



**HAL**  
open science

# Du Sel au Diamant: Minéraux en fluage à tous les étages!

Alexandre Dimanov

► **To cite this version:**

Alexandre Dimanov. Du Sel au Diamant: Minéraux en fluage à tous les étages!. Planète et Univers [physics]. Université de Lille1, 2015. tel-03323365

**HAL Id: tel-03323365**

**<https://hal.science/tel-03323365v1>**

Submitted on 20 Aug 2021

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Lille  
N°

Université de Lille I

Mémoire  
Présenté pour obtenir le Titre  
de l'Habilitation à Diriger les Recherches  
en Sciences Physiques

**Du Sel au Diamant: Minéraux en fluage à tous les étages !**

Présenté par

Alexandre Dimanov

Soutenue le 09/12/2015 devant la commission d'examen :

L. Jolivet	Rapporteur
D. Mainprice	Rapporteur
M. Pichavant	Rapporteur
P. Cordier	Examinateur
Y. Gueguen	Examinateur
J. Ingrin	Examinateur
V. Sautter	Examinatrice



## Sommaire

CV	4
Avant-propos	13
Résumés concis et détaillé	16
Partie I	
I. Introduction, contexte et motivations	22
I.1. Concept de profil rhéologique de la lithosphère	22
I.2. Critiques initiales	25
Minéralogie et gradient géothermique	25
I.3. Critiques récentes	25
I.3.1. Présence de fluides ou de fusion partielle	25
I.3.2. Extrapolation aux conditions naturelles	28
I.3.3. Localisation, métamorphisme, microstructures et mécanismes	29
Partie II	
II. Rhéologie expérimentale de roches silicatées à haute température	33
II.1. Synthèse de roches pour études rhéologiques	34
II.1.1. Matériaux partiellement fondus	38
II.1.1.a Liquides de plagioclase résiduel	38
II.1.1.b Basalte ou liquides super- et ultra-silicique	40
II.1.2. Matériaux cristallins mono- et biphasés	41
II.2. Rhéologie à haute température	43
II.2.1. Déformation uniaxiale	43
II.2.1.a Synthèse des résultats	44
II.2.1.b Avant-goût de confinement	50
II.2.2. Déformation triaxiale	51
II.2.2.a Appareil de Paterson	52
II.2.2.b Déformation en compression axisymétrique	54
Rhéologie de labradorite	54
Rhéologie d'anorthite, de diopside et leurs assemblages	55
Synthèse	57
II.2.2.c Déformation en torsion	58
Matériaux Ultramylonitiques	58
Matériaux Mylonitiques-Ultramylonitiques	62
Synthèse	69
II.2.2.d Approche numérique de la rhéologie de silicates hétérogènes	71
II.2.3. Extrapolation aux conditions naturelles	76
II.2.3.a Cartes de mécanismes de déformation	76
II.2.3.b Approche structuraliste	78
Etude structurale multi-échelle	78
Etude microstructurale	79
II.2.3.c Approche géodynamique	82
Synthèse	83
Partie III	
III. Approches expérimentales et numériques multi-échelles	87
III.1. Mesures de champs complets par corrélation d'images numériques	91
III.1.1. Principes	91
III.1.2. Matériau : NaCl	93



III.1.3. Moyens expérimentaux_____	95
III.1.3.a Equipements et machines <i>in situ</i> _____	95
III.1.3.b Marqueurs cinématiques_____	96
III.2. Mesures de champs_____	97
III.2.1. Echelle globale (optique) _____	97
III.2.2. Echelles locales (MEB) _____	99
III.2.3. Identification et quantification des mécanismes_____	100
III.2.3.a Identification_____	100
III.2.3.b Quantification_____	104
III.4. Modélisation numérique viscoplastique_____	108
III.5. Synthèse : Histoire locale, effet global_____	111
 Partie IV	
IV. Conclusions_____	112
 Partie V	
V. Développements et perspectives_____	114
V.1. Mesures de champs 3D_____	114
V.1.1. Mesures de champs 3D du NaCl polycristallin_____	115
V.1.1.a. Marquage 3D_____	115
V.1.1.b. Mesures de champs 3D par MCT_____	116
V.1.2 Microstructures cristallographiques 3D du NaCl polycristallin_____	119
V.1.3 mesures de contraintes locales <i>in situ</i> _____	120
V.2. MEB <i>in situ</i> d'oxydes et silicates_____	120
V.3. Modélisation du glissement d'interface_____	122
V.4. L'autre <i>in situ</i> _____	123

# CV et avant-propos

## Curriculum Vitae

### Alexandre Dimanov,

Né à Sofia (Bulgarie) le 09.12.1964, nationalité Française (et Bulgare), marié, 3 enfants.  
CRI-CNRS (Agent N° I4404, section N°18)

### Contact actuel:

Laboratoire de Mécanique des Solides, UMR 7649  
Aile 3, Ecole Polytechnique  
91128, Palaiseau, France  
Tel : 01 69 33 57 64  
e-mail : [dimanov@lms.polytechnique.fr](mailto:dimanov@lms.polytechnique.fr)

### Formation :

1989 DEUG A (Université Paris-XI, Orsay) : Mention Bien.  
1990 LICENCE de Physique fondamentale (Université Paris-XI, Orsay)  
1991 MAITRISE de Physique fondamentale (Université Paris-XI, Orsay).  
1992 DEA de Géophysique et Géodynamique Interne (Interuniversitaire : Paris-XI, Paris-VI et ENS-Paris), Classé 2<sup>me</sup>.  
92-95 Thèse: "Autodiffusion du calcium dans le diopside monocristallin" (Université Paris-XI, Orsay, Directeurs: Olivier Jaoul et Violaine Sautter. Mention très honorable et félicitations du jury.

### Expérience professionnelle :

89/90 : Stages CEA-Saclay (Laboratoire de Physico-chimie Moléculaire) ;  
92-95 : Monitorat de Physique à l'Université de Cergy-Pontoise.  
95-99 : Post-doc au GeoForschungsZentrum Potsdam, Projektbereich 3.2. (Directeur Georg Dresen).  
00-03 : Chargé de Recherche au GeoForschungsZentrum, Projektbereich 3.2. (Directeur:Georg Dresen). Thématiques de recherche: déformation viscoplastique, rhéologie et propriétés de transport diffusif dans les silicates.  
03-15 : Chargé de Recherche du CNRS (section 18), au Laboratoire de Mécanique des Solides (section 9) de l'École Polytechnique, rattaché aux équipes « Mécanique et Géologie », puis « Mécanique et physique des géomatériaux », co-responsable de l'équipe «Expérimentation et modélisation multiéchelle des matériaux», responsable de l'équipe « Géomatériaux ». Thématiques de recherche: Viscoplasticité et rhéologie de roches profondes, thermo-hydro-poro-mécanique de roches de surface, mesures de champs locaux 2D et 3D.

### Thèmes de recherche:

Expérimentateur, j'occupe un poste interdisciplinaire entre la mécanique des matériaux (section N°9) et les sciences de la terre (section N°18). Mes recherches concernent 1) la plasticité, la rhéologie et le transport diffusif de roches silicatées profondes (partiellement fondues, polyphasées et hétérogènes) à haute température et pression, 2) La plasticité et la rhéologie du sel gemme, 3) La poro-mécanique et le transport hydraulique des roches réservoir et roches de couverture (argilites). Après avoir surtout étudié les propriétés macroscopiques moyennes et les microstructures associées, je me suis intéressé aux aspects d'hétérogénéités locales en relation avec la microstructure et les mécanismes. Je développe des techniques de mesures de champs locaux 2D et 3D lors d'essais mécaniques couplés à l'observation in-situ par microscopie optique, sous microscopie électronique, ou sous tomographie RX.

### Publications :

22 publications dans des revues internationales à comité de lecture, 3 chapitres d'ouvrage, 92 présentations en séminaires ou congrès, dont 69 présentations orales. CI = 472, h = 14 (Web of Science, Juillet 2015). CI = 682, h = 16 (Google Scholar, Juillet 2015).

### Liste de publications et de communications

#### Publications dans des revues internationales de rang A

- [1] Dimanov, A. and Ingrin, J., 1995. Premelting and high-temperature diffusion of Ca in synthetic diopside: An increase of the cation mobility. *Phys. Chem. Minerals*, Vol. 22, 437-442.
- [2] Dimanov, A., Jaoul, O. and Sautter, V., 1996 Calcium self-diffusion in natural diopside single crystals. *Geochem. Cosmochem. Acta*, Vol. 60, 21, 4095-4106.
- [3] Dimanov, A. and Jaoul, O., 1998. Calcium self-diffusion in diopside at high temperature: implications for transport properties. *Phys. Chem. Minerals*, Vol. 26, 116-127.

- [4] Dimanov, A., Dresen G. and Wirth, R., 1998, High - Temperature Creep of Partially Molten Plagioclase Aggregates. *J. Geophys. Res.*, Vol. 103, 9651-9664.
- [5] Dimanov, A., Xiao, X., Dresen G. and Wirth, R., 1999. Grain Boundary Diffusion Creep of Synthetic Anorthite: The Effect of Water. *J. Geophys. Res.*, Vol. 104, 10483-10497.
- [6] Dimanov, A. and Sautter, V., 2000 "Average" Interdiffusion of (Fe,Mn)-Mg in natural diopside. *Eur. J. Mineral.* Vol. 12, 749-760.
- [7] Dimanov, A., Wirth, R. and Dresen, G., 2001. The effect of melt distribution on the rheology of feldspar rocks. *Tectonophysics*, Vol. 328, pp 307-327.
- [8] Dimanov A., Lavie M.P., Dresen G., Ingrin J. and Jaoul O. (2003) Creep of polycrystalline anorthite and diopside. *J. Geophys. Research*. Vol. 108, B1.
- [9] Dimanov A., Dresen G., (2005) Rheology of synthetic anorthite–diopside aggregates: Implications for ductile shear zones. *J. Geophys. Res.*, Vol. 110, B07203, doi: 10.1029/2004JB003431.
- [10] A. Dimanov and M. Wiedenbeck (2006) (Fe,Mn)–Mg interdiffusion in natural diopside: effect of pO<sub>2</sub>. *Eur. J. Mineral.* Vol. 18, 6, p 705-718.
- [11] A. Dimanov, Dresen, G., Rybacki, E. and Wirth, R. (2007) Creep and strain-dependent microstructures of synthetic anorthite–diopside aggregates. *J. Struct. Geol.*, Vol. 29-6, 1049–1069
- [12] Axial and Radial Permeability Evolutions of Compressed Sandstones: End Effects and Shear–band Induced Permeability Anisotropy (2009). Jeremie Dautriat, Nicolas Gland, Jean Guelard, Alexandre Dimanov and Jean L. Raphanel. *Pure Appl. Geophys.*, Vol. 166, 1037–1061, DOI : 10.1007/s00024-009-0495-0
- [13] In-situ analysis of strain localization related to structural heterogeneities of carbonate rocks. Dautriat, J., M. Bornert, A. Dimanov, N. Gland, J. Raphanel, *ICEM 14, Int. Conf. Exp. Mech.*, Poitiers, Vol. 6, p6, Editor Bremond, F., DOI: 10.1051/epjconf/20100622007
- [14] Stress path dependency on the hydromechanical behavior of heterogeneous limestone. par Dautriat, J., N. Gland, A. Dimanov, J. Raphanel. 2010, *ICEM 14, Int. Conf. Exp. Mech.*, Poitiers, Vol. 6, p8, Editor Bremond, F., DOI: 10.1051/epjconf/20100622006
- [15] Dautriat J.; Bornert M.; Gland N.; Dimanov A; Raphanel J. (2010) Micromechanical Investigation of the Hydromechanical Behaviors of Carbonates Contribution of In–Situ Strain Field Measurement by Means of SEM and Optic Digital Image Correlation. *Petrophysics*, Vol. 51 Issue: 6 Pages: 388–398
- [16] Dautriat Jeremie; Bornert Michel; Gland Nicolas; Dimanov Alexandre, Raphanel Jean. Localized deformation induced by heterogeneities in porous carbonate analysed by multi–scale digital image correlation (2011), *Tectonophysics*, Volume: 503 Issue: 1–2 Special Issue: SI Pages: 100–116 DOI: 10.1016/j.tecto.2010.09.025
- [17] Dautriat Jeremie; Gland Nicolas; Dimanov Alexandre; Raphanel Jean. (2011) Hydromechanical behavior of heterogeneous carbonate rock under proportional triaxial loadings. *J. Geophys. Res.* Vol. 116 Article Number: B01205 DOI: 10.1029/2009JB000830
- [18] Newtonian flow of heterogeneous synthetic gabbros at high strain: Grain sliding, ductile failure, and contrasting local mechanisms and interactions (2011): Dimanov Alexandre; Raphanel Jean; Dresen Georg. *Eur. J. Mineral.* Vol. 23 Issue: 3 Pages: 303–322 DOI: 10.1127/0935-1221/2011/0023-2110
- [19] High temperature rheology of synthetic two-phase gabbroic aggregates: microstructural heterogeneities and local deformation mechanism (2010). Raphanel J.; Dimanov A.; Nazarova L. A.; Nazarov, L.A.; Artemova A.I. *J. Mining Sci.* Vol. 46 Issue: 5 Pages: 495–502 DOI: 10.1007/s10913-010-0062-1
- [20] Brantut N., A. Schubnel, E. C. David, E. Héripré, Y. Guéguen and A. Dimanov (2012), Dehydration–induced Damage and Deformation in Gypsum and Implication for Subduction Zone Processes, *J. Geophys. Res.*, 117, B03205, doi:10.1029/2011JB008730
- [21] Bourcier, M., Dimanov, A. Bornert, M., heripré, E. and Raphanel, J. (2013). Grain boundary sliding and crystal plasticity in halite. *J. Geophys. Res.* Vol. 118 Issue: 2 Pages: 511-526 DOI: 10.1002/jgrb.50065

### Chapitres d'Ouvrages

- [1] Diffusion in Pyroxene, Mica and Amphibole (2010). Cherniak D. J.; Dimanov A. in *DIFFUSION IN MINERALS AND MELTS* . Editor(s): Zhang YX; Cherniak DJ. Book Series: *Reviews in Mineralogy & Geochemistry* Volume: 72 Pages: 641–690 DOI: 10.2138/rmg.2010.72.14
- [2] M. Bourcier, A. Dimanov, E. Héripré & J.L. Raphanel, M. Bornert and G. Desbois (2011). Full field investigation of plastic deformation of halite at room temperature: co–operation of crystal plasticity and grain sliding. *Mechanical behavior of salt VII*. Eds: P. Bérest, M. Ghoreychi, F. Hadj-Hassen, M. Tijani. CRC Press. Balkema.
- [3] P. Bérest, J.F. Béraud, M. Bourcier, A. Dimanov, H. Gharbi, B. Brouard, K. DeVries and D. Tribout (2011). Very slow creep tests on rock samples. *Mechanical behavior of salt VII*. Eds: P. Bérest, M. Ghoreychi, F. Hadj-Hassen, M. Tijani. CRC Press. Balkema.

### Communications invitées et séminaires

- [1] A. Dimanov. Gordon Research Conference, Rock Deformation. Diffusion Creep in partially Molten Polycrystalline Materials. New London (USA), Août 1997. Invité.

- [2] A. Dimanov. Déformation ductile de plagioclases partiellement fondus. Séminaire. LMTG, Université Paul Sabatier (Toulouse), 1999.
- [3] A. Dimanov. Déformation ductile de plagioclases partiellement fondus. Séminaire. LST, ENS-Lyon, 2000.
- [4] A. Dimanov. Déformation ductile de plagioclases partiellement fondus. Séminaire. Lab. Tectonophysique, Université Montpellier 2, 2000.
- [5] A. Dimanov. Déformation ductile de silicates de la base de croûte. Séminaire. ISTO, Université d'Orléans, 2005.
- [6] A. Dimanov. Déformation plastique de composites silicatés: implications pour la rhéologie de la croûte profonde. Atelier Scientifique CNRS, Déformation expérimentale: Presse Paterson, 2006, Orléans. Invité.
- [7] A. Dimanov. Rhéologie de silicates polyphasés caractéristiques de la base de croûte. Journée Scientifique en l'honneur d'Olivier Jaoul, LMTG, Université Paul Sabatier (Toulouse), 2006. Invité.
- [8] A. Dimanov. Rhéologie de silicates polyphasés caractéristiques de la base de croûte. Séminaire, LPMTM (Université Paris Nord), 2008.
- [9] A. Dimanov. Rhéologie de silicates polyphasés caractéristiques de la base de croûte. Séminaire, Lab. de Géologie, ENS-Paris, 2009.
- [10] A. Dimanov. Du sel au diamant : fluage à tous les étages ! Journée de la cristallographie à l'X, 2014. Invité.
- [11] A. Dimanov. Multiscale full-field strain measurement approaches of ductile rock deformation. Symposium in Honor of Georg Dresen, GFZ-Potsdam, 2015. Invité.

### Communications avec acte à comité de lecture

- [1] Laboratory determination of stress-path dependency of directional permeabilities of Estailades limestone. 2008. J. Dautriat, N. Gland, A. Dimanov, J. Raphanel and O. Vizika., Int. Symp. Soc. Core Analysis. SCA 26. Abu Dhabi (Emirats Arabes Unis), **Oral**.
- [2] Rhéologie d'assemblages polyphasés de silicates en torsion à haute température et pression. A. Dimanov, G. Dresen, J. Raphanel. 2008, GFR43, Palaiseau. **Oral**.
- [3] Rhéologie de silicates et vitrocéramiques. A. Dimanov. 2008, GFR43, Palaiseau.
- [4] Apport des mesures de champs par corrélation d'images pour l'étude de la déformation de géomatériaux poreux, (2009) Jérémie Dautriat, Michel Bornert, Alexandre Dimanov, Nicolas Gland, Jean Raphanel. 19ème Congrès Français de Mécanique, Marseille. **Oral**.
- [5] Comportement mécanique du carbonate d'Estailades en condition drainée: influence du chemin de chargement. (2009) Jérémie Dautriat, Nicolas Gland, Alexandre Dimanov, Jean Raphanel, 19ème Congrès Français de Mécanique, Marseille. **Oral**.
- [6] Liens entre comportement multiéchelle et mécanismes locaux de la déformation à haute température et pression de silicates biphasés représentatifs de la croûte terrestre inférieure. (2009) Alexandre Dimanov Jean Raphanel. 19ème Congrès Français de Mécanique, 24–28 août, Marseille. **Oral**.
- [7] Stress Path Dependent Hydromechanical Properties of Carbonates. Impact of Heterogeneities and use of Effective Medium Theory for Critical State Scaling. (2009) N. Gland, J. Dautriat, A. Dimanov, J. Raphanel. JEMP09, Orsay. **Oral**.
- [8] Micromechanical Investigation of the Hydromechanical Behaviours of Carbonates: Contribution of In-situ Strain Field Measurement by Means of SEM and Optic Digital Image Correlation (2009). J. Dautriat, M. Bornert, N. Gland, A. Dimanov, J. Raphanel. JEMP09, Orsay.
- [9] Dautriat, J., M. Bornert, A. Dimanov, N. Gland, J. Raphanel. (2010) In-situ analysis of strain localization related to structural heterogeneities of carbonate rocks. ICEM I4, Int. Conf. Exp. Mech., Poitiers. **Oral**.
- [10] Dautriat, J., N. Gland, A. Dimanov, J. Raphanel. (2010) Stress path dependency on the hydromechanical behavior of heterogeneous limestone. ICEM I4, Int. Conf. Exp. Mech., Poitiers. **Oral**.
- [11] Etude expérimentale du comportement viscoplastique d'un polycristal de sel-gemme synthétique (2011). Bourcier, M., Dimanov, A., Héripré, E., Bornert, M., Raphanel, J., Ludwig, W. Congrès Français de Mécanique, Besançon, Août 2011. **Oral**.
- [12] M. Bourcier, A. Dimanov, E. Héripré & J.L. Raphanel, M. Bornert and G. Desbois (2011). Full field investigation of plastic deformation of halite at room temperature: co-operation of crystal plasticity and grain sliding. Mechanical behavior of salt VII. Paris. **Oral**.
- [13] P. Bérest, J.F. Béraud, M. Bourcier, A. Dimanov, H. Gharbi, B. Brouard, K. DeVries and D. Tribout (2011). Very slow creep tests on rock samples. Mechanical behavior of salt VII. Paris.
- [14] Zinsmeister, L.; Dautriat, J.; Gland, N., Dimanov, A.; Bornert, M. and Raphanel, J. (2012). Mechanical behavior of an altered limestone: multiscale and core analysis approaches. SCA, Aberdeen, U.K. **Oral**.
- [15] Zinsmeister, L.; Dautriat, J.; Dimanov, A.; Raphanel, J. and Bornert, M. (2013). Mechanical evolution of an altered limestone using 2D and 3D digital image correlation (DIC). ARMA, San Francisco. **Oral**.
- [16] Gaye, A., Bourcier M., Bornert, A. Héripré, E., Dimanov, A., Raphanel, J. Sab, K. Quantitative investigation of grain boundary sliding in halite rock by SEM in-situ testing and full field strain measurements. PhotoMechanics 2013, Montpellier. **Oral**.
- [17] Gaye, A., Bourcier M., Bornert, A. Héripré, E., Dimanov, A., Raphanel, J. Sab, K. Micromechanics of Halite investigated by 2D and 3D Multiscale Full-Field Measurements. ARMA 2014, Mineapolis, USA. **Oral**.

## Communications sans acte

- [1] European Union of Geosciences VII, Strasbourg, Avril 1993. Self-diffusion of  $^{44}\text{Ca}$  in diopside single crystals: preliminary results. Terra Abstracts 5, suppl. I, p. 516.
- [2] Experimental Mineralogy, Petrology and Geochemistry V, London, Avril 1994.  $^{44}\text{Ca}$  self-diffusion in natural diopside single crystals. **Oral.** Terra Abstracts 6, suppl. I, p. 15.
- [3] Société Française de Minéralogie et de Cristallographie, Lille, Juillet 1994. Autodiffusion du calcium dans le diopside monocristallin. **Oral.** Bull. Liais. S.F.M.C. 6, 2, p. 24.
- [4] International Conference on Kinetics of Metamorphism and Deformation Processes. Blankenberge, Mars 1995. Premelting increase of Ca-mobility in diopside single crystal. **Oral.**
- [5] European Union of Geosciences VIII, Strasbourg, Avril 1995. Calcium self-diffusion in gem quality natural and synthetic diopside single crystals. Terra Abstracts 7, suppl. I, p. 36. **Oral.**
- [6] European Union of Geosciences VIII, Strasbourg, Avril 1995. Premelting and high-temperature diffusion of Ca in synthetic diopside single crystals: an increase of cation mobility. Terra Abstracts 7, suppl. I, p. 37.
- [7] Experimental Mineralogy, Petrology and Geochemistry VI. Bayreuth, Avril 1996. Pure synthetic polycrystalline feldspar deformation at high temperature and 1 atm: preliminary results at dry conditions.
- [8] Experimental Mineralogy, Petrology and Geochemistry VI. Bayreuth, Avril 1996. Cation (Ca, Mg, Fe, Mn) diffusion in diopside single crystals. Terra Abstracts 8, suppl. I, p. 15. **Oral.**
- [9] American Geophysical Union, San Francisco, Decembre 1996. High Temperature Deformation of Partially Molten Synthetic Labradorite (An60). EOS suppl. 12 November. **Oral.**
- [10] American Geophysical Union, San Francisco, Decembre 1996. Transition from Diffusion to Dislocation Creep in Synthetic Polycrystalline Anorthite. EOS suppl. 12 November.
- [11] International Conference on Deformation Mechanisms in Nature and Experiments. Basel, Mars 1997. Effect of Trace Amounts of Water on High-temperature creep of synthetic Anorthite. **Oral.**
- [12] International Conference on Deformation Mechanisms in Nature and Experiments. Basel, Mars 1997. Deformation of Synthetic two-phase anorthite-quartz aggregates: preliminary results. **Oral.**
- [13] European Union of Geosciences IX. Strasbourg, Avril 1997. Divalent Cation Diffusion in Diopside. Terra Abstracts 9, suppl. I, p. 67.
- [14] Gordon Research Conference, Rock Deformation, New London, Août 1997. Transition from Diffusion to Dislocation Creep in Synthetic Polycrystalline Anorthite and Effect of Trace Amounts of Water.
- [15] Experimental Mineralogy, Petrology and Geochemistry VII. Orleans, Avril 1998. Creep of partially molten polycrystalline labradorite in the presence of wetting melt. Terra Abstracts I, vol. 10, p. 12. **Oral.**
- [16] Experimental Mineralogy, Petrology and Geochemistry VII. Orleans, Avril 1998. (Fe,Mn)-(Mg,Ca) interdiffusion in diopside single crystals. Terra Abstracts I, vol. 10, p. 12, 1998.
- [17] International Conference on Deformation Mechanisms, Rheology and Microstructures, Neustadt, Mars 1999, High Temperature Creep of Synthetic Anorthite-Diopside Aggregates.
- [18] Experimental Mineralogy, Petrology and Geochemistry VIII. Bergamo, Avril 2000. Creep of Anorthite-Diopside Aggregates. Journal of Conference Abstracts, Vol 5, N° 1, p. 28, April 2000. **Oral.**
- [19] International Conference on Deformation Mechanisms in Nature and Experiments. Utrecht, Hollande, Avril 2001, Rheology of wet and dry Anorthite-Diopside Aggregates.
- [20] American Geosciences Union. Fall Meeting 2001. AGU Trans. 82 (47), F1138. Rheology of anorthite-diopside aggregates. **Oral.**
- [21] European Geoscience Union, Vienne, April 2005, Newtonian flow of anorthite-diopside aggregates. **Oral.**
- [22] Ductile Fracture of Synthetic Anorthite Aggregates Deformed to Large Strain in Torsion. Rybacki E., Dimanov A., Dresen G. **Oral.** Deformation Rheology Tectonics 2005, Zurich (SUISSE).
- [23] Newtonian flow of synthetic anorthite-diopside aggregates par Dimanov A., Rybacki E., Wirth R., Dresen G., **Oral.** European Geosciences Union 2005, Vienne (AUTRICHE).
- [24] High temperature and high strain deformation of anorthite-diopside aggregates: contrasting rheological and microstructural data par Dimanov, A.; Rybacki, E.; Wirth, R.; Dresen, G. **Oral** European Geosciences Union, 2 – 7, avril 2006. Vienne (AUTRICHE).
- [25] Anisotropic permeability evolution of sandstones with pressure. N. Gland, J. Dautriat, A. Dimanov and O. Vizika-Kavvadias. **Oral.** Gordon Conference 2006: Flow and transport in porous media, 31 juillet – 4 août 2006. Andover, New Hampshire (ETATS UNIS).
- [26] High-strain plastic deformation and ductile failure of anorthite-diopside aggregates. Dimanov, A.; Rybacki, E.; Wirth, R.; Dresen, G. AGU 2006, San Francisco (Etats-Unis).
- [27] Anisotropic permeabilities evolution of reservoir rocks under pressure. Dautriat, J., Gland, N., Dimanov, A., Vizika, O., AGU 2006, San Francisco (Etats-Unis).
- [28] Stress dependent permeabilities of sandstones: anisotropic response and end effects. N. Gland, J. Dautriat, A. Dimanov. EGU 2007, Vienne (Autriche). **Oral.**
- [29] Anisotropic permeabilities evolution of reservoir rocks under pressure. J. Dautriat, N. Gland, A. Dimanov, J. Raphanel. Symposium Fluid assisted rock deformation and tectonics, in honour of Florian Lehner. 2007, Paris (FRANCE).

- [30] Dimanov, A. E. Rybacki, G. Dresen, R. Wirth, J. Raphanel. High Temperature Torsion Deformation of two-phase silicate aggregates. Shear 7, 4-7 Sept. Nancy. International Symposium on shear behaviour and mechanisms in materials plasticity.
- [31] Euroconference of rock physics and geomechanics. Natural hazards: thermo-hydro-mechanical processes in rocks. Sept. Sicile, Italie. Anisotropic permeability evolution of reservoir rocks under pressure. J. Dautriat, N. Gland, A. Dimanov, J. Raphanel.
- [32] Euroconference of rock physics and geomechanics. Natural hazards: thermo-hydro-mechanical processes in rocks. Sept. Sicile, Italie. Modelisation of the shear deformation of two-phase silicate aggregates, taking into account the deformation mechanisms of the constituents. J. Raphanel, A. Dimanov, E. Rybacki, G. Dresen.
- [33] Identification and modeling of deformation mechanisms in two phase silicate aggregates subjected to large shear. 2008. **Oral**. J. Raphanel, A. Dimanov, J. Crépin, E. Rybacki, G. Dresen. European Geosciences Union 2008, Vienne (Autriche).
- [34] Investigation of permeability anisotropy evolution of stressed reservoir. J. Dautriat, N. Gland, A. Dimanov and J. Raphanel. 2008. **Oral**. European Geosciences Union 2008, Vienne (Autriche).
- [35] Post-mortem and in-situ imaging analysis of micro-mechanisms responsible for the evolution of petrophysical properties under deviatoric stresses/ M. Bornert, J. Dautriat, N. Gland, A. Dimanov and J. Raphanel. 2008. **Oral**. European Geosciences Union 2008, Vienne (Autriche);
- [36] Stress path dependency of the hydromechanical behaviour of heterogeneous limestone par Jérémie Dautriat, Nicolas Gland, Alexandre Dimanov, Jean Raphanel. Euro-conference of Rock Physics and Geomechanics, Ascona (Autriche), 2009. **Oral**.
- [37] Investigation of the Hydromechanical Behaviours of Carbonates: Contribution of In-situ Strain Field Measurement by Means of SEM and Optic Digital Image Correlation. Dautriat, J., Bornert, M., Gland, N. Dimanov, D., and Raphanel, J. **Oral**. 9èmes Journées d'Etude sur les Milieux Poreux, 2009, Orsay (FRANCE).
- [38] Finite element simulations of the deformation mechanisms of two-phase silicate aggregates subjected to large shear. J. Raphanel and A. Dimanov, European Geosciences Union 2009, Vienne (Autriche). **Oral**.
- [39] Hydromechanical behavior of Estailades carbonate : directional permeability, stress–path and microstructural heterogeneity effects, yield and failure envelopes. J. Dautriat, A. Dimanov, N. Gland, and J. Raphanel. **Oral**, European Geosciences Union 2009, Vienne (Autriche).
- [40] Stress Path Dependent Hydromechanical Properties of Carbonates Impact of Heterogeneities and Use of Effective Medium Theory for Critical State Scaling. N.F. Gland, J. Dautriat, O. Vizika, J.L. Raphanel, A. Dimanov. **Oral**. International Petroleum Technology Conference, 2009, Doha (Qatar).
- [41] Deformation mechanisms in synthetic halite samples: observations and full field measurements in a scanning electron microscope and comparison with crystalline plasticity computations. Bourcier, M. Bornert, A. Dimanov, J.L. Raphanel, 2010, EGU, Vienne (Autriche).
- [42] Numerical study of the deformation mechanisms of two-phase silicate aggregates subjected to large shear: interaction between inclusions and identification of the activation of different mechanisms. J. Raphanel and A. Dimanov 2010, **Oral** , EGU, Vienne (Autriche).
- [43] Viscoplastic behaviour of halite, a micro-mechanical approach. Bourcier, M., Dimanov, A., Bornert, M., Héripré, E., Raphanel, J., **Oral**, 2010, Elle Workshop, Tübingen (Allemagne).
- [44] Multi-scale viscoplastic behaviour of Halite: In-situ SEM full field measurements, a micro–mechanical approach. 2010, Bourcier, M., Dimanov, A., Héripré, E., Bornert, M., Raphanel, J. **Oral**, EMPG XIII, Toulouse.
- [45] High temperature rheology of partially molten plagioclase: effects of melt topology and chemistry. Dimanov, A., Huang, J., Wirth, R., Dresen, G. 2010, **Oral**, EMPG XIII, Toulouse.
- [46] High temperature rheology of heterogeneous gabbroic assemblages at large shear strain and numerical approaches of local deformation mechanisms and interactions. Dimanov, A., Raphanel, J., Rybacki, E., Dresen, G., EMPG XIII, Toulouse.
- [47] Comportement viscoplastique multi-échelle du Sel Gemme, applications aux cavités de stockage géologique. Bourcier, M., Dimanov, A., Bornert, M., Héripré, E., Ludwig, W., Raphanel, J., Mecamat 2010, Aussois. **Oral**.
- [48] Viscoplastic behaviour of halite, a micro-mechanical approach. Bourcier, M., Dimanov, A., Bornert, M., Héripré, E., Raphanel, J., 2010, **Oral**. Workshop of Experimental Rock Mechanics and Rock Physics.
- [49] Viscoplastic behavior of synthetic salt : In-situ SEM full field measurement, a micromechanical approach. BOURCIER, M., DIMANOV, A., HÉRIPRÉ, E., Bornert, M., Ludwig, W. Raphanel, Jean L. (2011) A Workshop on Alpine Evaporites and Tectonomechanics Colloquium. **Oral**. Saltzbourg (Autriche).
- [50] Etude expérimentale du comportement viscoplastique d'un polycristal de sel-gemme synthétique. 2011. Bourcier, M., Dimanov, A., Héripré, E., Bornert, M., Raphanel, J., Ludwig, W. Congrès Français de Mécanique. **Oral**. Besançon.
- [51] Viscoplastic behavior of synthetic salt: In-situ SEM full field measurement, a micromechanical approach. 2011. Mathieu Bourcier, Alexandre Dimanov, Eva Héripré, Michel Bornert, Wolfgang Ludwig, and Jean Raphanel, **Oral**. Vienne (Autriche).
- [52] Effect of microstructure and temperature on the plastic deformation mechanisms in synthetic alite: a micromechanical approach. BOURCIER, M., DIMANOV, A., HÉRIPRÉ, E., Bornert, M. W. Raphanel, Jean L., EGU General Assembly, Vienne (Autriche), 2011.
- [53] Experimental investigation of structures and rheology on halite single-crystals: In-situ approach. Picard, D.; Dimanov, A.; Raphanel, J., EGU General Assembly, Vienne (Autriche), 2011.

- [54] Viscoplastic behavior of synthetic salt: In-situ SEM full field measurement, a micromechanical approach. Mathieu Bourcier, Alexandre Dimanov, Eva Héripré, Michel Bornert, Wolfgang Ludwig, and Jean Raphanel, **Oral**, EGU General Assembly, Vienne (Autriche), 2011
- [55] Digital Image Correlation and Finite Element Simulations Applied to the Analysis of the Mechanisms of Plastic Deformation of Synthetic Halite. Raphanel, J.; Bourcier, M.; Dimanov, A.; Héripré, E.; Bornert, M., EGU General Assembly, Vienne (Autriche), 2011
- [56] Digital Image Correlation and Finite Element Simulations Applied to the Analysis of the Mechanisms of Plastic Deformation of Synthetic Halite. Raphanel, J.; Bourcier, M.; Dimanov, A.; Héripré, E.; Bornert, M., **Oral**, Plasticity, Porto Rico, 2011.
- [57] Euroconference Rock mechanics, 2011, Trondheim (Norvège), Mechanisms of plastic deformation of synthetic halite polycrystals : experimental and computational approaches. Bourcier M., A. Dimanov , E. Héripré, M. Bornert, W. Ludwig, B. Charrier and J. L. Raphanel. **Oral**.
- [58] GDR MEGE : Atelier Mécanique et Géosciences. ENS, Paris (FRANCE) Comportement viscoplastique multi-échelles du sel gemme: mesures de champs in-situ et modélisation EF par BOURCIER, M., DIMANOV, A., HÉRIPRÉ, E., Bornert, M., Ludwig, W. Raphanel, Jean L. **Oral**.
- [59] Bourcier, M.; Dimanov, A.; Héripré, E.; Bornert, M. and Raphanel, J. Effect of microstructure and temperature on the plastic deformation mechanisms in synthetic alite: a micromechanical approach. EGU General Assembly 2012, held 22-27 April, 2012 in Vienna, Austria., p.9327.
- [60] Picard, D.; Dimanov, A.; Raphanel, J. Experimental investigation of structures and rheology on halite single-crystals: In-situ approach. EGU General Assembly 2012, held 22-27 April, 2012 in Vienna, Austria., p.2250
- [61] Raphanel, J.; Bourcier, M.; Dimanov, A.; Héripré, E.; Bornert, M. Digital Image Correlation and Finite Element Simulations Applied to the Analysis of the Mechanisms of Plastic Deformation of Synthetic Halite. EGU General Assembly 2012, held 22-27 April, 2012 in Vienna, Austria., p.9408
- [62] Zinsmeister, L. Dautriat, J. Raphanel, J., Dimanov, A., Bornert and N. Gland. Evolution of flow properties in homogeneously altered limestone. EGU General Assembly 2012, held 22-27 April, 2012 in Vienna, Austria., p.6065.
- [63] Dimanov, Alexandre; Bourcier, Mathieu; Héripré, Eva; Bornert, Michel; Raphanel, Jean. Ductile deformation mechanisms of synthetic halite: a full field measurement approach., EGU, 2013. **Oral**
- [64] Louis Zinsmeister, Jérémie Dautriat, Alexandre Dimanov, Jean Raphanel, and Michel Bornert Application of 2D and 3D Digital Image Correlation on CO2-like altered carbonate., EGU 2013. **Oral**
- [65] Louis Zinsmeister, Jérémie Dautriat, Alexandre Dimanov, Michel Bornert and Jean Raphanel. Hydromechanical investigation on a CO2-like altered carbonate: a multiscale and 3D DIC approach., Tectonomechanics 2013, Paris.
- [66] J. L. Raphanel, M. Bourcier, A. Dimanov , E. Héripré, M. Bornert. Deformation of synthetic halite polycrystals at different temperatures: experimental identification of mechanisms and numerical simulations. , Plasticity, Bahamas, 2013.
- [67] David Picard, A. Dimanov, J.L. Raphanel. Experimental investigation of the plastic behaviour of halite single-crystals: In-situ approach, Plasticité, Paris, 2013.
- [68] Bourcier, M., Dimanov, A, Raphanel, J., Bornert, M., Héripré, E. Viscoplastic deformation of NaCl polycrystals at room and high temperature: strain field measurements, identification of mechanisms and numerical simulations, , Plasticité, Paris, 2013.
- [69] Gaye, A Dimanov, A; Raphanel, J.; Bourcier, M.; Héripré, E.; Bornert, M. Photomechanics. 2014, United Kingdom. **Oral**
- [70] Gaye, A Dimanov, A; Raphanel, J.; Bourcier, M.; Héripré, E.; Bornert, M. ARMA. 2014, Mineapolis, United States. **Oral**
- [71] J. L. Raphanel, M. Bourcier, A. Dimanov , E. Héripré, M. Bornert. Deformation of synthetic halite polycrystals at different temperatures: experimental identification of mechanisms and numerical simulations. , Plasticity, Jamaïque, 2014.
- [72] Dimanov, A; Raphanel, J.; Gaye, A.; Bourcier, M.; Héripré, E.; Bornert, M. EGU General Assembly 2015, Vienna, Austria. **Oral**

#### **Articles soumis à des revues internationales de rang A**

Vigano, N., Ludwig, W. et al., 2015. Three-dimensional full-Field X-ray orientation microscopy, Submitted.

#### **Articles en préparation, à soumettre à des revues internationales de rang A**

Dimanov, A., Rybacki, E. and Dresen, G., High temperature flow and ductile failure of twisted anorthite-diopside aggregates: the roles of heterogeneity, local deformation mechanisms and strain. To be submitted to J. Geophys. Res.

Dimanov, A., E. Rybacki, R. Wirth and G. Dresen, Diffusional and dislocation creep of synthetic and natural polycrystalline labradorite plagioclase. To be Submitted to J. Geophys. Res.

Dimanov, A., Effects of melt chemistry on diffusion creep of partially molten plagioclase I: Uniaxial anhydrous conditions. To be Submitted to J. Geophys. Res.

Dimanov, A., Effects of melt chemistry on diffusion creep of partially molten plagioclase II: Triaxial hydrous conditions. To be Submitted to J. Geophys. Res.

#### **Encadrement, codirection doctorale :**

Thèse de Xiaohui Xiao : High temperature deformation of anorthite-quartz aggregates. 1996 (Dir. Prof. G. Dresen, GFZ-Potsdam, encadrement à 50%).

Thèse de Ludger Offerhaus : High temperature deformation of albite aggregates. 1997 (Dir. Prof. G. Dresen, GFZ-Potsdam, encadrement à 50%).

Thèse de Jianguo Huang : High temperature rheology of partially molten labradorite. 1999 (Dir. Prof. G. Dresen, GFZ-Potsdam, encadrement à 50%).

Thèse de Jérémie Dautriat : Comportement d'écoulement dans les roches réservoir sous contraintes. 2005 (Dir. J. Raphanel, LMS, Ecole Polytechnique, codirection à 35%).

Thèse de Mathieu Bourcier : Comportement viscoplastique multi-échelles du sel gemme. 2009, (Dir. J. Raphanel, LMS, Ecole Polytechnique, codirection à 75%).

Thèse de Louis Zinsmeister : Comportement hydromécanique de carbonates altérés 2010, (Dir. J. Raphanel, LMS, Ecole Polytechnique, codirection à 35%).

Thèse de Ababacar Gaye : Quantification du glissement aux joints de grains dans la Halite et mesures de champs 3D. 2011-2014 (Dir. K. Sab et M. Bornert, Navier, Ecole des Ponts, codirection à 35%).

Post doc de l'Ecole Polytechnique: Martine Dubé, 2008 (25%).

Post doc de l'Ecole Polytechnique: David Picard, 2011 - 2014 (100%).

Master II : 1997, Juliette Forneris, DEA Géosciences, Université Montpellier II (50%).

Master II, 2010: Mahmoud Jarkas, Master Magis (50%).

Master I: 2001, Ruth Prelitz, GFZ (100%).

Classes Prépa, 2009: Alice Henneguy et Nicolas Ballu, Stage commun TIPE

Master I: 2010, Benjamin Charrier, master Energie Nucléaire, INSTN (100%).

Master I: 2012, Jawad Amokhtari, master Energie Nucléaire, INSTN (100%).

Master I: 2012, Turgüt Yildirim, master Energie Nucléaire, INSTN (100%).

Ingénieur X-Université Novosibirsk, 2008 (Projet de Recherche en Laboratoire) Ana Artemova (50%).

Ingénieur X-2009: 2012 (Projet de Recherche en Laboratoire) Alexandra Cosserson (100%).

Ingénieur X-2010: 2013 (Projet de Recherche en Laboratoire) Morgane Barthod (100%).

Ingénieur X-2010: 2013 (Projet de Recherche en Laboratoire) Michel Streck (100%).

Ingénieur X-2010: 2013 (Projet de Recherche en Laboratoire) Pierre Bérolatti (35%).

Ingénieur X-2010: 2013 (Projet de Recherche en Laboratoire) Pierre Emmanuel Sentis (50%).

#### **Enseignement (vacations) :**

Moniteur de physique, Cergy Pontoise : 1992-1995 : temps complet

TD, plasticité et diffusion, 2eme cycle, Université de Potsdam : remplacements

TP, mécanique-matériaux, 2eme cycle, Ecole Polytechnique : 2012 : 1.5h

TP, mécanique-matériaux, 2eme cycle, Ecole Polytechnique : 2013 : 4.5h

#### **Administration :**

Membre du Conseil de Laboratoire (nommé, puis élu) 2004-2005

Membre du Conseil de Laboratoire (élu) 2005-2007

Responsable de l'équipe Matériaux Géologiques 2006-2007

Membre du Conseil de Laboratoire (élu) 2004-2007

Co-responsable de l'équipe EM3 : Expérimentation et Modélisation Multi-échelle des Matériaux, 2008-2009

Membre du Comité de Département Mécanique de l'Ecole Polytechnique, 2009-2013

Responsable de l'équipe Géomatériaux 2009-actuel

Membre du Conseil de Laboratoire (élu) 2013-actuel

#### **Organisation de conférences et symposiums :**

Organisation de cession (MPRG18) "Mechanical and Fluid Transport Properties of Upper Crust Rocks", à l'European Geosciences Union, Vienne, Autriche, Avril 2005

Organisation du colloque du Groupe Français de Rhéologie (GFR 48, Palaiseau, 2008)

Organisation de la conférence internationale "Salt Mech 7" (Paris, avril 2012)

#### **Activité éditoriale, expertise, jurys de thèse :**

##### **Reviews:**

1. *Hydrogen-enhanced electrical conductivity of diopside crystals.* Z. Wang, S. Ji and G. Dresen, *JRL*, 1998.
2. *Pb diffusion in clinopyroxene.* Cherniak, D.J., *Chemical Geology*, 1998.
3. Isothermal annealing and continuous cooling experiments on synthetic orthopyroxenes. H. Schlenz, H. Kroll, M.W. Phillips. *EJM*, 2000.
4. Production of silicate thin films using pulsed laser deposition and application to studies in mineral kinetics. By R. Dohmen, H.W. Becker, E. Messner, T. Etzel and S. Chakraborty, *EJM*, 2002.
5. Rheology of liquid-solid systems: a phenomenological model. S. Ji, *EPSL*, 2004.
6. Diffusion creep modeling of fibrous pressure shadows, J. Berton et al. *Tectonophysics*. 2005.
7. Growth kinetics of enstatite reaction rims studied on nano-scale, Part I: Methodology, microscopic observations and the role of water. Milke, R., Dohmen, R., Becker, H.-W., Wirth, R. *Contrib. Mineral. Petrol.*, 2006.



8. Diffusion creep of dry, melt-free olivine, U. Faul and I. Jackson, *J. Geophys. Res.* 2006.
9. Growth kinetics of enstatite reaction rims studied on nano scale. Milke et al., *Contrib. Mineral. Petrol.* 2007.
10. Experimental deformation of olivine single crystals at mantle pressures and temperatures. Raterron, Amiguet, Chen et Cordier, *Phys. Earth and Planet. Int.* 2008.
11. Effect of heterogeneity of brittle rock on micromechanical extensile behavior during compression loading, par LAN, H., C. D. Martin, and B. Hu, *J. Geophys. Res.* 2009.
12. Effect of heterogeneity of brittle rock on micromechanical extensile behavior during compression loading. H. Lan, C. D. Martin, B. Hu, *JGR*, 2009.
13. Mechanical and microstructural development of Carrara marble with pre-existing strain variation, Rolf H.C. Bruijn, Karsten Kunze, David Mainprice, Luigi Burlini, *Tectonophysics.* 2010
14. Superplasticity and ductile fracture of synthetic feldspar deformed to large strain by E. Rybacki, R. Wirth and G. Dresen, *JGR*, 2010.
15. Argon broad ion beam tomography in cryogenic scanning electron microscope, by G. Desbois et al., *Journal of Microscopy*, 2012.
16. The distribution of fluids in natural rock salt: the key for understanding the interplay between deformation mechanisms, by G. Desbois, J.L. Urai, & J. Schmatz., *Salt Mech VII*, 2012.
17. The compaction behaviour of salt backfill at low porosities, by K.-P. Kröhn, C.-L. Zhang and J. Wolf, D. Stührenberg, M. Jobmann, L. von Borstel, C. Lerch, *Salt Mech VII*, 2012.
18. Effect of confining pressure on plastic flow of salt at temperature 125°C: Evidence for the mechanism controlling dislocation creep, by N. Muhammad, C. J. Spiers, C. J. Peach, J.H.P. De Bresser, *Salt Mech VII*, 2012.
19. A new method to evaluate salt rheology during long-term creep by inversion of numerical models of gravitational sinking of anhydrite inclusions (stringers) in salt, by S. Li, F. Strozzyk, S. Abe, H. van Gent, P.A. Kukl, J.L. Urai, *Salt Mech VII*, 2012.
20. Effect of sylvite content on mechanical properties of potash, by Mellegard, K.D., L.A. Roberts & G.D. Callahan, *Salt Mech VII*, 2012.
21. Comparison of internal structure and geomechanical properties in horizontally layered Zechstein rock salt, by P. Wilkosz, S. Burliga and L. Grzybowski, *Salt Mech VII*, 2012.
22. Injection of sodium silicate solutions into rock salt – long-term behaviour during the contact with brines, by L.E. von Borstel & H.-J. Engelhardt, *Salt Mech VII*, 2012.
23. Application of a new modelling approach to simulate mechanical deterioration of rock salt at grain size level, by C. Müller, C. Lerch, K. Otparlik, H. Konietzky, *Salt Mech VII*, 2012.
24. A numerical method for salt cavity dissolution, by H. Luo, M. Quintard, G. Debenest, *Salt Mech VII*, 2012.
25. Measurements of humidity-enhanced creep in salt and potash mines: proving the Joffe effect, by L.L. Van Sambeek, *Salt Mech VII*, 2012.
26. Electrical conductivity of K-feldspar and its geophysical implications for the Earth's crust. Li, Heping; Dai, Lidong; Hu, Haiying; Shan, Shuangming; Zhu, Chengming; Jiang, Jianjun; Hui, Keshi. *Geophysical Journal International*, 2013.
27. G. Desbois et al., Nm-scale pore fluid distribution and drying damage in preserved clay cores from Belgium clay formations inferred by BIB-cryo-SEM, *Eng. Geology*, 2013.

