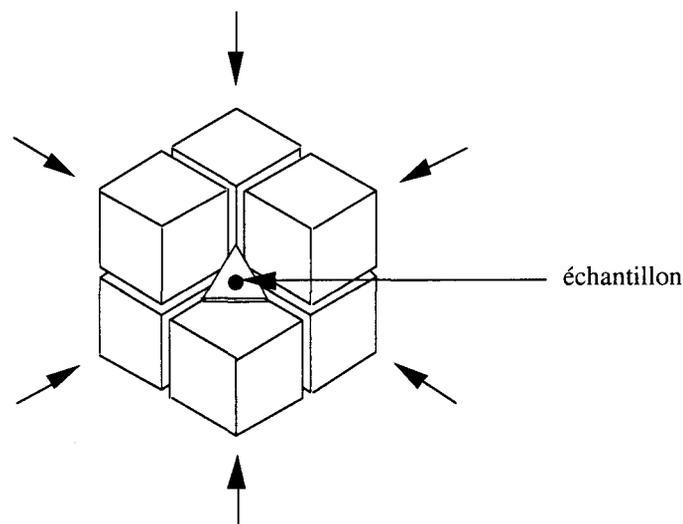


figure II.14: milieu transmetteur de pression au centre des cubes en carbure de tungstène

La *figure II.15* représente une coupe d'un assemblage type.

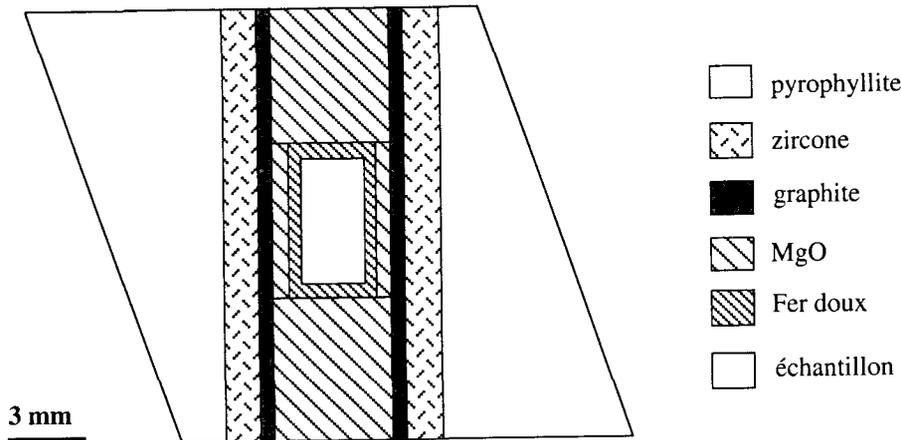


figure II.15 : Coupe d'un assemblage type "simplifié".

L'échantillon est entouré, par exemple, d'une capsule de fer doux qui se scelle pendant la montée en pression. Le rôle de la capsule de fer est de réduire le gradient de température à l'intérieur de l'échantillon et d'isoler chimiquement l'échantillon de toute contamination. La capsule de fer est entourée de MgO, qui constitue le milieu de confinement. MgO isole le four en graphite du fer métallique et permet une bonne conduction thermique. L'isolation thermique par rapport à l'extérieur est réalisée par une gaine en zircone.

Lorsque la température augmente, la combinaison de plusieurs effets peut conduire soit à une augmentation, soit à une diminution de pression par rapport à la calibration réalisée à température ambiante. Une transformation vers une phase plus dense ou la déshydratation de l'échantillon, la compaction et la diminution de la résistance au cisaillement du milieu transmetteur de pression pendant la compression à haute température entraînent une diminution de la pression dans l'assemblage. Par contre, le chauffage de la cellule augmente le volume de la cellule par dilatation thermique et compense (partiellement ou totalement) la diminution de pression.

Dans la cellule 18/12 en pyrophyllite, il y a une augmentation de pression (due à l'écoulement et la relaxation du milieu transmetteur de pression) de 0,5 GPa pour des essais durant deux heures ou plus (Lu, 1990).

Le contrôle de la contrainte différentielle se fait uniquement par le milieu transmetteur de pression. Même lorsque l'assemblage est conçu pour obtenir des conditions de pression hydrostatiques, la résistance au cisaillement finie du milieu transmetteur de pression entraîne

des contraintes différentielles. La quantification de cette contrainte non-hydrostatique est assez mal connue. Wang et al. (1988) et Ingrin et Liebermann (1989) ont montré que la contrainte différentielle n'excédait pas 0.4 GPa.

L'adaptation réalisée dans le cadre de ce travail afin de déformer plastiquement l'échantillon sera présentée dans le *chapitre IV* (voir *figure IV.1* pour l'assemblage modifié).

II.3. Mesure de OH dans le grenat par spectroscopie infrarouge (IR)

Nous avons utilisé la spectroscopie IR pour déterminer la teneur en ions OH⁻ dans nos échantillons. C'est la technique la plus utilisée pour caractériser l'eau ou les groupements OH dans les minéraux en raison de sa grande sensibilité.

II.3.1. Principe

La spectroscopie IR est une méthode sensible à la liaison chimique et apporte des informations sur les états moléculaires. Le champ électromagnétique incident interagit avec les dipôles oscillants des molécules et les fréquences absorbées correspondent aux différences d'énergie sur les niveaux de vibration du système. On aura absorption uniquement pour les modes de vibration (élongation et flexion) changeant le moment dipolaire de la molécule.

L'intensité transmise I suit la loi de Beer-Lambert :

$$I = I_0 \exp(-c \varepsilon_i t)$$

où I_0 est l'intensité incidente (avant traversée de l'échantillon), c est la concentration de l'espèce absorbante, ε_i est le coefficient d'absorption du cristal et t est l'épaisseur de l'échantillon.

Un spectre IR représentera l'intensité relative I / I_0 du faisceau lumineux transmis à travers l'échantillon en fonction de la longueur d'onde.

Pratiquement, la mesure de la quantité d'eau se fait à partir de l'absorbance intégrale A_i (aire du pic) :

$$A_i = \int \ln(I_0 / I) dn$$

On ramène l'absorbance à une épaisseur unité d'échantillon (traditionnellement 1 cm en minéralogie) :

$$\alpha_i = A_i / t \quad (\text{en cm}^{-2})$$

La loi de Beer-Lambert stipule que cette relation est linéaire : $\alpha_i = \varepsilon_i \cdot c$

Le coefficient d'absorption molaire ϵ_i dépend de la matrice et doit être déterminé par des calibrations préalables. La concentration en poids "d'eau" ($\text{H}_2\text{O} + \text{OH}$) est finalement donné par:

$$c = \frac{1.8\alpha_i}{\epsilon_i r}$$

où ρ est la densité du cristal.

II.3.2. Technique

Les spectres ont été enregistrés avec un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (Perkin Elmer 2000). Dans cette méthode tous les éléments spectraux transmis par l'échantillon sont reçus simultanément par le détecteur. Le spectromètre possède un diaphragme de 100 μm . L'absorption mesurée est une moyenne de cette zone.

La détection des ions OH est délicate car il faut différencier ceux contenus dans l'atmosphère et ceux présents dans l'échantillon. Les mesures sont donc effectuées dans une enceinte purgée de la vapeur d'eau et du dioxyde de carbone et dont l'atmosphère est contrôlée. L'échantillon est positionné grâce à un microscope relié à une caméra et un écran vidéo.

II.3.3. Analyse de OH dans les grenats

Dans les grenats, les vibrations d'élongation des groupements OH se traduisent par des pics entre 3200 et 3700 cm^{-1} ("bande des 3 microns"). La vibration de flexion de H_2O se traduit par une large bande d'absorption vers 1600 cm^{-1} , la première harmonique apparaît donc vers 3200 cm^{-1} . En pratique, nous nous plaçons donc entre 2500 et 4000 cm^{-1} .

Le choix des coefficients ϵ_i est important dans la détermination de la teneur en eau. Ces coefficients varient beaucoup suivant la composition du grenat. Ainsi, Aines et Rossmann (1984, 1991) ont montré que la spessartine et le grossulaire ont un coefficient ϵ_i compris entre 5000 et 6000 $\text{l.mole}^{-1}.\text{cm}^{-2}$ tandis que les spessartine-almandin et pyrope-almandin ont un coefficient ϵ_i de 200 à 500 $\text{l.mole}^{-1}.\text{cm}^{-2}$. Les grenats étudiés dans cette étude ne correspondent généralement pas à des pôles purs, le choix des coefficients a donc été délicat. Nous avons pris une valeur moyenne de ϵ_i de 300 $\text{l.mole}^{-1}.\text{cm}^{-2}$ pour tous les grenats pyralpites et de 5000 $\text{l.mole}^{-1}.\text{cm}^{-2}$ pour les grenats ayant une composante grossulaire dominante.



Chapitre III

Etude de la plasticité de

Ca₃Ga₂Ge₃O₁₂

Ce chapitre est consacré à l'étude d'un germanate à structure grenat $\text{Ca}_3\text{Ga}_2\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ déformé en fluage à haute température. L'intérêt de cet analogue réside dans le fait que les sites sont remplis par des cations de même charge que dans les grenats naturels. Les microstructures de déformation sont caractérisées en MET.

Cette partie fait l'objet d'une publication qui a été soumise en février 1998 à la revue *Journal of Material Science* :

Voegelé V., Liu B., Cordier P., Wang Z., Takei H., Pan P. and Karato S., High temperature creep in a 2-3-4 garnet : $\text{Ca}_3\text{Ga}_2\text{Ge}_3\text{O}_{12}$.



III.1. Introduction

III.1.1. Approche des analogues

Les essais mécaniques traditionnels consistent à appliquer une sollicitation contrôlée au matériau (contrainte, vitesse de déformation,...) et à mesurer sa réponse (déformation, contrainte,...). On peut alors déduire de ces essais les lois rhéologiques et les paramètres thermodynamiques de la déformation plastique. Sous pression de confinement, ces essais ne sont réalisables que dans une machine de Paterson ou dans une machine de Griggs. Le domaine de pression accessible pour ces appareils est trop restreint pour aborder la plasticité des minéraux de la Terre profonde.

Une autre approche possible pour l'étude de la déformation plastique est basée sur les analogues. Elle a été largement développée dans le domaine des sciences de la Terre. Les analogues sont des cristaux stables à plus basse pression et possédant la même structure et le même type de liaisons.

Cette approche a été proposée par Frost et Ashby (1982) pour des cristaux de structure NaCl (LiF, MgO, FeO, CoO, ...), par Poirier (1983) avec KZnF_3 , un analogue de la pérovskite et par Karato (1989) avec des grenats $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ et $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$.

Les mécanismes fondamentaux de la déformation plastique dépendent de la nature des liaisons chimiques et de la structure cristalline. Par exemple, lorsque la déformation plastique est engendrée par le glissement des dislocations dans des plans cristallographiques denses, des matériaux analogues devront avoir des dislocations de même vecteur de Burgers et les mêmes plans de glissement. Par contre, la dissociation des dislocations (qui dépend de l'énergie de faute) ainsi que la mobilité et la structure de coeur des dislocations (qui dépendent de la force des liaisons) peuvent être différentes entre analogues.

Il est maintenant établi que les germanates sont de bons analogues des silicates pour les relations de phase. Leur intérêt vient du fait que les phases de hautes pressions des germanates sont presque toujours stables à partir de pressions beaucoup plus faibles que celles des silicates correspondants. Cette particularité a notamment été largement utilisée dans le cas de l'étude des phases de hautes pressions de l'olivine (wadsleyite, ringwoodite) à l'aide des composés Mg_2GeO_4 (Goldschmidt, 1931), Mn_2GeO_4 (Morimoto et al., 1970), MgMnGeO_4 , FeMnGeO_4 , CoMnGeO_4 (Ringwood et Reid, 1970). Une étude récente (Dupas-Bruzek et al., 1998a) a d'ailleurs souligné le fait que Mg_2GeO_4 est un bon analogue de la ringwoodite pour la déformation plastique.

III.1.2. Choix de $\text{Ca}_3\text{Ga}_2\text{Ge}_3\text{O}_{12}$

La plasticité des oxydes à structure grenat a déjà fait l'objet d'études détaillées. Ainsi Rabier et al. (1976b) ont étudié le comportement plastique à haute température de monocristaux de $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ (YIG). Ils ont montré que l'énergie électrostatique devait jouer un rôle important sur la dissociation des dislocations en contrôlant la nature des fautes d'empilement.

Ils ont proposé deux types de fautes d'empilement dans la structure grenat : une faute de vecteur de déplacement $1/4\langle 111 \rangle$ et une faute d'ordre de vecteur de déplacement $1/2\langle 100 \rangle$ (ou $1/2\langle 110 \rangle$). Cette dernière est associée à une modification des sous-réseaux dodécaédriques (sites X) et tétraédriques (sites Z). Dans les oxydes 3-3, dans lesquels tous les sites sont remplis par des cations trivalents, elle n'est pas accompagnée de changement de l'énergie électrostatique. D'autre part, la faute de vecteur de déplacement $1/4\langle 111 \rangle$ est associée à un réarrangement atomique impliquant l'occupation par des cations de sites initialement vides. Cette dernière faute entraîne un changement de l'énergie électrostatique et est moins favorable que la faute d'ordre dans les oxydes 3-3.

Cependant, la situation doit être différente pour les grenats 2-3-4 (*chapitre I*). Dans ces grenats, la modification des sous-réseaux dodécaédriques (Y) et tétraédriques (Z) implique un changement dans l'énergie électrostatique contrairement aux oxydes 3-3. Une telle différence peut entraîner une différence de mobilité entre les dislocations $1/2\langle 111 \rangle$ par rapport aux dislocations $\langle 100 \rangle$ conduisant à des différences possibles dans la déformation plastique entre les grenats 3-3 et 2-3-4. Il a donc paru important d'étudier un grenat synthétique dans lesquels les sites X, Y et Z sont occupés par des cations de même charge électrique que dans les grenats naturels, ce qui est le cas du $\text{Ca}_3\text{Ga}_2\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ (Ca^{2+} en site dodécaédrique, Ga^{3+} en site octaédrique et Ge^{4+} en site tétraédrique).

III.2. Déformation expérimentale

III.2.1. Elaboration de $\text{Ca}_3\text{Ga}_2\text{Ge}_3\text{O}_{12}$

Un monocristal de $\text{Ca}_3\text{Ga}_2\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ a été élaboré par la méthode de Czochralski par le professeur H. Takei à l'Université d'Osaka (Japon). Les réactifs CaCO_3 , Ga_2O_3 et GeO_2 sont mélangés et précalcinés à 1200°C pendant 40 heures dans l'air. La poudre calcinée est chargée dans un creuset et fondue à 1400°C . Les conditions de croissance du cristal sont les suivantes : la vitesse de croissance est de 2 à 4 mm / heure et la vitesse de rotation est 40 tours/mn. La pression partielle d'oxygène est de 1,2 atm pour éviter l'évaporation de GeO_2 du mélange en fusion.

Le cristal est orienté avec la méthode de Laue en réflexion et des parallélépipèdes de dimensions $2 \times 2 \times 5 \text{ mm}^3$ sont prélevés de ce cristal.

III.2.2. Conditions expérimentales

L'orientation, la préparation et la déformation des échantillons ont été conduites par Z. Wang en séjour post doctoral dans l'équipe du professeur S.I. Karato (Université du Minnesota). Deux types d'essais ont été réalisés : des essais à vitesse de déformation constante (*tableau III.1*) et des essais de fluage (*tableau III.2*). Ils sont effectués à haute température, dans l'air, dans un four en MoSi_2 . La direction de compression est parallèle aux axes $\langle 100 \rangle$ ou $\langle 110 \rangle$. Les pistons sont en SiC et, pour éviter des réactions chimiques entre les pistons et l'échantillon, on insère des disques minces de corindon entre les pistons et l'échantillon. Aucune déformation des pistons n'est observée dans ces conditions de déformation.

Les essais à vitesse de déformation constante (*tableau III.1*) permettent de déterminer les paramètres rhéologiques n et Q de la loi de fluage.

essai	T (°C)	$\dot{\epsilon} (10^{-6} \text{ s}^{-1})$	σ (MPa)	orientation
D1-1	1250	2	221	(100)
D1-2	1250	4	284	(100)
D1-3	1250	8	346	(100)
D2-1	1250	2	224	(110)
D2-2	1250	4	289	(110)
D2-3	1250	8	347	(110)
D3-1	1200	4	386	(100)
D3-2	1295	4	225	(100)
D4-1	1200	4	404	(110)
D4-2	1300	4	226	(110)

tableau III.1 : conditions expérimentales des essais à vitesse de déformation constante (les valeurs des contraintes sont celles atteintes en régime stationnaire)

Les essais de fluage (*tableau III.2*) ont été réalisés en vue de caractériser les microstructures de déformation en MET.

essai	T(°C)	σ (MPa)	$\dot{\epsilon} (10^{-6} \text{ s}^{-1})$	ϵ (%)	orientation
D5	1300	200	4	7,6	(100)
D6	1300	173	1,3	11,1	(110)
D7	1300	170	5,8	5,2	(100)
D8	1300	170	0,76	6,5	(110)

tableau III.2 : conditions expérimentales des essais de fluage

Des informations complémentaires concernant l'essai D5 figurent dans le tableau III.3.

$\dot{\varepsilon}$ (10^{-6} s^{-1})	ε (%)
1,81	1,02
1,98	2,06
2,07	2,86
2,23	4,15
2,50	5,85
2,98	7,69
4,24	10,33

tableau III.3 : Essai D5. Données de fluage à $\sigma = 200 \text{ MPa}$ et $T = 1300^\circ\text{C}$

III.2.3. Données mécaniques

III.2.3.1. Paramètres rhéologiques

Le fluage peut être décrit par une loi générale du type :

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

où n est l'exposant de contrainte et Q l'énergie d'activation. La connaissance de n et Q nous renseigne sur les processus qui gouvernent la déformation.

Les essais à vitesse de déformation constante permettent de déterminer les paramètres n et Q de la loi de fluage. Pour cela, ont été réalisés (tableau III.1) :

(i) des essais à différentes vitesses de déformation et à même température (série D1 pour l'orientation (100); série D2 pour l'orientation (110)) pour étudier la contrainte. On trace la courbe $\ln \dot{\varepsilon} = f(\ln \sigma)$ et la pente de la droite donne l'exposant de contrainte n .

(ii) des essais à plusieurs températures et à même vitesse de déformation (essais D1-2, D3-1 et D3-2 pour l'orientation (100); essais D2-2, et D4-1 et D4-2 pour l'orientation (110)). On trace la courbe $\ln(\sigma)$ en fonction de l'inverse de la température. La pente de la droite est proportionnelle à l'énergie d'activation Q .

Les graphiques pour les deux orientations figurent en annexe B. On obtient $n = 3,1$ et $Q = 340 \text{ kJ.mol}^{-1}$.

III.2.3.2. Courbe de fluage

Dans le cas de l'essai D5 (*tableau III.3*), on peut tracer le taux de déformation en fonction du temps (*figure III.1*). On constate une très légère accélération de la déformation.

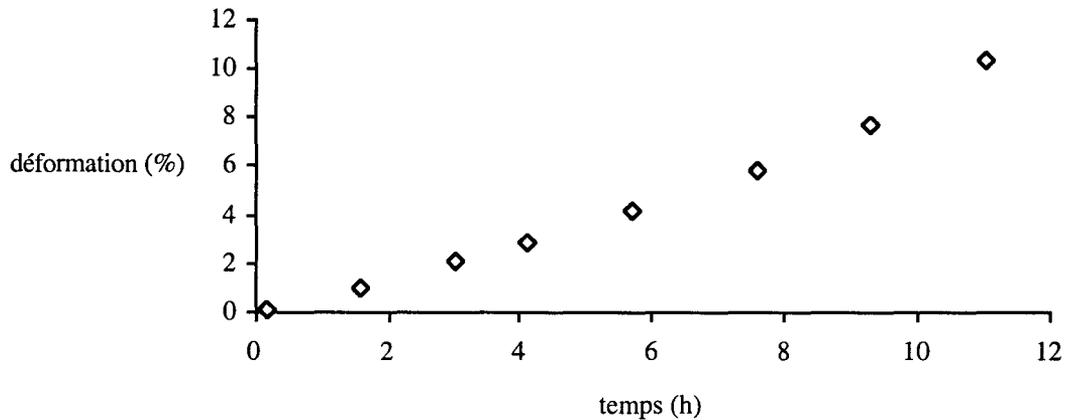


figure III.1 : Courbe de fluage pour l'essai D5.

III.3. Observations en Microscopie Electronique en Transmission

III.3.1. Matériau de départ

Le matériau de départ présente de nombreux défauts (*figure III.2*). Les plus petits apparaissent comme des points blanc ou noirs tandis que les plus gros présentent un lobe blanc et un lobe noir séparés par une ligne de non contraste. Pour déterminer si ces contrastes sont associés à des précipités ou à des petites boucles de dislocations, on étudie la direction de la ligne de non-contraste par rapport à la direction du vecteur de diffraction \mathbf{g} pour plusieurs conditions de diffraction (p 411 de Williams et Carter, 1996). Dans chacun des cas, la ligne de non contraste est perpendiculaire à \mathbf{g} (*figure III.2*). Ce comportement est caractéristique d'un contraste de déformation de la matrice autour de précipités sphériques (Ashby et Brown, 1963). Les précipités sont répartis de façon homogène dans l'échantillon et leur taille est inférieure à 15 nm.

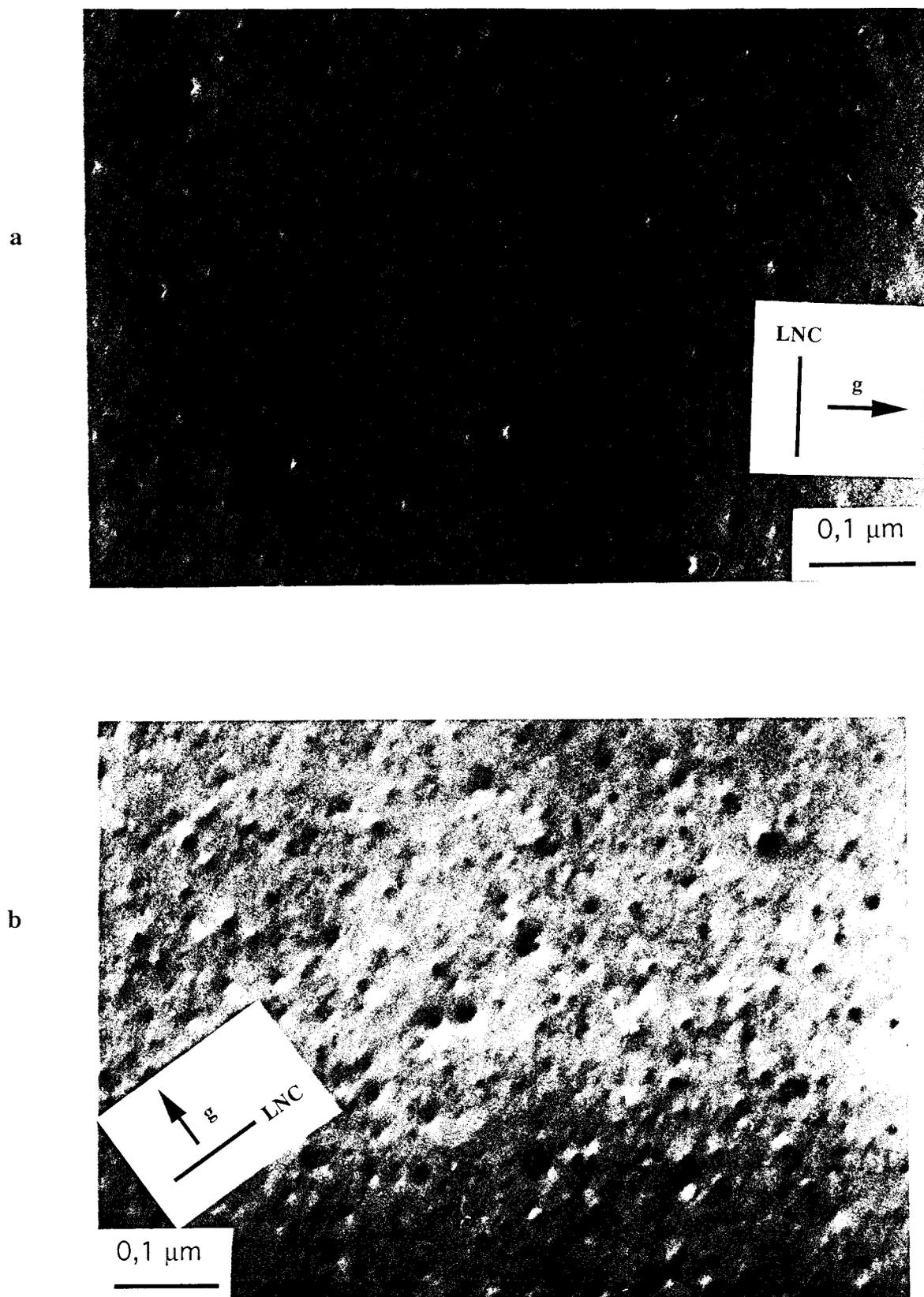


figure III.2 : Matériau de départ. Fine précipitation (de taille inférieure à 15 nm).

a) $g = 400$ b) $g = 040$

III.3.2. Recuits

Certains échantillons ont été recuits à 1300°C avant les expériences de fluage pour étudier l'effet d'un recuit sur la fine précipitation de départ. Deux durées de recuit ont été étudiées : 15h et 144h.

Après 15h de recuit à 1300°C, nous observons une évolution significative de la microstructure avec deux tailles distinctes de précipités (*figure III.3*). Les petits précipités sont plus gros et moins nombreux que dans le matériau de départ. Ces précipités peuvent être observés grâce à leur propre contraste de diffraction. Ils semblent induire peu de contraintes dans la matrice environnante. La distribution de ces précipités dans l'échantillon est hétérogène. Certaines zones n'en contiennent aucun tandis que la densité de précipités dans d'autres zones peut atteindre $5 \cdot 10^{19} \text{ m}^{-3}$. Le taille des petits précipités est comprise entre 0,05 et 0,08 μm . Les plus gros précipités ont un diamètre compris entre 0,2 et 0,7 μm et leur densité est comprise entre 10^{17} et 10^{18} m^{-3} . Certains précipités contiennent une sphère centrale claire (*figure III.3*).

Nous observons également quelques dislocations connectées à des précipités (*figure III.4*). Leur densité est très hétérogène et varie de 10^9 à 10^{11} m^{-2} suivant les zones de l'échantillon.

Il y a peu d'évolution entre les deux durées de recuit. En effet, le second échantillon recuit 144h à 1300°C présente une microstructure très similaire à l'échantillon recuit 15h. Nous observons encore deux tailles distinctes de précipités. Les plus petits ont une taille comprise entre 0,05 et 0,1 μm . Leur densité et leurs tailles sont les mêmes que dans l'échantillon recuit pendant 15h. Les plus gros précipités ont un diamètre dans la gamme 0,5 - 0,8 μm et leur densité est comprise entre 10^{17} et 10^{18} m^{-3} .

III.3.3. Echantillons déformés sans recuit préalable

Des lames minces ont été prélevés dans les échantillons D5 et D6 afin d'être observées en MET. Nous avons tout d'abord choisi des lames perpendiculaires à la direction de compression, ou parallèles à une face contenant l'axe de compression.

Les échantillons D5 et D6 présentant des microstructures très similaires, ils seront donc décrits ensemble.

On observe tout d'abord que la coalescence des précipités a eu lieu durant les expériences de fluage (*figure III.5*). La distribution des précipités est assez homogène dans l'échantillon, ils ont une taille comprise de 0,1-1 μm et leur densité est comprise entre 10^{17} et 10^{18} m^{-3} .

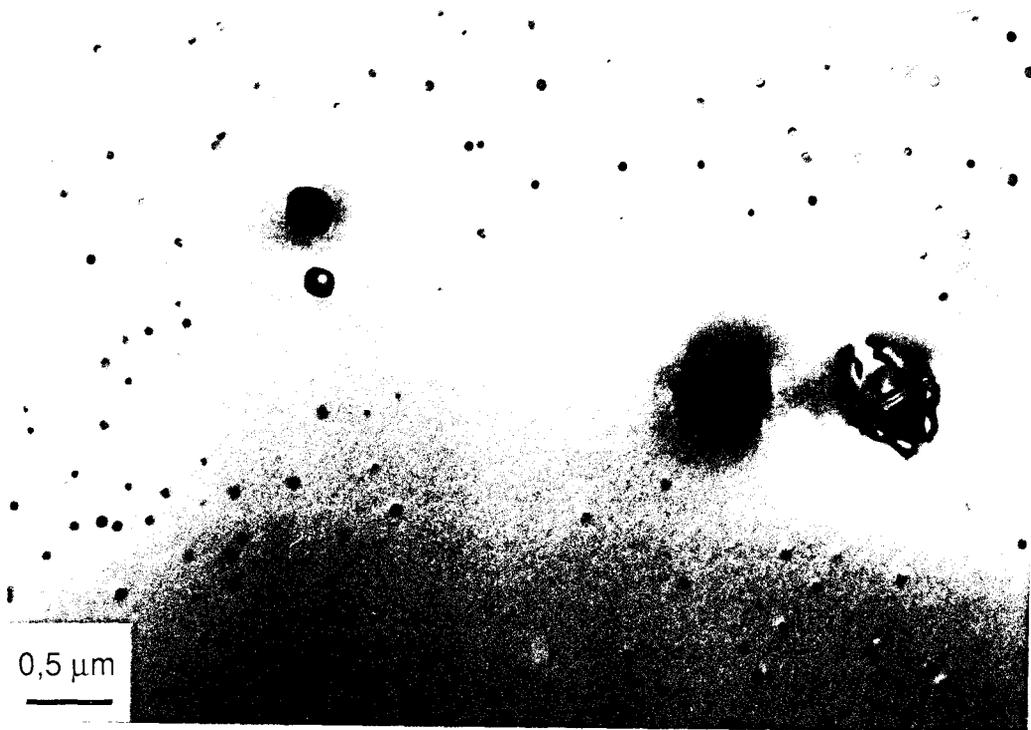


figure III.3 : Echantillon recuit 15 h. Nous observons deux tailles de précipités et certains contiennent une sphère centrale claire. CC. $g = 400$.

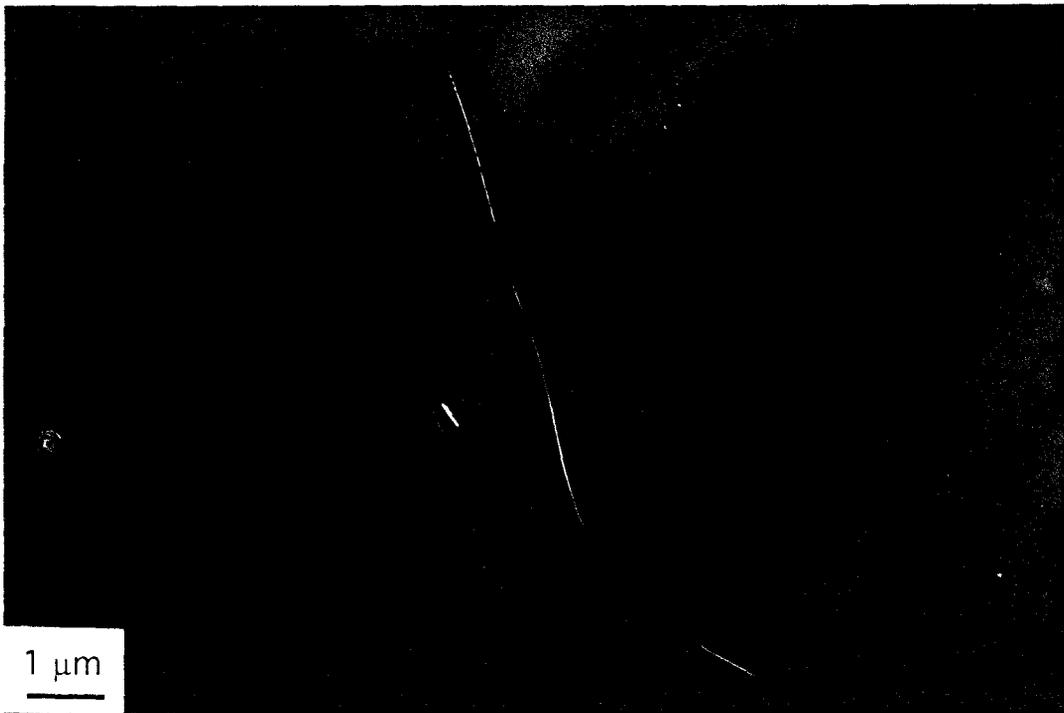


figure III.4 : Echantillon recuit 15 h. lame parallèle à $\{110\}$. Cette dislocation semble contenue dans le plan de la lame. CNFF. $g = 400$.

La déformation plastique se traduit par la présence de dislocations avec une densité, homogène, de l'ordre de 10^{12} m^{-2} . Les dislocations forment souvent des jonctions, elles interagissent également avec des précipités (*figure III.5*). Nous n'observons pas de sous-joints. Les observations fines en champ noir en conditions de faisceau faible ne montrent aucune dissociation de dislocations. Etant donné la résolution des images en faisceau faible, nous pouvons en déduire que si la dissociation existe, elle est inférieure à 10 nm.

Dans l'échantillon D5, comprimé suivant $\langle 100 \rangle$, nous avons coupé des lames dans des plans spécifiques : $\{110\}$ (à 45° de l'axe de compression, qui est donc un plan de glissement attendu) et $\{111\}$ (qui est un plan de montée pure). La microstructure dans $\{111\}$ est similaire à celle décrite précédemment et nous n'observons pas de longs segments de dislocations qui pourraient appartenir à ce plan. Par contre, dans les lames parallèles à $\{110\}$, nous observons des segments de dislocations plus longs que dans une lame d'orientation quelconque et certaines boucles de dislocations semblent se développer dans ce plan (*figure III.6*). Certains segments rectilignes, sont alignés selon des directions cristallographiques particulières.

Nous avons analysé de nombreux vecteurs de Burgers par LACBED. Nous avons pris la précaution de ne travailler que sur de longs segments non impliqués dans des réactions de jonctions. Dans l'échantillon comprimé suivant $\langle 100 \rangle$, nous avons trouvé uniquement des dislocations $1/2\langle 111 \rangle$ (dix exactement). Dans l'échantillon comprimé suivant $\langle 110 \rangle$, nous avons trouvé à la fois des dislocations $1/2\langle 111 \rangle$ (vingt-deux) et des dislocations $\langle 100 \rangle$ (dix).

III.3.4. Echantillons déformés avec recuit préalable

Les échantillons D7 et D8 présentent une microstructure identique et seront décrits ensemble. Leur microstructure est comparable à celle des échantillons D5 et D6. Nous observons des précipités de taille comprise entre 0,5-1 μm . Certaines dislocations semblent interagir avec des précipités. Certains précipités sont entourés par une ou deux boucles de dislocations (*figure III.7*). La plus grande différence avec D5 et D6 est la densité de dislocations qui est plus faible dans D7 et D8 : elle est d'environ 10^{11} m^{-2} .

Comme précédemment, nous n'observons aucun sous-joints et aucune dissociation n'a été mise en évidence en champ noir en conditions de faisceau faible.

Comme pour D5, nous avons coupé des lames parallèlement au plan $\{110\}$. Nous avons observé de longs segments de dislocations comme sur la *figure III.8*.

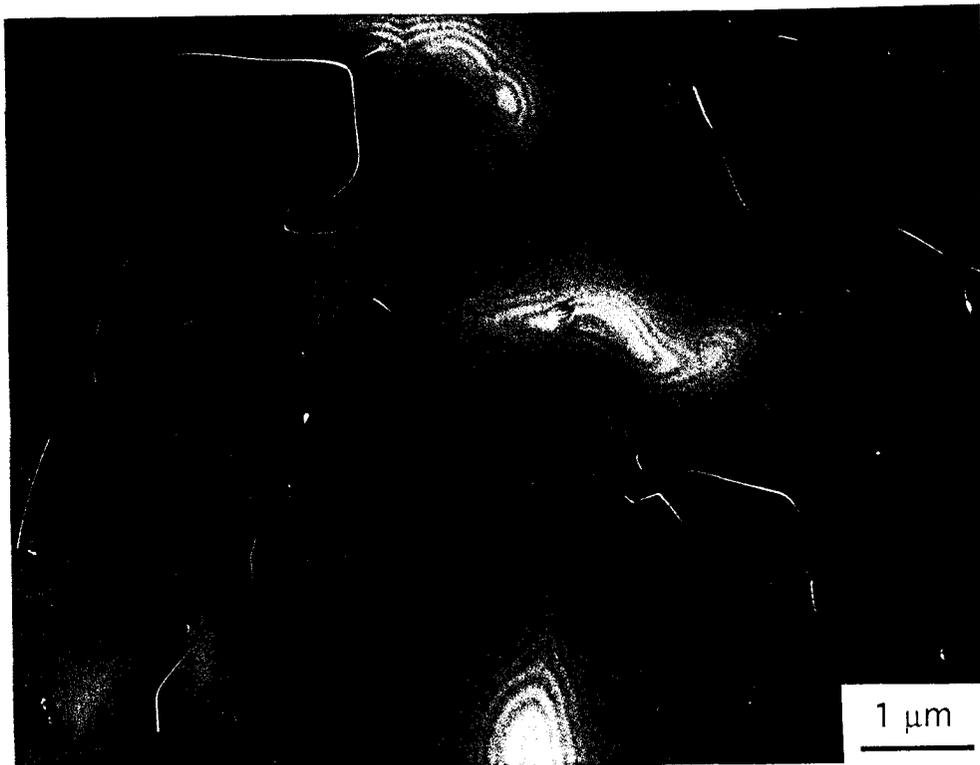


figure III.5 : Echantillon D5. Lamme parallèle à $\{110\}$. Précipités et dislocations. CNFF.
 $g = 400$.



figure III.6 : Echantillon D5. Lamme parallèle à $\{110\}$. Boucles de dislocations. CNFF. $g = 400$.

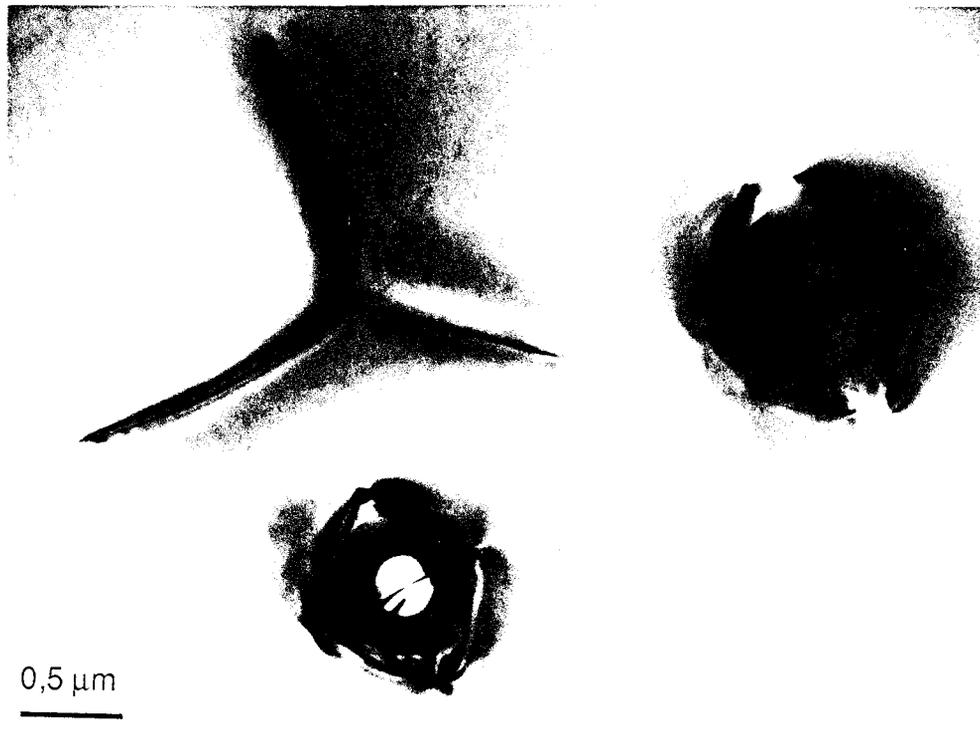


figure III.7 : Echantillon D7. Lamme parallèle à $\{110\}$. Précipité entouré par deux boucles de dislocation (qui semblent perpendiculaires entre elles). CC. $g = 400$.

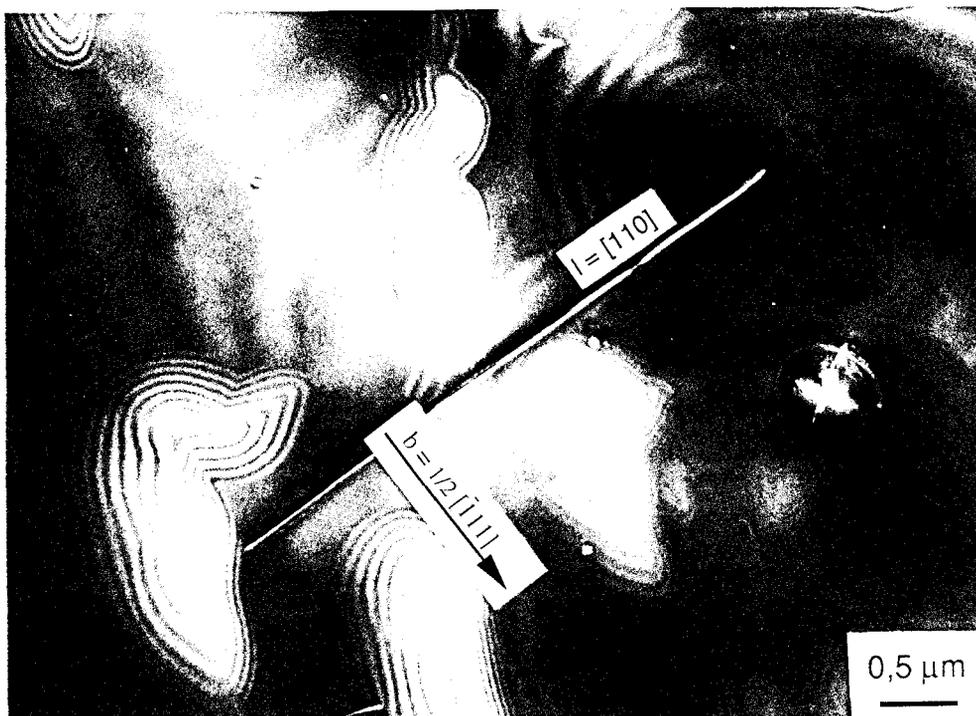


figure III.8 : Echantillon D7. Lamme parallèle à $\{110\}$. Longue dislocation glissant dans $(\bar{1}1\bar{2})$. CNFF. $g = 400$

Par LACBED, nous avons caractérisé les systèmes de glissement de neuf dislocations, les résultats sont reportés dans le *tableau III.4*. Les deux systèmes de glissement trouvés sont : $1/2\langle 111 \rangle\{1\bar{1}0\}$ et $1/2\langle 111 \rangle\{11\bar{2}\}$. Le système $1/2\langle 111 \rangle\{12\bar{3}\}$ n'est pas complètement établi. Toutes ces dislocations ont un caractère coin dominant quand elles ne sont pas purement coin. La *figure III.9* montre un exemple de caractérisation du vecteur de Burgers d'une dislocation $1/2\langle 111 \rangle$ rectiligne.

