

# THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

pour l'obtention du grade de:

**Docteur de l'Université**

**Spécialité: Sciences des Matériaux**

par

**Elina THUREL**

*Etude par Microscopie Electronique en Transmission des  
mécanismes de déformation de la wadsleyite et de la ringwoodite*

Soutenue le 21 septembre 2001

Membres du jury:

M. J. P. Morniroli  
M. A. Coujou  
M. O. Jaoul  
M. D. Mainprice  
M. B. Reynard  
M. P. Cordier

Président  
Rapporteur  
Rapporteur  
Examineur  
Examineur  
Directeur de thèse

# Etude par Microscopie Electronique en Transmission des mécanismes de déformation de la wadsleyite et de la ringwoodite

Elina THUREL

## Résumé:

La zone de transition du manteau terrestre correspond à la transformation de l'olivine en ses polymorphes de haute pression, wadsleyite et ringwoodite. La plasticité de ces minéraux joue un rôle clé dans la convection globale du manteau terrestre, cependant, à ce jour, leurs mécanismes de déformation sont mal connus. L'objectif de ce travail est donc d'étudier les microstructures de déformation de la wadsleyite et de la ringwoodite par microscopie électronique en transmission.

Les échantillons de wadsleyite et de ringwoodite sont synthétisés puis déformés dans une presse multi-enclumes. La déformation peut se faire par compression ou par cisaillement. Les échantillons obtenus sont ensuite observés par microscopie électronique en transmission.

Tous les échantillons observés sont déformés plastiquement, témoignant que la déformation en presse multi-enclumes de la wadsleyite et de la ringwoodite est possible aux pressions et températures qui règnent dans la zone de transition du manteau.

Dans le cas de la wadsleyite, cinq systèmes de glissement sont facilement activables:  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle\{101\}$ ,  $[100]\{021\}$ ,  $[100](010)$ ,  $[100]\{011\}$  et  $[100](001)$ . Trois autres systèmes sont également activables, mais à basse température et fortes contraintes:  $[010](001)$ ,  $[010]\{101\}$  et  $\langle 101 \rangle(010)$ .

Nous avons caractérisé deux systèmes de glissement dans la ringwoodite:  $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle\{111\}$  et  $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle\{110\}$ . Les résultats obtenus laissent supposer que d'autres structures spinelles comme  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  forment de bons analogues de la ringwoodite.

Enfin, une nouvelle méthode pour évaluer les contraintes différentielles appliquées durant la déformation en presse multi-enclumes est proposée. Cette méthode, basée sur la mesure du rayon de courbure des dislocations, conduit à des valeurs des contraintes de l'ordre de 400 MPa à 1000°C dans la wadsleyite comme dans la ringwoodite.

# Sommaire

<b>Introduction.....</b>	<b>5</b>
<b>Chapitre I: Les polymorphes de haute pression de l'olivine .....</b>	<b>12</b>
I-1- Généralités sur l'olivine et ses polymorphes de haute pression.....	13
I-1-1- Description .....	13
I-1-1-a- Olivine .....	13
I-1-1-b- Wadsleyite .....	14
I-1-1-c Ringwoodite .....	22
I-1-2- Défauts de structure attendus.....	23
I-1-2-a- Wadsleyite .....	24
I-1-2-b- Ringwoodite .....	26
I-2- Travaux antérieurs sur les défauts et la plasticité .....	26
I-2-1- Wadsleyite .....	26
I-2-2- Ringwoodite .....	34
I-3- Propriétés élastiques .....	36
<b>Chapitre II: Techniques expérimentales .....</b>	<b>43</b>
II-1- Les techniques de haute pression .....	45
II-1-1- Les machines de déformation.....	45
II-1-1-1- La machine de Paterson .....	45
II-1-1-2- La machine de Griggs .....	46
II-1-1-3- Conclusion .....	47
II-1-2- La cellule à enclumes de diamant et la presse multi-enclumes .....	47
II-1-2-1- La cellule à enclumes de diamants.....	47
II-1-2-2- La presse multi-enclumes.....	49
II-1-2-3- La déformation plastique .....	55
II-1-2-3-a- en cellule à enclumes de diamants .....	56
II-1-2-3-b- en presse multi-enclumes.....	56
II-1-2-3-c- dans cette étude .....	56

II-2- La Microscopie Electronique en Transmission .....	63
II-2-1- Préparation des échantillons.....	63
II-2-2- Présentation de l'appareil.....	64
II-2-3- La diffraction des électrons .....	65
II-2-3-1- Généralités .....	65
II-2-3-2- La sphère d'Ewald .....	67
II-2-4- Technique de diffraction électronique.....	69
II-2-4-1 La diffraction en aire sélectionnée (SAED) .....	69
II-2-4-2- La diffraction en faisceau convergent (CBED).....	71
II-2-4-3- La diffraction en faisceau convergent à grand angle (LACBED).....	74
II-2-5 L'imagerie en MET.....	76
II-2-6- Caractérisation des dislocations .....	79
II-2-6-1- Critère d'extinction.....	79
II-2-6-2- Caractérisation de dislocations par LACBED .....	81
II-2-6-3- Exemple de détermination du vecteur de Burgers d'une dislocation par LACBED .....	83
 <b>Chapitre III: Déformation plastique de la wadsleyite .....</b>	<b>86</b>
III-1- Déformation par compression.....	87
III-1-1- Conditions expérimentales.....	87
III-1-2- Observations .....	88
III-1-2-1- Essai S2510.....	89
III-1-2-2- Essai S2230.....	104
III-1-2-3- Essai S2228.....	114
III-1-2-4- Essai H1433 .....	124
III-1-2-5- Essai H1260 .....	135
III-2- Déformation par cisaillement.....	147
III-2-1- Conditions expérimentales.....	147
III-2-2- Observations .....	148
III-2-2-1- Essai S2333.....	148
III-2-2-2- Essai S2336.....	154
III-3- Expériences complémentaires.....	158
III-4- Discussion .....	160