#### **Jury de Thèse :**

Examinateur de jury de thèse, 2005: Fluage et endommagement des roches argileuses: évolution de la microstructure et modélisation phénoménologique. G. Fabre, L3S, Grenoble.

Examinateur de jury de thèse, 2005 : Contribution à l'étude du transfert en solution. M. Rakotoniriana, LMS, Palaiseau.

Examinateur de jury de thèse de David Picard, "Déformation HP-HT des magmas siliceux", ISTO, Orléans. 2009

Examinateur de jury de thèse de Julien Gasc, "Réactions métamorphiques et transformations de phases: mesures in-situ du rôle de l'eau sur les cinétiques et de la sismicité induite", ENS-Paris, 2010.

#### **Expertise :**

Evaluation de projets de recherche: Strength and rheological evolution of the lower continental crust, déposés par Prof. H. Stunitz au Norwegian Research Council., 2010 et 2012

#### **Contrats de financement :**

DyEti 2005 : 4 k€

Thèse CIFRE en partenariat avec l'IFP (Département Ingénierie des Réservoirs): Perméabilité de roches réservoirs sous contraintes anisotropes. Doctorant Jérémie Dautriat. Etude intitulée "Relations porosité-perméabilité sous contraintes anisotropes" menée dans le cadre d'un CIFRE. Date de signature : 01/02/2006. Env. 150 k€

Chaire Energies Durables (EDF) 2009, Thèse (3 ans) et Post-doc (2 ans) : env. 240 k€.

Thèse CIFRE en partenariat avec l'IFP (Département Ingénierie des Réservoirs), 2010, Etudes expérimentales et numériques de l'évolution de la perméabilité de roches réservoirs sous chargement thermo-hydro-chemo-mécanique. Doctorant : Louis Zinsmeister. . Env. 150 k€

Programme National de Planétologie, 2010 : Fluage à long terme sous faible contrainte : 6 k€.

ANR blanc MicroNaSel, 2010-14 : caractérisation 2D et 3D de champs complets dans le sel gemme. Env. 240 k€.

GDR Needs-Mipor 2012 et 2013: Caractérisation 2D des champs mécaniques dans les argilites synthétiques sous chargement hydrique. 40 k€.

Appels à projets ESRF/Soleil (2010 -2014) : 3 appels à projets totalisant deux semaines de faisceau.

Contrat de faisabilité, 2012-2013 Géoservice (filiale Schlumberger) : Modélisation de l'interaction outil-roche : 60 k€

Contrat de faisabilité avec Saint Gobain, 2014 : caractérisation du glissement aux interfaces dans des nano-céramiques à base d'alumine sol-gel: 47 k€.

ANDRA : comportement multi-échelle par mesures de champs 2D et 3D et fluage à long terme des argilites de Bure.

Chaire Energies Durables (EDF) 2015 : Thèse (3 ans) : Expérimentation multi-échelle et modélisation du glissement aux joints de grains à haute température dans les aciers et superalliages base Ni.

#### **Appels d'offres publics grands équipements :**

Acquisition d'un dispositif de micro-lithographie électronique sur MEB (Rait) : env. 65 kEu.  
Acquisition d'un dispositif de polissage ionique (Gatan) : env. 95 kEu.

**Laboratoires de collaborations :**

UMET, UMR 8207 (Programme National de Planétologie)

Mateis, Insa-Lyon, Mateis, UMR 5510 (ANR 2010 MicroNaSel)

Laboratoire Navier, Ecole des Ponts, Laboratoire Navier, UMR 8205 (ANR 2010 MicroNaSel, Needs- MIPOR 2012, 2013)

CdM, UMR 7633 (ANR 2010 MicroNaSel)

ISTO, UMR6113 (hors cadre, Synthèse de roches grés calcaires)

IFPen (Département Ingénierie des Réservoirs) : 2 thèses CIFRE

ENS, Laboratoire de Géologie (hors cadre : essais in-situ MEB de déformation du gypse, émissions acoustiques sous contrainte et Projet d'étude Géothermie, ADEME)

GeoForschungsZentrum (Projectbereich 3.2. Deformation und Rheologie, Allemagne): (hors cadre, High temperature torsion deformation of homogeneous and heterogeneous two phase silicates. Localisation and ductile failure.)

Endogene Dynamik, RWTH-Aachen (préparations d'échantillons par faisceau ionique dé-focalisé, essais in-situ MEB environnemental, hors cadre).

Institut de Minéralogie, de physique des matériaux et de cosmochimie (Muséum d'Histoire Naturelle de Paris) : hors cadre, caractérisation des microstructures des carbonado par EBSD.

## Avant-propos

Le physicien nucléaire expérimentateur Louis Leprince-Ringuet a dit qu' « il y a ceux qui savent tout de rien et ceux qui savent un rien de tout ». Je fais partie de la deuxième catégorie, car j'ai toujours considéré la spécialisation comme entachée d'un risque d'enfermement dans les certitudes rassurantes « main stream » d'une discipline. Se situer aux interfaces entre différentes disciplines (la physique et la physico-chimie du solide, la mécanique des matériaux et la géologie), comme d'ailleurs entre différents matériaux, est selon moi bien plus fertile. Bien entendu, comme l'exprime Leprince-Ringuet, l'interdisciplinarité privilégie une sorte de vernis de connaissances, étendues donc superficielles. Néanmoins, c'est un choix assumé, car la richesse et les nuances de points de vue de la pluridisciplinarité favorisent la réflexion, le recul nécessaire notamment vis à vis d'une discipline naturaliste comme la géologie. Leprince-Ringuet a prétendu aussi qu'il ne comprenait rien à la théorie. En toute modestie, moi non plus. Or, la théorie repose sur des modèles simplificateurs, soit des représentations mathématiques (partiales) d'observations (partielles), dont les variables et paramètres ne sont justifiés voir validés que par des observations complémentaires réalisées dans des conditions comparables. En d'autres termes, la théorie ne peut faire l'économie de l'observation, et donc de l'expérimentation. Je me consacre à cette dernière, la considérant comme particulièrement indispensable dans le domaine des sciences naturelles.

Mon parcours s'est donc depuis le départ inscrit sous le signe de l'« interdisciplinarité ». De formation universitaire en physique fondamentale (Orsay, Paris XI), j'ai dévié vers un DEA de Géophysique et Géodynamique, pour déboucher sur une thèse en physico-chimie du minéral et en pétrologie expérimentale, thèse codirigée par *Olivier Jaoul* et *Violaine Sautter*. Ce parcours non linéaire n'est ni totalement erratique, ni totalement calculé non plus. Dès le départ le Professeur *Luc Valentin* (responsable du DEA de physique nucléaire d'Orsay) m'a signifié qu'il était inutile que j'entreprenne un DEA en physique nucléaire en raison d'un retard acquis en début de parcours dans l'enseignement supérieur. Particules et Astrophysique (en option) étant mes matières de prédilection j'envisageai alors un DEA de Gaz et Plasmas. On m'a signalé alors que les débouchés dans le monde académique en astrophysique étaient rares et qu'il serait préférable que je m'oriente sur le traitement de surfaces par plasma des pare-chocs de Renault. A cette époque j'eus l'impression qu'on me proposait un troc de dupes : la lumière des astres contre la grisaille de l'usine. De telles mises en garde de la part de nos pères me semblent à postériori tout à fait légitimes. Je décidais donc de m'éloigner encore un peu plus de ma route initiale, en postulant pour le DEA de Géophysique et Géodynamique Interne. Ce dernier comportait en effet un module planétologie me permettant de me rapprocher de mes aspirations initiales. Relativement ignorant en géologie (la tectonique des plaques était pour moi un concept assez vague), je fus rapidement séduit par les escapades de terrain initiatiques, par la minéralogie et la tectonophysique. Bien sûr, mes origines de physicien ont naturellement influencé mon tropisme pour *Olivier Jaoul*, qui enseignait la physique du minéral, la diffusion à l'état solide et la plasticité. En résumé c'est bien accidentellement que je me suis retrouvé à l'interface entre la physicochimie du minéral, la plasticité et la diffusion atomique à haute température et la géologie, sans avoir eu de formation de fond ni en mécanique des matériaux, ni en géologie.

Je réalisais rapidement que l'approche interdisciplinaire pouvait m'ouvrir d'autres horizons. Après ma thèse avec *Olivier Jaoul* (physicien) et *Violaine Sautter* (géologue) j'ai alors débuté une carrière à l'étranger (8 ans), dans le laboratoire de *Georg Dresen* (géologue structuraliste et mécanicien des roches) au GFZ-Potsdam. Par la suite le hasard des rencontres avec des chercheurs aux penchants comparables (*Yves Leroy*, mécanicien des solides à tendances géologiques) j'ai eu un poste de chercheur CNRS au sein du Laboratoire de Mécanique des Solides de l'Ecole Polytechnique, à Palaiseau. Je revenais ainsi non loin de mon Université d'origine à côté du Laboratoire des Solides Irradiés, dont faisait partie le président de mon Jury de thèse (*Vasilis Pontikis*). Je retrouvais aussi *Thierry Breteau*, physicien, qui avant de se joindre au LMS avait failli de peu intégrer le Laboratoire d'*Olivier Jaoul*. Notre monde est vraiment petit...

Mon poste au CNRS a été spécifiquement ouvert aux confins entre la mécanique des matériaux (département d'Ingénierie) et la géologie (département des sciences de l'Univers). Je dois avouer avec le recul que ce type de posture n'est pas des plus confortables. Les complications dans les échanges avec les collègues, sont tout d'abord d'ordre sémantique. Je me souviens par l'exemple d'un quiproquo entre *Violaine Sautter*, ayant intégré le laboratoire de physique du solide dirigé par *Olivier Jaoul* pour y mettre en œuvre des expériences de cinétique interminérales afin de contraindre les taux de refroidissement des roches, autour du symbole (TF) : elle y voyait une température de fusion, et lui, pensait transformée de Fourier. Au-delà des problèmes de langage on est en fait confronté à des divergences de fond sur la façon d'aborder une problématique, sur les différences de procédures liées à la nature même des outils utilisés et enfin sur les buts spécifiques à chaque discipline. Concrètement après une carrière à l'international qui commençait à porter ses fruits, j'ai dû reprendre « à zéro », efforts difficilement imaginables de la part de collègues cantonnés dans une seule et même discipline. Il m'aura fallu quatre à cinq années pour retrouver une visibilité et reprendre doucement la pente ascendante de ma carrière. Ce parcours en dents de scie se lit clairement dans l'évolution de mon index de citation avec un vide notoire lors de ma prise de fonction au LMS signalant ma « disparition » des radars des Sciences de la Terre. Récemment, *Greg Hirth*, que je retrouvais après une dizaine d'années me disait avoir pensé à l'époque: « what happened to Alex ? ». Il m'aura aussi fallu tout ce temps pour convaincre mes nouveaux collègues que nous pouvions travailler ensemble, et qu'au-delà des problèmes sémantiques, nous avons des choses à apprendre les uns des autres. Lors de cette période un peu difficile, j'ai bénéficié du soutien de deux collègues. D'abord *Jean Raphanel*, qui avec *Yves Leroy* avait déjà accompli une volte-face depuis la mécanique « pure » vers la géologie, que je remercie profondément, car sans lui le « greffon » n'aurait probablement pas pris. Puis, *Michel Bornert*, qui plus tard m'avouait n'avoir jamais bien compris à ce moment-là pourquoi je rejoignais une équipe dite de « géomécanique », essentiellement intéressée par le comportement macroscopique supposé homogène (et pour laquelle observer au microscope relavait de la chimie), alors que je parlais comme lui d'hétérogénéités, de microstructures et de dislocations. Par ailleurs, mon recrutement en Section I3 avait suscité une vague de scepticisme quant à la réussite de mon intégration au LMS. Au final je pense avoir rempli la mission pour laquelle cette section m'avait sélectionné, d'une part par défi, mais aussi parce ce que ce type de posture « à la limite de l'équilibre » est extrêmement stimulante donc fertile.

Le travail que je présente dans ce mémoire un peu tardivement dans ma carrière, n'en est que plus délicat, car la pluridisciplinarité m'a imposé de suivre en parallèle différentes voies : la rhéologie et la diffusion atomique des roches profondes, la poromécanique, le transport hydraulique des roches de surface. Il a fallu faire des choix. Le présent mémoire couvre une quinzaine d'années de recherches en déformation à haute température de roches silicatées basiques de type gabbro, mais aussi de matériaux analogues (NaCl), afin de caractériser la rhéologie des zones de cisaillement de la croûte inférieure. Ces années se sont découpées en deux temps. La première période couvre mes activités de Post-doc et de chercheur permanent (1996 – 2003) au sein du groupe du Professeur *Georg Dresen*, (Deformation und Rheologie, GeoForschungsZentrum Potsdam, Allemagne). La deuxième période court depuis mon recrutement par le CNRS (INSU, section I3, devenue I8 depuis lors) en 2003 en tant que Chargé de Recherches dans le Laboratoire de Mécanique des Solides (Ecole Polytechnique, Palaiseau), dans les équipes Physique et Mécanique des Géomatériaux, Expérimentation et Modélisation multi-échelles, puis Géomatériaux. La première m'a permis de dessiner les grandes lignes directrices de ce qui allait dynamiser l'essentiel de ma carrière. Durant la deuxième période j'ai diversifié mes travaux à la croisée de différentes disciplines, j'ai consolidé mon projet de départ pour aboutir à ce mémoire situé à mi-chemin entre la géophysique, la physico-chimie du minéral, des roches et des matériaux polycristallins et leur comportement viscoplastique.

Alors que ce travail aborde essentiellement la rhéologie de roches silicatées, comment justifier le titre de ce mémoire ? Je dirais que le diamant (covalent, dur et résistant) et la halite (ionique, tendre et ductile) sont des extrêmes en terme de résistance mécanique du monde minéral dans son ensemble et encadrent celles des silicates. Dans la lignée de l'année 2014, année mondiale de la cristallographie, cela me permet aussi de rendre hommage à cette discipline, sans laquelle les théories de la plasticité cristalline

et la déformation ductile des matériaux cristallins n'existeraient pas. Le diamant et le sel sont en effet les premières structures cristallographiques révélées par diffraction X par les Bragg père et fils en début du siècle dernier.

Mes travaux (essentiellement expérimentaux) ont surtout consisté à combler les lacunes existantes en rhéologie des roches et des minéraux à haute température, mais aussi à revenir sur certains paradigmes, notamment celui de la présumée faiblesse mécanique de la croûte profonde, ou celui de l'indépendance entre les différents mécanismes de déformation ductile. A dire vrai, ces questions ont déjà été maintes fois abordées et les paradigmes maintes fois remis en question. Au fond, mon travail se justifie en paraphrasant la citation d'André Gide : « tout a déjà été dit, mais comme personne n'écoute, il faut sans cesse recommencer ».

Avant de clore cet avant-propos, je remercie chaleureusement les membres du Jury pour la confiance accordée en acceptant de juger mon travail et pour leur patience à lire ce manuscrit.

*Je dédie ce travail à ma famille : mes mère Snějina (Ingénieure Chimiste, qui m'a donné le goût des sciences), mon père Luben (Graphiste, Graveur et Peintre, qui m'a initié aux arts graphiques), mes grands-parents Petar et Sophka Dimanov et Nedeltcho et Mama Pepi Nicolov, mes frères Iskrin et Pavel, ma sœur Decislava, mes cousines Ivaïla et Miléna, mes enfants Tommy, Isaura et Even.*

*Mes remerciements vont ensuite à tous ceux qui m'ont accueilli, m'ont enseigné et m'ont ouvert des portes (mais aussi à certains qui m'en ont fermé, me forçant à rentrer par des fenêtres), à ceux auxquels j'ai eu l'honneur d'enseigner un petit quelque chose, et enfin à tous mes amis et à ceux qui ont partagé à un moment ou à un autre ma route, car au fond, ils ont tous contribué à faire de moi ce que je suis aujourd'hui.*

*Enfin, en plagiant Alexandre Dumas (père) qui faisait dire à son personnage « il y a une femme dans toutes les affaires, ... cherchez la femme ! », je dis que derrière ce que je suis devenu il y a Une Femme : Fabienne, moteur essentiel de ma construction, point d'équilibre instable et pivot central de l'articulation de ma vie. Merci !*

## Résumé

### Résumé concis

L'essentiel de mes travaux concerne le comportement ductile à haute température des roches silicatées de la lithosphère, avec une attention particulière sur les relations entre les mécanismes de fluage, de diffusion des espèces constitutives et de l'environnement physico-chimique. J'ai débuté ces recherches vers la fin des années quatre-vingt-dix, époque à laquelle les modélisateurs en géodynamique utilisaient déjà couramment le concept de profil de résistance mécanique de la lithosphère, profil établi sur la base de données expérimentales de résistance mécanique et de comportement rhéologique des roches avec la profondeur. Ce concept, introduit à la fin des années soixante-dix, a été largement popularisé dans les années quatre-vingt, et a eu un formidable essor dans les années quatre-vingt-dix grâce à la montée en puissance du calcul numérique. Mais à cette époque les études expérimentales sur les lois constitutives du comportement mécanique des matériaux (minéraux et roches) concernaient exclusivement le manteau lithosphérique (olivine, orthopyroxène, dunité, périclote) et la croûte supérieure et intermédiaire (calcite, quartz, feldspath). Par contre les données sur les roches mafiques type gabbro de la croûte inférieure c'est à dire sur des silicates tels que les clinopyroxène et les plagioclase étaient encore très limitées. De fait, par manque de données pertinentes, la modélisation la plus courante assimilait le comportement de l'ensemble de la croûte terrestre, y compris inférieure, à celui du quartz. Or, d'après les calculs basés sur les lois de comportement du quartz la croûte inférieure apparaissait comme une zone de faiblesse mécanique, prise entre « le marteau » du manteau ductile-résistant et « l'enclume » fragile-résistante de la croûte supérieure. C'est de cette image simplificatrice basée sur l'utilisation de données inappropriées, qu'est né le modèle de la lithosphère continentale, assimilée à un « sandwich à la gélatine ». Ce modèle qui prône un découplage quasi-total et universel entre manteau et croûte est devenu si populaire et si ancré dans les esprits, qu'il sert encore de référence. C'est dans le cadre du manque cruel de données adaptées à la modélisation de la résistance mécanique de la croûte inférieure mafique que je me suis intéressé à la rhéologie des roches constituées de plagioclases et de clinopyroxènes.

Concrètement, ce mémoire suit de façon quasi-chronologique le fil d'une quinzaine d'années de travaux, en introduisant progressivement les articles qui s'y réfèrent, avec à chaque fois un avant-propos et une synthèse contextualisant l'étude en question et résumant les résultats obtenus. Le plan est en trois grandes parties présentant les différentes études et mes implications dans l'encadrement de thèses qui s'y rapportent. La première partie retrace dix ans d'études expérimentales classiques sur la rhéologie et les caractéristiques microstructurales de déformation à *posteriori*. Suit une période intermédiaire, où j'approfondis l'interprétation des données expérimentales à l'aide de la simulation numérique aux éléments finis à l'échelle de la microstructure. La dernière partie concerne cinq années de travaux expérimentaux et numériques sur le comportement rhéologique du NaCl monocristallin et polycristallin. Je montre que cet apparente « régression » vers un matériau analogue est en réalité un nécessaire retour aux origines afin de comprendre les interactions entre les différents mécanismes physiques sous-jacents de l'écoulement ductile. La démarche choisie repose sur les observations *in-situ* et l'application de techniques de mesures de champs mécaniques complets 2D et 3D par corrélation d'images numériques. Suit une synthèse sur l'apport de ce « retour aux sources » et sur les développements actuels et futurs envisagés pour étendre les études multi-échelles *in-situ* aux silicates.

### Résumé détaillé

Afin de pouvoir répondre aux besoins spécifiques de la modélisation dans différents contextes géodynamiques, avec les contraintes imposées par les géologues structuralistes, je me suis intéressé à la rhéologie associée à différents mécanismes de déformation ductile. En particulier je me suis focalisé sur les mécanismes propres aux interfaces, comme le glissement aux joints de grains contrôlé par diffusion inter-granulaire, qui me semblait le moins bien documenté et donc le plus mal compris. Mes intérêts se sont progressivement élargis à des matériaux monophasés aux biphasés, puis des petites aux grandes

déformations (en cisaillement). Un aspect essentiel de ma démarche est l'utilisation de matériaux de synthèse. Cette approche peut sembler a priori limitante du point de vue de sa représentativité géologique, mais elle offre de multiples avantages. Elle permet de contrôler la composition minérale, la teneur en phases amorphes, en impuretés et en fluides, ainsi que la microstructure (morphologie, taille et distribution de taille de grains ou de phases). J'ai pu ainsi intégrer différents états de structure des interfaces, amorphes ou cristallines, sèches ou hydratées, ce qui m'a permis de mettre en avant certains mécanismes au détriment d'autres, ou bien d'étudier au contraire leurs interactions et couplages. Cette approche permet enfin une meilleure compréhension des mécanismes sous-jacents, en évitant la formulation de lois de comportement macroscopiques purement phénoménologiques, et donc, difficilement applicables par extrapolation aux conditions naturelles.

## Première Partie

En premier lieu j'ai abordé la caractérisation de paramètres clés des lois constitutives (relations entre contrainte et vitesse de déformation du point de vue du comportement macroscopique) de fluage stationnaire d'agrégats monophasés de plagioclase et de clinopyroxène en conditions de sollicitation mécanique simple (compression uniaxiale). Les travaux mettent en évidence et quantifient les effets de la microstructure, de la présence de traces d'eau et/ou de phases amorphes silicatées, avec dans ce cas un intérêt particulier porté sur leur distribution spatiale (connectivité, mouillage des joints...) et leur composition chimique. La suite concerne le comportement de matériaux monophasés de plagioclase et de clinopyroxène et de leurs mélanges biphasés (type gabbroïque) en conditions triaxiales, sollicités en compression coaxiale et en torsion (cisaillement simple). Cette étude détaille d'abord des aspects liés au comportement mécanique en relation avec la teneur et la distribution des phases minérales, en confrontant des données expérimentales et des modèles analytiques simples d'homogénéisation. Les résultats mettent en avant deux régimes d'écoulement distincts. Aux faibles contraintes et vitesses, la rhéologie est Newtonienne et fortement sensible à la taille de grains. Elle met en jeu des mécanismes d'interfaces et de transport diffusif. Aux fortes contraintes et vitesses, elle est fortement non-linéaire et indépendante de la taille de grains. Ce régime correspond à la plasticité intra-cristalline. Les deux régimes sont thermiquement activés et leurs énergies d'activation sont très sensibles à la présence de traces d'eau (0,01 – 0,5 % poids).

Phénoménologiquement, ces régimes se retrouvent dans la plupart des matériaux polycristallins, mais les ordres de grandeur et les mécanismes microphysiques sous-jacents varient selon le type de matériau, la microstructure et les conditions thermodynamiques. Cependant en sciences de la terre, que ce soit en géologie structurale, en expérimentation ou en modélisation géodynamique, ces régimes sont toujours estampillés par les termes génériques de « fluage-diffusion » et « fluage-dislocation », ou alternativement « grain size sensitive creep » et « grain size insensitive creep » (en relation avec la dépendance ou non de la vitesse en taille de grain). Cette terminologie générique sous-entend simplement soit la dominance de mécanisme de plasticité cristalline en volume, avec restauration (dislocation creep), soit celle de mécanismes aux interfaces avec transport diffusif de matière (diffusion creep). L'utilisation d'une terminologie aussi « vague » a l'avantage de fédérer l'expérimentateur, le structuraliste et le numéricien autour de deux relations constitutives phénoménologiques simples entre vitesse d'écoulement et contrainte différentielle, avec éventuellement prise en compte de quelques variables d'état interne et de paramètres microstructuraux, tels que la taille de grain et son exposant. En revanche, elle a le désavantage d'occulter les détails et les variantes des micro-mécanismes mis en jeu, qui ne sont pourtant pas sans conséquences quant à l'évolution de la microstructure et de la réponse mécanique avec la déformation et le temps.

Le régime « fluage-diffusion » étant à mon sens le moins bien compris, c'est sur lui que je me suis concentré. Je me suis particulièrement intéressé à mettre en évidence le mécanisme de glissement aux joints de grains accommodé par transport diffusif aux interfaces dans des matériaux à grains fins (< 50  $\mu\text{m}$ ). L'effet rhéologique de traces d'eau (0,01 – 0,1 % en poids) est comparable à celui observé pour le régime « fluage-dislocation », à savoir un fort adoucissement, avec un abaissement progressif de l'énergie

d'activation entre environ 600 kJ/mol en conditions nominale anhydres à 200 kJ/mol pour des matériaux contenant des espèces OH<sup>-</sup> en traces. J'ai aussi été amené à considérer la structure des joints de grains et à étudier les effets rhéologiques de la présence de phases amorphes en faible fraction volumique (< 10 %), selon leur distribution spatiale et composition chimique. J'ai étudié en particulier le cas où se forment des films amorphes minces (< 10 nm) le long des interfaces. Dans ce cas, la vitesse de fluage et l'énergie d'activation dépendent fortement du degré de polymérisation du liquide, et donc, de sa teneur en silice et en volatiles. Ces caractéristiques s'expliquent qualitativement et quantitativement par les mécanismes de glissement aux joints de grains contrôlés par transport diffusif. Cependant, le glissement aux joints à proprement parler est difficilement décelable sur microstructures à posteriori. J'ai pu le mettre indirectement en évidence en observant 1) la topographie qui se développe sur une surface libre du fait des déplacements relatifs de grains voisins, 2) le développement de cavitation aux points triples lors des grandes déformations.

Sur la base des résultats expérimentaux, on peut avancer que le mécanisme de glissement aux interfaces pourrait être le plus à même de caractériser la rhéologie des ultramylonites, qui concentrent l'essentiel de la déformation ductile des zones de cisaillement. En particulier, j'ai montré que le mécanisme de glissement aux joints permet le réarrangement entre grains voisins, et donc le mélange des phases minérales en présence, ce qui bloque la croissance ultérieure des grains recristallisés. En se stabilisant, la microstructure à granulométrie fine assure la pérennité de la rhéologie Newtonienne, avec une contrainte d'écoulement stable et comparativement faible. On peut en conclure que les mylonites formées au sein d'un massif polyphasé qui aboutissent au stade d'ultramylonites seront les zones de faiblesse mécanique idéales pour y poursuivre la localisation de façon stationnaire. Néanmoins, j'ai aussi observé que malgré la pression de confinement, le glissement aux joints provoque la cavitation aux points multiples. Ce mécanisme, qui se traduit par le cumul progressif d'endommagement ductile, était connu dans les céramiques superplastiques. Il apparaissait aussi lors de la mise en forme par déformation sévère des métaux, mais l'application d'une pression de confinement semblait le supprimer. Il n'avait par contre jamais été clairement observé pour des matériaux géologiques déformés en conditions triaxiales par plasticité cristalline, même en grande déformation. La cavitation semble donc exclusivement liée au mécanisme de déformation par glissement aux interfaces. Elle provient de l'incompatibilité des jonctions triples avec le glissement aux interfaces et de l'insuffisance du transport diffusif pour les accommoder. La cavitation entraîne la formation de multiples bandes de cisaillements localisés et finalement la rupture différée. Cette dernière apparaît soudainement, sans aucun signe précurseur rhéologique, et se propage aux pistons en céramique. On en conclut que si la cinétique de déformation est relativement plus rapide que le transport de matière diffusif nécessaire pour éviter la cavitation, la rupture de type ductile est également envisageable dans les contextes de cisaillement profonds, la fracturation pouvant alors se propager depuis les zones de localisation à la roche encaissante. La réinterprétation récente en termes de localisation de séismes « profonds » dans des zones supposées ductiles et aismiques va dans le sens de cette conclusion. Enfin, les mécanismes combinés de cavitation et de rupture pourraient être à l'origine de la percolation accélérée de fluides, et de ce fait d'adoucissement « hydraulique », de mécanismes de transfert en solution et de métamorphisme, phénomènes qui ont en commun de réduire la résistance à l'écoulement, et donc, qui pourraient entraîner encore davantage de localisation de la déformation ductile.

## Deuxième Partie

Ensuite, afin d'être au plus près des conditions réelles au sein des zones de cisaillement ductile, mon intérêt se focalise sur les évolutions des microstructures et de la réponse mécanique aux grandes déformations de matériaux polyphasés et hétérogènes à forts contrastes rhéologiques. J'ai élaboré et déformé à haute pression et température par torsion (jusqu'à  $\gamma = 5$ ) des matériaux biphasés hétérogènes présentant une matrice (25 - 50 % vol.) à grains fins (env. 5  $\mu\text{m}$ ) et des inclusions rigides (25 - 125  $\mu\text{m}$ ). Leur rhéologie est clairement Newtonienne. Paradoxalement, leurs microstructures à posteriori portent sans ambiguïté la signature de plusieurs mécanismes. La cavitation caractéristique du régime de



glissement aux interfaces est présente, mais de nombreuses microstructures indiquent aussi la coexistence de mécanismes de plasticité cristalline (lignes de glissement, parois de dislocations et sous-grains, mais aussi de micro-fracturation, en ce qui concerne les inclusions. Des observations similaires sont couramment faites dans les assemblages naturels des mylonites et ultramylonites, ce qui pose toujours des problèmes quant à leur interprétation en termes de comportement rhéologique macroscopique. Mon étude répond à cette question. Les microstructures expérimentales démontrent la coexistence du glissement aux joints avec la plasticité cristalline, et le micro-endommagement, sans que ces derniers ne puissent être explicitement identifiés au travers de la loi de comportement macroscopique. En effet, la rhéologie reste clairement Newtonienne, caractéristique du glissement aux joints en tant que mécanisme dominant. Mais, les mécanismes secondaires ne sont pas pour autant accessoires : ils jouent un rôle prépondérant dans les aspects de localisation et d'endommagement ductile.

Cependant, l'étude a posteriori des microstructures ne donne qu'une image cumulée et figée des événements qui ont eu lieu lors de la déformation. Aussi elle ne permet pas de bien comprendre la localisation et la chronologie de l'activation des différents mécanismes, ni leurs interactions. C'est pourquoi, les travaux expérimentaux sont complétés par un volet de modélisation numérique aux éléments finis, dont le but est de mieux comprendre les relations entre l'hétérogénéité de la microstructure et l'activation de mécanismes concomitants, ainsi que de leurs interactions. Les simulations ont été réalisées pour des matériaux composites hétérogènes soumis au cisaillement, avec l'implémentation des deux types de rhéologies caractéristiques du glissement aux joints et de la plasticité cristalline. Les résultats ont clairement montré que l'hétérogénéité de la microstructure et les contrastes rhéologiques des phases entraînent une extraordinaire inhomogénéité des contraintes et des vitesses locales. Ces dernières peuvent varier jusqu'à près d'un ordre de grandeur, ce qui explique la possibilité d'activation simultanée de la plasticité cristalline (voir de l'endommagement) et du glissement aux joints, même lorsque la réponse globale est dominée par la rhéologie Newtonienne. Conformément aux hypothèses le plus souvent formulées, cette approche numérique considère les deux différents mécanismes comme indépendants et cumulatifs. Cette vision est justifiable du point de vue macroscopique, où chaque mécanisme apporte sa part de contribution à la déformation globale et où la vitesse de fluage résulte essentiellement du mécanisme le plus compétant. Je me suis cependant posé la question si cette hypothèse de mécanismes fonctionnant en parallèle était aussi justifiée du point de vue micromécanique (local), ou si au contraire il y avait entre les mécanismes en question des interactions plus complexes à prendre en considération. Pour y répondre, la seule solution consiste à réaliser des observations in-situ, pendant le processus de déformation, et c'est le but de la troisième et dernière partie.

### **Troisième Partie**

La dernière partie de ce travail s'éloigne en apparence de la thématique principale. Les mécanismes de glissement aux interfaces et de plasticité cristalline ont été le plus souvent considérés comme indépendants. Aussi le comportement rhéologique global a toujours simplement été modélisé (y compris par moi-même) comme la résultante de leurs activités concurrentielles et cumulatives. Sur la base de mes travaux les plus récents présentés dans cette troisième partie j'apporte quelques observations, réalisées in-situ, qui remettent en question cette approche par trop simplificatrice. Depuis quatre ou cinq ans j'ai entrepris dans le cadre d'une ANR et d'une chaire EDF (finançant notamment deux thèses) une étude systématique de la déformation ductile du sel gemme en tant que matériau d'intérêt géotechnique stratégique (stockage souterrain), mais aussi en tant que matériau analogue monocristallin et polycristallin. Le NaCl a l'avantage d'être plastique à température ambiante et de permettre des observations in-situ à différentes échelles, depuis celle de l'échantillon à celle du grain individuel. L'observation du comportement mécanique macroscopique seul est, comme nous l'avons vu, insuffisante pour tirer des lois de comportement autres que phénoménologiques. L'observation a posteriori des microstructures permet de mettre en évidence les mécanismes opérationnels. Cependant, sans idée sur la chronologie de leur activation ces informations cumulatives peuvent prêter à confusion.

Seule l'observation in-situ à l'échelle de la microstructure permet de mettre en évidence cette chronologie et les éventuelles interactions entre mécanismes dans l'espace et le temps.

C'est ce que j'ai fait, grâce au développement et à l'application des techniques de mesures de champs mécaniques complets par corrélation d'images numériques (CIN), à différentes échelles d'observation optique et électronique à balayage. Cette méthode s'est avérée indispensable pour pouvoir caractériser l'hétérogénéité de la déformation ductile en relation avec la microstructure polycristalline, mais aussi pour identifier les mécanismes activés et leur chronologie, ainsi que pour quantifier leurs parts respectives. L'étude multi-échelle sur le comportement ductile du sel gemme a clairement démontré la coexistence et la coopération de la plasticité cristalline et du glissement aux interfaces. Même dans le cas où la plasticité cristalline domine, dans la réponse globale du matériau, une part non négligeable de glissement aux interfaces s'active. Une méthode de quantification précise de la part des deux mécanismes a été mise au point. Pour une taille de grains moyenne de 300  $\mu\text{m}$ , la contribution du glissement d'interfaces à la déformation totale est de 3 à 6%. Surtout, il s'avère que les deux mécanismes ne sont pas indépendants. La méthode m'a permis de mettre en évidence au cours de la déformation ductile du polycristal de NaCl d'importantes incompatibilités plastiques locales entre grains voisins. Ces incompatibilités apparaissent du fait de l'anisotropie inhérente à la plasticité cristalline, et cela même pour un système cristallographique simple (cubique) avec une quantité importante de systèmes de glissement (13 plans et 6 directions). Mes observations montrent que le glissement aux interfaces agit comme un mécanisme efficace d'accommodation locale des incompatibilités plastiques entre grains adjacents. Il permet de relâcher les concentrations de contraintes locales liées à ces incompatibilités, en évitant ainsi l'activation des systèmes de glissement les moins favorables, et donc, en limitant l'écroutissage et la rupture précoce. Ainsi, la déformation ductile du polycristal par plasticité cristalline peut se poursuivre de façon macro-homogène en grande partie grâce aux glissements locaux le long de certaines interfaces. Inversement, lorsque la quantité de glissement à l'interface devient suffisamment importante, la plasticité cristalline et le micro-endommagement deviennent à leur tour des mécanismes d'accommodation au niveau des jonctions triples. Ainsi, je démontre que plasticité cristalline et glissement aux joints de grains sont intimement liés et interdépendants, ce qui remet en question certains aspects de la modélisation numérique courante du comportement plastique du polycristal. Des exemples de simulation numérique aux éléments finis de la plasticité d'un multicristal sans prise en compte du glissement aux interfaces, et les problèmes qui y sont liés, seront discutés.

## Perspectives

A l'occasion des travaux réalisés sur le sel gemme, nous avons pu développer des techniques expérimentales de marquage multi-échelle pour suivi de champs cinématiques et des méthodes spécifiques de quantification du glissement aux interfaces qui peuvent être transposées à d'autres matériaux cristallins, métalliques ou céramiques. Nous avons aussi posé les bases de la confrontation des observations 2D et 3D en termes de champs de déformation. En effet, les observations de surface (CIN-2D) posent toujours la question de représentativité eue égard à la structure à cœur de l'échantillon. Pour répondre à cette question de fond je me suis intéressé aux développements récents des techniques d'analyses non destructives 3D afin de pouvoir comparer les champs de déformation observés en surface et en volume. Une étude très récente sur la déformation ductile du polycristal de sel marqué aux microparticules de cuivre m'a permis d'obtenir des champs de déformation 3D par application de la tomographie aux rayons X en contraste d'absorption (MCT-RX) et la CIN-3D. La technique de tomographie par contraste de diffraction permet quant-à-elle de reconstruire la structure cristallographique du polycristal en 3D. Nous poursuivons actuellement ce travail sur échantillons de sel polycristallin marqué au cuivre, qui sont caractérisés en termes de microstructure cristallographique et de champs de déformation en surface et en volume. La base de données de ces analyses servira à développer la modélisation numérique. De façon plus générale, les méthodes développées au cours de cette recherche, combinant diverses techniques analytiques, ouvrent des perspectives très larges sur l'étude du comportement des matériaux polycristallins.

Néanmoins, je suis conscient que pour convaincre pleinement le géologue structuraliste ou le modélisateur en géodynamique de la pertinence des observations et des résultats sur le glissement d'interfaces rapportés dans la troisième partie de ce mémoire, je dois après le travail sur matériau analogue continuer mon approche sur des matériaux géologiques plus appropriés. Aussi, mon ambition pour la décennie qui vient est de développer et d'adapter les techniques micromécaniques de mesures de champs 2D et 3D à l'étude du comportement ductile d'oxydes simples (comme le MgO), puis plus complexes, comme les silicates. Cette transition est déjà en cours, avec le développement de fours à haute température (1000°C) pour les essais in-situ MEB et MCT.

Enfin, une étude fondamentale avec des applications géotechniques concrètes concerne le fluage extrêmement lent du sel gemme sous très faible charge ( $< 1$  MPa). Les techniques et méthodes expérimentales exclusivement développées au LMS permettent de mesurer des vitesses de fluage correspondantes de l'ordre de  $10^{-12}$  s<sup>-1</sup>, c'est-à-dire proches des vitesses géologiques naturelles.

## Partie I

### I. Introduction, contexte et motivations

#### I.1. Concept de profil rhéologique de la lithosphère

La motivation des travaux présentés dans ce mémoire puise ses origines dans les besoins de la modélisation du comportement thermomécanique et rhéologique de la lithosphère continentale dans le contexte géodynamique de la tectonique des plaques. La compréhension qualitative des processus de déformation de la lithosphère continentale à différentes échelles spatiales et temporelles est essentiellement basée sur les observations de terrain des géologues structuralistes et sismologues. La quantification cinématique de ces processus aux grandes échelles peut être abordée par des mesures géodésiques. Cependant, leur quantification dynamique repose nécessairement sur l'étude des processus de déformation des roches en termes de résistance mécanique, de rhéologie et de mécanismes physiques sous-jacents, et donc sur l'expérimentation en laboratoire.

Le concept d'enveloppe de résistance mécanique ou de profil rhéologique de la lithosphère (PRL) en fonction de la profondeur a été initialement proposé par *Goetze and Evans (1979)* pour la lithosphère océanique, puis a été étendu à la lithosphère continentale par *Brace and Kohlstedt (1980)*. L'idée de base de ce concept, développée à la fin des années 70 et en début des années 80 (*Sibson, 1977 ; 1980 ; 1983 ; 1986 ; Bird ; 1978, Kirby ; 1980, 1983 ; Kirby and Kronenberg, 1987*), était que la résistance mécanique de la lithosphère ne pouvait excéder celle des roches constitutives, en tenant compte du contexte géodynamique (compression/extension) et des mécanismes de déformation mis en jeu (activation de failles, transition fragile-ductile, écoulement viscoplastique). En d'autres termes, il s'agissait de dresser suivant la profondeur une enveloppe de résistance (ou un profil rhéologique) en tenant compte i) de la composition minéralogique, ii) des conditions de température et de pression, iii) de l'état des contraintes, iv) des mécanismes de déformation actifs, en supposant l'uniformité du gradient géothermique et de la vitesse de déformation.

Selon le type de roche et les conditions de pression, de température et de vitesse de sollicitation s'activent différents mécanismes de déformation, qui résultent en différents régimes rhéologiques. En proche surface, la température et le confinement étant faibles, le comportement prédominant est de type fragile, avec formation ou réactivation de failles. La rhéologie est par postulat dominée par les mécanismes de moindre résistance, donc par le glissement frictionnel le long des failles préexistantes. Le processus met en jeu l'écoulement cataclastique (micro-fracturation stable et diffuse) dans une zone relativement limitée de part et d'autre du plan de faille. *Byerlee (1968)* a établi une loi empirique basée sur le concept de glissement frictionnel de Coulomb en mesurant sur de nombreux types de roches la contrainte de cisaillement nécessaire à la réactivation d'une faille préexistante. Cette contrainte de cisaillement critique,  $\tau_{\max}$ , est une fonction affine de la contrainte normale effective (compte tenu de la pression de pores) au plan de faille,  $\sigma^*$  (et donc de la profondeur):

$$\tau_{\max} = S + \sigma^* \mu, \quad (\text{Eq. I.I})$$

$\mu$  étant le coefficient de friction. *Byerlee (1968)* rapporte que  $S = 0$  et  $\mu = 0.85$  pour  $\sigma^* < 200$  MPa et  $S = 80$  MPa et  $\mu = 0.6$  pour  $\sigma^* > 200$  MPa. Les effets de température, de vitesse et de minéralogie sont négligeables au premier ordre d'approximation.

En revanche, l'accroissement de pression et de température avec la profondeur entraîne une transition entre comportement fragile et comportement ductile. Les propriétés d'écoulement ductile des roches sont conditionnées par les mécanismes de déformation viscoplastique activés. Ces derniers peuvent être associés à la plasticité cristalline : glissement de dislocations contrôlé par friction de réseau (mécanisme de Peierls dominant à fortes contraintes/vitesses, basses et moyennes températures), glissement dévié et montée de dislocations (mécanismes dominants à moyennes et basses

contraintes/vitesses et à haute température), ou bien au transport de matière diffusif en volume ou aux interfaces. Dans tous les cas, les lois de comportement visqueux associées dépendent fortement de la température, de la minéralogie, des microstructures, de la vitesse, de la pression de confinement, mais aussi de la présence de fluides aqueux et des activités/fugacités chimiques des éléments constitutifs. La forme la plus répandue de loi constitutive viscoplastique (unidimensionnelle) est connue entre autres sous le nom d'équation de Norton-Hoff, ou Weertman-Dorn et est du type:

$$\dot{\epsilon} = A \frac{\sigma^n}{d^p} \exp\left(-\frac{E + PV}{RT}\right) \quad (\text{Eq. 2.I})$$

Avec, A constante pré-exponentielle dépendant du matériau, et notamment de la microstructure polycristalline (phases, morphologie taille et distribution de tailles de grains, texture), mais aussi de l'environnement physico-chimique et des interactions de la structure cristallographique avec ce dernier. Les expériences montrent deux types dominants de comportement viscoplastique macroscopique à haute température, avec une viscosité de type Newtonien ( $n = 1$ ), ou non-Newtonien ( $n = 3 - 5$ ). Il n'y a à priori aucune relation générale qui relie les paramètres des lois constitutives avec les mécanismes physiques sous-jacents ! Mais, en sciences de la Terre, on associe souvent ces deux types de comportement viscoplastique à du fluage assisté par diffusion ionique et par plasticité cristalline, respectivement. Bien que selon les conditions thermodynamiques et de chargement mécanique différents mécanismes microphysiques peuvent être impliqués, le plus souvent on leur donne schématiquement les termes de « fluage-dislocation » ou de « fluage-diffusion » (*Ranalli, 1995; Karato, 2008*), en considérant d'un côté la prédominance du glissement intracristallin assisté par quelque processus de restauration, comme par exemple la recristallisation dynamique, la montée de dislocations ou le glissement dévié (*Weertman, 1957; Poirier, 1985*), et d'un autre côté le transport diffusif aux interfaces (*Coble, 1963*), ou en volume (*Nabarro, 1948, 1967; Herring, 1950*).

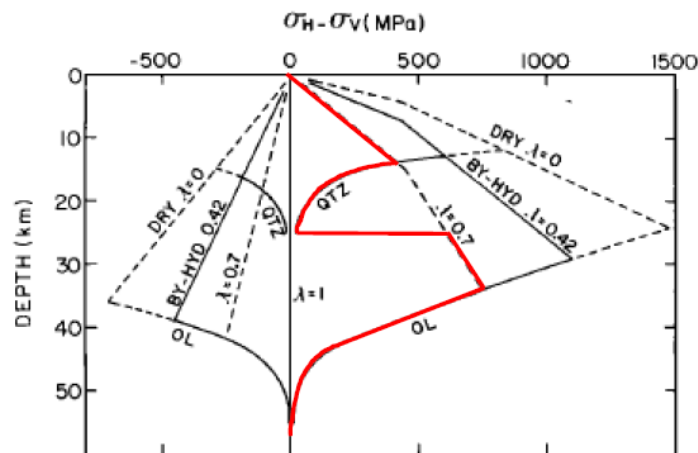


Figure 1.1 Figure modifiée d'après Brace and Kohlstedt (1980). Elle montre le principe de construction du profil rhéologique de la lithosphère continentale en contexte compressif et extensif. Les parties rectilignes correspondent à la loi de glissement frictionnel de Byerlee (1968) pour trois différentes valeurs de pression effective ( $\lambda$  est un paramètre de pression de pores, celle-ci affectant la contrainte effective). Les parties courbes correspondent aux lois d'écoulement ductile du quartz (Heard and Carter, 1968) et de l'olivine (Goetze, 1978). Le profil résultant en contexte compressif est schématisé en rouge.

La Figure 1.1 montre schématiquement la philosophie de construction d'un profil rhéologique de la lithosphère (PRL) continentale. Le profil de résistance est caractérisé en proche surface par la loi empirique de glissement frictionnel de Byerlee (1968), rappelée par l'équation (Eq. 1.1). La résistance au glissement est essentiellement dépendante de la contrainte effective normale au plan de faille, mais est indépendante de la minéralogie. Je note au passage que cette caractéristique ne rend compte que des essais de friction réalisés en laboratoire sur roches fraîchement surfacées. Les failles naturelles sont en

revanche caractérisées par un matériau cataclastique et pulvérulent (gouges) issu des épisodes antérieurs de glissement. Ce matériau est sujet à la percolation de fluides et à l'altération, avec formation de phyllosilicates. Ces derniers étant hydratés et à structure en feuillets faiblement liés, présentent une faible résistance au cisaillement. De fait, la loi de Bayerlee surestime probablement la résistance des failles anciennes. Mais, cet aspect n'est pas au cœur du sujet traité dans ce mémoire, aussi je ne m'appesantirai pas d'avantage dessus.

Avec l'accroissement de pression et de température en profondeur, le profil rhéologique est établi selon la résistance d'écoulement ductile des roches, laquelle dépend intrinsèquement de leur minéralogie. Pour établir le profil de résistance en profondeur il faut donc se baser sur des données rhéologiques obtenues en laboratoire sur des roches représentatives des différentes strates lithologiques. Et c'est là que nous touchons au cœur du problème qui nous intéresse. Au moment de la conception du modèle de profil rhéologique n'étaient disponibles que des lois rhéologiques établies à haute température sur des monocristaux ou des roches largement dominées par de l'olivine (*Avé Lallement and Carter, 1970 ; Carter and Avé Lallement, 1970 ; Goetze and Brace, 1972 ; Kohlstedt and Goetze, 1974 ; Duhrum and Goetze, 1979 ; Goetze, 1978 ; Evans and Goetze, 1979*) ou du quartz (*Carter et al., 1961, Heard and Carter, 1968 ; Morrison-Smith et al., 1976*). En revanche, des données de déformation expérimentale et des lois rhéologiques à haute température pour les autres roches silicatées majeures de la croûte continentale intermédiaire et profonde, dominées par les feldspaths, les plagioclases et les clinopyroxènes étaient rares et partielles (*Borg and Heard, 1969 ; 1970 ; Tullis and Yund, 1977 ; 1987 ; Caristan, 1982 ; Tullis, 1983 ; 1990 ; Gandais and Willaime, 1984*). Aussi, les premiers profils de résistance de la lithosphère continentale ont été établis sur la base des seules lois rhéologiques disponibles : celles du quartz représentant la croûte continentale et de l'olivine représentant le manteau lithosphérique (Fig. I.I).