échantillon	b	l	angle (b,l)	plan de glissement
D7	$1/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$[\bar{1}12]$	90	(110)
D7	$1/2[1\bar{1}\bar{1}]$	$[110]$	90	$(\bar{1}1\bar{2})$
D7	$1/2[\bar{1}11]$	$[110]$	90	$(\bar{1}1\bar{2})$
D7	$1/2[\bar{1}11]$	compatible avec $[1\bar{1}0]$ ou $[11\bar{1}]$	144,7 109,5	(110) (101)
D7	$1/2[1\bar{1}\bar{1}]$	compatible avec $[112]$ ou $[113]$	118,1 121,5	$(\bar{1}\bar{3}2)$ $(\bar{1}\bar{2}1)$
D8	$1/2[111]$	$[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	109,5	$(\bar{1}01)$
D8	$1/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$[1\bar{1}\bar{1}]$	70,5	$(0\bar{1}\bar{1})$

tableau III.4 : Caractérisation des systèmes de glissement dans les échantillons D7 et D8.



figure III.9 : Caractérisation par LACBED du vecteur de Burgers d'une dislocation : cas d'une dislocation $1/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ croisant les lignes de Bragg $4\bar{9}1$, $2\bar{1}20$ et $\bar{6}02$.

III.4. Discussion

III.4.1. Mécanismes de déformation

III.4.1.1. Systèmes de glissement

⇒ glissement $1/2\langle 111 \rangle$

L'analyse des vecteurs de Burgers montre que les dislocations $1/2\langle 111 \rangle$ sont présentes dans tous les échantillons. Le calcul du facteur de Schmid pour une direction de compression $\langle 110 \rangle$ (*tableau III.5*) indique que les plans $\{112\}$, $\{123\}$ et $\{110\}$ (dans l'ordre des facteurs de Schmid décroissants) peuvent être activés.

axe de compression	plans de glissement potentiels hkl	facteurs de Schmid sur $\langle 111 \rangle \{hkl\}$
[001]	{110}	0,41
	{112}	0,47
	{123}	0,46
[$\bar{1}$ 01]	{110}	0,41
	{112}	0,47
	{123}	0,46

tableau III.5 : Facteurs de Schmid dans le cas du glissement $1/2\langle 111 \rangle$ pour les directions de compression $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$.

L'observation de lames coupées parallèlement à $\{110\}$ semble indiquer que les dislocations glissent dans ce plan. Mais des plans $\{112\}$ et $\{123\}$ ne sont écartés que de quelques degrés des plans $\{110\}$ et il est parfois difficile de trancher quant au plan de glissement des dislocations. Les caractérisations en LACBED apportent des informations sur les plans de glissement activés. D'après ces caractérisations, le glissement $1/2\langle \bar{1}11 \rangle \{110\}$ serait le plus fréquemment activé (pour les deux directions de compression) bien que son facteur de Schmid soit un peu plus faible que ceux des systèmes $1/2\langle 111 \rangle \{11\bar{2}\}$ et $1/2\langle 111 \rangle \{11\bar{3}\}$. Ce résultat est en accord avec des études précédentes réalisées sur des grenats synthétiques 3-3 (Rabier et Garem, 1984; Wang et al, 1996) et sur des grenats silicates 2-3-4 déformés expérimentalement (*chapitre IV*) et naturellement (*chapitre V*).

Nous avons déterminé par LACBED la direction de ligne de quelques dislocations rectilignes (*tableau III.4*) de vecteur de Burgers $1/2\langle 111 \rangle$ et ces dislocations présentent toutes un caractère coin dominant (certaines sont même des dislocations coin pures). Une direction de ligne fréquemment rencontrée est $\langle 111 \rangle$.

⇒ glissement $\langle 100 \rangle$

Le cas des dislocations $\langle 100 \rangle$ est plus délicat car ces dernières peuvent être formées par réaction attractive entre dislocations $1/2\langle 111 \rangle$. Nous avons pris la précaution de ne caractériser en LACBED que les dislocations longues, isolées (et donc non impliquées dans une réaction de jonction). Aucune dislocation $\langle 100 \rangle$ n'a été trouvée dans l'échantillon D5, comprimé suivant $\langle 100 \rangle$. Ce résultat attendu (le glissement selon $\langle 100 \rangle$ possède un facteur de Schmid nul pour cette direction de compression) valide notre démarche expérimentale. En revanche, nous avons trouvé dix dislocations de vecteur de Burgers $\langle 100 \rangle$ dans l'échantillon D6 déformé suivant une direction $\langle 110 \rangle$. Ce résultat suggère que le glissement $\langle 100 \rangle$ est bien activé à 1300°C dans CGGG.

III.4.1.2. Structure de coeur

Il est important de noter que nous n'avons jamais observé de dislocations vis contrairement à ce qu'avaient observé Rabier (1979) dans le grenat oxyde YIG. De nombreuses dislocations présentent des orientations particulières très marquées qui sont à caractère coin. Le grenat étant très isotrope d'un point de vue élastique, cette structure de dislocation ne peut être attribuée qu'à la structure fine du coeur des dislocations. Il est possible, bien qu'aucune dissociation n'ait été observée en condition de faisceau faible, que le coeur des dislocation soit étendu. Ce point sera discuté plus précisément dans le *chapitre VII*. Notons seulement à ce stade que les dislocations caractérisées dans CGGG présentent les mêmes caractéristiques que celles observées dans les silicates (*chapitres IV et V*).

III.4.1.3. Mode de déformation

La valeur de l'exposant de contrainte ($n = 3$) est caractéristique d'une déformation par fluage par dislocations ce qui est confirmé par l'examen des microstructures en MET. Les microstructures observées mettent en évidence la mobilité des dislocations comme mode de déformation. Certaines dislocations montrent des orientations cristallographiques préférentielles très marquées. Cette observation suggère que ces dislocations glissent et sont confrontées à une forte friction de réseau. Une telle friction peut surprendre vu la température élevée des essais de déformation ($0,95 T_f$). Il ne faut cependant pas exclure l'hypothèse que cette observation soit un artefact. La vitesse de refroidissement peut ne pas être assez rapide pour figer les microstructures de haute température. Les dislocations continueraient à se déplacer pendant le refroidissement et certaines pourraient alors prendre des configurations stables de basse température.

Les observations dans des lames parallèles à $\{111\}$ (qui est un plan de montée pure) ne montrent pas de longs segments de dislocations se développant dans ces plans. Nous n'observons donc pas d'indices tangibles de montée de dislocations. Elles semblent au contraire confinées dans leur plan de glissement. L'absence de sous-joints pourrait également être un signe que la montée des dislocations n'est pas activée. On peut s'en étonner étant donnée la température des expériences de déformation ($0,95 T_f$). A cette température, d'autres études sur les grenats oxydes 3-3 montrent la présence de sous-joints (Rabier et al., 1979 et 1984). Cette absence de montée peut être due à la présence de précipités qui joueraient le rôle d'obstacles pour les dislocations (cette hypothèse semble peu probable, voir ci-dessous) ou aux conditions de déformation. En effet, Poirier (1985) suggère que dans de rares cas, les monocristaux déformés en fluage ne présentent pas de sous-joints. Cela se produit lorsque la lubrification entre les pistons et l'échantillon est bonne, c'est à dire lorsque le cristal peut se déformer de façon uniforme.

III.4.2. Interaction dislocations-précipités

Le matériau de départ est caractérisé par de très nombreux petits précipités. La comparaison entre cette microstructure et celle observée dans les échantillons D5 et D6 montre que la température appliquée pendant l'essai de déformation provoque la croissance et/ou la coalescence (mûrissement d'Ostwald) de ces précipités. Un simple recuit a les mêmes effets.

Des précipités similaires à ceux observés dans nos échantillons ont déjà été rapportés dans CGGG par Roth et al. (1981). D'après ces auteurs, ces précipités ont la structure grenat mais sont enrichis en Ga et appauvris en Ge. Ils sont le résultat d'une évaporation préférentielle de Ge pendant la croissance du cristal. Certains précipités contiennent une sphère centrale claire (*figures III.3 et III.7*). D'après Roth et al., cette sphère est remplie d'oxygène gazeux et se forme pendant la croissance du cristal pour compenser la perte en charges positives due à l'évaporation de Ge^{4+} .

Les observations microscopiques montrent des signes d'interaction entre les dislocations et les précipités (*figures III.5, III.7 et III.9*). Cependant, le mécanisme d'interaction n'est pas clair. Il est difficile de dire si les précipités sont cisailés par les dislocations ou s'ils sont contournés par un mécanisme d'Orowan. D'après nos observations, les précipités sans sphère centrale semblent cisailés par les dislocations (*figure III.5*) et les précipités avec une sphère centrale semblent contournés par le mécanisme d'Orowan comme le suggère la *figure III.9*.

Pour le mécanisme d'Orowan, le durcissement dû aux précipités est donné par :

$$D_s = \frac{\mu b}{L}$$

où μ est le module de cisaillement ($\mu \approx 90$ GPa, Karato et al., 1995), b est la longueur du vecteur de Burgers ($b \approx 10$ Å si l'on prend $1/2\langle 111 \rangle$ comme vecteur de Burgers) et L est l'espacement moyen entre précipités.

Dans le matériau de départ, L peut être aussi petit que 50 nm. Le durcissement dû à une interaction de type Orowan serait alors très important (de l'ordre de 2 GPa), au moins au début de la déformation. C'est la raison pour laquelle il nous a paru important de recuire le matériau de départ avant de le déformer.

Durant l'essai, les précipités grossissent avec la température. Par conséquence, l'espacement entre précipités augmentent et le durcissement dû aux précipités diminue. On s'attend à une accélération de la déformation par adoucissement de contraintes. C'est en effet ce que l'on observe sur la *figure III.1* mais cet adoucissement reste très modéré par rapport aux valeurs calculées dans le cadre d'une interaction de type Orowan. De plus, la différence de comportement en fluage des échantillons non recuits et recuits est faible. Le glissement des dislocations ne serait donc pas fortement bloqué par la fine précipitation en début de déformation. Cela nous amène à conclure que les interactions entre dislocations et précipités sont faibles et que ces défauts ne perturbent pas la déformation plastique de façon majeure.

III.4.3. Comparaison avec les autres grenats

A cause de leur stabilité à pression ambiante (les sites sont remplis par des cations plus gros), la plupart des études de déformation expérimentales ont été faites sur des oxydes : YAG (Karato et al., 1994; Blumenthal et Phillips, 1996), YIG (Rabier et al., 1976a et b; Rabier, 1979; Rabier et al., 1979; Rabier et al., 1981) et GGG (Garem et al., 1982; Garem, 1983; Garem et al., 1985; Wang et al., 1996). Certaines de ces études ont été menées en vue d'applications technologiques, d'autres études visaient à comprendre la plasticité des grenats naturels à travers l'étude de matériaux analogues.

Le système de glissement le plus fréquemment observé est $1/2\langle 111 \rangle\{1\bar{1}0\}$: dans YIG (Rabier, 1979a), dans YAG (Karato et al., 1994; Blumenthal et Phillips, 1996) et dans GGG (Garem, 1982). $1/2\langle 111 \rangle\{11\bar{2}\}$ est aussi reporté dans GGG (Garem et al., 1982) et dans YAG (Blumenthal et Phillips, 1996) de même que $1/2\langle 111 \rangle\{12\bar{3}\}$ dans GGG (Garem, 1982). Ces systèmes de glissement sont communs aux métaux cubiques centrés, aux oxydes à structure grenat et aux grenats silicates.

Cette étude montre des similarités entre le comportement en déformation de CGGG et d'autres grenats précédemment étudiés (Rabier et Garem, 1984; Karato et al, 1995; Wang et al, 1996). Ainsi, CGGG présente un exposant de contrainte n de l'ordre de 3. Cette valeur est très proche de celle déterminée dans GGG (entre 2,9 et 3,3) par Wang et al. (1996) et dans YAG ($n = 2,7$) par Corman (1993) pour l'orientation $\langle 100 \rangle$. Comme les autres grenats, il possède une résistance au fluage élevée (même pour les hautes températures).

La *figure III.10* (Karato et al., 1995) représente la résistance au fluage normalisée (σ / μ) en fonction de la température normalisée (T_f / T). Nous y avons reporté la valeur trouvée pour CGGG, elle semble légèrement supérieure aux valeurs de résistance au fluage des oxydes et des grenats naturels.

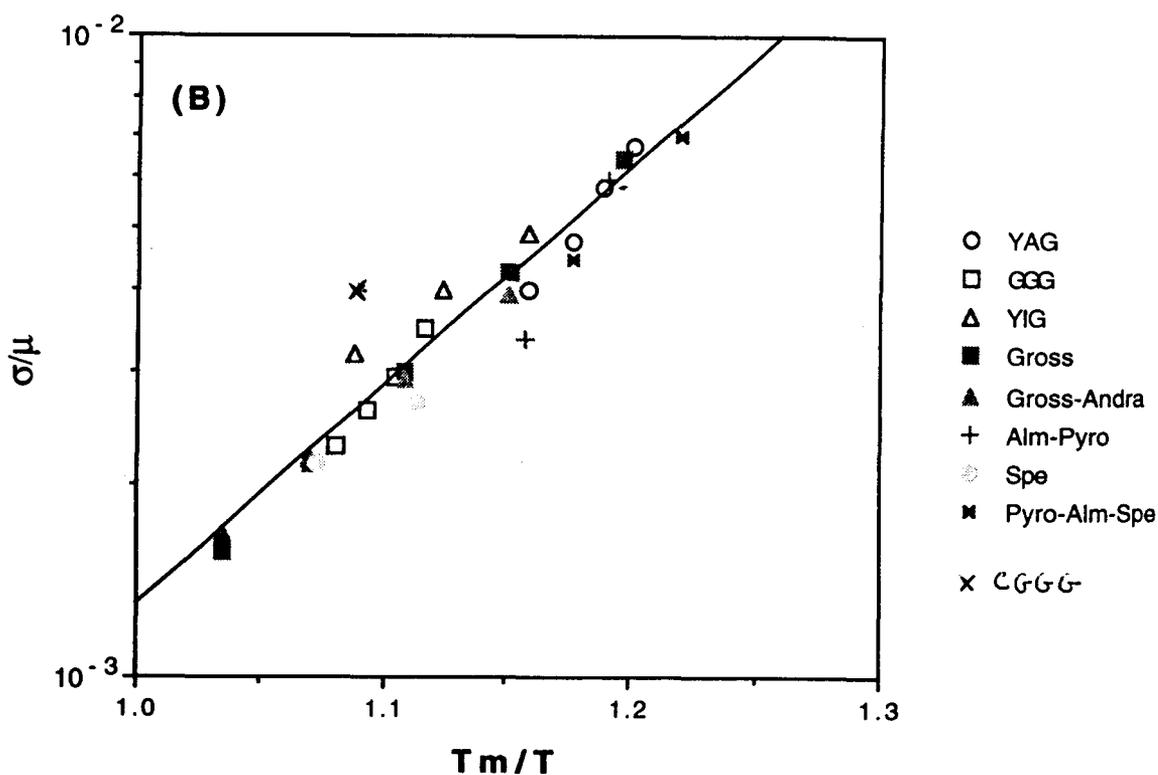


figure III.10 : Résistance au fluage normalisée (σ / μ) en fonction de température normalisée (T_f / T) pour des grenats oxydes et silicates déformés suivant l'orientation $\langle 100 \rangle$ à $\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

D'après Karato et al. (1995).

Par contre, l'énergie d'activation dans CGGG est plus faible (340 kJ/mol) que celle mesurée dans d'autres grenats synthétiques : dans YIG (entre 405 et 580 kJ/mol suivant $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$, Rabier, 1979), dans GGG (entre 610 et 740 kJ/mol, Wang et al., 1996) et dans YAG (674 kJ/mol, Corman, 1993). Cette différence provient sans doute de la composition chimique et de la différence de mobilité des espèces. Malheureusement, les données de diffusion sur les grenats sont trop incomplètes pour pousser l'analyse beaucoup plus loin.

La présente étude montre que les dislocations qui ont la configuration la plus stable ne sont pas des dislocations vis mais sont des dislocations à caractère coin dominant (*tableau III.4*). Les mêmes configurations ont été trouvées dans les grenats silicates déformés expérimentalement (*chapitre IV*) ou naturellement (*chapitre V*). Cela suggère que les dislocations dans CGGG possèdent une structure de cœur (dissociation) plus proches de celles des dislocations dans les grenats silicates que celles présentes dans les oxydes.

III.4.4. Conclusion

En règle générale, les grenats (oxydes, germanates, silicates) semblent former une assez bonne série d'analogues en ce qui concerne la plasticité. Les mêmes systèmes de glissement sont activés dans tous les matériaux et les mécanismes de déformation ne présentent pas de différences significatives. La seule différence observée se situe au niveau de la structure de cœur des dislocations. La frontière se situe entre les grenats oxydes d'une part et les grenats germanates et silicates d'autre part. Les grenats oxydes possèdent des dislocations vis très similaires à celles observées dans les métaux cubiques centrés. Dans les germanates et les silicates les dislocations les plus stables possèdent un caractère coin marqué. Cependant, ces différences semblent avoir un effet assez mineur quant au comportement plastique général du matériau.

En conclusion, CGGG apparaît comme un excellent analogue des grenats silicates en ce qui concerne la plasticité. Un effort semble cependant nécessaire au niveau de la croissance du matériau afin de disposer de cristaux qui ne contiennent pas de précipités.

Chapitre IV

Déformation expérimentale de grenats naturels

Nous décrivons dans cette partie les expériences de déformation plastique sur des grenats naturels sous une pression représentative du manteau supérieur (6,5 GPa) et sur une large gamme de température (700-1400°C). Nous utilisons la presse multi-enclumes avec un assemblage modifié afin de générer des contraintes différentielles. Les mécanismes de déformation sont étudiés en caractérisant les microstructures des échantillons en MET.

Ce chapitre fait l'objet d'une publication qui est à paraître dans la revue *Physic of the Earth and Planetary Interiors* :

Voegelé V., Ando J., Cordier P. and Liebermann R.C., Plastic deformation of silicate garnet - part I : High pressure experiments, *Phys. Earth Planet. Int.*, acceptée en juin 1998.

Les études de déformation expérimentale sur les grenats naturels sont peu nombreuses et soulignent essentiellement leur caractère fragile (Smith, 1982). De plus, elles ont été réalisées à des pressions de confinement (1,5 GPa) bien inférieures à celles existant dans le manteau supérieur car il n'existait pas de machine de déformation capable d'atteindre des pressions représentatives du manteau.

Le développement des presses multi-enclumes réalisé depuis une dizaine d'années a permis de surmonter cet obstacle. Ce type de presse peut reproduire les conditions de température, et surtout de pression, du manteau supérieur. Initialement, l'assemblage en presse multi-enclumes a été créé pour obtenir des conditions de pression les plus hydrostatiques possibles. Cependant, Liebermann et Wang (1992) et Bussod et al. (1993) ont montré que l'on pouvait utiliser ce type de presse pour déformer plastiquement en rendant l'assemblage anisotrope. Nous allons montrer par la suite la modification qui a été apportée à l'assemblage.

IV.1. Conditions expérimentales

Les expériences de déformation en presse multi-enclumes ont été réalisées dans le cadre d'une collaboration avec l'équipe du professeur Liebermann au CHiPR (Center for High Pressure Research) à l'Université de New York à Stony Brook. Elles ont été conduites par Jun-ichi Ando (alors en séjour post doctoral au CHiPR et aujourd'hui en poste à l'Université d'Hiroshima,) dans une presse multi-enclumes de 2000 tonnes (Uniaxial Split-Sphere Apparatus: USSA-2000).

IV.1.1. Assemblage modifié

L'assemblage 18/12 a semblé adapté à notre étude : dans la presse utilisée (2000 t) cet assemblage permet d'atteindre des pressions représentatives du manteau supérieur (<13 GPa). De plus la taille des échantillons est suffisante pour la préparation des lames de MET.

La déformation plastique nécessite l'application de contraintes différentielles. L'assemblage est donc rendu anisotrope en plaçant deux pistons d'alumine aux extrémités de l'échantillon (*figure IV.1*).

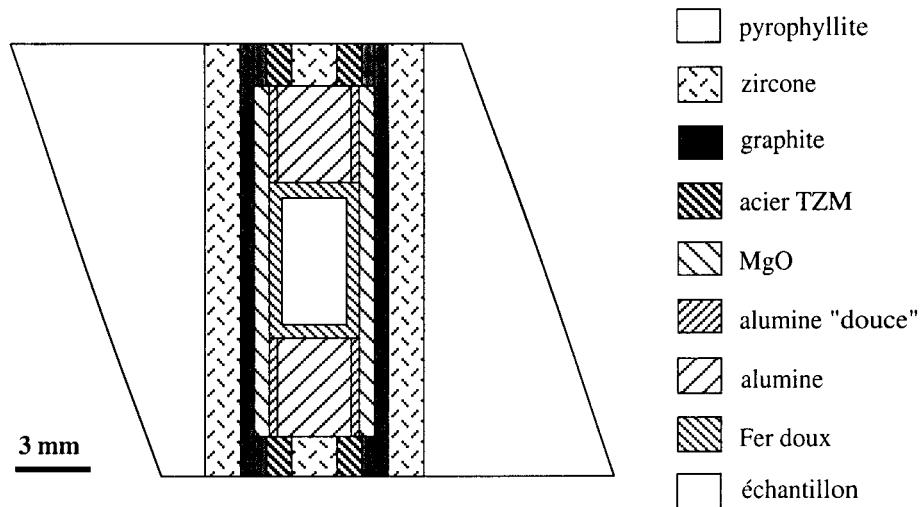


figure IV.1 : Coupe de l'assemblage 18/12 utilisé.

Le premier nombre représente la dimension de l'arête de l'octaèdre (18 mm), le deuxième la longueur de l'arête de la troncature des cubes en WC (12 mm).

De plus, pour contrôler la contrainte dans l'assemblage, nous avons utilisé différents matériaux. Ainsi, les assemblages suivants ont été réalisés :

- grenat entre pistons d'alumine (*figure IV.2 a*)
- grenat + olivine "dure" (orientée suivant [010]) entre pistons d'alumine (*figure IV.2 b*)
- grenat + olivine "molle" (orientée suivant [101]c) entre pistons d'alumine (*figure IV.2 c*)
- grenat + olivine "molle" (orientée suivant [101]c) entre pistons d'alumine "molle" (*figure IV.2 c*)

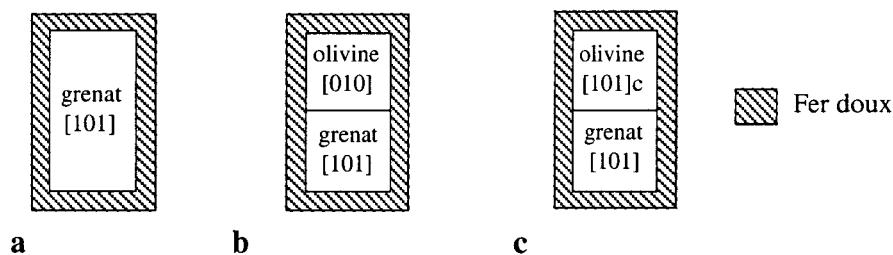


figure IV.2 : Détail des différents assemblages.

Remarque : L'alumine "molle" est une alumine faiblement frittée, assez facilement usinable et qui a une résistance mécanique plus faible que l'alumine usuelle.

IV.1.2. Matériau de départ

Pour cette étude, nous avons utilisé un monocristal de grenat naturel. Ce cristal a été choisi en raison de sa taille (environ 3 cm) et de sa qualité cristalline (peu d'inclusions et peu de fissures) qui autorisaient le prélèvement d'un grand nombre d'échantillons assez semblables.

Des tranches d'épaisseurs 4 mm (pour les essais avec le grenat seul) et 2 mm (pour les essais avec le grenat et l'olivine) ont été découpées à la scie diamantée dans le cristal. La normale de ces lames est proche d'une direction $\langle 101 \rangle$. Des échantillons cylindriques (2,2 mm de diamètre) ont ensuite été carottés dans ces tranches en essayant d'éviter les fissures et les inclusions. Nous avons déterminé la composition de ce grenat par microanalyse X en MET. Elle varie selon les lames étudiées car le cristal est zoné chimiquement. La composition moyenne est $\text{Py}_{20} \text{Al}_{73} \text{Sp}_2 \text{Gr}_5$.

Pour les essais avec l'olivine, nous avons découpé des cylindres (2,2 mm de diamètre, 2 mm de longueur) dans un monocristal d'olivine de San Carlos préalablement orienté.

IV.1.3. Conditions de pression et température

Nous avons choisi de travailler à une pression de 6,5 GPa. En effet, d'une part elle correspond au domaine de stabilité du grenat, d'autre part les calibrations de la cellule 18/12 sont bien connues à cette pression. Pour étudier l'influence de la température, nous avons travaillé entre la température ambiante et 1400°C. L'un des essais à 700°C s'est fait en environnement humide en incorporant une goutte d'eau dans la capsule de fer.

Les conditions de pression et température des essais sont donnés dans le *tableau IV.1*.

n° de l'essai	Assemblage	Pression (GPa)	Température (°C)	durée de chauffage (h)
2656	Grenat + A	6,5	RT	2
2815	Grenat + A	6,5	700	5
2879	Grenat + A + eau	6,5	700	5
2708	Grenat + A	6,5	900	2
2826	Grenat + A	6,5	1100	2
2676	Grenat + A	6,5	1400	2
2087	Grenat + Olivine [010] + A	6,5	1400	2
2613	Grenat + Olivine [101]c + A*	6,5	1400	2
2661	Grenat + Olivine [101]c + A	6,5	1400	2

A : alumine; A* : alumine faiblement frittée (alumine "molle")

tableau IV.1 : Conditions de pression et température des différents essais

Aucun thermocouple n'est utilisé pendant l'essai et la température est déduite de la mesure de la puissance W fournie au four et en utilisant des courbes de calibration $T = f(W)$ établies précédemment pour cet assemblage. Le gradient thermique le long de l'axe de l'assemblage a été mesuré pour l'essai à 1400°C à l'aide de deux thermocouples : la température aux extrémités de l'échantillon serait d'environ 150°C plus basse qu'au centre de l'échantillon (Cordier et al., 1996). A des températures inférieures à 1400°C, le gradient thermique sera plus faible.

IV.1.4. Déroulement d'un essai

La *figure IV.3* représente l'évolution de la pression et de la température en fonction du temps lors d'un essai standard.

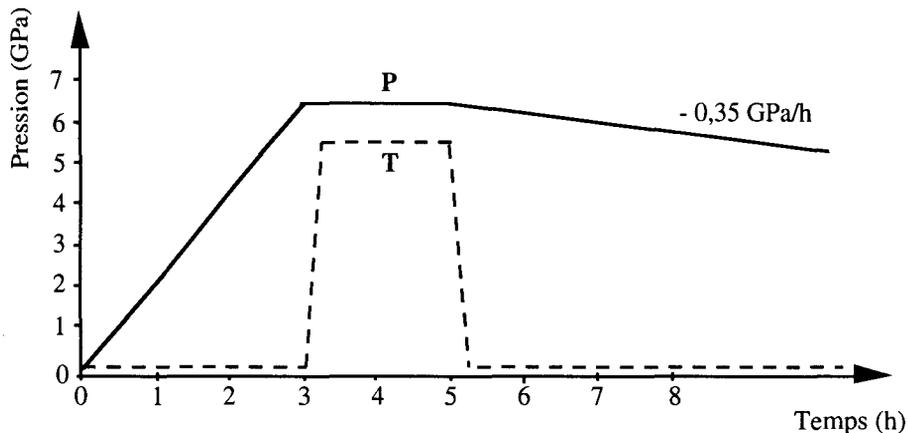


figure IV.3 : Courbe $P = f(T)$ caractéristique d'un essai.

La pression est appliquée à température ambiante (la montée en pression dure environ 3 h) puis l'assemblage est chauffé. Le temps de maintien à la température souhaitée est de 2 h à l'exception de l'essai à 700°C puis on trempe l'échantillon à la température ambiante. La décompression se fait très lentement (pendant environ 17h) jusqu'à 1 atm pour minimiser la fissuration de l'échantillon et des cubes de WC pendant cette étape.

IV.2. Observations en Microscopie Electronique en Transmission

Pour la réalisation des lames minces, nous avons coupé des tranches perpendiculairement à l'axe de compression, le plan des lames est donc proche de (101).

IV.2.1. Essais à température ambiante

Pour cette expérience, l'échantillon est comprimé à 6,5 GPa sans être chauffé (*figure IV.4*).

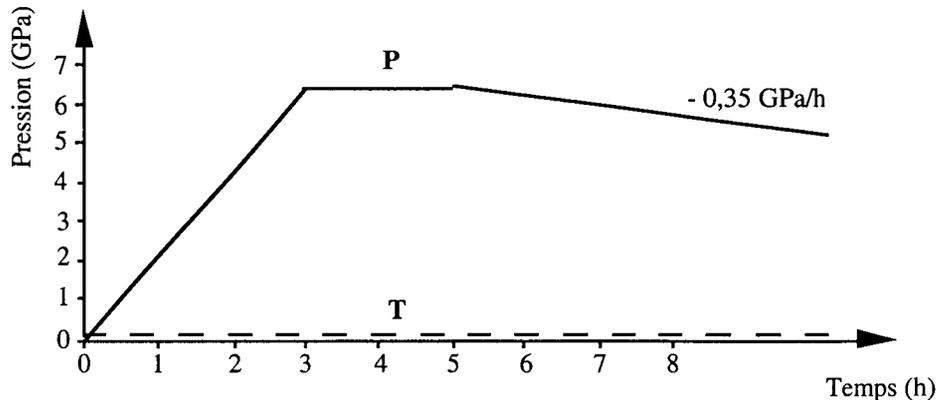


figure IV.4 : Courbe (P,T) pour l'essai réalisé à température ambiante

L'échantillon montre de nombreuses fractures. Celles-ci rendent très difficile la préparation de lames minces pour l'observation en MET. Nous avons observé deux lames provenant de cet essai sans noter la présence de dislocations.

IV.2.2. Essais à 700°C

A cette température, l'un des deux essais (2879) a été réalisé en présence d'eau en incorporant une goutte d'eau dans l'assemblage. Pour cet essai, nous avons étudié les microstructures des zones de grenat proches de la capsule de fer. En effet, dans ces zones, la probabilité de présence d'eau est la plus grande tandis que l'eau peut ne pas avoir eu le temps de diffuser jusqu'aux parties centrales de l'échantillon cylindrique.

Nous avons tout d'abord observé la microstructure de l'essai 2815 au microscope optique. Pour cela, l'échantillon est poli sur une face puis attaqué chimiquement par une solution à 20% d'acide fluorhydrique pendant 5 h, à température ambiante. Nous observons des fractures assez nombreuses et des figures d'attaque (entre les fissures) qui peuvent être attribuées à des émergences de dislocations. La déformation plastique apparaît cependant assez

faible et surtout très hétérogène, sous forme de bandes de glissement. Celles-ci se forment à partir des fissures et se développent généralement d'un seul côté de la fissure (*figure IV.5*).

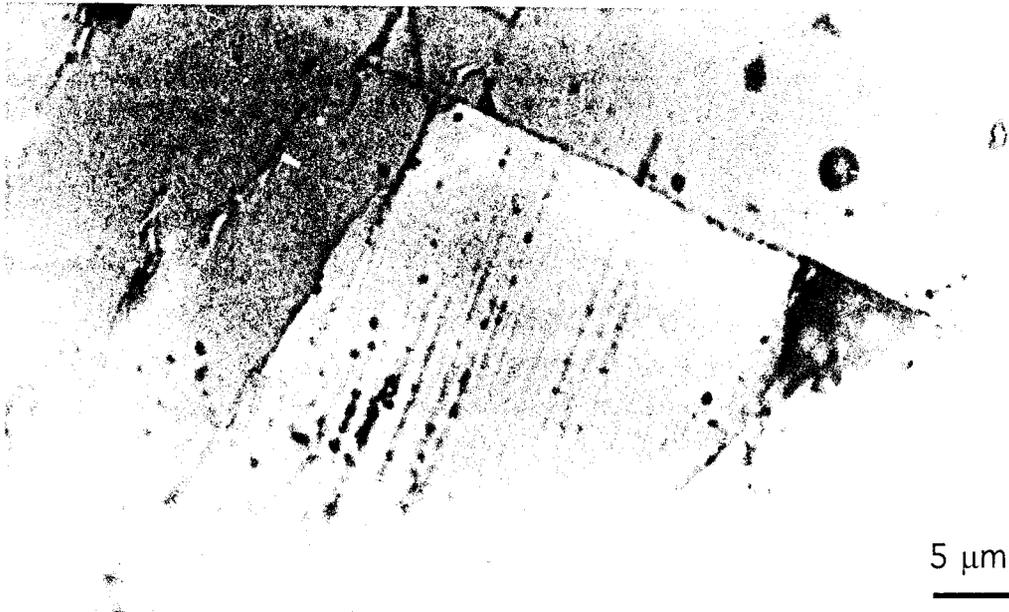


figure IV.5 : Essai à 700°C (2815). Micrographie optique sur un échantillon attaqué chimiquement montrant des bandes de déformation émises à partir de fissures.

En MET, les deux échantillons (essai en environnement sec et essai en environnement humide) présentent une microstructure similaire. Elle est très hétérogène avec de nombreuses fractures. Nous observons de vastes zones sans dislocations. Les rares zones contenant une densité importante de dislocations (entre 10^{12} et 10^{13} m^{-2}) se trouvent près des fissures. Ces dislocations appartiennent à des bandes de déformation et ont des orientations cristallographiques très marquées (*figure IV.6*).

Nous avons indexé par LACBED quatorze dislocations dans trois lames minces. Neuf sont du type $1/2\langle 111 \rangle$, quatre du type $\langle 100 \rangle$ et nous avons identifié une dislocation $\langle 110 \rangle$ près d'une fissure. La *figure IV.7* montre un exemple de détermination d'une dislocation de type $\langle 100 \rangle$.

Une caractérisation approfondie a été faite sur la zone présentée sur la *figure IV.6*. Ces dislocations ont été émises par une fissure (qui n'est pas visible sur la figure) sous forme de boucles allongées (de largeur inférieure à 500 nm). Les boucles pénètrent dans le cristal sur une distance d'environ 10 µm. Ces boucles sont émises de manière anisotrope, c'est à dire d'un

seul côté de la fissure. La plupart des dislocations de cette zone sont rectilignes, nous avons donc pu caractériser leur direction de ligne par LACBED, elle est de type $\langle 111 \rangle$. La détermination simultanée de leur vecteur de Burgers permet l'identification de leur système de glissement. Les résultats figurent dans le *tableau IV.2*. Trois systèmes de glissement sont activés dans cette zone: $1/2[1\bar{1}\bar{1}](\bar{1}\bar{1}0)$, $1/2[111](0\bar{1}1)$ et $1/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}](110)$.

Nous avons également trouvé des dislocations dissociées dans cette zone (*figure IV.8*) ainsi que des dislocations associées à des franges de faible contraste (*figure IV.9*). Ces franges ne sont observables que dans des conditions de diffraction proche de la position exacte de Bragg. Elles sont invisibles en conditions de faisceau faible. Le vecteur de Burgers et la direction de ligne de deux dislocations associées à des franges de faible contraste ont été déterminés (*tableau IV.3*) et nous trouvons deux dislocations de type $\langle 100 \rangle$.

b	l	angle (b,l)	plan (b,l)
$1/2[1\bar{1}\bar{1}]$	$[\bar{1}11]$	109,5	$(\bar{1}\bar{1}0)$
$1/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$[\bar{1}11]$	109,5	$(0\bar{1}\bar{1})$
$1/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$[\bar{1}11]$	70,5	(110)
$1/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$[\bar{1}11]$	70,5	$(\bar{1}0\bar{1})$
$1/2[11\bar{1}]$	$[\bar{1}11]$	109,5	(101)
$1/2[111]$	$[\bar{1}11]$	70,5	$(0\bar{1}1)$
$1/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$[\bar{1}11]$	109,3	$(0\bar{1}\bar{1})$

tableau IV.2 : Essai à 700°C (2815).

Détermination des systèmes de glissement de dislocations parfaites.

b	l	angle (b,l)	plan (b,l)
$[0\bar{1}0]$	$[111]$	125,3	$(\bar{1}01)$
$[0\bar{1}0]$	$[1\bar{1}1]$	54,7	$(\bar{1}01)$

tableau IV.3 : Essai à 700°C (2815). Détermination des systèmes de glissement de dislocations associées à des franges de faible contraste.

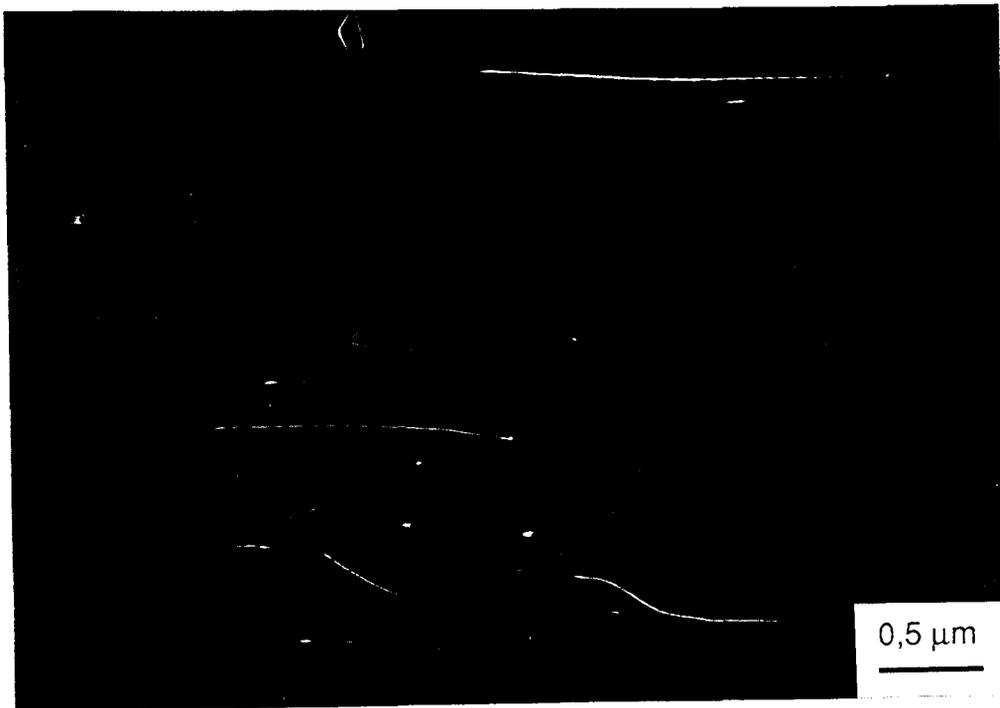


figure IV.6 : Essai à 700°C (2815).

Boucles de dislocations émises d'une fissure (non apparente sur le cliché). CNFF. $g = 400$.

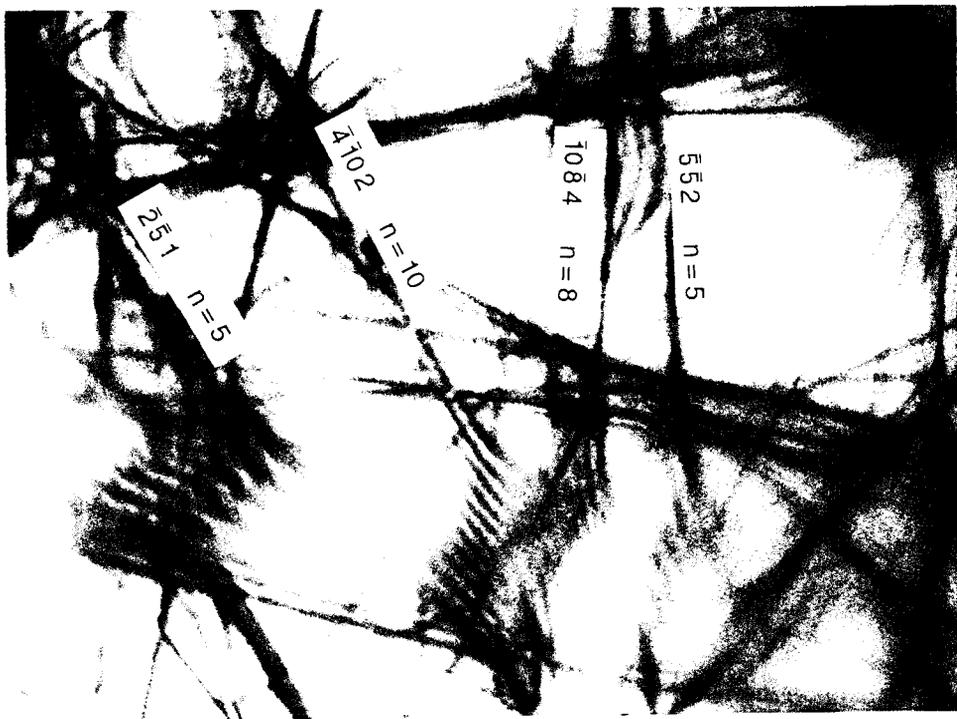


figure IV.7 : Essai à 700°C (2815). Exemple de détermination par LACBED du vecteur de Burgers b d'une dislocation $[0\bar{1}0]$ interceptant les lignes de Bragg $\bar{5}\bar{5}2$, $4\bar{1}0$, $\bar{1}0\bar{8}4$, $\bar{2}\bar{5}1$.



figure IV.8 : Essai à 700°C (2815). Dislocation dissociée. CNFF. $g = 400$.



*figure IV.9 : Essai à 700°C (2815).
Fringes de faible contraste associées à une dislocation. CC. $g = 400$.*

IV.2.3. Essai à 900°C

La microstructure est très comparable à celle des échantillons déformés à 700°C, elle est hétérogène avec des fissures assez nombreuses. Comme pour l'essai précédent, la déformation se présente sous forme de bandes de déformation. La *figure IV.10* montre la germination de boucles de dislocations en tête de fissure dans différents plans. Ces boucles sont émises de manière anisotrope : elles sont plus développées dans une direction que dans l'autre. La *figure IV.11* montre également cette anisotropie. D'un côté de la fissure, il n'y a pas de dislocation, de l'autre de nombreuses boucles de dislocations sont émises et glissent sur une faible distance (environ 10 μm) puis sont stoppées rapidement. Comme dans l'essai à 700°C, la plupart des dislocations présentent une orientation préférentielle (*figure IV.11*). Certaines dislocations proches des fissures apparaissent dissociées.

Pour cet échantillon, nous avons caractérisé par LACBED vingt-quatre dislocations dans quatre lames différentes. La grande majorité (dix-neuf exactement) ont un vecteur de Burgers du type $1/2\langle 111 \rangle$. Cinq dislocations sont du type $\langle 100 \rangle$.