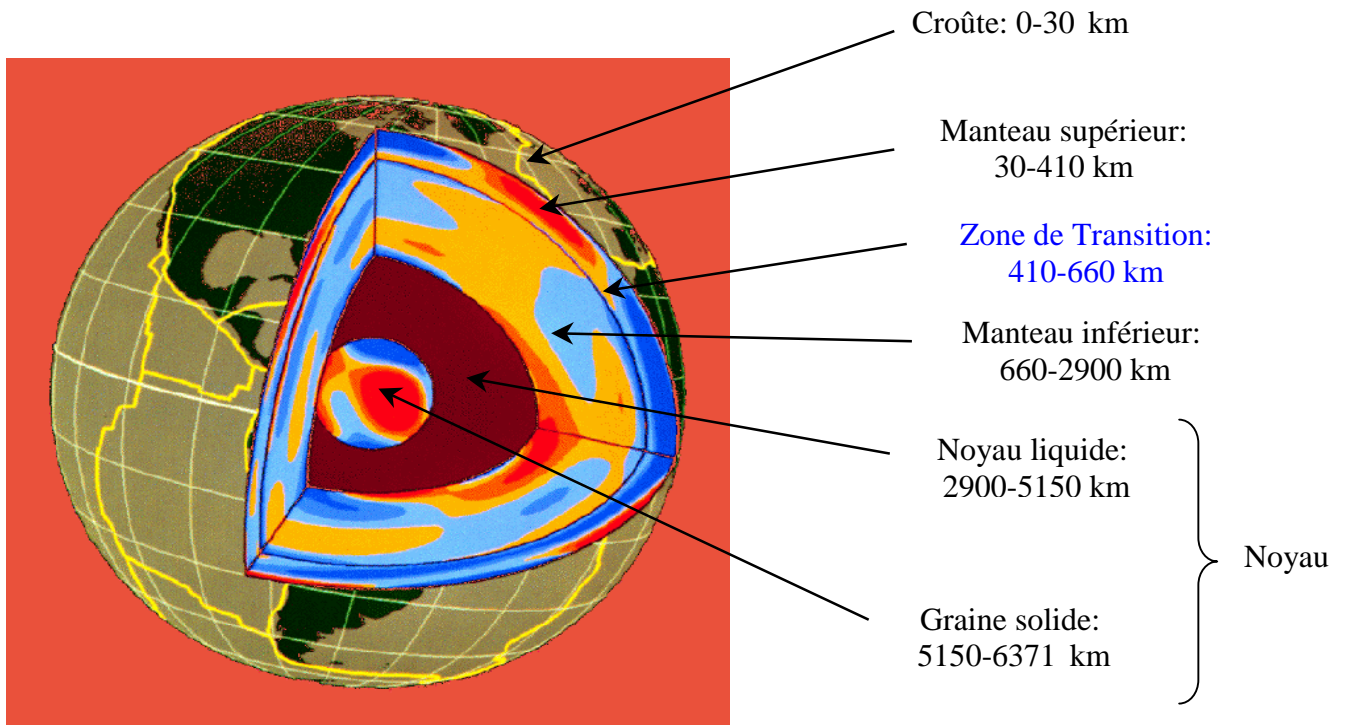
III-4-1- Mécanismes de déformation de la wadsleyite .....	160
III-4-1-1- Plans de glissement.....	160
III-4-1-2- Dislocations .....	166
III-4-1-3- Systèmes de glissement; approche élastique .....	168
III-4-1-4- Systèmes de glissement; influence de la structure de cœur des dislocations .....	171
III-4-2- Les expériences de déformation sous haute pression .....	184
III-4-2-1- Les essais de déformation par compression.....	184
III-4-2-1- Les essais de déformation par cisaillement .....	190
III-4-3- Mesure des contraintes dans l'assemblage: proposition d'une approche microstructurale .....	192
III-4-4- Bilan sur la déformation plastique de la wadsleyite – Que pouvons-nous extrapoler aux conditions de la Terre profonde ? .....	193
<b>Chapitre IV: Déformation plastique de la ringwoodite.....</b>	<b>203</b>
IV-1- Conditions expérimentales.....	204
IV-2- Observations .....	205
IV-2-1- Essai S2511.....	205
IV-2-2- Essai S2253.....	207
IV-2-3- Essai S2252.....	210
IV-3- Discussion.....	213
<b>Conclusion .....</b>	<b>219</b>
<b>Annexes.....</b>	<b>222</b>
Annexe 1: Calcul des modules de cisaillement dans la wadsleyite.....	223
A1-1- Généralités.....	223
A1-2- Cisaillement selon [010] dans un plan (h0l).....	224
A1-3- Cisaillement selon [100] dans un plan (0kl).....	227
A1-4- Cisaillement selon $\frac{1}{2}$ [111] dans un plan (101).....	229
Annexe 2: distances interréticulaires et intensités.....	231
A2-1- Wadsleyite $Mg_2SiO_4$ .....	231

A2-2- Ringwoodite $Mg_2SiO_4$ .....	234
Annexe 3: Clichés d'axes de zone en diffraction électronique en aire sélectionnée.....	235
A3-1- Wadsleyite .....	235
A3-2- Ringwoodite .....	236
<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>237</b>

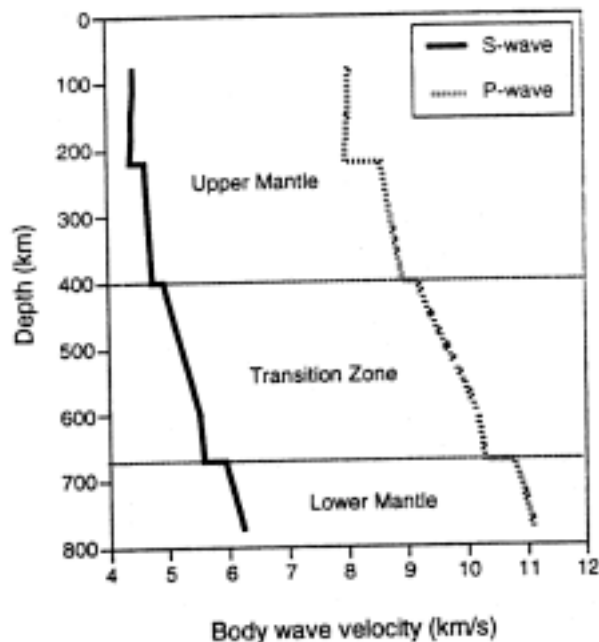
La tectonique des plaques, dont Xavier le Pichon a fourni le premier modèle quantitatif en 1968, est un des concepts les plus féconds des sciences de la Terre. Elle a fourni un cadre rationnel unique à de nombreuses branches de cette discipline, qui, en partant de la dérive des continents de Wegener, passent par l'expansion des fonds océaniques, la ceinture de feu des volcanologues, la répartition des séismes, ... La tectonique des plaques découpe la surface de la Terre en une douzaine de grandes plaques, rigides, qui se déplacent les unes par rapport aux autres à des vitesses de l'ordre de quelques centimètres par an. Les frontières entre ces plaques sont de plusieurs types. Elles peuvent être divergentes comme les dorsales médio-océaniques. Là, le manteau chaud remonte vers la surface, il se décomprime et fond partiellement vers 60 km de profondeur. Les frontières peuvent aussi être convergentes. Il peut alors y avoir collision et formation de montagnes comme en Himalaya. Une plaque peut également passer sous une autre et plonger dans le manteau. C'est le phénomène de subduction que l'on observe aujourd'hui autour du Pacifique et qui a pour conséquence de nombreux tremblements de Terre et le volcanisme de la ceinture de feu.