Cette simplification donne l'image d'un profil rhéologique continental très contrasté en fonction de la profondeur. L'énergie d'activation du comportement viscoplastique de la quartzite (humide) étant faible (env. 200 kJ/mol, *Heard and Carter, 1968*), la résistance de la base de croûte s'effondre avant de rebondir abruptement au passage du Moho, du fait de la minéralogie dominée par l'olivine, laquelle apparait beaucoup plus résistante aux mêmes températures (énergie d'activation considérée env. 500 kJ/mol, *Goetze, 1978, Fig. I.I*). C'est ce profil avec une croûte intermédiaire et inférieure ductiles, peu résistante à extrêmement faible, respectivement, encaissées entre les portions très résistantes d'un manteau supérieur d'abord fragile puis ductile et une croûte supérieure essentiellement fragile, que l'on a appelé le modèle du « Jelly Sandwich ». Ce modèle est rapidement devenu très attractif pendant les années 80, pour devenir une sorte de paradigme en modélisation géodynamique, et qui est toujours d'actualité depuis plus de trente ans (*Chen et Molnar, 1983 ; Sawyer, 1985 ; England, 1983 ; Houseman and England, 1986 ; Kirby and Kronenberg, 1987 ; Zuber, 1987 ; Grimm and Solomon, 1988 ; Molnar, 1992 ; Furlong, 1993 ; Williams et al., 1994 ; Burov and Diament, 1995 ; 1996 ; Fernandez et Ranalli, 1997 ; Burov and Watts, 2006, Geydan et al., 2008...*).

Des avancées très importantes ont pourtant été régulièrement obtenues depuis le milieu des années 70 en termes de caractérisation de microstructures de déformation, d'identification de mécanismes actifs et de lois constitutives rhéologiques, que ce soit sur des monocristaux ou des roches d'**olivine** (*Jaoul et al., 1979 ; Kohlstedt and Hornack, 1981 ; Darot and Gueguen, 1981 ; Relandeau, 1981 ; Chopra and Paterson, 1981 ; 1984 ; Kohlstedt and Ricoult, 1984 ; Poumelec and Jaoul, 1984 ; Mackwell et al., 1985 ; Karato et al., 1986 ; Borsh and Green, 1989 ; Bai and Kohlstedt, 1992a,b ; Bai et al., 1991, Jin et al. 1994 ; Hirth and Kohlstedt, 1995a,b ; Mei et al., 2002 ; Demouchy et al., 2009 ; Wang et al., 2010*), de **quartz** (*Jaoul, 1984 ; Jaoul et al., 1984 ; Kronenberg and Tullis, 1984 ; Kock et al., 1989 ; Luan and Paterson, 1992 ; Gleason and Tullis, 1993 ; 1995 ; Hirth and Tullis, 1994 ; Post et al., 1996 ; Post and Tullis, 1998 ; Rutter and Brodie., 2004.*), de **plagioclases** (*Marshall and McLaren, 1977a,b ; Seifert and VerPloeg, 1977 ; Montardi and Mainprice, 1987 ; Tullis and Yund, 1980 ; 1987 ; 1992 ; Wang et al., 1996 ; Dimanov et al., 1998 ; 1999 ; 2000 ; 2003 ; 2005 ; 2007 ; 2011*) et de **pyroxènes** (*Avé Lallement, 1978 ; Kollé and Blacic, 1982, 1983 ; Kirby and Kronenberg, 1984 ; Boland and Tullis, 1986 ; Raterron and Jaoul, 1991 ; Ingrin et al., 1991, 1992 ; Dimanov et*

*al.*, 2003 ; 2005 ; 2007 ; Hier-Majumder *et al.*, 2005 ; Chen *et al.*, 2006), ou d'assemblages mafiques riches en plagioclases, amphibole et pyroxènes (Kronenberg and Shelton, 1980 ; Caristan, 1982 ; Hacker and Christie, 1991 ; Mackwell *et al.*, 1998). Elles auraient pu et auraient dû entraîner très tôt d'importantes nuances et/ou alternatives à la perspective du Jelly Sandwich, mais il n'en a rien été jusqu'au milieu des années 2000, et ce malgré de nombreuses critiques initiales, dont je reprends par la suite les grandes lignes.

## I.2. Critiques initiales

### Minéralogie et gradient géothermique

Ce paragraphe est très court, car le PRL a très vite fait consensus en modélisation géodynamique à grande échelle et il n'y a pas eu beaucoup de critiques initiales. Les plus fortes critiques portaient sur la simplification évidente de la minéralogie et sur le choix du profil géothermique (England, 1986 ; Houseman and England, 1986). Le comportement ductile des roches est fortement dépendant de la température (Eq. 2.1), aussi le PRL en profondeur est fortement dépendant du profil géothermique. Ainsi, England (1986) démontrait que Sawyer (1985) avait obtenu un profil rhéologique inapproprié en appliquant à tort un profil géothermique océanique à la lithosphère continentale. Par ailleurs, s'il peut sembler raisonnable d'assimiler le comportement du manteau supérieur à celui de l'olivine, proportionnellement dominante (80 % en vol.), il paraît moins évident d'assimiler celui de la croûte continentale dans son ensemble au comportement du quartz. En effet, si le quartz et le feldspath dominant en proche surface, la composition de la croûte inférieure est de type mafique, largement dominée par les assemblages gabbroïque constitués de plagioclases et de clinopyroxènes (Rudnick and Taylor, 1987 ; Rudnick and Fountain, 1995).

## I.3. Critiques récentes

### I.3.1. Présence de fluides ou de fusion partielle

Même lorsque, dans les années 1990, la modélisation PRL a été enrichie par des données expérimentales pour la diabase (Kohlstedt *et al.*, 1995 ; Mackwell *et al.*, 1998), plus pertinentes pour la base de croûte que celles du quartz, le modèle du Jelly Sandwich ne semblait pas remis en cause. Or, indépendamment des questions de minéralogie et de gradient géothermique, la résistance à l'écoulement ductile d'une roche silicatée obtenue dans des conditions expérimentales données n'est pas forcément représentative des différents contextes géodynamiques et des conditions particulières locales, comme la présence plus ou moins marquée de fluides ou de fusion partielle. Il était en effet déjà bien établi que la présence de fluides aqueux (Carter *et al.*, 1990, Kronenberg *et al.*, 1990) ou de fusion partielle peut entraîner des variations de la viscosité de la roche de plusieurs ordres de grandeur. Quantité d'études avaient déjà démontré expérimentalement les effets adoucissants de l'eau inter-cristalline et intra-cristalline en traces sur le fluage du quartz monocristallin (McLaren *et al.*, 1983 ; 1989 ; Fitz Gerald *et al.*, 1991), de la quartzite (Jaoul *et al.*, 1984 ; Kronenberg and Tullis, 1984 ; Kock *et al.*, 1989 ; Kronenberg and Wolf, 1990 ; Mainprice and Paterson, 1984 ; Rutter and Brodie, 1988 ; Paterson, 1989 ; Post and Tullis, 1998 ; Post, *et al.*, 1996), de la dunite (Chopra and Paterson, 1984) et les aluminosilicates comme les plagioclases ou des roches silicatées comme les granites (Tullis and Yund, 1977 ; 1980), mais aussi d'oxydes simples (Castaing *et al.*, 1998 ; 2000 ; Kronenberg *et al.*, 2000). La présence de traces d'eau intra et inter-cristalline peut considérablement abaisser la résistance à l'écoulement de la roche silicatée à haute température, mais aussi affecter fortement à la baisse l'énergie d'activation, et de fait accentuer l'adoucissement aux plus basses températures. L'effet, appelé « hydrolytic weakening », a d'abord été observé dans le quartz (Griggs and Blacic, 1965), mais s'est avéré similaire pour d'autres silicates étudiés (Griggs, 1967). Initialement, il a été proposé que l'origine de cet adoucissement mécanique soit lié à l'hydrolyse des liaisons siloxane (Si-O) par des espèces OH- en solution dans le réseau cristallin. Les liaisons silanol (Si-OH) qui en résultent étant faibles, il s'en suit

une modification radicale des mécanismes élémentaires de diffusion ionique et de mobilité des dislocations. Dans le cas du quartz, il a été démontré la coexistence de deux effets distincts. L'un est lié au glissement facilité des dislocations par la présence des défauts ponctuels précédemment cités (Cordier and Doukhan, 1989 ; 1991). Le deuxième implique des échanges d'espèces hydroxyles entre micro-inclusions et affecte la montée de dislocations (Gerretsen et al., 1989). Les effets adoucissants apparaissent pour des teneurs en espèces hydroxyles très faibles (quelques dizaines à centaines de ppm H/Si). La teneur en eau du minéral est déterminée par la concentration de défauts ponctuels du réseau cristallin qui se lie (compensation de charge) aux groupements hydroxyles (Hobbs, 1984, Kronenberg, 1994). De nombreuses études ont été réalisées depuis les années 70 pour caractériser la solubilité des espèces hydroxyles dans les oxydes simples et silicates anhydres, les types de défauts ponctuels auxquels ils sont liés, et pour déterminer les conditions thermodynamiques de leur formation (Aines et al., 1984 ; Aines and Rossman, 1984 ; 1985 ; Kronenberg et al., 1986 ; Skogby and Rossman, 1989 ; Skogby et al., 1990 ; Smith et al., 1991 ; Bell and Rossman, 1992 ; Rossman, 1996 ; Kronenberg et al., 1996 ; Ingrin et al., 1995 ; Wang et al., 1997 ; Hercule and Ingrin, 1999 ; castaing et al., 1998 ; Ingrin and Skogby, 2000, Kronenberg et al., 2000). Il a été montré que la concentration de ces défauts dépend des variables d'état thermodynamique, comme des activités des espèces chimiques ou des fugacités des fluides en présence dans les assemblages.

Les critiques relativement récentes (Maggi et al., 2000, Jackson, 2002) les plus marquées à l'encontre du modèle du Jelly Sandwich s'appuient justement sur les variations des contrastes rhéologiques que l'on peut obtenir entre les différentes stratifications de la lithosphère en considérant ou non la présence de fluides et en sélectionnant les lois rhéologiques correspondantes. En partant d'une réévaluation de la localisation de la profondeur d'évènements sismiques (Maggi et al., 2000) Jackson (2002) suggère que le manteau supérieur au passage du Moho pourrait, au contraire de ce que suggère le modèle du Jelly Sandwich, être asismique, et donc essentiellement ductile, et que la résistance de la lithosphère serait due essentiellement à la croûte sismogénique (Fig. 2.I). Cette vision radicalement opposée de la structure rhéologique de la lithosphère continentale a été appelée le modèle de la « crème brûlée ». Pour illustrer ce modèle, les auteurs ont dressé des profils rhéologiques adéquats en sélectionnant la rhéologie de l'olivine hydratée pour le manteau (Hirth and Kohlstedt, 1996) et pour la croûte profonde celle de la diabase de Maryland en conditions sèches (Mackwell et al., 1998). Il est à noter que depuis le milieu des années 1990 quelques lois de comportement ductile de roches naturelles basiques (diabase et granulite) étaient disponibles et que ce sont ces lois qui sont considérées par Jackson (2002) pour caractériser la croûte inférieure.

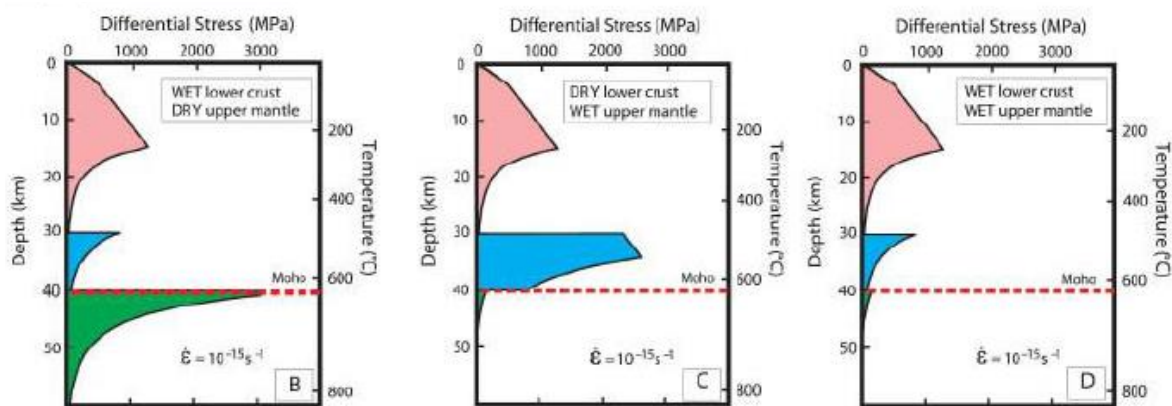


Figure 2.I. Figures issues de Jackson (2002) basées pour la croûte profonde sur la loi rhéologiques de la diabase de Maryland (Mackwell et al., 1998). Le premier cas de figure montre le profil classique de type sandwich à la gélatine. Par contre, le choix d'une loi d'écoulement pour un matériau de diabase pré-séché résulte en une croûte profonde notablement plus résistante que le manteau lithosphérique.

Il est aussi important de noter qu'entre la fin des années 90 et le milieu des années 2000 plusieurs lois rhéologiques pour plagioclases et clinopyroxènes ont été obtenues et publiées par le



groupe de Georg Dresen du GFZ-Potsdam (dont certaines issues de mes travaux, présentés par la suite). *Burgmann and Dresen (2008)* ont par la suite publié le même type qualitatif d'enveloppes PRL (Fig. 3.I, en se basant sur ces données plus récentes et plus détaillées en termes de mécanismes actifs et de paramètres thermodynamiques et microstructuraux (voir les parties suivantes du mémoire). Ils ont obtenu, par exemple, l'équivalent du modèle « Crème brûlée » sans avoir à considérer un manteau particulièrement humide, mais en prenant pour la croûte inférieure sèche leurs lois de comportement de plagioclases les plus récentes. Ils vont aussi un peu plus loin, non sans humour, dans l'emploi de la terminologie culinaire. Quelque peu ironiquement ils introduisent à leur tour un modèle, nommé « banana split », qui redessine qualitativement le schéma du Jelly Sandwich, mais avec une résistance globale de la lithosphère beaucoup plus faible. Ce dernier résulte de l'emploi de lois rhéologiques de type Newtonien, afin d'illustrer le comportement de la lithosphère dans le cas où sa résistance serait limitée par celle relativement faible de zones de cisaillement (localisées), où le raffinement de taille de grain pourrait entraîner un changement de mécanisme dominant et donc de rhéologie (voir section suivante). Cet exemple est édifiant dans le sens où il montre clairement la possibilité d'obtenir à peu près tout type de PRL, pour peu qu'on sélectionne les lois de comportement, les structures thermiques et les vitesses de fluage. En d'autres termes, il montre que c'est le choix des lois rhéologiques qui doit s'effectuer en se référant à un type de contexte donné et non le contraire.

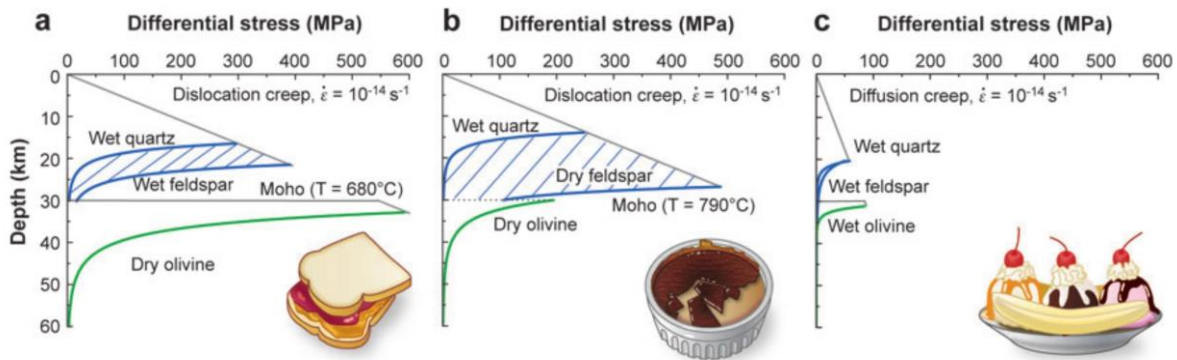


Figure 3.I. Figure issue de Burgmann and Dresen (2008). a: PRL de type « Jelly Sandwich » en considérant la loi de fluage-dislocation pour le plagioclase humide en base de croûte. b : PRL de type « Crème brûlée » en considérant la loi de fluage-dislocation pour le plagioclase sec en base de croûte et un géotherme chaud. c : PRL de type « Banana split » en considérant les lois de fluage-diffusion pour le plagioclase humide en base de croûte et pour l'olivine du manteau lithosphérique.

La présence de fusion partielle est un autre aspect potentiellement important à prendre en considération pour le comportement rhéologique de la croûte intermédiaire et inférieure (*Davidson et al. 1994 ; Klepeis et al., 2003*). Dans certains contextes géodynamiques, notamment de collision et de subduction intracontinentale (*Bird, 1978*), est invoquée l'extrusion latérale de la croûte profonde à l'échelle régionale, du fait des forces gravitationnelles imposées par la surépaisseur de séquences structurales sus-jacentes (*Bird, 1991*). Ce type d'extrusion massive (appelée « channel flow »), mis en avant pour expliquer la stabilité du plateau Tibétain, apparaîtrait à la faveur d'une croûte intermédiaire et profonde peu visqueuse (*Baumont et al., 2001 ; 2004 ; Godin et al., 2006 ; Harris, 2007*) au regard des unités de croûte supérieure et de manteau lithosphérique rigides (ça nous rappelle...?). Dans ce modèle de type Jelly sandwich local, la faible viscosité supposée de la croûte profonde actuelle serait liée à la présence de fusion partielle. Les premières études expérimentales consacrées à l'évaluation des effets rhéologiques de la présence de fusion partielle pour le granite (*van de Molén and Paterson, 1979 ; Arzi, 1978*), montrent que lorsque la proportion de phase liquide excède une fraction critique (15 – 25%) appelée RCMP (rheologically critical melt percentage) la résistance de la roche s'effondre. En effet, du fait de l'inter-connectivité de la phase amorphe on passe à un système de type magmatique, c'est-à-dire de solide en suspension, dont la viscosité est dominée par celle du liquide (*Roscoe, 1952 ; Schmeling, 1986*). Beaucoup d'études ultérieures (expérimentales ou de terrain) ont d'ailleurs été dédiées à la

caractérisation de l'écoulement de type magmatique, afin de comprendre la dynamique de mise en place des roches ignées à partir des chambres magmatiques volcaniques, ou celles des dorsales océaniques (Boudier et al., 1996, Nicolas and Ildefonse, 1996 ; Nicolas, Boudier and Ildefonse, 1994 ; Sparks and Parmentier, 1994). Les systèmes les plus étudiés sont de type granitique (Arbaret et al., 2007 ; Picard et al., 2011 ; Pistone et al., 2012); ou basaltique (Kohlstedt and Chopra, 1994 ; Gribb et al., 1994). Des systèmes analogues ont aussi reçu un intérêt particulier, afin de comprendre les effets de forme des cristallites en suspension sur l'écoulement (Ildefonse and Fernandez, 1988 ; Ildefonse et al., 1992a,b ; Ildefonse and Mancktelow, 1993 ; Arbaret et al., 2000 ; 2001 ; Mancktelow et al., 2002 ; )

Cependant, lorsque la fraction de liquide est en dessous du seuil de percolation, les propriétés mécaniques de la roche sont dominées par celles du squelette solide. Toutefois, selon les mécanismes de déformation ductile mis en jeu la proportion de fusion partielle qui permet un écoulement de type magmatique peut être inférieure à la RCMP. D'après Nicolas and Ildefonse (1996) la mise en place des assemblages gabbroïques de la croûte océanique à partir des chambres magmatiques au niveau des dorsales s'effectuerait par écoulement de type magmatique à des proportions de 10 à 15% de basalte tout au plus. La fabrique montre une orientation préférentielle de forme des plaquettes de plagioclase, comme lors d'un écoulement magmatique. Les microstructures de déformation (indentations entre grains) n'indiquent pas de plasticité cristalline, mais des phénomènes de dissolution-précipitation à la faveur de la présence du basalte. Le mécanisme peut s'apparenter à la compaction/frittage en phase liquide de céramiques, ou à la diagénèse des grès (en phase aqueuse, Spiers and Schutjens, 1990 ; Lehner, 1990). Les expériences montrent également des effets rhéologiques très sensibles, même si la fusion partielle ne représente que quelques pourcents en volume. Aussi bien pour les systèmes félciques et granitiques (Van der Molen and Paterson, 1979 ; Dell'Angelo and Tullis, 1988), que pour les systèmes mafiques comme l'amphibolite et le basalte (Hacker and Christie, 1990 ; 1991, Rushmer, 1995), ou le système olivine-basalte (Cooper and Kohlstedt, 1984, 1986), la lherzolite (Bussod and Christie, 1991), tous les résultats montrent un substantiel abaissement de la résistance à l'écoulement ductile.

La présence de liquide silicaté a des effets adoucissants simplement en tant que phase constitutive de très faible viscosité (Tullis et al., 1991), qui à l'extrême peut s'apparenter à de la porosité (Tharp, 1983 ; Hirth and Kohlstedt, 1995). Cependant, cette approche d'homogénéisation mécanique néglige les effets physico-chimiques et les mécanismes de déformation qui peuvent être affectés par la présence de phases liquides, comme par exemple l'écoulement granulaire ou magmatique (Nicolas and Ildefonse (1996)), avec glissements aux joints de grains et transport diffusif de matière aux interfaces mouillées (Dell'Angelo et al., 1987 ; Dell'Angelo and Tullis, 1988). Dans le premier cas, l'effet d'adoucissement provient simplement du fait qu'une proportion volumique du matériau ne transmet plus les contraintes en cisaillement, et donc d'une redistribution des efforts sur le seul squelette solide de matériau, qui voit un accroissement des contraintes locales au niveau des contacts solide-solide (Tharp, 1983, Cooper and Kohlstedt, 1984 ; 1986). Cet effet n'est notable que pour plusieurs pourcents volumiques de liquide (Dimanov et al., 1998, 2000). Dans le deuxième cas, qui implique le transport diffusif de matière aux interfaces (fluage de type Coble, ou transfert en solution), l'effet d'adoucissement dépend de la distribution de liquide à l'échelle du grain. Il peut donc être très important même à faible teneur en liquide, pour peu que la phase amorphe soit connectée et présente le long des joints de grains (Raj and Chyung, 1981 ; Pharr and Ashby, 1983 ; Raj, 1982 ; Dimanov et al., 2000, 2014). Ces aspects seront revus plus en détail dans la partie suivante du mémoire.

### **I.3.2. Extrapolation aux conditions naturelles**

Les conditions expérimentales auxquelles on peut obtenir des données rhéologiques quantifiables pour des roches silicatées nécessitent en général de considérablement plus hautes températures et de plus fortes contraintes différentielles que celles des conditions naturelles auxquelles ces données sont censées être appliquées. De fait, il faut extrapoler les données expérimentales hors du cadre expérimental en températures et contraintes, sur plusieurs ordres de grandeur de vitesses. De telles extrapolations sont évidemment périlleuses, car les mécanismes peuvent changer. De plus, les lois

constitutives utilisées pour ajuster les données expérimentales sont essentiellement phénoménologiques et rien ne prouve a priori qu'elles puissent décrire correctement le comportement macroscopique, y compris pour un même mécanisme, en étant extrapolées sur de telles gammes de vitesses. Il y a là matière à débat, parfois très vif, entre expérimentateurs et modélisateurs en géodynamique. Pour illustration, je voudrais citer les échanges croisés entre *Ranalli (2003)* et *Burov (2003)*. En compilant les données expérimentales existantes, *Fernandez et Ranalli (1997)* avaient trouvé dans les tables de données de *Brace and Kohlstedt (1980)* une erreur de frappe sur la valeur du paramètre pré-exponentiel  $A$  de la loi de fluage (Eq. 2.I) du quartz (*Heard and Carter, 1968*), qui était utilisée pour la modélisation des PRL par *Burov et co-auteurs (Burov and Diament, 1995 ; Cloetingh and Burov, 1996 ; Burov and Poliakov, 2001 ; Burov et al., 2001)*. *Ranalli (2003)* rapportait qu'à cause de cette erreur *Burov et co-auteurs* sous estimaient très fortement la résistance de la croûte. *Ranalli* avait calculé que selon la loi de fluage erronée le quartz sec devrait fluer avec une vitesse de  $10^{-15}\text{s}^{-1}$  sous 100 MPa de contrainte différentielle à moins d'un kilomètre de profondeur ! Dans son article réponse *Burov (2003)* rétorquait que l'erreur était sans importance du point de vue de la modélisation géodynamique, car les données expérimentales ne sont de toute façon pas fiables. Je cite quelques remarques de *Burov*: «The true question is what level of confidence can be attributed to the extrapolations of the laboratory data to geological scales?», «We believe that this level is lower than that of the rheological laws derived from direct geotectonic scale observations and models.», «A priori there is no demonstrable link between the experimental parameters of quartzites and geological time scale behaviour of the upper crust», «...greatly improved robustness of the experimental data in terms of data scatter, but not of the applicability.», «... growing disbelief in the utility of laboratory data for geodynamic problems.». *Burov (2003)* citait notamment une série de questions fondamentales qu'il restait à aborder: i) la représentativité des échantillons monophasés de laboratoire par rapport aux roches polyphasées, ii) les possibles transitions entre mécanismes, notamment, depuis le fluage-dislocation vers la fluage-diffusion, iii) la représentativité des conditions de sollicitation (en cisaillement par rapport à la compression), iv) les données rhéologiques expérimentales doivent être confrontées à des observations géophysiques à grande échelle de temps et d'espace (données géodésiques de comportement post sismique ou de rebond post-glacière).

Le seul consensus sur ces questions d'extrapolations exige qu'elles ne soient possibles que si les mêmes mécanismes actifs sont identifiés aux conditions en laboratoire et dans la nature (*Paterson, 1987 ; Paterson and Luan, 1990*). Or, si les conditions expérimentales sont en général bien contraintes (état initial et final connus, conditions thermodynamiques fixées, ...) et permettent d'identifier sans ambiguïtés le ou les mécanismes activés, les matériaux naturels ont le plus souvent subi un historique de déformation complexe, avec surimpression des signatures de nombreux mécanismes. Sur ce point, le dialogue nécessite de s'ouvrir avec les géologues structuralistes.

### I.3.3. Localisation, métamorphisme, microstructures et mécanismes

Un des problèmes de fond lié à la modélisation PRL dans les années 1990 et début 2000 vient du manque de considérations des complexités structurales régionales et de leur évolution. En particulier, la structure initiale des strates géologiques et les conditions cinématiques aux limites sont considérées comme homogènes. De fait, la déformation apparaît au moins dans un premier stade comme homogène. Si la localisation est considérée, elle est rarement exploitée dans toute sa signification, c'est-à-dire avec prise en compte des potentielles évolutions des lois rhéologiques (*Gueydan et al., 2001, 2004*). *Ranalli (1997)* relève aussi que la localisation est incompatible avec des conditions aux limites en vitesse de déformation constante. Or, les structuralistes observent que la déformation de la lithosphère est très hétérogène, avec des localisations à toutes les profondeurs et à toutes les échelles (*Rutter and Brodie, 1988 ; Fusses, 2006 ; Raimbourg et al., 2008*). En proche surface la déformation s'active le long de failles (discontinuités) préexistantes, mais le besoin de compatibilité de la déformation à travers la lithosphère implique qu'en profondeur elle se localise aussi dans des zones de cisaillement plus ou moins ramifiées. Des auteurs comme *Sibson (1977)* et *Ramsay (1980)* proposent dès la fin des années 70 que les failles de surface correspondent à des zones de cisaillement ductiles aux profondeurs de la croûte

intermédiaire et profonde, comme schématisé sur la Figure 4.I. Ces modèles semblent maintenant bien étayés par les observations structuralistes et sur la base de données en réflexion sismique. *Davey et al. (1995)* et *Davey, 2010*) ont observé des zones de réflexion sismique, localisées en prolongement direct de la trace de surface de la Faille Alpine en Nouvelle Zélande, qu'ils interprètent comme son prolongement dans la croûte inférieure jusqu'au Moho. D'après les études structurales de terrain et les données géodésiques *Norris (2004)* estime à 1-2 km la largeur de cette zone de cisaillement située à 25-30 km de profondeur.

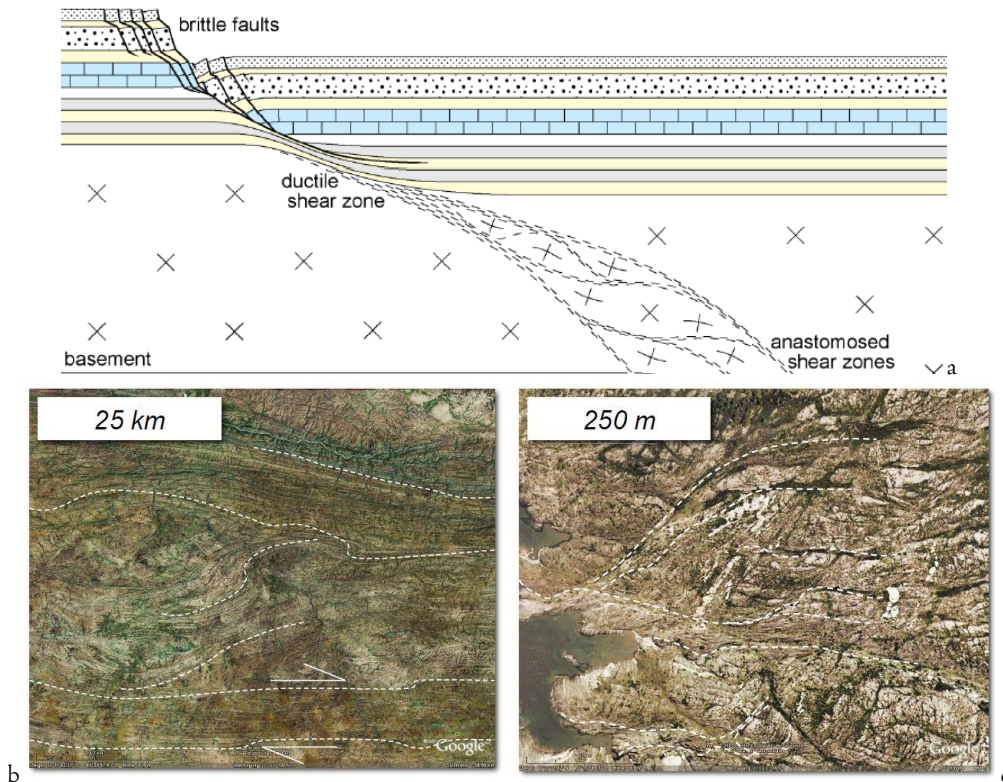


Figure 4.I. a : Figure conceptuelle des relations géométriques entre failles de surface et zones de cisaillement ductile en profondeur. (J.P Burg, d'après *Ramsay (1980)*, *Sibson (1977)*). b et c : Structures de zones de cisaillement . b : SE Madagascar, Granulites quartzofeldspathiques, 700-800°C, 600-800 MPa). c : Cap de Creus, Espagne, métasédiments, 400-500°C, 250 MPa ; d'après *Burgmanna d Dresen, 2008*).

Les études structurales de terrain et microstructurales d'échantillons prélevés dans des paléo zones de cisaillement ductile de la croûte intermédiaire ou profonde exhumées (*Fusseis et al., 2006* ; *Kenkmann and Dresen, 1998, 2002* ; *Norris, 2004* ; *Raimbourg et al., 2008*) montrent que la déformation au sein de ces zones est aussi très hétérogène. La localisation se caractérise par des structures multi-échelle, allant de l'échelle kilométrique à l'échelle de l'agrégat minéral. En se basant sur l'activité globale de la faille, *Norris (2004)* estime qu'à l'échelle de la zone de cisaillement (2 km de largeur au sein de la roche encaissante) le partitionnement de déformation varie d'un ordre de grandeur entre les abords (protomylonites) et les zones centrales (ultramylonites). Ces dernières concentrent dix fois plus de cisaillement en dix fois moins de largeur que l'ensemble de la protomylonite et de la mylonite (partie intermédiaire).

Les raisons et les conséquences du développement de ces localisations sont discutées depuis des décennies (*Kirby, 1985* ; *Kirby and Kronenberg, 1987*, *Kronenberg et al., 1983, 1990*, *Holyoke and Tullis, 2005*). Sont souvent invoqués des effets combinés d'hétérogénéité des structures géologiques (stratifications, fabriques), de percolation et de diffusion de fluides aqueux, du métamorphisme associé ou d'autres réactions minérales à l'état solide (*Hobbs, 1981* ; *Kronenberg et al., 1983, 1990* ; *Rubie, 1990* ; *Wintsch et al., 1995* ; *Rutter and Brodie, 1988a*), ainsi que les effets adoucissants de la recristallisation dynamique due à la déformation plastique elle-même. La localisation de déformation

plastique et les transformations de phases entraînent des évolutions drastiques des microstructures comme l'affinement de la taille de grains (*White, 1976 ; Zeuch, 1983 ; Rutter and Brodie, 1988b*), la ségrégation de phases à l'échelle de la fabrique (interconnexion des phases ductiles), puis le mélange des phases à l'échelle des grains (*Kenkmann and Dresen, 1998 ; 2000, Holyoke and Tullis, 2006*), le développement d'orientations préférentielles de réseau (*Kirby and Kronenberg, 1987 ; Heilbronner and Tullis, 2006*). De façon généralement admise, tous ces effets physico-chimiques ou microstructuraux entraînent un adoucissement mécanique de la roche qui dès lors localise encore d'avantage (rétroaction amplificatrice).

Toutes les études structurales montrent que la déformation ductile au sein de la protomylonite et de la mylonite est dominée par la plasticité cristalline qui, avec la déformation croissante, entraîne la recristallisation et la réduction de taille de grain, le partitionnement des phases du fait de contrastes rhéologiques (dans la mylonite), puis l'homogénéisation, ou mélange des phases totalement recristallisées dans l'ultramylonite (Fig. 4.I). Ainsi, le gradient de déformation à travers une zone de cisaillement ductile se traduit aussi par un gradient en termes de microstructures. Des études suggèrent également un couplage fort entre déformation plastique et cinétique de transformations de phase (*Rubie, 1990, Stunitz and Tullis, 2001 ; De Ronde et al., 2004, 2005 ; Holyoke and Tullis, 2006*), lesquelles participent aussi à l'évolution des microstructures en accentuant d'avantage l'affinement de tailles de grains et la dispersion spatiale des phases. Pour résumer, la structure géologique (zone de cisaillement) est constituée de matériaux, lesquels sont constitués de microstructures (au sens large). Elles comprennent de nombreuses variables d'état interne (proportions de phases et leur distribution spatiale, taille de grains et leurs distributions, densités de sous-joints, de sous-grains, de dislocations libres, de macles...), qui évoluent dans le temps et l'espace et influencent de façon déterminante la réponse mécanique macroscopique du matériau, et donc finalement de la zone de cisaillement à grande échelle.

En se basant précisément sur des microstructures à grain fins, des études structurales et expérimentales ont très tôt posé la question sur la rhéologie dominante des mylonites et ultramylonites (*Boullier and Gueguen, 1975 ; Behrman and Mainprice, 1987 ; Schmid et al., 1977*). *Boullier and Gueguen (1975)* et *Behrman and Mainprice (1987)* faisaient respectivement à propos de mylonites ultramafiques (peridotites) ou mafiques (anorthosite et amphibolite) et felsiques (feldspath-quartz) état de microstructures qui relèvent de ce qu'on appela en sciences de matériaux la superplasticité. Ce régime rhéologique de type quasi Newtonien ( $n = 1 - 2$ ) se caractérise par une déformation homogène et impliquant de façon dominante le glissement aux joints de grains. Fait important pour la modélisation géodynamique, par rapport à la plasticité cristalline, ce type de régime rhéologique permettrait selon les conditions aux limites des vitesses de cisaillement extrêmement rapides, ou une résistance très faible. Des études plus récentes (*Kenkmann and Dresen, 1998, 2000 ; Raimbourg et al., 2008*) confortent les observations précédentes. Elles montrent l'évolution des microstructures dans des roches polyphasées au sein des zones de cisaillement de la croûte inférieure (basalte/gabbro, méta-gabbro/basite, amphibolite, Fig. 5.I). La plasticité cristalline initialement dominante entraîne la recristallisation progressive depuis la protomylonite et la mylonite jusqu'à l'ultramylonite centrale, au sein de laquelle le raffinement de taille de grain (à quelques dizaines de micromètres) est stabilisé par le mélange des phases (accélééré par des réactions métamorphiques, *Kenkmann and Dresen, 2002*). Au final, les microstructures des zones ultramylonitiques, qui concentrent le maximum de cisaillement, s'apparentent à celles requises pour permettre la transition entre la plasticité cristalline (rhéologie non - Newtonienne) et le glissement aux joints (rhéologie Newtonienne). Contrairement aux microstructures de la première, la stabilité des microstructures de la seconde, assurerait un régime permanent, ce qui concorde avec les très grandes déformations qui y sont atteintes. Néanmoins, contrairement aux attentes pour un matériau « superplastique », les densités de dislocations des ultramylonites ne sont pas négligeables et sont même comparables à celles des mylonites (*Kenkmann and Dresen, 1998, 2000*). La question à savoir si ces densités reflètent une réelle activité, ou si elles ne sont que des reliques n'est pas tranchée.

Ainsi on peut voir que du fait de la complexité microstructurale des zones de cisaillement, et indépendamment des questions de minéralogie, le choix des lois rhéologiques pour modéliser le



comportement ductile de la croûte inférieure n'a rien d'évident. Il est cependant étonnant de constater que les aspects, liés aux changements possibles de régime rhéologique du fait de la localisation de la déformation ductile (y compris dans le manteau lithosphérique), ainsi que les effets de rétroaction associés n'ont été considérés que relativement très récemment (Gueydan et al., 2001 ; 2004 ; 2014 ; Gueydan and Précigout, 2013).

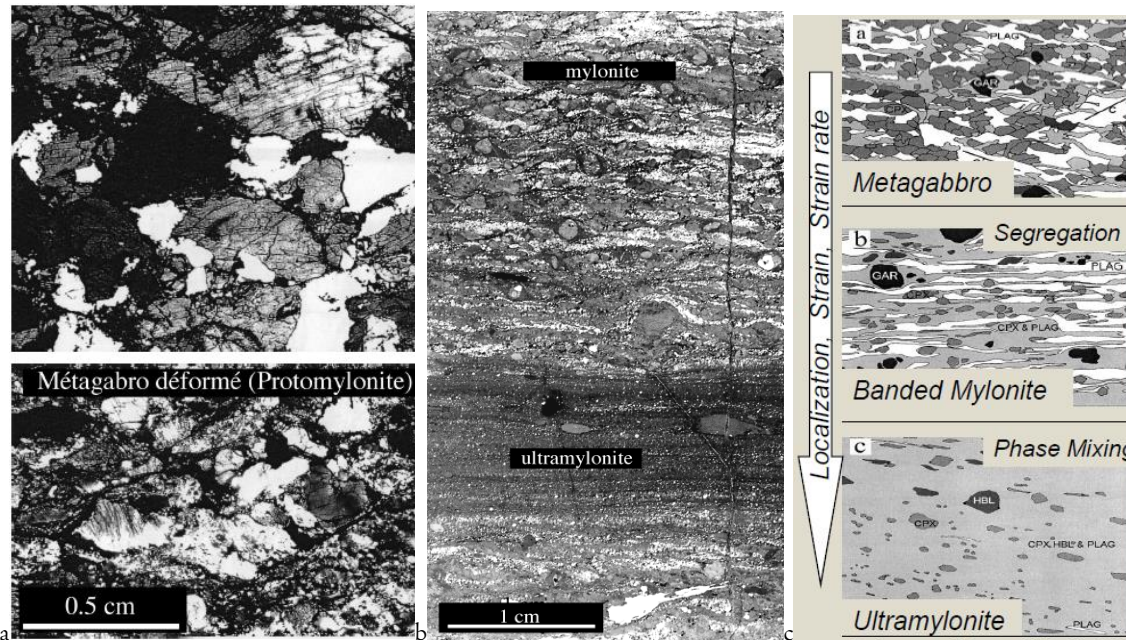


Figure 5.1. Microstructures de Mylonite/Ultramylonite des metabasites de la paléo-zone de cisaillement de base de croûte d'Ivrée (Italie, Kenkmann and Dresen, 1998, 2002). Faciès amphibolite (650°C, 500MPa). Minéralogie : plagioclase, amphibole et clinopyroxène résiduel. a : roche encaissante et protomylonite. b : Mylonite (minéraux ségrégués en bandes) :  $\gamma = I - 10$  et Ultramylonite (minéraux mixés,  $d < 50 \mu\text{m}$ ):  $\gamma \gg 10$ , recristallisation à  $> 95\%$ . c : esquisse réalisée d'après les microstructures schématisant l'évolution de microstructures avec la localisation.

Pour finir cette (longue) introduction, je dirai que le modèle PRL était probablement conçu à l'origine pour offrir une vision qualitative très simplifiée et une estimation d'ordre zéro de la résistance globale de la lithosphère. Mais, il semble avoir très vite totalement échappé à cette optique pour devenir pour ainsi dire un « outil de métrologie », utilisé à des fins quantitatives et prédictives en géodynamique. Ce constat fait, il apparaissait au minimum nécessaire de le formuler sur la base de lois de comportement appropriées, tout en prenant en considération les remarques et critiques précédemment citées, afin de réconcilier les différents points de vue des expérimentateurs, des modélisateurs et des structuralistes. Ce sont en substance les motivations initiales des travaux qui sont développés par la suite de ce mémoire.

## Partie II

### II. Rhéologie expérimentale de roches silicatées à haute température

#### Contexte

Cette partie est proportionnellement la plus volumineuse de ce mémoire. Elle synthétise une série de travaux commencés en 1996, lors de mon séjour postdoctoral au GeoForschungsZentrum-Potsdam (GFZ, actuellement partie des Instituts Helmholtz), situé sur le Campus du Telegrafenberg de Potsdam. Je venais d'y rejoindre la toute jeune équipe de *Georg Dresen* (Deformation und Reologie), formée en 1993, au sein de l'institut reconstruit sur les bases de l'Institut Central de Physique de la Terre à la suite de la réunification Allemande, Le GFZ y partageait les bâtiments de l'Institut d'Astrophysique, en attendant que soient construits ses nouveaux locaux (investis en 1998). Le Laboratoire de *Georg Dresen* développait deux axes de recherche. L'un était centré sur la poromécanique et la déformation fragile de roches de surface, notamment de roches réservoir, avec des applications géologiques et géotechniques. Leurs techniques de monitoring et de relocalisation spatiale des centres d'émission acoustiques étaient déjà à la pointe du savoir-faire. L'autre partie du groupe se focalisait sur la déformation ductile de roches profondes. Dans les deux cas, *Georg Dresen* menait en parallèle des études de terrain et de laboratoire. Pour la partie déformation ductile les études de terrain se concentraient sur les structures et microstructures de paléo-zones de cisaillement ductile de la croûte inférieure (Zone d'Ivrée, Alpes Italiennes). En laboratoire, les efforts se concentraient sur les propriétés rhéologiques à haute température de leurs phases constitutives (plagioclases et clinopyroxènes). Il s'agissait d'établir des lois de comportement applicables à la croûte inférieure et intermédiaire, mais en identifiant et en comparant les mécanismes observés en laboratoire et dans la nature. Comme rappelé en introduction, des données expérimentales de ce type étaient à l'époque encore bien trop peu nombreuses et parcellaires, au contraire de celles sur des roches dominées par l'olivine et le quartz. Il y avait donc là un large champ d'études possibles sur le comportement viscoplastique, l'identification des mécanismes et l'élaboration de lois constitutives, en vue de la modélisation géodynamique de la lithosphère.

Les moyens mis en œuvre pour le développement des Lander de l'Est et de ses Instituts de recherche étaient conséquents et le laboratoire de *Georg Dresen* venait de s'équiper d'appareils pour la déformation à haute température en conditions uniaxiales (machines de fluage à poids mort) sous atmosphère contrôlée et triaxiales à confinement gazeux et contrôle de pression de pores (machine de Paterson). Les machines de fluage avaient été dessinées suivant le modèle de celles utilisées au laboratoire de *David Kohlstedt*, dont une avait été ramenée par *Quan Bai* et *Zi-Chao Wang* (anciens post docs de *D. Kohlstedt* et de *S. Karato*), venus en post doc au tout début de la formation du groupe de *Georg*. Les travaux en cours étaient essentiellement focalisés sur le fluage de la calcite monocristalline et polycristalline synthétique, avec différents niveaux de dopant (Mn). Seules quelques tentatives préliminaires de fluage uniaxial avaient été menées par *Z.-C. Wang* sur le K-feldspath monocristallin naturel et l'anorthite polycristalline synthétique (*Wang et al., 1996*). Mon arrivée allait permettre de renforcer l'équipe « fluage » et d'élargir les études aux plagioclases (anorthite et labradorite), clinopyroxènes (diopside) et à leurs composites. Les premières années ont surtout été dédiées au fluage uniaxial et à l'amélioration des machines. La machine de Paterson (une dizaine d'exemplaires au monde) est techniquement très fiable, mais complexe et nécessite une maintenance de tous les jours. Elle avait eu quelques soucis de mise en route, notamment à cause du passage du système de contrôle analogique original à un système de contrôle numérique développé par *George Fisher* (étudiant de *Mervyn Paterson*). Le laboratoire de *Georg Dresen* était très bien évalué et très bien financé. En cette période, les instances d'évaluation (et la direction du GFZ) lui conseillaient même de laisser de côté la partie « déformation fragile » et de se concentrer d'avantage sur la partie « déformation ductile » (la situation s'est inversée une décennie plus tard, du fait des baisses des crédits publics et de la montée en puissance des financements sur projets aussi appliqués que possible, notamment dans les domaines pétroliers et la

géothermie). Mais, à ce moment-là nous avons pu acquérir une deuxième machine de Paterson. Elle était équipée du tout nouveau module de torsion développé par *David Olgaard* et *Mervyn Paterson* (*Paterson and Olgaard, 2000*) et initialement installé sur la machine de l'ETH (Zurich). Notre laboratoire est devenu le seul à disposer de deux de ces appareils et le 2<sup>ème</sup> à avoir le module de torsion pour pouvoir atteindre de très grandes déformations (actuellement seulement deux autres machines en sont équipées). Outre les équipements de microscopie optique classique de laboratoire, nous avons accès à la microscopie électronique à balayage (MEB, Zeiss) et en transmission (MET, Phillips CM300 équipé de systèmes EDX et EELS), à la spectroscopie infrarouge par transformée de Fourier (FTIR, Brücker), à la diffractométrie RX, à la cathodoluminescence et à la sonde électronique (Jeol). Puis, en 2000, alors que je venais d'être recruté en tant que Chercheur Permanent du GFZ, nous avons eu accès à la sonde ionique (Cameca ims 6f) et au FIB (l'un des premiers installés en Europe). Lors de cette phase de développements du laboratoire, j'ai participé à l'encadrement de plusieurs thèses et contribué à la mise en place de protocoles expérimentaux encore utilisés aujourd'hui. Dans l'optique de caractériser les lois constitutives de comportement rhéologique de divers contextes géodynamiques de la croûte intermédiaire et profonde, les matériaux considérés en premier lieu furent l'albite, l'anorthite et la labradorite. Par la suite, les intérêts s'élargirent à des matériaux polyphasés comprenant du quartz, ou du diopside, ainsi qu'à des matériaux partiellement fondus.

Bien sûr, je n'étais pas seul. J'ai eu le plaisir de travailler aux côtés de *Zi-Chao Wang*, qui a été le véritable fondateur de l'équipe expérimentale en rhéologie. Dans les années qui ont suivi j'ai participé au développement de deux nouvelles machines uniaxiales. J'ai notamment installé un système de mesure différentiel du déplacement des pistons en m'inspirant de celui des machines d'*Olivier Jaoul*, afin de s'affranchir en partie de la souplesse de la machine et de minimiser le bruit dû aux effets thermiques (expansion thermique du bâti et de l'assemblage en réponse aux fluctuations de température ambiante et de régulation du four), ce qui a permis de descendre à des vitesses de l'ordre de  $10^{-9}\text{s}^{-1}$ . Enfin, je voudrais rappeler que les travaux qui figurent dans cette partie du mémoire correspondent en partie à des recherches réalisées dans le cadre des thèses de *Xiao Xiaohui* (1996 – 1999) et *Jianguo Huang* (1999 – 2001). Après avoir été quelques années en post-doc au MIT (chez Brian Evans), *Xiaohui Xiao* est aujourd'hui employé par Shell. *Jianguo Huang* n'a malheureusement pas pu soutenir sa thèse, du fait des attentats du 11 Septembre 2001 qui ne lui ont plus permis de voyager entre l'Allemagne et les USA, où son mari venait de s'établir.