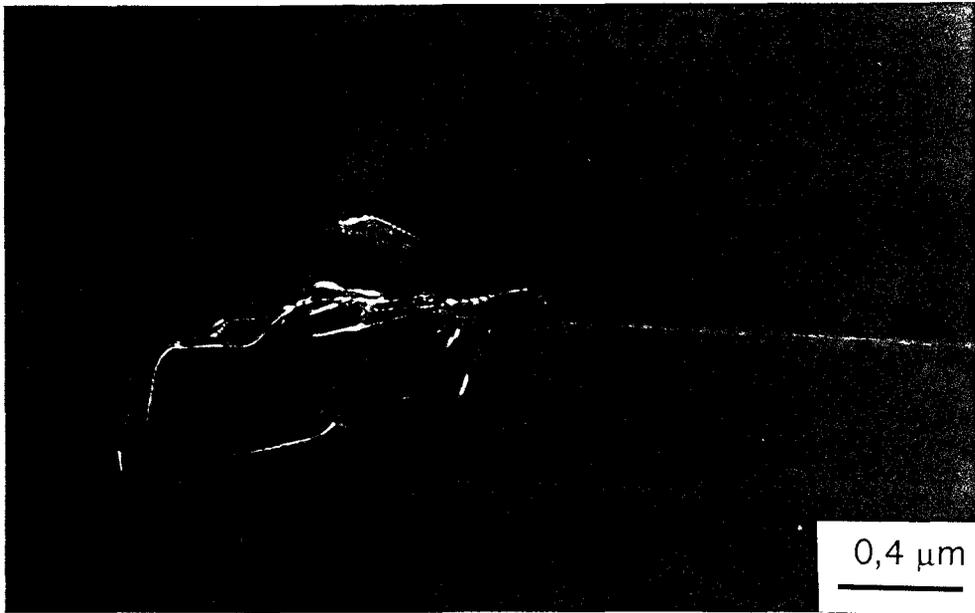
Pour les dislocations présentant un caractère rectiligne marqué, nous avons pu caractériser la direction de ligne et ainsi leur système de glissement (*tableau IV.4*). Nous avons trouvé les systèmes $1/2[1\bar{1}\bar{1}](01\bar{1})$, $1/2[1\bar{1}\bar{1}](\bar{1}\bar{3}2)$, $[\bar{1}00](011)$ et $[00\bar{1}](0\bar{1}0)$.

b	l	angle (b,l)	plan (b,l)
$1/2[1\bar{1}\bar{1}]$	$[112]$	118,1	$(\bar{1}\bar{3}2)$
$1/2[\bar{1}11]$	$[100]$	125,3	$(01\bar{1})$
$[\bar{1}00]$	$[\bar{1}\bar{1}1]$	54,7	(011)
$[00\bar{1}]$ (segment coin d'une boucle)	$[100]$	90	$(0\bar{1}0)$

tableau IV.4 : Essai à 900°C (2708).

Détermination des systèmes de glissement de dislocations parfaites.

Nous avons trouvé une boucle de dislocation de vecteur de Burgers $[00\bar{1}]$ (*figure IV.12*). La direction de ligne du segment allongé est $[100]$, ce segment est donc un segment coin. Le plan de glissement de la boucle est (010) .



*figure IV.10 : Essai à 900°C (2708). Boucles de dislocations émises en tête de fissure. CNFF.
g = 400.*



*figure IV.11 : Essai à 900°C (2708).
Dislocations émises d'un seul côté de la fissure. CNFF. g = 400.*



figure IV.12 : Essai à 900°C (2708).

Boucle de dislocation de vecteur de Burgers $[00\bar{1}]$. CNFF. $g = 400$.

IV.2.4. Essai à 1100°C

La microstructure à cette température est encore hétérogène cependant elle est différente de celle des essais à 700°C et 900°C. Nous observons encore des zones sans dislocations et d'autres zones avec une forte densité de dislocations. Par contre, les fissures sont moins nombreuses. Les dislocations sont plus mobiles qu'à 700°C et 900°C. Elles forment souvent des enchevêtrements et certaines sont réorganisées en sous-joints serrés. A cette température, l'échantillon semble avoir été déformé plastiquement. Des débris (boucles de dislocations) sont également observés. Certaines zones montrent des dislocations avec des orientations cristallographiques particulières comme sur la *figure IV.13*. Aucune dislocation dissociée n'est observée.

Sur trois lames minces, nous avons indexé quinze dislocations par LACBED. La plupart sont du type $1/2\langle 111 \rangle$, seules trois dislocations sont du type $\langle 100 \rangle$.



figure IV.13 : Essai à 1100°C (2826). Boucles de dislocations. CNFF. $g = 400$.

Pour les dislocations rectilignes, la direction de ligne a pu être déterminée. Ainsi, les systèmes de glissement activés dans la région de la *figure IV.13* ont été caractérisés de manière approfondie. Chaque information (vecteur de Burgers et ligne) portée sur la figure correspond à une détermination indépendante en LACBED. Les résultats figurent dans le *tableau IV.5*. Les directions de lignes dominantes sont $\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$ et deux systèmes de glissement ont été activés dans cette région : $1/2[1\bar{1}\bar{1}]$ ($\bar{1}0\bar{1}$) et $1/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ ($3\bar{1}\bar{2}$).

	b	l	angle (b,l)	plan (b,l)
1	$1/2[1\bar{1}\bar{1}]$	$l_1 = [010]$	125,3	$(\bar{1}0\bar{1})$
		$l'_1 = [11\bar{1}]$	70,5	$(\bar{1}0\bar{1})$
2	$1/2[1\bar{1}\bar{1}]$	$l_2 = [010]$	125,3	$(\bar{1}0\bar{1})$
		$l'_2 = [11\bar{1}]$	70,5	$(\bar{1}0\bar{1})$
3	$1/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$l_3 = [02\bar{1}]$	105	$(3\bar{1}\bar{2})$
4	$1/2[1\bar{1}\bar{1}]$	$l_4 = [010]$	125,3	$(\bar{1}0\bar{1})$

tableau IV.5 : Essai à 1100°C (2826).

Détermination des systèmes de glissement de dislocations parfaites.

IV.2.5. Essais à 1400°C

Quatre essais ont été réalisés à 1400°C :

- grenat + olivine [101]c + alumine "molle" (essai 2613)
- grenat + olivine [010] + alumine (essai 2087)
- grenat + olivine [101]c + alumine (essai 2661)
- grenat seul + alumine (essai 2676)

L'essai 2613 comprimé entre des pistons d'alumine "molle" ne montre aucune trace de déformation. Les cylindres de grenat et d'olivine ont la même forme que celle initiale. De plus, nous n'observons pas de fissures de décompression. Par contre, les trois échantillons comprimés avec des pistons d'alumine semblent déformés et montrent une microstructure similaire; nous les présenterons donc ensemble.

Comme pour l'essai à 700°C, nous avons procédé à une attaque à l'acide fluorhydrique (dans les mêmes conditions) pour identifier les traces des plans de glissement. L'observation des figures d'attaque au microscope optique n'a pas pu mettre en évidence un plan de glissement dominant. Il semble au contraire que de nombreux systèmes de glissement soient activés à cette température.

A l'échelle du MET, nous observons encore une microstructure hétérogène mais les zones déformées sont plus fréquentes qu'à 1100°C. Quelques dislocations présentent encore des orientations préférentielles, cependant la plupart d'entre elles sont courbes et forment des jonctions. Nous observons également de nombreux sous-joints denses et bien organisés (*figure IV.14*). A cette température, les dislocations sont mobiles et l'échantillon a été déformé plastiquement.

Par LACBED, nous avons indexé dix-neuf dislocations sur un ensemble de cinq lames. Treize sont du type $1/2\langle 111 \rangle$ et six du type $\langle 100 \rangle$. Nous avons également caractérisé quelques systèmes de glissement (*tableau IV.6*) mais la détermination des directions de ligne est délicate car la plupart des dislocations n'ont pas de caractère rectiligne.

b	l	angle (b,l)	plan (b,l)
$1/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	[001]	125,3	($\bar{1}10$)
$1/2[\bar{1}\bar{1}1]$	[21 $\bar{1}$]	160,5	(011)
$1/2[\bar{1}\bar{1}1]$	compatible avec [2 $\bar{1}1$] ou [1 $\bar{1}3$]	90 121,5	(011) (2 $\bar{1}1$)

tableau IV.6 : Essai à 1400°C (2661).

Détermination des systèmes de glissement de dislocations parfaites.

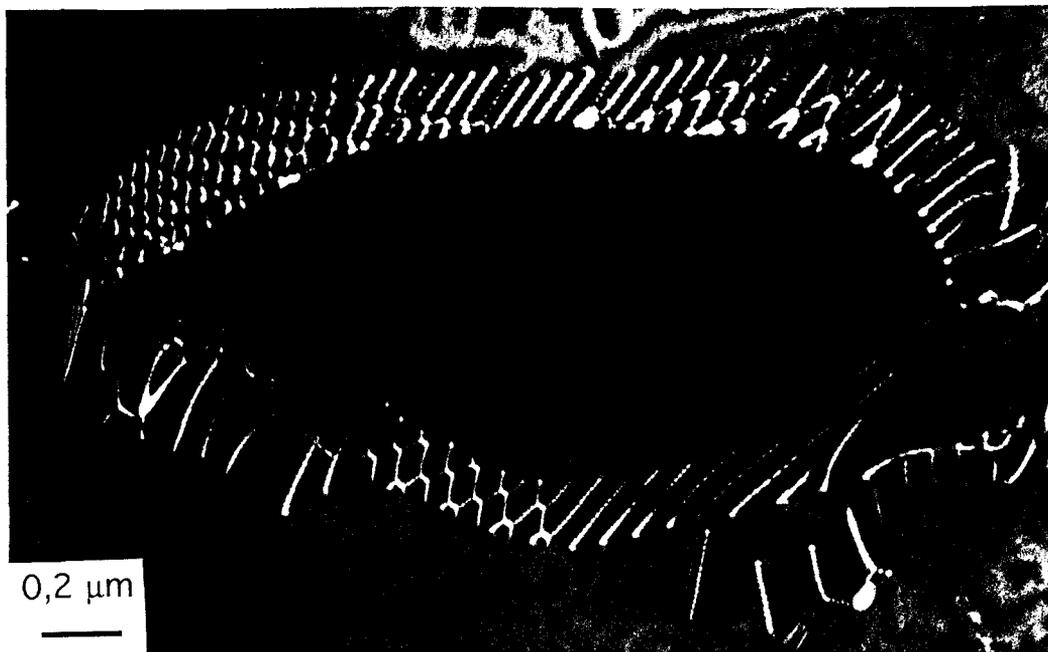


figure IV.14 : Essai à 1400°C (2661). Sous-joint. CNFF. $g = 400$.

IV.3. Discussion

IV.3.1. Déformation en presse multi-enclumes

La plasticité sous très hautes pressions (conditions correspondant au manteau terrestre) n'a été jusqu'à présent l'objet que de quelques études préliminaires (Sharp et al., 1994; Karato et Rubie, 1997; Bussod et al., 1993). La pertinence des expériences de déformation plastique en presse multi-enclumes est d'ailleurs encore discutée.

Plusieurs approches sont aujourd'hui proposées. La plus simple consiste à rendre l'assemblage anisotrope (Cordier et al., 1996). La déformation est alors analysée soit *in situ* (Weidner et al., 1994; Weidner et al., 1998), il s'agit alors en fait de la mesure des contraintes déduites de l'élargissement des pics de diffraction X, soit *post mortem* en microscopie électronique en transmission. Notre démarche se situe dans cette ligne. Signalons enfin que Karato et al. (1997) ont proposé un nouveau type d'assemblage permettant de générer des grandes déformation en cisaillement simple.

L'approche que nous avons choisie repose sur la conception de l'assemblage et sur le choix des matériaux qui entourent l'échantillon. Nous avons essayé plusieurs possibilités :

grenat seul ou grenat avec olivine; pistons en alumine ou en alumine faiblement frittée. L'échantillon de grenat comprimé avec les pistons d'alumine faiblement frittée ne montre aucune fissure de décompression, signe qu'il n'a pas été déformé. Ce point a été vérifié en MET. La contrainte différentielle est donc trop faible dans le cas des pistons en alumine "molle" (alumine faiblement frittée) pour générer de la déformation plastique.

Seul le grenat (ou le grenat + l'olivine) comprimé entre les pistons d'alumine est déformé. Par contre, nous n'avons pas vu de différences dans les microstructures de déformation entre les assemblages avec ou sans olivine. Notre succès est donc partiel : nous avons bien réussi à concevoir un assemblage capable de déformer plastiquement le grenat, matériau pourtant réputé très dur; en revanche, nous n'avons pas réussi à contrôler plus finement la contrainte différentielle appliquée.

On peut considérer que nos essais se déroulent en deux temps. La première étape consiste en l'application de la pression sur l'assemblage à température ambiante. Il est souvent affirmé qu'une grande partie de la déformation en presse multi-enclumes se fait au début de la compression à froid (Durham et Rubie, 1998). Tel n'est pas le cas dans nos essais du fait de la dureté du grenat (surtout à froid). Nous avons montré avec l'essai 2656 que la compression à 6,5 GPa sans chauffage n'introduit aucune dislocation dans le grenat. En revanche, tous les échantillons passent lors de l'application de la sollicitation (c'est à dire à relativement basse pression) par une étape de forte fracturation. Le matériau est ensuite consolidé par la pression qui ferme toutes les fissures. Une énergie élastique importante est ensuite stockée dans l'échantillon (et les matériaux environnants). Les nombreuses fissures sont également le lieu de concentrations de contraintes.

Dans un deuxième temps, l'ensemble est chauffé. A partir d'une certaine température, il y a émission de dislocations. Les dislocations sont d'abord émises en tête de fissures, là où les contraintes sont les plus importantes. Les contraintes élastiques sont ainsi relaxées dans tout l'assemblage, échantillon compris (Weidner et al., 1998).

Les expériences étant proches d'un essai de relaxation de contraintes, elles n'induisent que de faibles taux de déformation. Cette caractéristique peut constituer un avantage. Les microstructures de déformation aux faibles taux de déformation sont souvent plus claires. On peut cependant s'interroger sur l'extrapolation de telles données à la convection mantellique qui, elle, fait intervenir des taux de déformation beaucoup plus importants. Un deuxième avantage réside dans le fait que lors d'un essai de relaxation, la vitesse de déformation décroît et tend vers zéro. C'est là un excellent moyen d'obtenir des vitesses de déformation très lentes. La déformation s'arrête probablement assez rapidement (lorsque la contrainte résiduelle devient trop faible). Le reste du temps passé par l'échantillon en température ne servira plus qu'à restaurer la microstructure, si la température le permet.

IV.3.2. Mécanismes de déformation

IV.3.2.1. Seuil de plasticité

Les microstructures de déformation des grenats silicates déformés en presse multi-enclumes ont mis en évidence un seuil de plasticité vers 1000°C. Dans le régime basse température (en dessous de 1000°C), la plasticité est localisée et se présente sous forme de bandes de déformation. Les échantillons sont très fracturés et la germination de boucles de dislocations se fait à partir des fissures. Les dislocations émises peuvent être parfaites ou dissociées. Cette microplasticité ne produit que très peu de déformation car les dislocations s'arrêtent vite dans le cristal.

Au contraire, dans le régime haute température (c'est à dire au-dessus de 1000°C), la microstructure des échantillons est plus homogène et le grenat est déformé plastiquement. Les dislocations sont mobiles et semblent glisser plus facilement (elles ne sont plus en régime de Peierls). Elles forment des jonctions et des sous-joints. Les nombreux sous-joints organisés montrent que la montée des dislocations est effective et rapide (étant donné le temps de maintien à haute température relativement court).

IV.3.2.2. Systèmes de glissement

Le premier point important est la nature des systèmes de glissement activés en fonction de la température. Nous avons caractérisé une centaine de dislocations par LACBED sur l'ensemble des essais.

⇒ **glissement** $1/2\langle 111 \rangle$

Le vecteur de Burgers dominant est $1/2\langle 111 \rangle$ quelle que soit la température de l'essai. Il correspond dans la structure cubique centrée à la plus petite translation du réseau, c'est donc un vecteur de Burgers attendu.

Le choix du plan de glissement semble plus difficile. Il est caractérisé par LACBED en déterminant pour une même dislocation le vecteur de Burgers et la direction de ligne. Cette opération n'est possible que lorsque la dislocation possède une partie rectiligne, ce qui est plus souvent le cas à basse température. Nous avons mis en évidence que les dislocations $1/2\langle 111 \rangle$ glissent dans les plans $\{110\}$, $\{112\}$ et $\{123\}$.

Discutons de la forme d'une boucle de dislocation dans $\{110\}$ qui semble être le plan le plus facilement activé. A 700°C (*figure IV.6*) et 900°C, la boucle $1/2\langle 11\bar{1} \rangle\{101\}$ est très allongée suivant la direction $\langle 111 \rangle$, qui semble très stable et donc peu mobile. Il est important de noter que cette direction $\langle 111 \rangle$ ne correspond pas à un segment vis mais à une configuration avec un caractère coin dominant. Par exemple, on a $\mathbf{b} = 1/2[111]$ et $\mathbf{l} = [\bar{1}11]$ avec 70,5° entre \mathbf{b}

et I (*tableau IV.2*). La direction du segment mobile des boucles (*figure IV.6*) n'a pu être déterminée car il est très court et trop courbé. Ce segment échappe donc à la friction de réseau, d'où sa mobilité relative plus importante. Au-dessus de 1000°C (*figure IV.13*), la forme des boucles de dislocations semble indiquer que les segments $\langle 111 \rangle$ ont une mobilité comparable aux directions $\langle 100 \rangle$.

Nous avons moins d'informations pour les plans $\{112\}$ et $\{123\}$ en ce qui concerne les directions de lignes les plus stables. Cependant, comme dans les plans $\{110\}$, aucune dislocation vis n'est observée.

⇒ glissement $\langle 100 \rangle$

Le cas du glissement $\langle 100 \rangle$ est plus délicat. $\langle 100 \rangle$ n'est pas le plus petit vecteur de Burgers possible, cependant nous avons identifié des dislocations $\langle 100 \rangle$ à chaque température. Les dislocations $\langle 100 \rangle$ peuvent venir de réactions attractives entre dislocations $1/2\langle 111 \rangle$ telles que $1/2[11\bar{1}] + 1/2[1\bar{1}1] \rightarrow [100]$ qui peut glisser dans (011). Dans les échantillons de basse température, nous n'observons que de la microplasticité, c'est à dire qu'il y a peu d'interactions entre les systèmes de glissement, donc peu de probabilité de création des dislocations $\langle 100 \rangle$. Pour les boucles de dislocations $\langle 100 \rangle$, il est clair qu'elles ne sont pas des produits de réaction. Ces boucles (*figure IV.12*), contenues dans (0 $\bar{1}$ 0) sont allongées suivant [100] pour $b = [00\bar{1}]$ ce qui signifie que la dislocation $\langle 100 \rangle$ stable est de caractère pur coin. Nous avons identifié deux systèmes de glissements : $\langle 100 \rangle\{011\}$ et $\langle 001 \rangle\{010\}$. Les directions de lignes préférentielles sont $\langle 110 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ dans $\{110\}$ et $\langle 100 \rangle$ dans $\{010\}$. Dans les essais à haute température, en évitant les segments courts qui pouvaient être des jonctions, nous avons trouvé plusieurs dislocations $\langle 100 \rangle$. Toutes ces observations suggèrent que le glissement $\langle 100 \rangle$ est activé et participe à la déformation sur toute la gamme de température.

⇒ glissement $\langle 110 \rangle$

Nous n'avons identifié qu'une dislocation $\langle 110 \rangle$, près d'une fissure, dans l'échantillon déformé à 700°C. Ce résultat peut surprendre car $\langle 110 \rangle$ est un vecteur de Burgers très grand qui correspond à une énergie élastique importante. Nous avons un nombre insuffisant de caractérisation de dislocations $\langle 110 \rangle$ pour pouvoir conclure sur ce glissement. Les dislocations $\langle 110 \rangle$ sont discutées plus en détail dans le *chapitre V*.

IV.3.2.3. Restauration et montée des dislocations

Le régime de déformation haute température est caractérisé par la présence de sous-joints denses et bien organisés. Le temps relativement court de nos expériences (≈ 2 h) indique que la restauration est assez rapide. La restauration peut se produire par deux mécanismes : le glissement dévié de dislocations vis ou la montée de dislocations. Nous avons vu que les microstructures sont caractérisées par l'absence de dislocations vis et par la présence de dislocations à caractère coin (avec un angle à 70° entre le vecteur de Burgers et la direction de ligne) $1/2\langle 111 \rangle$ et de dislocations coins $\langle 100 \rangle$. Cela suggère que le mécanisme de restauration se fait par montée des dislocations et non par le glissement dévié. Ce mécanisme est généralement difficile, surtout dans les composés de chimie compliquée comme le grenat. Il n'est activé qu'à haute température où la diffusion est plus facile.

La montée des dislocations apporte généralement une contribution faible à la déformation totale mais ce peut être le processus qui contrôle la vitesse de déformation.

IV.3.3. Influence de l'eau

Un des essais a été réalisé en incorporant de l'eau dans la capsule de fer. Nous voulions voir si la plasticité était activée à plus basse température en environnement humide. Les microstructures observées à 700°C sont les mêmes avec ou sans eau dans la capsule. Nous n'avons donc pas mis en évidence une influence de l'eau sur le seuil de plasticité.

Chapitre V

*Observation de grenats
déformés dans la nature*



Les microstructures de déformation observées dans le *chapitre IV* montrent qu'il est possible de déformer plastiquement dans des conditions de pression et de température du manteau supérieur à l'aide d'une presse multi-enclumes. Ces essais nous renseignent sur les mécanismes de déformation actifs dans ces conditions. Cependant, les vitesses de déformation mises en jeu sont différentes et on peut se demander si les mécanismes activés dans les expériences sont les mêmes que ceux qui opèrent dans la nature. Le but de cette partie est donc d'étudier les microstructures de déformation d'échantillons déformés naturellement dans des environnements géodynamiques différents pour ensuite comparer les mécanismes de déformation des échantillons naturels avec ceux des échantillons déformés expérimentalement.

Cette partie fait l'objet d'une publication à paraître dans la revue *Physic of the Earth and Planetary Interiors* :

Voegelé V., Cordier P., Sautter V., Lardeaux J.M., Sharp T.G. and Marques F.O., Plastic deformation of silicate garnets - part II : Deformation microstructures in natural samples, *Phys. Earth Planet. Int.*, acceptée en juin 1998.

V.1. Présentation générale des échantillons

Nous avons choisi d'étudier principalement des grenats présents dans des éclogites. En effet, ces roches sont majoritairement constituées de grenat et de pyroxène. De plus, elles ont été formées et sont stables sur un large domaine de température, de 400 à 1200°C (*figure V.1*). Elles reflètent donc des environnements géodynamiques très différents (croûte continentale, zones de subduction, manteau supérieur...) et ont été soumises à différents types de contraintes différentielles.

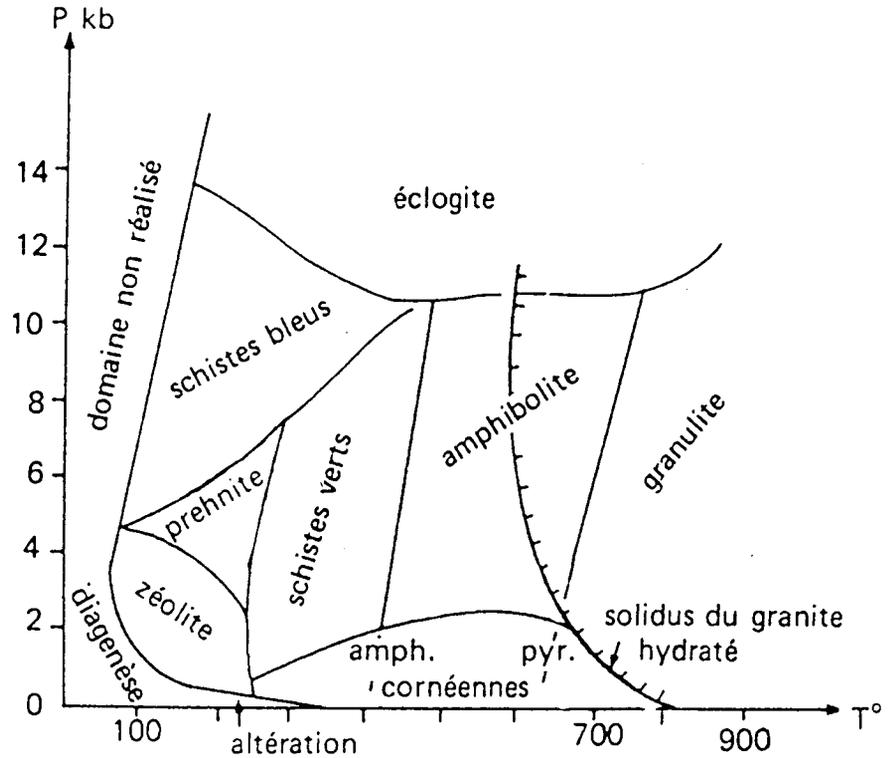


figure V.1. : Diagramme de répartition des principaux facies de métamorphisme.

Une classification, établie par Coleman et al. (1965) répartit les éclogites en trois groupes (A, B et C) en fonction de la température d'équilibre de la roche (*tableau V.1*).

groupe	% mol. pyrope	température d'équilibre	origine possible
C	< 30 %	< 550°C	croûte océanique subductée
B	30-55 %	600°C - 850°C	croûte continentale tectoniquement épaissie
A	> 55 %	> 900°C	manteau supérieur

tableau V.1 : Classification des éclogites (d'après Coleman et al., 1965).

Nous avons caractérisé les microstructures de déformation de grenats des trois groupes d'éclogites. Pour le groupe C, nous nous sommes intéressés aux éclogites de la zone de Sesia Lanzo (Alpes) qui sont associés aux schistes bleus dans les zones de subduction. Pour le groupe B, nous avons étudié les éclogites dans des granulites de Bragança (Portugal) qui ont été stabilisées par épaissement tectonique de la croûte continentale. Pour le groupe A, nous avons porté notre attention sur plusieurs échantillons : des grenats dans du gneiss de Bragança (Portugal), des pyroxénites à grenats du massif de Lherz (France), des nodules de grenat remontés des pipes kimberlitiques de Yakutia (Sibérie) et de Koidu (Sierra Leone).

Outre les éclogites, nous avons étudié des grenats qui se distinguaient des éclogites ci-dessus par leur teneur élevée en calcium. Nous nous sommes intéressés à la cornéenne à grenat clinopyroxène de Flamanville (France) (*figure V.1*) et à des grenats d'origine mantellique dans une grosphydite sans pyroxène (Moravie Ouest, République Tchèque).

Les échantillons nous ont été fournis par V. Sautter (éclogites de Bragança, pyroxénites à grenat, éclogites de Koidu et de Yakutia), J.M. Lardeaux (éclogites des Alpes), L. Latouche (cornéenne à grenat) et S. Vràna (grenat de Moravie). Une description pétrologique plus détaillée de certains échantillons figure en *annexe C*.

Les conditions de pression et de température de métamorphisme sont données, quand elles existent, dans le *tableau V.2*. Pour les mégacristaux de Koidu et les grenats de Yakutia, les données de pression ne sont pas disponibles. En effet, ces grenats nous ont été fournis isolés de leur matrice d'origine, une analyse thermobarométrique est donc impossible.

échantillons	conditions de métamorphisme	
	température (°C)	pression (GPa)
éclogites des Alpes	550-600	1,4 à 1,6
éclogites dans granulites de Bragança	750	1,5
éclogites dans gneiss de Bragança	1000	2
pyroxénites à grenat	900	1,5
nodules de grenat de Koidu et de Yakutia	> 800	<i>pas de données</i>
cornéenne à grenat pyroxène	> 800	< 0,2
grenat dans grosphydite	<i>pas de données</i>	<i>pas de données</i>

tableau V.2 : Conditions de métamorphisme en pression et température des échantillons étudiés.

V.2. Éclogites de groupe C : éclogites des Alpes

Les éclogites représentatives du groupe C étudiées sont issues de la partie interne de la chaîne alpine (zone Sesia-Lanzo). Ces éclogites sont associés aux schistes bleus dans les zones de subduction.

Spectroscopie IR

Nous avons caractérisé la teneur en "eau" (c'est-à-dire OH et H₂O) des grenats par spectroscopie infrarouge en essayant d'éviter les nombreuses microfissures et inclusions fluides visibles en optique. Cette précaution est difficilement réalisable à cause de la taille du diaphragme (100 μm) qui ne permet pas d'isoler totalement des zones sans fissures. Certaines zones apparaissent dépourvues d'OH et d'H₂O tandis que d'autres en montrent une concentration significative. Sur la trentaine de spectres relevés, six types dominant et sont décrits ci-après.

Pour la quantification de l'eau (OH et H₂O), nous avons utilisé le coefficient d'absorption molaire $\epsilon_i = 300 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-2}$ qui est celui déterminé par Aines et Rossman (1984) pour la composition pyrope-almandin.

- **Type 1** (*figure V.2*) : Les pics caractéristiques de OH se situent à 3570 cm⁻¹ et 3640 cm⁻¹. Le pic caractéristique de H₂O se situe vers 3350 cm⁻¹. La teneur en OH est comprise entre 0,1 et 0,5 %.

- **Type 2** (*figure V.3*) : Les pics caractéristiques de OH se situent à 3550 cm⁻¹ pour le pic principal et à 3650 cm⁻¹ pour le pic secondaire. Le pic caractéristique de H₂O se situe vers 3430 cm⁻¹. La teneur en OH est comprise entre 1 et 1,5 %, celle en H₂O entre 2 et 3 %.

- **Type 3** (*figure V.4*) : Le groupe OH se caractérise par deux pics : l'un à 3550 cm⁻¹ et l'autre (très faible) vers 3660 cm⁻¹. La teneur en OH est inférieure à 0,2 %.

- **Type 4** (*figure V.5*) : Les pics caractéristiques du groupe OH se situent vers 3570 cm⁻¹ pour le pic principal et vers 3645 cm⁻¹ pour le pic secondaire. Un pic important dû à H₂O apparaît vers 3420 cm⁻¹. La teneur en OH est comprise entre 1,5 et 3 % et celle en H₂O entre 1 et 4 %.

- **Type 5** (*figure V.6*) : Le pic correspondant à OH ne se détache pas du bruit de fond.

- **Type 6** (*figure V.7*) : Le pic caractéristique de OH se situe à 3570 cm⁻¹. La teneur en OH est inférieure à 0,04 %.

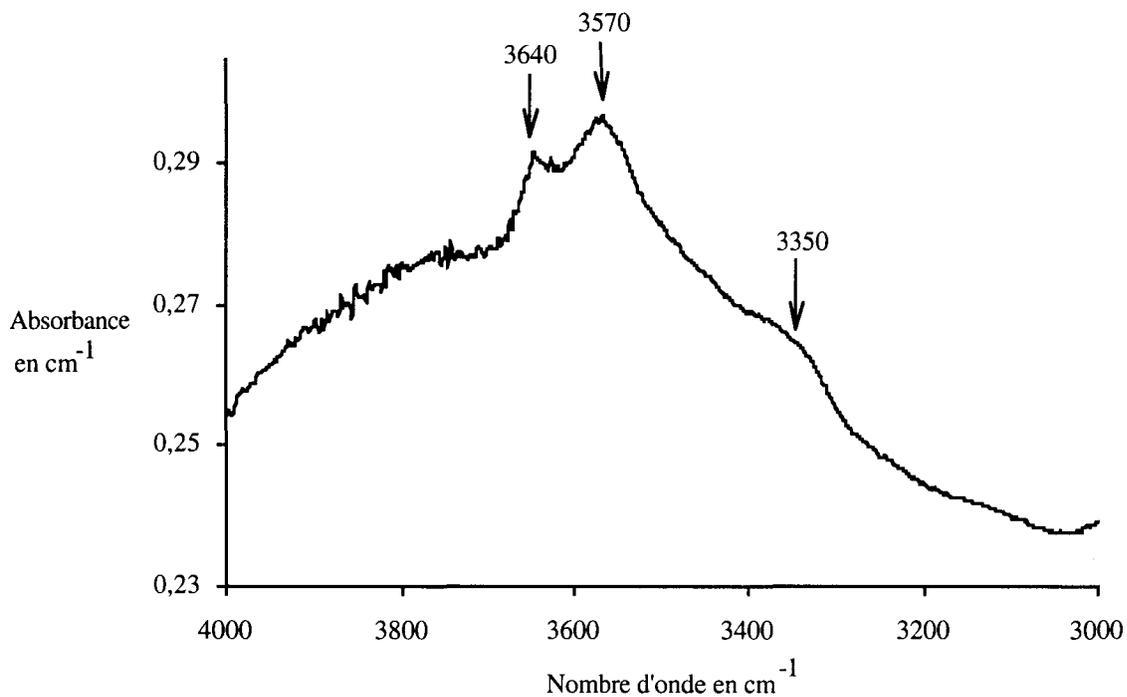


figure V.2 : Grenat des éclogites des Alpes. Spectre IR de type 1.

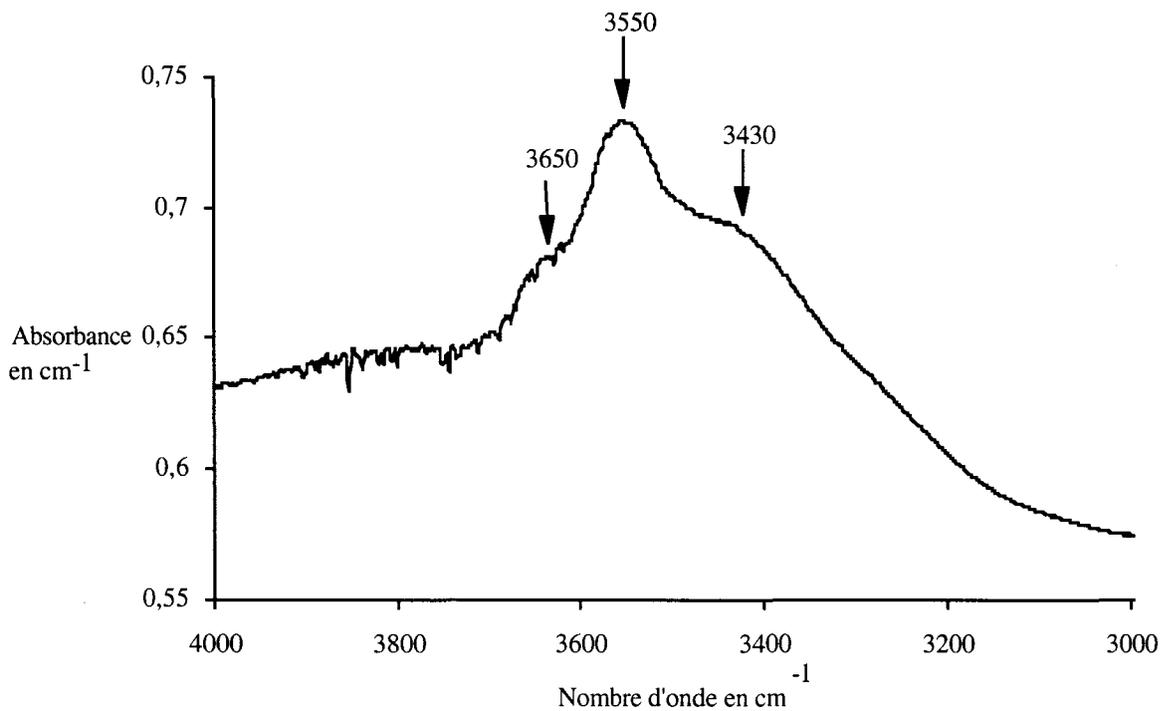


figure V.3 : Grenat des éclogites des Alpes. Spectre IR de type 2.

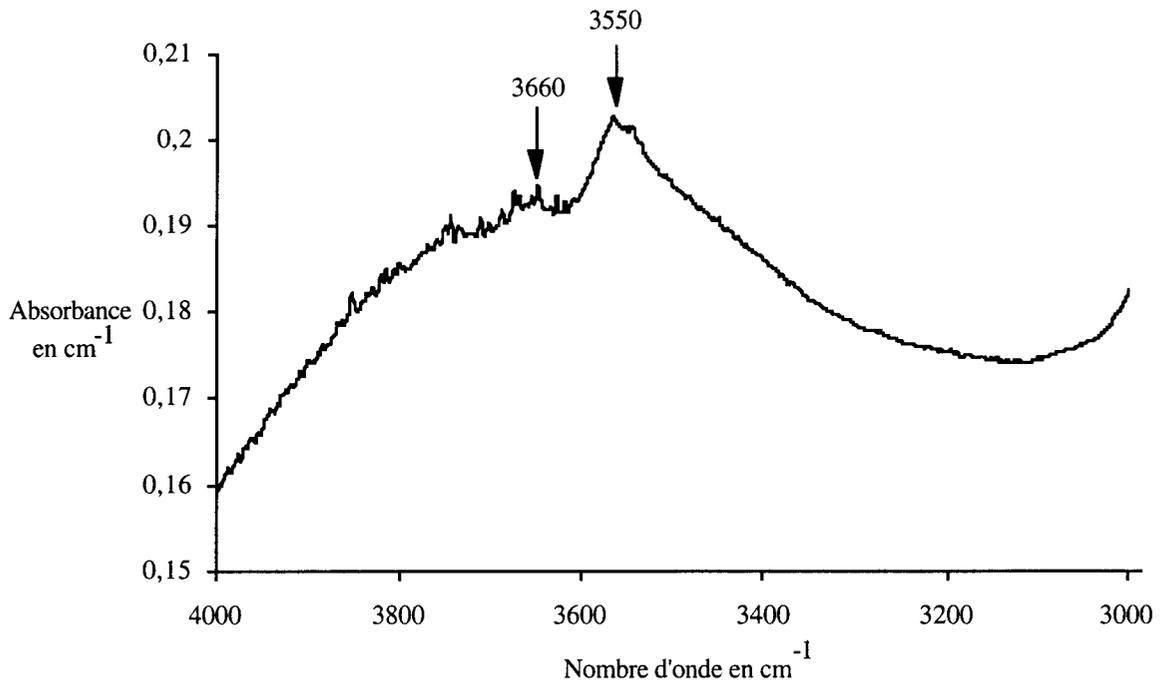


figure V.4 : Grenat des éclogites des Alpes. Spectre IR de type 3.

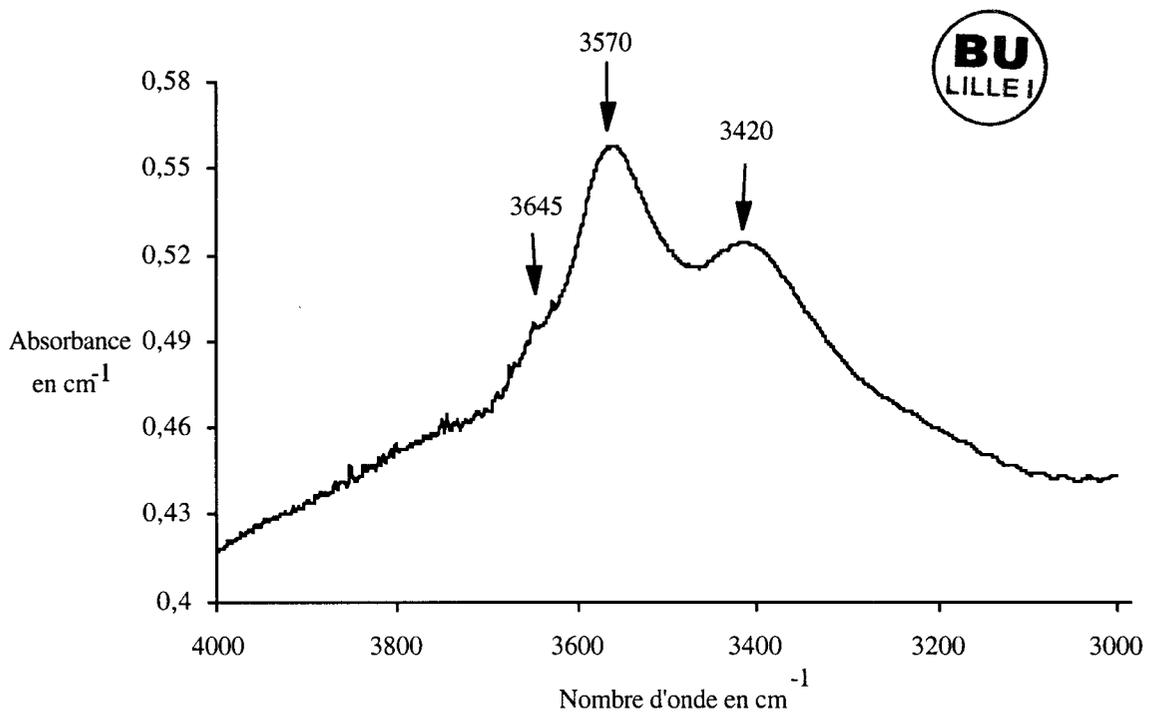


figure V.5 : Grenat des éclogites des Alpes. Spectre IR de type 4.

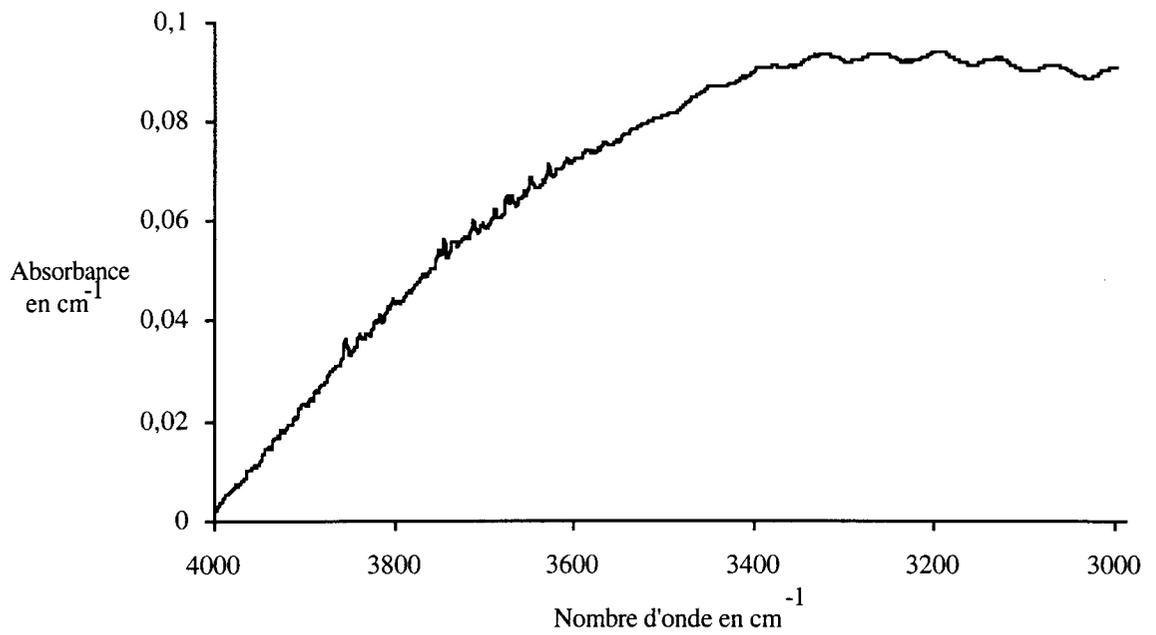


figure V.6 : Grenat des éclogites des Alpes. Spectre IR de type 5.