On sait aujourd'hui que la tectonique des plaques n'est que la manifestation superficielle de mouvements plus vastes qui impliquent l'intérieur de la Terre. Notre globe est en effet constitué de plusieurs enveloppes concentriques bien différenciées (*figure 0-1*). Sous la croûte, qui ne dépasse pas quelques dizaines de kilomètres d'épaisseur, se trouve le manteau, constitué de roches (solides), qui s'étend jusqu'à 2900 km de profondeur. On trouve ensuite le noyau, métallique, qui comporte une partie externe liquide, siège de la géodynamo, et au centre la graine, solide. La Terre est encore chaude. Elle évacue sa chaleur interne grâce à de vastes mouvements de convection qui, à l'état solide, brassent le manteau terrestre. La convection mantellique est donc une des composantes fondamentales de la dynamique de notre planète et sa modélisation représente un enjeu majeur de la géophysique contemporaine.

Où en est la recherche à ce sujet ? La sismologie constitue une de nos principales sources d'informations sur l'intérieur de la Terre. Cette science exploite les ondes générées par les tremblements de Terre pour "radiographier" l'intérieur du globe. Les profils radiaux des vitesses sismiques et de la densité sont aujourd'hui connus avec une précision supérieure à 1% (*figure 0-2*).



*Figure 0-1: Représentation tridimensionnelle de la vitesse de propagation des ondes sismiques (groupe de sismologie de l'Université d'Harvard). On y distingue les enveloppes concentriques qui structurent l'intérieur de la Terre.*



*Figure 0-2: Profils radiaux des vitesses sismiques en fonction de la profondeur. La discontinuité au niveau de la zone de transition est très nette. D'après Agee (1998).*



La sismologie a mis en évidence les grandes structures du manteau: manteau supérieur et manteau inférieur séparés entre 410 et 670 km de profondeur par une zone de transition. Depuis une vingtaine d'année, les données sismiques sont exploitées, comme en imagerie médicale, pour réaliser des tomographies. Les images ainsi obtenues apportent des informations spectaculaires sur l'intérieur de la Terre. En particulier, la tomographie sismique a montré que si certaines plaques plongeantes restent stockées un certain temps au niveau de la zone de transition, plusieurs d'entre elles passent la barrière des 670 km. Ces observations ont renforcé l'idée d'une convection qui brasse le manteau de manière globale. Cependant, la tomographie sismique ne fournit qu'un instantané (ou tout au moins le résultat d'un passé proche: 100 millions d'années) de la convection qui est un phénomène dynamique.

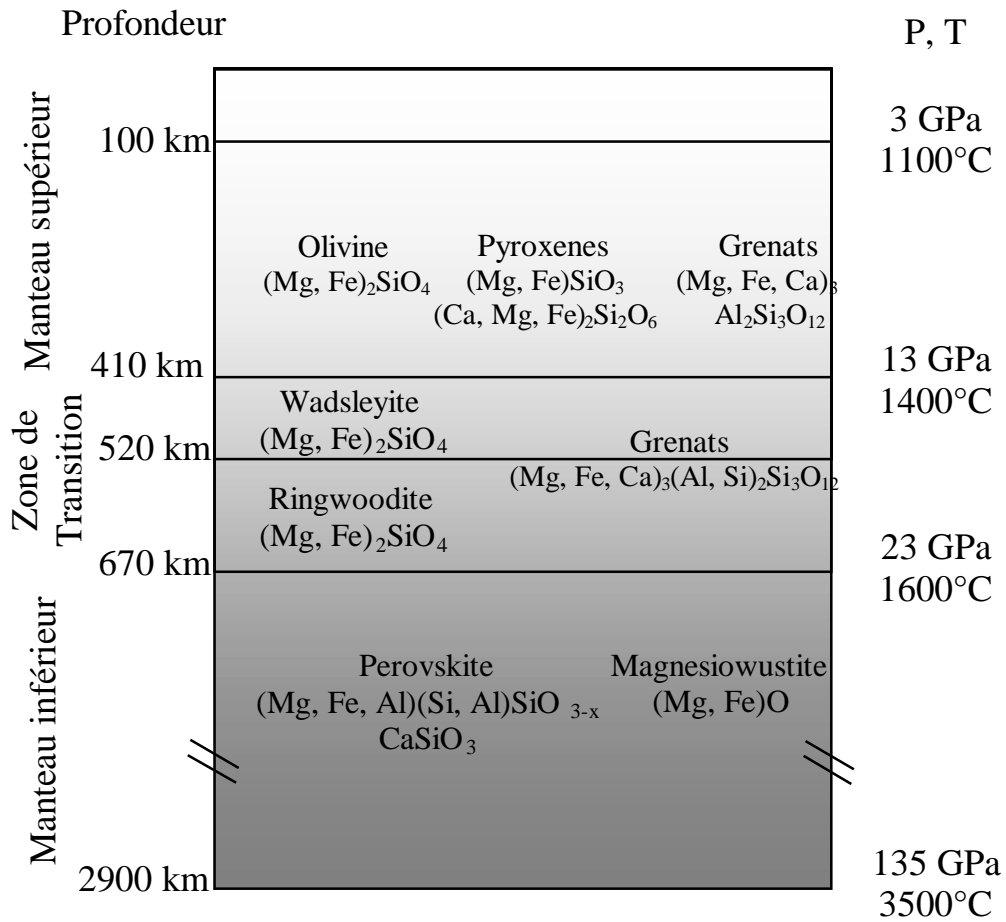
L'histoire de l'évolution du manteau peut être appréhendée à partir de la géochimie, discipline qui exploite les traceurs naturels que sont les éléments radioactifs présents en faibles quantités dans les roches. L'analyse des rapports isotopiques de ces traceurs a montré que les basaltes produits aux dorsales océaniques (MORB) et ceux que l'on trouve sur certaines îles océaniques (OIB) associées à un volcanisme de point chaud proviennent de "réservoirs" distincts. Les MORBs et la croûte continentale ont des signatures complémentaires, ils proviennent donc d'un manteau initial commun. L'homogénéité des MORBs montre que ce manteau initial est bien mélangé. Cependant, les bilans montrent que ce réservoir ne peut dépasser la moitié du manteau terrestre en volume. L'autre "moitié", échantillonnée par les OIB, apparaît plus hétérogène. Les géochimistes considèrent que les OIB témoignent d'au moins quatre réservoirs distincts (appelés FOZO, HIMU, EM-1 et EM-2). Sans rentrer dans le détail, l'existence même de ces quatre composantes montre que cette partie du manteau a su préserver des hétérogénéités pendant des milliards d'années. La géochimie apporte donc des contraintes fortes sur les modèles d'évolution du manteau, intégrées sur un grand intervalle de temps. Elle n'a malheureusement pas ou peu de résolution spatiale: on ne sait pas où sont ces réservoirs.