## II.1. Synthèse des roches silicatées pour études rhéologiques

Avant de rentrer dans le vif du sujet, je vais évoquer les raisons qui m'ont poussé à pratiquer la (parfois complexe) synthèse d'échantillons au laboratoire, alors que i) les affleurements de roches regorgent d'échantillons naturels, ii) ces derniers ont été utilisés dans beaucoup d'études antérieures et sont, évidemment, supposées être les plus représentatifs du point de vue du géologue.

Les processus impliqués directement (glissement cristallin, glissement aux joints, diffusion ionique...) ou indirectement (migration d'interfaces, nucléation et transitions de phases ...) dans l'écoulement viscoplastique sont thermiquement activés. Il est nécessaire pour des raisons évidentes d'accélérer la cinétique de ces processus en augmentant substantiellement la température pour obtenir des grandeurs mesurables à l'échelle de temps de laboratoire. Par exemple, au lieu des 500 – 700°C attendus dans une zone de cisaillement en croûte inférieure (*Kenkmann and Dresen, 1998, 2002*), l'expérimentateur travaillerait dans la gamme 900 – 1200°C. Pour des études purement pétrologiques (statiques), ou pour des essais mécaniques qui ont pour vocation essentielle l'étude des microstructures, la pression de confinement est habituellement respectée, car ces études sont réalisées avec des presses de type piston-cylindre simple ou de type Griggs. Le milieu de confinement solide des pistons-cylindres permet d'atteindre jusqu'à 3 - 4 GPa, mais le déviateur appliqué dans le Griggs (par un deuxième piston coaxial) est très mal défini à cause des frictions dans le milieu transmetteur de pression (sauf pour la version patentée à cellule de « sel fondu » de *Harry Green II*) et de la nécessité de mesurer la force par



une cellule externe à l'assemblage. Il en est de même pour les erreurs sur les déplacements, mesurés par capteurs externes fixés sur la colonne de chargement. De fait, les mesures rhéologiques les plus précises sont obtenues avec des machines à confinement gazeux, comme celle autoproduite au Laboratoire de *Chris Spiers* (Université d'Utrecht) ou celle commercialisée par *Mervyn Paterson*. Bien sûr, pour des raisons de sécurité la pression de confinement est fortement réduite. La cellule de confinement de l'appareil de Paterson est dimensionnée pour supporter 1 GPa, mais la machine opère à des pressions de confinement < 500 MPa. Nous avons travaillé dans la gamme 200 – 400 MPa, pressions bien inférieures à la pression lithostatique en base de croûte, de l'ordre du GPa. Mais, les assemblages naturels sont en général polyphasés, ou bien contiennent des phases secondaires, parfois hydratées. Ils sont pour ces raisons souvent instables aux conditions expérimentales (*Caristan, 1982 ; Sérot-Crambert, 1983 ; Ji and Mainprice, 1986, Montardi, 1987 ; Hacker and Christie, 1991*) Certaines études sur le comportement mécanique à haute température de roches silicatées naturelles (et hydratées) réalisées dans les années 70 – 80, et n'ayant pas fait l'objet d'investigations en microscopie électronique en transmission (MET), pourraient avoir été biaisées par des transformations de phase ou de la fusion partielle. De fait, certaines données rhéologiques anciennes (*Shelton and Tullis, 1983*), pourtant très souvent citées, sont à considérer avec précaution et de façon plus qualitative que quantitative.

Pour pallier à ces aspects et pour permettre en général un meilleur contrôle de la minéralogie et des microstructures, la synthèse de roches me paraissait être l'approche la plus appropriée. En fait, beaucoup d'auteurs s'étaient déjà tournés vers la reconstitution de roches par compaction et frittage à chaud de poudres minérales obtenues à partir de monocristaux naturels sélectionnés, ou synthétiques et purs. D'autres (comme nous) se sont tournés vers la cristallisation de verres synthétiques ou vers les procédés dits sol-gel. Mais, même dans ces cas un certain degré de fusion partielle ou la présence de quantités non négligeables de verres résiduels ne peuvent être évités (*Relandeau, 1981 ; Montardi, 1987 ; De Kloe et al., 2000 ; 2001*). Les propriétés mécaniques et de transport (de matière, de charge) des roches partiellement fondues dépendent fortement de la fraction de liquide et de sa distribution à l'échelle du grain. Comme mentionné précédemment (Contexte), il avait été établi (*Arzi, 1978 ; Van der Molen and Paterson, 1979 ; Rutter and Neumann, 1995 ; Renner et al., 2000* et ressassé par *Rosenberg and Handy, 2005*) que de très larges effets rhéologiques apparaissent à forte proportion de phase liquide interconnectée. En revanche, quelques pourcents de fusion partielle ont d'abord été considérés comme ayant des effets rhéologiques relativement modestes (*Cooper and Kohlstedt, 1984 ; 1986, Hirth and Kohlstedt, 1995*).

Beaucoup de travaux ont été dédiés dans les années 80 et 90 à l'étude minutieuse de la distribution spatiale de proportions modestes et faibles (< 15% vol.) de phases liquides dans les systèmes mafiques et felsiques. Il a été admis au cours des années 80 que en supposant un agrégat de grains de silicates de taille uniforme et isotropes en termes d'énergies (ou tensions) de surface, la topologie des fluides et des phases amorphes en présence à l'équilibre thermodynamique est totalement déterminée par la taille de grains, les angles dièdres (aux points triples solide-solide-liquide) et la teneur en liquide (*Jurewicz and Watson, 1984 ; Buleau and Waff, 1979 ; Waff and Bulau, 1982 ; Von Bargen and Waff, 1986, Jurewicz and Jurewicz, 1986 ; Cooper and Kohlstedt, 1986*, voir Fig. I.II. et ci-après). Concrètement, les interfaces solide-liquide devaient présenter un rayon de courbure uniforme et les points triples une seule valeur d'angle dièdre. Pour de grandes tailles de grains et des angles dièdres larges, l'inter-connectivité des liquides silicatés ne pouvait apparaître aux faibles fractions (quelques pourcents). *Waff (1986)* avait même imprudemment écrit en introduction de la section spéciale de JGR sur la topologie des liquides de fusion partielle (vol. 91, B9) que puisque les observations suivent si bien la théorie les progrès à venir devraient être minimes. L'avenir lui a donné tort.

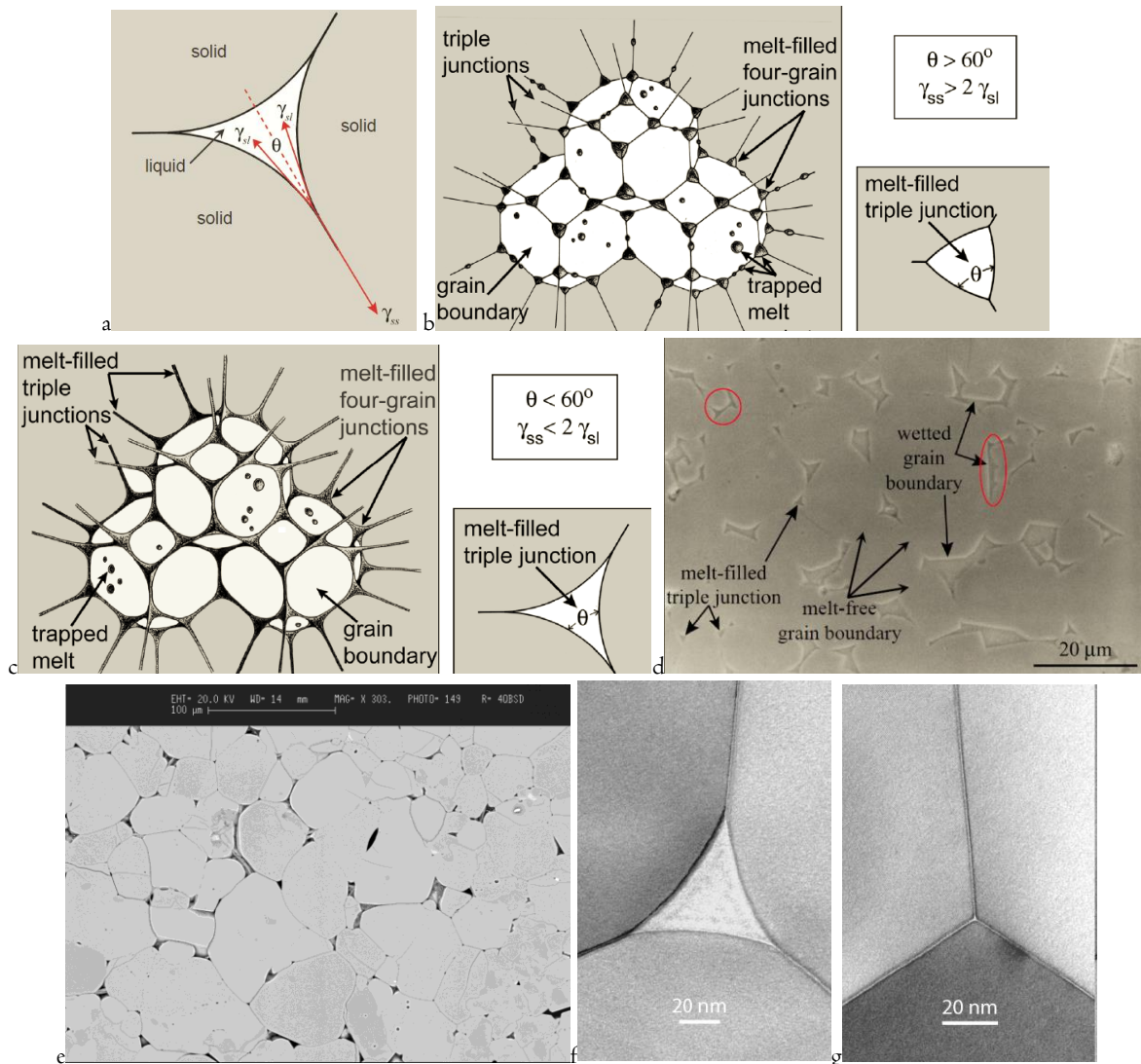


Fig. 1.II. a : Distribution théorique de liquide (à faible fraction) dans un agrégat d'énergies d'interfaces solide-solide ( $\gamma_{ss}$ ) et solide-liquide ( $\gamma_{sl}$ ) isotropes. L'équilibre des tensions de surface aux points triples solide-solide-liquide (défini par  $\gamma_{ss} = 2\gamma_{sl}\cos(\theta/2)$ ) détermine l'unicité de l'angle dièdre  $\theta$  et la distribution du liquide. b et c: distributions théoriques à large et faible angle dièdre. d : Distribution expérimentale de 4% vol. de basalte (MORB) dans un agrégat reconstitué à partir de poudre calibrée d'olivine de San Carlos (Kohlstedt et al.). Contrairement aux prédictions du modèle, il existe une grande proportion d'interfaces totalement mouillées. (Figures d'après Kohlstedt and Mackwell, 2009). e: Distribution de quelques % vol. de liquide observée dans la dunite naturelle d'Aanita Bay hydratée (0.02 wt. %). f: Distribution de liquide aux points triples dans un agrégat Fo90 reconstitué à partir de poudre d'olivine de San Carlos, supposée « melt-free » (< 1% vol.). g: Point triple d'agrégat Fo90 synthétisé par procédés sol-gel (Figures d'après Faul and Jackson, 2007).

De nombreuses études qui ont suivi ont clairement mis en défaut une bonne partie des prédictions. On a observé des angles dièdres variables, des facettes anguleuses aux interfaces solide-liquide, des interfaces entièrement mouillées (Fig. 1.II et 2.II), (Cmiral et al., 1998, Laporte and Provost, 2000), des films minces nanométriques (Wirth, 1996 ; Dimanov et al., 2000 ; De Kloe et al., 2000 ; 2001). Des raffinements de la théorie étaient proposés pour tenir compte de la distribution en tailles de grains, de l'anisotropie des énergies de surface des solides et de sa variabilité dans les assemblages polyphasés, ainsi que des états de contraintes anisotropes et de la déformation (Daines and Kohlstedt, 1997 ; Mei et al., 2002 ; Holtzmann et al., 2003 ; Zimmermann and Kohlstedt, 2004 ; Hier-Majumder et al., 2004 ; 2006 ; Bruhn and Kohlstedt, 2005 ; King et al., 2010). Néanmoins, la théorie ne pouvait concilier la présence simultanée d'un réseau tridimensionnel de liquide le long des jonctions triples et multiples (angles dièdres non nuls) et de films aux interfaces (angles dièdres nuls : mouillage total). Or, des observations dans des céramiques et dans des agrégats silicatés (dont les nôtres,

voir ci-après) ont clairement montré la présence de films minces, de l'ordre du nm à quelques nm, sur de nombreuses interfaces de grains. *Laporte and Provost (2000)* ont avancé des arguments et posé la question de savoir si les valeurs variables des angles dièdres rapportées dans la littérature ne sont pas un artefact de l'échelle d'observation, ce qui pourrait expliquer des valeurs apparemment larges en microscopie optique et MEB, mais des valeurs continuellement décroissantes à plus haute résolution (nous verrons par la suite que certaines de nos observations vont dans ce sens). Plusieurs études se sont focalisées spécifiquement sur l'existence et la stabilité de tels films dans les géomatériaux silicatés. L'olivine a reçu une attention très particulière de la part du groupe de *David Kohlstedt*, qui travaillait déjà depuis de nombreuses années sur les assemblages olivine-basalte et qui a toujours prétendu que le basalte est restreint uniquement à un réseau tridimensionnel le long des points triples (canaux) et multiples (poches). Leurs études les plus récentes, basées sur des observations en MET à haute résolution (MET-HR) semblent confirmer que les joints de grains ne seraient pas mouillés (*Hiraga et al., 2002, 2003*). Mais, d'autres études similaires suggèrent le contraire (*de Kloe et al., 2000 ; de Kloe, 2001 ; Faul et al., 1994, Faul and Jackson, 2007*).

Le débat est encore ouvert sur la stabilité thermodynamique des films minces aux joints de grains. Certains prétendent que oui, car leur présence minimise les énergies d'interface dans les matériaux de type céramiques (*Clarke, 1987*). La présence et l'épaisseur du film seraient contrôlées par l'équilibre entre les forces attractives de Van der Waals entre les grains adjacents et les forces stériques répulsives du film amorphe (*Clarke, 1979 ; 1985 ; 1987 ; 1994*). Comme dans le cas des dispersions colloïdales, se forment aux interfaces liquide-solide des groupements moléculaires chargés (doubles couches électriques), qui déterminent la distance (épaisseur du film) nécessaire pour minimiser l'énergie libre de l'interface. D'autres ajoutent que des interfaces amorphes minces peuvent aussi minimiser l'énergie du joint de grain simplement en permettant de relaxer les configurations locales des défauts de structure dues au désordre du joint (*Ikuhara et al., 2002*). En ce qui concerne les céramiques usuelles (oxydes, carbures, nitrures), de nombreuses d'études démontrent que les films minces persistent également après essais mécaniques de fluage (*Stemmer et al., 1998, Wilkinson, 1994, 1998 ; Melendez-Martinez and Dominguez-Rodriguez (2004)*). Mais, en sciences de la Terre, il n'y a aucun consensus. Face aux observations, beaucoup prétendent que ces films, épais ou minces, sont transitoires. Lorsque cette question m'a été posée à la Gordon Conference on Rock Deformation de 1998 (New Hampshire), où je présentais mes premiers travaux sur les plagioclases partiellement fondus, j'ai répondu que ce n'est peut-être pas la bonne question du point de vue géodynamique. C'est surtout la question de la cinétique avec laquelle ces films seraient susceptibles d'évoluer qui compte. Si, comme le suggèrent les expériences elle est très lente, y compris en conditions de fluage, il ne ferait aucune différence qu'ils soient stables ou non, puisque même dans ce cas ils pourraient être présents pendant des durées géologiques. Il y a suffisamment d'exemples de situations géologiques « figées » hors équilibre thermodynamique, faute d'une cinétique assez rapide. Par exemple, la géo-tachymétrie (*Lasaga, 1983 ; Jaoul and Sautter, 1999*) est précisément basée sur les déséquilibres chimiques d'espèces lentes entre minéraux adjacents.

Pour des études rhéologiques il m'apparaissait en tout cas crucial de contrôler autant que possible les microstructures et en particulier les tailles de grains, la teneur et la topologie des phases amorphes. Le frittage de poudres minérales cristallines implique des procédés diffusifs, donc très longs. Une porosité résiduelle importante persiste, même s'il est combiné à la compaction mécanique dans une matrice-piston (*Relandeau, 1981*). De plus, le procédé introduit des défauts de déformation plastique. La compaction de poudres minérales calibrées nécessite de longues heures de broyage, ce qui se fait en général dans un mortier (en agate) en suspension aqueuse (Fig. 2.II). Or, le broyage introduit des défauts d'écrouissage en proche surface et la présence d'espèces OH peut altérer la composition minérale dans cette zone. Il a été montré que selon la température et le pH, les protons diffusent suffisamment vite dans les silicates (verres et minéraux) en s'échangeant contre les espèces alcalines, ce qui peut résulter en une zone d'altération fortement hydratée de type gel de plusieurs nm (*Petit et al., 1989 ; Dran et al., 1986, 1988*). Ce type de « lessivage » (ou dissolution préférentielle) pourrait être à l'origine de la présence de très petites quantités de fusion partielle dans des agrégats reconstitués à partir de poudres minérales naturelles, et cela même si les poudres sont obtenues à partir de monocristaux

sélectionnés comme l'olivine de San Carlos. L'alternative de compaction en présence de phase liquide aux interfaces (« liquid aid sintering », technique fréquente en frittage de céramiques) ne fonctionne pas bien, car les résidus de phase liquide persistent (*Montardi, 1987*). Les procédés sol-gel (précipitation de précurseurs en phase aqueuse et catalyse, puis calcination) produisent des matériaux de petite taille (millimétrique) et à grains trop fins (nanométriques). J'ai opté pour la synthèse par recristallisation contrôlée de poudres de verres synthétiques, sous compression isostatique. Les poudres à granulométrie fine (env. 1 - 10  $\mu\text{m}$ ) étaient fabriquées par Corning (USA, et fournies gracieusement par *Reid Cooper*), ou par Schott (Allemagne).

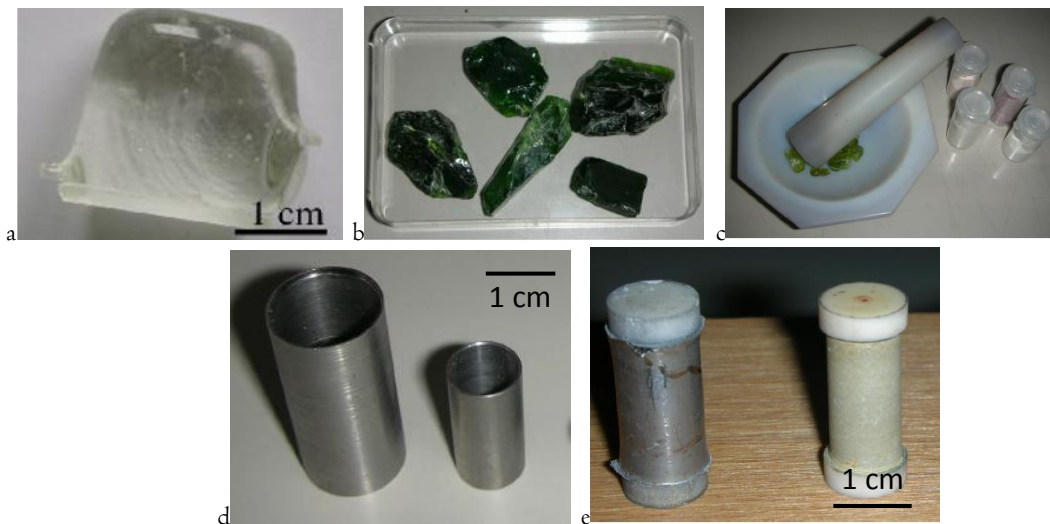


Fig. 2.II. a: verre synthétique d'anorthite. b : monocristaux de diopside (à faible teneur en fer et chrome). c : broyage manuel en mortier d'agate. d : chemises d'acier pour pressage isostatique à chaud (HIP). e : échantillons pressés, avec et sans chemise.

La procédure mise au point est comparable aux procédures de métallurgie des poudres : i) de réduire à l'état de poudre fine du verre synthétique de chimie contrôlée, ii) de pré-compacter la poudre dans des jaquettes en acier, ii) de compacter tri-axialement et de recristalliser (HIP : hot isostatic pressing) en montant rapidement ( $20^{\circ}\text{C}/\text{mn}$  ou plus) jusqu'à la température de cristallisation ( $950 - 1050^{\circ}\text{C}$ ). Il faut éviter de laisser le temps au verre de se densifier à la température de la transition vitreuse ( $600^{\circ}\text{C}-800^{\circ}\text{C}$ ), afin de préserver suffisamment de surface spécifique au sein de la poudre compactée, ce qui permet la nucléation homogène des cristallites. Les conditions de compaction (durées et températures) ont été adaptées suivant la composition chimique pour permettre la cristallisation d'échantillons denses de plagioclases (An100, An60/50) et de clinopyroxène diopside à taille de grain homogène. La cinétique de cristallisation est très rapide pour les verres les moins visqueux, comme le verre de diopside ou d'anorthite (*Kirkpatrick et al., 1976 ; Kirkpatrick, 1981*). Ils achèvent de cristalliser totalement en moins d'une heure. Néanmoins, on laisse la microstructure se stabiliser en permettant la croissance de taille de grain pendant quelques heures. Les matériaux synthétisés prévus pour des essais uniaxiaux sont ensuite découpés à la scie lente diamantée sous forme de parallélépipèdes aux dimensions de sections entre  $2,5 \times 2,5$  et  $5 \times 5 \text{mm}^2$ . Pour la longueur, le rapport de forme usuel de 2 a été respecté. Pour les essais triaxiaux, les matériaux sont directement déformés après synthèse. Les données mécaniques sont corrigées de la résistance de la jaquette d'acier initiale et de la jaquette d'acier d'étanchéité de la colonne des pistons.

## II.I.I. Matériaux partiellement fondus

### II.I.I.a Liquides de plagioclase résiduel



Les verres visqueux, comme la labradorite, conservent encore un pourcentage non négligeable de verre résiduel (env. 10 % vol.), s'ils sont cristallisés à relativement basse température (950°C, type HIP-I, *Dimanov et al., 1998 ; Dimanov et al., 2000*). La recristallisation de ces résidus à pression atmosphériques nécessite des recuits supplémentaires longs (plusieurs heures à plusieurs jours, selon la température). Cette lente cinétique de cristallisation a été mise à profit afin d'étudier de façon contrôlée les effets de proportions variables de phases amorphes résiduelles de compositions comparables à celles de la phase solide et non mouillante (Fig. 3.II et 4.II, *Dimanov et al., 1998 ; Dimanov et al., 2000*).

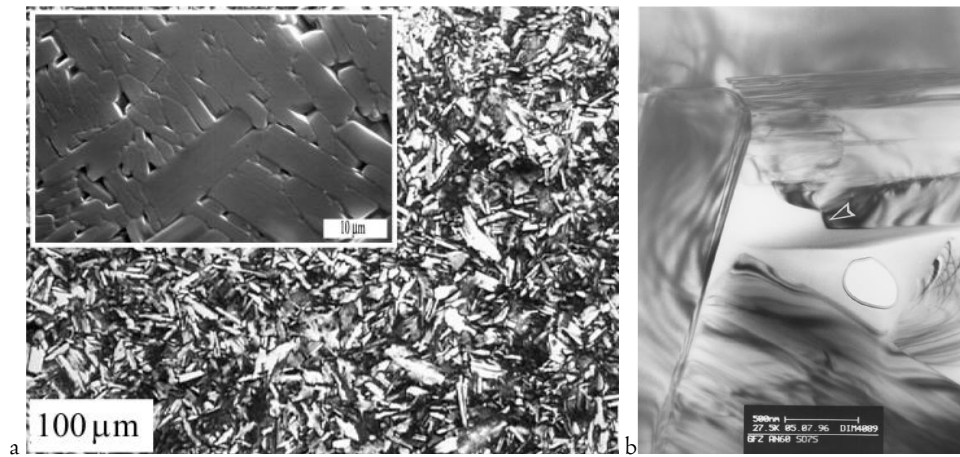


Fig. 3.II. Microstructure de la labradorite synthétique de type HIP-I observée en MO, MEB et MET. a : Matériau nominalelement « melt-free » (*Dimanov et al., 1998, 2000 ; Dimanov, 2015*), contenant env. 1 % de verre résiduel (composition An60), morphologie typique en lattes des grains de plagioclase. L'insert (MEB) montre localement des orientations préférentielles de forme (cristallisation orientée au sein des particules de verre initial < 25 μm). Il n'y a pas de texture apparente à l'échelle du VER (volume macroscopiquement représentatif, observation MO). b : Poche de verre résiduel en jonction multiple (MET, *Dimanov et al., 2000*).

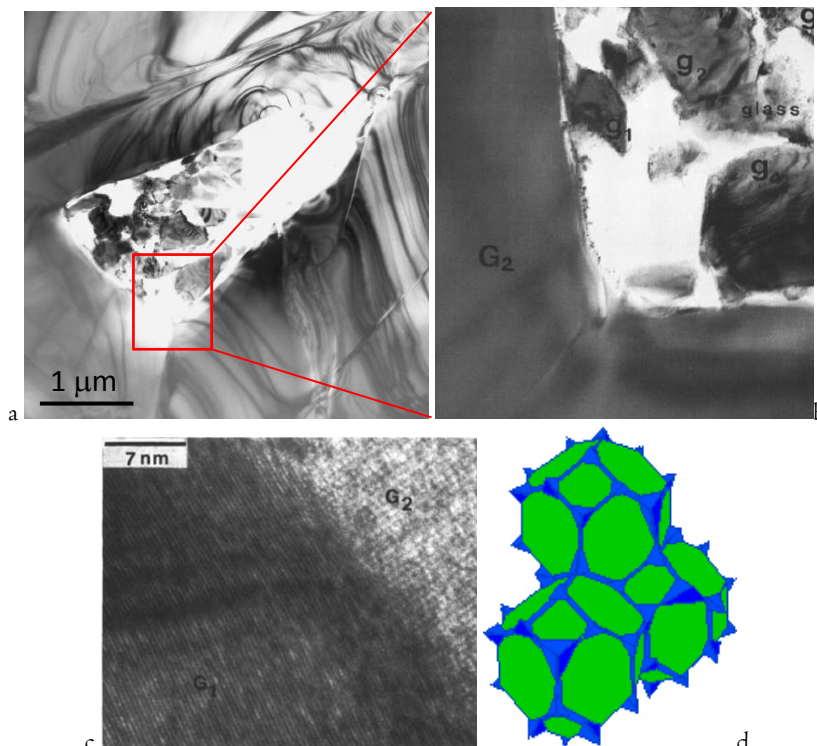


Fig. 4.II. Microstructure de la labradorite synthétique type HIP-I (voir texte) observée en MET. a : Poche de verre résiduel en jonction multiple (MET), b : agrandissement sur un des points triples de (a) montrant des cristallites de labradorite en croissance dans le verre, c : imagerie en MET-HR montrant que le verre résiduel ne mouille pas les joints de grains. d : représentation schématique de la topologie de verre résiduel. (*Dimanov et al., 1998 ; 2000*).

## II.I.I.b Basalte et liquides super- et ultra-siliciques

Par ailleurs, ont été évalués les effets de la présence de quelques % volumiques de basalte synthétique et de liquides silicatés beaucoup plus riches en silice (env. 80, 85 et 95% wt.% SiO<sub>2</sub>), mouillant les interfaces (Fig. 5.II, *Dimanov et al., 2000; Dimanov, 2015*). Les matériaux contenant de la fusion partielle riche d'environ 80 % en poids en silice ont été obtenus soit par cristallisation à 1150°C en conditions hydratées (0,1 % poids H<sub>2</sub>O, type HIP-II), soit par un court recuit à 0.1 MPa 15° au-dessus du solidus (1366°C, type HIP-III, *Dimanov et al., 2000*).

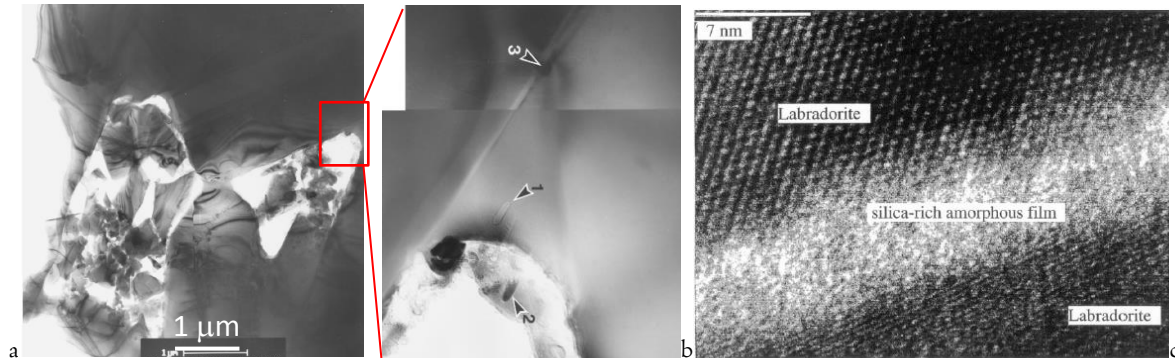


Fig. 5.II. Microstructure de la labradorite synthétique après HIP-II (voir texte) observée en MET. a : Poche de verre résiduel en jonction multiple montrant des cristallites de labradorite en croissance dans le verre résiduel. b : agrandissement sur le point triple en haut, à droite de la poche en (a), montrant du verre silicique (env. 80% SiO<sub>2</sub>) expulsé du joint de grains. Les flèches 1 et 3 montrent les spots de contamination de l'analyse EDX du verre silicique. La flèche 2 montre le point d'analyse du verre résiduel initial. c : imagerie en MET-HR montrant que le verre silicique mouille les joints de grains (*Dimanov et al., 2000*).

Les matériaux les plus « exotiques » (type HIP-IV, *Dimanov, 2015*, en préparation), appelés SiLabI et SiLab5, contiennent quelques pourcents de la fusion partielle super- et ultra-silicique, riche d'environ 85 et 95 % poids en silice, respectivement. Ils ont été réalisés en combinant les techniques de précipitation sol-gel et de compaction HIP. La procédure de HIP-IV comprend i) la synthèse par HIP-I de poudre de verre de labradorite et cristallisation « complète » (à 1 % vol. près), ii) le broyage fin et la précipitation de silice par procédé sol-gel (précurseur acide silicique), iii) à nouveau la compaction HIP à 1150°C.

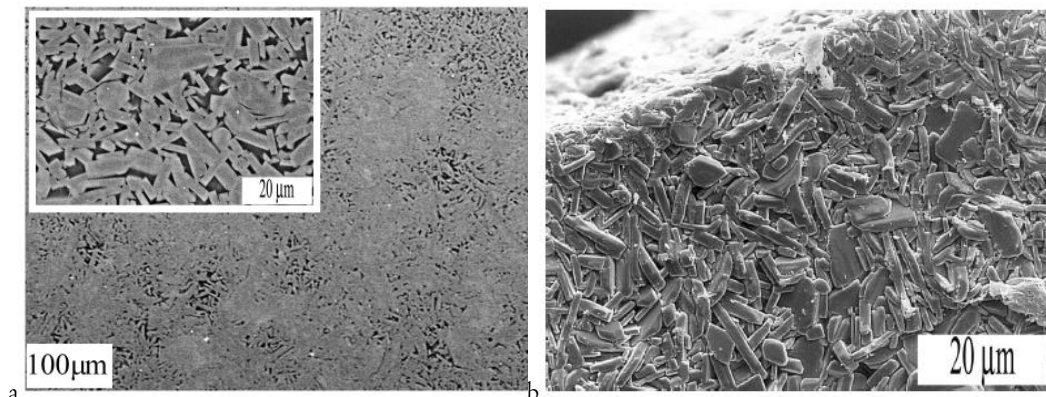


Fig. 6.II. a : Microstructure et distribution de phases amorphes silicatées (env. 95 wt.% silice) dans la labradorite synthétique type HIP-IV (voir texte) observée en MEB. L'imagerie MEB-BSE permet de voir la distribution du verre très riche en silice (sombre). La teneur globale est d'environ 5-6 % vol., mais il y a des hétérogénéités locales avec des teneurs supérieures (l'insert) et d'autres moindres. b : Microstructure d'échantillon HIP-IV après déformation. La morphologie des grains reste la même. La topographie développée en surface indique des mécanismes de glissement aux joints de grains (voir texte dans la section suivante).

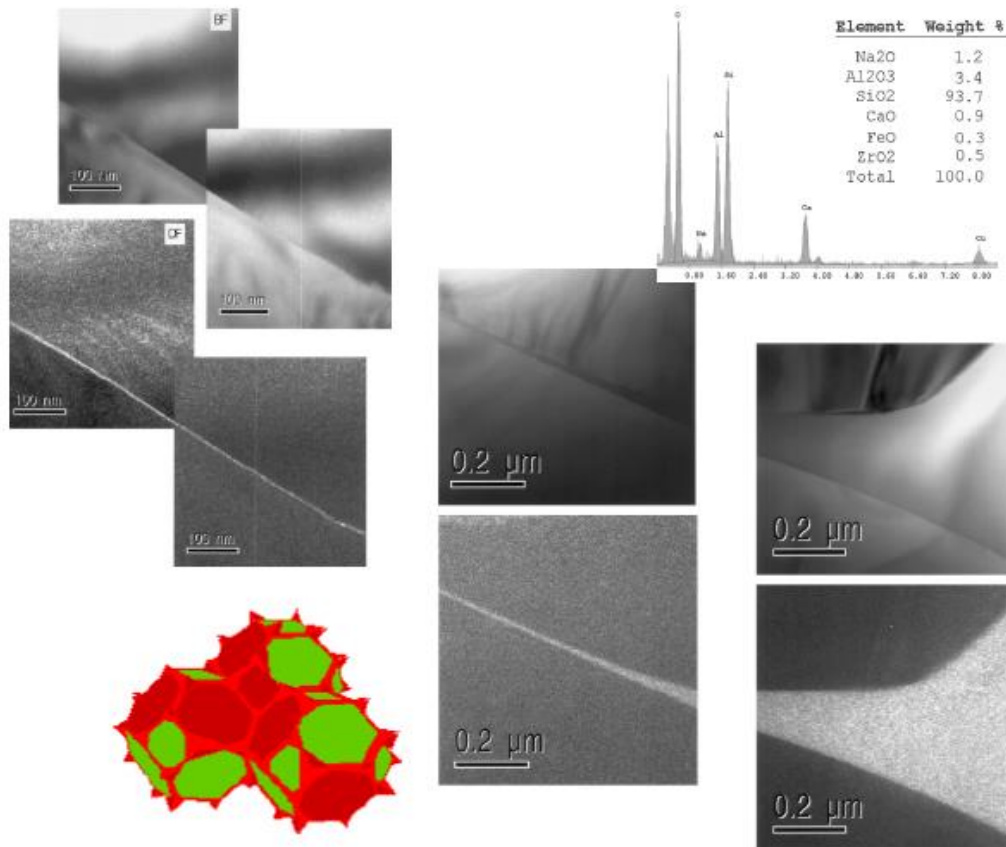


Fig. 7.II. Observation en MET (champ clair et sombre) de la distribution de phases amorphes dans deux types de matériaux appelés SiLabI et SiLa5 de labradorite, obtenus après précipitation sol-gel de 1 % et 5 % vol., respectivement, de silice sur la poudre cristalline (type HIP-IV). Les phases amorphes des deux types de matériaux SiLabI et SiLa5 contiennent env. 85 % et 95 wt. % de silice (voir analyses EDX en insert), lesquels présentent des angles dièdres variables et des extensions de films minces (< 10 nm) sur de nombreuses interfaces. Ces films apparaissent bien visibles en champ sombre.

La topologie des verres super- et ultra siliciques est montrée en Figure 7.II. Elle est similaire pour les matériaux SiLabI et SiLab5, seule la quantité d'amorphe présente aux jonctions multiples diffère. Les compositions chimiques des verres sont mesurées par EDX au niveau de ces poches. L'observation en MET montre que l'angle dièdre baisse progressivement (souvent à la faveur de facettes cristallographiques) en se rapprochant des points triples. Des films minces d'environ 10 nm se prolongent aux interfaces (Fig. 7.II).

### II.1.2. Matériaux cristallins mono- et biphasés

Mon approche permet aussi de contrôler efficacement la teneur en traces d'eau des assemblages. En effet, si les effets adoucissants de la présence de traces d'eau dans les silicates est communément admise le consensus est moindre à propos des espèces hydroxyles (spéciation), des défauts ponctuels de réseau cristallographique associé et des mécanismes physico-chimiques sous-jacents. Ces aspects sont fondamentalement dépendants du type de minéral et de la structure de ses défauts ponctuels extrinsèques (*Hobbs, 1984*). Beaucoup de débats ont notamment eu lieu sur les conditions thermodynamiques d'équilibre de ces défauts et sur leur cinétique de saturation. Certaines discussions, comme celle entre *Jan Tullis* (ex doctorante de Griggs) et *Bas de Brok (1998)*, qui avait aussi déformé de la quartzite dans un appareil de Griggs, ont été après. En se basant sur des mesures FTIR locales (grain par grain) et la très lente cinétique de diffusion des espèces hydroxyles dans le quartz, ce dernier proposait que l'adoucissement rhéologique expérimentalement observé ne soit pas tant dû à l'hydrolyse communément acceptée, mais à des aspects de micro-fracturation et de dissolution-précipitation. Dans notre cas, l'absorption des espèces hydroxyles dans nos silicates se fait avant même leur cristallisation,



pendant la compaction des poudres de verre, dans lequel les espèces hydroxyles sont beaucoup plus mobiles. Le contrôle de la teneur en eau se fait en réalité avant compaction et cristallisation. En utilisant les poudres (très hydrophiles) telles quelles on obtient des échantillons « très » humides, contenant plusieurs milliers de ppm de H/Si. De telles teneurs sont largement au-delà des teneurs d'équilibre du minéral aux conditions de cristallisation, ce qui se traduit par la présence d'inclusions fluides inter- et intra-granulaires.

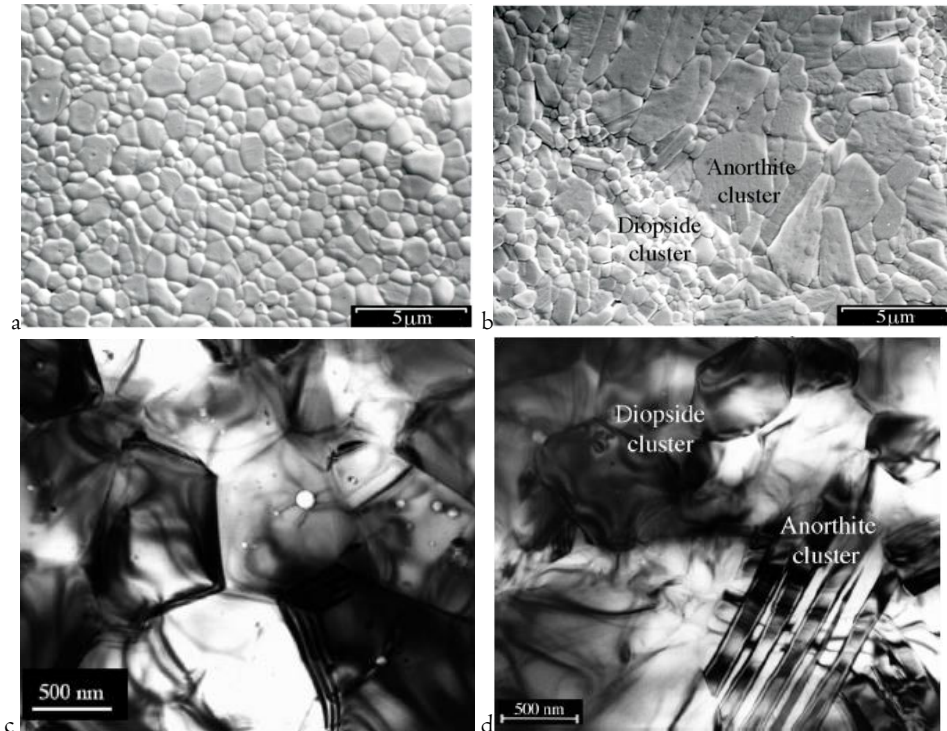


Fig. 8.II. Observation en MEB et MET de matériau monophasé (a et c : diopside) et biphasé (b et d : anorthite-diopside). les flèches montrent des traces de verre résiduel aux points triples et des inclusions fluides. En MET l'anorthite est reconnaissable par ses nombreuses macles de croissance.

Les spectres FTIR (Fig. 9.II) confirment la présence d'hydroxyles cristallographiquement liés (pics étroits, ici pour la bande la plus caractéristique du diopside, *Hercule and Ingrin, 1999*) et d'eau moléculaire libre (large bande d'absorption centrée autour de  $2800\text{ cm}^{-1}$ ).

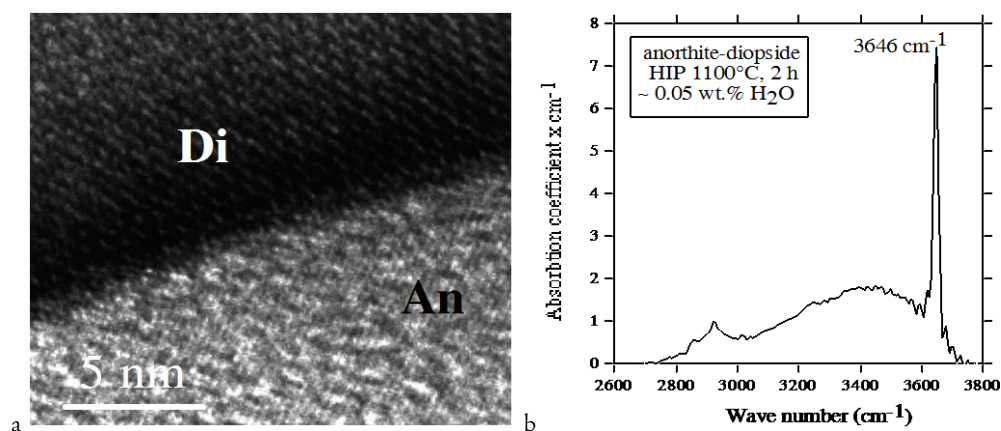


Fig. 9.II. Caractérisation en MET-HR et FTIR de biphasés anorthite-diopside. a : Interface diopside – anorthite. b : Spectre FTIR en absorption : estimation de 0.05 % poids en H<sub>2</sub>O (voir, *Dimanov et al., 2007*). Ici, le pic à  $3646\text{ cm}^{-1}$  est la bande caractéristique principale d'hydrogène structural du diopside (*Hercule and Ingrin, 1999* ; *Bromilay et al., 2004*).



La teneur en eau peut être fortement réduite (un facteur 5 à 10) par traitement thermique des poudres de verre en étuve (200°C) et sous vite primaire. Des échantillons nominaleme nt secs (contenant moins de 100 ppm H/Si) nécessitent cependant un recuit à haute température (800 – 900°C) sous CO/CO<sub>2</sub>, tant que le matériau est encore à l'état de poudre de verre compactée dans les jaquettes d'acier. Un recuit ultérieur au pressage à chaud, au-dessus de 1000°C peut aussi s'avérer nécessaire. Au final, j'ai pu obtenir différents matériaux « très secs » contenant < 0.005 % poids et des échantillons « humides » contenant entre 0.05 – 0.5 % poids (env. 1500 – 15 000 ppm H/Si) dont les effets rhéologiques ont été évalués (*Dimanov et al., 1999, Rybacki and Dresen, 2000 ; Dimanov and Dresen, 2005 ; Rybacki et al., 2006 ; Dimanov et al., 2007*). Pour comparaison, les plagioclases naturels considérés « humides » contiennent entre 0.02 – 0.5 % poids d'eau (*Beran, 1987 ; Hofmeister and Rossman, 1985 ; Johnson and Rossman, 2003 ; Wilkins and Sabine, 1973 ; Wang et al., 1997*).

## II.2. Rhéologie à haute température

### II.2.I. Déformation uniaxiale

#### Articles correspondants

Dimanov, A., Dresen G. and Wirth, R. (1998), High - Temperature Creep of Partially Molten Plagioclase Aggregates. *J. Geophys. Res.*, Vol. 103, 9651-9664.

Dimanov, A., Xiao, X., Dresen G. and Wirth. R., (1999), Grain Boundary Diffusion Creep of Synthetic Anorthite: The Effect of Water. *J. Geophys. Res.*, Vol. 104, I0483-I0497

Dimanov, A., Wirth, R. and Dresen, G., (2001), The effect of melt distribution on the rheology of feldspar rocks. *Tectonophysics*, Vol. 328, pp 307-327.

Dimanov A., Lavie M.P., Dresen G., Ingrin J. and Jaoul O. (2003), Creep of polycrystalline anorthite and diopside. *J. Geophys. Research*. Vol. 108, B1.

Dimanov, A (2015) Effect of melt chemistry on the creep properties of labradorite with amorphous grain boundaries. To be submitted.

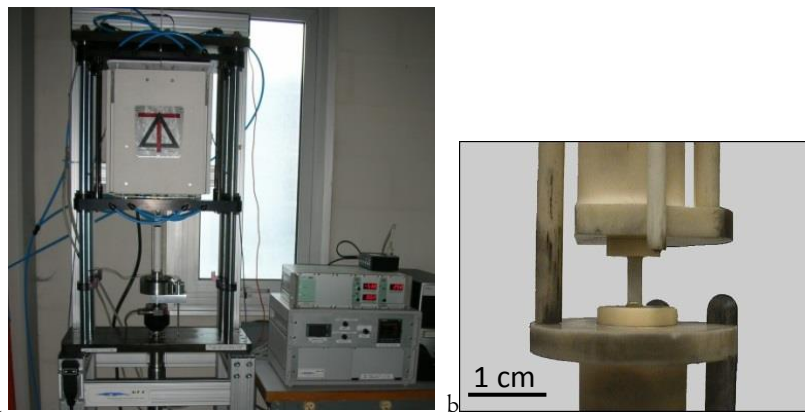


Fig. 10.II. a : Machine uniaxiale : T < 1500°C, Faxiale < 10 kN (Verrin électromécanique), Rigidité (bâti) 3 MN/mm. b : Environnement chimique contrôlé par flux de mélanges gazeux. c : Montage d'échantillon (2 - 10 mm diamètre ou de côté). Mesure de déplacement différentielle des pistons (alumine) par deux tiges de rappel (alumine) et deux capteurs LVDT. Vitesses > 10<sup>-9</sup>s<sup>-1</sup>.

La déformation uniaxiale à haute température est très couramment utilisée en sciences des matériaux pour toutes sortes de céramiques (*Clarisse et al., 1997 ; Bataille et al., 1999 ; Nair et al., 2001 ; Bataille and Crampon, 2003*). En sciences de la terre, elle est plus utilisée pour la caractérisation du fluage de monocristaux (*Guillopé and Poirier, 1979 ; Durham et al., 1979 ; Darot and Gueguen, 1981 ; Bai et al., 1991 ; Raterron and Jaoul, 1992 ; Wang et al., 1996a*), car en fonction des mécanismes de déformation et des vitesses pratiquées l'absence de confinement peut entraîner rapidement la dilatance (cavitation, micro-fracturation) et l'endommagement des polycristaux. Elle est néanmoins habituellement la première étape franchie dans une étude rhéologique (*Relandeau, 1981 ;*

Wang et al., 1996b ; Dimanov et al., 1998, 1999, 2001, 2003), En fait, l'arsenal expérimental utilisé dépend simplement de ce que l'on veut observer/mesurer. Aujourd'hui, l'assemblage pour presse multi-enclumes appelé D-DIA (Wang et al., 2003) fonctionne et permet d'atteindre de très fortes pressions de confinement (5 - 10 GPA). L'accès à sa cellule de confinement au faisceau RX synchrotron permet de mesurer *in situ* les vitesses de déformation axiale par radiographie et les contraintes élastiques moyennes par diffraction (Li et al., 2004 ; Weidner et al., 2010 ; Hongbo et al., 2011 ; Raterron et al., 2012). Ce n'était pas encore le cas à la fin des années 90 et de mon côté, je m'intéressais à des données rhéologiques précises et aux détails des lois constitutives de phases de la croûte intermédiaire et inférieure, avec un contrôle strict des microstructures et des conditions d'environnement chimique ( $pO_2$ , traces d'eau...). Les appareils de fluage uniaxial et de Paterson dont je vais parler par la suite étaient amplement suffisants. Dans la suite de cette section je vais rappeler les grandes lignes des motivations et les résultats les plus marquants. Pour plus de détails, le lecteur est invité à lire les articles qui s'y réfèrent).