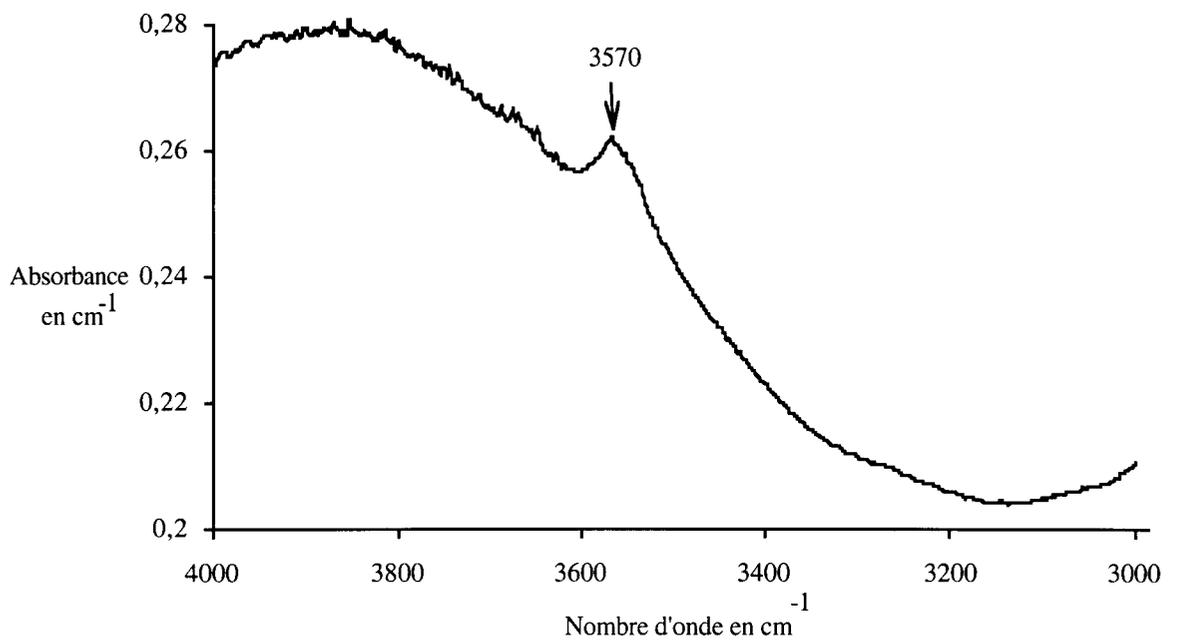


figure V.7 : Grenat des éclogites des Alpes. Spectre IR de type 6.

Microscopie optique

Nous avons d'abord observé ces échantillons au microscope optique. Dans ce but, nous avons poli des tranches (d'épaisseur environ 100 μm) puis attaqué chimiquement à l'acide fluorhydrique (en concentration 20%). Nous observons une microstructure très hétérogène et de nombreuses fissures. La déformation plastique, rare, semble liée au microfissures.

Microscopie électronique en transmission

La microstructure est également très hétérogène à l'échelle du MET. La densité de dislocations varie de 10^5 à 10^{13} m^{-2} selon les zones. Nous observons des microstructures très différentes à la fois entre deux échantillons différents et au sein d'un même échantillon. C'est pourquoi, il nous a paru nécessaire d'observer un grand nombre de lames minces pour avoir une représentation exacte de la microstructure de ces échantillons.

Nous avons étudié un total de trente-quatre lames, certaines ne contenaient pas de dislocations, d'autres présentaient des densités non négligeables de dislocations (10^{12} m^{-2}). Les échantillons sont très fissurés. Les dislocations se trouvent près de ces fissures (*figure V.8*) et la densité de dislocations peut atteindre 10^{13} m^{-2} . Des boucles de dislocations sont émises en tête de fissures (*figure V.9*). Cependant, ces boucles de dislocations ne se propagent pas sur de longues distances à l'intérieur du grain (sur quelques micromètres seulement).

Il peut y avoir émission de dislocations parfaites mais aussi de dislocations dissociées faiblement en deux, trois ou quatre partielles (*figures V.10 et V.11*). Le cas de la *figure V.11* est un peu particulier car ces dislocations partielles sont dans un sous-joint.

Les dislocations peuvent être également dissociées largement (*figure V.12*). De plus, certaines dislocations sont associées à des franges ayant un contraste particulier (*figure V.13*). Nous ne pouvons observer ces franges que lorsque nous sommes très proche de la position exacte de Bragg et seule une partielle est visible.

Quelques régions semblent plus ductiles, nous y observons des jonctions et quelques rares sous-joints (*figures V.14 et V.15*).

Dans ces échantillons, nous avons caractérisé de nombreuses dislocations par LACBED (cinquante-sept dislocations dans dix-sept lames). La plupart sont du type $1/2\langle 111 \rangle$ (trente-deux exactement) mais les dislocations de type $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$ sont en quantité significative : quatorze $\langle 100 \rangle$ et onze $\langle 110 \rangle$. Nous montrons une détermination d'une dislocation $\langle 110 \rangle$ par LACBED en *figure V.16*.

Il est possible dans les cas où les dislocation présentent un caractère rectiligne de caractériser la direction de ligne et ainsi de déterminer le plan de glissement (à condition que les dislocations ne soient pas des dislocations vis). Les résultats figurent dans le *tableau V.3*. Pour les dislocations parfaites, nous avons identifié les systèmes de glissement suivants : $1/2\langle 111 \rangle \{11\bar{2}\}$, $1/2\langle 111 \rangle \{1\bar{1}0\}$, $1/2\langle 111 \rangle \{12\bar{3}\}$, $\langle 100 \rangle \{0\bar{1}1\}$ et $\langle 100 \rangle \{001\}$.

b	l	angle (b,l)	plan (b,l)
$1/2[1\bar{1}\bar{1}]$	$[110]$	90	$(1\bar{1}2)$
$1/2[1\bar{1}\bar{1}]$	compatible avec $[110]$ ou avec $[1\bar{1}1]$	90 70,5	(112) $(\bar{1}\bar{1}0)$
$1/2[1\bar{1}\bar{1}]$	$[1\bar{1}\bar{3}]$	29,5	(110)
$1/2[\bar{1}11]$	compatible avec $[1\bar{2}1]$ ou avec $[1\bar{1}2]$	118,1 90	(321) (110)
$1/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	compatible avec $[\bar{1}10]$	90	$(11\bar{2})$
$[0\bar{1}0]$	$[110]$	135	(001)
$[100]$	$[\bar{1}11]$	125,3	$(0\bar{1}1)$
$[\bar{1}00]$	$[\bar{1}10]$	45	$(00\bar{1})$
$[0\bar{1}0]$	$[1\bar{1}0]$	45	(001)
$[010]$	$\langle 101 \rangle$		$\{10\bar{1}\}$

tableau V.3 : Grenat des écolites des Alpes.

Détermination par LACBED du système de glissement de dislocations parfaites.

Nous avons porté une attention particulière à la caractérisation du vecteur de Burgers des dislocations dissociées. Lorsqu'elles sont faiblement dissociées (avec une largeur de dissociation de l'ordre de 10-20 nm), elles se comportent en LACBED comme des dislocations parfaites et le vecteur de Burgers de la dislocation parfaite peut être déterminé. Dans chaque cas, les déterminations conduisent à des dislocations $\langle 110 \rangle$.

Dans le cas de la *figure V.11*, la largeur de dissociation est trop grande (environ 50 nm) pour que la dislocation soit caractérisée par LACBED. Nous avons donc utilisé une autre technique : la microscopie électronique en haute résolution. La faute est mise de bout, sa direction de ligne est $\langle 110 \rangle$. La *figure V.17* représente les points d'émergence des quatre partielles vues de bout. Le circuit de Burgers sur le cliché en MEHR (*figure V.18*) conduit à un vecteur de Burgers $\langle 110 \rangle$ perpendiculaire à la faute; la dislocation s'est donc dissociée en montée.

Nous avons également essayé de caractériser les systèmes de glissement de dislocations dissociées associées à un large ruban de faute (*figure V.19*). A nouveau, nous obtenons un vecteur de Burgers $\langle 110 \rangle$. Les dislocations $\langle 110 \rangle$ sont donc toujours associées à de la dissociation.

Pour les dislocations dissociées, nous avons tenté de caractériser les systèmes de glissement. Les dislocations étant souvent courtes et courbes, la détermination comporte des incertitudes (*tableau V.4*).

b	l	angle (b,l)	plan (b,l)
$[0\bar{1}1]$	compatible avec $[2\bar{1}\bar{1}]$	90	(111)
$[110]$	compatible avec $[1\bar{1}0]$	90	$(00\bar{1})$

tableau V.4 : Grenat des éclogites des Alpes.

Essai de détermination par LACBED du système de glissement de dislocations dissociées.

Nous avons déterminé le vecteur de Burgers d'une dislocation associée à des franges ayant un faible contraste (*figure V.13*), il est de type $\langle 100 \rangle$. Ce vecteur de Burgers correspond à une dislocation parfaite. Cela signifie que le vecteur de Burgers de la deuxième partielle est très petit par rapport à $\langle 100 \rangle$.



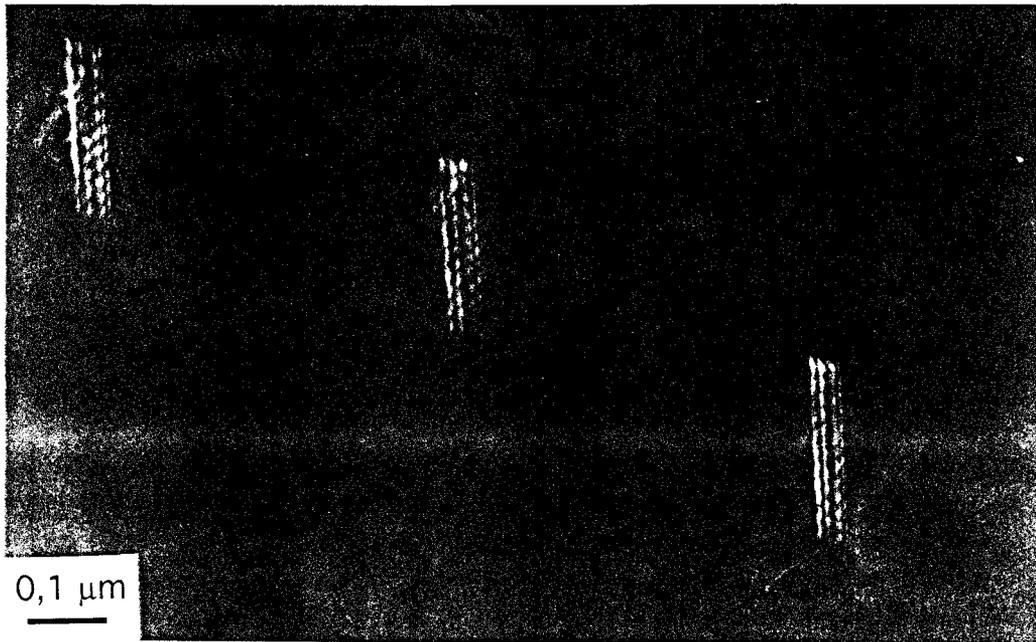
figure V.8 : Grenat des éclogites des Alpes. Forte concentration de dislocations près d'une fissure (non visible sur le cliché). CNFF. $g = 400$.



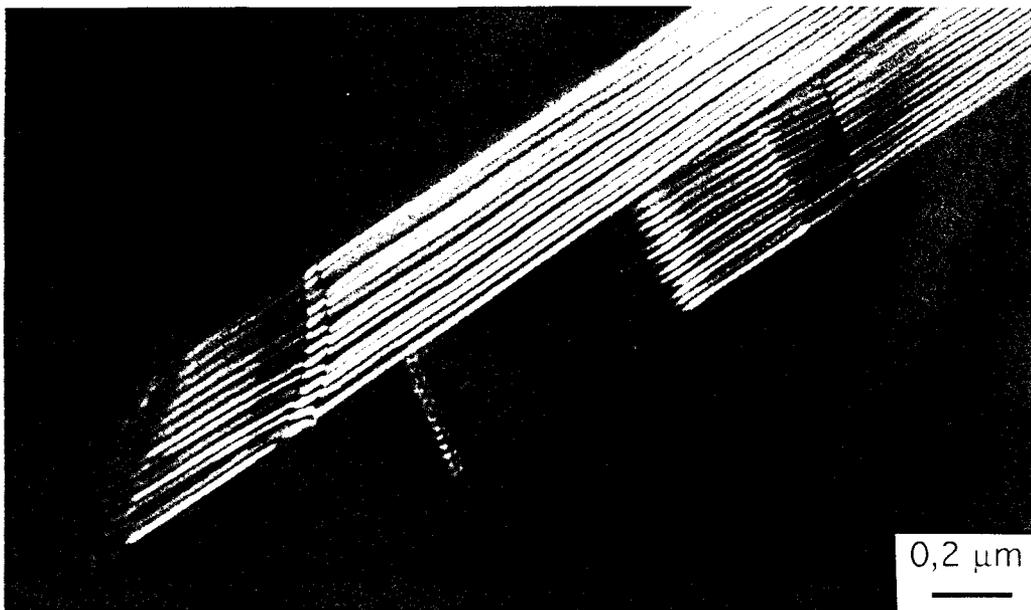
*figure V.9 : Grenat des éclogites des Alpes.
Boucles de dislocations émises par une fissure. CNFF. $g = 400$.*



*figure V.10 : Grenat des éclogites des Alpes.
Dislocations faiblement dissociées en 2 et 3 partielles. CNFF. $g = 400$.*



*figure V.11 : Grenat des éclogites des Alpes.
Dislocation faiblement dissociée en 4 partielles. CNFF. $g = 400$.*



*figure V.12 : Grenat des éclogites des Alpes. Dislocations largement dissociées. CNFF.
 $g = 400$.*



*figure V.13 : Grenat des éclogites des Alpes.
Dislocation associée à des franges de faible contraste. CC. $g = 400$.*

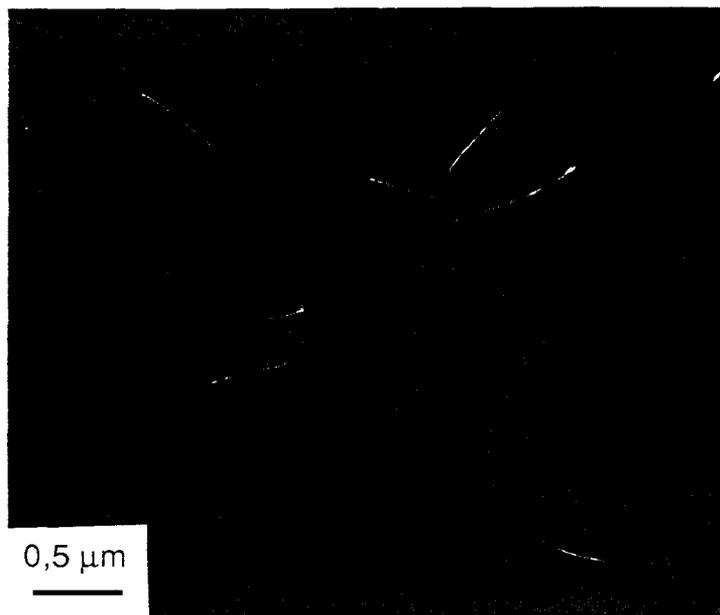


figure V.14 : Grenat des éclogites des Alpes. Jonctions. CNFF. $g = 400$.



figure V.15 : Grenat des éclogites des Alpes. Sous-joint. CC. $g = 400$.

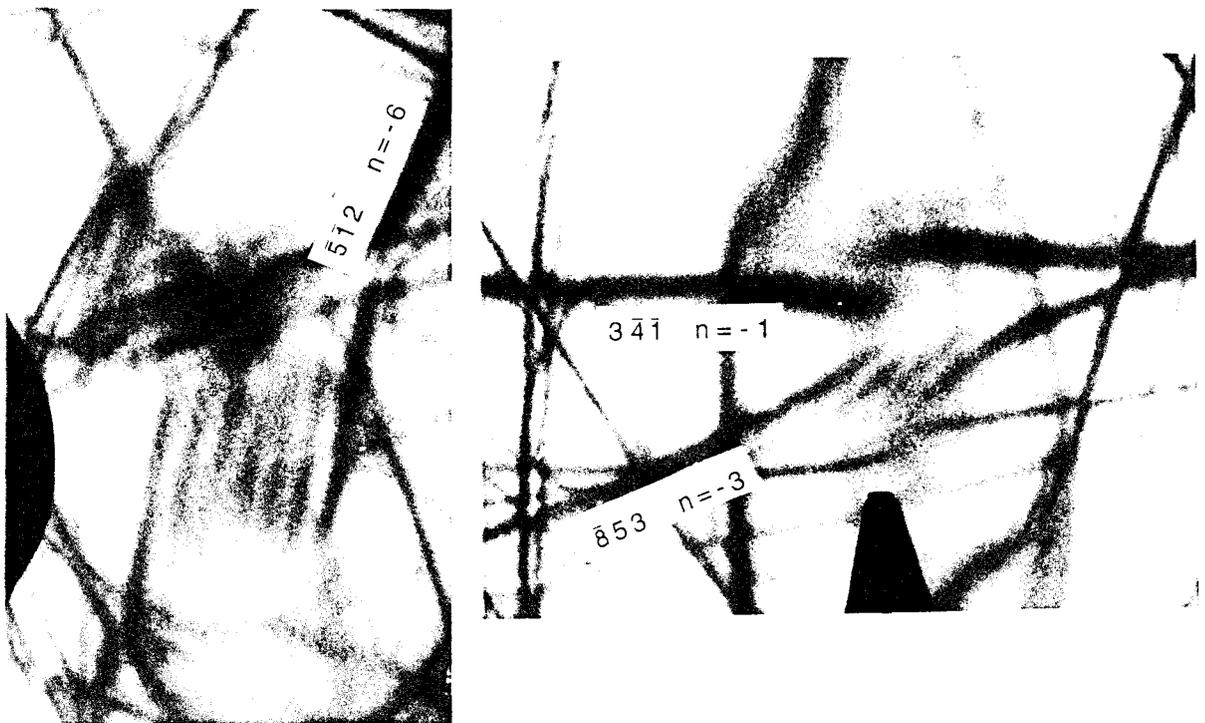
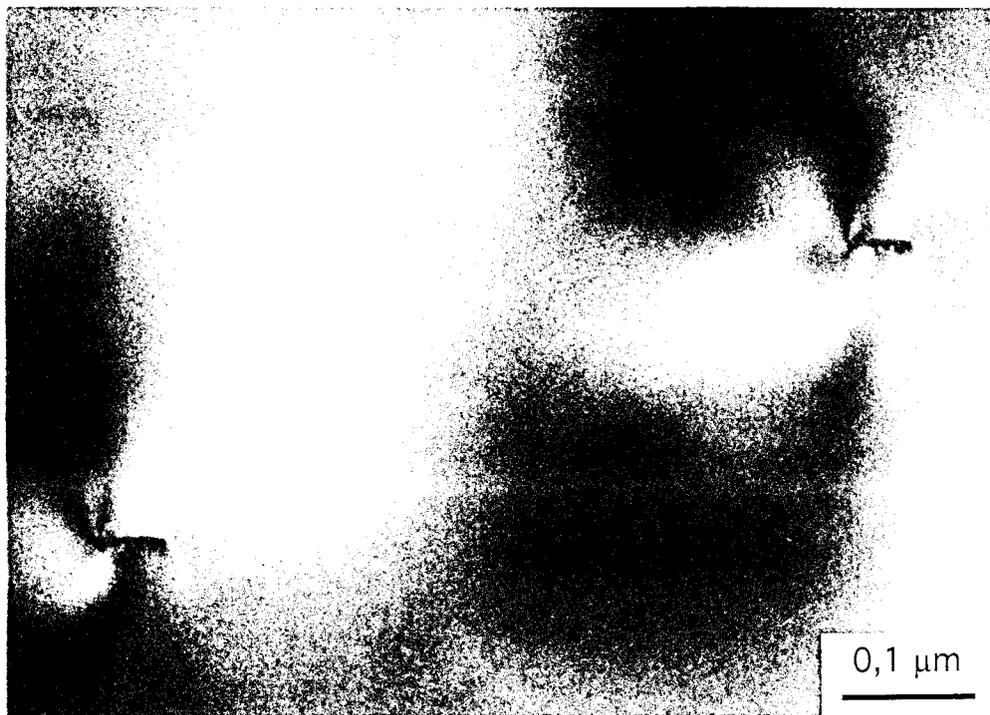
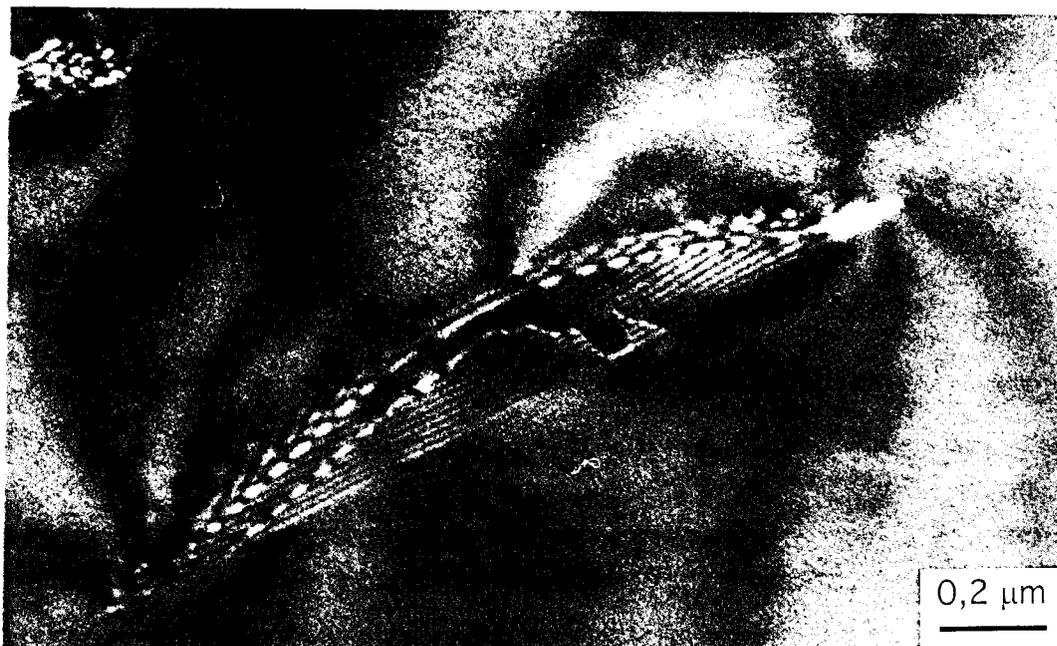


figure V.16 : Grenat des éclogites des Alpes.

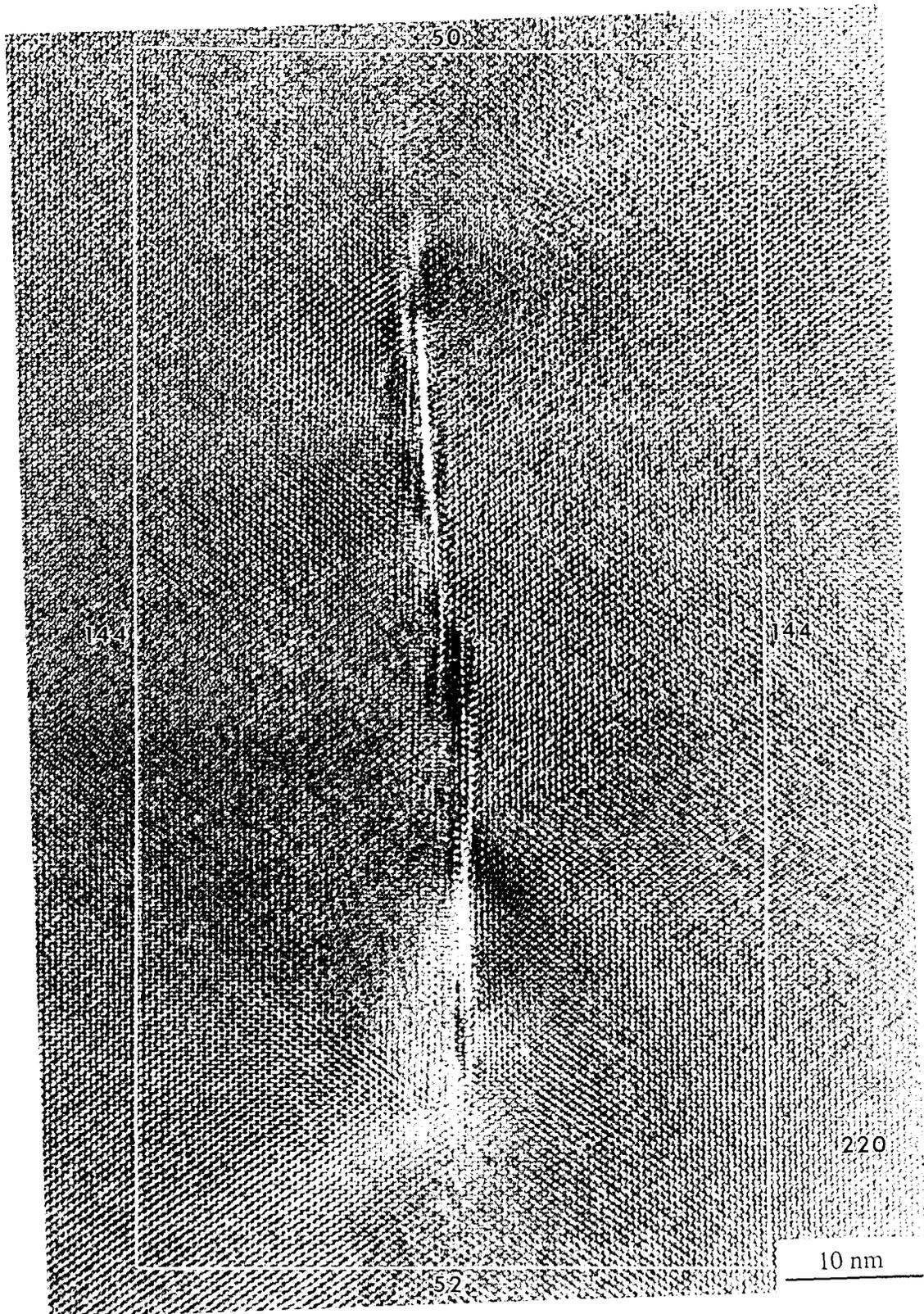
Exemple de détermination par LACBED du vecteur de Burgers \mathbf{b} d'une dislocation $[110]$ interceptant les lignes de Bragg $3\bar{4}1$, $5\bar{1}2$ et $8\bar{5}3$.



*figure V.17 : Grenat des éclogites des Alpes.
Dislocations partielles de la figure V.11 de bout. La direction de ligne est $\langle 110 \rangle$.*



*figure V.19 : Grenat des éclogites des Alpes.
Dislocations dissociées dans un ruban de faute. CNFF. $g = 400$.*



*figure V.18 : Grenat des éclogites des Alpes.
Microscopie Electronique en Haute Résolution (MEHR) sur les dislocations de la [figure V.17](#).*

Microanalyse X

Nous avons déterminé la composition chimique des grenats par microanalyse X sur de nombreuses lames. Suivant les grains, la composition est très différente, certains grains sont plutôt du type almandin-pyrope tandis que d'autres sont du type almandin-grossulaire. Les grains sont très zonés et la composition peut varier de plusieurs pourcents entre le centre et la périphérie d'un grain.

Dans le *tableau V.5* est reportée la composition moyenne. Le détail (avec l'écart type à 2σ) figure dans le *tableau V.6*. Les types 1 à 6 font référence aux mêmes échantillons que les six types de spectres IR. La répartition en composition est représentée en *figure V.20*.

type	composition moyenne
1	Al ₅₈ Py ₂₂ Sp ₁ Gr ₁₉
2	Al ₅₉ Py ₁₂ Sp ₁ Gr ₂₈
3	Al ₅₂ Py ₁₇ Sp ₃ Gr ₂₈
4	Al ₅₂ Py ₂₀ Sp ₁ Gr ₂₇
5	Al ₅₈ Py ₉ Sp ₁ Gr ₃₂
6	Al ₄₉ Py ₃₁ Sp ₁ Gr ₁₉

tableau V.5 : Grenat des éclopites des Alpes. Composition moyenne des six types de grenat.

type	nombre d'analyses	Al	Py	Sp	Gr	An
1	25 sur 2 lames	58,3 ± 2,2	21,4 ± 1,9	1,3 ± 0,2	19,0 ± 0,5	0
2	35 sur 3 lames	59,1 ± 1,0	12,2 ± 0,9	1,0 ± 0,4	27,7 ± 1,5	0
3	20 sur 2 lames	51,7 ± 1,8	16,8 ± 1,6	3,1 ± 0,4	28,2 ± 1,0	0,2 ± 0,2
4	20 sur 2 lames	52,4 ± 2,1	19,6 ± 4,0	1,0 ± 0,4	27,0 ± 2,7	0
5	20 sur 2 lames	58,4 ± 1,1	9,3 ± 2,4	0,6 ± 0,2	31,5 ± 1,9	0,2 ± 0,2
6	20 sur 2 lames	49,2 ± 2,1	30,4 ± 2,5	1,3 ± 0,3	19,1 ± 0,6	0

tableau V.6 : Grenat des éclopites des Alpes. Moyenne et écart type des analyses réalisées.

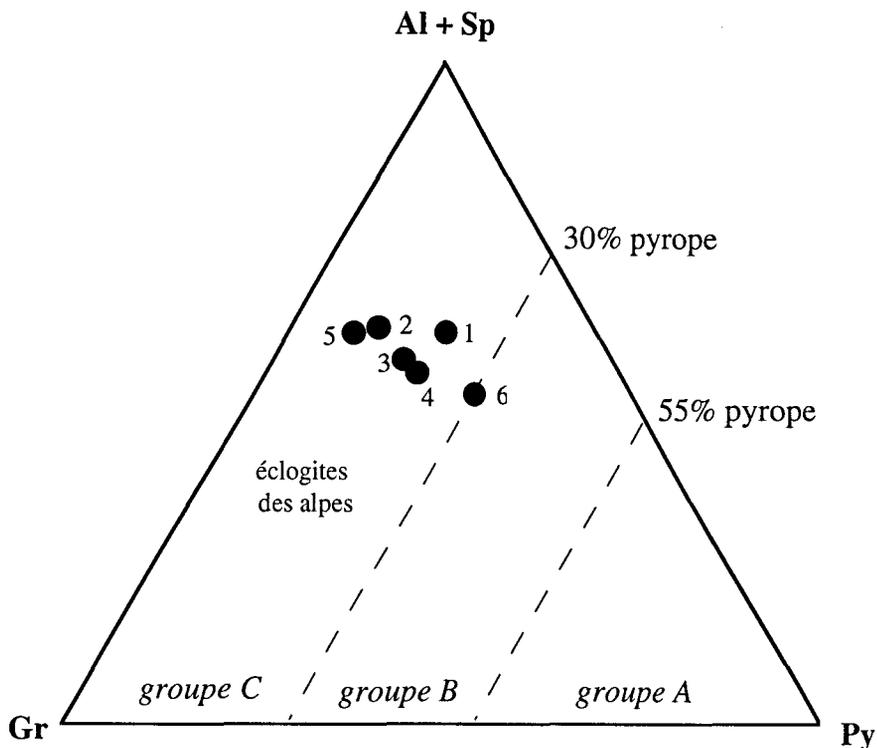


figure V.20 : Grenat des éclogites des Alpes. Répartition en composition des 6 types étudiés. Les groupes A, B et C font référence à la classification de Coleman. Al : almandin, Sp : spessartine, Py : pyrope, Gr : grossulaire

V.3. Eclogites du groupe B : éclogites dans granulites de Bragança

Nous nous sommes intéressés à des éclogites dans des granulites de Bragança (Portugal) qui appartiennent au groupe B de la classification de Coleman. Nous avons étudié deux roches différentes : l'une à structure rubanée et l'autre à structure non rubanée. Elles sont présentées ensemble car elles ont des microstructures similaires.

Microscopie électronique en transmission

La microstructure du grenat des éclogites de Bragança est assez homogène. Elle se compose de dislocations libres non dissociées (en densité comprise entre 10^{11} et 10^{12} m^{-2}), de quelques jonctions et de nombreux sous-joints réguliers (*figure V.21 et V.22*). Les dislocations libres sont rarement rectilignes et ne présentent pas de direction préférentielle. La seule dissociation observée est celle observée dans les sous-joints (*figure V.23*).

Nous avons déterminé les systèmes de glissement de quelques dislocations ayant un caractère rectiligne. Nous avons trouvé les systèmes de glissement suivants : $1/2\langle 1\bar{1}\bar{1}\rangle\{\bar{1}1\bar{2}\}$, $\langle 0\bar{1}0\rangle\{102\}$ et $\langle 010\rangle\{101\}$. Les résultats figurent dans le *tableau V.7*.

b	l	angle (b,l)	plan (b,l)
$1/2[1\bar{1}\bar{1}]$	$[\bar{1}\bar{1}0]$	90	$(\bar{1}1\bar{2})$
$[\bar{1}00]$	$[\bar{2}11]$ ou $[\bar{3}11]$	35,3 25,2	$(01\bar{1})$ $(01\bar{1})$
$[0\bar{1}0]$	$[21\bar{1}]$	114,1	(102)
$[010]$	$[11\bar{1}]$	54,7	$(\bar{1}0\bar{1})$

tableau V.7 : Grenat des éclogites (dans granulites) de Bragança.

Détermination par LACBED du système de glissement de dislocations parfaites.

Nous avons déterminé la composition par microanalyse X. Les grains de grenat sont moins zonés que ceux des éclogites des Alpes, ils ont pour composition moyenne : $Al_{39}Py_{35}Sp_1Gr_{22}An_3$. Les résultats des vingt analyses faites sur deux lames sont reportés dans le *tableau V.8*.

almandin	pyrope	spessartine	grossulaire	andradite	ouvarovite
$39,0 \pm 1,8$	$35,3 \pm 1,9$	$0,9 \pm 0,1$	$22,2 \pm 1,5$	$2,5 \pm 1,4$	$0,1 \pm 0,1$

tableau V.8 : Grenat des éclogites (dans granulites) de Bragança. Moyenne et écart type (2σ) des analyses réalisées.

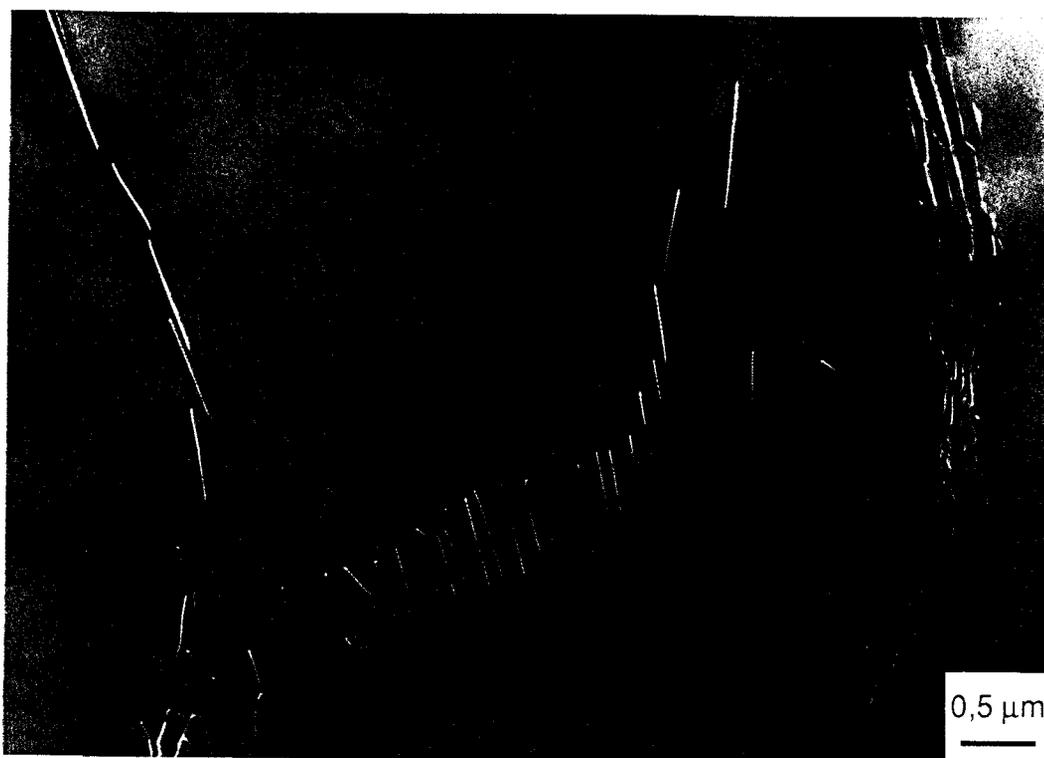
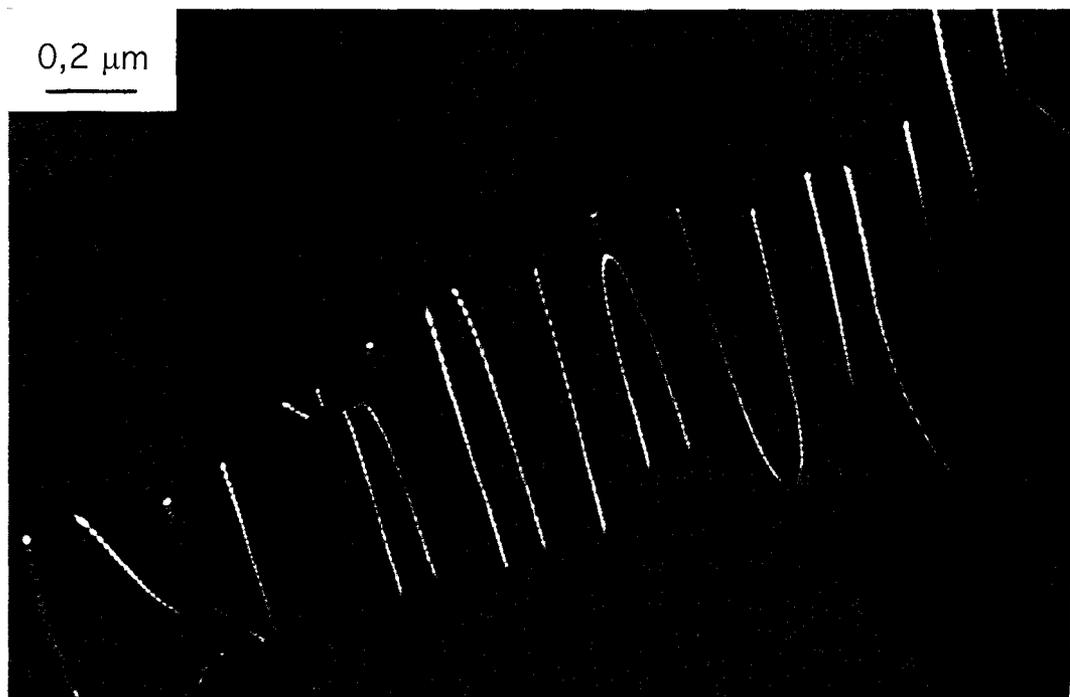
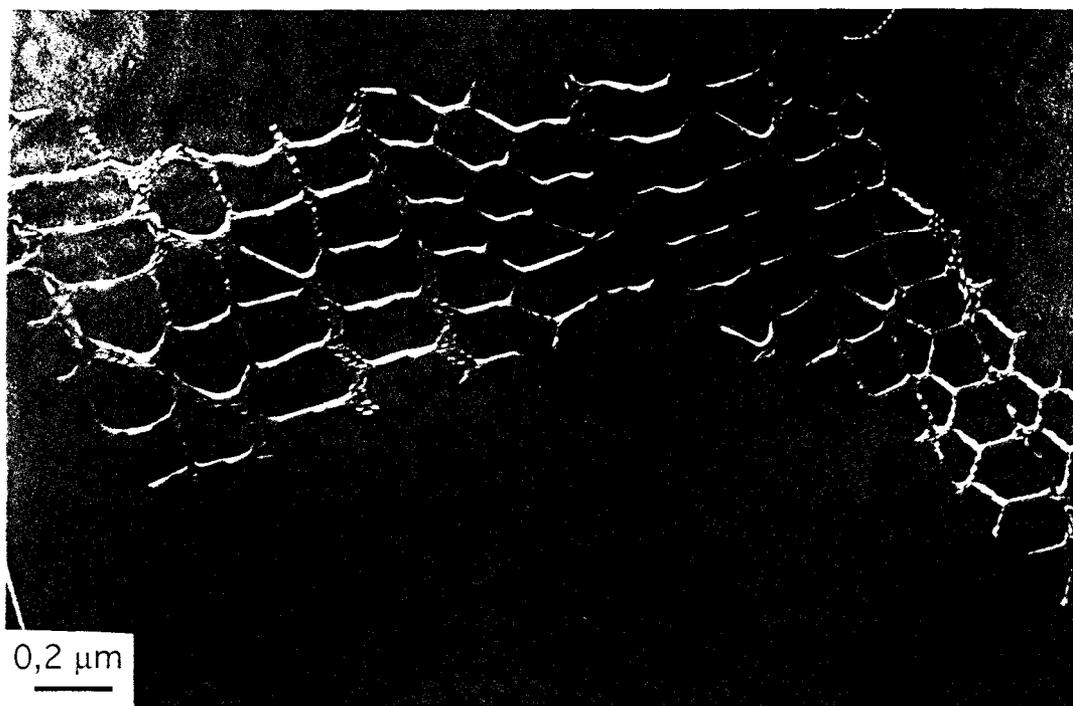


figure V.21 : Grenat des éclogites (dans granulites) de Bragança.

Sous-joints organisés en cellules. CNFF. $g = 400$.



*figure V.22 : Grenat des éclogites (dans granulites) de Bragança.
Dissociation dans un sous-joint. Détail de la figure V.21. CNFF. $g = 400$.*



*figure V.23 : Grenat des éclogites (dans granulites) de Bragança.
Dissociation de dislocations. CNFF. $g = 400$.*

V.4. Eclogites du groupe A

Nous avons étudié plusieurs échantillons du groupe A : des grenats dans un gneiss amphibolitisé de Bragance (Portugal), des pyroxénites à grenats du massif de Lherz (France) et enfin des nodules de grenat remontés des pipes kimberlitiques de Yakutia (Sibérie) et de Koidu (Sierra Leone). Nous avons choisi de les présenter dans l'ordre de leur teneur en Mg (pyrope) croissante.

V.4.1. Grenat dans gneiss de Bragance

Microscopie électronique en transmission

Le grenat est caractérisé par une microstructure homogène avec une faible densité de dislocations libres non dissociées comprise entre 10^{10} et 10^{11} /m². Certaines montrent une orientation préférentielle marquée (*figure V.24*). Nous observons de rares sous-joints denses (*figure V.25*) et espacés entre eux d'au moins 50 nm.

Nous avons effectué plusieurs caractérisations de systèmes de glissement pour des dislocations présentant un caractère rectiligne (*tableau V.9.*). Le système de glissement trouvé est $1/2\langle 111 \rangle \{1\bar{1}0\}$.

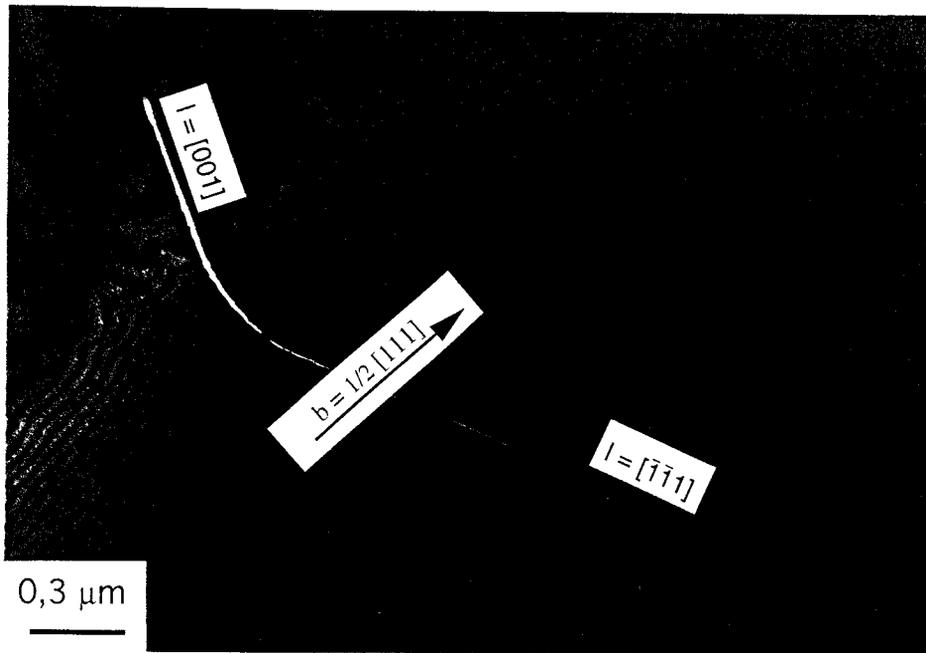
b	l	angle (b,l)	plan (b,l)
$1/2[111]$	$[001]$	54,7	$(1\bar{1}0)$
$1/2[\bar{1}\bar{1}1]$	$[\bar{1}11]$	70,5	$(\bar{1}0\bar{1})$
$1/2[111]$ (boucle de dislocation)	1 ^{ère} direction : $[\bar{1}\bar{1}1]$	109,5	$(1\bar{1}0)$
	2 ^e direction : $[001]$	54,7	$(1\bar{1}0)$
	3 ^e direction : $[113]$	29,5	$(1\bar{1}0)$
$1/2[111]$	$[\bar{1}\bar{1}1]$	109,5	$(1\bar{1}0)$
$1/2[\bar{1}\bar{1}1]$	$[\bar{1}11]$	70,5	(011)

tableau V.9 : Grenat dans gneiss de Bragance. Détermination par LACBED du système de glissement de dislocations parfaites.