On voit donc émerger deux conceptions très différentes de la convection du manteau. D'une part celle de la sismologie qui favorise une convection globale, et d'autre part celle de la géochimie qui nécessite d'isoler certaines parties entre elles. De manière simplifiée, ces observations ont conduit à opposer un modèle de convection à une couche à un modèle de convection à deux couches (souvent identifiées avec le manteau supérieur et le manteau inférieur). La simulation numérique est probablement aujourd'hui la voie la plus prometteuse

pour tenter d'intégrer les contraintes imposées par ces deux disciplines qui impliquent des échelles de temps si différentes. Les numériciens utilisent des modèles de convection basés sur les équations de la mécanique des fluides. Des progrès spectaculaires ont été réalisés ces dernières années dans ce domaine. Les modèles actuels permettent de travailler en symétrie sphérique avec des nombres de Rayleigh comparables à ceux du manteau. Si la prise en compte des plaques lithosphériques reste aujourd'hui une difficulté dans les modèles numériques, des efforts importants sont faits pour incorporer dans ces derniers les données de la sismologie et de la géochimie.

Une autre difficulté réside dans la prise en compte des propriétés physiques du manteau, notamment de la viscosité. Ce paramètre est fondamental pour modéliser la convection, il est pourtant fort mal connu. On l'estime à partir de l'inversion des données du rebond post-glaciaire et des anomalies du géoïde. La première méthode étudie la remontée de la Scandinavie, du Canada, de l'Ecosse ou de la Sibérie consécutive à la fonte des calottes glaciaires survenue il y a 18000 ans. La seconde exploite la forme extérieure de la Terre qui est aujourd'hui mesurée avec précision par les satellites. La communauté s'accorde à penser qu'il doit exister dans le manteau supérieur une couche à, relativement, faible viscosité ( $10^{19}$ - $10^{20}$  Pa.s) et que celle-ci augmente avec la profondeur pour atteindre  $10^{22}$  Pa.s dans le manteau inférieur. La viscosité de la zone de transition est totalement inconnue. On imagine pourtant facilement l'importance que peut avoir cette région du manteau sur le type de convection qui prédomine. Les études qui proposent une zone de transition "dure", barrière à la convection globale, coexistent avec celles qui y voient une couche à faible viscosité jouant un rôle de "lubrification" entre manteau supérieur et manteau inférieur.

On peut s'étonner dans ce rapide survol de ne pas voir mentionner l'apport de la physique des minéraux. L'essor des techniques de hautes pressions a permis à la physique des minéraux de contribuer de manière importante à l'étude de l'intérieur de la Terre en proposant des modèles minéralogiques de Terre qui rendent compte des grandes structures du manteau terrestre (*figure 0-3*). Les différents modèles (chondritique, pyrolytique, piclogitique) sont en fait assez proches. Ils ne diffèrent que dans les proportions respectives des différentes phases et ne seront pas distingués ici. L'élaboration et la validation de ces modèles est passée principalement par la détermination de la structure et des propriétés élastiques des minéraux supposés. La modélisation de la convection requiert la connaissance des propriétés rhéologiques de ces phases. Notre travail vise à contribuer à l'élaboration de ces connaissances.



*Figure 0-3: Modèle minéralogique simplifié de la Terre.*

Nous avons choisi de nous intéresser à la zone de transition du manteau dont la rhéologie est, nous l'avons vu, particulièrement mal évaluée. La zone de transition correspond à la transformation de l'olivine en ses phases de haute pression et à la dissolution des pyroxènes du manteau supérieur dans la structure du grenat. Nous avons concentré notre étude sur les polymorphes de haute pression de l'olivine, appelés wadsleyite et ringwoodite. La structure et quelques propriétés physiques de ces deux minéraux sont présentées dans le chapitre I. L'approche développée au cours de cette thèse consiste à déformer ces minéraux sous haute pression, puis à étudier les mécanismes de déformation activés en microscopie électronique en transmission. Bien que les expériences de déformation ne soient pas notre fait, leur description est nécessaire à la compréhension du travail. Elles sont donc décrites dans le chapitre II ainsi que la technique de Microscopie Electronique en Transmission (MET) qui, elle, est au cœur de notre travail. La déformation plastique de la wadsleyite fait l'objet du chapitre III, alors que celle de la ringwoodite constitue le chapitre IV. Enfin, une conclusion vient clore ce mémoire et apporte quelques perspectives ouvertes par notre travail.

Au cours de ce travail, nous avons étudié les mécanismes de déformation de la wadsleyite et de la ringwoodite par Microscopie Electronique en Transmission.

Plusieurs points ont été mis en évidence dans cette étude:

- Les échantillons ont été déformés en presse multi-enclumes, soit par compression, soit par cisaillement. Les microstructures observées au MET confirment que les échantillons sont effectivement déformés plastiquement, et ce, quelle que soit la méthode de déformation employée. Le champ accessible aux expériences de déformation a donc été étendu au cours de ce travail jusqu'à 22 GPa. Néanmoins, la wadsleyite, comme la ringwoodite se déforment lors de la montée en pression à température ambiante. Les microstructures de déformation de basse température viennent alors brouiller l'information issue des observations en MET. Nous avons montré dans le cas de la wadsleyite que les expériences de déformation par cisaillement permettent de surmonter cette difficulté en permettant une déformation importante à haute température qui vient imposer sa signature microstructurale.

- Le glissement de dislocations semble être le mécanisme de déformation dominant dans la wadsleyite jusqu'à 1300°C.

- Les systèmes de glissement de la wadsleyite, jusqu'ici très peu connus, ont été mis en évidence. Bien que nous en ayons caractérisé huit, seuls cinq semblent participer à la déformation plastique de la wadsleyite dans les conditions de la zone de transition. Il s'agit des systèmes:

$$\frac{1}{2}\langle 111 \rangle \{ 101 \}$$

$$[100](010)$$

$$[100](001)$$

$$[100]\{011\}$$

$$[100]\{021\}$$

Les systèmes de glissement :

$$[010](001)$$

$$[010]\{101\}$$

$$\langle 101 \rangle (010)$$

sont cependant activables à basse température et sous fortes contraintes.

- Nous avons caractérisé deux systèmes de glissement dans la ringwoodite:  $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{111\}$  et  $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{110\}$ . Ces systèmes avaient été déjà été caractérisés dans d'autres structures spinelles comme  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ , laissant supposer que ces composés forment de bons analogues de la ringwoodite.

- Nous proposons une nouvelle méthode pour estimer les contraintes différentielles appliquées durant la déformation en multi-enclumes. Cette méthode utilise la courbure des lignes de dislocations figées lors du refroidissement rapide de l'échantillon. Ces mesures conduisent à proposer des niveaux de contraintes comparables pour la wadsleyite et la ringwoodite, de l'ordre de 400 MPa à 1000°C.

Plusieurs perspectives s'ouvrent à la suite de ce travail. Au niveau expérimental tout d'abord, la démarche utilisée pour étudier la déformation de la wadsleyite qui combine les essais de déformation par compression et par cisaillement s'est avérée très fructueuse. Les expériences par cisaillement permettent notamment d'étudier la déformation à haute température des matériaux qui se déforment pendant la mise en pression. Cette démarche devra être appliquée aux études à venir sur les phases de hautes pression du manteau, à commencer par la ringwoodite dont l'étude n'a été qu'amorcée au cours de cette thèse.