## II.2.I.a Synthèse des résultats

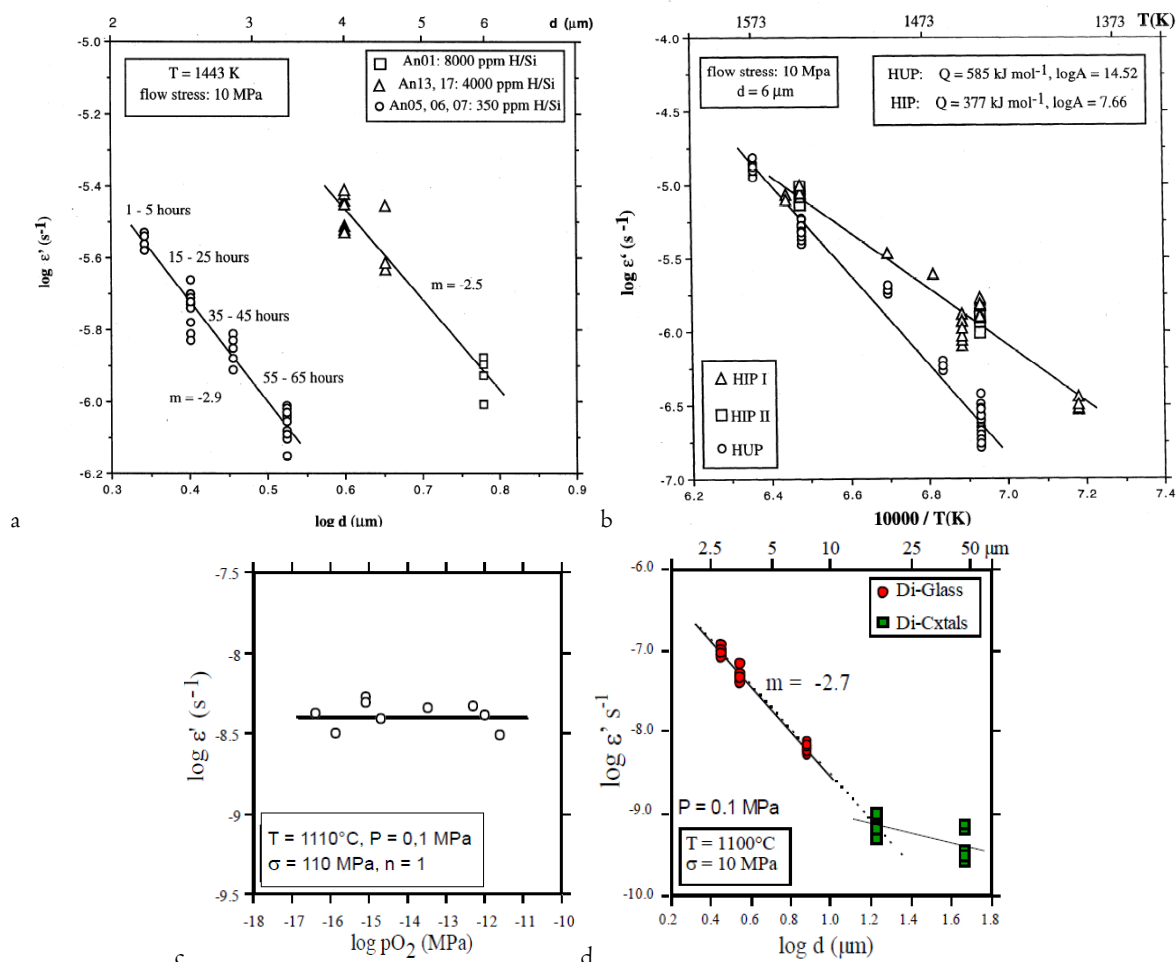


Fig. 11.II. Diagrammes de données rhéologiques. a : Dépendance de la vitesse de fluage avec la taille de grain moyenne. L'exposant de  $-2,9$  et  $-2,5$  pour matériaux très secs et « humides » indique un contrôle diffusif d'interface (Coble creep). b : Lois de fluage à contrainte différentielle de 10 MPa (exposant de contrainte  $n = 1$ ) pour les mêmes deux types de matériaux. La présence transitoire de traces d'eau abaisse fortement l'énergie d'activation. c : Indépendance de la vitesse de fluage Newtonien du diopside (2% at. Fe) en fugacité d'oxygène. d : Variation de la dépendance en taille de grain de la vitesse de fluage Newtonien du diopside avec la distribution de tailles de grain (uni-modale versus bimodale).

Les essais uniaxiaux (Dimanov et al., 1998 ; 1999, 2000 ; 2003) ont permis de déterminer des lois de fluage de type Newtonien ( $n = 1$ , Eq. I.1) de plagioclases (An100, An60) et du diopside. Parmi

les principaux résultats on peut mettre en avant la forte dépendance en taille de grain avec un exposant  $p = -2,5$  à  $-2,9$  (Fig. 11.II, *Dimanov et al., 1999*), l'indépendance en  $pO_2$  (même pour du diopside contenant 2% at. de Fe, Fig. 11.II, *Dimanov et al., 2003*) et l'influence de traces d'eau. Les traces initiales d'eau contenues dans les inclusions fluides intra-granulaires (observées en MET, Fig. 8.II) perdurent le temps des essais, pendant quelques heures à plusieurs jours, même sans confinement (mesures globales FTIR). Cet état de fait a été interprété comme résultant de la très lente cinétique de déshydratation des espèces hydroxyles par diffusion à travers un réseau cristallographique ne contenant pas suffisamment d'éléments de transition (le mécanisme communément admis pour le gain ou l'extraction d'hydrogène dans les silicates comme l'olivine ou le pyroxène est lié à la présence de Fe, *Hercule and Ingrin, 1999; Mackwell and Kohlstedt, 1990, Demouchy and Mackwell, 2006*). Elles sont ainsi lentement libérées à partir des réservoirs internes que sont les inclusions et produisent des effets rhéologiques non négligeables. Les matériaux contenant de traces d'eau (appelés HIP) présentent un fluage accéléré et une énergie d'activation considérablement plus basse (env. 380 kJ/ mol) que les matériaux très secs (appelés HUP, env. 590 kJ/ mol) (Fig. 11.II, *Dimanov et al., 1999*). Dans le régime Newtonien et à microstructure comparable le diopside est environ un ordre de grandeur plus résistant que l'anorthite.

Nous avons pu aussi montrer qu'une distribution en tailles de grains plurimodale et large a un impact considérable sur l'exposant apparent de taille de grain. la Figure Fig. 11.IId montre que pour les matériaux issus de verre synthétique (Di-glass), avec une distribution étroite de tailles grains (Fig. 8.II.a) l'exposant de taille de grain  $m$  est proche de 3, en accord avec le modèle de fluage de type *Coble* (*Coble, 1963*). Pour les matériaux issus de compaction de poudres cristallines naturelles (Di-Cxtals, Fig. 2.II.b), avec une distribution large et/ou plurimodale de tailles de grains, la dépendance en taille de grain apparaît beaucoup plus faible. En d'autres termes, avec une microstructure complexe et/ou évolutive il est périlleux de tirer des conclusions quant aux mécanismes microphysiques opérationnels sur la base des paramètres de loi de comportement et des modèles théoriques, qui sont développés pour une taille de grain unique. Dans le cas général, une approche de type homogénéisation, avec analyse en termes de partitionnement de la déformation suivant les différents modes de tailles de grains peut s'avérer utile (*Dimanov et al., 2003*).

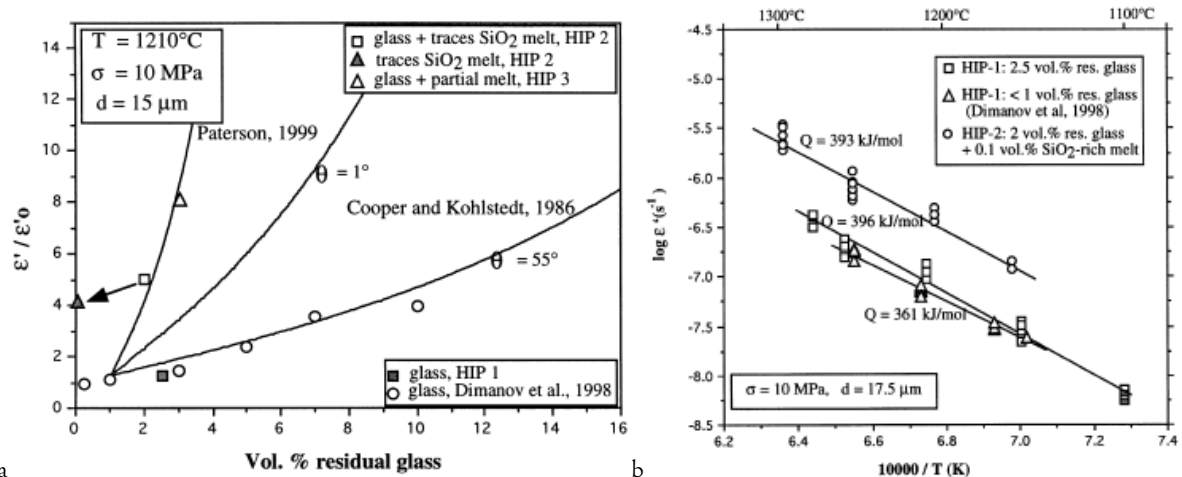


Fig. 12.II. Effets de la proportion et la distribution de liquides silicatés dans la labradorite. a : Vitesse normalisé en fonction de la proportion de liquide. Le liquide non-mouillant (carré plein et cercles) a une influence très modeste par rapport au liquide mouillant (carré et triangle). b : Lois de fluage à contrainte différentielle de 10 MPa (exposant de contrainte  $n = 1$ ). La vitesse est considérablement accélérée par la présence de liquide mouillant (cercles). L'énergie d'activation reste inchangée entre matériau « pleinement cristallin » (triangles), matériau à liquide non mouillant (carrés) et liquide mouillant (cercles).

En ce qui concerne la présence de phases amorphes dans la labradorite, les verres résiduels de composition comparable à celle du matériau solide et qui ne mouillent pas les joints de grains ont des effets notables, mais relativement modestes. La viscosité du matériau (appelé HIP-I) est abaissée d'un facteur 2 à 5 jusqu'à des teneurs de 10 % de verre résiduel de plagioclase en volume. La viscosité du

matériau diminue progressivement avec l'augmentation de la fraction de verre, en suivant le modèle de *Cooper and Kohlstedt (1984, 1986)* (Fig. 12.II). Celui-ci a été établi dans le cas du système olivine-basalte, en considérant le liquide non-mouillant. Dans ce cas, l'adoucissement rhéologique n'implique que i) l'accroissement local des contraintes au niveau des contacts solide-solide entre grains, réduits du fait de la proportion d'interfaces solide-liquide, ii) le raccourcissement des distances de diffusion aux interfaces solide-solide, pour les mêmes raisons. Dans ces conditions, l'angle dièdre est le paramètre clé, car il détermine entièrement la proportion d'interfaces mouillées pour une teneur en liquide donnée.

La situation est différente si i) les matériaux de type HIP-I (cristallisés à 950°C et recuit subséquent long) subissent un rapide recuit supplémentaire proche du point de fusion (à 1366°C, matériaux nommés HIP-3), ii) si les matériaux ont été cristallisés (en présence de traces d'eau) à relativement haute température (à 1150°C, matériaux nommés HIP-2). Dans le premier cas ils contiennent de 2 - 3 % vol. de fusion partielle et des interfaces mouillées. Dans le deuxième cas, ils contiennent au niveau des interfaces des traces de liquide silicaté enrichi en silice (env. 80 wt. %), interprété comme une sorte de fusion partielle précoce (*Raterron and Jaoul, 1992*). La plus grande quantité de ces liquides est expulsée d'entre les joints durant la déformation (phénomène connu dans les céramiques, sous le terme « exhaustian creep », Fig. 5.II). Mais, dans les deux cas des films minces amorphes (de l'ordre de quelques nm) subsistent aux joints de grains. Dans ce cas les effets rhéologiques sont importants, la baisse de viscosité des matériaux est d'un facteur 5 - 8. Ces données ne correspondent plus au modèle classique de *Cooper and Kohlstedt (1986)*, mais à celui plus récent de *Paterson (2001)*, pour un matériau granulaire à phase liquide interconnectée. Fait intéressant, l'énergie d'activation de fluage reste à peu de chose près inchangée, que ce soit pour le matériau nominalemt exempt de phases amorphes, celui contenant du verre résiduel non mouillant, ou ceux contenant de la fusion partielle et des interfaces mouillées. L'interprétation donnée repose sur le fait que les diffusivités aux interfaces et dans des liquides aluminosilicates fortement polymérisés (de grande viscosité) sont comparables en termes d'activation thermique (voir compilation de données de diffusion dans *Dimanov et al., 2000*).

Pour résumer, le faisceau d'indications fournies par les données rhéologiques dans le régime Newtonien de plagioclases et de diopside synthétiques, à faible taille de grain (3 – 30  $\mu\text{m}$ ), est interprété en termes de dominance des mécanismes de glissement aux joints de grains contrôlés par transport diffusif aux interfaces. Pour reprendre la terminologie générique usuelle, on peut parler de « fluage-diffusion » (diffusion creep), ou pour être plus précis de « fluage contrôlé par diffusion aux joints de grain » (grain boundary controlled diffusion creep »).

De fait, la structure physique et chimique des interfaces a nécessairement un impact important sur les propriétés de fluage. Dans cette optique, j'envisageais d'étudier plus en détails les effets de la composition chimique (donc de la viscosité) du liquide aux interfaces. J'ai entrepris à ce sujet un travail purement hypothétique. Il s'agissait d'évaluer les effets de la présence aux interfaces de silice pure, ou de liquides très concentrés en silice, sans qu'ils correspondent en réalité à une quelconque composition naturelle. L'idée de base était que de nombreuses céramiques, et en particulier le  $\text{Si}_3\text{N}_4$  et le  $\text{SiC}$ , comportent des films minces nanométriques aux interfaces, sans excéder une teneur globale de l'ordre du pourcent volumique de phases amorphes. Ces dernières sont quasiment composées de silice pure et résultent souvent non pas des procédés de fabrication, mais de l'utilisation en conditions oxydantes. Dans ce cas, de l'azote ou du carbone ayant été évacués sous forme gazeuse, il se forme naturellement de la silice aux surfaces, puis aux interfaces de la céramique. Pourtant, ces matériaux conservent leurs propriétés d'extrême résistance au fluage. Le but de l'étude était donc de produire des échantillons de plagioclase avec des interfaces mouillées par des liquides silicatés contenant > 80 % vol. de silice. Ces matériaux ont été obtenus par précipitation de silice sol-gel sur les poudres cristalline de labradorite et appelés SiLabI et SiLab5, contenant respectivement env. 85 et 95 wt. % de silice (Fig. 6 et 7.II). Ce travail a été présenté en conférences (AGU, EMPG), mais n'a pas été encore été publié, aussi je vais m'y attarder un peu, car il clos mes travaux sur les matériaux partiellement fondus.

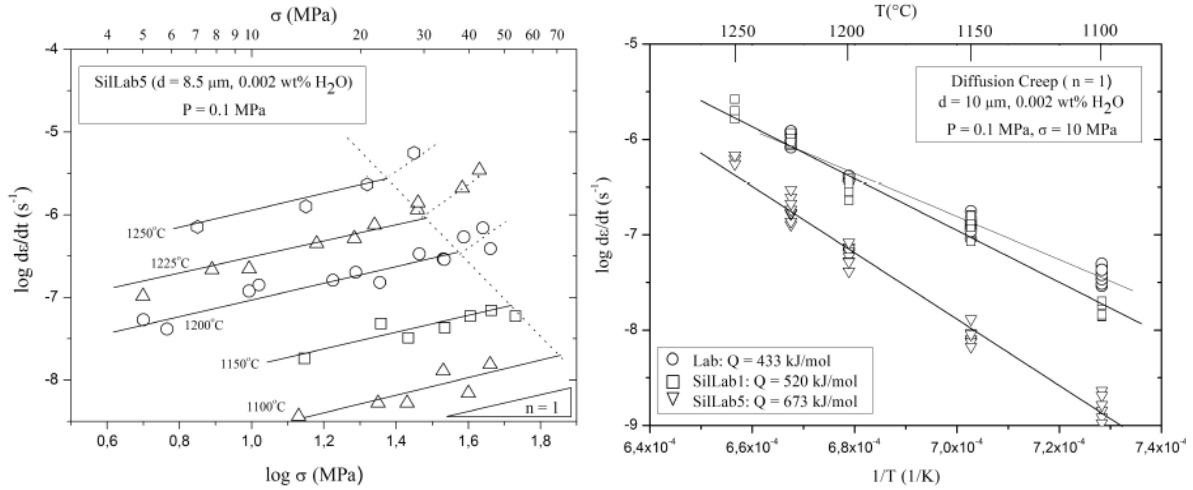


Fig. 13.II. Diagrammes de données rhéologiques pour Labradorite cristalline et partiellement fondue (liquides super- et ultra-siliciques : 85 wt.% et 95 wt.%, respectivement). a : Dépendance linéaire de la vitesse de fluage avec la contrainte (Régime Newtonien ou fluage-diffusion) pour matériau à 5 % vol. de liquide ultra-silicique. b : Lois de fluage à contrainte différentielle de 10 MPa (exposant de contrainte  $n = 1$ ) pour le matériau cristallin (cercles), à 1% vol. de liquide super-silicique (carrés) et à 5% vol. de liquide ultra-silicique (triangles). Contre intuitivement ce dernier, bien que contenant le plus de liquide, est plus résistant et a une très forte énergie d'activation.

Ces essais ont aussi mis en évidence un comportement Newtonien dominant (Fig. 13.II), pour les matériaux cristallins et ceux contenant des liquides de compositions super- et ultra-siliciques mouillant les interfaces des grains (Fig. 6 et 7.II). Plus étonnant et contre intuitivement, ces matériaux partiellement fondus sont moins ductiles et présentent une énergie d'activation plus grande que celle du matériau « nominale cristallin ». Ces aspects sont plus marqués pour le matériau contenant le liquide le plus silicique, donc le plus visqueux. Les viscosités des liquides silicatés vérifient en général la relation empirique de Vogel-Fulcher-Tammann (*Fulcher, 1925 ; Tammann and Hesse, 1926*) :

$$\log \eta = A + \frac{B}{T - C} \quad (\text{Eq. 1.II})$$

En se basant sur un grand nombre de données rhéologiques de liquides silicatés *Giordano et al. (2006, 2008)* ont élaboré un modèle semi-empirique des viscosités isothermes en fonction de la composition chimique :

$$\log \eta = a_3 + \frac{a_2 a_3}{a_3 + SM} \quad (\text{Eq. 2.II})$$

Les paramètres  $a_i$  ont été établis sur la base des données rhéologiques pour différentes températures et le paramètre SM (modificateur de réseau ou *structure modifier*) est calculé à partir de teneur en oxydes de modificateurs de réseau (alcalins, alcalinoterreux, métaux).

Le modèle semi-empirique de *Giordano et al. (2006, 2008)* a été établi sur une base de données de liquides contenant jusqu'à 80 % poids de silice. Faute d'autre modèle disponible, je l'ai utilisé pour calculer les viscosités des liquides en présence dans mes échantillons, bien qu'ils soient plus riches en silice. Les résultats sont présentés en Figure 14.II, et comparés avec les viscosités de divers liquides silicatés, mesurées expérimentalement par ailleurs (références dans l'article *Dimanov, 2015*, en prep.). Les viscosités calculées des liquides silicatés des matériaux SiLab1 et SiLab5 (85 et 95 wt. % de silice, respectivement) sont avec consistance entre celles de l'albite et de la silice pure.

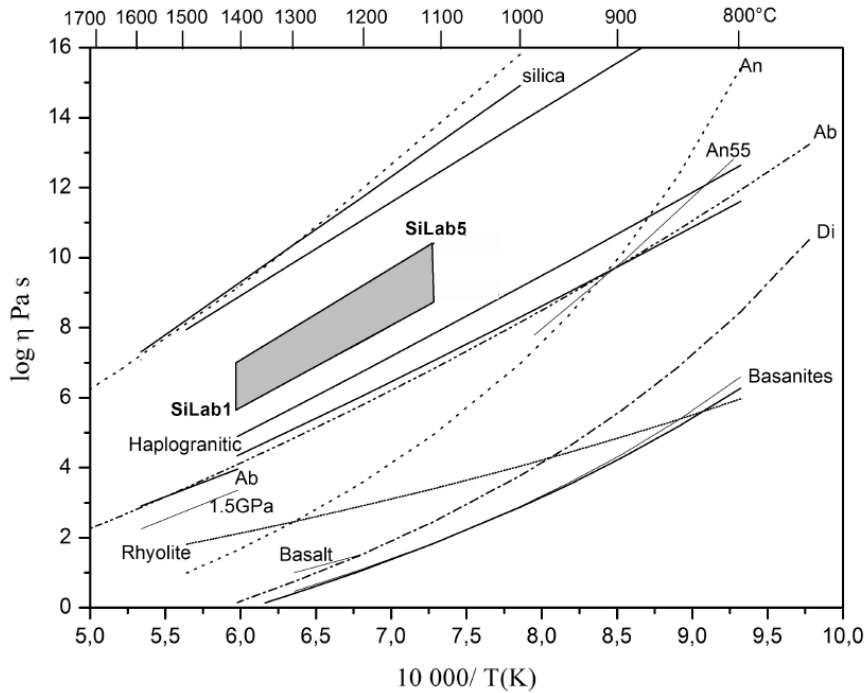


Fig. 14.II. Diagrammes de viscosités expérimentales et calculées pour liquides silicatés (références dans *Dimanov, 2015*, en prep.). Les compositions vont des basaltes (env. 40-50 wt.% silice) aux plagioclases et la silice vitreuse. L'aire grisée correspond à l'intervalle de viscosités encadrées par celles calculées avec le modèle semi-empirique de *Giordano et al. (2008)* à partir des compositions des liquides super- et ultra-siliciques de cette étude.

J'ai calculé les diffusivités effectives dans les liquides de SiLabI et SiLab5 à partir de leurs viscosités (calculées), en utilisant le modèle de *Eyring - Einstein* :

$$D_{eff} = \frac{k_B T}{\lambda \eta} \quad (\text{Eq. 3.II})$$

où  $D_{eff}$  est le coefficient de diffusion de l'espèce qui diffuse ( $\text{m}^2/\text{s}$ ) dans le liquide,  $k_B$  et  $T$  ont les significations usuelles,  $\eta$  (Pa.s) est la viscosité du liquide et  $\lambda$  la longueur caractéristique de saut.  $\lambda$  équivaut à  $6\pi r$  dans le cas de l'équation d'*Einstein (1905)*,  $r$  étant le rayon de l'espèce moléculaire qui diffuse par mouvement Brownien (marche au hasard). Pour *Eyring (1935)*,  $\lambda$  équivaut directement au rayon de la particule en suspension. Ce modèle, basé sur la théorie des états de transition, sous-entend que viscosité et diffusion sont animées par les mêmes mécanismes. Il se vérifie pour les liquides silicatés si on considère la diffusion des espèces les plus lentes comme O et Si (dites formatrices de réseau) (*Shimizu and Kushiro, 1984 ; Lesher et al., 1996 ; Reid et al., 2003 ; Tinker et al., 2004*). De façon plus générale, il a aussi été démontré par *Friedel (1964)* que si l'on considère un joint comme une couche visqueuse, le modèle d'Einstein permet d'expliquer la vitesse de déplacement relative des grains soumis au cisaillement en reliant la viscosité au coefficient de diffusion des espèces le long du joint. Ce modèle donc bien applicable du point de vue de la rhéologie contrôlée par transport diffusif des espèces lentes dans les phases liquides présentes aux joints de SiLabI et SiLab5.

Je compare mes diffusivités calculées aux données expérimentales de diffusion de Si, Al et O dans les silicates et liquides silicatés dans la compilation de la Figure 15.II. Sans surprise, les diffusivités en volume dans des silicates cristallins (à l'exception de Si dans la silice vitreuse) sont les plus lentes. Les diffusivités dans les liquides silicatés sont bien entendu les plus rapides. Elles révèlent cependant deux groupes de liquides : ceux de composition mafique (basique, pauvre en silice) et ceux de composition felsique (acide, riches en silice). Les premiers et seconds sont aussi caractérisés par leur NBO/T (non-bridging oxygen per tetrahedron), respectivement fort et faible, qui traduit leur degré de polymérisation.

Les diffusivités de Al et de Si dans le basalte, l'albite et la silice sont surlignées en noir épais. On voit que les diffusivités calculées dans les liquides de SiLab1 et SiLab5 (aire grisée) tombent entre les diffusivités mesurées de Si dans l'albite et dans la silice.

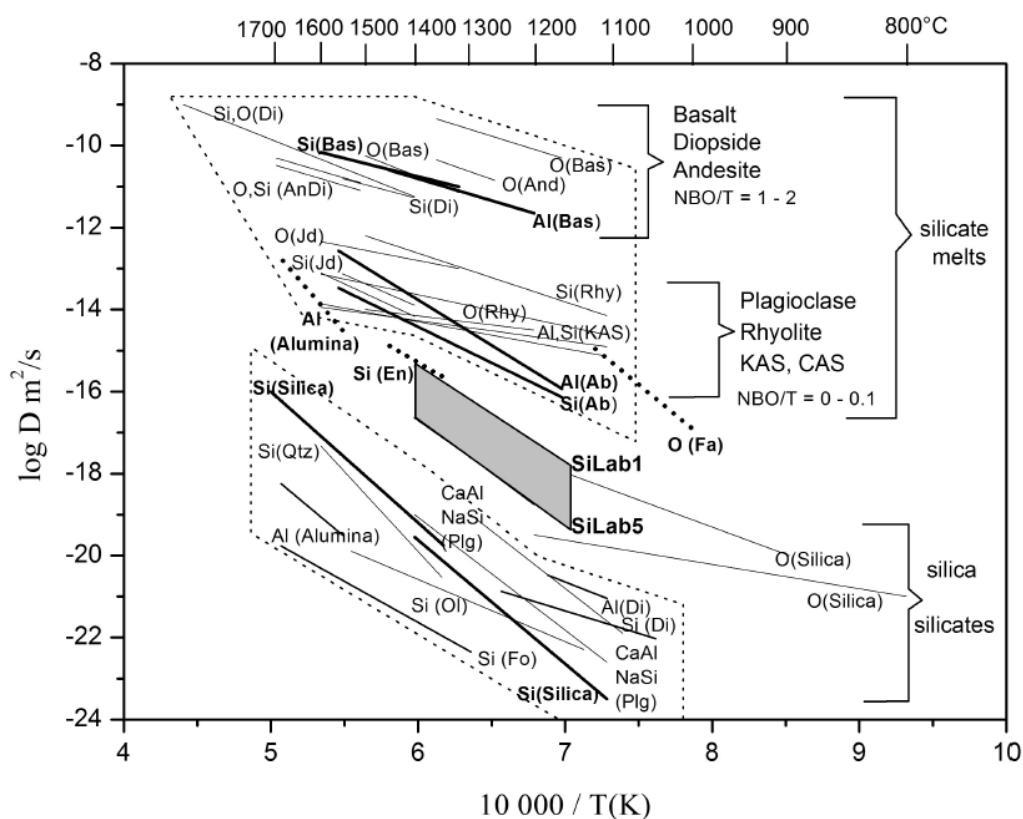


Fig. 15.II. Diagrammes de diffusivités expérimentales et calculées de formateurs de réseau (Si, Al, O) pour silicates et liquides silicatés (références dans *Dimanov et al., 2000 ; Dimanov, 2015, en prep.*). Le domaine bas, encadré par une ligne pointillée grise correspond aux diffusivités en volume dans des silicates cristallins (à l'exception de Si dans la silice vitreuse (silica)). Le domaine haut, encadré par une ligne pointillée grise correspond aux diffusivités dans des liquides silicatés. Ce domaine se divise en deux sous-domaines, pour les compositions mafiques (basiques) et felsiques (acides), dénotées aussi par leur NBO/T (non-bridging oxygen per tetrahedron). Les diffusivités de Al et de Si dans le basalte, l'albite et la silice sont surlignées en noir épais. Les diffusivités aux joints de grains (recalculées en considérant 1 nm d'épaisseur de joint) sont données en lignes pointillées épaisses. L'aire grisée correspond à l'intervalle de diffusivités encadrées par celles calculées avec le modèle de Heyring pour les liquides super- et ultra-siliciques de cette étude, à partir des viscosités précédemment calculées (Fig. 10.II).

Les mesures de viscosités et de diffusivités présentées en Fig. 14.II et Fig. 15.II sont totalement indépendantes. Aussi, le fait que les grandeurs calculées pour les liquides présents dans mes matériaux soient en bon accord avec les deux types de données conforte une démarche d'estimation de premier ordre. Dans la Figure 15.II, le peu de diffusivités aux joints de grains qui existent (en conditions sèches) sont recalculées en considérant un joint d'épaisseur 1 nm, et sont représentées en lignes pointillées épaisses. Le constat est que les diffusivités calculées pour les espèces formatrices de réseau dans les liquides super- et ultra-siliciques de mon étude sont très inférieures aux diffusivités des espèces Si, Al et O dans les liquides silicatés usuels, et comparables ou inférieures aux diffusivités aux joints de grains de silicates et oxydes. C'est en accord avec mes observations, dans l'hypothèse de fluage contrôlé par diffusion aux interfaces mouillées de liquides siliciques. En d'autres termes j'ai démontré, que comme pour les céramiques et en conditions sèches, la présence d'interfaces amorphes (liquides à haute température) n'altère pas nécessairement la résistance au fluage. Le transport ionique étant le paramètre de contrôle cinétique, le fluage s'accélère en cas de liquides silicatés habituels, peu visqueux, mais décroît dans le cas de liquides exotiques ultra-siliciques.

## II.2.I.b. Avant-goût de confinement

Pour clore tout à fait le chapitre des effets rhéologiques de liquides silicatés « exotiques », je présente les résultats de fluage des matériaux partiellement fondus SiLabI (1-2 % vol. de liquide à 85% poids de silice) et SiLab5 (5-6 % vol. de liquide à 95% poids de silice) en conditions triaxiales, dans la machine de Paterson. Sont également présentés les premiers résultats de matériaux plus attendus en conditions naturelles : une labradorite partiellement fondue (BasLab5) contenant 5-6 % vol. de basalte synthétique (55% poids de silice, 25% poids MgO, 10% poids CaO, 5% poids Na<sub>2</sub>O et 5% poids Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), également déposé sur les grains de labradorite cristalline par précipitation sol-gel. Ces essais à haute pression étaient nécessaires afin d'évaluer les effets rhéologiques du maintien de traces d'eau. De fait, c'est un paragraphe qui annonce la section suivante, où est véritablement abordée la partie « haute » pression.

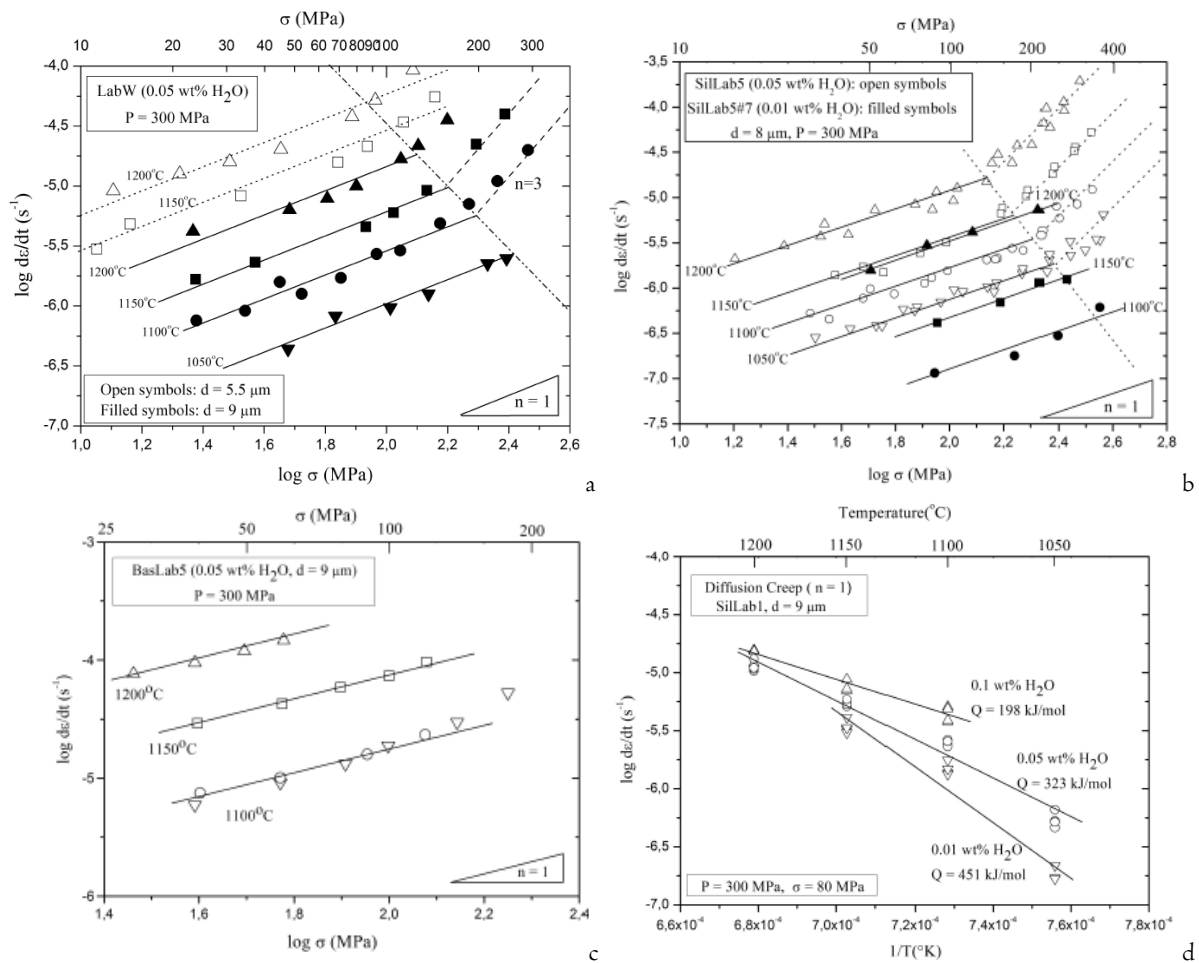


Fig. 16.II. Diagrammes de données rhéologiques pour labradorite cristalline (LabW) et labradorites contenant I – 5 % vol. des liquides siliciques (SiLabI et SiLab5) ou basaltique (BasLab). a : dépendance de la vitesse en contrainte et effet de taille de grain (dépendance taille grain,  $m = -2,9$ ) pour LabW. b : dépendance de la vitesse en contrainte et effet de traces d'eau pour SiLab5. c : dépendance de la vitesse en contrainte pour BasLab. d : Lois rhéologiques Newtoniennes à 80 MPa et effet de teneur en eau sur l'énergie d'activation.

Les essais montrent que la rhéologie des matériaux partiellement fondus sous confinement est toujours dominée par le régime Newtonien en dessous de 100 MPa de contrainte différentielle (Fig. 16.II). Pour les matériaux de type SiLabI et SiLab5 la dépendance de grain avoisine  $m = -3$ , en accord avec des mécanismes de transport aux interfaces. Les effets adoucissants de traces d'eau sont très importants en abaissant la viscosité isotherme et surtout l'énergie d'activation, laquelle passe d'environ 450 à 200 kJ/mol en augmentant d'un ordre de grandeur la teneur en eau de 0.01 à 0.1 % poids. La



Figure 17.II résume les résultats les plus marquants. Tous les matériaux de type labradorite cristalline (Lab) et labradorite partiellement fondue à liquide super- et ultra-silicique (SiLabI et SiLab5) présentent quasiment la même loi de fluage, avec une énergie d'activation de l'ordre de 300 kJ/mol. On peut en conclure que les propriétés de transport aux interfaces de tous les matériaux sont comparables en présence de traces d'eau. Ces dernières, ont un effet très prononcé de dépolymérisation des liquides siliciques, de fait, les effets de renforcement du matériau par la présence des liquides siliciques aux joints en conditions sèches sont estompés. La labradorite contenant du basalte est par contre substantiellement plus ductile, en accord avec les propriétés de transport dans les liquides basaltiques (Fig. 15.II). Pour ce matériau l'énergie d'activation n'est qu'apparente, à cause de la proportion variable de basalte selon la température.

## Synthèse

Les matériaux à grains fins présentent tous un comportement dominant Newtonien, compatible avec le glissement aux joints de grains et accommodation/contrôle par diffusion aux interfaces. Les effets de paramètres de microstructure (taille et distribution de taille de grain) et de la présence de phases liquides ont été mis en évidence et quantifiés. Les effets d'adoucissement ou de renforcement du matériau (effets sur la vitesse de fluage et l'énergie d'activation) par la structure physique (cristalline/amorphe) et chimique (composition des phases amorphes et présence de traces d'eau) des interfaces ont été démontrés et quantifiés.

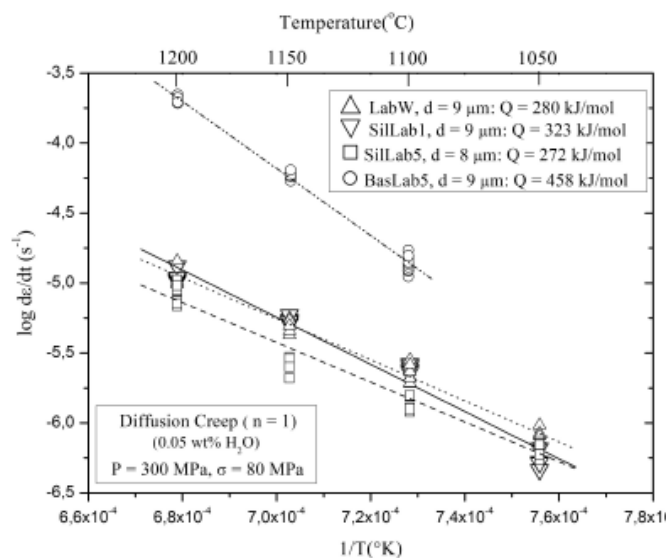


Fig. 17.II. Lois rhéologiques Newtoniennes à 80 MPa et effet de teneur en eau sur l'énergie d'activation. La présence d'eau réduit à néant les effets de renforcement observés en fluage à 0.1 MPa de confinement (à sec) de la présence de liquides super- et ultra-siliciques aux interfaces.

## II.2.2. Déformation triaxiale

### II.2.2.a. Appareil de Paterson

La machine fonctionne en mode axial depuis sa conception dans les années 70. Les données mécaniques sont très précises pour une machine impliquant une pression de confinement, grâce aux mesures de force et de déplacement internes à l'enceinte, au système de compensation de pression de l'enceinte au cours de la déformation et bien sûr grâce au fait que le milieu de confinement est gazeux. La température (< 1300°C) est mesurée par un thermocouple glissé dans le canal central des pistons, jusqu'au contact du talon d'alumine supérieur (Fig.18.II). La machine a été principalement utilisée pour la déformation de roches naturelles et de polycristaux synthétiques, mais aussi pour des monocristaux.

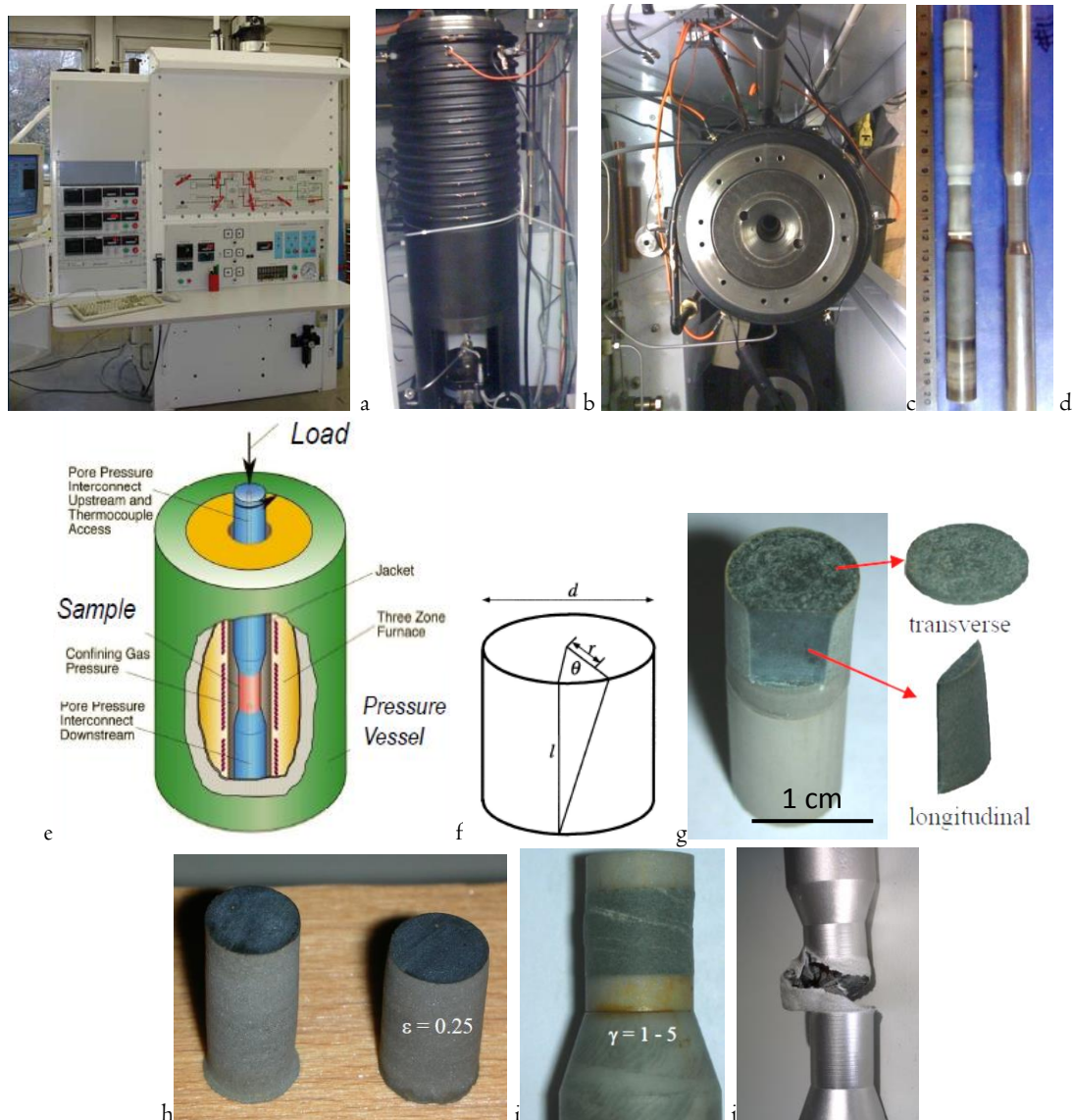


Fig. 18.II. Machine de Paterson :  $T < 1300^{\circ}\text{C}$ ,  $P < 500 \text{ MPa}$  (Argon),  $F_{\text{axiale}} < 100 \text{ kN}$  (Verrin électromécanique Instron). Couple  $< \text{KNm}$ , Rigidité (bâti)  $2 \text{ MN/mm}$ , Compensation de volume de la chambre, Capteur de déplacement et cellules de force/couple internes, vitesses  $> 10^{-8} \text{ s}^{-1}$  Pression de pores  $< 500 \text{ MPa}$ , Echantillon :  $10 \text{ mm}$  de diamètre,  $20 \text{ mm}$  de haut, chemise en acier. a : Machine de l'ISTO (Orléans), b,c : vue latérale et aérienne de la machine de Kohlstedt. d : à gauche ssemblage de déformation (colone de pistons de zircon et d'alumine, talons d'alumine et échantillon au centre), à droite jaquette d'acier. L'assemblage s'insère dans l'ouverture circulaire centrale montrée en (c). e : Dessin de l'enceinte et de la colonne de déformation pouvant transmettre un effort compressif ou en torsion (E. Rybacki, GFZ). f : schéma de la géométrie de déformation en torsion ( $\gamma = r\theta/l$ ). g : shématisation des sections transverse et tangentielle réalisées pour observation à postériori. h : échantillons avant et après déformation en compression. i, j : échantillons déformés en torsion, l'échantillon en j a été fracturé et « déformé » au-delà de la rupture de la chemise en acier (vitesse constante).

Les données sont habituellement analysées suivant l'équation Eq. 2.I, avec corrections de la force pour tenir compte de la résistance des métaux utilisés pour les jackettes de confinement (aciers, Cu, Au, Ni...). La fugacité d'oxygène peut être fixée au moyen de tampons solides (équilibre entre métaux/oxides, typiquement Ni/NiO et Fe/FeO), la fugacité d'eau est contrôlée à saturation (présence d'eau libre) par la pression de confinement, le volume d'activation peut être mesuré sur une petite gamme de pressions à sec ( $100 - 500 \text{ MPa}$ ), ou à saturation avec correction en fugacité (Rybacki et al., 2006). Pour certaines machines, la pression de pores peut aussi être contrôlée, avec un montage spécifique, comportant un volumomètre en aval. Des assemblages concentriques très astucieux ont été développés pour assurer le contrôle de la teneur en eau et des fugacités de fluides (Chen et al., 2006 ; Demouchy et al., 2012). Pour ma part, la présence d'eau était seulement assurée par le procédé de préparation et de

compaction des poudres (voir sections précédentes). Le fonctionnement de la machine est très sécurisé, comme en atteste l'essai en torsion en Fig. 18.III, où après la rupture de l'échantillon la jaquette a continué à être déformée jusqu'à être totalement déchiquetée, sans aucune fuite du système de confinement.

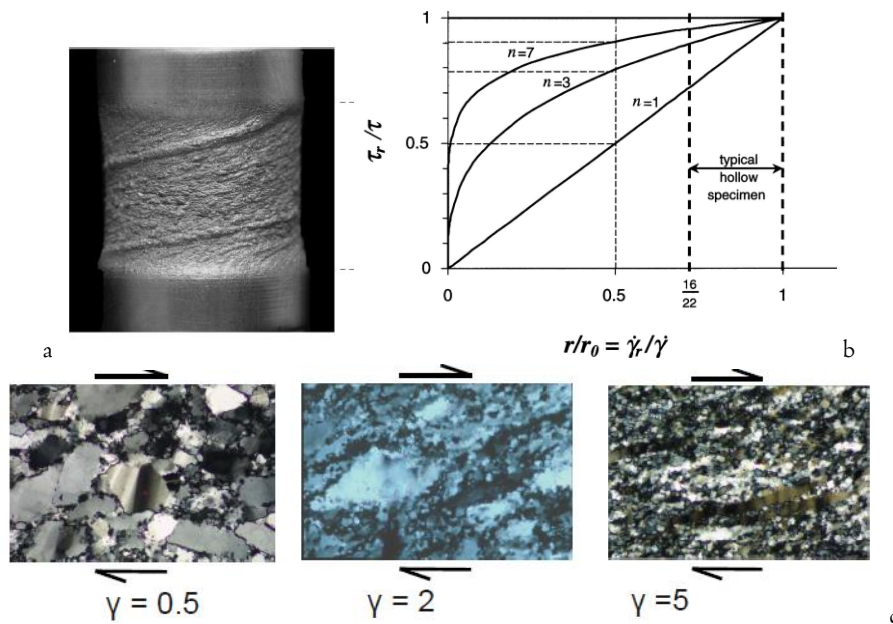


Fig. 19.II. Olivine reconstituée (San Carlos) déformée en torsion (*Bystricki et al., 2000*): Mécanisme dominant : plasticité cristalline. b : Distribution de la contrainte en fonction du rayon (*Paterson and Olgaard, 2000*). c : Adoucissement de 20-40% par recristallisation dynamique et développement de texture compatible avec le glissement (010)[100].

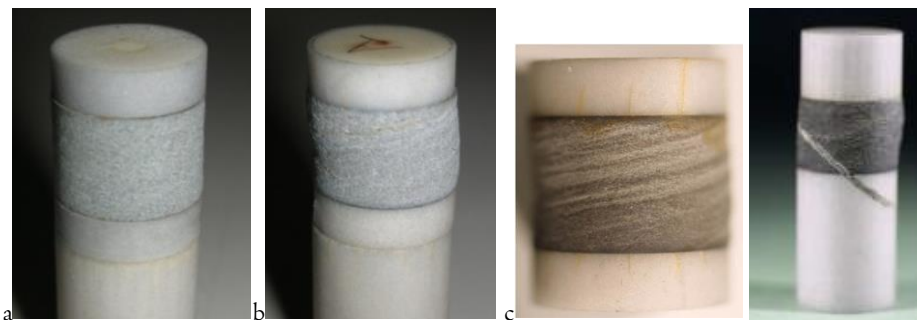


Fig. 20.II. Composites d'Anorthite - Diopside. Diamètre des échantillons : 1 cm. La déformation en torsion est homogène selon le cisaillement (rarement si  $\gamma > 2 - 3$ ). Parfois un glissement se produit à l'interface échantillon-piston (aux hautes températures et fortes vitesses de cisaillement de l'ordre de  $10^4 s^{-1}$ ). La plupart du temps les échantillons fracturent brusquement sans aucun signe avant coureur sur les courbes de chargement (voir texte).