Nous avons déterminé la composition du grenat par microanalyse X. Les grains sont peu zonés et la composition moyenne est : Al₂₃ Py₅₀ Sp₁ Gr₂₂ An₄. Les résultats des seize analyses faites sur une lame sont reportés dans le *tableau V.10*.

almandin	pyrope	spessartine	grossulaire	andradite	ouvarovite
23,4 ± 0,9	49,5 ± 1,2	1,0 ± 0,1	22,2 ± 0,8	4,0 ± 0,9	0

tableau IV.10 : Grenat dans gneiss de Bragance. Moyenne et écart type (2σ) des analyses réalisées.



*figure V.24 : Grenat dans gneiss de Bragança. Boucle de dislocation glissant dans $(1\bar{1}0)$.
CNFF. $g = 400$.*

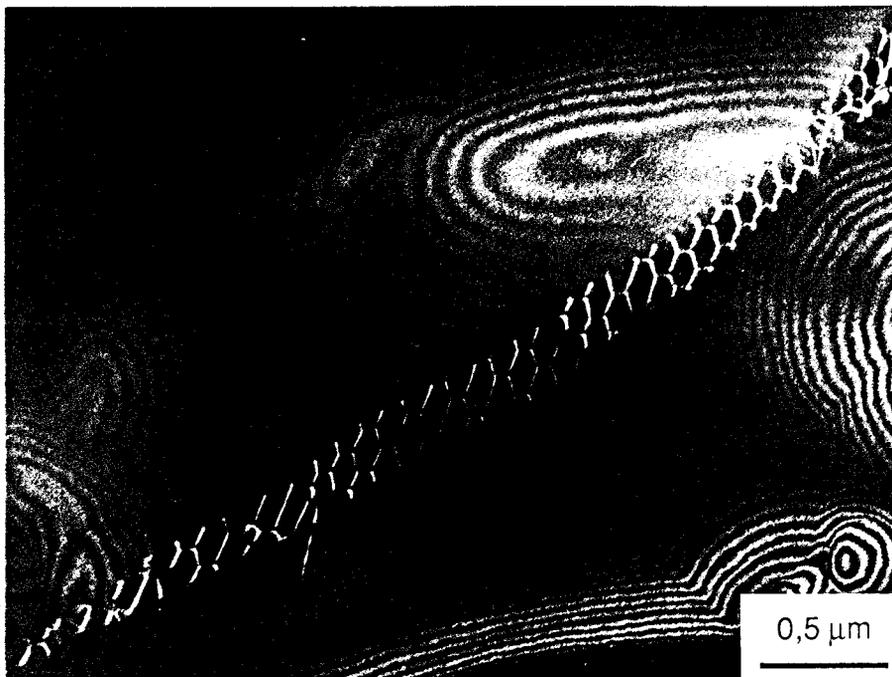


figure V.25 : Grenat dans gneiss de Bragança. Sous-joint. $g = 400$.

V.4.2. Pyroxénites à grenat de Lherz

Microscopie électronique en transmission

La microstructure de cet échantillon est assez homogène et assez proche de celle du grenat des écolites de granulites de Bragance. Elle se compose de dislocations libres non dissociées (en densité comprise entre 10^{11} et 10^{12} m⁻²), de jonctions (*figure V.26*) et de sous-joints réguliers (*figure V.27*). Les dislocations ne sont pas rectilignes et n'ont pas d'orientation préférentielle. Nous n'observons aucune dissociation en dehors de celle observée dans les sous-joints.

Nous avons caractérisé plusieurs systèmes de glissement (*tableau V.11*) mais les lignes de dislocations étant courbes, le parallélisme avec les lignes de Bragg est difficile à évaluer. Cela explique les incertitudes pour la direction de ligne, et par conséquent pour les systèmes de glissement, de la plupart des dislocations.

b	l	angle (b,l)	plan (b,l)
$1/2[\bar{1}\bar{1}1]$	compatible avec $[\bar{1}11]$	70,5	$(\bar{1}0\bar{1})$
	ou avec $[2\bar{1}1]$	90	(011)
	ou avec $[\bar{2}11]$	61,9	$(\bar{2}\bar{1}\bar{3})$
$1/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	compatible avec $[\bar{1}11]$	70,5	$(\bar{1}0\bar{1})$
	ou avec $[\bar{1}12]$	61,9	$(\bar{3}1\bar{2})$
$1/2[1\bar{1}1]$	compatible avec $[11\bar{2}]$	118,1	(132)
	ou avec $[110]$	90	$(\bar{1}12)$
$1/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	compatible avec $[\bar{1}11]$	109,5	(01 $\bar{1}$)
	ou avec $[\bar{1}12]$	118,1	$(\bar{1}3\bar{2})$
$1/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$[112]$	118,1	$(31\bar{2})$
$[0\bar{1}0]$	$[1\bar{1}\bar{1}]$	54,7	(101)

tableau V.11 : Grenat de Lherz. Détermination des systèmes de glissement.

Nous avons déterminé la composition du grenat de Lherz par microanalyse X. Les grains sont peu zonés et la composition moyenne est : Al₂₂ Py₆₁ Sp₁ Gr₁₅ Ou₁. Les résultats des 14 analyses faites sur une lame sont reportés dans le *tableau V.12*.

almandin	pyrope	spessartine	grossulaire	andradite	ouvarovite
22,4 ± 0,3	61,3 ± 0,7	0,6 ± 0,1	15,1 ± 0,3	0,1 ± 0,1	0,5 ± 0,1

tableau V.12 : Grenat de Lherz. Moyenne et écart type (2σ) des analyses réalisées.

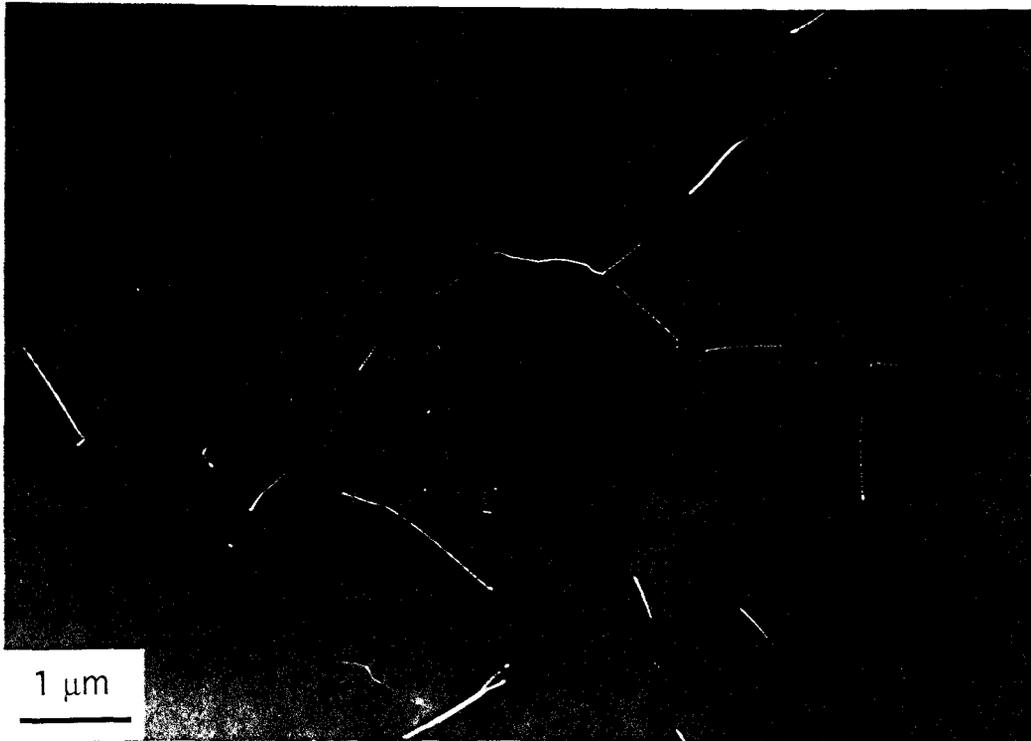


figure V.26 : Grenat de Lherz. Jonctions. CNFF. $g = 400$.

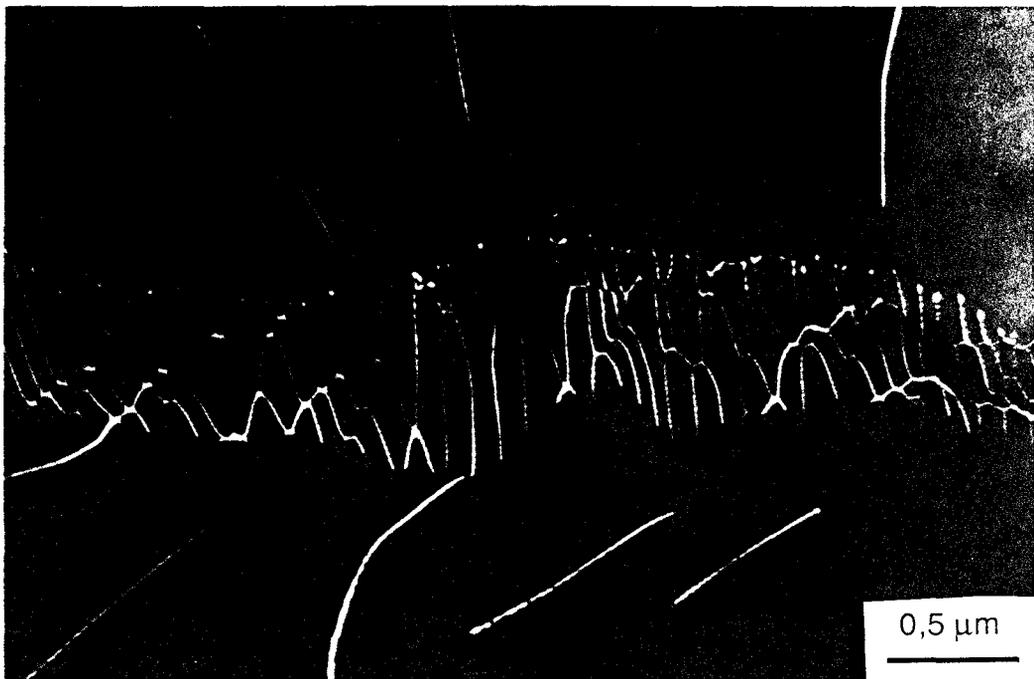


figure V.27 : Grenat de Lherz. Sous-joint. CNFF. $g = 400$.

V.4.3. Eclogites de Yakutia

spectroscopie IR

La mesure en IR du pourcentage d'ions OH montre que ce cristal est très sec : le taux d'ions OH mesuré est inférieur à 0,02%.

Microscopie électronique en transmission

La microstructure est assez homogène et se caractérise par des dislocations libres et non dissociées en densité comprise entre 10^9 et $10^{10}/m^2$. Nous observons quelques jonctions et sous-joints. Certaines dislocations présentent un contraste particulier (*figure V.28*) qui peut être interprété comme un coeur creux de dislocations. En effet, ces dislocations sont associées à de petites inclusions fluides. On peut supposer que cette structure résulte d'une attaque préférentielle du coeur de la dislocation par le fluide des inclusions.

Par LACBED, nous avons caractérisé six dislocations : cinq sont du type $1/2\langle 111 \rangle$ et une du type $\langle 100 \rangle$. Nous avons trouvé deux systèmes de glissement (*tableau V.13*) : $1/2\langle 1\bar{1}\bar{1} \rangle\{1\bar{1}1\}$ et $1/2\langle 1\bar{1}1 \rangle\{110\}$.

b	l	angle (b,l)	plan (b,l)
$1/2[1\bar{1}1]$	$[\bar{1}00]$	125,3	$(0\bar{1}\bar{1})$
$1/2[1\bar{1}\bar{1}]$	$[113]$	121,5	$(\bar{1}\bar{2}1)$
$1/2[1\bar{1}1]$	$[1\bar{1}\bar{3}]$	100,2	(110)
$1/2[1\bar{1}\bar{1}]$	$[110]$	90	$(1\bar{1}2)$

tableau V.13 : Grenat de Yakutia.

Détermination des systèmes de glissement de dislocations parfaites.

Nous avons déterminé la composition du grenat des éclogites de Yakutia par microanalyse X. Les grains sont peu zonés et la composition moyenne est : $Al_{18}Py_{70}Sp_1Gr_9Ou_2$. Les résultats des dix analyses faites sur une lame sont reportés dans le *tableau V.14*.

almandin	pyrope	spessartine	grossulaire	andradite	ouvarovite
$17,8 \pm 0,3$	$69,9 \pm 1,0$	$0,7 \pm 0,2$	$9,4 \pm 0,9$	$0,2 \pm 0,2$	$2,0 \pm 0,1$

tableau V.14 : Grenat de Yakutia. Moyenne et écart type (2σ) des analyses réalisées.

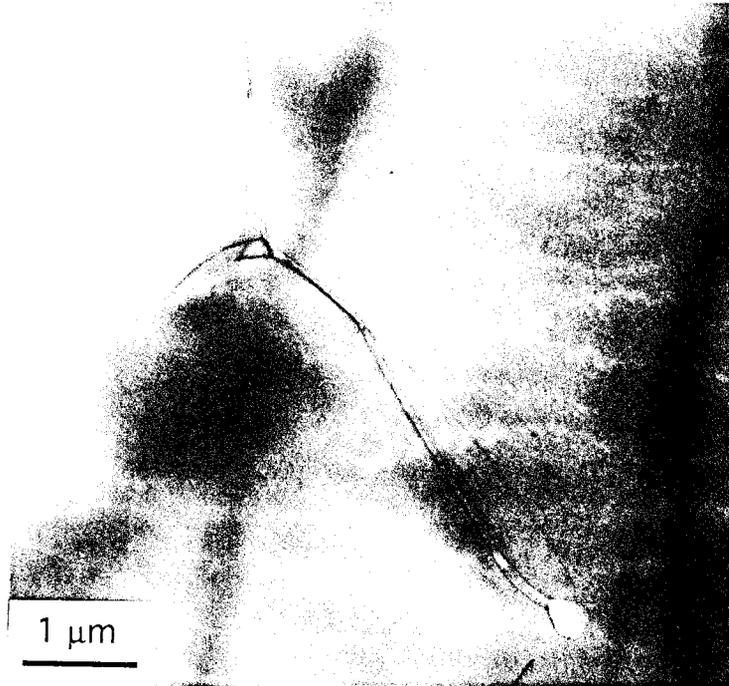


figure V.28 : Grenat de Yakutia. Dislocation à cœur creux. CC. $g = 400$.

V.4.4. Eclogites de Koidu

Microscopie électronique en transmission

La microstructure est similaire à celle des éclogites des Alpes, c'est-à-dire qu'elle est très hétérogène à l'échelle du MET et que la plupart de la déformation plastique est liée à la microfissuration. La densité de dislocations libres est comprise entre 10^5 et 10^{13} m^{-2} suivant les zones sur les lames minces. Les zones à plus forte densité (10^{13} m^{-2}) de dislocations sont situées près des fissures où des dislocations dissociées sont observées. Nous notons également la présence de jonctions (*figure V.29*) et de quelques sous-joints (*figure V.30*).

Les largeurs de dissociation sont multiples : certaines dislocations sont très faiblement dissociées tandis que de larges rubans de faute sont observés (*figure V.31*).

De plus, comme dans les éclogites des Alpes, nous observons des dislocations associées à des franges ayant un faible contraste (*figure V.32*). La faute est observable uniquement dans des conditions proches de la position de Bragg. Contrairement aux échantillons des Alpes, l'extrémité de la faute est observable. En fait, le contraste de la seconde partielle est très faible et elle est uniquement détectée par le fait que les franges s'arrêtent dans le cristal. Nous avons

essayé plusieurs conditions de diffraction pour vérifier que l'absence de contraste de la seconde partielle n'est pas due à une extinction. Dans la plupart des cas, la faute semble changer de plan (*figure V.32*) ce que nous avons vérifié en inclinant l'échantillon pour mettre la faute de bout (*figure V.33*).

Par LACBED, nous avons caractérisé le vecteur de Burgers de dix dislocations parfaites : huit sont du type $1/2\langle 111 \rangle$ et deux sont du type $\langle 100 \rangle$.

Nous avons également caractérisé plusieurs systèmes de glissement de dislocations associées à des franges de faible contraste (*tableau V.15*). Les franges faibles sont associées à la fois à des dislocations $1/2\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$. Comme pour les Alpes, nous avons trouvé des vecteurs de Burgers correspondants à des dislocations parfaites. Les deux systèmes de glissement identifiés sont : $1/2\langle 111 \rangle \{10\bar{1}\}$ et $\langle 001 \rangle \{\bar{1}10\}$.

b	l	angle (b,l)	plan (b,l)
$1/2[111]$	$[1\bar{1}1]$	70,5	$(10\bar{1})$
$1/2[111]$	compatible avec $[\bar{1}1\bar{1}]$ ou avec $[1\bar{1}0]$	109,5 90	$(\bar{1}01)$ $(11\bar{2})$
$1/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$[\bar{2}11]$	90	$(01\bar{1})$
$[00\bar{1}]$	$[11\bar{1}]$	54,7	$(1\bar{1}0)$
$[001]$	$[11\bar{1}]$	125,3	$(\bar{1}10)$

tableau V.15 : Grenat de Koidu. Détermination par LACBED du système de glissement de dislocations trainant des franges faibles.

Nous avons déterminé la composition du grenat de Koidu par microanalyse X. Les grains de grenat sont peu zonés et nous avons trouvé la composition moyenne suivante : $Al_{18}Py_{72}Sp_1Gr_4An_2Ou_3$. Les résultats des dix analyses réalisées sur une lame sont reportés dans le *tableau V.16*.

almandin	pyrope	spessartine	grossulaire	andradite	ouvarovite
$17,6 \pm 1,1$	$71,7 \pm 1,1$	$0,6 \pm 0,1$	$4,4 \pm 1,1$	$2,5 \pm 0,2$	$3,2 \pm 0,2$

tableau IV.16 : Grenat de Koidu. Moyenne et écart type (2σ) des analyses réalisées.

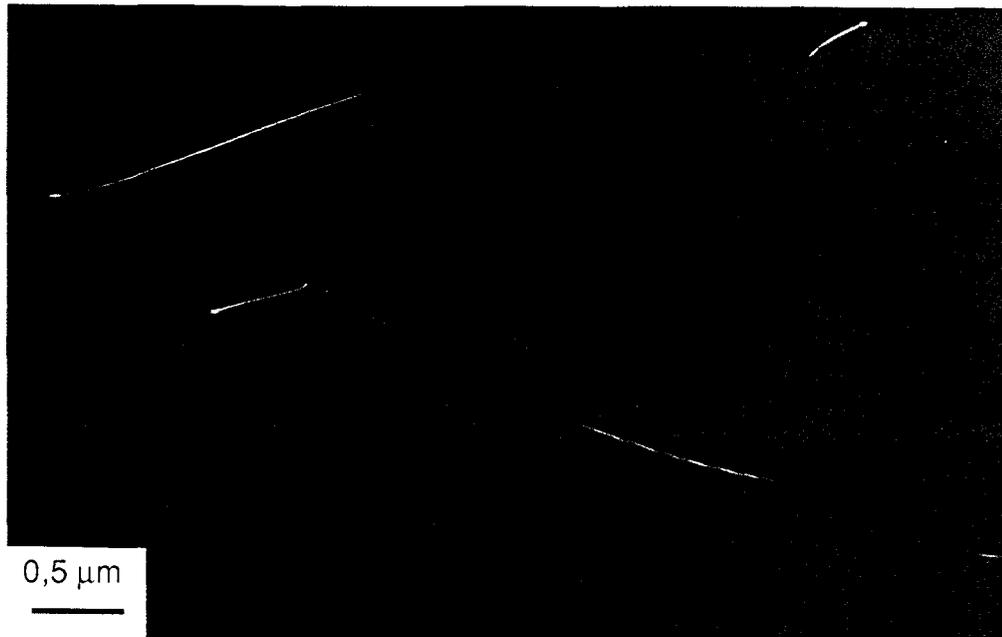


figure V.29 : Grenat de Koidu. Jonctions. CNFF. $g = 400$.

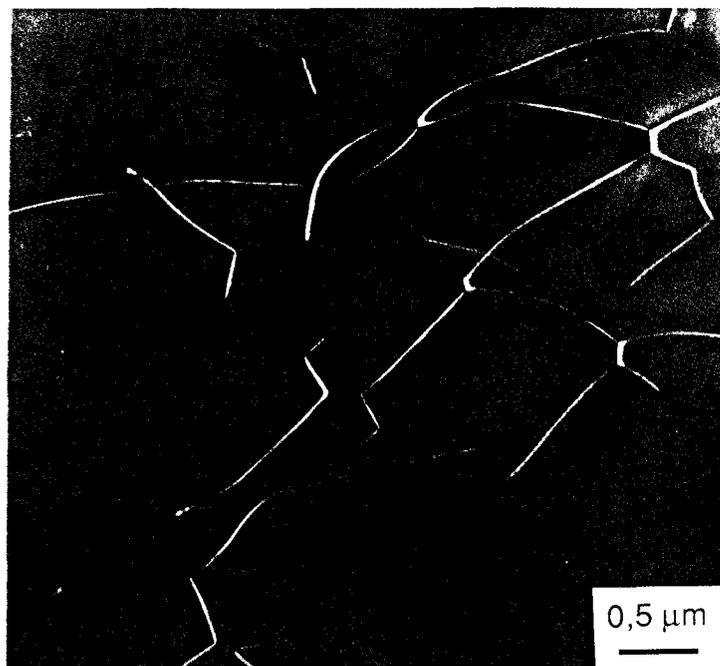


figure V.30 : Grenat de Koidu. Sous-joint. CNFF. $g = 400$.



figure V.31 : Grenat de Koidu. Large ruban de faute. CC. $g = 400$.



*figure V.32 : Grenat de Koidu. Dislocations associées à des franges de faible contraste.
CC. $g = 400$.*

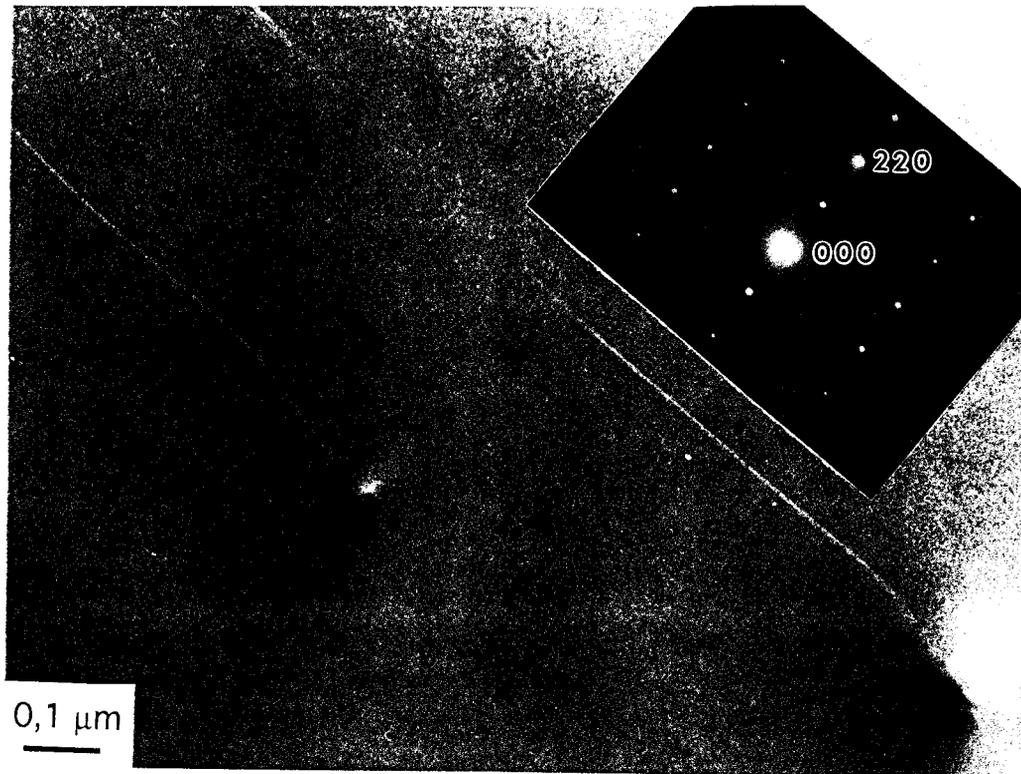


figure V.33 : Grenat de Koidu. Faute (franges de faible contraste) mise de bout. CC. g = 400.

V.5. Autres grenats

V.5.1. Cornéenne à grenat clinopyroxène (Flamanville)

Spectroscopie IR

Les spectres IR sont caractérisés par six pics : quatre pics principaux situés à 3550, 3570, 3600 et 3645 et deux pics secondaires à 3670 et 3690 cm^{-1} (*figure V.34*). En utilisant un coefficient d'absorption molaire $\epsilon_i = 5000 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-2}$, nous trouvons une teneur en OH d'environ 0,15% et une teneur en H_2O inférieure à 0,1%.

Microscopie électronique en transmission

Nous observons une microstructure assez homogène et une forte densité de dislocations regroupées le plus souvent en sous-joints (*figure V.35*). Les dislocations dissociées (en plusieurs parties) en dehors et dans les sous-joints sont très fréquentes (*figure V.36*). Il y a très peu de dislocations libres non dissociées.

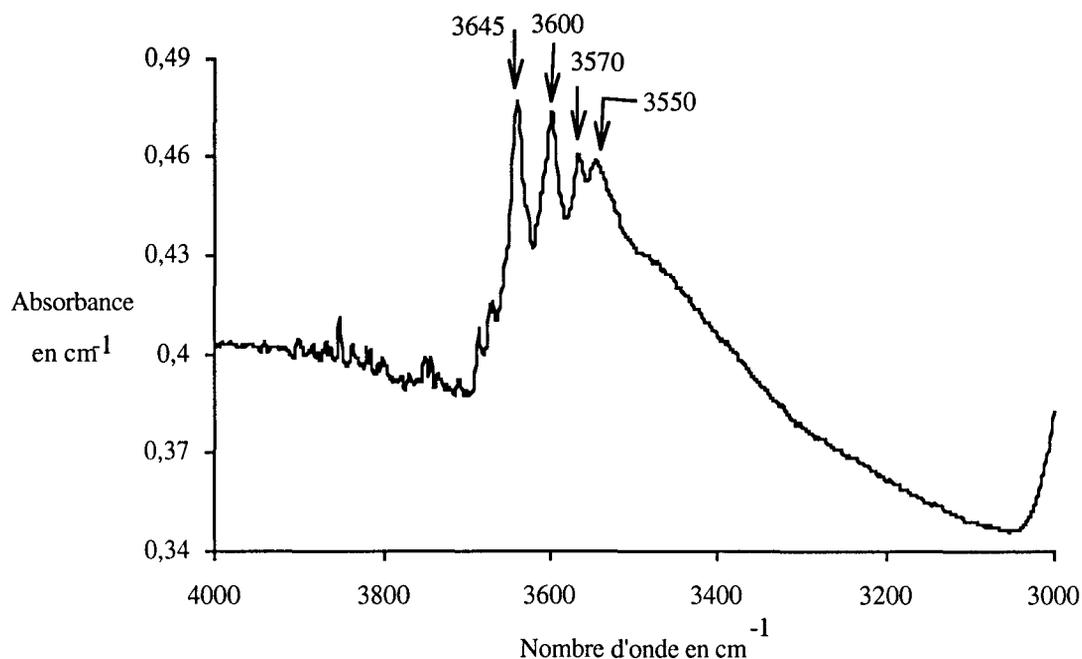


figure V.34 : Grenat de Flamanville. Spectre IR caractéristique.

Les sept dislocations caractérisées en LACBED sont non dissociées et sont du type $1/2\langle 111 \rangle$. Sur les dislocations présentant un segment rectiligne, nous avons déterminé la direction de ligne. Nous avons trouvé les systèmes de glissement suivants (*tableau V.17*) : $1/2\langle 111 \rangle\{1\bar{1}0\}$, $1/2\langle 111 \rangle\{11\bar{2}\}$ et $1/2\langle 111 \rangle\{12\bar{3}\}$.

b	l	angle (b,l)	plan (b,l)
$1/2[11\bar{1}]$ (dans sous-joint)	compatible avec $[113]$	100,2	$(1\bar{1}0)$
$1/2[\bar{1}1\bar{1}]$ (dans sous-joint)	$[3\bar{1}5]$	151,4	$(21\bar{1})$
$1/2[11\bar{1}]$	$[\bar{2}11]$	118,1	(213)

tableau V.17 : Grenat de Flamanville.

Détermination par LACBED du système de glissement de dislocations parfaites.

Nous avons réalisé vingt analyses sur deux lames de cet échantillon. Ces grenats sont faiblement zonés, la composition moyenne est la suivante : $Al_8 Sp_1 Gr_{69} An_{22}$. Le détail (moyenne et écart type) figure dans le *tableau V.18*.

almandin	pyrope	spessartine	grossulaire	andradite	ouvarovite
$7,4 \pm 1,1$	$0,2 \pm 0,3$	$1,3 \pm 0,1$	$69,2 \pm 2,6$	$21,8 \pm 2,3$	$0,1 \pm 0,1$

tableau IV.18 : Grenat de Flamanville. Moyenne et écart type (2σ) des analyses réalisées.

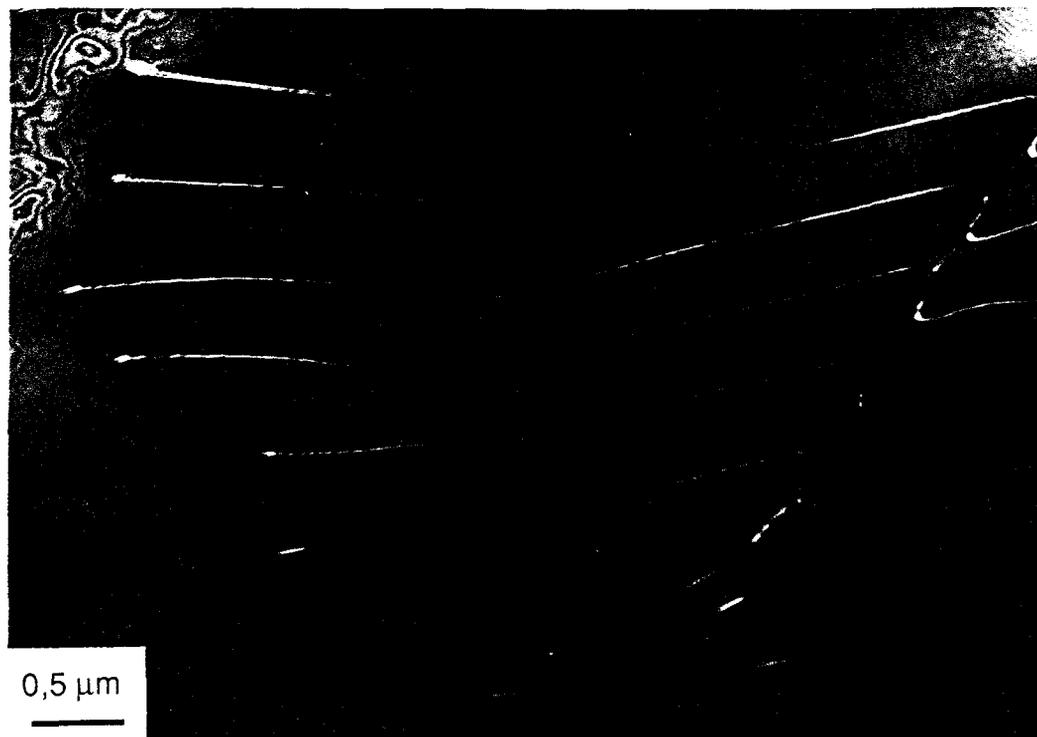
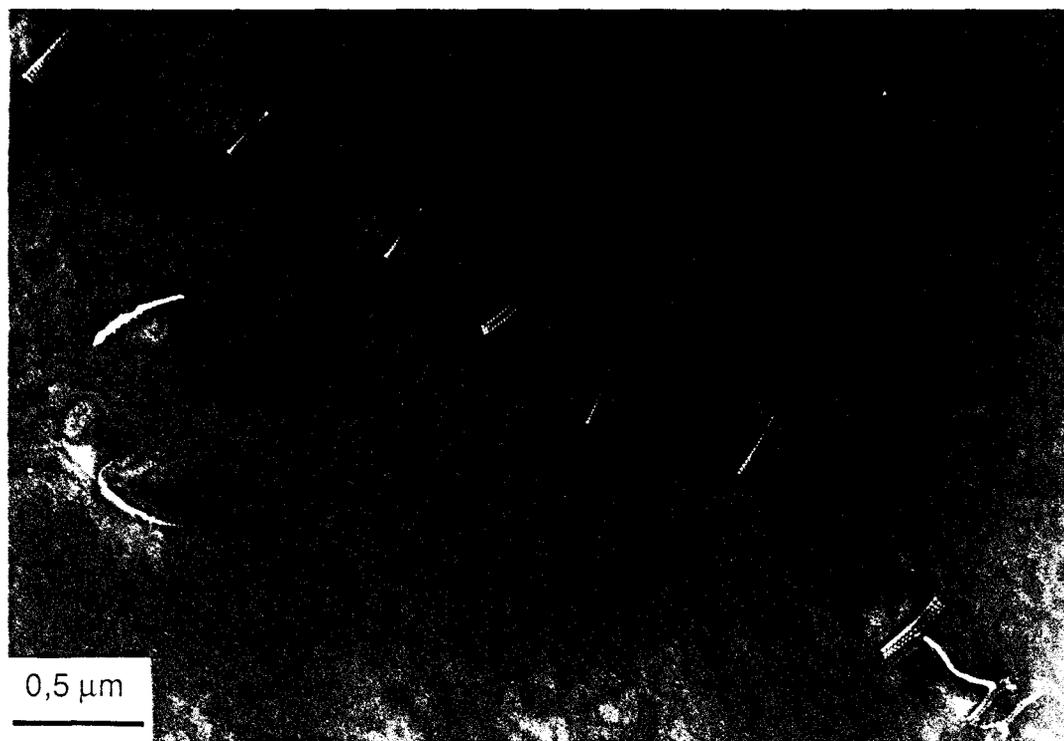


figure V.35 : Grenat de Flamanville. Sous-joint. CNFF. $g = 400$.



*figure V.36 : Grenat de Flamanville. Dislocations dissociées dans un sous-joint. CNFF.
 $g = 400$.*

V.5.2. Grenat dans grospydite (Moravie)

Spectroscopie IR

Les spectres IR sont caractérisés par un pic important à 3650 cm^{-1} (*figure V.37*) qui correspond au groupement OH. En utilisant un coefficient d'absorption molaire $\epsilon_i = 5000\text{ mol}^{-1}\text{ cm}^{-2}$, nous trouvons une teneur en OH d'environ 0,15% et une teneur en H_2O entre 0,05 et 0,08%.

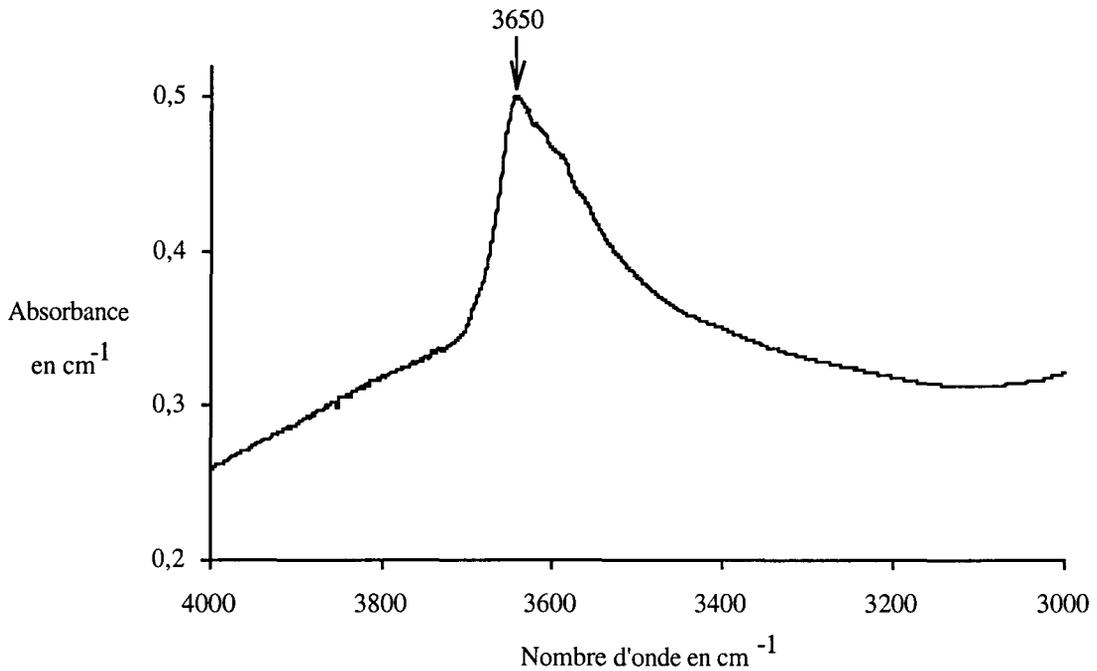


figure V.37 : Grenat de Moravie. Spectre IR caractéristique.

Microscopie électronique en transmission

La microstructure est assez hétérogène et est caractérisée par des fissures assez nombreuses qui émettent des dislocations (*figure IV.38*). Ces dislocations peuvent être dissociées. La densité est de l'ordre de 10^{11} m^{-2} . Dans le cas de la *figure IV.39*, les dislocations sont dissociées en deux, trois ou quatre partielles et ont été émises par une fissure (non visible). Nous avons caractérisé dix dislocations par LACBED. Neuf sont du type $1/2\langle 111 \rangle$ et une du type $\langle 100 \rangle$. Nous avons caractérisé deux systèmes de glissement (*tableau V.19*) et nous avons trouvé le glissement $1/2\langle 1\bar{1}1 \rangle\{110\}$.

b	l	angle (b,l)	plan (b,l)
$1/2[1\bar{1}1]$	$[1\bar{1}\bar{1}]$	70,5	(110)
$1/2[1\bar{1}1]$	$[1\bar{1}\bar{1}]$	70,5	(110)

tableau V.19 : Grenat de Moravie.

Détermination par LACBED du système de glissement de dislocations parfaites.

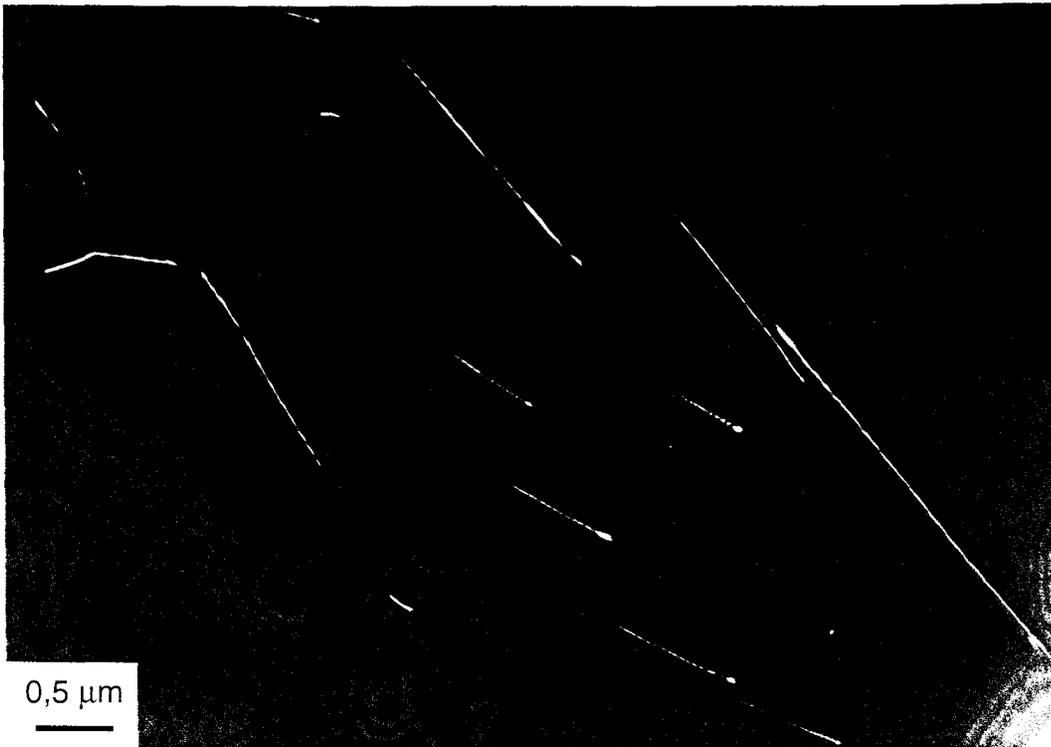


figure IV.38 : Grenat de Moravie. Dislocations proches d'une fissure. CNFF. $g = 400$.



figure IV.39 : Grenat de Moravie.

Les dislocations sont émises par une fissure (qui est non visible mais qui se trouve à gauche de la figure) et sont dissociées en deux, trois ou quatre partielles. CNFF. $g = 400$.

Nous avons réalisé cinq analyses sur une lame de cet échantillon. Ces grenats sont faiblement zonés et nous déterminons la composition moyenne suivante : $\text{Al}_{25} \text{Py}_{11} \text{Gr}_{57} \text{An}_7$. Le détail (moyenne et écart type) figure dans le *tableau V.20*.

almandin	pyrope	spessartine	grossulaire	andradite	ouvarovite
$25,2 \pm 0,6$	$10,7 \pm 0,8$	$0,3 \pm 0,1$	$56,5 \pm 0,9$	$7,3 \pm 1,3$	0

tableau V.20 : Grenat de Moravie. Moyenne et écart type (2σ) des analyses réalisées.

V.6. Discussion

V.6.1. Transition fragile-ductile

Les observations microscopiques nous conduisent à ranger les échantillons en deux groupes distincts.

Le premier groupe est constitué des éclogites du groupe C (éclogites des Alpes) et du grenat de Moravie. La microstructure est très hétérogène, les fissures nombreuses sont associées à de la microplasticité. Les boucles de dislocations sont émises en tête des fissures mais leur glissement est rapidement empêché par la forte friction de réseau. Plusieurs types de dissociation sont observés dans ces échantillons : faible dissociation en deux, trois ou quatre partielles, larges rubans de faute incluant ou non des partielles, dislocations associées à des franges de faible contraste.