La méthode de mesure des contraintes basée sur la courbure des boucles de dislocations semble prometteuse. Elle devra néanmoins être validée par une mesure indépendante, par exemple lors de mesures de contraintes *in situ* utilisant le rayonnement synchrotron.

En ce qui concerne la plasticité de la wadsleyite, nous avons mis en évidence l'importance de la dissociation des dislocations dans le choix des systèmes de glissement. Cependant la nature précise de ces dissociations n'est, aujourd'hui, qu'hypothétique. Il semble important de préciser ces données dans l'avenir tant par des observations complémentaires en MET que par des modélisations des structures de cœur.

Le rôle possible de la déformation plastique, et notamment du glissement  $\frac{1}{2}\langle 101 \rangle (010)$ , sur la transformation wadsleyite-ringwoodite pourra faire l'objet d'une vérification expérimentale en déformant des échantillons de wadsleyite dans le champ de stabilité de la ringwoodite.

## Références bibliographiques

- Agee C.B. (1998): Phase transformations and seismic structure in the upper mantle and transition zone. Dans *Ultrahigh-Pressure Mineralogy: Physics and Chemistry of the Earth's Deep Interior*, Reviews in Mineralogy, vol. 37, édité par R.J. Hemley, Mineralogical society of America.
- Ando J., Irifune T., Takeshita T. et Fujino K. (1997): Evaluation of non-hydrostatic stress produced in a multi-anvil high pressure apparatus. *Phys. Chem.*, 24, 139-148.
- Bernal J. D., (1936). Geophysical discussion. *Observatory*, 59, 258.
- Binns R.A., Davis R.J. et Reed S.J.B. (1969): Ringwoodite, natural (Mg, Fe)<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> spinel in the Tenham meteorite. *Nature*, 221, 943.
- Boctor N.Z., Bell. P.M. et Mao H.K. (1979): Shock metamorphic features in Pampa del Inferno Chondrite. *Carnegie Inst. Washington Yearb.*, 1978, 485-488.
- Bolfan-Casanova N. (2000): Distribution of water in the Earth's mantle: an experimental and spectroscopic study. *Thèse de doctorat*, Bayerisches Geoinstitut, Université de Bayreuth.
- Brearley A.J., Rubie D.C. et Ito E. (1992): Mechanisms of the transformations between the  $\alpha$ ,  $\beta$  and  $\gamma$  polymorphs of Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> at 15 GPa. *Phys. Chem. Minerals*, 18, 343-358.
- Bussod B.Y., Katzura T. et Rubie D.C. (1993): The large volume multi-anvil press as a high P-T deformation apparatus. *Pure Appl. Geophys.*, 141, No.1, 1-20.
- Charpentier P., Rabbe P. et Manenc J. (1968): Mise en évidence de la plasticité de la magnétite, mesure de la dureté en fonction de la température. *Mater. Res. Bull.*, 3, 69-78.
- Chen M., Sharp T.G., El Goresy A., Wopenka B. et Xie X. (1996): The majorite-pyrope + magnesiowüstite assemblage: constraints on the history of shock veins in chondrites. *Science*, 271, 1570-1573.
- Chen J H., Inoue T., Weidner D.J., Wu Y.J. et Vaughan M.T. (1998): Strength and water weakening of mantle minerals, olivine, wadsleyite and ringwoodite. *Geophys. Res. Lett.*, 25, 1103-1104.
- Cherns D. et Preston A.R. (1986). Convergent-beam diffraction of crystal defect. *Proceedings Eleventh International Congress on Electron Microscopy*, 1, 721.

- Cockayne D.J.H., Ray I.L.F. et Whelan M. J. (1969): Investigations of dislocation strain field using weak beams. *Phil. Mag.*, 20, 1265-1270.
- Coleman L.C. (1977): Ringwoodite and majorite in the Catherwood meteorite. *Can. Mineral.*, 15, 97-101.
- Cordier P., Morniroli J.P. et Cherns D. (1995). Characterization of crystal defects in quartz by large-angle convergent-beam electron diffraction. *Phil. Mag. A*, 72, No. 5, 1421-1430.
- Cordier P., Raterron P. et Wang Y. (1996): TEM investigation of dislocation microstructure of experimentally deformed silicate garnet. *Phys. Earth Planet. Int.*, 97, 121-131.
- Cordier P. et Rubie D.C. (2001): Plastic deformation of minerals under extreme pressure using a multi-anvil apparatus. *Material Science and Engineering A*, 309-310. 38-43.
- Dekker E.H.L. et Rieck G.D. (1974): Microhardness investigations on manganese aluminate spinels. *J. Mater. Sci.*, 9, 1839-1846.
- Donlon W.T., Heuer H.W. et Mitchell T.E. (1998): Compositional softening in Mg-Al spinel. *Philos. Mag A*, 78, 615-641.
- Doukhan N., Duclos R. et Escaig B. (1973): Structural and mechanical study of creep in Al<sub>2</sub>O<sub>4</sub> single crystal. *J. Phys. (Paris)*, 34, 381-387.
- Doukhan N., Duclos R. et Escaig B. (1976): Influence of the stoichiometry on the mechanical properties of spinel (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)MgO single crystal. *J. Phys. (Paris)*, 37, 566-571.
- Doukhan N. (1980): Etude par microscopie électronique des dislocations et des défauts étendus dans les spinelles MgO.nAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub> déformés. *Thèse d'Etat*, Université de Lille.
- Doukhan N., Doukhan J.C., Fitz Gerald J. D., Chopra P. N. et Paterson M. S. (1984): A TEM microstructural study of experimentally deformed Anita Bay dunite. Dans *Deformation of ceramics II*, édité par R. E. Tressler and R.C. Bradt, 307-319. New York: Plenum.
- Doukhan N. et Doukhan J.C., Nicholas A. et Secher D. (1984): Transmission electron microscope analysis of the deformation of chromites from ophiolites. *Bull. Mineral.*, 107, 777-793.
- Downs J.W. (1989): Possible sites for protonation in  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> from an experimentally derived electrostatic potential. *Am. Mineral.*, 74, 1124-1129.
- Duclos R., Doukhan N. et Escaig B. (1978): High-temperature creep behavior of nearly stoichiometric aluminate spinel. *J. Mater. Sci.*, 13, 1740-1748.