Nous avons obtenus nos premiers résultats en torsion à haute température en 2000, dès que le module de torsion a été opérationnel et commercialisé (*Paterson and Olgaard, 2000*). Les essais en torsion avec cette machine sont maintenant courants, mais il y a dix ou quinze ans, nous étions les premiers à en réaliser sur des silicates de la croûte. En même temps, étaient réalisés à l'ETH des essais sur de l'olivine reconstituée (*Bystricki et al 2000*). La Figure 19.II montre des données de ces travaux. La Figure 20.II montre des assemblages de mes essais et souligne une différence dans les modes de préparation des assemblages de torsion des deux laboratoires. Les essais de torsion à l'ETH étaient menés sur des échantillons directement déformés après HIP. Or, avec la compaction et la réduction de volume qui s'ensuit, ce procédé induit une variation de rayon sur la hauteur de l'éprouvette du fait des effets de bord au niveau des talons. Cette variation, bien visible sur l'échantillon de *Bystricki* (Fig. 19.II), est surtout notable près des bords des échantillons. Elle ne porte pas de préjudice pour les essais en compression, réalisés sur des éprouvettes avec un fort rapport de forme (1,5 – 2). Mais, les essais en

torsion sont habituellement réalisés sur des éprouvettes de rapport de forme de 1 ou inférieur. Dans ce cas, l'effet de la variation de rayon n'est pas forcément négligeable. En torsion, la déformation varie linéairement avec le rayon, mais la répartition de la contrainte de cisaillement dépend de la rhéologie (Fig. 19.II, *Paterson and Olgaard, 2000*). La contribution de la partie la plus externe de l'échantillon à sa résistance est d'autant plus importante que l'exposant de contrainte de la loi rhéologique est bas (d'ailleurs les essais de torsion sur métaux se réalisent sur cylindre creux). Dans notre cas la rhéologie est Newtonienne et donc nous devons apporter un grand soin à la géométrie cylindrique des échantillons. Nous pressions les matériaux à 2 cm de diamètre, puis nous carottions à 1 cm pour réaliser les tests sur des cylindres aussi « parfaits » que possible. De plus, nous avons constaté qu'en torsion les défauts de symétrie de révolution des éprouvettes peuvent entraîner une rapide localisation et donc des données rhéologiques peu fiables.

## II.2.2.b. Déformation en compression axisymétrique

### Articles correspondants

Dimanov A. and Dresen G., (2005), Rheology of synthetic anorthite–diopside aggregates: Implications for ductile shear zones. *J. Geophys. Res.*, Vol. 110, B07203, doi: 10.1029/2004JB003431.

Dimanov, A.; Dresen, G., Rybacki, E. and Wirth, R. (2007), Creep and strain-dependent microstructures of synthetic anorthite–diopside aggregates. *J. Struct. Geol.*, Vol. 29-6, 1049–1069

Dimanov, A., E. Rybecki and Dresen, G. (2015) Rheology of wet synthetic and natural labradorite. In prep.

### Rhéologie de la labradorite

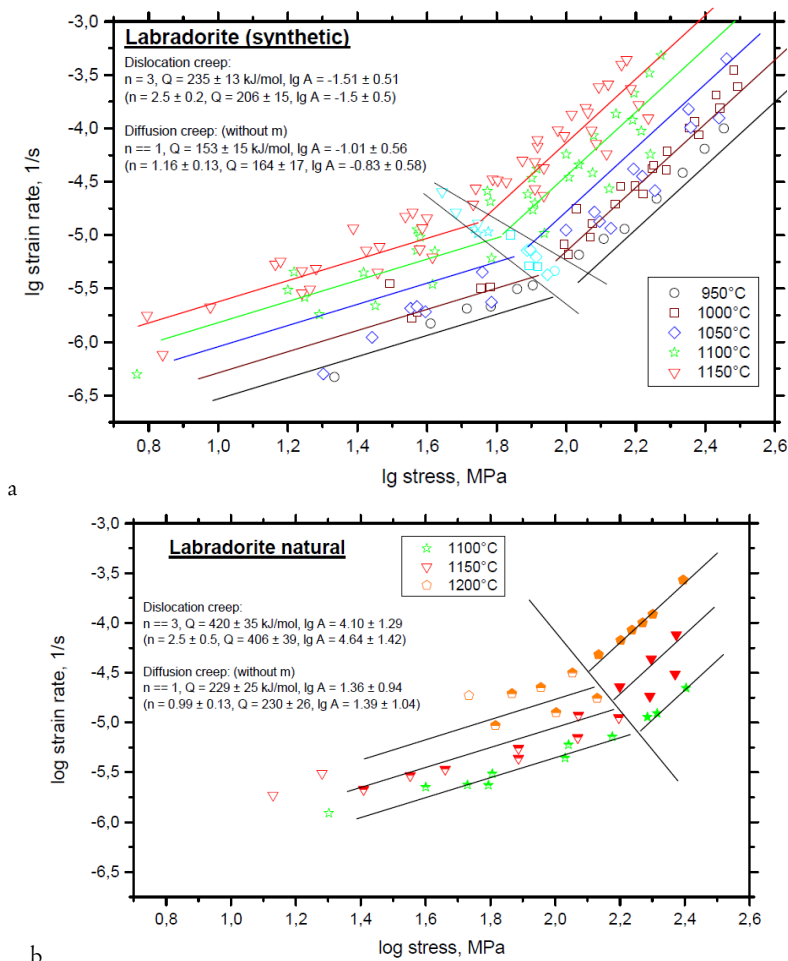


Fig. 21.II. Diagrammes vitesse–contrainte pour Labradorite synthétiques compactées à partir de poudres de verre synthétique ou de poudres minérales naturelles. Lois de fluage préliminaires publiées dans *Rybacki and Dresen (2004)*.

Toutes les données rhéologiques ont été obtenues en fluage. Comme déjà montré auparavant, deux régimes apparaissent clairement. Aux plus faibles contraintes et vitesses, le fluage est Newtonien ( $n = 1$ ). Le fluage en loi puissance ( $n = 3$ ) apparaît aux fortes contraintes et vitesses. L'étude n'a pas été centrée sur les paramètres comme la taille de grain ou les effets de la teneur en eau. Le but était de comparer pour une même taille de grain (env. 15 micromètres) et teneur en eau (env. 0.1 % pds.) la rhéologie de matériaux synthétisés à partir de verre (Fig14.IIa) et à partir de labradorite cristalline naturelle (fournie gracieusement par Jan Tullis, (Fig14.IIb)). Le matériau « naturel » est plus résistant, peut-être du fait que l'incorporation d'eau y est plus difficile que dans le matériau qui cristallise en présence d'eau (voir section précédente). Les lois rhéologiques correspondant au matériau synthétique ont été préliminairement publiées dans *Rybacki and Dresen (2004)*. Un article est en préparation.

## Rhéologie d'anorthite, de diopside et de leurs assemblages

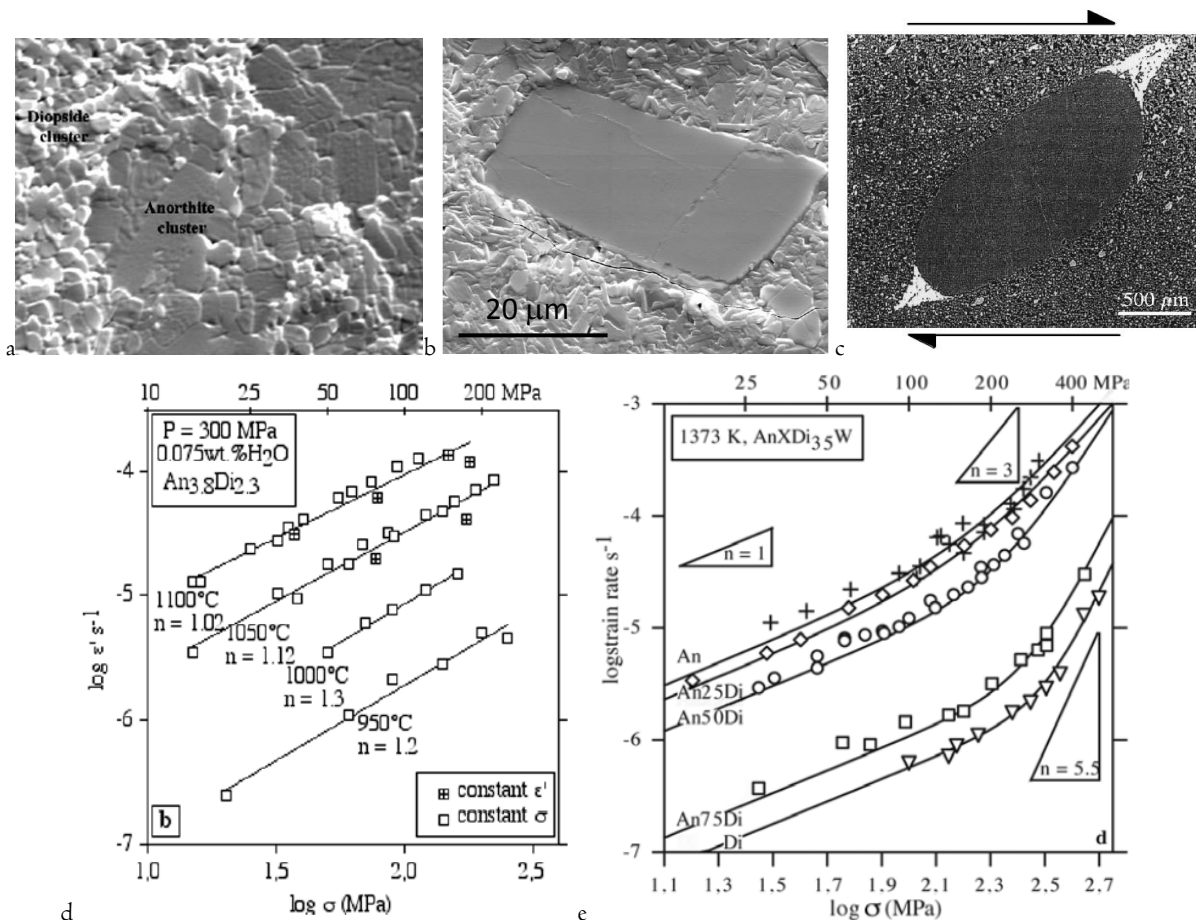


Fig. 22.II. a : Microstructures d'échantillons biphasés anorthite - diopside à grains fins ( $d < 5 \mu\text{m}$ ). Les deux phases sont agrégées en domaines  $< 25 \mu\text{m}$ . b : Microstructures d'échantillons biphasés anorthite (matrice) - diopside (inclusions). c : Microstructure d'ultramylonite à amphibolite (Zone d'Ivrée, Alpes Italiennes) : matrice mixte (plagioclase-amphibolite-clinopyroxène, plus phases mineures) et porphyroclast d'amphibole. d : Diagramme vitesse–contrainte pour biphasés anorthite 50% - diopside 50%, à grains fins de  $2 - 4 \mu\text{m}$  (*Dimanov et al., 2007*). Les données combinent essais à contrainte et à vitesse constante. e : Diagramme vitesse–contrainte pour série anorthite – diopside : Matrice d'anorthite (100, 75, 50, 25, 0%) à base de verre synthétique et dispersion de diopside complémentaires à base de monocristal naturel (*Dimanov and Dresen, 2005*).

Parmi les critiques formulées à l'encontre des lois rhéologiques expérimentales figure le fait qu'elles soient le plus souvent obtenues sur des matériaux monophasés. Aussi, en plus des matériaux monophasés, une longue étude a été dédiée à la rhéologie des composites anorthite-diopside avec différentes proportions volumiques des phases et différentes microstructures. Pour certains matériaux les



deux phases étaient synthétiques (à base de verres) et à grains fins ( $d < 5 \mu\text{m}$ , *Dimanov et al., 2007*), afin de simuler les microstructures des ultramytonites (Fig. 4.I, et 22.II). D'autres matériaux étaient constitués d'une matrice d'anorthite synthétique à grains fins ( $d < 5 \mu\text{m}$ ) et d'une dispersion de diopside d'origine naturelle (monocristaux gemme). Cette dernière présentait différentes granulométries (25 à 45  $\mu\text{m}$ ) et proportions (25, 50 et 75 % vol.), afin de mimer différents stades d'évolution des microstructures des mylonites/ultramytonites (Fig. 22.II).

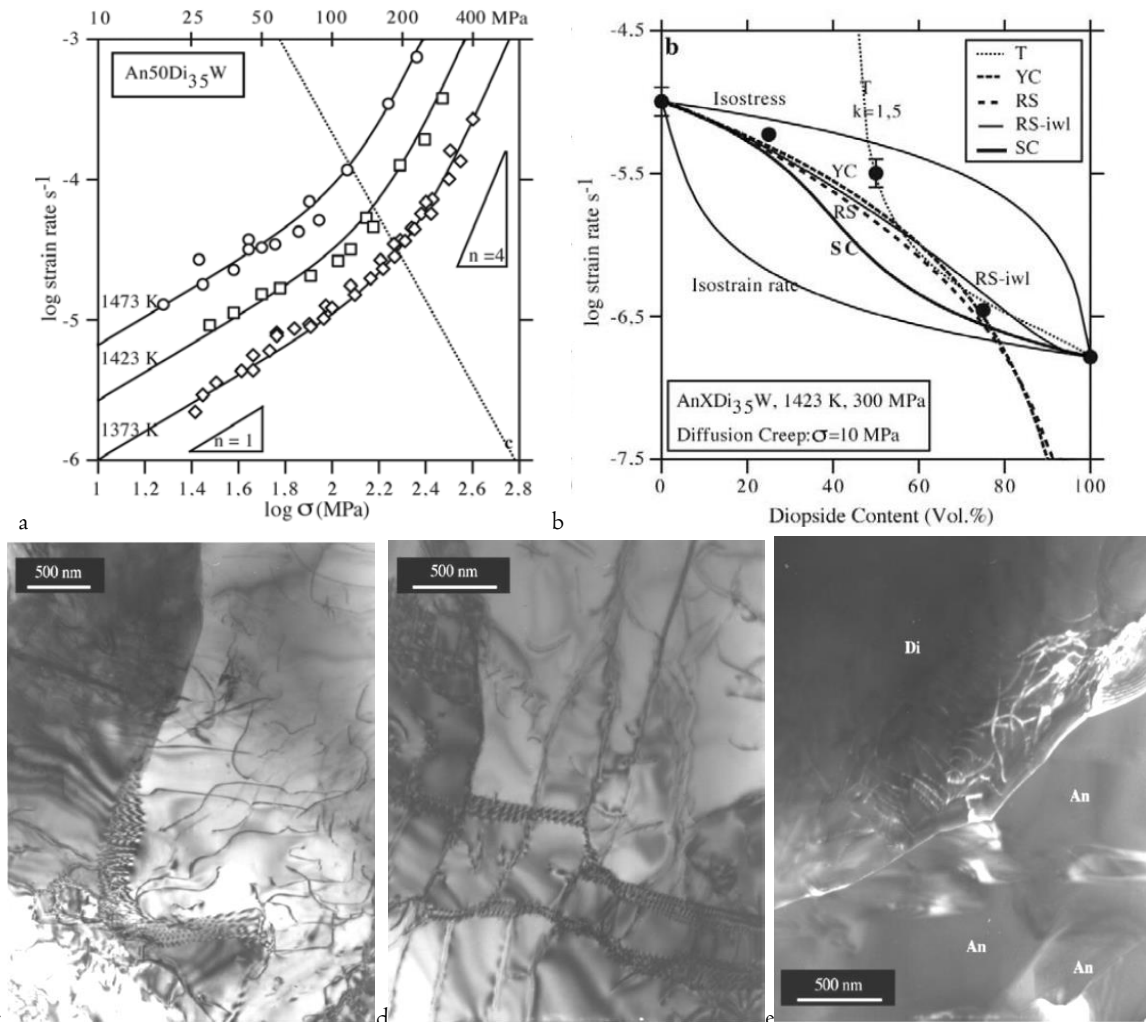


Fig. 23.II. a : Diagramme vitesse–contrainte pour biphasés anorthite 50% (matrice,  $< 5 \mu\text{m}$ ) - diopside 50% (dispersion,  $< 35 \mu\text{m}$ ). Il y a deux régimes : fluage-diffusion et fluage-dislocation aux faibles et fortes contraintes, respectivement. b : Diagrammes de comparaison des données rhéologiques Newtoniennes pour composites anorthite-diopside humides avec des modèles d'homogénéisation SC (*Hill, 1965*), T (*Tharp, 1983*), YC (*Yoon and Chen, 1990*), RS (*Ravichandran and Seetharaman, 1993*), RS-iwl (*Dimanov and Dresen, 2005*). c, d et e : Microstructures (au MET) d'échantillons de laboratoire biphasés anorthite (matrice) - diopside (inclusions). c et d : Aux fortes contraintes et vitesses (fluage-dislocation) l'anorthite et le diopside présentent des structures de restauration et de recristallisation dynamique. La restauration est nettement plus prononcée en présence d'eau (d). e : Aux faibles contraintes – vitesses (fluage-diffusion) l'anorthite présente peu de dislocations, au contraire de la périphérie des inclusions de diopside, indiquant des concentrations de contrainte (transfert de charge).

La plupart des essais ont été réalisés en fluage (charge constante), mais pour tester l'influence des conditions aux limites quelques essais ont aussi été menés en vitesse de déplacement contrôlée. Les données sont analysées suivant l'hypothèse communément admise d'indépendance des mécanismes de déformation plastique, qui opèreraient en parallèle :

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = A_{gss} \sigma^{n_{gss}} d^{-m} e^{-\frac{Q_{gss}}{RT}} + A_{gsi} \sigma^{n_{gsi}} e^{-\frac{Q_{gsi}}{RT}} \quad (\text{Eq. 4.II})$$

avec,  $A_{gss}$ ,  $n_{gss}$ ,  $m_{gss}$  et  $Q_{gss}$  les paramètres de la loi constitutive générale (Eq. 2.I) du mécanisme fluage-diffusion (gss : grain size sensitive) et  $A_{gsi}$ ,  $n_{gsi}$ ,  $m_{gsi}$  et  $Q_{gsi}$  ceux de la loi constitutive générale du mécanisme fluage-dislocation (gsi : grain size insensitive).

Les données rhéologiques des essais en contrôle de force ou de déplacement sont comparables. Cependant, l'état (quasi)-stationnaire est toujours plus rapidement atteint en conditions de fluage. Pour tous les matériaux, et en particulier pour ceux à grains exclusivement très fins ( $< 5 \mu\text{m}$ ), les expériences montrent une rhéologie viscoplastique de type Newtonien ( $n_{gss} = 1$ ) aux faibles vitesses et contraintes, indiquant le fluage-diffusion (Fig. 22.IId). Cependant, pour les matériaux à dispersion de diopside la rhéologie devient fortement non-Newtonienne ( $n_{gsi} > 3$ ) aux fortes vitesses et contraintes (Fig. 22.IIe, Fig. 23.IIa), indiquant le fluage-dislocation. Les matériaux se renforcent avec la teneur en diopside et montrent un accroissement progressif d'exposant de contrainte en régime non Newtonien ( $n_{gsi} = 3 - 5,5$ , Fig. 22.IIe, Fig. 23.II), ce qui indique que le diopside participe activement à la déformation plastique. Les lois de fluage montrent aussi une augmentation de l'énergie d'activation avec la teneur en diopside et des effets d'adoucissement notable pour tous les matériaux en présence de traces d'eau (*Dimanov and Dresen, 2005*). Les modèles d'homogénéisation courants, basés uniquement sur la proportion des phases, n'arrivent pas à bien prédire la réponse viscoplastique du matériau aux compositions intermédiaires, pour lesquelles la distribution spatiale des phases est un paramètre prépondérant. (Fig. 23.II, *Dimanov and Dresen, 2005*). Les microstructures de déformation montrent que lorsque la rhéologie est Non-Newtonienne la plasticité cristalline domine et que la présence d'eau facilite la restauration/recristallisation (Fig. 23.II). Plus étonnant : en régime macroscopiquement Newtonien, la matrice d'anorthite présente peu de signatures de plasticité cristalline, mais les inclusions de diopside commencent à développer en leurs marges des densités de dislocations importantes, indiquant un transfert de charge (accroissement de contraintes) et une contribution de plasticité cristalline.

## Synthèse

J'ai pu obtenir des lois de comportement rhéologique de plagioclases, de clinopyroxènes et de leurs composites en conditions sèches et humides (teneurs comparables aux assemblages naturels). Deux régimes majeurs ont été mis en évidence : l'écoulement Newtonien ( $n = 1$ ) aux basses contraintes et l'écoulement en loi de puissance de la contrainte (selon l'assemblage  $n = 3 - 5,5$ ) aux fortes contraintes. La transition entre mécanismes dépend de la température, de la teneur en eau et de la taille de grains. Les microstructures suggèrent le fluage-diffusion et le fluage-dislocation, respectivement. De façon générale, les effets adoucissants de traces d'eau ont été confirmés pour tous les types de matériaux (phases pures et assemblages gabbroïques) et pour les différents mécanismes. Ces aspects ont aussi été constatés par la suite pour le diopside par le groupe de *Kohlstedt (Hier-Majumder et al., 2005 and Chen et al., 2006)*. La plus forte résistance à l'écoulement du diopside par rapport à l'anorthite a été mise en évidence. Le renforcement des matériaux de type gabbro par l'accroissement de la proportion de clinopyroxène a été démontré. Les simples lois d'homogénéisation, dites des mélanges (basées sur la moyenne des propriétés mécaniques, pondérées selon les proportions des phases) ne fonctionnent pas très bien. Mais, les modèles plus sophistiqués, basés sur la mécanique des milieux continus, ne sont pas vraiment meilleurs, du moins à partir du moment où la proportion d'inclusions de phase résistante est importante (50% vol. et plus). Aux fortes fractions de seconde phase, des interactions entre inclusions sont inévitables et de façon générale la topologie des phases devient un paramètre clé, qui n'est pas du tout pris en compte. Par ailleurs, ces modèles négligent la finesse de la réponse rhéologique au niveau des interfaces, qui peuvent selon le cas présenter des inclusions fluides ou des phases amorphes, ou

simplement combiner différents mécanismes de déformation ductile. Ces aspects peuvent entraîner une sorte de « découplage » mécanique suffisant entre matrice et inclusion pour que le concept habituel de milieu continu ne soit plus vraiment applicable.

### II.2.2.c. Déformation en torsion

#### Articles correspondants

Dimanov, A.; Dresen, G., Rybacki, E. and Wirth, R. (2007), Creep and strain-dependent microstructures of synthetic anorthite–diopside aggregates. *J. Struct. Geol.*, Vol. 29-6, 1049–1069

Raphanel, J.; Dimanov, A.; Nazarova, L. A.; Nazarov, L.A. and Artemova, A.I. (2010), High temperature rheology of synthetic two-phase gabbroic aggregates: microstructural heterogeneities and local deformation mechanism *J. Mining Sci.* Vol. 46 Issue: 5 Pages: 495–502

Dimanov A.; Raphanel, J. and G. Dresen. (2011), Newtonian flow of heterogeneous synthetic gabbros at high strain: Grain sliding, ductile failure, and contrasting local mechanisms and interactions. *Eur. J. Mineral.* Vol. 23 Issue: 3 Pages: 303–322 DOI: 10.1127/0935-1221/2011/0023-2110

Parmi les critiques formulées à l'encontre des lois rhéologiques expérimentales figure aussi le mode de chargement habituel en compression (et la faible déformation finie que l'on peut atteindre dans ce cas). De ce point de vue, j'ai entamé en 2000 une série d'études de déformation en cisaillement simple (par chargement en torsion de cylindres pleins) de matériaux synthétiques biphasés de type gabbro. Comme pour les essais en compression précédemment discutés, les matériaux considérés (anorthite-diopside) étaient soit à granulométrie fine (de type umtramylonite), soit à matrice fine contenant des proportions variables de dispersion de diopside à granulométrie large (de type mylonite).

#### Matériaux ultramylonitiques ( $d < 5 \mu\text{m}$ )

Afin de mimer les matériaux ultramylonitiques, les premiers matériaux à avoir été testés étaient de type matriciel, à grains très fins ( $< 5 \mu\text{m}$ ) et à proportions égales d'anorthite et de diopside (*Dimanov et al., 2007*). Ils sont appelés ADS (Anorthite Diopside Synthétiques). Les essais ont été conduits en chargement à vitesse angulaire constante (Fig. 24.II), mais j'ai régulièrement effectué des sauts de vitesses et de température pour tester les paramètres rhéologiques à différents stades du cisaillement. Les températures principales d'essais étaient de 1100°C et 1150°C, avec des sauts de température en plus et en moins de 20 ou de 30°C. Les vitesses de cisaillement ont été variées entre  $4 \times 10^{-5}$  et  $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . La résistance en cisaillement d'écoulement stationnaire était entre 25 et 55 MPa, avec des variations extrêmes entre 5 et 75 MPa selon les sautes de vitesse et de température.

Le comportement en torsion (cisaillement simple, Fig. 24.II) a été comparé à celui en compression simple (cisaillement pur, Fig. 22.II), en réalisant les différents types d'essais sur le même type de matériau. La Figure 24.II résume le comparatif sur des diagrammes vitesse-contrainte et vitesse-température inverse. Pour les besoins de la comparaison, les données en cisaillement sont recalculées en grandeurs équivalentes (au sens de Von Mises). Pour les deux géométries de chargement le comportement est Newtonien ( $n = 1$ ) et les lois de fluage en très bon accord.

La Figure 25.II montre l'évolution de la microstructure en cisaillement sur une section tangentielle. Les agrégats d'anorthite et de diopside originaux (d'environ  $25 \mu\text{m}$ , Fig. 8.II et 22.II) sont progressivement aplatis et allongés dans la direction de linéation (SW-NE) sous l'action du cisaillement horizontal dextre et progressivement désagrégés jusqu'au mélange intime des phases. On voit apparaître des microcavités à l'échelle des grains. La Figure 26.II montre l'évolution de ces cavités, leur coalescence et la formation de microbandes de cisaillement, qui entraînent la rupture ductile, sans aucun signe précurseur sur les courbes de chargement. Sous confinement, c'était à priori inattendu. La cavitation est largement reconnue dans les céramiques superplastiques déformées à chaud, mais à pression ambiante. *Nair et al. (2001)* en ont aussi observé lors de la déformation uniaxiale d'anorthite contenant des phases amorphes.



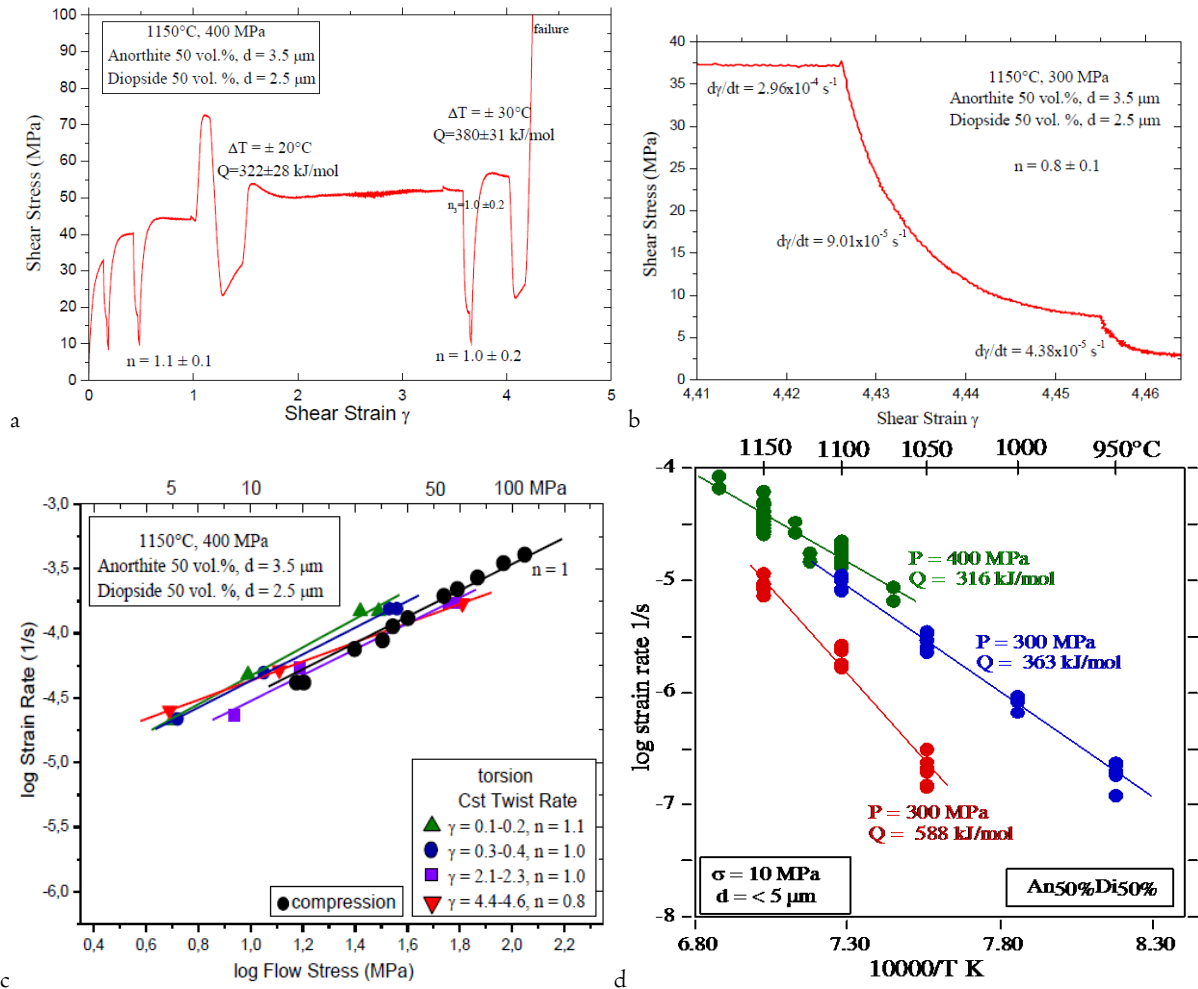


Fig. 24.II. a : Courbe de chargement à vitesse angulaire constante (avec trois séries de sauts en vitesse et deux en température). b : Agrandissement sur une série de sauts en vitesse. c ; Diagramme vitesses - contraintes à 1150°C, régime Newtonien en compression et torsion. d : Diagramme vitesse – température, à 10 MPa de contrainte pour essais en compression (matériau humide et sec: bleu et rouge) et en torsion (vert, contrainte équivalente Von Mises).

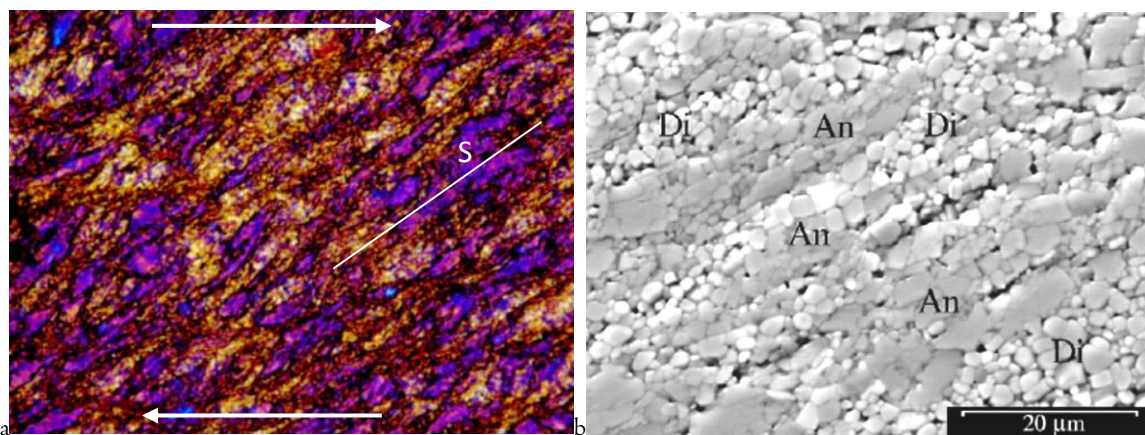


Fig. 25.II. a et b : Microstructures finales d'échantillon biphasé d'anorthite-diopside à grains fins déformé à 1150°C, jusqu'à  $\gamma = 4,3$ , sur une section tangentielle, cisaillement horizontal dextre. a : lame mince en lumière transmise (polarisée-analysée, quart d'onde, 200  $\mu\text{m}$  plein champs). b : Comme en (a) en MEB (BSE). Le cisaillement induit l'élongation des agrégats des phases d'anorthite et de diopside et la formation d'une foliation (s : « schistosité »).

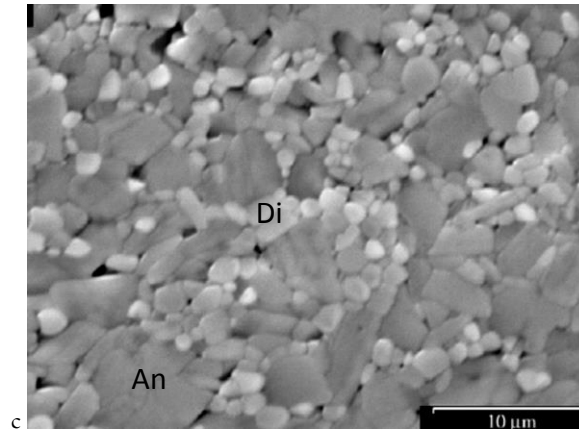


Fig. 25.II (suite). c : Microstructures finales d'échantillon déformé à 1080 - 1120°C, jusqu'à  $\gamma = 4,8$ . Section transverse (proche du bord), en MEB (BSE). Avec la poursuite du cisaillement il y a désagrégation des agrégats et mélange des deux phases. On voit aussi apparaître des micropores (*Dimanov et al., 2007*).

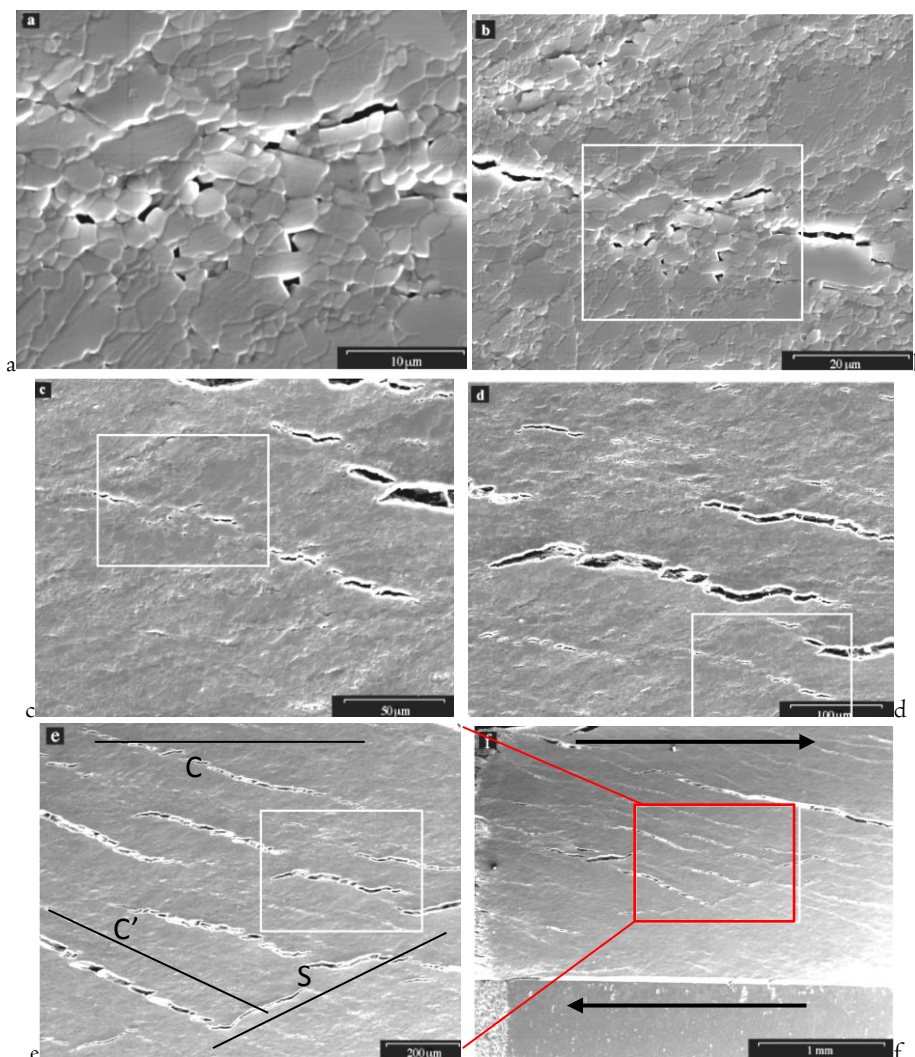


Fig. 26.II. Microstructures finales multi-échelle (suivre les encadrés) de biphasés anorthite-diopside à grains fins déformé à 1150°C, jusqu'à  $\gamma = 4,8$  (MEB, SE). Section tangentielle (bord). On voit le développement de cavitation à l'échelle des grains et sa coalescence, à l'origine de microbandes de cisaillement (endommagement ductile), inclinées à 20-30° du plan de cisaillement macroscopique. Les bandes de cisaillement couvrent tout l'échantillon (en f on voit le talon inférieur d'alumine) L'interconnexion des bandes entraîne la rupture brutale (*Dimanov et al., 2007*). Les microstructures correspondent aux traditionnelles zones de cisaillement CSC' (C : cisaillement principal, S : foliation, C' : cisaillements secondaires).

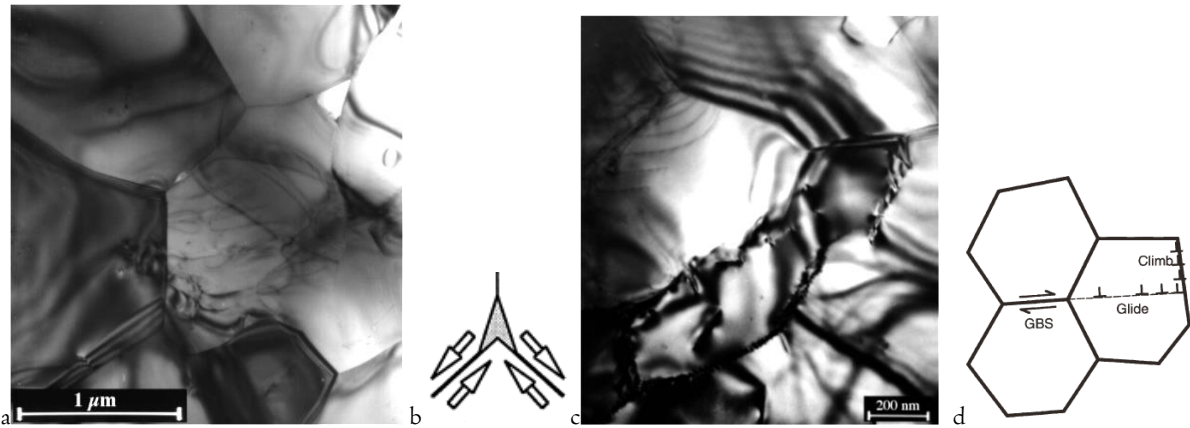


Fig. 27.II. Microstructures finales de biphasés anorthite-diopside à grains fins déformé à 1150°C, jusqu'à  $\gamma = 4,8$  (MET). a : microcavités, grains plastiquement déformé. b : modèle de cavitation aux points triples par glissement aux joints (manque d'accommodation, As). c : grain plastiquement déformé et recristallisé, avec : émission de dislocations à partir d'une jonction triple et structures de parois d dislocations (Dimanov et al., 2007). d : modèle de glissement aux joints de grains (GBS) accommodé par plasticité cristalline aux points triples et restauration par empilement (Watanabe et al., 2001).

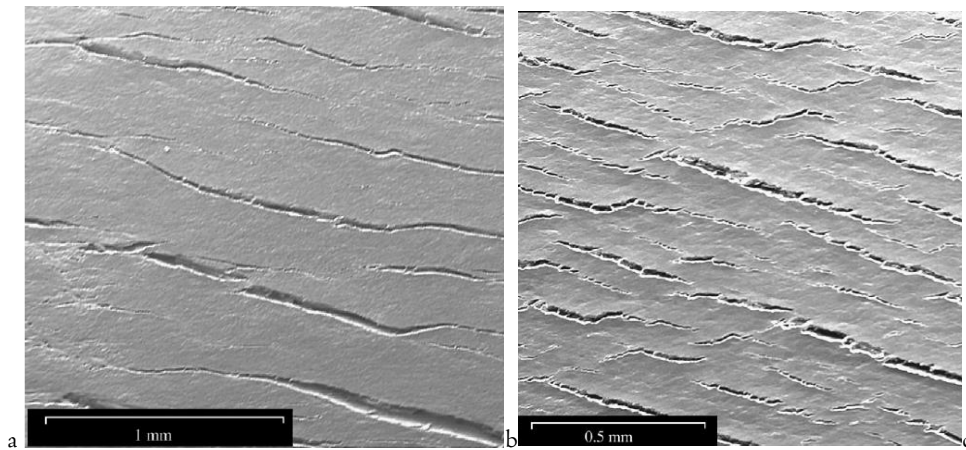


Fig. 28.II. Microstructures finales de biphasés anorthite-diopside à grains fins déformés à 1150°C (a) et 1100°C (b). Pour un cisaillement équivalent ( $\gamma = 4,8$ ), la densité d'endommagement ductile est beaucoup plus grande à plus faible température, ce qui indique une forte composante d'accommodation diffusive (Dimanov et al., 2007).

J'ai mis en évidence cet effet de cavitation en 2001 (présentation AGU, Dimanov et al., 2001). Il n'existait encore aucune publication de déformation de silicates sous confinement sur ce sujet. De la cavitation avait été évoquée par White and White (1981) et Gapais and White (1982), qui avaient détaillé par MET la présence de nombreux micropores (ou inclusions fluides) aux joints de grains de quartzites mylonitiques. Ces cavités étaient suspectées comme potentiellement impliquées dans la stabilisation de la taille de grain recristallisée dans les zones de type monophasé (quartz), et de fait responsables de la possible transition vers des mécanismes de superplasticité et une rhéologie de type Newtonien. Mais, à l'époque ils n'ont pas vraiment été pris au sérieux. La pression de confinement pensait-on suffisait pour empêcher la cavitation, comme dans le cas de la métallurgie des poudres par HIP. Il m'aura aussi fallu un peu de temps pour convaincre et publier (Dimanov et al., 2007).

Plus récemment Regenauer-Lieb (1998) avait envisagé de façon théorique pour les roches sujettes au cisaillement à haute température des effets de plasticité dilatante, autre terme pour exprimer la cavitation et sa coalescence en bandes de cisaillement en régime ductile. En se référant aux connaissances en superplasticité des métaux et céramiques, notamment sur le glissement aux joints de grains accommodé par transport diffusif, ainsi qu'aux critères de fracturation ductile due à la nucléation et coalescence de cavités (Gurson, 1977 ; Tvergaard, 1989), il prévoyait la possibilité d'atteindre au sein des mylonites plusieurs % de cavitation. Nos observations, montrées en Figures 27.II et 28.II sont assez compatibles avec son analyse. En Figure 27.IIa,b je montre la formation de cavités aux points triples et



le mécanisme de formation lié glissement aux joints (wedge crack). L'endommagement (cavitation) survient au point triple lorsque la cinétique du transfert diffusif de matière n'est pas assez efficace pour maintenir la cohésion du joint de grains entre deux voisins lors de l'intercalation du troisième par glissement. Cette interprétation est renforcée par l'observation que la densité d'endommagement est plus importante à plus basse température (Fig. 28.II). En Figure 27.IIc je montre l'émission de dislocations à partir d'un pont triple, qui permet d'accommoder le glissement aux joints en évitant la formation de cavité. Le grain présente des structures d'empilement (parois) de dislocations, comme dans le modèle dessiné (27.IId). Les observations montrent plusieurs mécanismes d'accommodation du glissement aux joints de grains au niveau des incompatibilités des points triples. Néanmoins, leur efficacité est limitée (aux vitesses de sollicitation), car la cavitation se poursuit par la coalescence, qui entraîne la localisation et la rupture.

Suite à mes observations en torsion triaxiale la cavitation a été rapidement « redécouverte » un peu partout, dans des assemblages naturels ou dans des échantillons expérimentalement déformés en cisaillement. La présence de microcavités au sein de bandes de cisaillement mylonitiques a été observée grâce aux phénomènes progrès réalisés cette dernière décennie en imageries 3D par tomographie en absorption RX sous faisceau synchrotron (*Fusseis et al., 2009*). Mes anciens collègues ont continué à se concentrer sur ce phénomène (*Barreiro et al., 2007 ; Rybacki et al 2008, 2010*). Ils ont réitéré les essais pour des agrégats monophasés (Fig. 29.II) et observé le développement d'une faible texture, en relation avec l'alignement préférentiel de forme et/ou d'accommodation plastique du glissement aux joints.

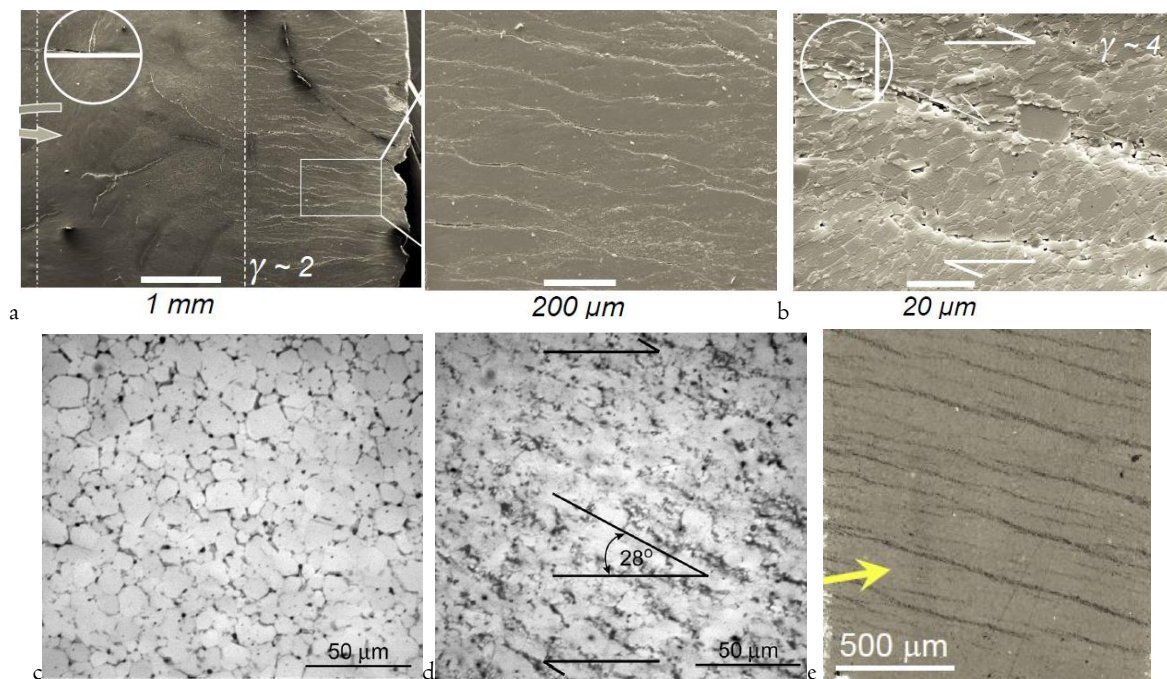


Fig. 29.II. Microstructures finales d'anorthite cisailée en torsion (*Rybacki et al., 2008 ; 2010*). a : coupe longitudinale axiale, qui montre la structure sur une coupe diamétrale depuis l'axe jusqu'aux génératrices du cylindre. On voit que la formation des bandes de cisaillement par coalescence de cavitation apparaît seulement près du bord, aux forts cisaillements. b : coupe tangentielle. c : Microstructure initiale d'agrégats olivine-basalte. d et e : Microstructures finales d'agrégats olivine-basalte et anorthite-basalte (c, d, e : Figures d'après *Kohlstedt and Mackwell, 2009 ; Kohlstedt et al., 2010*).