Le second groupe est constitué des éclogites des groupes A et B (à l'exception des éclogites de Koidu qui seront discutées plus tard) et du grenat de la cornéenne. La microstructure est plus homogène, l'activité des dislocations n'est plus restreinte au voisinage des fissures. Les dislocations glissent facilement et forment des jonctions et des sous-joints organisés.

La différence des microstructures de déformation des éclogites des Alpes d'une part, et les éclogites dans les granulites de Bragança d'autre part, met en évidence une transition fragile-ductile entre 600 et 750°C (*tableau V.2*). Plus précisément, dans le grenat des éclogites des Alpes dans lequel nous avons observé quelques signes de ductilité (jonctions, sous-joints), cette transition semble plus proche de 600°C que de 750°C.

Le cas des mégacristaux du pipe de Koidu est un peu à part. Bien qu'appartenant au groupe A (échantillons haute température), leur microstructure est similaire à celle des éclogites des Alpes. La genèse de ce cristal se serait faite à très haute température en partie inférieure de lithosphère et avec de faibles contraintes environnantes, la microstructure observée serait reliée à un évènement postérieur ayant eu lieu à basse température lors de la remontée.

V.6.2. Mécanismes de déformation dans les grenats silicates

V.6.2.1. Systèmes de glissement

Nous avons caractérisé plus de quatre-vingt-dix dislocations par LACBED dans l'ensemble des échantillons et nous avons trouvé trois glissements activés : $1/2\langle 111 \rangle$, $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$.

⇒ glissement $1/2\langle 111 \rangle$

Le vecteur de Burgers dominant est $1/2\langle 111 \rangle$ comme attendu. Ce glissement est activé à la fois à basse et haute température. Le fait que certaines dislocations aient une orientation cristallographique préférentielle a permis la détermination de la direction de ligne et ainsi la caractérisation complète des systèmes de glissement. Les dislocations $1/2\langle 111 \rangle$ glissent dans trois types de plans : $\{110\}$, $\{112\}$ et $\{123\}$. La facilité de glissement dans chacun de ces plans semble proche mais $\{110\}$ est le plus couramment activé. On retrouve là les données de la déformation expérimentale. Il apparaît clairement, surtout dans les éclogites basse température, que les dislocations subissent une forte friction de réseau. Certaines orientations sont caractéristiques (*figure V.24*) et correspondent probablement aux vallées de Peierls les plus profondes. Ces directions sont $\langle 111 \rangle$, $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$ pour $1/2\langle 111 \rangle$ glissant dans les plans $\{110\}$. Il est important de noter que les orientations $\langle 111 \rangle$ ne correspondent pas à des segments vis mais à une configuration à $70,5^\circ$ entre le vecteur de Burgers et la direction de ligne. Cette anisotropie ne peut être expliquée par des considérations élastiques mais plutôt par la structure de coeur des dislocations.

⇒ glissement $\langle 100 \rangle$

Comme dans les microstructures des échantillons déformés expérimentalement, nous avons porté notre attention sur la caractérisation des dislocations $\langle 100 \rangle$ en ne travaillant que sur de longs segments (les segments courts pouvant être des jonctions). Des dislocations $\langle 100 \rangle$ ont cependant été trouvées dans des échantillons de basse température comme dans ceux de haute température. Cela suggère que le glissement $\langle 100 \rangle$ est activé. Ces dislocations glissent dans les plans $\{010\}$ et $\{011\}$.

⇒ glissement $\langle 110 \rangle$

La présence de dislocations $\langle 110 \rangle$ est observée uniquement dans les éclogites des Alpes, c'est-à-dire dans les échantillons de basse température. L'existence de ces dislocations est surprenante. Le vecteur de Burgers $\langle 110 \rangle$ est très grand : 1,6 nm comparé à 1,2 nm pour $\langle 100 \rangle$ et 1,0 nm pour $1/2\langle 111 \rangle$. Si l'on prend μb^2 comme estimation de l'énergie de ligne d'une dislocation, on trouve que l'énergie des dislocations $\langle 110 \rangle$ est 2,5 fois plus importante que celle d'une dislocation $1/2\langle 111 \rangle$. Une telle énergie peut être relaxée si la dislocation est

dissociée et c'est en effet ce que nous observons : les dislocations $\langle 110 \rangle$ apparaissent toujours dissociées. Elles peuvent se dissocier en deux, trois ou quatre partielles (*figures V.10 et V.11*). Les dislocations peuvent être aussi associées à un large ruban de faute et la structure à l'intérieur de ces rubans de faute est complexe (*figure V.19*). Des partielles appartenant à des plans différents semblent interagir. Pour cette raison, il n'a pas été possible de caractériser une dislocation partielle isolée dans ces rubans.

V.6.2.2. Dislocations associées à des franges faibles

Certaines dislocations sont associées à des franges ayant un contraste particulier (*figures V.13 et V.33*). Ces franges sont observées dans les grenats des Alpes et de Koidu, c'est-à-dire pour les microstructures de déformation de basse température. Ces franges sont également observées dans les échantillons déformés expérimentalement en dessous de 1000°C . Dans les échantillons de haute température, ces défauts sont absents. Ces franges ne sont visibles en champ clair et en champ sombre que dans des conditions proches de la position exacte de Bragg. Elles sont invisibles en condition de faisceaux faibles. La caractérisation du vecteur de Burgers de ces dislocations conduit à une dislocation parfaite : $1/2\langle 111 \rangle$ ou $\langle 100 \rangle$. C'est donc que le vecteur de Burgers de l'autre partielle, qui ne montre pas de contraste, est très petit comparé à la partielle visible. La faute a été mise de bout en inclinant l'échantillon. La faute est principalement parallèle à $\{110\}$ mais elle change de plans. La détermination des directions de ligne montre que la partielle visible n'est pas une dislocation vis. Le phénomène mis en jeu pour changer de plan n'est donc pas le glissement dévié mais la montée.

Nous suggérons que ces franges seraient dues à un désordre cationique laissé par le déplacement de la dislocation. Le glissement des dislocations dans le grenat s'accompagnerait toujours de diffusion atomique locale qui permettrait de traîner un coeur étendu et non-plan. A basse température, la diffusion ne serait pas assez rapide pour permettre le réarrangement des cations.

V.6.3. Extrapolation de la déformation expérimentale à la nature

Les expériences de déformation (*chapitre IV*) nous renseignent sur les mécanismes de déformation possibles. Pour pouvoir extrapoler les données expérimentales à la nature, il est nécessaire de vérifier que les mécanismes de déformation sont les mêmes. Les microstructures de déformation d'échantillons naturels nous renseignent sur les mécanismes activés et peuvent être comparées avec celles des expériences. Cela n'est possible que lorsque des échantillons

naturels sont disponibles. Ce n'est pas toujours le cas et spécialement avec des minéraux de la zone de transition et du manteau inférieur.

Le problème principal posé par l'extrapolation des expériences de déformation à la nature est la différence des échelles de temps. Les expériences en laboratoire correspondent à des vitesses de déformation de 10^{-5} à 10^{-6} s^{-1} , et même 10^{-7} s^{-1} pour nos essais de relaxation (Weidner et al., 1998), tandis que les vitesses de déformation géologiques sont de l'ordre de 10^{-13} - 10^{-14} s^{-1} .

D'après nos observations (*chapitres IV et V*), les microstructures de déformation des échantillons déformés expérimentalement et naturellement sont très comparables. Elles montrent l'existence d'un seuil de plasticité vers 1000°C pour les échantillons déformés en presse multi-enclumes. La température de transition fragile-ductile est plus basse dans les grenats déformés dans la nature et se situe entre 600°C et 700°C .

Ce déplacement du seuil de plasticité est raisonnablement bien décrit par la loi d'activation thermique :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp - \frac{\Delta E}{RT}$$

Si l'on suppose que le glissement des dislocations est assisté par la diffusion et que lorsqu'on prend pour énergie d'activation $\Delta E = 400 \text{ kJ/mole}$ (valeur typique pour la diffusion de Fe ou de Mg), on obtient : $\dot{\epsilon} (1000^\circ\text{C}) = 10^5 \dot{\epsilon} (700^\circ\text{C})$. Cet ordre de grandeur reproduit de façon satisfaisante la différence entre les vitesses de déformation expérimentales et naturelles.

Les microstructures de déformation sont très similaires dans les expériences et dans la nature (uniquement deux régimes de déformation) et les systèmes de glissement trouvés sont les mêmes. Nous suggérons donc que les mécanismes de déformation activés dans les expériences de déformation sont les mêmes que ceux ayant lieu dans la nature. Bien que la presse multi-enclume souffre de certaines limitations (faible déformation, contrainte différentielle mal contrôlée,...), elle semble un bon appareil pour étudier la plasticité des minéraux du manteau.

V.6.4. Influence de la chimie

Les grenats forment une solution solide de formule générale $X^{2+}_3 Y^{3+}_2 Z^{4+}_3 O_{12}$. Dans les grenats étudiés, le site tétraédrique (Z) est occupé par les ions Si^{4+} et le site octaédrique (Y) par les ions Al^{3+} . Le site dodécaédrique (X) est occupé principalement par Ca^{2+} , Fe^{2+} et Mg^{2+} .

La série des éclogites étudiées correspond surtout à un changement des cations dodécaédriques. Lorsqu'on prend la série : grenat des Alpes - grenat dans granulites de

Bragance - grenat dans gneiss de Bragance - grenat de Lherz - grenat de Yakutia - grenat de Koidu, le taux de Fe^{2+} (almandin) décroît de 60 à 18 % tandis que celui de Mg^{2+} (pyrope) augmente de 8 à 72 %. Le taux de Ca^{2+} (grossulaire) varie d'environ 30% (dans le grenat dans gneiss de Bragance ou dans grenat des Alpes) à quelques % dans les grenats de Yakutia et de Koidu.

La figure V.41 résume les compositions des éclogites étudiées. Elles correspondent bien au trois groupes A, B et C définis par Coleman et al. (1965) sauf le grenat dans du gneiss de Bragance. En terme de température, ce grenat appartient au groupe A dans la mesure où il vient du manteau. Cependant, en terme de composition, il apparaît dans le groupe B sur la figure V.41 car la teneur en magnésium est abaissée par la teneur élevée en calcium.

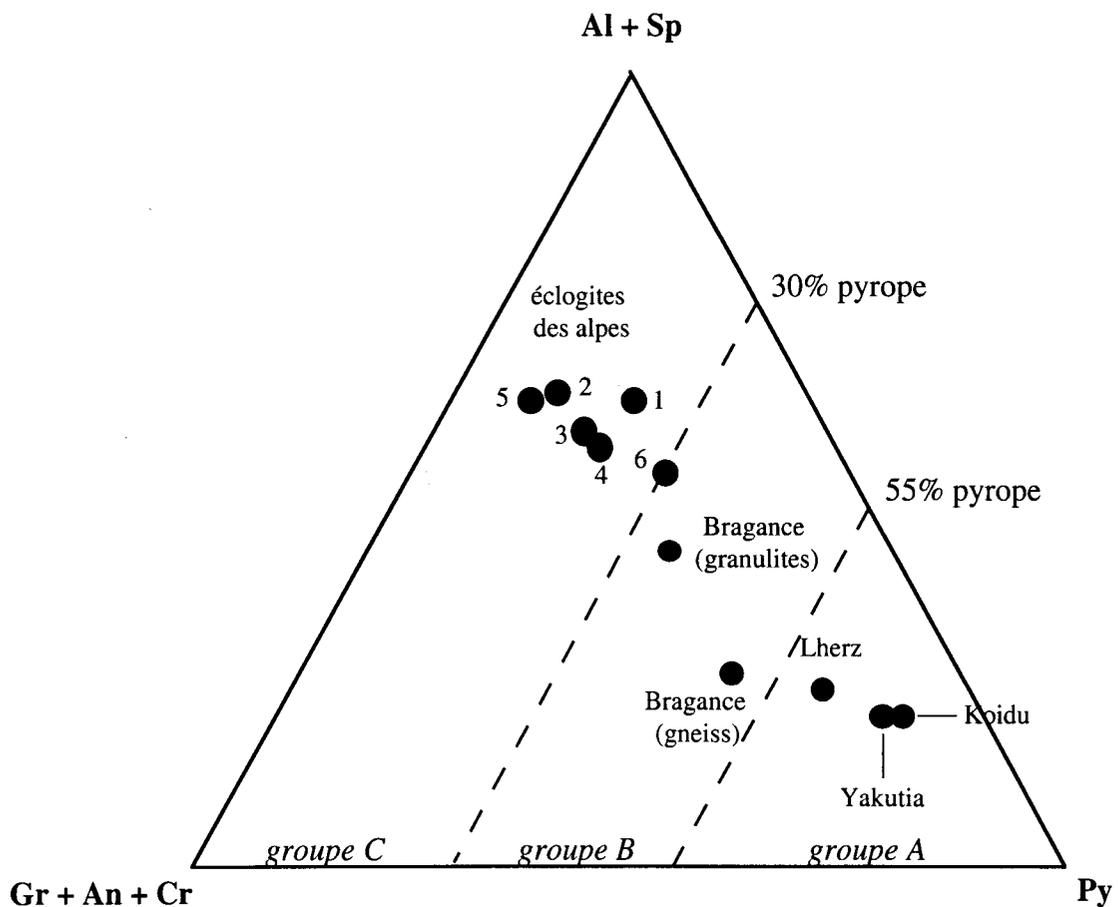


figure V.41 : Composition des éclogites étudiées.

Nous n'avons pas trouvé de changements significatifs dans les microstructures et les mécanismes de déformation lorsque les sites dodécaédriques sont occupés par des cations différents (Mg ou Fe). D'une part, les échantillons déformés à basse température (grenats des Alpes et de Koidu) présentent des microstructures comparables. De même, les échantillons déformés à haute température (grenats de Bragance, de Lherz et de Yakutia) montrent des microstructures similaires. D'autre part, nous avons utilisé un grenat de type almandin pour la

déformation expérimentale et les microstructures de déformation sont similaires à celles des grenats déformés à haute température dans la nature qui sont plutôt de type pyrope.

Le calcium, qui est un gros cation, aurait pu jouer un rôle important dans la structure de coeur des dislocations. Nous avons donc étudié des grenats de type grossulaire dominant (grenat dans cornéenne et grenat dans grosspydite). Les microstructures de déformation ainsi que les systèmes de glissement sont similaires à ceux des grenats de type almandin ou pyrope dominant.

V.6.5. Influence de l'eau

Par commodité, nous appellerons "eau" à la fois les molécules H₂O et les ions OH⁻.

Il est maintenant établi que l'eau est présente dans le manteau et des preuves directes existent jusqu'à 300 km de profondeur. Dans les matériaux terrestres (roches, minéraux, magmas, verres), l'eau peut être présente sous plusieurs formes :

- elle peut se trouver à l'état libre (sous forme H₂O). Elle se localise alors dans les interstices entre les minéraux d'une roche, à la surface des minéraux (adsorption), ou encore dans des inclusions fluides au sein des minéraux. C'est ce que l'on observe dans les sédiments peu consolidés des fonds océaniques.

- elle peut également être incorporée dans la structure même des minéraux. On parle alors de "minéraux hydratés". C'est le cas des zéolites et des amphiboles présentes dans la croûte océanique altérée par l'eau de mer.

- elle peut également se trouver dans des minéraux dont la structure ne contient normalement pas de H₂O ou de OH⁻. On parle alors de "minéraux nominellement anhydres". L'olivine, le pyroxène et le grenat, principaux constituants du manteau supérieur, appartiennent à cette catégorie. Ils peuvent contenir de petites quantités d'hydrogène, sous forme d'ions OH⁻. Le pyroxène est celui qui est le plus hydraté, il contient typiquement entre 200 et 500 ppm d'eau en poids. L'olivine et le grenat en contiennent seulement entre 1 et 50 ppm (Bell et Rossman, 1992).

Le stockage de l'eau dans des minéraux nominellement anhydres peut se faire par la substitution des hydrogrenats H₄O₄⁴⁻ ↔ SiO₄⁴⁻. Martin et Donnay (1972) ont suggéré qu'elle pouvait constituer un mode important d'incorporation de l'eau dans le manteau. Les liaisons O-H ainsi créées sont plus faibles que les liaisons Si-O et un des effets importants de la présence d'eau dans des minéraux nominellement anhydre est l'adoucissement hydrolytique. Il a déjà été abondamment rapporté dans le quartz. Par contre, il n'a pas été établi dans le grenat.

Les échantillons de grenat étudiés ont des compositions différentes et viennent d'environnements différents. Nous avons donc essayé de relier la proportion d'ions OH avec les microstructures de déformation observées en MET. Nous avons déterminé le taux d'OH dans chaque échantillon en spectroscopie infrarouge en prenant la précaution de faire l'analyse infrarouge sur des grains observés en MET.

La position des pics varie systématiquement suivant la composition des grenats. Les spectres IR de grenats de composition intermédiaire sont donc plus difficiles à interpréter que ceux d'un grenat pyrope, d'un almandin ou d'un grossulaire pur. D'après Aines et Rossman (1984), les pics à 3660 et 3560 cm^{-1} sont associés à des grenats riches en Mg^{2+} (pyrope) et les pics à 3470 et 3540 cm^{-1} à des grenats riches en Fe^{2+} (almandin).

Rossman et Aines (1991) ont étudié des grenats grossulaires de différentes localités et les ont répartis en plusieurs classes suivant la position et les intensités relatives des bandes d'absorption. Suivant leur classification, le grenat de la cornéenne de Flamanville appartient à la classe 2b. Par contre, le rattachement du grenat de Moravie à leur classification est moins évidente : le spectre IR ne contient qu'un seul pic comme le spectre IR caractéristique de la classe 1, mais la position de la bande d'absorption se situe à 3650 cm^{-1} et non à 3560 cm^{-1} . Rossman et Aines (1991) n'ont pas mis en évidence de relation entre la position des pics et la composition des grenats.

Cette étude IR n'a pas permis de corrélérer les microstructures de déformation avec la proportion d' OH pour plusieurs raisons :

(i) La difficulté du choix du coefficient d'absorption molaire ϵ_i . La dépendance vis à vis de la composition est très forte dans le cas des grenats. Aines et Rossmann (1984) ont montré que le spessartine et le grossulaire ont un coefficient ϵ_i compris entre 5000 et 6000 $\text{l.mole}^{-1}.\text{cm}^{-2}$ tandis que les solutions solides spessartine-almandin et pyrope-almandin ont un coefficient ϵ_i de 200 à 500 $\text{l.mole}^{-1}.\text{cm}^{-2}$.

(ii) dans le cas des éclogites basse température de Sesia Lanzo, la microstructure est très hétérogène à la fois à l'échelle du MET et à celle du grain. Il est donc impossible de corrélérer l'information donnée par le MET et celle donnée par la spectroscopie IR car ces deux techniques ont des résolutions spatiales très différentes.

(iii) Le taux d' OH mesuré n'est pas forcément celui qui existait pendant le stade de déformation. Pour les échantillons "haute température", la migration des OH a pu avoir lieu pendant la déformation. Wang et al. (1996) suggéré qu'une diffusion importante de OH a lieu à partir de 800°C. Ils ont montré que la diffusivité de OH dans le pyrope est supérieure de sept à huit ordres de grandeur à l'interdiffusion Mg-Fe et à la diffusivité de l'oxygène dans d'autres silicates. Une très grande vitesse de refroidissement est donc nécessaire pour maintenir la teneur initiale en OH.

Chapitre VI

Etude des dislocations dans le grenat majorite

Dans les chapitres précédents, nous avons étudié la déformation des grenats silicates sous des pressions représentatives du manteau supérieur (c'est à dire inférieures à 13 GPa). Cependant, la finalité de ce travail est la rhéologie de la zone de transition et sans répondre totalement au problème, nous allons aborder dans ce chapitre le problème des dislocations et de la plasticité dans la majorite.

Nous ne possédons presque pas d'échantillons naturels issus de la zone de transition, à part des grenatites (Sautter et al., 1991) et quelques fragments inclus dans des diamants. En effet, très peu de roches ou de minéraux remontent de cette profondeur (seuls les premiers 250 km du manteau supérieur sont directement accessibles).

De plus, celle-ci correspond à des pressions et des températures élevées (13-23 GPa, 1400-1600°C) qui sont proches des limites techniques des presses multi-enclumes. De fait, aucune expérience de déformation n'a été réalisée à ce jour à des pressions et à des températures correspondant au champ de stabilité de la majorite.

La simple synthèse de phases de hautes pressions permet parfois d'étudier les microstructures de dislocations et la plasticité comme l'ont montré Cordier et Sharp (1998) sur la stishovite. Nous avons suivi cette approche et étudié les microstructures d'échantillons de majorite synthétisés en presse multi-enclumes.

Les minéraux inaccessibles du manteau profond peuvent être présents dans les météorites. Ainsi les minéraux wadsleyite, ringwoodite, $(\text{Mg}, \text{Fe})\text{SiO}_3$ ilménite, perovskite et majorite ont été identifiés dans des météorites choquées (Stöffler, 1997). Nous nous sommes donc intéressés à la microstructure de grains de majorite provenant d'une de ces météorites : Acfer 90072.

VI.1. Présentation des échantillons étudiés

VI.1.1. Majorite synthétique

Les deux échantillons étudiés ont été synthétisés dans une presse multi-enclumes par S. Heinemann au Bayerisches Geoinstitut de Bayreuth dans le cadre de sa thèse (Heinemann, 1996; Heinemann et al., 1997) qui visait à étudier la transition de phase cubique-quadratique dans le système majorite ($\text{Mg}_4\text{Si}_4\text{O}_{12}$) - pyrope ($\text{Mg}_3\text{Al}_2\text{Si}_3\text{O}_{12}$). Heinemann a mis en évidence que les échantillons synthétisés à 2000°C et 19 GPa possèdent, après trempe, une symétrie quadratique, pour une composition en pyrope inférieure à 20%. Pour des teneurs en aluminium supérieures, les échantillons ont une symétrie cubique. Nous avons choisi d'étudier la microstructure de deux échantillons de composition différente qui se trouvent de part et d'autre de la transition : l'un est de symétrie quadratique, l'autre de symétrie cubique.

Ils ont été élaborés à partir de verres préparés avec des oxydes de Al_2O_3 , MgO et SiO_2 de très haute pureté fondus et homogénéisés entre 1670 et 1750°C. Les deux échantillons se distinguent par leur composition de départ différente.

Le détail de l'assemblage est représenté en *figure VI.1*. L'octaèdre transmetteur de pression est en MgO semi-fritté dopé avec 5% de Cr₂O₃ (le chrome a un effet très durcissant). La longueur des arêtes des octaèdres est de 10 mm, celle des cubes de WC de 32 mm, et la dimension de la troncature est de 5 mm. L'échantillon est dans une capsule de rhénium. Les conditions de pression et température sont 19 GPa et 2000°C. A cette pression, on ne peut plus utiliser un four en graphite qui se transformerait en diamant. On utilise des éléments chauffants en chromite de lanthane LaCrO₃. La température est contrôlée à l'aide d'un thermocouple Re97%W3% - Re75%W25% placé contre la capsule. A 2000°C, la durée de l'expérience dépend fortement de la tenue du thermocouple et du four.

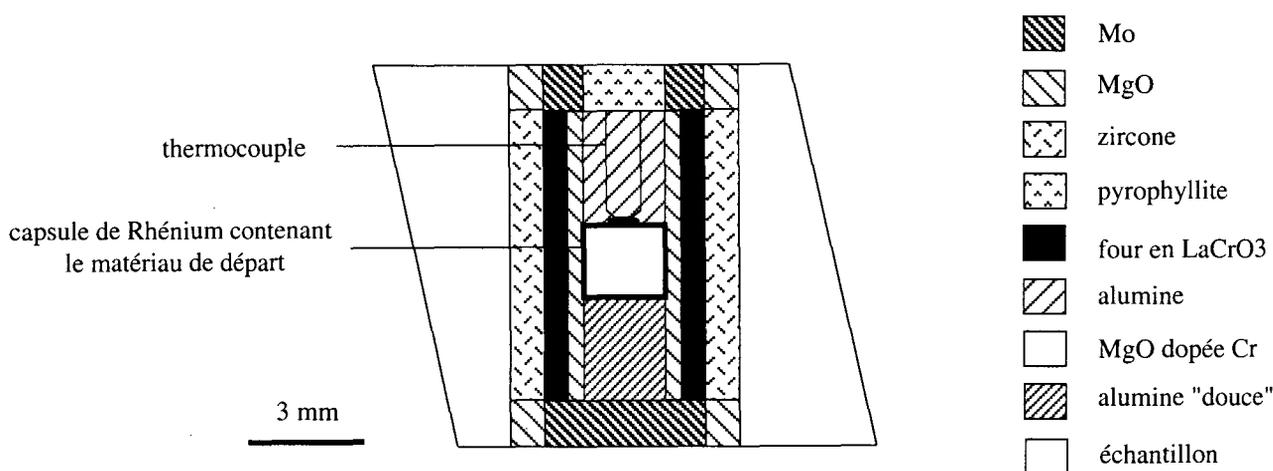


figure VI.1 : Détail de l'assemblage utilisé par S. Heinemann pour la synthèse de la majorite.

Le déroulement d'une synthèse est similaire à celui décrit dans le *chapitre IV*. L'assemblage est d'abord comprimé à froid; la montée en pression dure environ 3 h. Puis, l'assemblage est chauffé; la montée en température à partir de l'ambiante jusqu'à 2000°C se fait en 15 mn. La durée de maintien à 2000°C est courte (inférieur à 15 min). Enfin l'assemblage est refroidi très rapidement (le passage de 2000°C à 300°C se fait en 2 s); par contre la décompression est très lente (elle dure environ 18 h) pour éviter la fissuration de l'échantillon et des cubes en WC.

Le détail des essais est reporté dans le *tableau VI.1*.

essai	type de presse	composition de départ	durée de maintien	symétrie
985	Sumitomo, 1200 t	96% Ma 4% Py	7 min	quadratique
H221b	Hymag, 1000 t	50% Ma 50% Py	15 min	cubique

tableau VI.1 : Echantillons synthétisés en presse multi-enclumes. (Ma : majorite; Py : pyrope)

VI.1.2. Majorite provenant de la météorite Acfer 90072

Notre connaissance des minéraux constituant la zone de transition et le manteau inférieur est déduite principalement des expériences de haute pression. Seuls quelques échantillons naturels en provenance du manteau profond nous parviennent sous forme d'inclusions dans des diamants (Moore et al., 1991).

Des phases de haute pression du manteau peuvent également être trouvées dans certaines météorites. En effet, dès les années 30, Goldschmidt a émis l'idée que la Terre avait une composition chondritique et a établi une relation de composition entre la Terre et les météorites primitives. Les météorites portent très souvent les séquelles des collisions subies dans l'espace par leurs corps parents. Ces modifications sont connues sous le nom de métamorphisme de choc et se traduisent dans les silicates par les phénomènes suivants (Stöffler et al., 1991):

* Déformations :

- extinction onduleuse dans l'olivine, le pyroxène et le plagioclase
- fractures planes dans l'olivine; lamelles de choc dans l'olivine et le plagioclase
- maclage mécanique dans le pyroxène
- mosaïcisme dans l'olivine, le pyroxène et le plagioclase

* Transformations de phase :

- amorphisation du plagioclase
- fusion du plagioclase et de l'olivine
- transformation de l'olivine et du pyroxène en ringwoodite et majorite.

L'apparition de ces phénomènes a été calibrée en pression et a donné lieu à une échelle de métamorphisme de choc qui se décline en six niveaux (*tableau VI.2*) .

type	amplitude du choc	pression du choc (GPa)	augmentation de température associée au choc (°C)
S1	non choqué	< 4-5	10-20
S2	très faiblement choqué	5-10	20-50
S3	faiblement choqué	15-20	100-150
S4	modérément choqué	30-35	250-350
S5	fortement choqué	45-55	600-850
S6	très fortement choqué	75-90	1500-1750

tableau VI.2 : Classification du métamorphisme de choc dans les chondrites ordinaires (D'après Stöffler, 1991).

Les défauts décrits ci-dessus se trouvent répartis de façon homogène dans le volume de la météorite. Le choc produit également des défauts plus hétérogènes comme les veines de choc.

Ces veines, sombres, zèbrent la météorite et proviennent d'une fusion localisée, probablement par friction. Le matériau de ces veines aurait subi les mêmes pressions que la matrice, mais un échauffement beaucoup plus intense. Les phases de haute pression wadsleyite, ringwoodite, (Mg, Fe)SiO₃ ilménite, perovskite et majorite identifiées dans les météorites proviennent toutes de ces veines de choc. Cette présence naturelle de minéraux de haute pression est précieuse car ils fournissent des exemples naturels de minéraux importants du manteau profond.

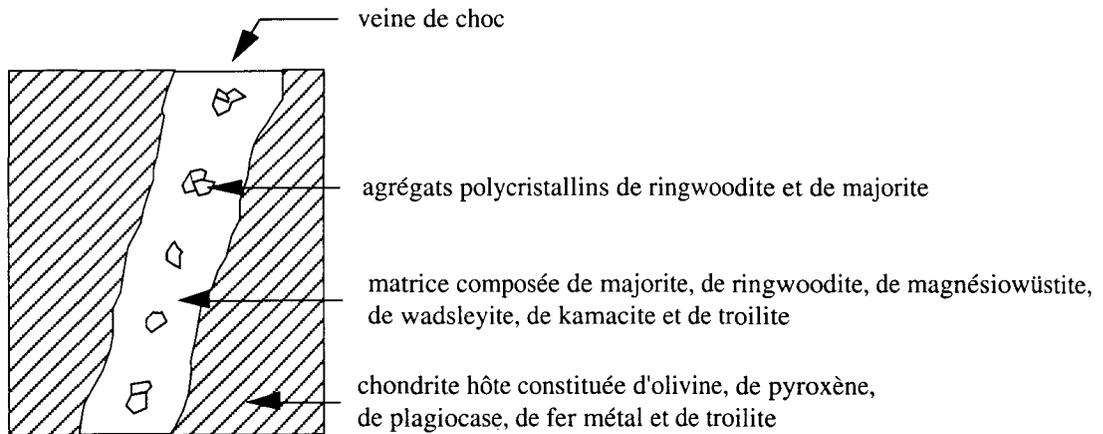


figure VI.2 : Schéma des principaux minéraux présents dans les chondrites choquées.

Les échantillons étudiés proviennent de la météorite Acfer 90072 et nous ont été fournis par D. Weber (Université de Münster, Allemagne) et F. Langenhorst (Bayerisches Geoinstitut, Bayreuth, Allemagne). La météorite Acfer 90072 (d'une masse totale de 162 g) a été trouvée dans le Sahara algérien (Tamanrasset, Aguemour, 27°38'N, 4°15'E) le 13 avril 1990 (Bischoff et al., 1991). Il s'agit d'une chondrite ordinaire de type L5/6. La lettre L correspond à la teneur en fer de la météorite (21 à 24 %), les chiffres 5/6 caractérisent un métamorphisme thermique élevé (700-950°C). La texture chondritique initiale est donc effacée et a laissé place à un assemblage d'olivine, de pyroxène, de plagioclase de fer et de troilite. Cette météorite a subi un choc violent sur son corps parent avant d'arriver sur Terre, comme le montre la présence de veines de choc. Elle est classée S6 (*tableau VI.2*) ce qui suggère une pression supérieure à 50 GPa.

Dans les veines de choc, la majorite est associée à deux unités texturales distinctes (*figure VI.2*):

(i) des petits cristaux de majorite, répartis dans la matrice de la veine, coexistent avec plusieurs minéraux : magnésioiwüstite, ringwoodite, wadsleyite, kamacite et troilite.

(ii) des agrégats de ringwoodite et de majorite polycristallines présentant respectivement des compositions d'olivine et de pyroxène similaires à celles de la chondrite hôte.

Chen et al. (1996) et Sharp et al. (1997) suggèrent que les agrégats de ringwoodite et de majorite proviendraient d'une transformation à l'état solide directe à partir de l'olivine et du pyroxène tandis que les minéraux de la matrice auraient cristallisés à haute pression à partir du matériau fondu.

VI.2. Microscopie Electronique en Transmission

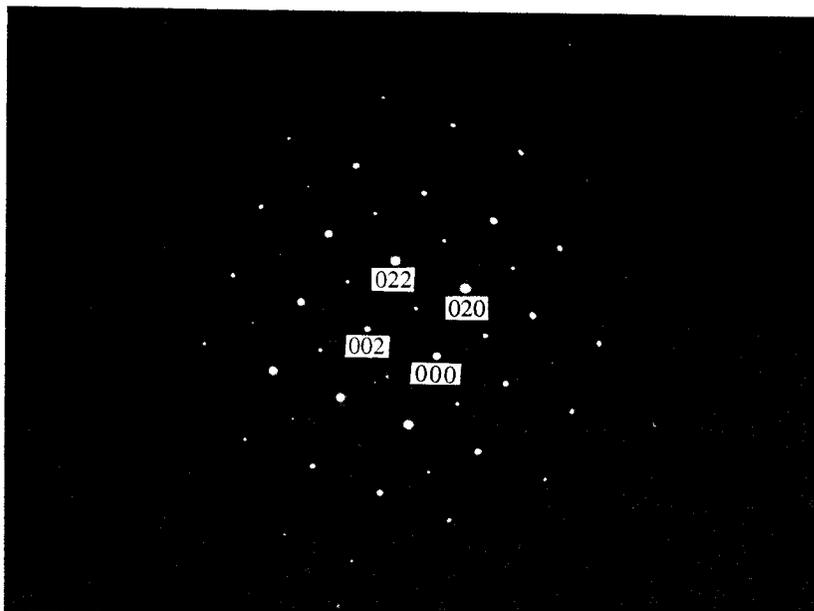
L'étude des microstructures et la caractérisation des vecteurs de Burgers des dislocations s'est avérée délicate. En effet, les échantillons étant polycristallins (à grains généralement fins), il faut orienter chaque grain sur lequel on travaille. La majorite, comme la plupart des phases de haute pression, est très peu stable sous le faisceau électronique. L'orientation des grains ne peut être réalisée à l'aide des lignes de Kikuchi qui nécessitent de faire converger le faisceau électronique sur l'échantillon. Nous avons donc orienté les grains et cherché les réflexions 400 en mode LACBED. Ce mode a l'avantage de moins endommager l'échantillon puisque le faisceau est focalisé sous l'échantillon.

VI.2.1. Majorite synthétique

VI.2.1.1. Majorite quadratique (essai 985)

Microstructure

La diffraction électronique confirme bien la distorsion quadratique de la maille de la majorite comme le montre le cliché de diffraction d'une coupe (100) de la *figure VI.3*



*figure VI.3 : Majorite synthétique quadratique (essai 985).
Cliché de diffraction en aire sélectionnée d'une coupe (100).*

La symétrie quadratique est également attestée par la présence de macles. Deux types de macles peuvent être distinguées. Les macles par pseudo-symétrie correspondent à l'échange d'axes a et c de longueur différente dans la phase quadratique. Elles sont associées à une

déformation ferroélastique et présentent donc des parois ayant des orientations préférentielles $\{110\}$ assez marquées (*figure VI.4*). Au contraire, les macles par mériédrie correspondent à l'interversion de paramètres de maille égaux et il n'en résulte pas de déformation de la matrice. Les parois associées à ces macles sont donc très courbes, sans orientations particulières (*figure VI.5*).

La microstructure est dominée par la présence de nombreux sous-joints organisés en cellules (*figure VI.6*) très faiblement désorientées les unes par rapport aux autres. La taille des cellules est inférieure à 5 μm . Certaines dislocations libres sont dissociées (*figure VI.7*).

Par LACBED, nous avons caractérisé quinze dislocations : nous avons trouvé quatorze dislocations $1/2\langle 111 \rangle$ et une dislocation $\langle 100 \rangle$.

Pour trois dislocations, plus longues que les autres et dans des grains assez gros, nous avons essayé de déterminer la direction de ligne. Cependant, les dislocations sont courbes. Nous avons donc eu des difficultés, dans chacun des cas reportés dans le *tableau VI.3*, à évaluer le parallélisme entre la direction de ligne de la dislocation et les lignes de Bragg. Cela amène des incertitudes sur les systèmes de glissement.

b	l	angle (b,l)	plan (b,l)
$1/2[\bar{1}11]$	compatible avec $[121]$	61,9	$(\bar{1}2\bar{3})$
	ou avec $[12\bar{1}]$	90	$(\bar{1}0\bar{1})$
$1/2[1\bar{1}\bar{1}]$	compatible avec $[12\bar{1}]$	90	(101)
	ou avec $[\bar{1}2\bar{1}]$	118,1	(321)
$1/2[\bar{1}\bar{1}1]$	compatible avec $[2\bar{1}1]$	90	(011)
	ou avec $[\bar{1}13]$	58,5	$(\bar{2}1\bar{1})$

*tableau VI.3 : Majorite quadratique synthétique (essai 985).
Tentative de caractérisation des systèmes de glissement.*

Microanalyse X

Les analyses chimiques effectuées sur une trentaine de grains montrent la présence de quelques grains de composition Mg_2SiO_4 qui correspondent sans doute à la wadsleyite résiduelle (*tableau VI.4*) rapportée par Heinemann et al. (1997). Les grains de majorite (moyenne sur 6 grains) ont la composition reportée dans le *tableau VI.5*.

composition	O	Si	Mg
en pourcentage	$57,14 \pm 0,11$	$14,3 \pm 0,25$	$28,46 \pm 0,30$
en atomes par unité structurale	$4,00 \pm 0,01$	$1,00 \pm 0,02$	$2,00 \pm 0,02$

tableau VI.4 : Essai 985. Composition des grains de wadsleyite (moyenne sur trois gains et écart type à 2σ) donnée en pourcentage et en atomes par unité structurale.



figure VI.4 : Majorite quadratique (essai 985). Macles par pseudo-symétrie. CC.

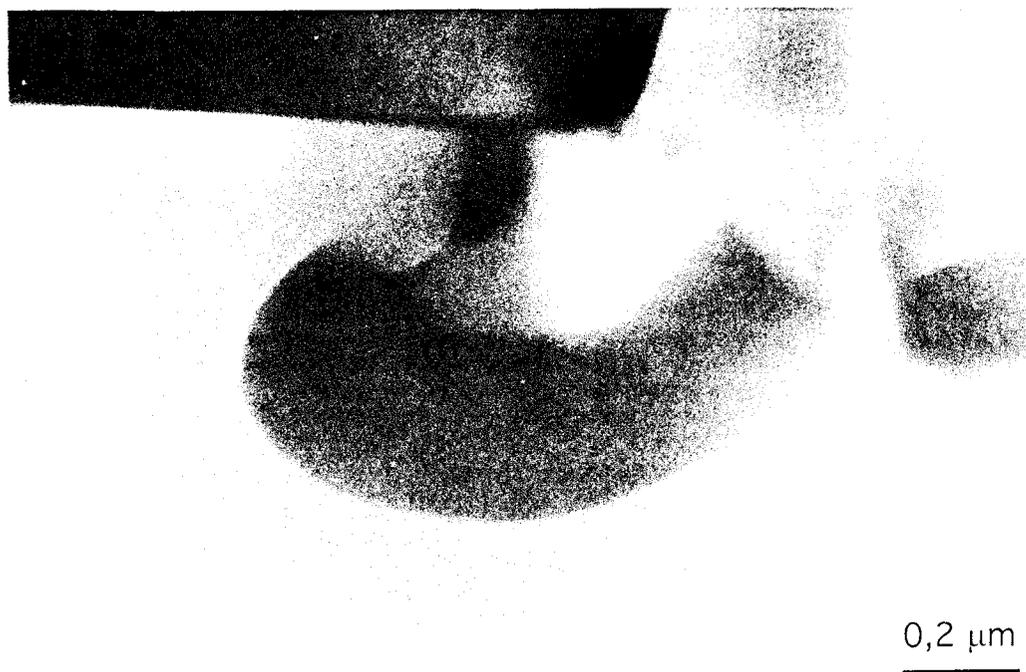
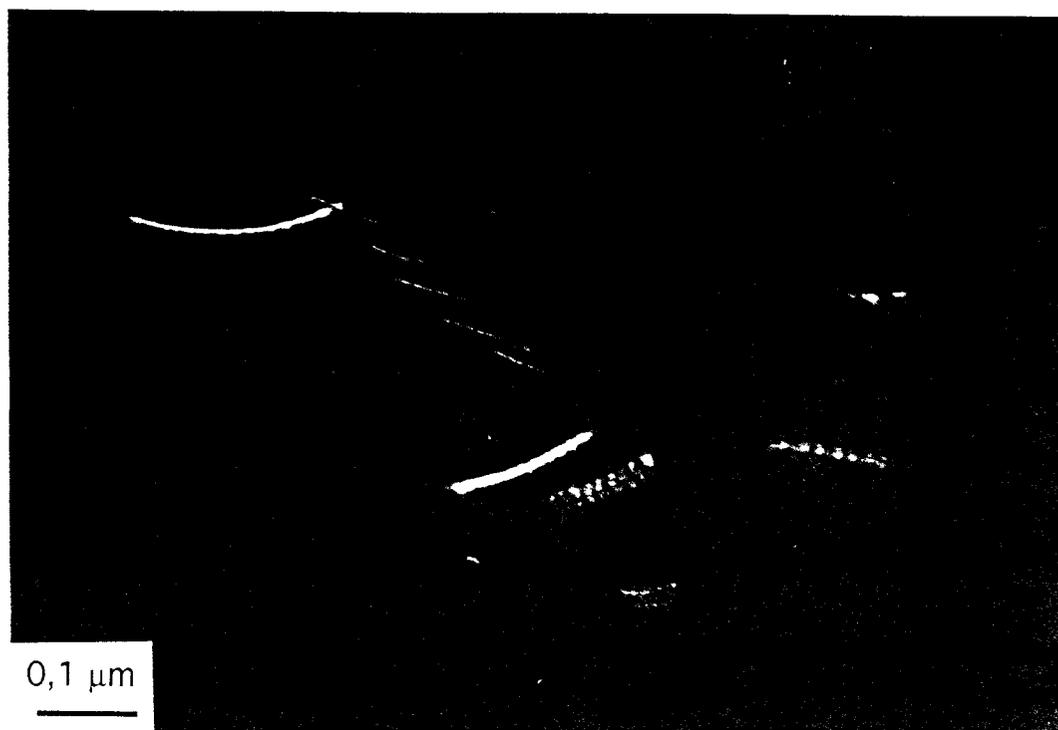


figure VI.5 : Majorite quadratique synthétique (essai 985). Macles par mériédrie. CC.



*figure VI.6 : Majorite quadratique synthétique (essai 985).
Sous-joints organisés en cellules. CNFF. $g = 400$.*



*figure VI.7 : Majorite quadratique synthétique (essai 985).
Dislocations dissociées. CNFF. $g = 400$.*

composition	O	Si	Mg	Al	Ca
en pourcentage	59,95 ± 0,07	19,82 ± 0,15	19,69 ± 0,50	0,32 ± 0,47	0,05 ± 0,08
en atomes par unité structurale	11,99 ± 0,01	3,96 ± 0,03	3,94 ± 0,10	0,06 ± 0,09	0,01 ± 0,01

tableau VI.5 : Essai 985. Composition des grains de majorite (moyenne et écart type à 2σ) donnée en pourcentage et en atomes par unité structurale.

VI.2.1.2. Majorite cubique (essai H221b)

Comme dans la majorite synthétique à symétrie quadratique, nous observons des dislocations organisées en sous-joints (*figure IV.8*) qui forment des cellules (*figure VI.9*). Par contre, la taille de ces cellules est plus grande que dans la majorite quadratique (entre 5 et 10 μm). Nous n'avons pas observé de dislocations dissociées.



figure VI.8 : Majorite cubique (essai H221b). Sous-joints. CNFF. $g = 400$.