- Duclos R. (1981): High-temperature deformation of  $\text{MgO} \cdot 1,8\text{Al}_2\text{O}_3$  spinel single crystals of  $\langle 111 \rangle$  axial orientation. *J. Phys. (Paris)*, 42, 49-58.
- Duclos R., Doukhan N. et Escaig B. (1981): Cross-slip characterization in spinel  $\text{MgO} \cdot 1,8\text{Al}_2\text{O}_3$  deformed at high temperatures. *Philos. Mag.*, 43, 1595-1600.
- Dupas C. (1994): Etude par microscopie électronique en transmission analytique d'olivines et spinelles déformés expérimentalement aux conditions (P-T) de la zone de transition du manteau. *Thèse de doctorat de l'Université de Rennes*.
- Dupas C., Doukhan N., Doukhan J. C., Green II H. W. et Young T. E. (1994): Analytical electron microscopy of a synthetic peridotite experimentally deformed in the  $\beta$  olivine stability field. *J. Geophys. Res.*, 99, 15821-15832.
- Dupas-Bruzek C, Green H.W.II, Doukhan N., Doukhan J.C. et Tingle T.N. (1998a): The rheology of olivine and spinel magnesium germanate ( $\text{Mg}_2\text{GeO}_4$ ): TEM study of the defect microstructures. *Phys. Chem. Miner.*, 25, 501-514.
- Dupas-Bruzek C., Sharp T.G., Rubie D.C. et Durham W.B. (1998b): Mechanisms of transformations and deformation in  $\text{Mg}_{1,8}\text{Fe}_{0,2}\text{SiO}_4$  olivine and wadsleyite under non-hydrostatic stress. *Phys. Earth Planet. Interiors*, 108, 33-48.
- Durham W.B. et Rubie D.C. (1997): Can the multianvil apparatus really be used for high pressure experiments ? Dans: *M. H. Manghnani et Y. Syono (Eds) Properties of Earth and planetary materials at high pressure and temperature*. AGU, Washington DC, 63-70.
- El Goresy A., Dubrovinsky L., Sharp T.G., Saxena S.K., Chen M. (2000): A monoclinic post-stishovite polymorph of silica in the Shergotty meteorite. *Science*, vol. 288, 1632-1364.
- Fei Y., Saxena S.K. et Navrotsky A. (1990): Internally constituent thermodynamic data and equilibrium phase relations for compounds in the system  $\text{MgO-SiO}_2$  at high pressure and high temperature. *J. Geophys. Res.*, vol. 95, 6915-6928.
- Finger L.W., Hazen M.H., Zhang J., Ko J. et Navrotsky A. (1993): The effect of Fe on the crystal structure of wadsleyite  $\beta\text{-(Mg}_{1-x}\text{Fe}_x)_2\text{SiO}_4$ ,  $0.00 \leq x \leq 0.40$ . *Phys. Chem. Minerals*, 19, 361-368.
- Finger L.W. (1995): Minerals at high pressure. *Nuclear Inst and Methods in Phys. Res.*, B 97, 55-62.
- Forman R.A., Piermarini G.J., Barnett J.D. et Block S. (1972): *Science*, 176, 284.
- Friedel J. (1964): *Dislocations*. Pergamon Press.

- Gleason G.C. et Tullis J. (1993): Improving flow laws and piezometers for quartz and feldspar aggregates. *Geophys. Res. Lett.*, 20, 2111-2114.
- Goldschmidt V.M. (1931): Zur Kristallchemie des Germaniums. *Nachr. Akad. Wiss. Göttingen Math. Physik. Kl*, no 2, 184-190.
- Green III.H.W. et Borch R.S. (1989): A new molten salt cell for precision stress measurement at high pressure. *Eur. J. Mineral.*, 1, 213-219.
- Green III.H.W., Young T.E., Walker D. et Scholz C.H. (1990): Anticrack-associated faulting at very high pressure in natural olivine. *Nature*, 348, 720-722.
- Griggs D.T., Turner F.J. et Heard H. (1960): Deformation of rocks at 500°C and 800°C. *Mem. Geol. Soc. Am.*, 79, 39-104.
- Griggs D.T.(1967): Hydrolytic weakening of quartz and other silicates. *Geophys. J. Royal Astr. Soc.*, 14, 19-31.
- Gwanmesia G.D., Rigden S. Jackson I et Liebermann R.C. (1990): Pressure dependence of elastic wave velocity for  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> and the composition of the Earth's mantle. *Science*, 250, 794.
- Hill F.C., Gibbs G.V. et Boisen M.B. Jr (1994): Bond stretching force constants and compressibilities of nitride, oxide and sulfide coordination polyhedra in molecules and crystals. *Structur Hem* 6, 349-355.
- Horiuchi H. et Sawamoto H. (1981):  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>: single-crystal X-ray diffraction study. *Am. Miner.*, 66, 568-575.
- Hwang L., Heuer A.H. et Mitchell T.E. (1975): Slip systems in stoichiometric MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, in *Deformation of ceramic materials*. Edited by R. C. Bradt and R. E. Tressler. Plenum Press, New York, 257-270.
- Ingrin J. et 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.
- Ito T. (1971): Knoop hardness anisotropy and plastic deformation in Mn-Zn ferrite single crystals. *J. Am. Ceram. Soc.*, 54, 24-26.
- Ito E., Takahashi E. et Matsui Y. (1984): Toward an experimental study of deep mantle rheology: a new multi-anvil sample assembly for deformation studies under high pressures and temperatures. *J. Geophys. Res. Solid Earth*, 102, 20111-20122.
- Jayaraman A. (1983): Diamand anvil cell and high-pressure physical investigations. *Reviews of Modern Phys.*, 55, 65-108.
- Jeffreys H. (1937). *Mon. Not. Roy. Astron. Soc. Geophys. Suppl*, 450.

- Karato S. et Rubie D.C. (1997): Toward an experimental study of deep mantle rheology: A new multianvil sample assembly for deformation studies under high pressures and temperatures. *J. Geophys. Research*, 102, 111-122.
- Karato S., Dupas-Bruzek C. et Rubie D. C. (1998): Plastic deformation of silicate spinel under the transition-zone conditions of the Earth's mantle. *Nature*, 395, 266-269.
- Kinsland G.L. et Bassett W.A. (1977): Strength of MgO and NaCl polycrystals to confining pressure of 250Kbar at 25°C. *J. Appl. Phys.*, 48, 978-985.
- Kohlstedt D.L. et Weathers M.S. (1980): Deformation induced microstructures, paleopiezometers and differential stresses in deeply eroded faultzones. *J. Geophys. Res.*, 85, 6269-6285.
- Lewis M.H. (1968): The defect structure and mechanical properties of spinel single crystals. *Philos. Mag.*, 17, 481-499.
- Langenhorst F. et Poirier J.P. (2000): Anatomy of black veins in Zagami: clues to the formation of high-pressure phases. *Earth Planet. Sc. Lett.*, 184, 37-55.
- Leroux H. (2001): Microstructural shock signatures of major minerals in meteorites. *Eur. J. Miner.*, 13, 253-272.
- Li B., Gwanmesia G.D. et Liebermann R.C. (1996): Sound velocities of olivine and beta polymorphs of Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> at Earth's transition zone pressures. *Geophys. Res. Lett.*, 23, 2259-2262.
- Li B., Liebermann R.C. et Weidner D.J. (1998): Elastic moduli of wadsleyite ( $\beta$ -Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>) to 7 gigapascals and 837 kelvin. *Science*, 281, 675-677.
- Li B. et Liebermann R.C. (2000): Sound velocities of wadsleyite  $\beta$ -(Mg<sub>0,88</sub>Fe<sub>0,12</sub>)<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> to 10 GPa. *Am. Miner.*, 85, 292-295.
- Liebermann R.C. et Wang Y. (1992): Characterization of sample environment in a uniaxial split-sphere apparatus. Dans: Y. Syono and H. Manghnani (Eds) *High-pressure Research: Application to Earth and Planetary Sciences*. AGU, Washington DC, 19-31.
- Liebermann R.C. et Li B. (1998): Elasticity of deep Earth materials at high pressures and temperatures. *Rev. Mineralogy*, 37, Ch. 15, 459-492.
- Liebermann R.C. (2000): Elasticity of mantle minerals (experimental studies). *Earth's Deep Interior: Mineral Physics and Tomography From the Atomic to the Global Scale*. Geophysical Monograph 117. Am. Geophys. Union. 181-199.
- Madon M. et Poirier J.P. (1980): Dislocations in spinel and garnet high pressure polymorphs of olivine and pyroxene: implications for mantle rheology. *Science*, 207, 66-68.