Lors de la première présentation de mes résultats sur la cavitation en 2001, j'ai fait remarquer à *David Kohlstedt* que ces matériaux ne contenaient pas de fusion partielle (sinon des traces, < 1 vol.). Or, les bandes de cisaillement que je montrais et qui étaient dans le cas présent uniquement dues à la coalescence de cavitation ressemblaient fortement à celles formées par ségrégation de basalte dans les agrégats olivine-basalte (et plus récemment anorthite-basalte), que son groupe étudiait depuis plusieurs années (Fig. 29.II). D'après *Kohlstedt* la ségrégation de basalte en bandes résulte de la migration du liquide sous l'effet d'un gradient local de pression induit par l'état de contrainte anisotrope au sein de la

matrice viscoplastique. L'idée tient à ce que la matrice solide d'un agrégat poreux contenant un liquide subit une déformation volumétrique (compaction) en expulsant le liquide, lequel se concentre dans des bandes régulièrement espacées (longueur caractéristique de compaction) faiblement inclinées par rapport à la composante compressive maximale (*McKenzie, 1984; Ricard et al., 2001*). Mes observations suggéraient une autre possibilité, toute contraire. Les cavités en formation (dilatance) peuvent drainer les liquides en présence et leur coalescence former des bandes enrichies en fusion partielle. D'ailleurs, c'est ce que mes collègues du GFZ semblent avoir confirmé récemment avec des essais de torsion sur de l'anorthite contenant quelques % de verres résiduels (*Rybacki et al., 2010*). Dans les deux cas le phénomène macroscopique d'auto-organisation et la géométrie des bandes sont suffisamment similaires pour se demander si la migration des liquides sous contrainte n'est pas directement liée aux cavités qui s'ouvrent par glissement aux joints. Bien sûr, l'organisation des bandes de micro-cisaillement de mes échantillons est aussi liée à l'état de contrainte, mais sans introduire la théorie de la compaction. Une sorte de devinette d'œuf et de poule ?

Dans tous les cas, mes observations soulèvent des questions géophysique importantes. Si la cavitation et la coalescence en zones de cisaillement opèrent en conditions naturelles, elles peuvent influencer énormément le drainage de fluides/liquides. Ces aspects sont essentiels pour la perméabilité et le transport de fluides/liquides dans les zones de cisaillement naturelles, avec des effets rétroactifs positifs (adoucissement par réduction de la pression effective, adoucissement hydrolytique, dissolution-transport diffusif-précipitation...). Des observations récentes confirment bien l'existence de cavitation dans les mylonites (*Fusseis et al., 2009*) et des considérations théoriques sur les effets de drainage de liquides par la cavitation et l'endommagement ductile ont aussi été récemment publiées (*Weinberg and Regenauer-Lieb, 2010*). Le glissement aux grains et la cavitation accélérés par la présence de 2 – 4 % vol. de fusion ont aussi été observés dans des assemblages mylonitiques naturels de quartz-feldspath (*Zavada et al., 2007*).

Enfin, l'instabilité due à la coalescence de l'endommagement ductile, qui se traduit par la propagation soudaine de fracture à travers l'échantillon et les talons d'alumine (Fig. 20.II) a potentiellement une grande importance tectonique. Ce mécanisme peut être impliqué dans la ramification des bandes de cisaillement au sein des zones de cisaillement ductile anastomosées. Des cycles combinant déformation ductile et propagation de fractures ductiles locales à partir des bandes ultramylonitisées vers les portions intactes peuvent accélérer la généralisation de la mylonitisation et l'élargissement de la zone. Par ailleurs, de telles instabilités pourraient reconcilier certaines observations de la co-existence paradoxale de mylonites et de pseudotachylites, souvent interprétées comme résultant de glissement frictionnel (*White, 1996; 2012*).

## **Matériaux Mylonitiques/Ultramylonitiques (matrice $d < 5 \mu\text{m}$ , Inclusions $< 125 \mu\text{m}$ )**

Un des aspects importants discutés en introduction est le gradient de microstructures observé par les géologues structuralistes à travers une zone de cisaillement (*Sibson, 1977; Passchier and Trouw, 1996*). Celles-ci évoluent à minéralogie constante ou évolutive (selon le degré de métamorphisme) depuis la roche hôte en passant par la protomylonite et la mylonite à bandes jusqu'à la mylonite/ultramylonite. Cette évolution au cours du cisaillement comprend de façon simplifiée i) la réduction de taille de grain par recristallisation dynamique (10-50% de recristallisation pour la protomylonite), ii) la formation de bandes monophasées, iii) la survie des phases les moins ductiles, qui continuent à recristalliser au sein d'une matrice raffinée et polyphasée (50-90% de recristallisation pour la mylonite), iv) la recristallisation quasi-totale ( $> 90\%$ ) au sein de l'ultramylonite (Fig. 5.I).

Cette évolution de microstructure implique un gradient de propriétés rhéologiques. Si on veut aller plus loin que le schéma simplificateur des bornes de comportement mécanique, où prévalent la proportion et les rôles prépondérants de la phase résistante ou faible (*Handy, 1990*), ou celui tout aussi approximatif des lois de mélanges (*Dimanov and Dresen, 2005*), ce dernier doit être sérieusement considéré pour la modélisation du comportement mécanique global de la zone. Je me suis surtout focalisé sur le stade intermédiaire du passage de la mylonite à l'ultramylonite, qui localise l'essentiel du

cisaillement (*Davis and Reynolds, 1996*). J'ai donc synthétisé des matériaux à matrice fine dominée par le plagioclase (ductile), contenant différentes proportions de diopside (résistant) à tailles de grains variables. Ce type de microstructures (précédemment fabriquées par *Dimanov and Dresen, 2005*, voir section précédente en déformation coaxiale) permet de mimer l'étape de transition entre la mylonite et l'ultramylonite, avec une matrice très ductile et une dispersion reliquat de la phase la plus résistante, qui recristallise plus lentement et peut « survivre » aux grandes déformations.

Les matériaux sont constitués de 50 à 70 % vol. d'anorthite à grains fins ( $< 5 \mu\text{m}$ ). Les tailles de grains maximales de la dispersion complémentaire de diopside (issue de cristaux naturels) sont de 125 à 25  $\mu\text{m}$ . Pour certains matériaux, afin de mimer un stade avancé de recristallisation du diopside et une matrice fine biphasée, la teneur en diopside est de 50 %, mais pour moitié à grains  $< 25 \mu\text{m}$  et pour moitié à grains  $< 5 \mu\text{m}$ . Une partie des résultats n'est pas encore publiée, aussi j'en donne un résumé ci-dessous. Par soucis de synthèse je les regroupe en deux catégories : i) les matériaux à faible teneur de dispersion ( $< 30\%$ ) et/ou à dispersion de taille modérée ( $< 25 \mu\text{m}$ ), ii) les matériaux à forte proportion de dispersion de taille grossière (50%,  $< 125 \mu\text{m}$ ).

### Faible teneur et/ou dispersion de taille modérée (ADNm)

An70% ( $d < 5 \mu\text{m}$ ) - Di30% ( $d < 100 \mu\text{m}$ ) : type ADNc30. An75% ( $d < 5 \mu\text{m}$ ) - Di25% ( $d < 35 \mu\text{m}$ ) : type ADNf25. An50% ( $d < 5 \mu\text{m}$ ) - Di25% ( $d < 5 \mu\text{m}$ )-Di25% ( $d < 100 \mu\text{m}$ ) : type ADSNfc25

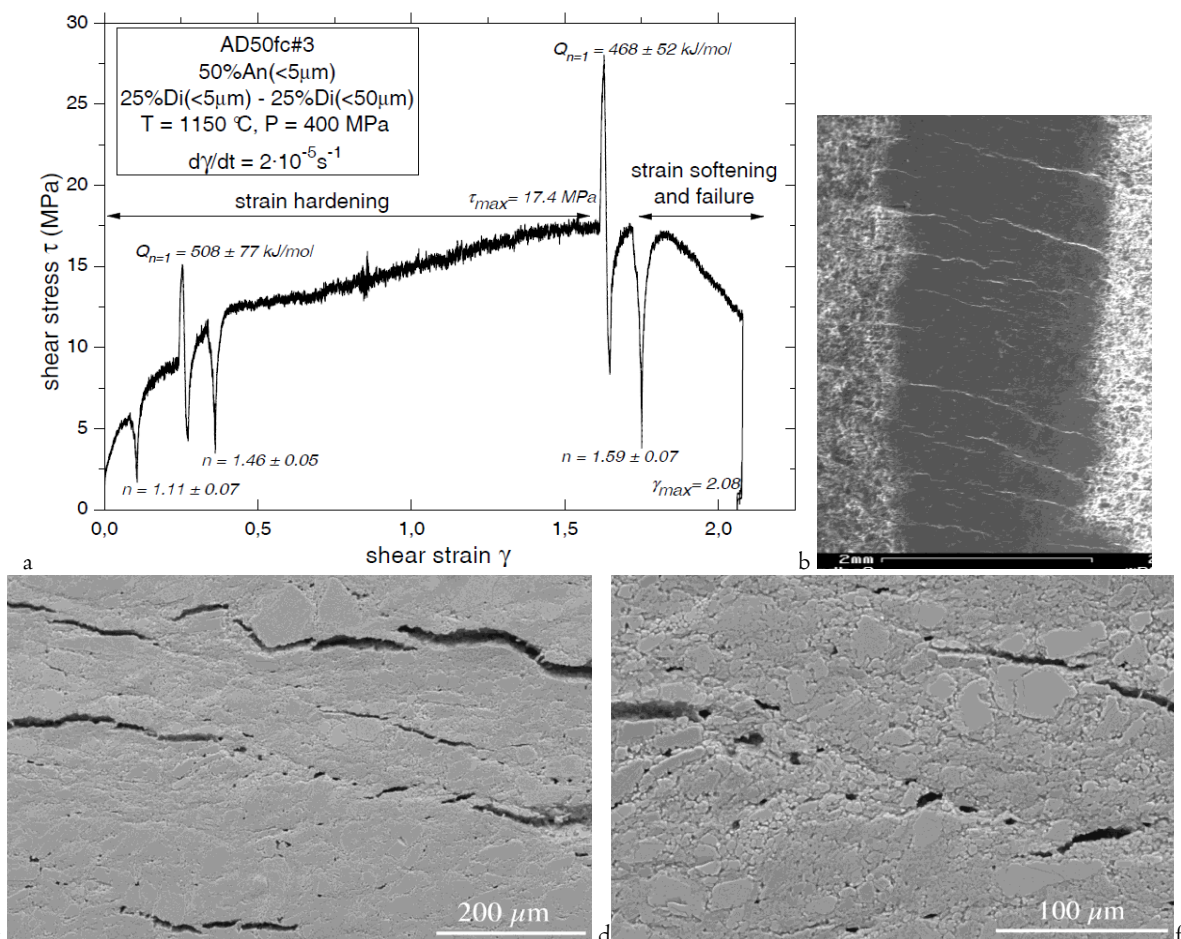


Fig. 30.II. a : Courbe de chargement à vitesse angulaire constante, à 1150°C (plus sautes de vitesse et de température) : écrouissage continu jusqu'au sauts en température (+20° et -20°). b : localisation de cisaillement mésoscopique en microbandes (MEB/BSE). c, d : Sections tangentielles (MEB/BSE) montrant l'endommagement ductile de la matrice.

L'ultramylonite comporte toujours des reliques des phases les moins ductiles (porphiroclasts): Ici, j'ai cisailé des agrégats à 70 % vol. d'anorthite ( $d < 5 \mu\text{m}$ ) et 30% de diopside ( $d < 100 \mu\text{m}$ ). Je



note au passage que en plus des essais classiques à vitesse angulaire constante, j'ai essayé pour la première fois le fluage en torsion (couple constant). J'ai pu ainsi comparer les effets de conditions aux limites de contrôle en force et en vitesse. Ce type de comparaison est parfois réalisé en essais de compression (*Hansen et al., 2012*), mais à ma connaissance il n'y en a toujours pas d'autres en torsion. Les données mécaniques (vitesse et contrainte de cisaillement) sont comparables dans les deux cas de figure. Par contre, l'état pseudo-stationnaire est atteint beaucoup plus tôt en conditions de fluage ( $\gamma = 0,5$ ) que sous vitesse imposée ( $\gamma = 1,5 - 2$ ). Cette observation est aussi vraie en essais de compression.

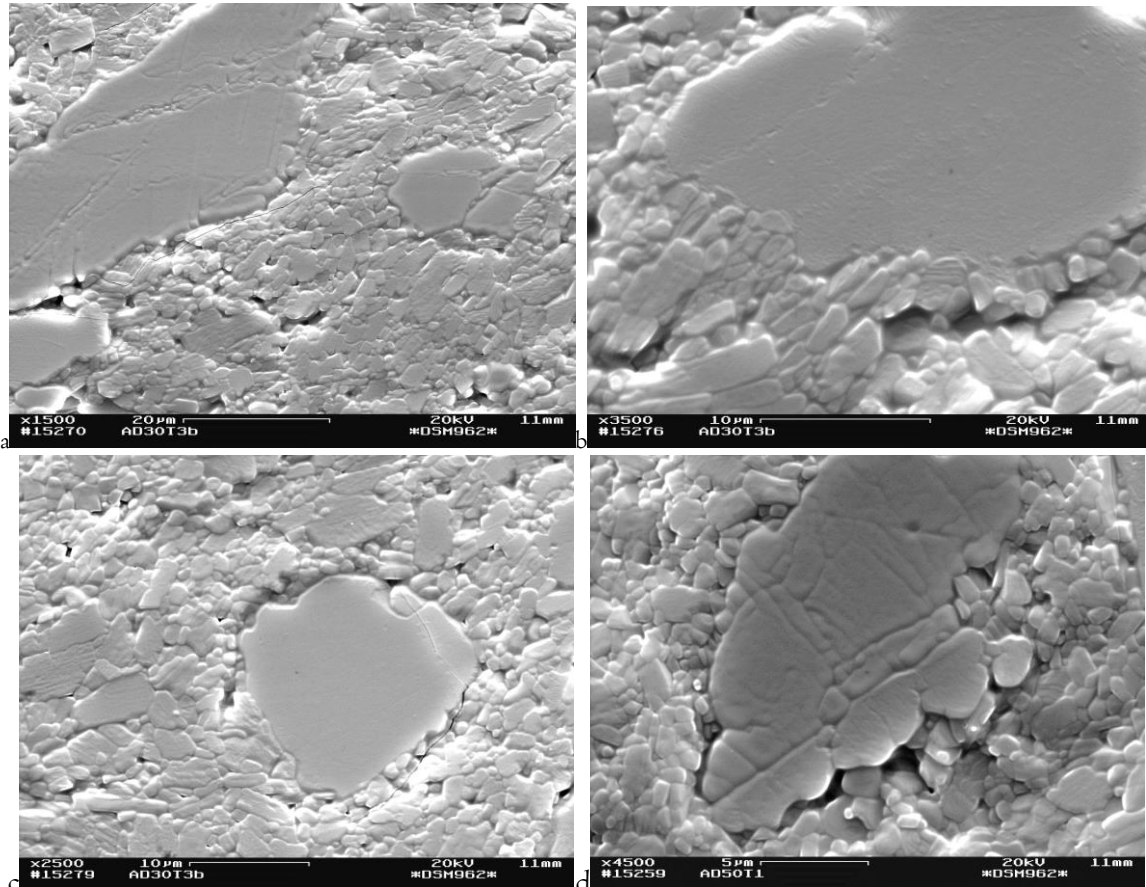


Fig. 31.II. Microstructures finales de biphasés anorthite (70%,  $<5\mu\text{m}$ ) – diopside (30%,  $<100\mu\text{m}$ ) déformés jusqu'à  $\gamma = 3 - 3,5$  à  $1150^\circ\text{C}$ . Section tangentielle montrant la recrystallisation à cœur et aux marges des inclusions de diopside (*Dimanov et al. 2011 ; Raphanel et al., 2010*).

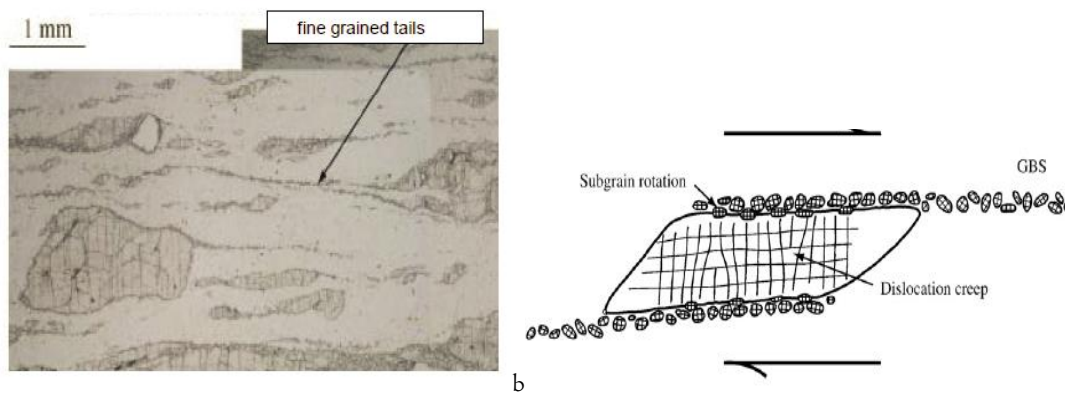


Fig. 32.II. a : Microstructures de cisaillement d'inclusions d'orthopyroxène dans une matrice de plagioclase (à texture) au sein d'une mylonite de base de croûte. Les trainées de grains recrystallisés ne montrent pas de texture, indiquant le glissement aux joints de grains. b : Illustration de recrystallisation dynamique marginale et formation de trainées (*Raimbourg et al., 2008*).

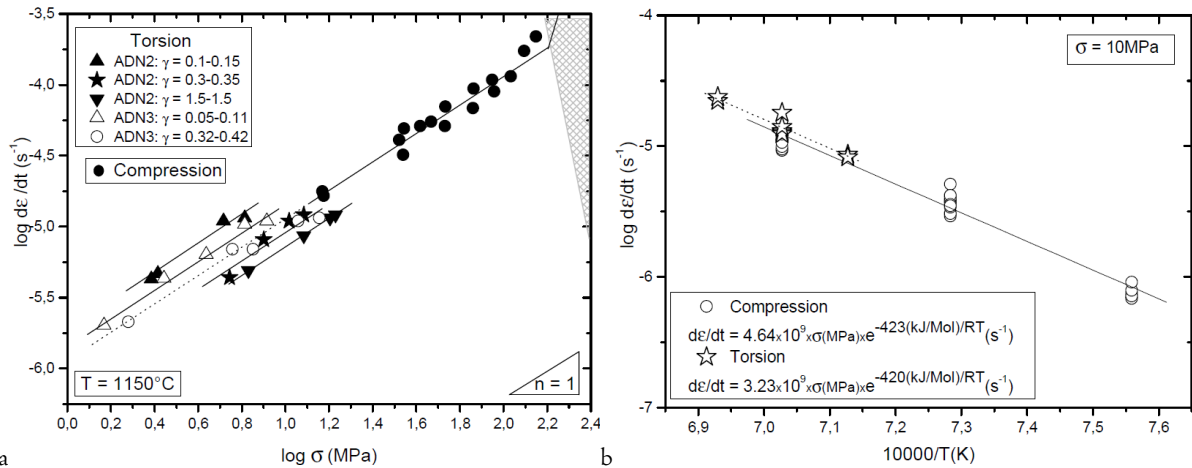


Fig. 33.II. a : Diagramme vitesse – contrainte et b : vitesse - température (à 10 MPa de contrainte différentielle) pour le régime Newtonien en compression et en torsion (contrainte équivalente) pour les mêmes matériaux (ADNf25).

Fait notable, tous les échantillons ont soudainement failli pour des cisaillements entre  $\gamma = 3 - 3,5$ , sans aucun signe avant-coureur visible sur les courbes de chargement. Comme dans le cas des matériaux à grains fins (section précédente), cet effet est essentiellement dû à l'endommagement ductile qui se développe progressivement (cavitation et coalescence) au sein de la matrice, dominée par le glissement aux joints. Néanmoins, les déformations maximales atteintes sont souvent moindres (d'un facteur 1,5 – 2,5), aussi la présence des inclusions influence probablement le taux d'endommagement.

### Forte teneur en dispersion de taille grossière (ADNc)

An50%( $d < 5 \mu\text{m}$ ) - Di50%( $d < 125 \mu\text{m}$ )

Pour s'éloigner un peu de la structure de l'ultramylonite, le matériau déformé en torsion est constitué de 50 % de An ( $d < 5$  microns), de 50 % de dispersion de diopside naturel à gros grains ( $d < 125$  microns).

Aux faibles cisaillements, les échantillons ADNc50 présentent, pour les inclusions les plus grosses, de la fracturation avec un début de plasticité cristalline, mais sans recristallisation dynamique marquée. La matrice d'anorthite ne montre pas de recristallisation non plus. Les fractures des inclusions ne se propagent jamais dans la matrice. Aux forts cisaillements, les échantillons ADNc50 présentent pour les inclusions les plus grosses de la fracturation et de la plasticité cristalline. Les inclusions plus petites, ainsi que la matrice d'anorthite avoisinante montrent de la recristallisation dynamique marquée. Les fractures des inclusions ne se propagent jamais dans la matrice. Le fait que seules les inclusions larges de diopside montrent un comportement fragile-ductile indique que contrairement aux principes des modèles d'homogénéisation auto-cohérents (champs moyen), il y ait un effet de taille sur la concentration locale de contraintes. L'endommagement des inclusions ne se propage pas à la matrice et n'est donc pas directement impliqué dans l'accélération de la fracturation macroscopique constatée en présence d'inclusions.

On constate que la présence d'inclusions en concentration modérée, et suffisamment petites pour ne pas être fracturées dès le début du chargement, entraîne un renforcement continu (écrouissage positif sur les courbes de chargement). Cet effet est à mettre sur le compte du transfert de charge de la matrice aux inclusions (accroissement des contraintes locales, *Boulier, 1980; White et al., 1980; Dimanov and Dresen, 2005*), avec un effet d'amplification au fur et à mesure de leur écrouissage par plasticité cristalline. La recristallisation des inclusions et de leurs abords atteste clairement de la plasticité cristalline locale. Néanmoins, dans une matrice aussi finement recristallisée le glissement aux joints de grains devrait toujours être opérationnel. On peut supposer que dans ce cas l'accommodation aux points triples est plus délicate et donc l'endommagement ductile plus rapide. Enfin, la décohésion sur certaines interfaces matrice-inclusion (en extension) semble aussi jouer un rôle.



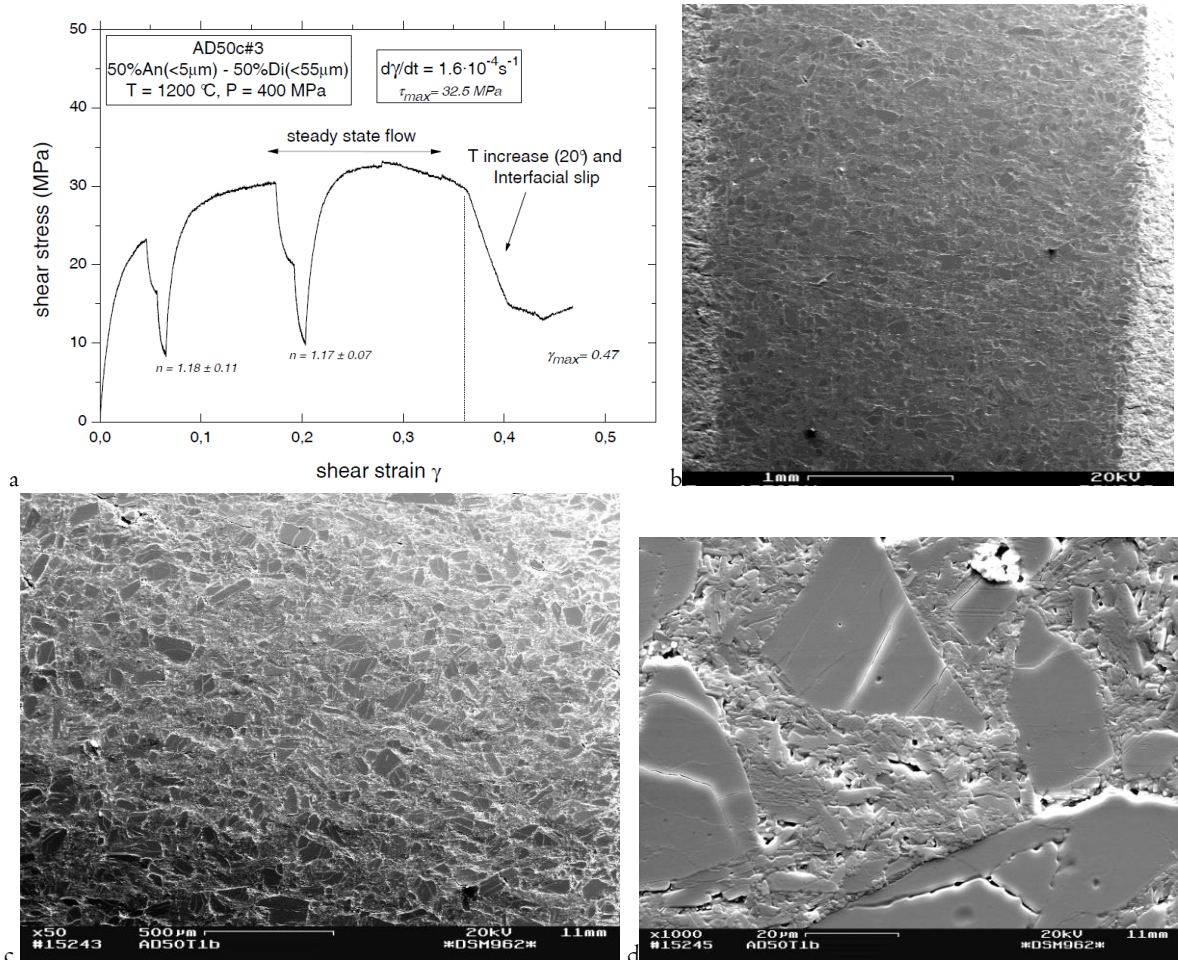


Fig. 34.II. a : Courbe de chargement à vitesse angulaire constante, à 1200°C (perte d'adhérence à l'interface échantillon-piston suite au saut de température +20°) : faible déformation totale. b,c,d : Section tangentielle, cisaillement dextre. Fracturations généralisée des inclusions. Pas de cavitation visible. Pas de propagation de fractures à la matrice.

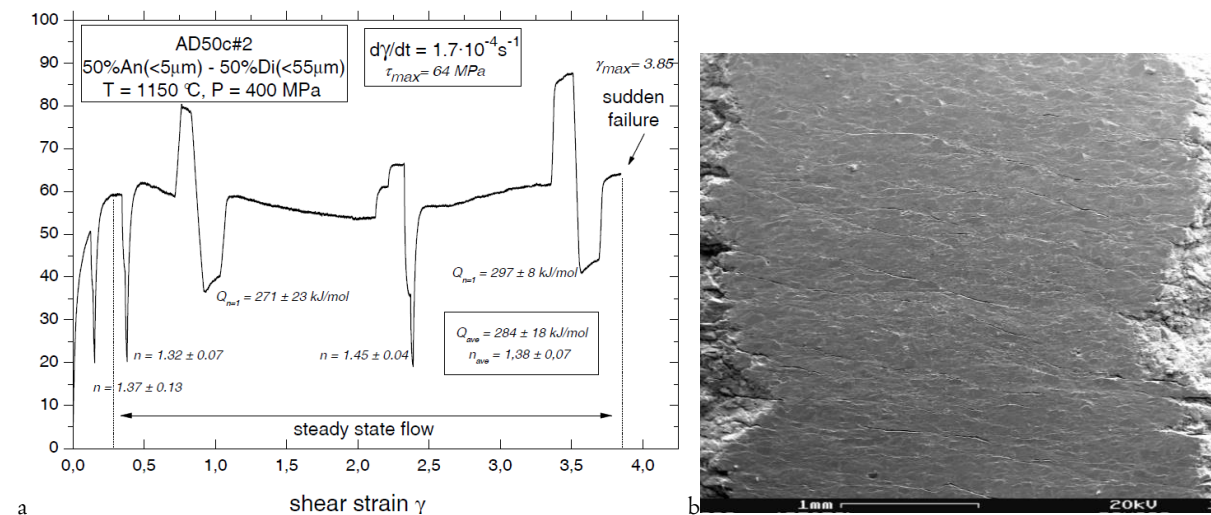


Fig. 35.II. a : Courbe de chargement à vitesse angulaire constante, à 1150°C (et saut de température +20°). b : section tangentielle, cisaillement dextre: fracturations multiples des inclusions. Pas de propagation de fractures à la matrice. Endommagement ductile (cavitation, coalescence, bandes de cisaillement locales).

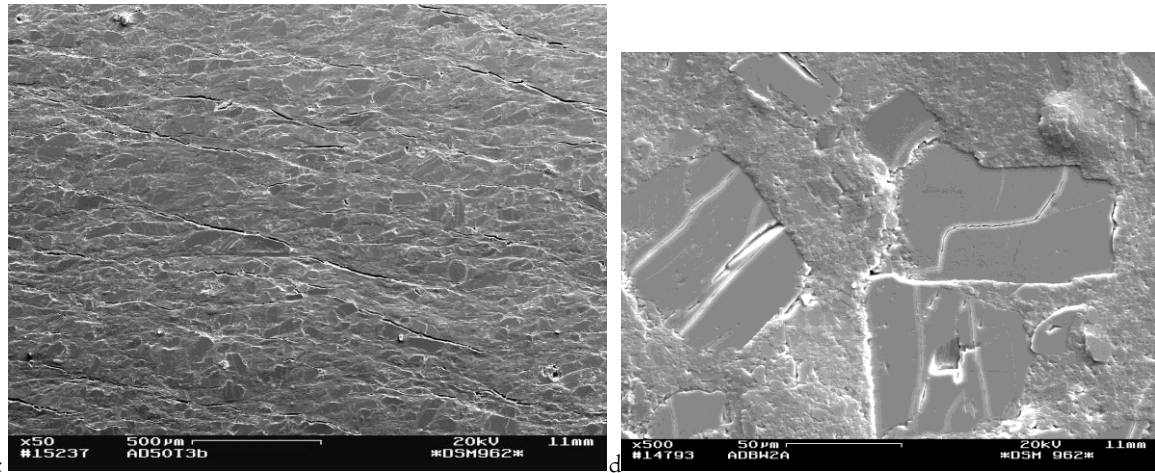


Fig. 35.II (suite). c, d : section tangentielle et transverse : fracturations multiples des inclusions. Pas de propagation de fractures à la matrice. Endommagement ductile (cavitation, coalescence, bandes de cisaillement locales).

Le cas est différent pour les inclusions suffisamment grosses, qui fracturent dès le pic de contraintes locales en début de cisaillement. Dans cette situation les inclusions accommodent les déformations locales par de déplacements relatifs le long des plans de fracture (glissement frictionnel) et perdent de leur capacité de renfort. Les courbes de chargement présentent un état stationnaire apparent, qui reflète l'écoulement de la matrice avec peu de transfert de charge. Les échantillons sont alors capables de cumuler des cisaillements comparables à ceux des échantillons constitués uniquement de grains fins.

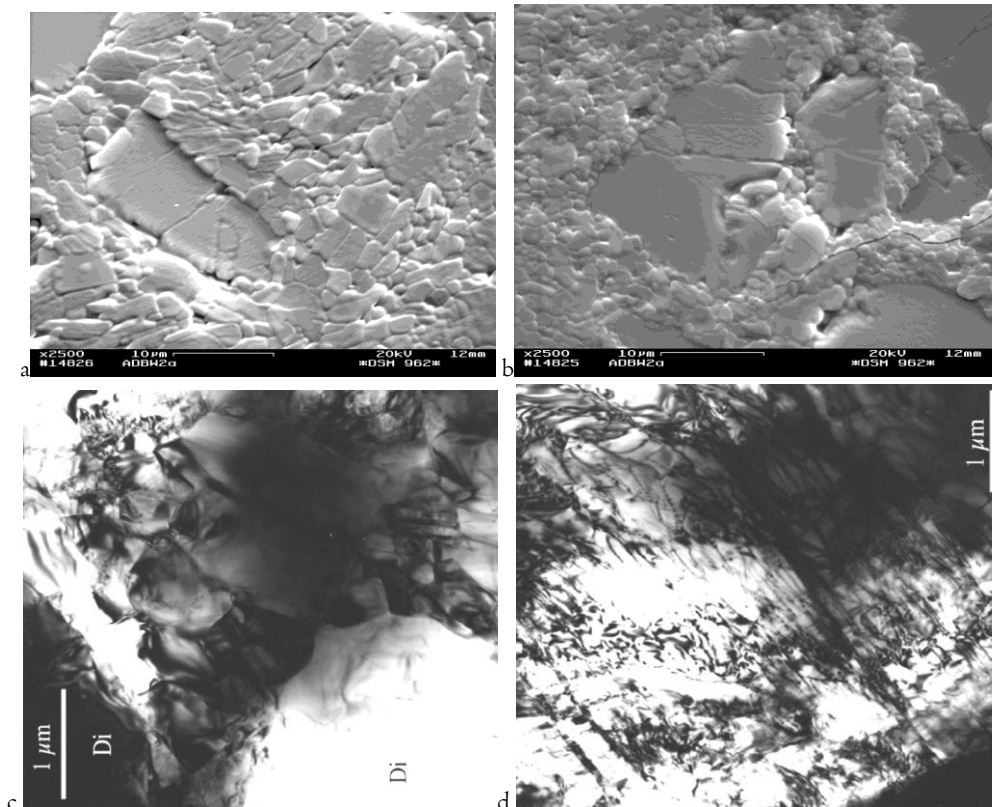


Fig. 36.II. a, b : Section transverse d'échantillon déformé comme en Fig. 35.II montrant respectivement les microstructures « originales » au centre de l'échantillon (a : peu déformé) et les microstructures en bord de cylindre (b : fortement cisailé). La recrystallisation dynamique opère activement pour les petites inclusions. c et d : Clichés MET montrant la recrystallisation à cœur et aux marges des inclusions.

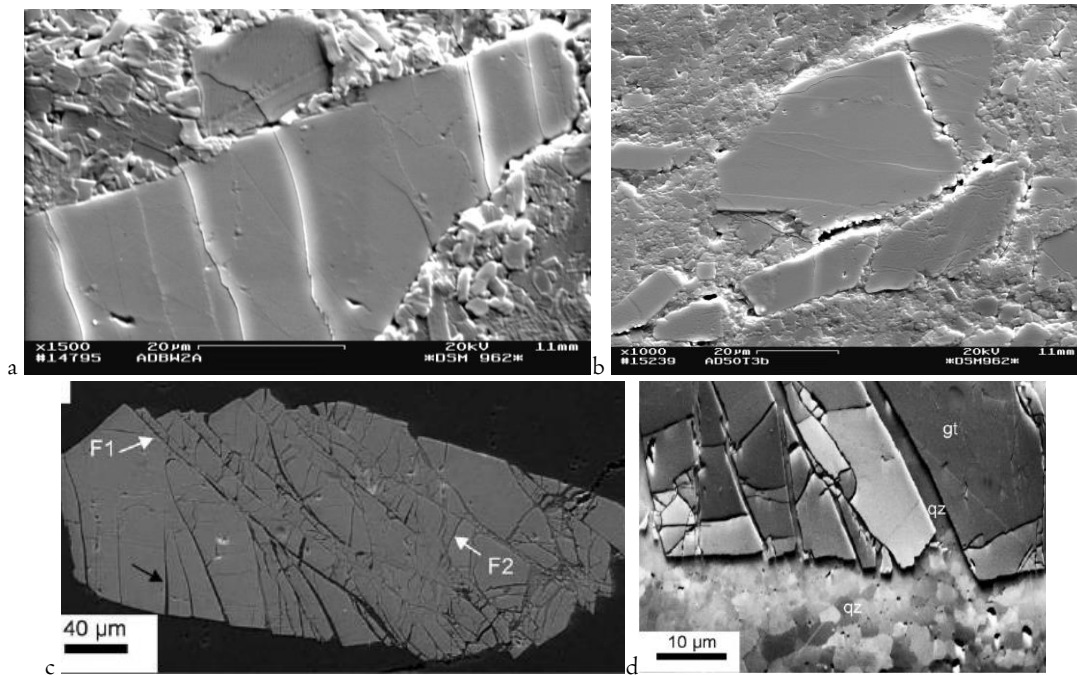


Fig. 37.II. a : Microstructures des échantillons ADNc (a, b) comparées aux microstructures de mylonites de quartz contenant des inclusions résistantes de grenat (c, d, Trepmann and Stoeckert, 2002).

*Trepmann and Stoeckert (2002)* ont caractérisé le comportement fragile d'inclusions de grenat au sein d'une mylonite de quartz. D'après les auteurs, un évènement sismique majeur aurait produit un pic de contraintes régionales suffisamment fort (de l'ordre de 500 MPa) et des vitesses proches de celles du laboratoire, pour fracturer quasi-instantanément jusqu'à 90 % des grosses inclusions de grenat ( $d = 0,2$  à  $2,5$  mm) au sein la matrice très ductile de quartz recristallisé ( $d = 5 \mu\text{m}$ ). Par la suite la relaxation visqueuse post-sismique de la matrice entraîne le déplacement relatif des fragments de clasts (Fig. 37.II). Mes observations sont en accord avec l'essentiel de leurs déductions, à savoir la fracturation quasi instantanée, puis les déplacements relatifs et le remplissage ultérieur des ouvertures par la matrice. Par contre mes données sont en désaccord en ce qui concerne leurs interprétations en termes de pic de contraintes. *Trepmann and Stoeckert (2002)* estiment d'après la fracturation du grenat très résistant un épisode de chargement syntectonique avec des contraintes pic extrêmes. Or, comme le montrent mes courbes de chargement, la contrainte moyenne d'écoulement macroscopique ne dépasse pas les quelques dizaines de MPa (30 – 60MPa, Fig. 34 et 35.II), c'est-à-dire 2 à 4 fois moins que la contrainte résolue nécessaire pour seulement macler un clinopyroxène (140 MPa, *Kollé and Blacic, 1982*). En fait, comme nous allons le voir dans la section suivante, la modélisation aux éléments finis montre que la concentration de contraintes locales peut s'avérer très importante autour des inclusions, malgré une contrainte moyenne d'écoulement de l'assemblage relativement faible. Cet effet de transfert de charge doit être d'autant plus fort dans le cas de *Trepmann and Stoeckert (2002)* que le grenat est totalement indéformable aux conditions de température données (300-350°C), contrairement au diopside dans nos agrégats qui peut plastifier et recristalliser.

## Synthèse

Les données de déformation triaxiale en compression obtenues entre 900 - 1200°C pour anorthite, diopside et leurs mélanges ont fourni des lois de comportement détaillées, dont les paramètres indiquent l'activité de mécanismes physiques également supportés par des observations microstructurales. Aux basses vitesses et contraintes (typiquement  $< 50 - 100$  MPa) les exposants de contrainte ( $n = 1$ ) et de taille de grain ( $m = 2 - 3$ ) suggèrent un fluage diffusif (ou glissement aux joints accommodé par diffusion).

Les données de déformation triaxiale en torsion montrent un comportement aux grandes déformations un peu plus complexe à cerner, et cela d'autant plus que les matériaux sont hétérogènes :

1) Les échantillons à grains exclusivement fins ( $< 5 \mu\text{m}$ ) montrent un comportement Newtonien, avec des courbes de chargement stationnaires et une résistance d'écoulement relativement faible et constante, jusqu'à la rupture ductile brutale, qui résulte de la coalescence de cavitation et de l'auto-organisation des bandes de cavités en bandes de cisaillement. Le mélange des phases à l'échelle du grain et la cavitation démontrent en effet le glissement aux joints de grains, mais l'accommodation des incompatibilités aux points triples se fait au moins partiellement par plasticité cristalline.

2) Les échantillons contenant 50 % en vol. (ou plus) de matrice fine, mono ou biphasée ont tous globalement un comportement Newtonien, avec rupture finale de type ductile de la matrice.

Mais, les échantillons qui contiennent une dispersion peu concentrée (25 – 30 %) d'inclusions de tailles moyennes ( $< 50$  microns) montrent un écrouissage positif important. Le transfert de charge est efficace. La recristallisation des inclusions et de la matrice environnante est importante. La rupture ductile est accélérée, probablement du fait des difficultés à accommoder le glissement aux joints au niveau des points triples par glissement cristallin dans une matrice fortement écrouie.

Par contre, ceux contenant 50% en volume d'inclusions les plus grosses (50 - 150 microns), montrent un écoulement relativement stable jusqu'à la rupture ductile. Les inclusions ont un comportement ductile ou fragile/ductile selon leur concentration et/ou taille. Avec 50% en concentration de dispersion les interactions entre inclusions résistantes sont importantes (on sort du modèle de l'inclusion isolée) et les accroissements de contraintes locales sont suffisantes pour provoquer leur fracturation. Leur comportement est semi fragile, car elles se déforment aussi par plasticité cristalline et recristallisent. La réponse mécanique macroscopique montre un écoulement stable, sans écrouissage apparent, car les inclusions fracturées relâchent les contraintes par glissement frictionnel relatif des fragments et perdent ainsi leur capacité de renforcement.

3) Pour des matériaux comparables, les lois de fluage obtenues aux grandes déformations sont comparables à celles obtenues en compression.

Les études détaillées de microstructures de zones de cisaillement de la croûte intermédiaire et profonde en faciès amphibolite et granulite sont très nombreuses (*Boullier and Gueguen, 1975 ; White and Knipe, 1978 ; Behrmann and Mainprice, 1987 ; Olsen and Kohlstedt, 1985 ; Fliervoet et al., 1997 ; Kenkmann and Dresen, 1998 ; 2000 ; Kruse and Stunitz, 1998 ; Raimbourg et al., 2008 ...*). Dans tous les cas les ultramylonites se caractérisent par des tailles de grains  $< 50 \mu\text{m}$  (à comparer aux tailles de grains initiales allant de plusieurs centaines de  $\mu\text{m}$  à plusieurs mm). La mylonitisation comprend plusieurs mécanismes de réduction de taille de grain, comme la fracturation/fragmentation, la recristallisation dynamique et la nucléation de nouvelles phases en cas de métamorphisme. L'existence de textures cristallographiques met indiscutablement en évidence la dominance de la plasticité cristalline et de la recristallisation au sein des mylonites. L'interprétation des microstructures des ultramylonites est plus discutable. *Boullier and Gueguen (1975)* avaient établi une liste de critères qui permettent de statuer sur le caractère dit « superplastique » de l'assemblage, c'est-à-dire impliquant des mécanismes de glissement aux joints de grains et transfert diffusif. Les ultramylonites présentent de nombreuses caractéristiques compatibles ces critères. Mais, ces indices sont toujours indirects et peuvent donc difficilement être considérés comme des preuves irréfutables. Hormis la faible taille de grain, il s'agit plutôt d'une procédure par élimination (absences de preuves de plasticité cristalline) que de constatation de preuves de superplasticité. Par exemple on met en avant la perte ou l'affaiblissement de texture des grains recristallisés les plus fins (Fig. 32.II, *Raimbourg et al., 2008*). Cependant, une texture faible n'indique pas forcément l'absence totale de plasticité cristalline dans les ultramylonites, d'autant que les densités de dislocations  $\gamma$  sont souvent élevées (*Kenkmann and Dresen, 1999 ; 2002*).

Mes résultats permettent de réconcilier un grand nombre de ces contradictions apparentes. Hormis le métamorphisme, les expériences que j'ai réalisées montrent tous les mécanismes observés dans les mylonites naturelles matures : fragmentation et recristallisation dynamique des clasts, dominance indiscutable des mécanismes de glissement aux joints dans la matrice à grains fins, mais aussi une part



importante de plasticité cristalline. Cette dernière est liée en partie à la l'hétérogénéité microstructurale et rhéologique de l'assemblage biphasé (accroissements locaux de charge) et en partie aux mécanismes d'accommodation du glissement des grains au niveau des points triples. Le point final le plus important du point de vue de la modélisation dynamique est que le comportement macroscopique reste Newtonien dès lors que la matrice à grains fins est spatialement continue et en proportion de 50 % vol. ou plus.

#### II.2.2.d. Approche numérique locales de la rhéologie de roches silicatées hétérogènes

Dans la section précédente j'ai pu démontrer que le comportement rhéologique dominant pour une large gamme de matériaux de type gabbro, avec des microstructures homogènes (grains fins), ou au contraire très hétérogènes (dispersion de diopside à granulométrie et proportions variables) est de type linéaire visqueux (Newtonien), pour peu que la matrice à granulométrie fine soit d'au moins 50 % volumiques. La rhéologie est Newtonienne à faible déformation axiale ( $\epsilon < 25\%$ ) et à grande déformation en torsion ( $\gamma = 1 - 5$ ). Mais, à la faveur de cette dernière et à la maturation des microstructures associées il est aussi apparu que les mécanismes activés ne sont pas exclusivement ceux attendus sur la base des paramètres de la loi rhéologique. L'exposant de contrainte  $n = 1$  et la forte dépendance en taille de grain ( $m$  proche de 3) indiquent le « fluage-diffusion ». La cavitation dans la matrice fine démontre le glissement aux joints de grains, mais l'accommodation des incompatibilités aux points triples se fait au moins partiellement par plasticité cristalline. La présence des inclusions résistantes de diopside perturbe suffisamment les champs de contrainte locaux pour déclencher une contribution significative de « fluage-dislocation » et de recristallisation dynamique.

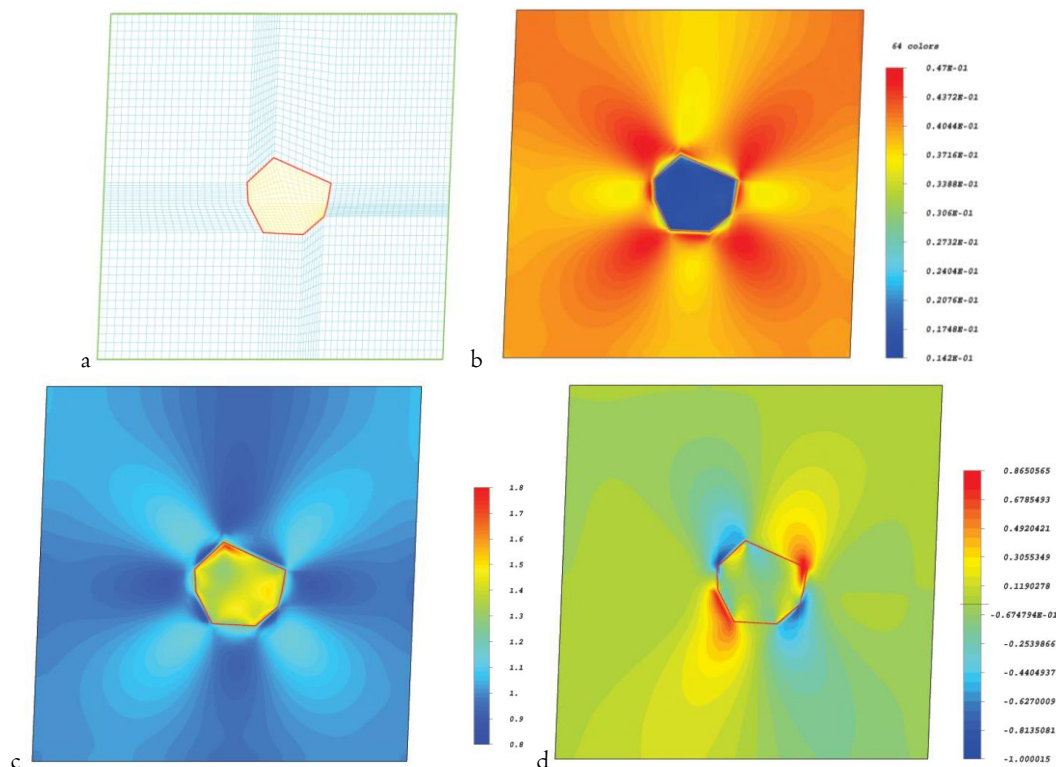


Fig. 38.II. a : Maillage EF d'une inclusion de diopside dans une matrice d'anorthite (homogène), cisailé à  $\gamma = 0,04$  à la vitesse de  $d\gamma/dt = 10^{-4}s^{-1}$ . b : déformation en cisaillement. c : contrainte de cisaillement. d : contrainte verticale. Compressive (couleurs froides) et extensive (couleurs chaudes).

Ces observations microstructurales ne sont pas problématiques en soi et sont même cohérentes avec les analyses microstructurales des zones de cisaillement. Mais, elles ont ouvert des questions quant

au partitionnement des mécanismes opérationnels et aux distributions locales des niveaux de contrainte qui méritaient une analyse plus quantitative. J'ai donc été amené à réaliser une étude numérique aux éléments finis (EF) des champs mécaniques locaux en considérant le cisaillement d'une dispersion résistante (diopside) dans une matrice ductile (anorthite). Le travail a été réalisé grâce au code SARP, développé (sous fortran) au LMS (*Raphanel et al., 2004*).

La modélisation élasto-viscoplastique, prend en considération les modules élastiques et les lois de comportement viscoplastique obtenues par *Dimanov and Dresen (2005)*. La modélisation repose sur une schématisation de microstructures réelles observées lors des essais en torsion, avec une extrusion colonnaire en 3D de la morphologie observée en surface. Un cisaillement simple dextre d'amplitude modeste (jusqu'à  $\gamma = 0.04$ ) a été simulé avec une vitesse comparable à celle des essais ( $d\gamma/dt = 10^{-4} s^{-1}$ ).