*figure VI.9 : Majorite cubique (essai H221b). Sous-joints organisés en cellule. CNFF.
g = 400.*

VI.2.2. Majorite dans la météorite Acfer

Microstructure

Il existe deux types de majorite dans la veine de choc de la météorite Acfer : celle contenue dans la matrice de la veine (à très petits grains et sans défauts) et celle des fragments (gros cristaux contenant des défauts), associée à la ringwoodite. C'est à cette dernière que nous nous intéressons exclusivement.

Ces échantillons sont de symétrie cubique comme le montre le cliché de diffraction d'une coupe (100) de la *figure VI.10*.

Nous observons de nombreuses dislocations organisées en sous-joints qui forment des cellules (*figure VI.11*). La taille de ces cellules est de l'ordre du micromètre et la désorientation entre ces cellules est très faible. Quelques dislocations libres sont présentes à l'intérieur des cellules. Certaines d'entre elles apparaissent dissociées (*figure VI.12*). Dans le cas de la *figure VI.12*, nous sommes clairement en présence de boucles de dislocations émises par une source.

Trois dislocations ont été complètement caractérisées par LACBED : nous avons trouvé deux dislocations $1/2\langle 111 \rangle$ et une dislocation $\langle 100 \rangle$.

Nous n'avons pas pu déterminer les directions de ligne (donc les plans de glissement) car les dislocations libres étaient courbes.

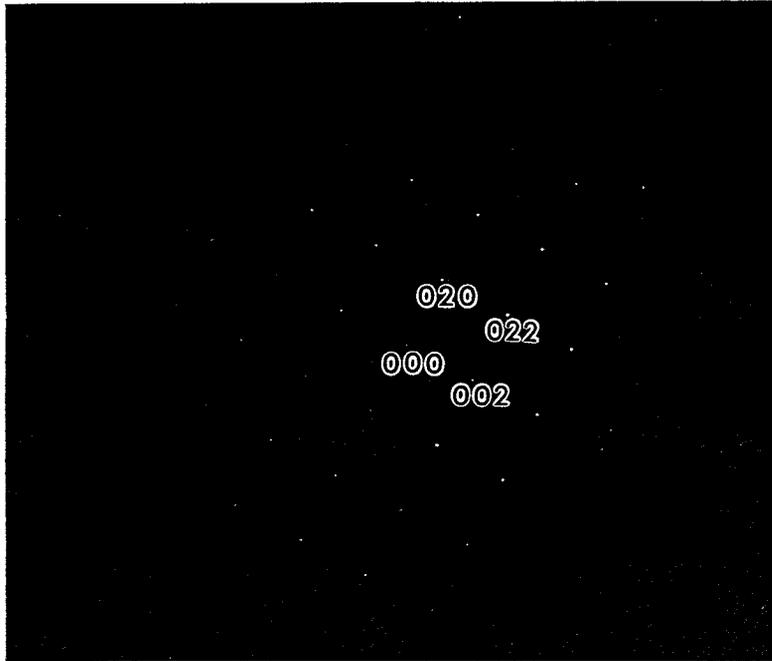


figure VI.10 : Météorite Acfer : majorite dans les fragments. Cliché de diffraction en aire sélectionnée d'une coupe (100)



figure VI.11 : Majorite de la météorite Acfer. Sous-joints organisés en cellules. CNFF.

$g = 400.$



figure VI.12 : Majorite de la météorite Acfer. Dislocations dissociées émises par un joint de grain. CNFF. $g = 400$.

Composition

Nous avons déterminé la composition de ces grains de majorite des fragments. La moyenne et l'écart type sont reportés dans le *tableau VI.6*. Nous avons également réalisé un profil de composition à cheval entre un grain de ringwoodite et un grain de majorite (*figures VI.13 et VI.14*) qui montre que la composition chimique est très homogène dans chacun de ces grains.

composition	O	Si	Mg	Fe	Al	Ca	Mn
en pourcentage	59,74 $\pm 0,08$	19,46 $\pm 0,15$	15,39 $\pm 0,29$	4,96 $\pm 0,07$	0,03 $\pm 0,04$	0,24 $\pm 0,08$	0,19 $\pm 0,03$
en atomes par unité structurale	11,95 $\pm 0,02$	3,89 $\pm 0,03$	3,08 $\pm 0,05$	0,99 $\pm 0,01$	0,01 $\pm 0,01$	0,05 $\pm 0,01$	0,04 $\pm 0,01$

tableau VI.6 : Météorite Acfer. Composition (moyenne et écart type à 2σ) des grains de majorite donnée en pourcentage et en atomes par unité structurale.

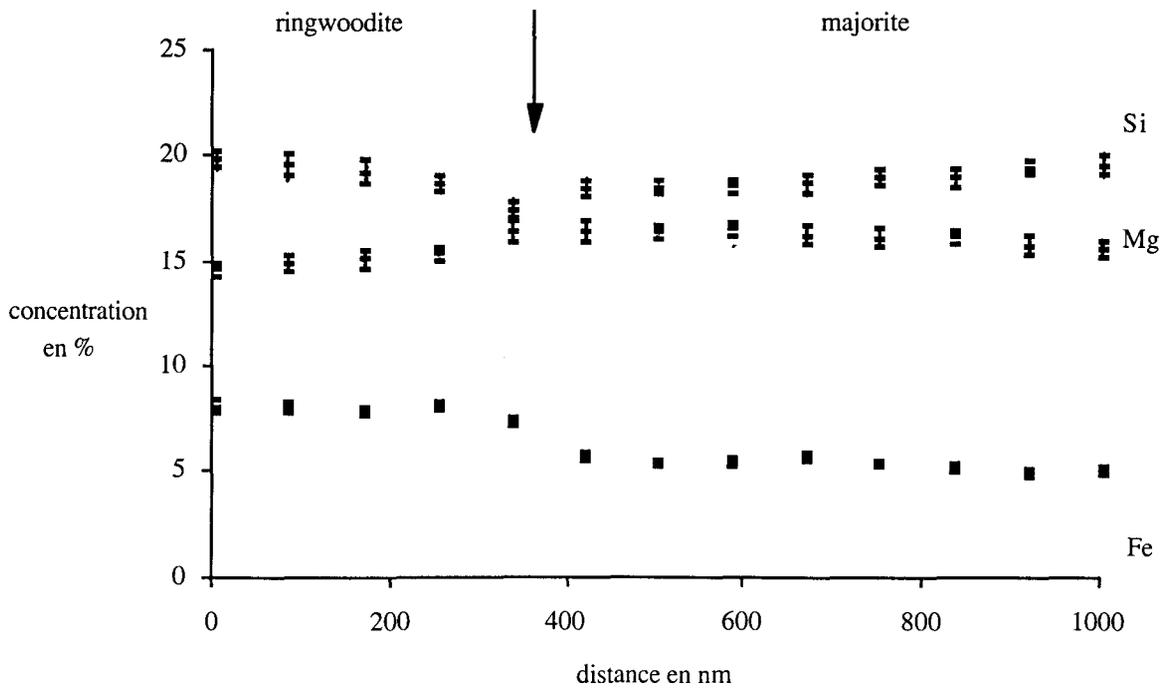


figure VI.13 : Profils de concentration (moyenne et erreur à 2σ) pour Si, Mg et Fe entre un grain de ringwoodite et un grain de majorite. La flèche représente la frontière entre les deux grains.

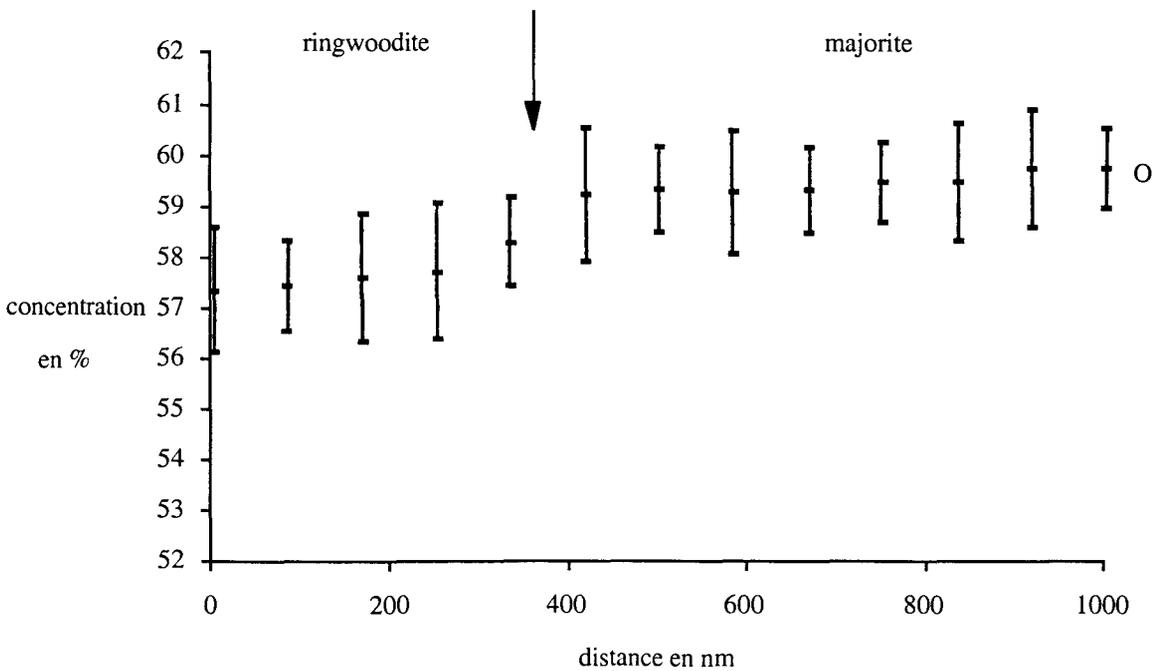


figure VI.14 : Profils de concentration (moyenne et erreur à 2σ) pour O entre un grain de ringwoodite et un grain de majorite. La flèche représente la frontière entre les deux grains.

VI.3. Discussion

VI.3.1. Origine et signification des microstructures observées

La majorite formée à l'issue d'un choc et présente dans les veines de choc des chondrites ordinaires a déjà fait l'objet de plusieurs études, y compris en microscopie électronique en transmission (Price et al., 1979; Madon et Poirier, 1980; Langenhorst et al., 1995; Chen et al., 1996). Dans la plupart de ces études, la majorite apparaît vierge de défauts cristallins (Price et al., 1979; Madon et Poirier, 1980; Langenhorst et al., 1995) ce qui a conduit Madon et Poirier (1980) à souligner la résistance des grenats, majorite comprise, à la déformation plastique.

Chen et al. (1996) ont cependant remarqué que la majorite existait sous deux formes distinctes dans les veines de choc. La plus fréquente de ces deux formes consiste en petits grains qui résultent de la cristallisation à partir du matériau fondu de la veine. Cette origine est attestée par la composition chimique de ces grains qui ne correspond pas à celle de minéraux individuels de la matrice (Chen et al., 1996) et par la présence de profils de concentration caractéristiques d'une cristallisation fractionnée (Leroux, communication personnelle).

En revanche, Chen et al. (1996) montrent que les grains de majorite des fragments possèdent la même composition chimique que les pyroxènes de la matrice. Ils en concluent que la majorite s'est formée par une transformation à l'état solide à partir des grains de pyroxène. Nos analyses chimiques ainsi que l'absence de profils de concentration dans la majorite, et dans la ringwoodite (*figures VI.13 et VI.14*) confirment cette hypothèse.

Chen et al. rapportent ensuite l'existence de parois de dislocations et en concluent que les grains de majorite ont été déformés plastiquement puis restaurés par montée des dislocations. Un tel scénario suppose les étapes suivantes :

- (i) germination et croissance (plusieurs micromètres) des grains de majorite;
- (ii) déformation plastique par glissement et/ou montée de dislocations sous l'influence d'une contrainte différentielle nouvellement appliquée;
- (iii) restauration et formation de sous-joints.

Ces différentes étapes doivent se produire pendant le très court laps de temps où sont appliquées la pression et la température. L'hypothèse de Chen et al. nous semble donc hardie et peu étayée.

Les microstructures globales observées dans les échantillons de majorite synthétique sont assez similaires à celles observées dans les échantillons météoritiques. Les modes de formations semblent cependant assez différents : transformation à l'état solide à partir d'un pyroxène pendant un choc d'une part, transformation à partir d'un verre sous conditions statiques d'autre

part. Dans les deux échantillons synthétiques, la microstructure consiste en un polycristal fragmenté en cellules formées de sous-joints de faibles désorientations. Les cellules contiennent encore quelques dislocations libres. Cette microstructure est tout à fait caractéristique d'une restauration opérant par croissance de sous-grains (Humphreys et Hatherly, 1995, p128). La présence majoritaire de sous-joints de faible désorientation reflète leur faible mobilité relative (Humphreys et Hatherly, 1995, p128) et confirme l'hypothèse de restauration. La différence de taille des cellules observée entre l'échantillon (quadratique) recuit 7 mn et l'échantillon (cubique) recuit 15 mn vient renforcer cette hypothèse, et d'une manière générale, les échantillons synthétisés par Heinemann (communication personnelle) montrent bien, pour différentes durées de synthèses, cette tendance à la croissance de grains et de sous-grains. Notons cependant que les temps très courts (inférieurs à 15 mn) de maintien à très haute température correspondants à ces expériences sont susceptibles d'entraîner une dispersion significative des données. Des recuits sur des temps plus longs semblent nécessaires pour confirmer cette hypothèse et déterminer des cinétiques de croissance de sous-grains et de restauration.

La restauration par coalescence de sous-grains peut s'effectuer par deux mécanismes (Sandström, 1977) :

- par transfert de dislocations entre les sous-joints et l'intérieur des grains;
- par migration collective des dislocations du sous-joint.

Nous observons bien quelques dislocations à l'intérieur des sous-grains, cependant, l'observation microscopique ne semble pas montrer d'évènements significatifs d'émission, d'extraction ou d'absorption de dislocations à partir ou vers les sous-joints. En revanche, nos observations supportent l'idée d'une migration collective des sous-joints comme dans le cas de la *figure VI.9* où le sous-joint en progression (le sens de déplacement d'un sous joint est donné par sa concavité) semble "s'arrêter" sur une orientation plus stable, et donc moins mobile.

Il nous semble donc possible de proposer un scénario pour la formation des microstructures observées qui soit commun aux échantillons synthétiques et à ceux issus des veines de choc des météorites :

- (i) germination à partir de la phase de basse pression (verre dans le cas expérimental, pyroxène dans les météorites);
- (ii) les petits grains se rencontrent et forment un polycristal, organisation des parois de dislocations;
- (iii) croissance par migration des parois de dislocations.

VI.3.2. Dislocations et plasticité dans la majorite

Les microstructures présentes dans les fragments de la météorite ainsi que dans les échantillons synthétiques semblent avoir la même origine : les dislocations issues de la transformation de phase qui a produit la majorite s'organisent et évoluent par restauration. Ce scénario ne fait pas intervenir de déformation plastique à proprement parler. L'étude de ces échantillons nous donne néanmoins la possibilité de caractériser les dislocations dans la majorite.

La caractérisation des vecteurs de Burgers par LACBED donne le même résultat dans tous les échantillons de majorite : le vecteur de Burgers dominant est $1/2\langle 111 \rangle$. Dix-huit dislocations ont été caractérisées, seize sont du type $1/2\langle 111 \rangle$. Ce résultat suggère fortement que le glissement $1/2\langle 111 \rangle$ est le plus facile à activer dans la majorite comme il l'est dans les autres grenats. Les plans de glissement n'ont pu être déterminés complètement. Les dislocations, issues d'épisodes à très haute température, ne présentent pas de segments rectilignes marqués qui permettraient la caractérisation des directions de ligne par LACBED. Les dislocations semblent cependant présenter un caractère coin dominant comme dans les grenats oxydes 2-3-4 (*chapitre III*) et les grenats silicates (*chapitres IV et V*).

Nous n'avons trouvé que deux dislocations $\langle 100 \rangle$. Il est difficile de tirer des conclusions définitives sur le glissement $\langle 100 \rangle$ à partir d'observations si peu nombreuses. Il est cependant probable que le glissement $\langle 100 \rangle$ soit activable dans la majorite comme dans les grenats.

L'observation de dislocations dissociées est tout aussi marginale. Elle est cependant très intéressante car certaines de ces dislocations sont clairement associées à des événements de microplasticité (*figure VI.12*). Les boucles présentes sur la *figure VI.12* sont émises à un joint de grain, probablement pour relaxer des contraintes apparues lors de la descente en température. Des expériences de déformation plastique apparaissent nécessaires pour vérifier si la dissociation est caractéristique des dislocations en glissement dans la majorite.

La symétrie de la majorite dans la zone de transition a fait l'objet de plusieurs études (Wang et al. 1993; Parise et al., 1996; Heinemann et al., 1997) et reste l'objet d'un débat. La transition cubique-quadratique est-elle susceptible d'affecter la rhéologie de la majorite dans la zone de transition ? Deux observations nous conduisent à penser que non. Tout d'abord, les microstructures observées semblent identiques dans tous les échantillons de majorite observés quelle que soit la symétrie. Ensuite, nos observations sur la majorite quadratique n'ont pas permis de mettre en évidence des interactions entre les macles (par pseudosymétrie notamment) et les dislocations.

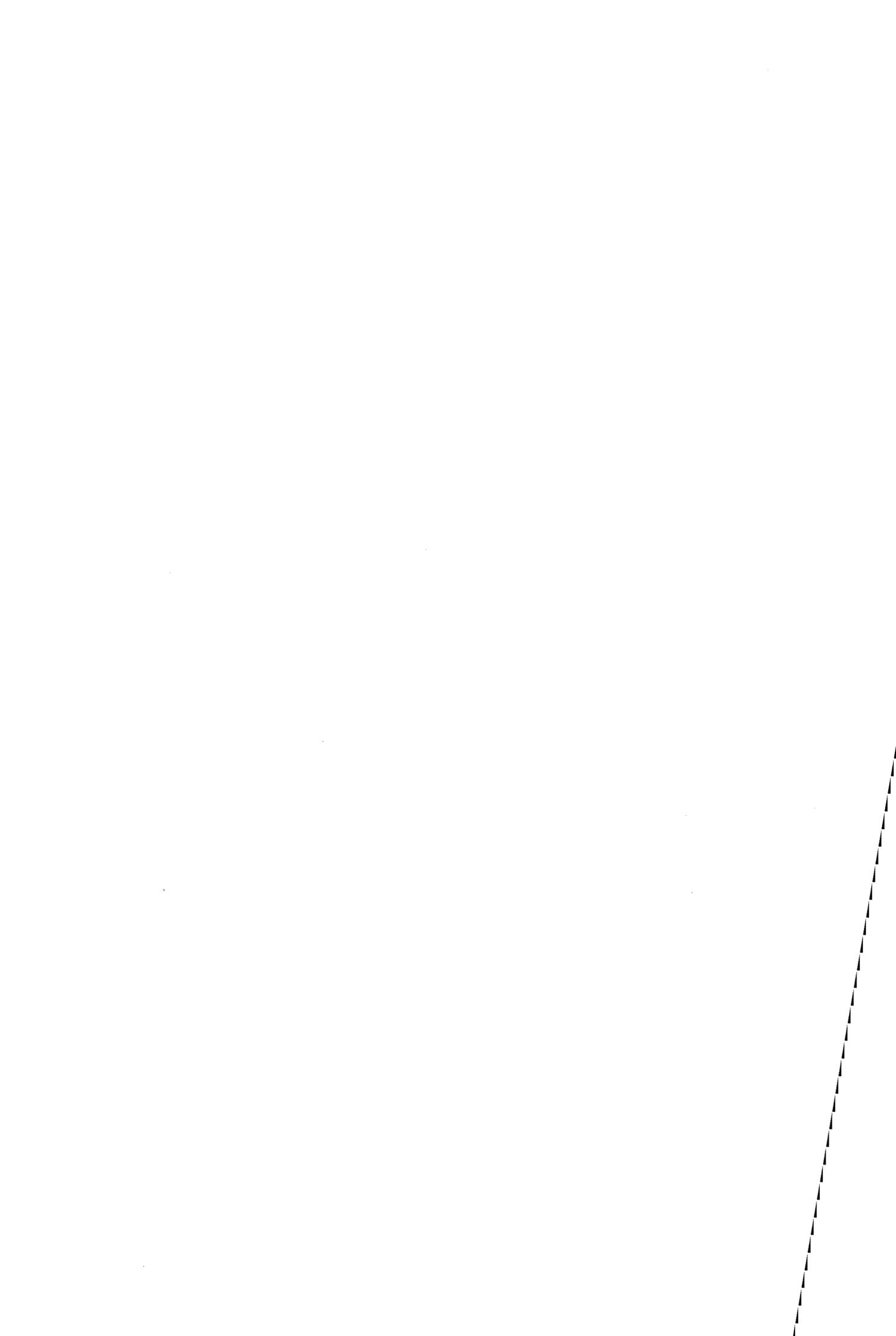
En conclusion, les observations réalisées dans le cadre de cette étude préliminaire sur les dislocations et la plasticité dans la majorite suggèrent que ce minéral a un comportement similaire à celui des autres grenats. Les mêmes dislocations (et probablement les mêmes systèmes de glissement) y sont activés. La facilité avec laquelle la restauration opère indique que les dislocations sont très mobiles à haute température (2000°C) dans la majorite. Ce fait est dans la suite logique de notre étude sur la plasticité des grenats silicates (*chapitres IV et V*). Par conséquent, rien ne semble indiquer que les grenats (sous la forme majorite) constituent, dans la zone de transition, une barrière pour la convection mantellique.



Chapitre VII

Discussion générale

Les observations présentées dans les chapitres précédents nous ont fourni des informations sur la plasticité des grenats dans un vaste domaine de conditions P, T et pour des compositions chimiques très variées. Il est maintenant possible de se faire une idée générale de la plasticité et des dislocations dans les grenats silicates. Cette généralisation permet de préciser l'apport que l'on peut espérer de l'approche des analogues. Le travail présenté dans le chapitre IV constitue la première étude détaillée de plasticité basée sur l'utilisation de presse multi-enclumes. Nous discutons de l'utilisation à venir de cette technique pour l'étude de la rhéologie des minéraux du manteau. Nous essayons enfin de dégager quelques conséquences de notre travail quant au comportement rhéologique des grenats dans le manteau terrestre.



VII.1. Mécanismes de déformation dans les grenats

VII.1.1. Seuil de plasticité

Les différents échantillons observés dans les *chapitres IV et V* mettent en évidence l'existence de deux régimes de déformation. Un régime "haute température" pour lequel le grenat est ductile. Les dislocations sont alors mobiles, plusieurs systèmes de glissement sont activés (voir ci-dessous) et on observe des indices de restauration. Dans le régime "basse température", des dislocations peuvent être induites sous fortes contraintes, mais elles sont soumises à une très forte friction de réseau qui empêche la plasticité de se développer. Le seuil de plasticité se situe vers 1000°C dans les expériences en presse multi-enclumes. Dans la nature, la transition fragile-ductile des grenats a lieu entre 600°C et 700°C. Cette différence reflète, nous l'avons vu, la différence de vitesse de déformation entre les deux situations.

Il est intéressant de souligner le fait que le seuil de ductilité est accompagné aussitôt d'indices de restauration (formation de sous-joints). Sur ce point, le comportement du grenat diffère de celui des métaux cubiques centrés pour lesquels il existe un domaine de température - entre $0,3 T_f$ (température critique) et $0,5 T_f$ (température athermique) - où la déformation est dominée par l'interaction des dislocations avec la forêt (*figure VII.1*).

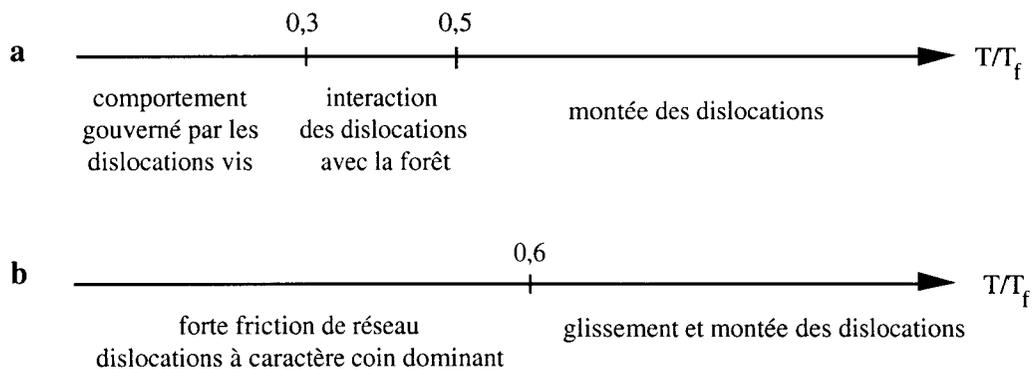


figure VII.1 : Comparaison entre le comportement des métaux cc (a) et du grenat (b)

VII.1.2. Systèmes de glissement

Les microstructures observées dans les grenats (oxydes, germanates, silicates) montrent qu'ils peuvent se déformer par glissement (et montée) de dislocations.

Nous avons caractérisé trois types de dislocations : $1/2\langle 111 \rangle$, $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$.

Le glissement $1/2\langle 111 \rangle$ est activé à toutes les températures, quelque soit la composition chimique, dans les grenats silicates et les grenats germanates. Ce résultat est en accord avec les études précédentes sur les grenats silicates (Ando et al., 1993; Doukhan et al., 1994; Brenker, 1997) et sur les grenats synthétiques (Rabier et al., 1976a).

Les systèmes de glissement trouvés sont : $1/2\langle 111 \rangle\{10\bar{1}\}$, $1/2\langle 111 \rangle\{11\bar{2}\}$ et $1/2\langle 111 \rangle\{12\bar{3}\}$. Le système le plus facilement activé semble être $1/2\langle 111 \rangle\{10\bar{1}\}$. Ce résultat est en accord avec des études précédentes réalisées sur des grenats synthétiques 3-3 (Garem et al., 1982; Blumenthal et al., 1996) et dans des grenats silicates (Brenker, 1997).

Le glissement $\langle 100 \rangle$ est également activé quelque soit la composition chimique et à toutes les températures. Jusqu'à présent, seuls Ando et al. (1993) ont rapporté la présence de dislocations libres $\langle 100 \rangle$ dans les silicates. Les autres auteurs n'avaient trouvé des dislocations $\langle 100 \rangle$ que dans des réactions de jonction (Doukhan et al., 1994) ou dans des sous-joints (Rabier et al., 1979).

Les systèmes de glissement caractérisés sont : $\langle 010 \rangle\{100\}$ et $\langle 010 \rangle\{101\}$. Les directions de lignes préférentielles sont $\langle 110 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ dans $\{110\}$ et $\langle 100 \rangle$ dans $\{010\}$. Le glissement $\langle 010 \rangle\{100\}$ avait déjà été rapporté par Garem et al. (1985) dans GGG.

Le glissement $\langle 110 \rangle$ a été observé dans les grenats déformés expérimentalement et naturellement, mais seulement à basse température et sous très fortes contraintes dans le domaine où la plasticité est empêchée par la friction de réseau. Il n'a jamais été trouvé dans les grenats déformés à haute température. Le vecteur de Burgers $\langle 110 \rangle$ est très grand, la présence de dislocations $\langle 110 \rangle$ est donc très défavorable énergétiquement. Une telle énergie peut être relaxée si les dislocations sont dissociées et c'est en effet ce que nous avons observé.

VII.1.3. Structure de coeur et mobilité des dislocations

La structure de coeur des dislocations joue souvent un rôle fondamental dans la déformation plastique d'un matériau. On peut s'attendre à ce que cela soit particulièrement vrai pour le grenat qui est caractérisé par un très grand paramètre de maille ($a \approx 1,15$ nm) et une cristallographie très complexe. L'énergie élastique d'une dislocation est proportionnelle à μb^2 , μ

étant le module de cisaillement (de l'ordre de 100 GPa) et b le module du vecteur de Burgers (environ 1,0 nm pour $1/2\langle 111 \rangle$, 1,2 nm pour $\langle 100 \rangle$ et 1,6 nm pour $\langle 110 \rangle$). Les dislocations dans le grenat doivent donc avoir une énergie élastique très élevée à moins que cette énergie ne soit diminuée par une dissociation. On peut également se demander comment une dislocation peut glisser dans un matériau qui contient 160 atomes par maille.

La dissociation n'a été démontrée que pour les dislocations $\langle 110 \rangle$, dans le régime basse température. Par contre les dislocations $1/2\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$ observées ne montrent pas de dissociation. Etant donné la résolution de la technique des faisceaux faibles, cela signifie que si les dislocations sont dissociées, la largeur de dissociation est inférieure à 10-15 nm.

Notons que quelques études ont été faites par microscopie électronique en haute résolution (Ando et al., 1993; Wang et al., 1996). Le but de ces études n'était pas d'étudier la structure de coeur de dislocation mais de déterminer le vecteur de Burgers en comptant le nombre de franges sur un circuit de Burgers. Cependant aucune dissociation du coeur n'a été rapportée par ces auteurs.

Des informations indirectes sur les structures de cœur peuvent être déduites des configurations stables de dislocations observées. A basse température, les dislocations présentent des orientations préférentielles très marquées. Ces directions préférentielles ne peuvent être attribuées à une anisotropie élastique. Dans le cas d'une structure cubique, l'anisotropie élastique est définie par le rapport entre le module de cisaillement simple et le module de cisaillement pur :

$$A = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}}$$

Dans le cas des grenats, le facteur d'anisotropie A est très proche de 1 ($A = 0.97$ pour le grenat almandin, Babuska et al., 1978). Le grenat est donc un matériau très isotrope du point de vue élastique. Les directions préférentielles des dislocations ne peuvent donc pas être expliquées par l'anisotropie élastique mais plutôt par la structure de coeur des dislocations qui subissent une forte friction de réseau.

Dans le cas des dislocations $1/2\langle 111 \rangle$, la direction $\langle 111 \rangle$, fréquente, semble très stable et donc peu mobile. La configuration la plus souvent rencontrée a un caractère coin dominant avec un angle entre le vecteur de Burgers \mathbf{b} et la direction de ligne \mathbf{l} de 70° : par exemple, on a $\mathbf{b} = 1/2[111]$ et $\mathbf{l} = [\bar{1}11]$ (*figure VII.2*). Cette configuration est rencontrée dans les grenats silicates (*chapitres IV et V*) et dans les grenats germanates $\text{Ca}_3\text{Ga}_2\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ (*chapitre III*).

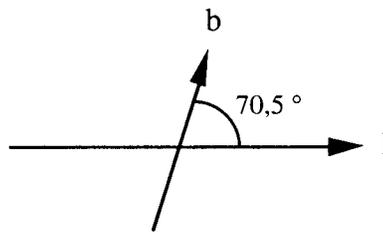


figure VII.2 : Configuration stable d'une dislocation dans le grenat à basse température.

De même, le fait que la microplasticité à basse température ne soit générée que d'un seul côté des fissures ne peut être expliqué que par une anisotropie du coeur des dislocations.

Les plans de glissement sont mal définis dans le grenat. Les dislocations $1/2\langle 111 \rangle$ semblent montrer peu de préférences entre les plans $\{110\}$, $\{112\}$ et $\{123\}$. Le comportement des dislocations $\langle 100 \rangle$ par rapport aux plans $\{010\}$ et $\{011\}$ semble très similaire. Cela suggère que le coeur d'une dislocation est non seulement étendu mais aussi non plan. C'est probablement l'origine de la forte friction de réseau déjà soulignée dans la structure grenat par plusieurs auteurs (Rabier et al., 1981; Karato et al., 1995). Le glissement est gêné par l'obligation de traîner une composante sessile du coeur de dislocation, et ce quel que soit le plan de glissement.

Le passage d'une vallée de Peierls à une autre nécessite la contraction du coeur de dislocation. Le glissement d'une dislocation se ferait donc par contraction et expansion successives du coeur (*figure VII.3*) :

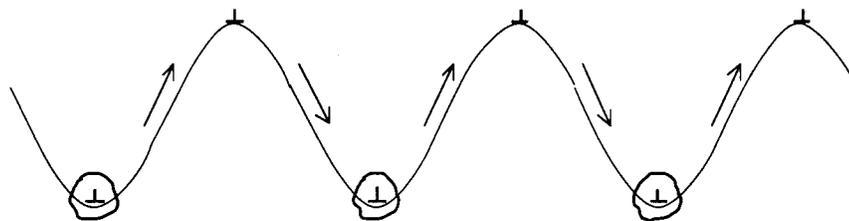


figure VII.3 : Glissement d'une dislocation dans la structure grenat

On conçoit que ce mécanisme soit particulièrement difficile dans un matériau possédant un si grand paramètre de maille que le grenat. Les dislocations ne seront mobiles à basse température que sous très fortes contraintes.

A haute température, la diffusion est active, et d'autres mécanismes peuvent être envisagés. On peut supposer que la composante sessile du coeur subisse un traînage visqueux. Un tel mécanisme ne nécessite qu'une diffusion atomique localisée au voisinage du coeur de la dislocation. Le glissement reste conservatif, mais la diffusion contrôle la déformation.

L'observation dans les échantillons basse température de franges de faible contraste associées à des dislocations va dans ce sens. La diffusion ne serait pas assez rapide à basse température pour assurer le traînage du cœur. Les franges seraient dues à un désordre cationique laissé par la dislocation dans son sillage.

En conclusion, le grand paramètre de maille des grenats ainsi que la cristallographie complexe sont à l'origine de certaines particularités importantes vis à vis de la plasticité. Les dislocations dans le grenat sont caractérisées par un cœur étendu et non plan qu'il est très difficile de déplacer en glissement. Les dislocations sont donc soumises à une friction de réseau très importante qui empêche la déformation plastique tant que la température est trop basse. A haute température, lorsque la diffusion atomique est activée, le glissement des dislocations est rendu possible par traînage visqueux du cœur.

VII.1.4. L'approche des analogues dans la structure grenat

L'approche des analogues suppose que certaines propriétés soient communes au sein d'une famille de matériaux donnée. En ce qui concerne la plasticité, cette démarche suppose que les dislocations, les systèmes de glissement et les mécanismes de déformation soient les mêmes. Nous avons observé au cours de cette étude un grand nombre d'échantillons de grenats silicates de compositions très différentes et qui ont subi des sollicitations très variées. Nous venons de montrer que les grenats forment, vis à vis de la plasticité, une famille homogène.

Les mécanismes de déformation observés distinguent nettement les grenats des métaux cubiques centrés. L'existence du glissement $\langle 100 \rangle$, qui n'est quasiment jamais observé dans les métaux cubiques centrés, constitue la différence la plus marquante. On pourrait également citer l'existence du glissement $\langle 110 \rangle$ à basse température et l'évolution des mécanismes de température avec la température.

Cette différence de comportement provient sans nul doute de la cristallographie complexe des grenats qui impose des structures de cœur particulières. Ce fait est bien illustré par la différence entre les grenats oxydes (3-3) et les grenats silicates (2-3-4). Ces deux familles de matériaux présentent de grandes similitudes quant à la plasticité, cependant nous avons montré que la différence de charge des cations occupant les différents sites affecte la structure de cœur et stabilise des dislocations de nature différente (à caractère vis ou coin).

A ce titre, le grenat germanate CGGG apparaît comme le meilleur analogue des grenats silicates. Bien que l'étude effectuée sur ce matériau soit encore très incomplète (fluage à haute température seulement), toutes les caractérisations réalisées sur CGGG (microstructures, systèmes de glissement) sont conformes à celles sur les grenats silicates.

Signalons pour terminer que les nouveaux moyens expérimentaux sous hautes pressions dont nous avons montré l'intérêt dans l'étude de la plasticité, n'excluent pas l'approche des analogues. Les deux démarches sont complémentaires. L'étude, à pression ambiante, de matériaux analogues est aujourd'hui la seule qui permette d'obtenir des données mécaniques fiables. Ces données sont nécessaires, en complément des observations microscopiques pour établir les mécanismes de déformation. Les essais de déformation à pression ambiante sont également beaucoup plus "propres" du point de vue mécanique. Rappelons à cet égard nos expériences de déformation de CGGG selon $\langle 100 \rangle$ afin de bloquer le glissement $\langle 100 \rangle$. De tels essais ne semblent pas encore possibles en presses multi-enclumes.

VII.2. Déformation plastique en presse multi-enclumes

La technique de presse multi-enclumes a été développée au Japon au début des années 1980 dans le but d'étudier les minéraux du manteau terrestre jusqu'à 25 GPa et 2500°C. Elle a permis de réaliser des progrès considérables dans l'étude de la minéralogie du manteau et des propriétés physiques des minéraux sous pression. L'utilisation de cette technique dans le domaine de la rhéologie est plus récent et n'a fait l'objet à ce jour que de quelques études qui font figure de pionnières (*tableau VII.1*). La raison en est sans doute que cette technique s'adapte assez difficilement aux nécessités des expériences de déformation plastique (Durham et Rubie, 1998).

Référence	Pression (GPa)	Température (°C)	Matériau
Bussod et al., 1993	6	1600	Olivine
Cette étude	6,5	700-1400	Grenat
Weidner et al., 1994	8	1200°C	NaCl, MgO
Weidner et al., 1998	10	1400	Spinelle $MgAl_2O_4$
Sharp et al., 1994	14	1450	b- $Mg_{1,8}Fe_{0,2}SiO_4$
Karato et Rubie, 1997	15	1900	Wadsleyite
Dupas et al., 1998b	16	1300	Ringwoodite

tableau VII.1 : Expériences de déformation en presse multi-enclumes

Où en sommes nous aujourd'hui ? Il nous semble que trois voies de recherche émergent dans le domaine de la plasticité sous pression et que ces approches doivent être utilisées de manière complémentaire.

La première approche consiste à rendre l'assemblage haute pression anisotrope et à étudier les microstructures de déformation résultantes en MET (Bussod et al., 1993; Sharp et al., 1994). Il s'agit de la démarche que nous avons choisi d'appliquer à l'étude de la plasticité des grenats. Nous avons ainsi montré dans le *chapitre IV* qu'il était possible de déformer plastiquement des échantillons de grenat sous hautes pression et température. L'analyse détaillée des microstructures de déformation nous a permis de mieux comprendre les mécanismes de déformation dans les grenats. Ce type d'expérience qui correspond à de faibles déformations est bien adapté à l'étude des mécanismes élémentaires de plasticité. Les grenats présentent l'avantage d'offrir l'accès à des échantillons naturels. Nous avons ainsi montré que les expériences en presse multi-enclumes permettent d'activer (et donc d'étudier) les mêmes mécanismes de déformation que ceux actifs dans la nature. Ce type d'expériences constitue donc un outil de choix pour l'étude des mécanismes de déformation des minéraux du manteau. Les expériences de Sharp et al. (1994) suggèrent qu'il est possible techniquement d'étendre le champ d'investigation jusqu'à la zone de transition. Ils utilisent pour cela un assemblage basé sur un octaèdre de 14 mm (pression maximale de 16 GPa). L'extension de cette technique aux plus hautes pressions (bas de la zone de transition, haut du manteau inférieur) nécessite l'emploi d'assemblages de plus petite taille (octaèdres de 10 et 7 mm, qui permettent d'atteindre des pressions de 25 GPa). La faisabilité de telles expériences est probable, elle reste cependant à démontrer.

La modification de l'assemblage proposée par Karato et Rubie (1997) a pour but de dépasser quelques unes des limitations imposées par les expériences précédentes. En particulier, la géométrie choisie (cisaillement simple) permet d'atteindre de grands taux de déformation : jusqu'à 100%. Il devient ainsi possible d'étudier les textures développées par déformation plastique dans un assemblage polycristallin, et ce, dans les conditions de pression et de température du manteau supérieur. De telles données sont extrêmement importantes pour tenter de comprendre l'origine de l'anisotropie sismique observée dans certaines régions du manteau. Il semble cependant nécessaire de vérifier la pertinence des mécanismes de déformation activés, notamment par comparaison avec des expériences à plus faibles taux de déformation réalisées dans les mêmes conditions. Ces expériences sont pour l'instant basées sur l'emploi d'un octaèdre de 14 mm. L'élargissement du domaine de pression nécessitera également l'emploi d'octaèdres de plus petites tailles. Ce passage risque d'être plus difficile vu la complexité de l'assemblage utilisé.

Les deux approches décrites ci-dessus permettent un contrôle approximatif de la sollicitation (contrainte différentielle ou cisailante, taux de déformation). La déformation finale peut généralement être évaluée, mais la contrainte reste inaccessible. Weidner et al. (1998) ont développé une méthode originale pour pallier cette carence. Ils utilisent l'élargissement des pics de diffraction X pour estimer la contrainte *in situ* dans l'échantillon. Cette technique est très lourde puisqu'elle suppose le couplage de techniques haute pression avec l'utilisation d'une source de rayonnement X intense (rayonnement synchrotron). Un tel couplage a été mis en place au centre de hautes pressions (CHiPR) de l'université de New York (Stony Brook). Les quelques expériences préliminaires réalisées montrent la richesse potentielle de cette approche. Elle permet de déterminer des courbes de relaxation de contrainte sous pression, en fonction de la température. La presse utilisée (SAM85) limite cependant le domaine de pression accessible à 10 GPa. Le nouvel équipement (Advanced Photon Source) qui se met en place à Chicago permettra de repousser ces limites puisque la presse prévue (configuration DIA) doit permettre d'atteindre les conditions suivantes : 30 GPa, 2800°C (Rivers et al., 1998).

L'étude de la plasticité sous hautes pressions est aujourd'hui possible, nous l'avons montré. Ce domaine est encore en plein développement du point de vue expérimental. Il est clair que nous disposerons dans un très proche avenir d'un ensemble de moyens d'études de la plasticité sous pression qui devront être utilisés de manière complémentaire. Ce champ de recherche qui s'ouvre devrait nous permettre de mieux comprendre le comportement plastique de la matière dans des conditions extrêmes de pression et de température.

VII.3. Implications géodynamiques

Comme nous l'avons rappelé dans l'introduction, la présence du grenat dans les zones de subduction et dans la zone de transition peut jouer un rôle important dans la rhéologie du manteau.

Dans cette étude, nous avons montré que le grenat présentait une transition fragile-ductile entre 600°C et 700°C dans les conditions du manteau. Il est intéressant de remarquer que cette gamme de températures correspond au seuil de plasticité de la croûte océanique (Agar, 1994). On peut donc s'attendre à ce que les grenats qui sont fragiles dans les parties superficielles du manteau, participent à la déformation plastique dans les parties plus chaudes, c'est à dire plus profondes, des zones de subduction. Ce point est important, car de l'aptitude des plaques en subduction à se déformer dépendra leur possible traversée de la zone de transition pour s'enfoncer dans le manteau inférieur. Karato (1995) a suggéré que le contraste de ductilité entre la couche de grenatites et le reste de la plaque pouvait conduire à une délamination de la plaque plongeante au niveau de la discontinuité des 660 km. Ce mécanisme conduirait à enrichir la zone

de transition en grenats. Une couche de forte viscosité dans la zone de transition pourrait empêcher le transport de masse vertical entre le manteau inférieur et le manteau supérieur et affecterait de façon significative le régime de convection.