- Madon M. et Poirier J.P. (1983): Transmission electron microscope observation of  $\alpha$ ,  $\beta$  and  $\gamma$   $(\text{Mg, Fe})_2\text{SiO}_4$  in shocked meteorites: planar defects and polymorphic transitions. *Phys. Earth Planet. Int.*, 33, 31-44.
- McMillan P.F., Akaogi M., Sato R. K., Poe B. et Foley J. (1991): Hydroxyl groups in  $\beta$ - $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ . *Amer. Mineral.*, 76, 354-360.
- Meade C. et Jeanloz R. (1988a): The yield strength of B1 and B2 phases of NaCl. *J. Geophys. Res.*, 93, 3270-3274.
- Meade C. et Jeanloz R. (1988b): The yield strength of MgO to 40 GPa. *J. Geophys. Res.*, 93, 3261-3269.
- Meade C. et Jeanloz R. (1990): The strength of mantle silicates at high pressures and room temperature: implications for the viscosity of the mantle. *Int. J. Rock Mech. Min. Sci.*, 7, 517-526.
- Mitchell T.E., Hwang L. et Heuer A.H. (1976): Deformation in spinel. *J. Mater. Science*, 11, 264-271.
- Mitchell T.E. (1999): Dislocations and mechanical properties of  $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3$  spinel single crystals. *J. Am. Ceram. Soc.*, 82, 3305-3316.
- Moore P.B. et Smith J.V. (1970): Crystal structure of  $\beta$ - $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ : crystal chemical and geophysical implications. *Phys. Earth Planet. Int.*, 3, 166-177.
- Morimoto N., Akimoto S., Koto K. et Tokonami M. (1969): Modified spinel, beta-manganous orthogermanate: stability and crystal structure. *Science*, 165, 586-588.
- Morniroli J.P. (1998): Diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle (LACBED) – Applications aux défauts cristallins. *Monographies de la Société Française des Microscopies*.
- Mosenfelder J.L.; Connolly J.A.D., Rubie D.C. et Liu M. (2000): Strength of  $(\text{Mg, Fe})_2\text{SiO}_4$  wadsleyite determined by relaxation of transformation stress. *Phys. Earth Planet. Int.*, 120, 63-78.
- Paterson M.S. (1970): A high-pressure, high-temperature apparatus for rock deformation. *Int. J. Rock Mech. Min. Sci.*, 7, 517-526.
- Poirier J.P. et Madon M. (1979): Transmission electron microscopy of natural  $(\text{Mg}_{0,74}\text{Fe}_{0,26})_2\text{SiO}_4$ . *EOS, Trans. Am. Geophys. Union*, 60, 370.
- Price G.D., Putnis A. et Agrell S.O. (1979): Electron petrography of shocked produced veins in the Tenham chondrite. *Contrib. Miner. Petrol.*, 71, 211-218.

- Price G.D., Putnis A. et Smith D.G.W. (1982): A mechanism for the spinel to  $\beta$  phase transformation in the  $(\text{Mg, Fe})_2\text{SiO}_4$  system. *Nature*, 296, 729-731.
- Price G.D. (1983): The nature and significance of stacking faults in wadsleyite, natural  $\beta$ - $(\text{Mg, Fe})_2\text{SiO}_4$  from the Peace River meteorite. *Phys. Earth Planet. Int.*, 33, 137-147.
- Putnis A. et Price G.D. (1979): High-pressure  $(\text{Mg, Fe})_2\text{SiO}_4$  phases in the Tenham chondrite meteorite. *Nature*, 280, 217-218.
- Radford K.C. et Newey C.W.A. (1967): Plastic deformation in magnesium aluminate spinel. *Proc. Br. Ceram. Soc.*, 9, 131-145.
- Ribbe H. (1982): Orthosilicates. *Reviews in Mineralogy. Mineralogical Society of America*. 450 p.
- Rigden S.M., Gwanmesia G.D., Fitz Gerald J.D, Jackson I et Liebermann R.C. (1991): Spinel elasticity and seismic structure of the transition zone of the mantle. *Nature*, 198, 143-145.
- Ringwood A.E. et Major A. (1966): Synthesis of  $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ - $\text{Fe}_2\text{SiO}_4$  spinel solid solutions. *Earth and Planet. Sci. Lett.*, 1, 241-245.
- Ringwood A.E. et Major A. (1970): The system  $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ - $\text{Fe}_2\text{SiO}_4$  at high pressures and temperatures. *Phys. Earth Planet. Interiors*, 3, 89-108.
- Rubie D.C. et Brearley A.J. (1990): Mechanism of the  $\gamma$ - $\alpha$  phase transformation of  $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ . *Nature*, 348, 628-631.
- Rubie D.C. et Brearley A.J. (1994): Phase transitions between  $\beta$  and  $\gamma$   $(\text{Mg, Fe})_2\text{SiO}_4$  in the Earth's mantle: mechanisms and rheological implications. *Science*, 64, 1445-1448.
- Rubie D.C. (1999): Characterising the sample environment in multianvil high-pressure experiments. *Phase Transitions*, 68, 431-451.
- Rybacki E., Renner J., Konrad K., Harbott W., Rummel F. et Stöckhert B. (1998): A servohydraulically-controlled deformation apparatus for rock deformation under conditions of ultra-high pressure metamorphism. *Pure Appl. Geophys.*, 152, 579-606.
- Sawamoto H., Weidner D.J., Sasaki S. et Kumazawa M. (1984): Single crystal elastic properties of the modified  $\beta$ -phase of magnesium orthosilicate. *Science*, 224, 749-751.

- Sharp T.G., Bussod G.Y. et Katsura T. (1994): Microstructures in  $\beta$ - $\text{Mg}_{1.8}\text{Fe}_{0.2}\text{SiO}_4$  experimentally deformed at transition-zone conditions. *Phys. Earth Planet. Int.*, 86, 69-83.
- Sharp T.G., Lingemann C.M., Dupas C. et Stöffler D. (1997): Natural occurrence of  $\text{MgSiO}_3$ -ilmenite and evidence for  $\text{MgSiO}_3$ -perovskite in a shocked L chondrite. *Science*, 277, 352-355.
- Sharp T.G., El Goresy A., Wopenka B. et Chen M. (1999): A post-stishovite  $\text{SiO}_2$  polymorph in the meteorite Shergotty: implications for impact events. *Science*, 284, 1511-1513.
- Sinogeikin S.V., Katsura T. et Bass J.D. (1998): Sound velocities and elastic properties of Fe-bearing wadsleyite and ringwoodite. *J. Geophys. Res. B.*, 103, 819-825.
- Smith J.V. et Mason B. (1970): Pyroxene-garnet in the Coorara meteorite. *Science*, 168, 832-833.
- Smyth J.R. (1987):  $\beta$ - $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ : A potentiel host for water in the mantle? *Amer. Mineral.*, 72, 1051-1055.
- Smyth J.R. (1994): A crystallographic model for hydrous wadsleyite ( $\beta$ - $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ ): an ocean in the Earth's interior? *Amer. Mineral.*, 79, 1021-1024.
- Steele I.M. et Smith J.V. (1978): Coorara and Coolamon meteorites: ringwoodite and mineralogical differences. *Lunar. Planet. Sci. IX*, 1101-1102.
- Stixrude L. (2000): Elasticity of mantle phases at high pressure and temperature. *Earth's Deep Interior: Mineral Physics and Tomography From the Atomic to the Global Scale*. Geophysical Monograph 117. Am. Geophys. Union, 201-213.
- Stöffler D. (1997): Minerals in the deep earth: a message from the asteroid belt. *Science*, 278, 1576-1577.
- Tanaka M., Saito R., Ueno K. et Harada Y. (1980). Large angle convergent beam electron diffraction. *Journal of Electron Microscopy*, 29, 4, 408-412.
- Tingle T.N., Green H.W., Young Th.E. et Koczyński T.A. (1993): Improvements to Griggs-type apparatus for mechanical testing at high pressures and temperatures. *Pure and appl. Geophys.*, 141, 523-543.
- Tomioka N. et Fujino K. (1997): Natural (Mg, Fe) $\text{SiO}_3$ -ilmenite and -perovskite in the Tenham meteorite. *Science*, 277, 1084-1086.
- Tomioka N. et Fujino K. (1999): Akimotoite, (Mg, Fe) $\text{SiO}_3$ , a new silicate mineral of the ilmenite group in the Tenham chondrite. *Am. Miner.*, 84, 267-271.

- Vaughan M.T., Weidner D.J., Wang Y.B., Chen J.H., Koleda C.C. et Getting I.C. (1998): T-cup: a new high-pressure apparatus for x-ray studies. *Rev. High Pressure Sci. Technol.*, 7, 1520-1522.
- Vaughan P.J. et Kohlstedt D.L. (1981): Cation sacking faults in magnesium germanate spinel. *Phys. Chem. Miner.*, 7, 241-245.
- Veyssi re P., Rabier J., Garem H. et Grill e J. (1976): Sous-joints de dislocations et dissociations dans le ferrite de nickel d form  plastiquement   0,85 T<sub>F</sub>. *Philos. Mag.*, 33, 143-163.
- Veyssi re P., Rabier J. et Garem H. (1979): Transmission electron microscope observation of the {001}<110> glide system in spinel nickel ferrite at room temperature. *Philos. Mag.*, 39, 815-819.
- Veyssi re P., Kirby S.H., Rabier J. (1980): Plastic deformation of MgO.nAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub> spinels at temperature below 1000 C. *J. Phys. (Paris)*, 41 (C6), 175-178.
- Voegel  V. (1998): Etude par Microscopie Electronique en Transmission de la plasticit  des grenats. *Th se de doctorat de l'Universit  des Sciences et Technologies de Lille*.
- Voegel  V., Ando J.I., Cordier P. et Liebermann R.C. (1998): Plastic deformation of silicate garnets I. High pressure experiments. *Phys. Earth Planet. Int.*, 108, 305-318.
- Wang Y., Liebermann R.C. et Boland J.N. (1988): Olivine as an in situ piezometer in large-volume, high-pressure apparatus. *Phys. Chem. Minerals*, 15, 493-497.
- Weidner D.J., Sawamoto S., Sasaki S. et Kumazawa M. (1984): Single-crystal elastic properties of the spinel phase of Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>. *J. Geophys. Res.*, 89, 7852-7860.
- Weidner D.J., Vaughan M.T., Ko J., Wang Y., Liu X., Yeganeh-Haeri A., Pacalo R.E. et Zhao Y. (1992): Characterization of stress, pressure and temperature in SAM85, a DIA type high pressure apparatus. Dans: Y. Syono, M.H. Manghnani (eds) *High-Pressure Research: Application to Earth and Planetary Sciences*, Geophys. Monograph. 67, 13-17. Terra Scientific Publishing Co and Am Geophys. Union, Tokyo and Washington DC.
- Weidner D.J., Wang Y. et Vaughan M.T. (1994): Yield strength at high pressure and temperature. *Geophys. Res. Lett.*, 21, 753-756.
- Weidner D.J. (1998): Rheological studies at high pressure. *Ultrahigh-Pressure Mineralogy: Physics and Chemistry of the Earth's Deep Interior*, Reviews in Mineralogy, vol. 37,  dit  par R.J. Hemley, Mineralogical society of America.
- Weidner D.J., Wang Y.B., Chen G. et Ando J. (1998): Rheology measurements at high pressure and temperature. Dans: MH Manghnani, T. Yagi (eds) *Properties of*

- Earth and Planetary Materials at High Pressure and Temperature* 101, 473-480.  
Am. Geophys. Union, Washington DC.
- Young T.E., Green H.W., Hofmeister A.M. et Walker D. (1993): Infrared spectroscopic investigation of hydroxyl in  $\beta$ -(Mg, Fe)<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> and coexisting olivine: implications for mantle evolution and dynamics. *Phys. Chem. Minerals*, 19, 409-422.
- Zha C.S., Duffy T.S., Downs R.T., Mao H.K., Hemley R. J. et Weidner D. J. (1998): Single-crystal elasticity of the  $\alpha$  and  $\beta$  of Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> polymorphs at high pressure. *Properties of Earth and Planetary Materials at High Pressure and Temperature. Geophysical Monograph*, AGU, Washington DC, 101. 9-16.