Ces modèles (délamination des plaques, barrière mécanique vis à vis de la convection) ont été souvent évoqués en se basant sur la résistance à la déformation plastique supposée des grenats. Ils sont clairement basés sur l'idée, extrapolée des observations à basses températures, que les grenats se déforment très difficilement. Bien que notre travail, préliminaire, sur la plasticité de la majorite ne permettent pas d'apporter une réponse définitive sur ce point, il nous semble que la dureté des grenats dans les conditions de la zone de transition soit surestimée. Nos résultats suggèrent que les dislocations sont très mobiles aux très hautes températures qui caractérisent la zone de transition et le domaine de stabilité de la majorite. La forte friction de réseau qui caractérise la déformation à basse température est supprimée par la diffusion. Le point le plus important semble être maintenant de comparer la ductilité de la majorite avec celle des autres phases majeures de la zone de transition : wadsleyite et ringwoodite. Une telle étude, couplée avec des mesures de contraintes *in situ* devrait nous permettre dans un proche avenir de mieux cerner le comportement rhéologique de la zone de transition du manteau.

Conclusion

Nous avons étudié par microscopie électronique en transmission les dislocations et la plasticité dans les grenats silicates dans le but de mieux comprendre le rôle de ces minéraux dans la rhéologie du manteau terrestre.

Nous avons validé l'utilisation de la presse multi-enclumes pour étudier la plasticité des grenats silicates sous pression. Pour cela, nous avons comparé les microstructures de déformation et les systèmes de glissement de grenats déformés expérimentalement et naturellement. Nous avons montré que les mécanismes de déformation activés en presse multi-enclumes sont les mêmes que ceux ayant lieu dans la nature. Les données expérimentales peuvent donc être extrapolées au manteau. Nous avons mis en évidence deux régimes de déformation : un régime basse température et un régime haute température. Le régime basse température se caractérise par une forte friction de réseau, par une microstructure hétérogène et par de la microplasticité localisée en tête de fissures qui produit très peu de déformation. Des dislocations dissociées et des fautes dues à un désordre cationique local sont également observées. Dans le régime haute température, la microstructure est plus homogène, les dislocations deviennent mobiles et forment des jonctions et des sous-joints. Le seuil de plasticité se situe vers 1000°C dans la déformation expérimentale et entre 600°C et 700°C dans la nature où les vitesses de déformation sont plus basses que dans les expériences.

Les systèmes de glissement déterminés (par diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle) à toutes les températures et quelle que soit la composition chimique sont : $1/2\langle 111 \rangle \{10\bar{1}\}$, $1/2\langle 111 \rangle \{11\bar{2}\}$ et $1/2\langle 111 \rangle \{12\bar{3}\}$, $\langle 100 \rangle \{010\}$ et $\langle 100 \rangle \{011\}$. Les configurations stables des dislocations sont à caractère coin dominant (à 70° ou pur coin). Dans les échantillons déformés à basse température, nous avons trouvé des dislocations $\langle 110 \rangle$ qui apparaissent toujours dissociées. Cette dissociation revêt plusieurs formes : faible dissociation en deux, trois ou quatre partielles ou larges fautes d'empilement.

Ces observations nous ont permis de mieux comprendre le glissement des dislocations dans les grenats silicates. Le cœur des dislocations semble être étendu et non plan. La friction de réseau est très élevée. Notre hypothèse est que le glissement d'une dislocation n'est possible que sous très fortes contraintes ou à haute température lorsque la diffusion atomique assiste le traînage visqueux des composantes sessiles du cœur.

Enfin, nous n'avons pas observé d'influence de la composition chimique, ni de l'eau sur la nature des mécanismes de déformation.

Nous avons également étudié un grenat germanate 2-3-4, $\text{Ca}_3\text{Ga}_2\text{Ge}_3\text{O}_{12}$, pour lequel les dislocations et les systèmes de glissement sont tout à fait similaires à ceux observés dans les silicates. En ce qui concerne la plasticité, $\text{Ca}_3\text{Ga}_2\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ semble être un meilleur analogue des silicates que d'autres grenats oxydes 3-3 précédemment étudiés (YIG, YAG, GGG).

Le but ultime de cette thèse était l'étude de la rhéologie de la zone de transition, où le grenat est présent sous une forme enrichie en silicium appelée majorite. Cependant, les échantillons remontant de cette profondeur sont très rares. Nous avons étudié de la majorite contenue dans les veines de choc d'une météorite fortement choquée et des échantillons de majorite synthétisés en presse multi-enclumes. Nous avons observé des microstructures comparables dans les deux types d'échantillons. Les systèmes de glissement déterminés sont les mêmes que dans les grenats silicates. Les microstructures suggèrent que la restauration est efficace. Il est donc possible que les grenats soient assez ductiles dans les conditions de la zone de transition.

Le prolongement de cette thèse se situe à deux niveaux. En ce qui concerne les grenats, l'étude de la plasticité de la majorite demande à être approfondie en réalisant des expériences de déformation sur des échantillons synthétisés au préalable. D'une manière plus générale, la méthodologie développée au cours de cette thèse devra être appliquée aux autres phases importantes du manteau terrestre.

Annexes

Annexe A : Distances d'extinction du grenat

Le structure grenat appartient au groupe spatial Ia3d (notation complète $I 4_1/a \bar{3} 2d$) ce qui entraîne certaines réflexions interdites.

Éléments de symétrie du groupe Ia3d :

- mode I :

=> réflexion hkl autorisée si $h+k+l = 2n$

- axes hélicoïdaux 4_1 selon $\langle 100 \rangle$:

=> réflexion h00 autorisée si $h = 4n$

réflexion 0k0 autorisée si $k = 4n$

réflexion 00l autorisée si $l = 4n$

- plans de glissement a perpendiculaires aux axes hélicoïdaux, c'est à dire aux axes $\langle 100 \rangle$:

=> réflexions hk0 autorisées (permutations) si $h, k = 2n$

- axes 3 selon $\langle 111 \rangle$

=> pas d'extinction

- axes 2 selon $\langle 110 \rangle$

=> pas d'extinction

- plans de glissement diamant d perpendiculaires aux axes $\langle 110 \rangle$:

Dans le cas d'un cristal cubique en mode I, le glissement s'effectue selon $(1/4 \ 1/4 \ 1/4)$. Un atome en position $(x \ y \ z)$ va donc passer en position $(x+1/4 \ y+1/4 \ z+1/4)$

=> réflexion hkl autorisée si $2h+l = 4n$

En résumé, les conditions d'existence des réflexions pour le grenat sont les suivantes :

$$\mathbf{hkl : h+k+l = 2n}$$

$$\mathbf{h00 : h = 4n}$$

$$\mathbf{hk0 : h, k = 2n}$$

$$\mathbf{hkl : 2h+l = 4n}$$

Les distances d'extinction ξ_g sont calculées à partir de la relation suivante :

$$\xi_g = \frac{\Pi V \cos \theta_B}{\lambda F_g}$$

avec V : volume de la maille

θ_B : angle de Bragg

λ : longueur d'onde des électrons

F_g : facteur de structure pour la réflexion g .

Dans le tableau A figurent les plus faibles distances d'extinction dans le grenat pyrope $Mg_3Al_2Si_4O_{12}$.

hkl	d (Å)	ξ (Å)
400	2,86	1523
420	2,56	2217
332	2,44	3371
444	1,65	2540
640	1,59	2533
642	1,53	2906
800	1,43	2841

tableau A : distances d'extinction dans le grenat pyrope $Mg_3Al_2Si_4O_{12}$

Annexe B : Détermination des paramètres rhéologiques pour $\text{Ca}_3\text{Ga}_2\text{Ge}_3\text{O}_{12}$

De manière générale, le fluage peut être décrit par la relation suivante :

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

où n est l'exposant de contrainte et Q l'énergie d'activation.

Cette loi de fluage peut être linéarisée en $\ln \dot{\epsilon} = \ln A + n \ln \sigma - \frac{Q}{RT}$

Les valeurs de n et Q sont déterminées par régression linéaire.

B.1. Exposant de contrainte n

B.1.1. Essai suivant l'orientation (100)

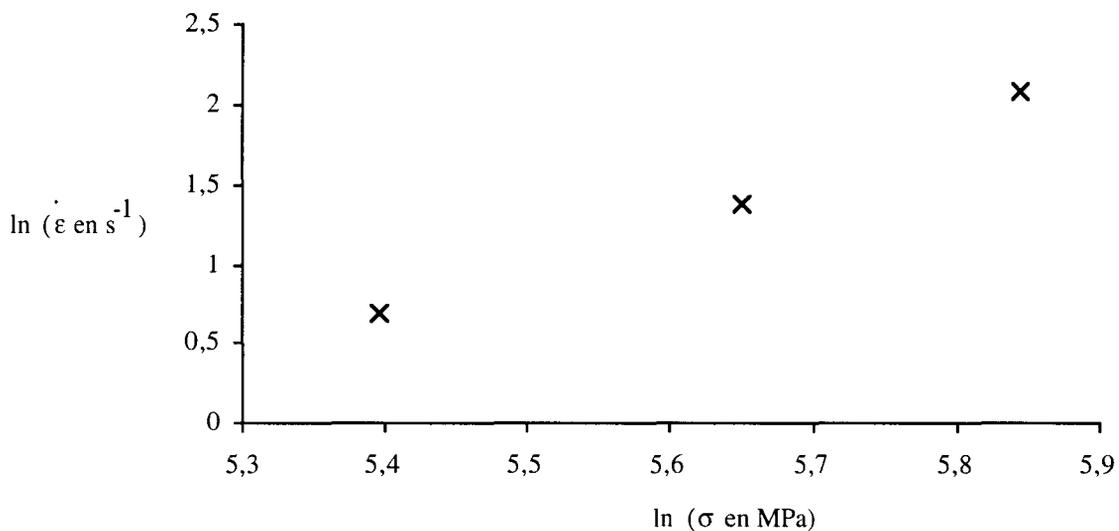


figure B.1 : courbe $\ln(\dot{\epsilon})$ en fonction de $\ln(\sigma)$ pour $\text{Ca}_3\text{Ga}_2\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ orienté suivant (100)

La régression linéaire donne une valeur de l'exposant de contrainte $n = 3,1$.

B.1.2. Essai suivant l'orientation (110)

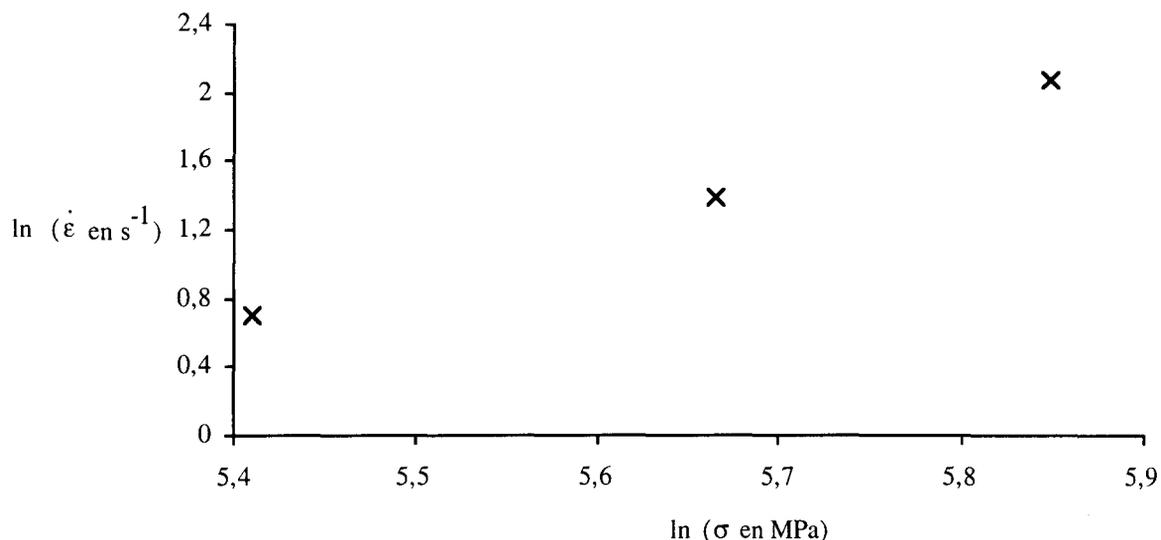


figure B.2 : courbe $\ln(\dot{\epsilon})$ en fonction de $\ln(\sigma)$ pour $\text{Ca}_3\text{Ga}_2\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ orienté suivant (110)

La régression linéaire donne une valeur de l'exposant de contrainte $n = 3,12$.

B.2. Energie d'activation Q

B.2.1. Essai suivant l'orientation (100)

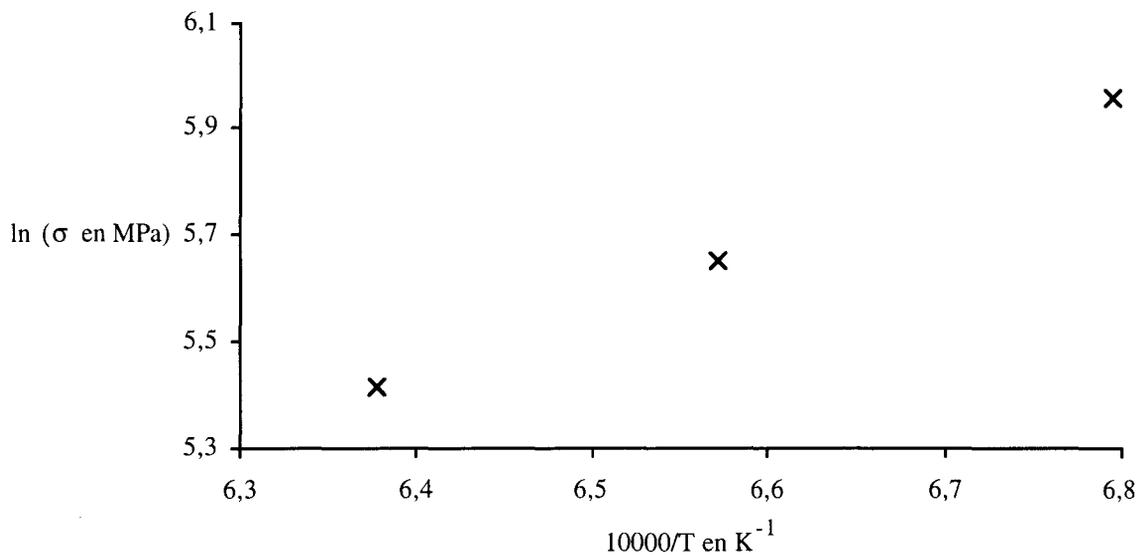


figure B.3 : courbe $\ln(\sigma)$ en fonction de $1000/T$ pour $\text{Ca}_3\text{Ga}_2\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ orienté suivant (100)

Par régression linéaire, on obtient $Q = 333 \text{ kJ.mol}^{-1}$.

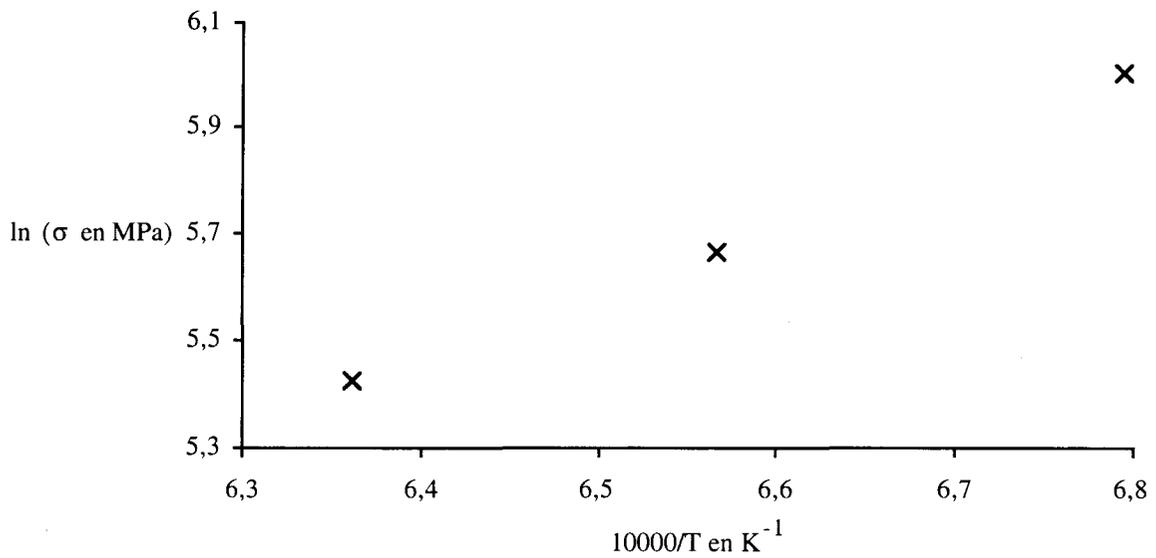
B.2.2. Essai suivant l'orientation (110)

figure B.4. : courbe $\ln(\sigma)$ en fonction de $10000/T$ pour $\text{Ca}_3\text{Ga}_2\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ orienté suivant (110)

Par régression linéaire, on obtient $Q = 348 \text{ kJ.mol}^{-1}$.

Les valeurs de n et Q trouvées pour les deux orientations sont très proches.

On prendra $n = 3,1$ comme valeur de l'exposant de contrainte et $Q = 340 \text{ kJ.mol}^{-1}$ comme valeur de l'énergie d'activation .

Annexe C : Description des échantillons naturels

Éclogites de Sesia-Lanzo (Alpes)

Ces éclogites sont issues de la partie interne de la chaîne alpine (zone Sesia-Lanzo) dans laquelle le faciès métamorphique des schistes bleus et des éclogites est répandu. Cette zone correspond à une tranche de la croûte continentale austro-alpine subductée et exhumée pendant des temps alpins.

Les éclogites étudiées sont composées de grenat riche en almandin, d'omphacite, de zoïzite, de phengite, de glaucophane, de rutile et de quartz. Des conditions métamorphiques P-T de 550-600°C pour 15-18 kbar ont été proposées pour le faciès éclogitique (Lardeaux et al., 1982; Lardeaux et Spalla, 1991).

Éclogites dans granulites de Bragança (Portugal)

Ces éclogites ont été prélevées dans un niveau granulitique de deux mètres d'épaisseur affleurant dans le massif de Bragança situé au nord-est du Portugal (Marquez et al., 1996).

Deux roches ont été étudiées. La première est une éclogite contenant du quartz et la zoizite. La structure rubanée est due à la variation du rapport grenat-pyroxène et à la taille des cristaux. Dans le niveau à gros grains, le grenat peut atteindre 4 mm de diamètre. Le clinopyroxène, absent, est probablement remplacé par de l'amphibole de couleur brun pâle. Le quartz et la zoizite sont orientés et l'axe d'allongement des cristaux définit une linéation parallèle au rubanement. Dans le niveau à grains fins, le grenat est le minéral dominant. Les cristaux sont généralement automorphes et contiennent de nombreuses petites inclusions de quartz. Le clinopyroxène et l'amphibole sont des phases accessoires.

La deuxième roche est une éclogite à gros grains dominée par des cristaux anguleux de grenat dans une matrice de petits grains recristallisés (de taille inférieure au mm) de quartz, de clinopyroxène et d'amphibole.

La composition du grenat est similaire dans ces deux éclogites. Ce sont des éclogites de type B ayant recristallisées à 750°C et 15kb. La déstabilisation vers les conditions du faciès amphibolite a eu lieu à des températures inférieures à 700°C.

L'analyse des terres rares de ces roches montre qu'il s'agit d'échantillons de croûte océanique. Leur affleurement actuel dans des granulites de base de croûte continentale implique une histoire complexe de subduction puis d'incorporation en base de croûte. L'éclogitisation a été datée ailleurs à 480 Ma et l'amphibolitisation ultérieure durant le soulèvement tectonique à 390 Ma.

Éclogites dans du gneiss de Bragança (Portugal)

Cette roche est représentative d'un cortège de lentilles (de taille centimétrique à métrique) riches en grenat alignées dans un niveau d'amphibole très déformé du CAT (Continental Allochton Terrane) de Bragança. D'un point de vue structural, ce niveau d'amphibole est pris en sandwich entre les granulites à éclogites décrites plus haut.

La roche est principalement constituée de grenat et de clinopyroxène. Il y a accessoirement du corindon.

Les conditions extrêmes de pression et température indiquent que la recristallisation se produit dans des conditions du manteau supérieur, c'est à dire 20 kbars et 1000°C. L'amphibolitisation de la lisière du boudin a lieu à des températures plus faibles, de l'ordre de 650°C.

D'un point de vue chimique, la roche est sous-saturée en silicium et montre du point de vue des terres rares une anomalie positive en europium. Cela indique que cette roche était initialement riche en plagioclase, minéral de basse pression. Elle a donc été ultérieurement enfouie à une profondeur d'au moins 80 km lors de la subduction avant son intrusion dans sa position structurale actuelle.

Pyroxénites à grenat de Lherz (Pyrénées)

L'échantillon 70-291 provient d'un niveau de pyroxénite de 40 à 50 cm d'épaisseur interstratifié dans le massif orogénique de Lherz. Ce massif représente une écaille de manteau supérieur (faciès péridotite à spinelle) mise en place tectoniquement il y a 100 Ma dans la croûte continentale le long de la faille Nord des Pyrénées (Ariège, Pyrénées françaises).

La roche est constituée de 56% de clinopyroxène, de 42% de grenat et de 2% de spinelle. Selon la classification de Coleman (1965), cette pyroxénite à grenat se rattache au groupe A, celui des éclogites de haute température issues du manteau supérieur.

A l'origine, cette pyroxénite à grenat est un ségrégat cristallin dû au refroidissement d'un magma tholéitique dans une fracture (dyke) à 50 km de profondeur. Le magma lui-même n'est pas issu des lherzolites à spinelle environnant la fracture mais viendrait de plus bas, à savoir de

la fusion partielle des lherzolites à grenat situées à 75 km de profondeur. Ces fractures, drainant du magma profond en "route" vers la surface se seraient ouvertes au sommet d'un diapyr mantellique (50 km, 15 kbars) généré lors d'une distension majeure de la croûte continentale en liaison probable avec l'ouverture de l'Atlantique il y a 200 Ma. La recristallisation du magma dans ce dyke est due à un refroidissement subsolidus de 1300°C (température du magma) à 1000°C (température à 50 km). Elle se fait en régime de déformation plastique alors que les dykes se placent parallèles à la foliation mantellique. La texture porphyroclastique en est l'expression minéralogique. La durée de refroidissement totale est de 20 Ma. La roche ne subit pas de déformation ultérieure à plus basse pression et température lors de l'emplacement tectonique du massif dans la croûte continentale.

Eclogites de Yakutia

Yakutia est un pipe kimberlitique situé en Sibérie. Les kimberlites de Yakutia sont localisées à la fois à la périphérie et au centre de la plateforme sibérienne et contiennent une large variété de xenoliths. Les éclogites représentent habituellement une petite partie des xénoliths. Les plus fréquents sont les péridotites à grenat, les lherzolites et les harzburgites. Les échantillons étudiés ici (fournis par le professeur K. Schmulovitch) sont des grains millimétriques de concentrés de grenat collecté dans le pipe "Mir". L'isolation de ces roches de leur matrice empêche une étude thermobarométrique sur ces échantillons. Ces grenats sont pauvres en calcium et riches en chrome.

Eclogites de Koidu

Il s'agit d'un grenat centimétrique en amande appelé aussi "mégacristal". Il a été remonté par la kimberlite mésozoïque du pipe de Koidu intrusive dans le socle archéen (2.76 Ma) de l'Afrique de l'Ouest (Sierra Leone).

Le magmatisme kimberlitique typique des cratons archéens et qui prend naissance à de grandes profondeurs (150 à 200 km) remonte généralement à la surface de la Terre deux types d'échantillons du manteau supérieur : des xénolithes qui sont des polyminéraux et de gros monocristaux (1 à 20 cm).

Les grenats de cette série de mégacristaux contiennent du calcium. Ils se caractérisent par une variabilité du rapport Fe / Mg et présentent des teneurs substantielles en chrome (jusqu'à 5 % en poids).



Références bibliographiques

Références bibliographiques

- Agar S.M., 1994, Rheological evolution of the ocean crust : a microstructural view, *J. Geophys. Res.*, 99(B2) : 3175-3200.
- Aines R.D. and Rossman G.R., 1984, The hydrous component in garnets : pyrospites, *Am. Miner.*, 69 : 1116-1126.
- Ando J., Fujino K. and Takeshita T., 1993, Dislocation microstructures in naturally deformed silicate garnets, *Phys. Earth Planet. Int.*, 80 : 105-116.
- Angel R.J., Finger L.W., Hazen R.M., Kanzaki M., Weidner D.J., Liebermann R.C. and Veblen D.R., 1989, Structure and twinning of single crystal MgSiO₃ garnet synthesised at 17 GPa and 1800°C, *Am. Mineral.*, 74 : 509-512.
- Ashby M.F. and Brown, L.M., 1963, *Phil. Mag.*, 8 : 1083 et 1649.
- Azor A, Simancas J.F., Exposito I., Gonzalez Lodeiro F. and Martinez Poyatos D.J., 1997, Deformation of garnets in a low-grade shear zone, *J. Struct. Geol.*, 19 (9) : 1137-1148.
- Babuska V., Fiala J., Kumazawa M., Ohno I. and Sumino Y., 1978, Elastic properties of garnet solid-solution series, *Phys. Earth Planet. Int.*, 16 : 157-176.
- Bell D.R. and Rossman G.R., 1992, Water in Earth's mantle : the role of nominally anhydrous minerals, *Science*, 255 : 1391-1397.
- Binns R.A., Davis R.J. and Reed S.J.B., 1969, Ringwoodite, natural (Mg,Fe)₂SiO₄ spinel in the Tenham meteorite, *Nature*, 221 : 943-944.
- Binns R.A., 1970, (Mg,Fe)₂SiO₄ spinel in a meteorite, *Phys. Earth Planet. Int.*, 3 : 156-160.
- Bischoff A., Palme H., Clayton R.N., Mayeda T.K., Grund T., Spettel B., Geiger T., Endress M., Beckerling W. and Metzler K., 1991, New carbonaceous and type 3 chondrites from the Sahara desert, *Meteoritics*, 26 : 318-319.
- Blumenthal W.R. and Phillips D.S., 1996, High-temperature deformation of single-crystal yttrium-aluminum garnet (YAG), *J. Amer. Ceram. Soc.*, 79 : 1047-1052.
- Brenker F.E., 1997, Plasticity of garnet in a metapelite under "normal" crustal conditions. In : S. Schmid, H. Stünitz and R. Heilbronner (Editors), International Conference on "Deformation mechanisms in nature and experiments", Basel, p. 9.
- Bussod G.Y., Katsura T. and Rubie D.C., 1993, The large volume multi-anvil press as a high P-T deformation apparatus, *Pure Appl. Geophys.*, 141 : 579-599.
- Carstens H., 1969, Dislocation structures in Pyropes from Norwegian and Czech garnet peridotites, *Contr. Mineral. Petrol.*, 24 : 348-353.
- Carstens H., 1971, Plastic stress relaxation around solid inclusions in pyrope, *Contr. Mineral. Petrol.*, 32 : 289-294.

- Chen J., Wang Q., Zhai M. and Ye K., 1996, Plastic deformation of garnet in eclogite, *Science in China (D)*, 39(1) : 18-25.
- Chen M., Sharp T.G., El goresy A., Wopenka B. and Xie X., 1996, The majorite-pyrope + magnesiowüstite assemblage : constraints on the history of shock veins in chondrites, *Science*, 271 : 1570-1573.
- Cherns D. and Preston A.R., 1986, Convergent-beam diffraction of crystal defects, *Proceedings Eleventh International Congress on Electron Microscopy*, 1 : 721.
- Cockayne D.J.H., Ray I.L.F. and Whelan M.J., 1969, Investigations of dislocation strain field using weak beams, *Phil. Mag.*, 20, 1265-1270.
- Coleman R.G., Lee D.E., Beatty L.B. and Brannock W.W., 1965, Eclogites and eclogites : their differences and similarities, *Geol. Soc. Am. Bull.*, 76 : 483-508.
- Coleman L.C., 1977, Ringwoodite and majorite in the Catherwood meteorite, *Canadian Mineralogist*, 15 : 97-101.
- Cordier P., Raterron P. and Wang Y., 1996, TEM investigation of dislocation microstructure of experimentally deformed silicate garnet, *Phys. Earth Planet. Int.*, 97 : 121-131.
- Cordier P. and Sharp T.G., 1998, Large angle convergent beam electron diffraction (LACBED) determinations of dislocation Burgers vectors in synthetic stishovite, *Phys. Chem. Minerals*, sous presse.
- Corman G.S., 1993, Creep of Yttrium Aluminium Garnet Single Crystals, *J. Mater. Sci. Lett.*, 12 : 379-382.
- Dalziel I.W.D. and Bailey S.W., 1968, Deformed garnets in a mylonitic rock from the greenville front and their tectonic significance, *Am. J. Science*, 266 : 542-562.
- Den Brok B. and Kruhl J.H., 1996, Ductility of garnet as an indicator of extremely high temperature deformation : Discussion, *J. Struct. Geol.*, 18(11) : 1369-1373.
- Doukhan N., Sautter V. and Doukhan J.C., 1994, Ultradeep, ultramafic mantle xenoliths - transmission electron microscopy preliminary results, *Phys. Earth Planet. Int.*, 82 : 195-207.
- Dupas-Bruzek C., Green II H.W., Doukhan N., Doukhan J.C and Tracy N.T., 1998a, The rheology of olivine and spinel magnesium germanate (Mg_2GeO_4) : TEM study of the defect microstructures, *Phys. Chem. Minerals*, sous presse.
- Dupas-Bruzek C., Karato S.I. and Rubie D.C, 1998b, Deformation mechanisms of ringwoodite, supplément de *Terra Nova*, 10.
- Durham W.B. and Rubie D.C., 1998, Can the multianvil apparatus really be used for high-pressure deformation experiments ? in : M. H. Manghnani and Y. Syono (M. H. Manghnani and Y. Syonos) AGU, Washington DC, sous presse.
- Frost A.J, and Ashby M.F., 1982, in *Deformation Mechanism Maps*, (Pergamon Press, Oxford), 167.
- Garem H., Rabier J. and Veyssièrre P., 1982, Slip systems in gadolinium gallium garnet single crystals. *J. Mater. Sci.*, 17 : 878-884.
- Garem H., 1983. Dissociation des dislocations et plasticité de l'oxyde de structure grenat $Gd_3Ga_5O_{12}$, *Thèse de Doctorat*, Université de Poitiers.
- Garem H., Rabier J. and Kirby S.H., 1985, Plasticity at crack tips in $Gd_3Ga_5O_{12}$ garnet single crystals deformed at temperatures below 950°C, *Phil. Mag. A*, 51 : 485-497.
- Goldschmidt V.M., 1931, Zur Kristallchemie des Germaniums, *Nachr. Ges. Wiss. Göttingen (Math.-Phys. Kl. 1)*, 2 : 184-190.

- Green H.W. and Borch R.S., 1989, A new molten salt cell for precision stress measurement at high pressure, *Eur. J. Mineral.*, 1 : 213-219.
- Griggs D.T., Turner F.J. and Heard H., 1960, Deformation of rocks at 500° and 800°, *Mem. Geol. Soc. Am.*, 79 : 39-104.
- Heinemann S., 1996, Der Phaseübergang kubisch-tetragonal im System der granate Majorite ($Mg_4Si_4O_{12}$) - Pyrop ($Mg_3Al_2Si_3O_{12}$), *Thèse de Doctorat*, Université de Bayreuth.
- Heinemann S., Sharp T.G., Seifert F. and Rubie D.C., 1997, The cubic-tetragonal phase transition in the system majorite ($Mg_4Si_4O_{12}$) - pyrope ($Mg_3Al_2Si_3O_{12}$) and garnet symmetry in the Earth's transition zone, *Phys. Chem. Minerals*, 24 : 206-221.
- Humphreys F.J. and Hatherly M., 1995, Recrystallization and related annealing phenomena, édité par Elsevier Science (Pergamon), p128.
- Ingrin J. and Liebermann R.C., 1989, Deviatoric stress in a girdle-anvil type high pressure apparatus : effect on the quartz-coesite phase transformation, *Phys. Earth Planet. Int.*, 54 : 378-385.
- Ingrin J. and Madon M., 1995, TEM observations of several spinel-garnet assemblies : toward the rheology of the transition zone, *Terra Nova*, 7 : 509-515.
- Irifune T., Sekine T., Ringwood, A.E. and Hibberson W.O., 1986., The eclogite-garnetite transformation at high pressure and some geophysical implications, *Earth Planet. Sci. Lett.*, 77 : 245-256.
- Ji S.C. and Martignole, J., 1994, Ductility of garnet as an indicator of extremely high temperature deformation, *J. Struct. Geol.*, 16(7) : 985.
- Ji S.C. and Martignole J., 1996, Ductility of garnet as an indicator of extremely high temperature deformation : Reply, *J. Struct. Geol.*, 18(11) : 1375-1379.
- Karato S., 1989, Plasticity-crystal structure systematics in dense oxydes and its implications for creep strength of the Earth's deep interior : a preliminary result, *Phys. Earth Planet. Int.*, 55 : 234-240.
- Karato S., Wang Z. and Fujino K., 1994, High-Temperature creep of Yttrium-Aluminium garnet single crystals, *J. Mater. Sci.*, 29 : 6458-6462.
- Karato S., 1995, Phase transformations and rheological properties of mantle minerals, *Earth's Deep Interior*, Gordon and Breach, New-York (édité par D. Crossley et A.M. Soward).
- Karato S., Wang Z., Liu B. and Fujino K., 1995, Plastic deformation of garnets : systematics and implications for the rheology of the mantle transition zone, *Earth Planet. Sci. Lett.*, 130 : 13-30.
- Karato S. and Rubie D.C., 1997, Towards an experimental study of deep mantle rheology : a new multi-anvil sample assembly for deformation experiments under high pressures and temperatures, *J. Geophys. Res.*, 102 : 20,111-20,122.
- Kleinschrodt R., 1996, Plastique deformation of garnet under crustal conditions, *Eur. J. Min. Bh*, 8(1) : 143.
- Langenhorst F., Joreau P. and Doukhan J.C., 1995, Thermal and shock metamorphism of the Tenham chondrite : a TEM examination, *Geochim. Cosmochim. Acta*, 59 : 1835-1845.
- Lardeaux J.M., Gosso G., Kienast J.R. and Lombardo B., 1982, Relation entre le métamorphisme et la déformation dans la zone Sesia-Lanzo (Alpes Occidentales) et le problème de l'éclogitisation de la croûte continentale, *Bull. Soc. Géol. Fr.*, 24(4) : 793-800.
- Lardeaux J.M. and Spalla M.I., 1991, From granulites to eclogites in the Sesia-Lanzo zone (Italian Western Alps): a record of opening and closure of the piemonte ocean, *J. Metam. Geol.*, 9 : 35-59.

- Liebermann R.C. and Wang Y., 1992, Characterization of sample environment in a uniaxial split-sphere apparatus, in : Y. Syono and M. H. Manghnani (Y. Syono and M. H. Manghnani) High-Pressure Research : Application to Earth and Planetary Sciences, AGU, Washington, DC, pp 19-31.
- Lu R., 1990, Study of kinetic rates of transformation between garnet and perovskite phases of CaGeO_3 , *Thèse de doctorat*, University de New York à Stony Brook.
- Madon M. and Poirier J.P., 1980, Dislocations in spinel and garnet high-pressure polymorphs of olivine and pyroxene : implications for the mantle rheology, *Science*, 207 : 66-68.
- Marques F.O., Ribeiro A. and Munha J.M., 1996, Geodynamic evolution of the Continental Allochthonous Terrane (CAT) of the Bragança nappe complex, NE Portugal, *Tectonics*, 15 : 747-762.
- Martin R.F. and Donnay G., 1972, Hydroxyl in the mantle, *Am. Mineral.*, 57 : 554-570.
- Moore R.O., Gurney J.J., Griffin W.L. and Shimizu N., 1991, Ultra-high pressure garnet inclusions in Monastery diamonds : trace elements abundance patterns and conditions of origin, *Eur. J. Mineral.*, 27 : 455-505.
- Morimoto N., Akimoto S., Koto K. and Tokonami M., 1970, Crystal structures of high pressure modifications of Mn_2GeO_4 and Co_2SiO_4 , *Phys. Earth Planet. Int.*, 3 : 161-165.
- Morniroli J.P., 1998, Diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle (LACBED) - Applications aux défauts cristallins, *Monographies de la Société Française des Microscopies*.
- O'Keefe M. and Andersson S., 1977, Rod packings and crystal chemistry, *Acta Cryst.*, A 33 : 914-923.
- Parise J.B., Wang Y., Gwanmesia G.D., Zhang J., Sinelnikov Y., Chmielowski J., Weidner D.J. and Liebermann R.C., 1996, The symmetry of garnets on the pyrope ($\text{Mg}_3\text{Al}_2\text{Si}_3\text{O}_{12}$) - majorite (MgSiO_3) join, *Geophys. Res. Lett.*, 23(25) : 3799-3802.
- Paterson M.S., 1970, A high pressure, high temperature apparatus for rock deformation, *Int. J. Rock Mech. Min. Sci.*, 7 : 517-526.
- Phillips B.L., Howell D.A., Kirkpatrick R.J., Gasparick T., 1992, Investigation of cation order in MgSiO_3 -rich garnet using ^{29}Si and ^{27}Al MAS NMR spectroscopy, *Am. Mineral.*, 77 : 704-712.
- Poirier J.P., Peyronneau J., Gesland J.Y. and Brébec G., 1983, Viscosity and conductivity of the lower mantle; an experimental study on a MgSiO_3 perovskite analogue KZnF_3 , *Phys. Earth Planet. Int.*, 32 : 273-287.
- Poirier J.P., 1985, Creep of crystals, Cambridge University Press., p 173.
- Price G.D., Putnis A. and Agrell S.O., 1979, Electron petrography of shock-produced veins in the Tenham chondrite, *Contrib. Mineral. Petrol.*, 71 : 211-218.
- Rabier J., Garem H. and Veyssière P., 1976a. Transmission electron microscopy determinations of dislocation Burgers vectors in plastically deformed yttrium iron garnet single crystals, *J. Appl. Phys.*, 47 : 4755-4758.
- Rabier J., Veyssière P. and Grilhé J., 1976b, Possibility of stacking faults and dissociation of dislocations in the garnet structure, *Phys. Stat. Sol. (a)*, 35 : 259-268.
- Rabier J., 1979, Dissociation des dislocations dans les oxydes de structure grenat. Application à l'étude de la déformation plastique du grenat de fer et d'yttrium (YIG), *Thèse de Doctorat d'Etat*, Université de Poitiers.
- Rabier J., Veyssière P., Garem H. and Grilhé J., 1979, Sub-grain boundaries and dissociations of dislocations in yttrium iron garnet deformed at high temperatures, *Phil. Mag. A*, 39 : 693-708.

- Rabier J., Veysseyre P. and Garem H., 1981, Dissociation of dislocation with $a/2\langle 111 \rangle$ Burgers vectors in YIG single crystals deformed at high temperature, *Phil. Mag. A*, 44 : 1363-1373.
- Rabier J., and Garem H., 1984, in "Deformation of Ceramic Materials II" edited by R.E. Tressler and R.C. Bradt, (Plenum Press, New York), 187.
- Ringwood A.E. and Reid A.F., 1970, Olivine-spinel transformation in $MgMnGeO_4$, $FeMnGeO_4$, $CoMnGeO_4$, *J. Phys. Chem. Solids*, 31 : 2791-2793.
- Ringwood A.E., 1991, Phase transformations and their bearing on the constitution and dynamics of the mantle, *Geochim. Cosmochim. Acta*, 55 : 2083-2110.
- Rivers M.L., Duffy T.S., Wang Y., Eng P.J., Sutton S.R. and Shen G., 1998, Properties of earth and planetary materials at high pressure and high temperature, *Geophysical Monograph* 101, 79-87.
- Ross J.V., 1973, Mylonitic rocks and flattened garnets in the southern Okanagan of British Columbia, *Can. J. Earth Sci.*, 10(1) : 1-17.
- Rossmann G.R. et Aines R.D., 1991, The hydrous component in garnets : Grossular-hydrogrossular, *Am. Mineral*, 76 : 1153-1164.
- Roth T.F., Mishra R.K. and Thomas G., 1981, Segregation in Czochralski grown calcium gallium germanium garnet single crystals, *J. Appl. Phys.*, 52 : 219-226
- Sandström R., 1977, On recovery of dislocations in subgrains and subgrain coalescence, *Acta Metallurgica*, 25 : 897-904.
- Sautter V., Haggerty S.E. and Field S., 1991, Ultra deep (> 300 km) ultramafic xenoliths : petrological evidence from the transition zone, *Science*, 252, 827 - 830.
- Sharp T.G., Bussod G.Y. and Katsura T., 1994, Microstructures in $b-Mg_{1.8}Fe_{0.2}SiO_4$ experimentally deformed at transition-zone conditions, *Phys. Earth Planet. Int.*, 86 : 69-83.
- Sharp T.G., Lingemann C.M., Dupas C. and Stöffler D., 1997, Natural occurrence of $MgSiO_3$ -Ilmenite and evidence of $MgSiO_3$ -perovskite in a shocked L chondrite, *Science*, 277 : 352-355.
- Smith J.V. and Mason B., 1970, Pyroxene-garnet transformation in Coorara meteorite, *Science*, 160 : 66-67.
- Smith B.K., 1982. Plastic deformation of garnets : mechanical behavior and associated microstructures, *Thèse de Doctorat*, Université de Californie, Berkeley.
- Stöffler D., Keil K. and Scott E.R.D., 1991, Shock metamorphism of ordinary chondrites, *Geochim. Cosmochim. Acta*, 55 : 3845-3867.
- Stöffler D., 1997, Minerals in the deep earth : a message from the asteroid belt, *Science*, 278 : 1576-1577.
- Tanaka M., Saito R., Ueno K. and Harada Y., 1980, Large angle convergent beam electron diffraction, *J. Electron Microsc.*, 29 : 408-412.
- Van Cappellen E. and Doukhan J.C., 1994, Quantitative transmission X-ray microanalysis of ionic compounds, *Ultramicroscopy*, 53 : 343-349.
- Wang L., Zhang Y. and Essene E.J., 1996, Diffusion of the hydrous component in pyrope, *Am. Mineral.*, 81 : 706-718.
- Wang Y., Liebermann R.C., Boland J.N., 1988, Olivine as an in situ piezometer in high pressure apparatus, *Phys. Chem. Minerals*, 15 : 493-497.
- Wang Y., Gasparik T. and Liebermann R.C., 1993, Modulated microstructure in synthetic majorite, *Am. Mineral.*, 78 : 1165-1173.

- Wang Z., Karato S. and Fujino K., 1996, High temperature creep of single crystal gadolinium gallium garnet, *Phys. Chem. Minerals.*, 23 : 73-80.
- Weber U., Behrmann J.H., Prior D. and Trimby P., 1997, Analysis of microfabric and texture of garnet in deformed eclogites : an application using the scanning electron microscope, In : S. Schmid, H. Stünitz and R. Heilbronner (Editors), International Conference on "Deformation mechanisms in nature and experiments", Basel, p. 79.
- Weidner D.J., Wang Y. and Vaughan M.T., 1994, Yield strength at high pressure and temperature, *Geophys. Res. Let.*, 21 : 753-756.
- Weidner D.J., Wang Y., Chen G., Ando J. and Vaughan M.T., 1998, Rheology measurements at high pressure and high temperature, Properties of earth and planetary materials at high pressure and high temperature, *Geophysical Monograph*, 101 : 473-482.
- Willaime C., 1987, Initiation à la microscopie électronique en transmission, édité par la Société française de minéralogie et de cristallographie.
- Williams D.B. et Carter C.B., 1996, Transmission Electron Microscopy : a Textbook for Materials Science (édité par Plenum Press, New York).