Une première étape a consisté à considérer une inclusion de diopside unique, relativement équiaxe, dans un milieu matriciel d'anorthite homogène. La Figure 38.II montre les résultats de la simulation, normalisés par la valeur moyenne au sein de la matrice ou de l'inclusion, respectivement. On voit un cisaillement (composante  $\epsilon_{12}$ ) très localisé près des interfaces dans l'inclusion avec un accroissement de 1,4% et un accroissement beaucoup plus étendu de 4,7% dans matrice. Les variations locales des contraintes sont par contre beaucoup plus impressionnantes. La contrainte de cisaillement (composante  $\sigma_{12}$ ) montre une concentration de 180% aux bords inclusion, où cette dernière est cisailée. La composante verticale (normalisée par la valeur maximale) montre une très forte localisation compressive et extensive. Ces localisations peuvent expliquer les microstructures de micro-fracturation et de décohésion sur les interfaces diopside-anorthite en extension (Fig. 39.II).

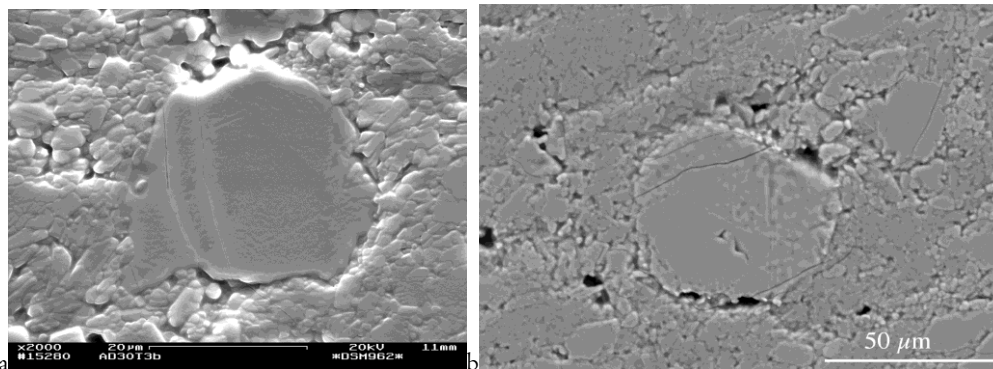


Fig. 39.II. Microstructures sur sections tangentielles (cisaillement dextre). a : Caractéristiques de micro-fracturation. b : décohésion d'interface.

Dans un deuxième temps nous avons considéré deux inclusions de diopside, proches l'une de l'autre et de morphologies irrégulières, dans un milieu matriciel homogène d'anorthite. Cet ensemble a ensuite été inclus dans une matrice homogène de lois de comportement correspondant à un mélange de 75% d'anorthite et 25% de diopside (*Dimanov and Dresen, 2005 ; Raphanel et al., 2010 ; Dimanov et al., 2011*).

Si le couplage diopside-anorthite est parfait la distribution d'accroissement de contraintes (Fig. 41.IIa et b) peut expliquer la fracturation NW-SE de l'inclusion la plus grosse (Fig. 40.IIa) et les domaines de plasticité cristalline active dans les inclusions (Fig. 41.IId). Les deux mécanismes (Newtonien et plasticité cristalline) sont également actifs dans l'environnement proche des inclusions.

Si on introduit une couche recristallisée (qui flue en régime Newtonien dix fois plus vite que la matrice) dans les zones de fortes contraintes des inclusions, qui seraient susceptibles de recristalliser, on obtient une réduction du couplage diopside-anorthite : les contraintes se relâchent et s'homogénéisent dans les inclusions progressivement, au fur et à mesure que la couche de recristallisation colonise le pourtour.

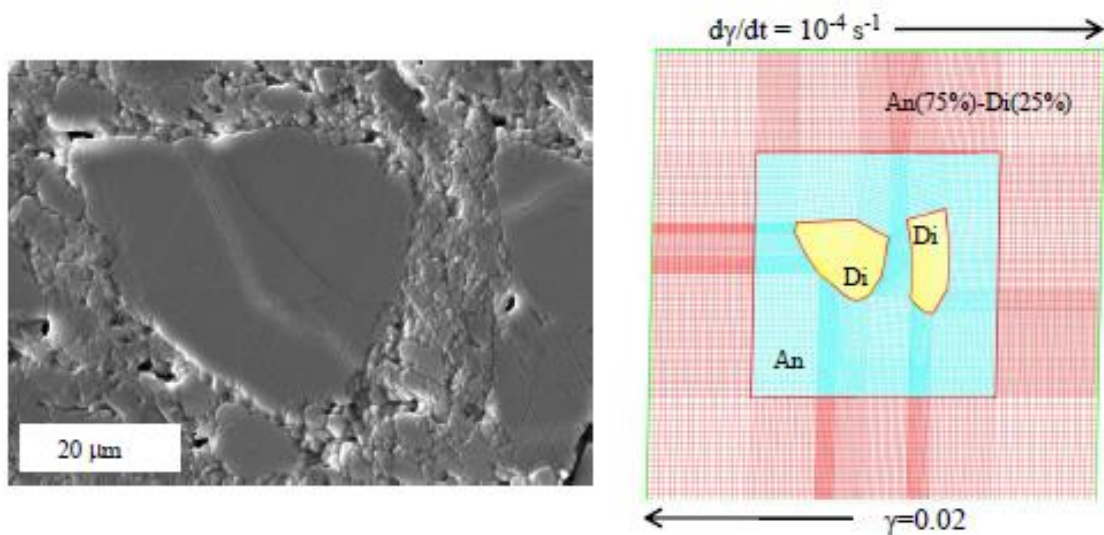


Fig. 40.II. a : Microstructure réelle cisailée considérée pour la simulation EF. b Maillage de la simulation de cisaillement, avec le noyau de la microstructure en (a) et un manteau composite homogène d'anorthite-diopside à 75/25%.

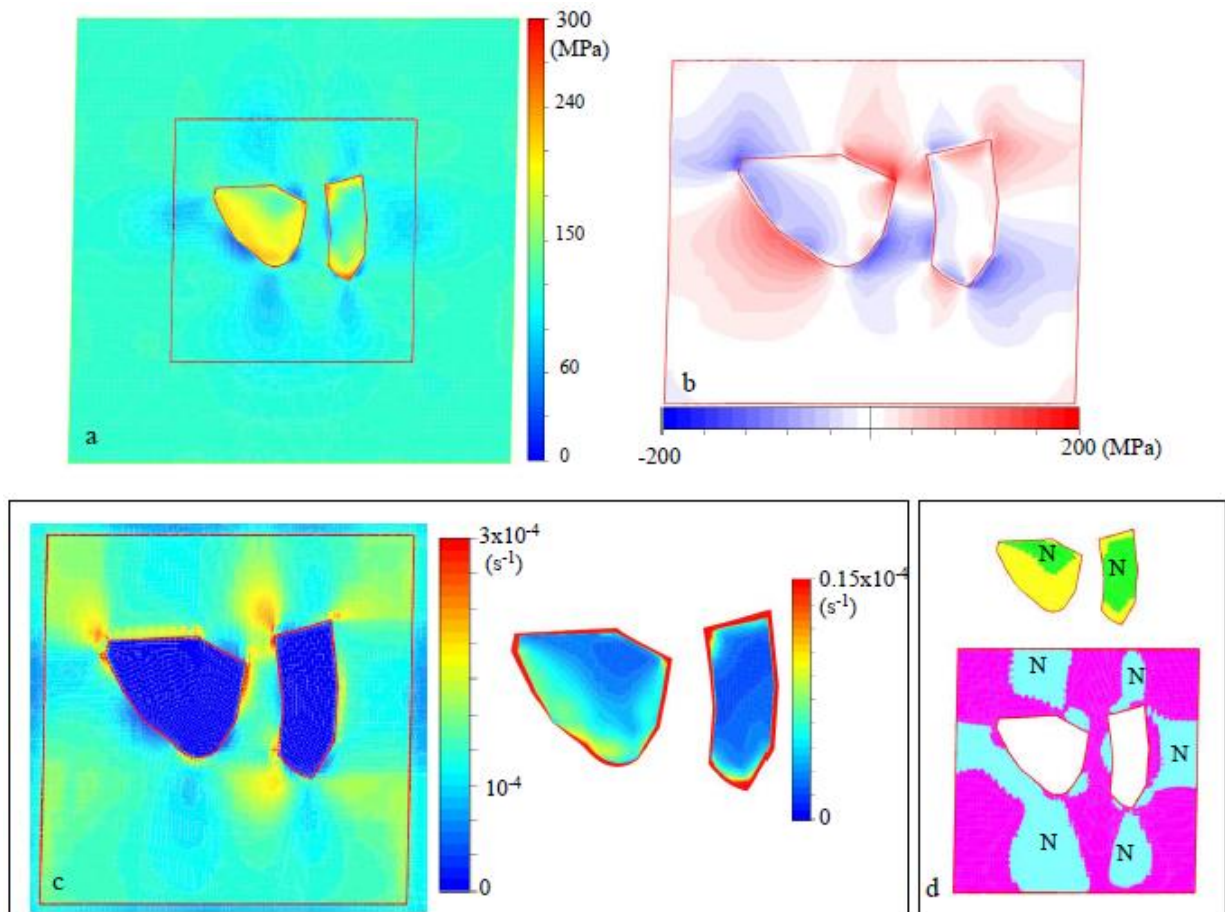


Fig. 41.II. Champs de contraintes et vitesses. a contrainte équivalente, b : contrainte hydrostatique. c : vitesse de cisaillement dans la matrice et dans l'inclusion. d : Champs d'activités des mécanismes Newtonien (marqué) et de plasticité cristalline (le reste) en fonction des données locales de contrainte-vitesse.



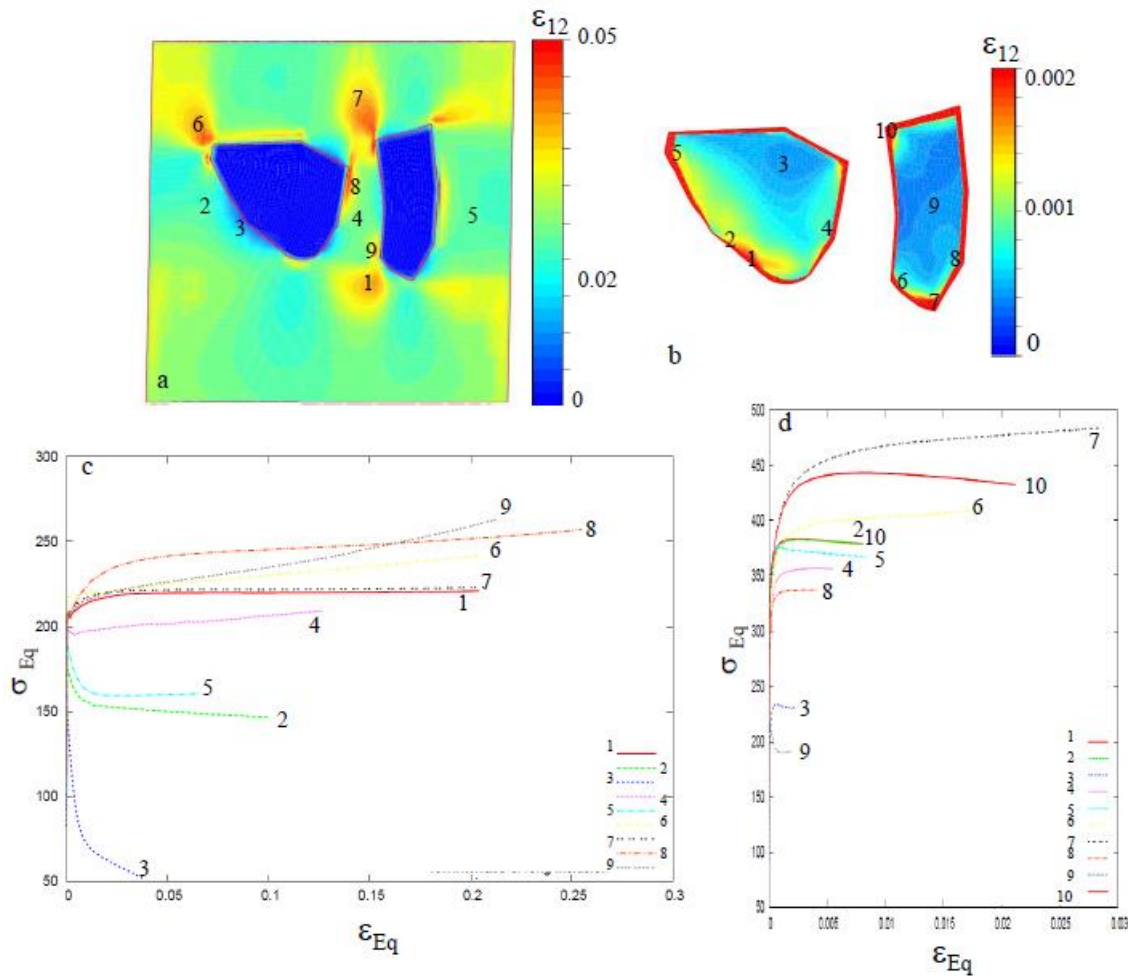


Fig. 42.II. a et b : champs de cisaillement de la matrice et de l'inclusion. c et d : Courbes de chargement locales : contraintes équivalentes aux points marqués par des numéraux en a et b en fonction des déformations équivalentes correspondantes au cours du cisaillement.

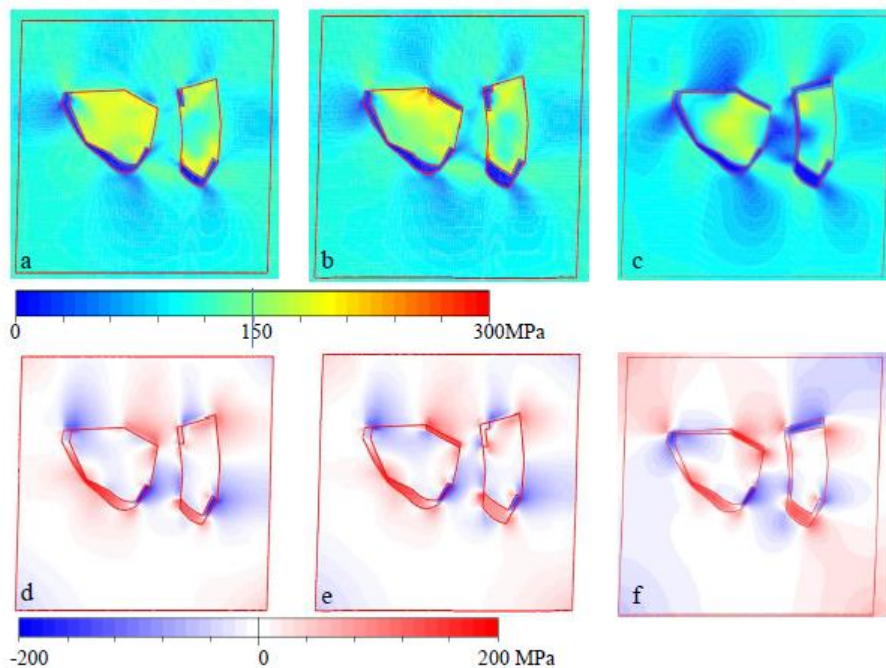


Fig. 43.II. a à c : Contrainte équivalente et d à f : Contrainte hydrostatique, à trois incréments de cisaillement de  $\gamma = 0,01$  en plus du cisaillement initial ( $\gamma = 0,02$ ), avec une progression de la couche recristallisée (10 fois plus ductile que la matrice).

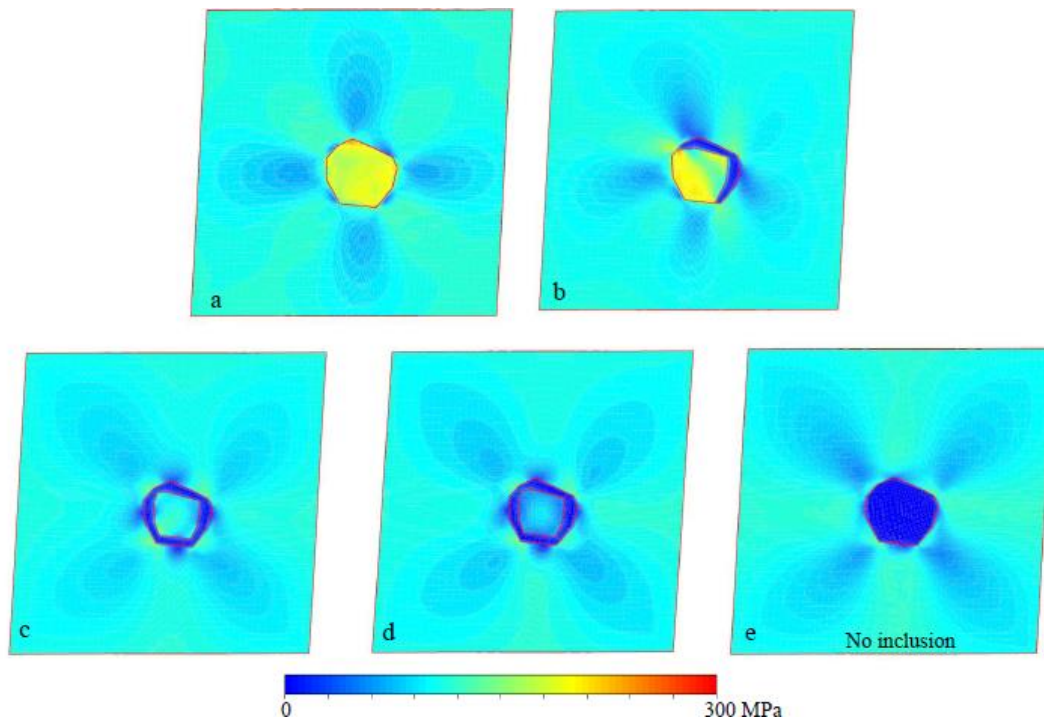


Fig. 44.II. Contraintes équivalentes. a : au bout de  $\gamma = 0,02$  (stade initial). b,c, d : après trois incréments de ( $\gamma = 0,001$ , avec modification de l'interface par l'introduction d'une couche recristallisée (dix fois moins visqueuse que la matrice, comme en Fig. 43.II). e : au bout de  $\gamma = 0,02$  (stade initial) sans inclusion (pore).

Une inclusion résistante qui recristallise aux marges se voit progressivement « libérée » des influences du transfert de charge de la part de la matrice. La figure 44.II montre que les patterns des champs sont très comparables pour le cas où l'inclusion est totalement « découplée » de la matrice par une couche recristallisée, dix fois moins visqueuse que cette dernière (du fait de la taille de grain en régime Newtonien) et dans le cas où l'inclusion est infiniment plus ductile que la matrice (pore).

Les simulations réalisées ici sont bien sûr encore très préliminaires. Parmi les critiques immédiates on peut citer la quantité de cisaillement limitée, la seule prise en compte des lois de viscoplasticité macroscopique moyenne et stationnaire (en particulier pour le monocristal de diopside), le manque de prise en compte des effets de forme en 3D et de l'évolution de la rhéologie de la matrice proche des inclusions en fonction de la recristallisation. Pour toutes ces raisons il faut considérer les valeurs des grandeurs comme des estimations quantitatives à prendre avec précaution. Néanmoins, ces simulations donnent quelques bonnes indications sur les principes et sur les ordres de grandeur des vitesses et contraintes locales, ainsi que sur la localisation du type de rhéologie qui est activée selon ces valeurs. Elles informent sur les effets très forts des irrégularités de forme des inclusions, ainsi que sur les effets locaux d'interaction entre ces dernières. Les concentrations de contraintes sont très variables. Du fait de ces fluctuations locales, la rhéologie peut être localement en mode mixte et globalement Newtonienne. L'introduction de recristallisation marginale (aux dépens des inclusions) qui adoucit la résistance au niveau des interfaces matrice-inclusions permet de relaxer suffisamment les contraintes locales pour limiter la plasticité cristalline des inclusions et maintenir l'ensemble en régime Newtonien. Ce même exercice pour une inclusion équiaxe isolée (loin du champ d'influence d'autres inclusions) permet un découplage quasi-total de la matrice, ce qui expliquerait la persistance de certains clasts en faible proportion au sein des ultramylonites.

## II.2.3. Extrapolation aux conditions naturelles

### II.2.3.a Cartes de mécanismes de déformation

Les données expérimentales les plus robustes (des dix ou quinze dernières années) des différents matériaux constitutifs de la lithosphère peuvent d'abord être comparées en «conditions naturelles» de vitesse sur des cartes de mécanismes de déformation (Fig. 45.II), puis sur des profils de résistance de la lithosphère (Fig. 47.II).

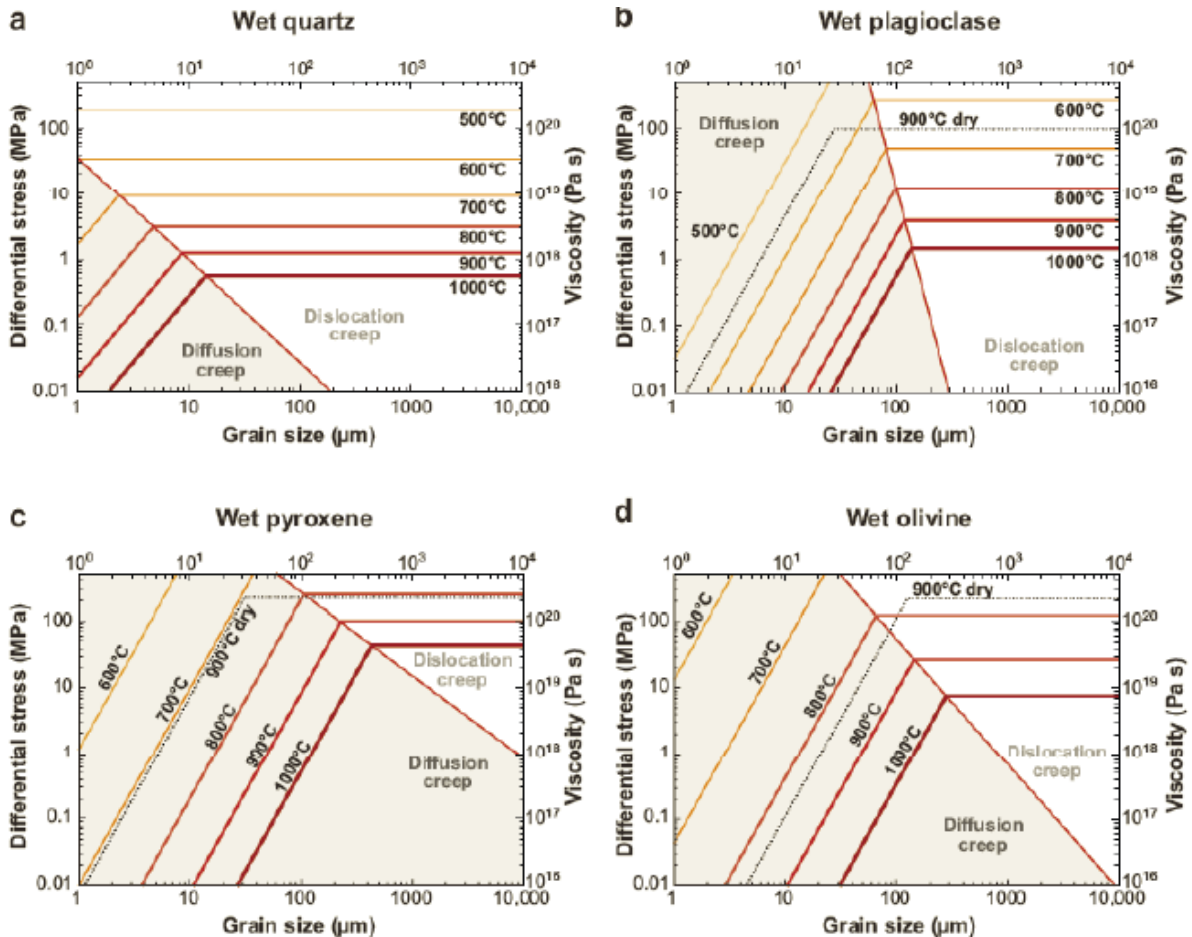


Fig. 45.II. Cartes de déformation pour le quartz, pour l'anorthite et le diopside (nos données) et pour le quartz (*Rutter and Brodie, 2004*) et l'olivine (*Mei and Kohlstedt, 2000*) (d'après *Rybacki and Dresen, 2006, Dresen and Burgmann, 2008*).

On peut convertir les contraintes et vitesses axiales en contraintes et vitesses de cisaillement (au sens de Von Mises) :  $\tau = \sigma/3^{1/2}$  et  $d\gamma/dt = 3^{1/2} d\epsilon/dt$ , afin de les présenter de façon plus utile à la modélisation tectonique. Cette conversion n'est pas purement rhétorique, car j'ai montré (paragraphe sur la déformation en torsion) qu'en l'appliquant il y a bien une assez bonne correspondance entre données expérimentales en compression et en cisaillement simple (par torsion, jusqu'à  $\gamma = 5$ ), si on prend des matériaux comparables en termes de minéralogie, de microstructures et de teneur en eau. Or, étant donné que les lois rhéologiques en compression sont beaucoup plus nombreuses, ce sont elles qu'il faut prendre finalement en considération. On constate sur la Figure 46.II que les effets sur la viscosité de la présence de traces d'eau sont nettement plus importants que ceux de la variation minéralogique des plagioclases (albite, labradorite et anorthite, *Rybacki and Dresen, 2004*). Il en va de même pour la variation de fugacité d'eau (*Rybacki et al., 2006 ; Dimanov et al., 2007*). *Rybacki and Dresen, (2004)* montrent en particulier que les données rhéologiques expérimentales ne sont compatibles avec les estimations de températures naturelles à partir desquelles les silicates de la croûte sont ductiles (350 –

500°C, selon la minéralogie, voir aussi *Burgmann and Dresen, 2008*) que si l'on considère les lois constitutives en conditions hydratées.

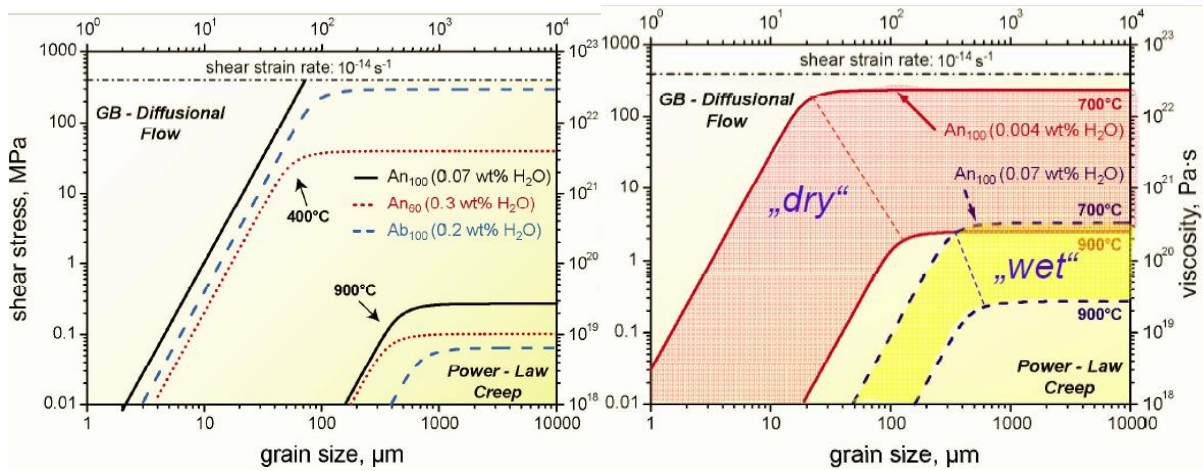


Fig. 46.II. a: Effets de composition sur la rhéologie (mécanismes et viscosité) des plagioclases (*Rybacki and Dresen, 2000; 2004; Dimanov, 2003* (non publié et dans ce manuscrit)). b: Effets de la teneur en traces d'eau sur la rhéologie des plagioclases (*Rybacki and Dresen, 2000; 2004 ;2006*).

En tenant compte de ces observations, on peut construire un PRL en se basant uniquement sur les lois de fluage expérimentales les plus récentes et les plus élaborées en régime de plasticité cristalline (fluage-dislocation) et en régime de glissement aux joints et de transferts diffusifs (fluage-diffusion) pour le quartz, l'anorthite, le diopside et l'olivine à l'état humide (Fig. 47.II). La question se pose immédiatement de savoir si l'olivine est nécessairement plus résistante que les assemblages de type gabbros. D'après les cartes de déformation montrées ci-dessus (Fig. 46.II) et les PRL ci-après (Fig. 47.II) la résistance de l'olivine est encadrée par celles de l'anorthite et du diopside. D'après l'étude de *Dimanov and Dresen (2005)* sur la rhéologie de mélanges anorthite-diopside on peut conclure qu'un assemblage gabbroïque riche en diopside aurait une résistance comparable à celle de l'olivine. Il n'y a donc aucune raison de considérer a priori et de façon générale la croûte profonde comme étant nécessairement une zone de faiblesse mécanique située entre la croûte supérieure et le manteau le lithosphérique.

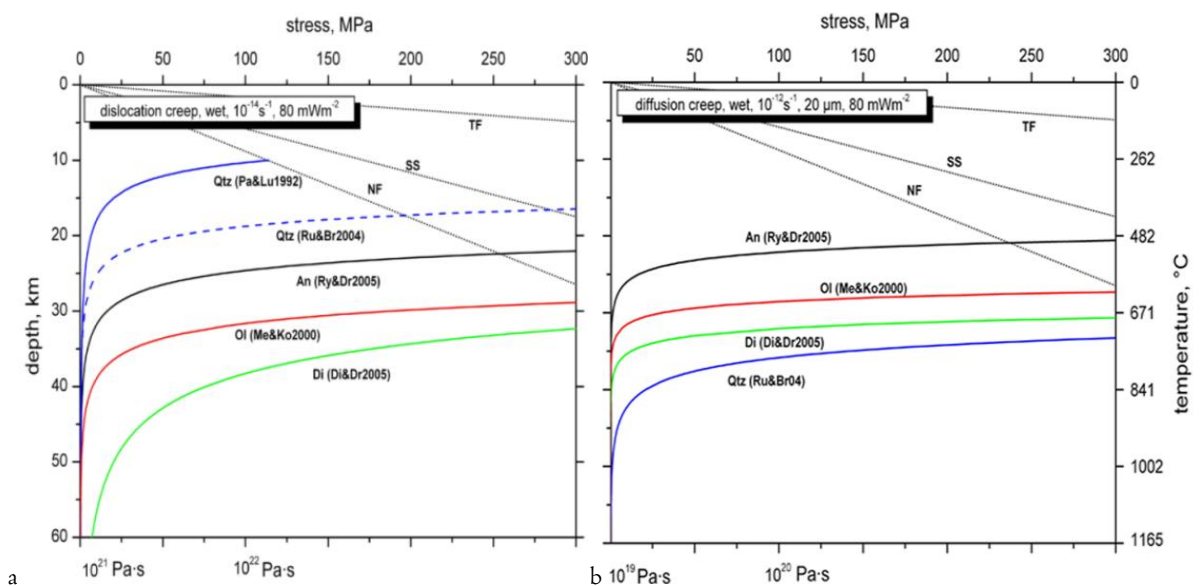


Fig. 47.II. Profils rhéologiques basés sur les lois les plus récentes (voir review de *Burgmann and Dresen, 2008*)



Bien sûr, ce constat ne repose à ce stade que sur la capacité à extrapoler les données de laboratoire aux conditions de vitesses naturelles, dont la justification reste à faire. Mais en réalité, la cohérence d'une telle démarche a déjà été argumentée à maintes reprises (*Rybacki and Dresen, 2004*; *Freed and Burgmann, 2004*; *Burgmann and Dresen, 2008*, *Mehl and Hirth, 2008*). Il y a deux façons distinctes de valider la cohérence des données rhéologiques extrapolées aux conditions naturelles. La première et plus ancienne combine une approche multi-échelle de géologie structurale de terrain et une approche microstructurale « matériau », afin d'interpréter i) la formation des structures géologiques dans le contexte de la tectonique des plaques, ii) les microstructures des roches au sein des paléo-zones de cisaillement exhumées en termes de conditions thermodynamiques et mécaniques de formation. La deuxième est basée sur la modélisation des déformations en surface à grande échelle, mesurées par des observations géodésiques suite à des événements tectoniques majeurs. Ces deux approches sont discutées ci-dessous.

### II.2.3.b Approche structuraliste

#### Etude structurale multi-échelle

L'approche structuraliste de terrain consiste en l'étude des structures de localisation de la déformation (actuellement actives ou anciennes exhumées) à différentes échelles régionales, typiquement de la centaine de mètres à la centaine de km (Fig. 4.I), voire plus. Pour des raisons économiques et sociales évidentes il y a de nombreuses investigations géophysiques des grandes failles transformantes actuelles, comme les failles de San Andréas en Californie, les failles Nord Anatolienne en Turquie et de la Mer Morte, ou la faille Alpine de Nouvelle Zélande. Ces études fournissent beaucoup d'exemples de localisation régionale de la déformation ductile en base de croûte. Il y a des indications fortes que les failles de San Andréas et la faille Alpine se prolongent en profondeur par des zones de cisaillement qui traversent l'ensemble de la croûte (*Henstok et al., 1997*; *Parsons and Hart, 1999*; *Weber et al., 2004*). L'existence de localisations dans le manteau est beaucoup moins bien documentée et consensuelle. Un exemple est donné par *Wittlinger et al. (1998)*, qui interprètent des anisotropies sismiques obtenues en tomographie comme une large zone de localisation (40 km) en prolongement (jusqu'à > 150 km de profond) de la faille de Altyn Tagh au Tibet. Mais, des indications d'anisotropie y sont aussi observées loin des frontières des blocs tectoniques (*Sol et al., 2007*) et dans certains cas, comme celui de la Faille Alpine de Nouvelle Zélande, la zone d'anisotropie peut être large de plusieurs centaines de kilomètres (*Molnar et al., 1999*). Ainsi, les points de vue les plus admis sur la déformation ductile du manteau lithosphérique à grande échelle sont ceux d'une déformation relativement homogène.

Des observations de portions de croûte inférieure exhumées de failles transformantes actuellement actives (l'Alpine de Nouvelle Zélande et la Liquine-Ofqui du sud du Chili) montrent que les traces exhumées les plus profondes (racines) sont très localisées, avec une distribution hétérogène alternant mylonites et ultramylonites dans seulement quelques kilomètres de large, avec des cisaillements qui varient entre 10 dans les protomylonites à 300 dans les ultramylonites (*Thomson, 2002*; *Norris and Cooper, 2003*). L'interprétation structuraliste de ces portions exhumées va clairement dans le sens d'une extension profonde très localisée de la faille Alpine et s'oppose aux conclusions de *Wilson et al. (2004)*, dont les interprétations d'imagerie et de mesures d'anisotropie sismique indiquent une déformation profonde distribuée. Les observations des racines de paléo-zones aujourd'hui inactives, exhumées à la faveur de l'érosion de boucliers continentaux, sont plus nombreuses du fait de la quantité de sites accessibles (des centaines de km). Elles offrent aussi l'avantage d'étudier toute l'évolution des structures, qui semblent se localiser d'avantage aux faibles profondeurs et s'élargir en profondeur. Des zones mylonitiques de quelques dizaines de km en base de croûte peuvent se rétrécir à seulement quelques km à moindre profondeur (*Vauchez and Tommasi, 2003*). Les parties les plus profondes et larges forment la plupart du temps des réseaux anastomosés de bandes mylonitiques séparant des portions peu déformés (voir Fig. 4.I). Ce type de structures se retrouve à toutes les échelles jusqu'à celle de l'agrégat (*Fusseis et al., 2006*), avec une forte réduction de taille de grain (voir ci-après) et

probablement de la viscosité (*Mehl and Hirth, 2008*), dont les effets rétroactifs positifs intensifieraient encore d'avantage de localisation.

## Etude microstructurale

L'approche microstructurale suit naturellement celle de la cartographie structurale. Après avoir caractérisé les structures locales des paléo-zones de cisaillement (échelle kilométrique à métrique) et le partitionnement de déformation au sein de ces structures, il s'agit d'identifier les mécanismes de déformation actifs, les conditions de température, de pression et de contraintes différentielles au moment de la localisation (Fig., 5.I, *Kenkmann and Dresen, 1998 ; 2002*), ainsi que la chronologie des épisodes tectoniques. Les conditions de température et de pression sont estimées suivant la minéralogie et/ou le faciès métamorphique, mais je ne m'appesantirai pas dessus, car cela sort de mon champ d'étude.

L'identification des mécanismes actifs se fait sur la base des microstructures observées au sein des zones. La plasticité cristalline accommodée par différents processus de recristallisation (fluage-dislocation) à cœur et à la marge des grains (voir section déformation en torsion) est le mécanisme plastique le mieux documenté et le moins ambigu à identifier (*Tullis, 2002*). C'est le mécanisme dominant aux premiers stades de localisation de la déformation ductile (Fig. 4.I, *Kenkmann and Dresen, 1998 ; 2000*). Il opère dans la protomylonite, essentiellement grenue et à phases distribuées. Il est dominant aussi dans la mylonite à bandes (Fig. 4.I) qui résulte de la désintégration progressive des grains originaux par la recristallisation et le cisaillement des agrégats qui en résultent (*Raimbourg et al., 2008*). Les mécanismes dits superplastiques (fluage-diffusion), qui mettent en jeu le glissement aux joints de grains et le transport de matière diffusif à l'état solide (ou en solution à la faveur de la percolation de fluides aqueux) serait dominant dans l'ultramylonite à granulométrie très fine (de quelques  $\mu\text{m}$  à quelques dizaines de  $\mu\text{m}$ ) et à phases mixées de façon homogène. Les indications microstructurales de ces mécanismes sont moins directes, mais on admet communément qu'ils opèrent dès lors que les grains sont fins et équants, qu'il y a mélange homogène des phases, que les densités de dislocations et la texture (orientation préférentielle de réseau) sont comparativement faibles (*Boullier and Gueguen, 1975*). Les ultramylonites résultent de la diminution de taille de grain par recristallisation au sein des mylonites suite au cisaillement ( $\gamma = I - I_0$ ) et par mélange des phases à la faveur i) du mouvement relatif entre grains par glissement aux interfaces (grain switching), ii) des réactions métamorphiques (*Kenkmann and Dresen, 1998 ; 2002 ; Kruse et al., 1998 ; 2001*).

L'estimation de l'état de contraintes repose sur l'identification des mécanismes physiques actifs (fracturation, maclage, plasticité cristalline, et la caractérisation de variables d'état internes qui s'y rapportent, comme les densités de macles (*Trepmann and Stoeckhert, 2001, Rybacki et al., 2011*), de dislocations libres (*Kenkmann and Dresen, 1998 ; Rybacki et al., 2011*), la taille des cellules de polygonisation ou des grains recristallisés, en tenant aussi compte des différents mécanismes de recristallisation dynamique (*Twiss, 1977 ; Guillopé and Poirier, 1979 ; Poirier and Guillopé, 1979 ; Schmid et al., 1980 ; Rutter, 1995 ; Hirth and Tullis, 1992 ; Dunlap et al., 1997 ; Stipp and Tullis, 2003 ; Shimitzu et al., 2008*). Ces variables microstructurales d'état dépendent de la déformation finie et des niveaux de contraintes. Etant facilement mesurable en microscopie (optique ou MEB), la taille des grains recristallisés a reçu un intérêt particulier. Elle est reliée à la contrainte différentielle par une relation empirique en loi de puissance ( $d = B\sigma^{-k}$ ), dont les paramètres ont été calibrés expérimentalement pour différents matériaux non silicates (halite, calcite, *Guillopé and Poirier, 1979 ; Schmid et al., 1980 ; Poirier, 1985 ; Rutter, 1995*) et silicates majeurs (en particulier quartz, plagioclase et olivine), déformés expérimentalement par plasticité cristalline, en conditions de températures qui permettent la recristallisation dynamique (*Twiss, 1977 ; Mercier et al., 1977 ; Kohlstedt and Weathers, 1980 ; Mainprice, 1981 ; Koch et al., 1983 ; Hirth and Tullis, 1992 ; Gleason and Tullis, 1993 ; Post and Tullis, 1999 ; Stipp and Tullis, 2003 ; Shimitzu et al., 2008*). Différents régimes de recristallisation ont été définis suivant le mécanisme mis en jeu, à savoir la rotation de sous grain, la migration d'interfaces ou leur combinaison. Ces mécanismes dépendent

essentiellement du niveau de contrainte, mais les questions sur les effets de température, de vitesse de chargement et de teneur en H<sub>2</sub>O ont aussi été explorées (*Ord and Hobbs, 1986 ; Derby and Ashby, 1987 ; Derby, 1990 ; Guilloupé and Poirier, 1979 ; Koch, 1983 ; Hirth and Tullis, 1992*). Il semblerait que les relations piézométriques calibrées pour le quartz, pour une gamme de grains recristallisés de 5 – 50  $\mu\text{m}$ , de températures de 700-1100°C et de contraintes de 10-300 MPa, soient indépendantes de la température et du régime de recristallisation. De telles microstructures et conditions sont proches de celles des mylonites naturelles, aussi les calibrations sont couramment utilisées sur des cas de zones de cisaillement naturelles (*Hacker et al., 1992*). D'autres estimations de paléo-contraintes ont été basées sur les densités de dislocations libres observées en MET dans le plagioclase et l'amphibole des mylonites de la Zone d'Ivrée (Italie, (550-650°C, 600 – 800 MPa, *Kenkmann and Dresen, 2000*). Les niveaux de contraintes calculées (10 – 200 MPa) sont en accord avec les estimations habituelles pour des mylonites (*Sibson, 1983 ; Hacker et al., 1992*).

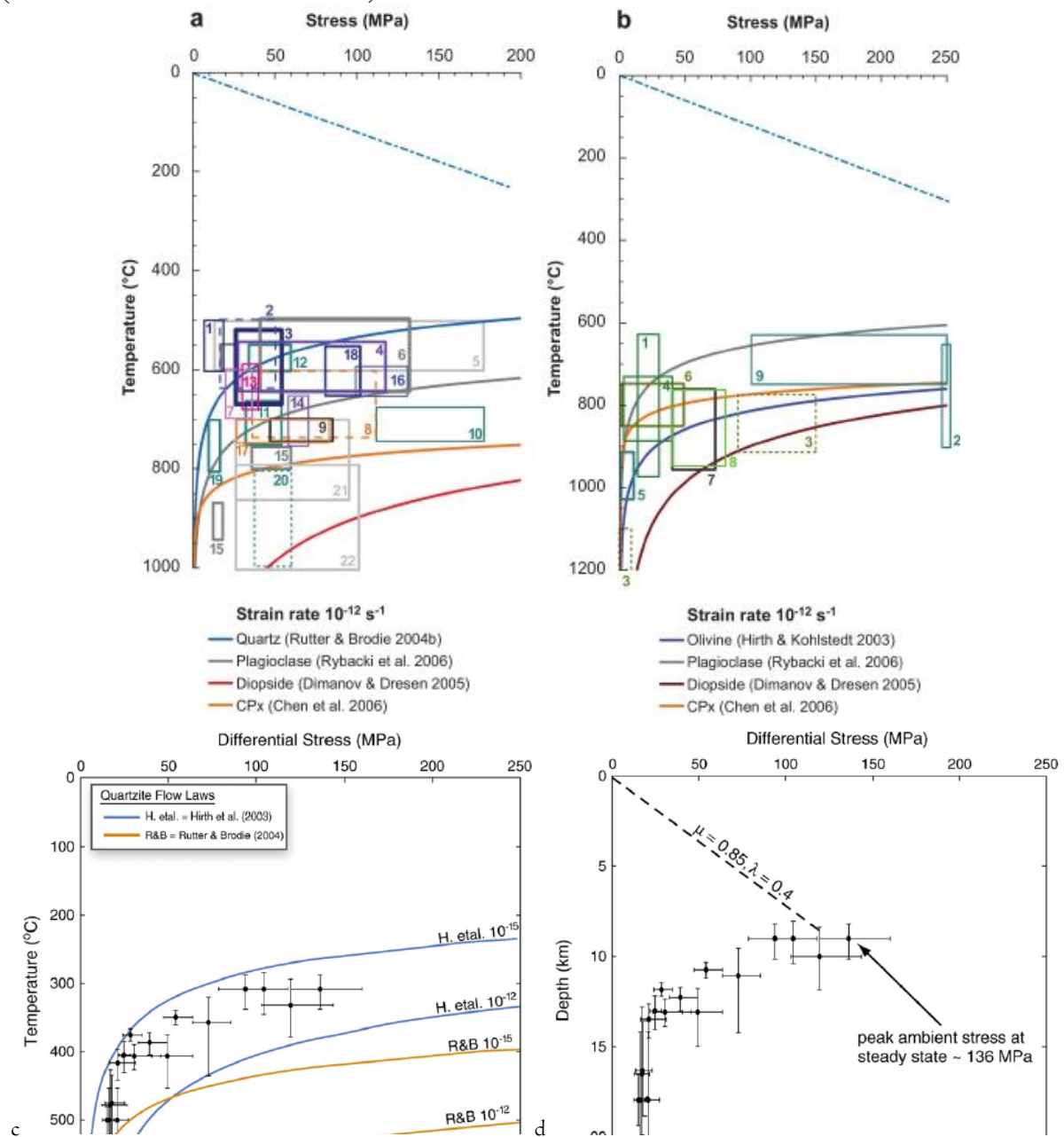


Fig. 48.II. a : Profils rhéologiques (fluage-dislocation, conditions humides) et fenêtres des contraintes et températures estimées dans des mylonites de paléo-zones de cisaillement en croûte intermédiaire et profonde (a) et en manteau lithosphérique (b). (d'après *Burgamnn and Dresen, 2008*, références des domaines incluses). c : Même approche, dans une même étude de paléo-contraintes de mylonites quartziques (*Behr and Platt, 20011*).



*Burgmann and Dresen (2008)* ont compilé un nombre important d'estimations de paléo-contraintes dans des assemblages mylonitiques naturels de base de croûte et du manteau lithosphérique, basées pour l'essentiel sur la taille de grains recristallisés. Les domaines des températures et contraintes estimées sont superposés sur les PRL issus des lois constitutives les plus récentes et les mieux élaborées dans la Figure 48.II. Ont été prises en considération les lois rhéologiques du régime « fluage-dislocation » en conditions hydratées pour le quartz, le plagioclase (anorthosite), le clinopyroxène (diopside) et l'olivine. Les contraintes d'écoulement calculées à partir des lois rhéologiques expérimentales sont données pour une vitesse de déformation de  $10^{-12} \text{ s}^{-1}$ , qui peut être prise comme une moyenne des estimations de vitesses au sein des zones de cisaillement (Pour ce type d'assemblage (amphibolite) et les températures estimées, les vitesses de cisaillement correspondent à  $10^{-9}$  à  $10^{-13} \text{ s}^{-1}$ , là aussi en accord avec des estimations précédentes pour d'autres zones de cisaillement (*Hacker et al., 1992*). Les domaines d'estimations couvrent une large gamme de 10 à 250 MPa. Mais, la plupart des domaines sont groupés en dessous de 100 MPa. De façon plus globale, l'essentiel des domaines correspond bien à ceux délimités par les courbes rhéologiques du quartz et de la pyroxénite. Ces dernières encadrent la courbe de l'anorthosite et celle de l'olivine est centrée entre celles de l'anorthosite et de la pyroxénite. Cette comparaison paraît assez satisfaisante car le quartz est maintenant communément admis comme le silicate le plus ductile de la croûte intermédiaire et le clinopyroxène comme un des matériaux les plus résistants du manteau lithosphérique. Une étude plus récente (*Behr and Platt, 2011*) reproduit le même schéma de comparaison de données expérimentales sur la plasticité cristalline du quartz et d'estimations des paléo-contraintes basées sur le paléo-piézomètre lié à la taille de grains du quartz. L'étude est réalisée en se basant sur la thermobarométrie à travers un profil géologique représentant différents stades préservés d'exhumation dans le complexe métamorphique de Whipple Mountains (Californie est, province de Basin and Range). Les données contrainte-pression-température ont permis la reconstruction du profil de résistance ductile de la croûte intermédiaire, présenté en Fig. 48.II. La correspondance de ce dernier avec les données expérimentales pour une vitesse comprise entre  $10^{-12}$  et  $10^{-15} \text{ s}^{-1}$  est frappante. Cependant, il convient de modérer un peu le propos pour plusieurs raisons qui tiennent à la nature hétérogène des structures et sous-structures d'une zone de cisaillement, ainsi qu'à celle des microstructures des matériaux constitutifs.

Les paléo-piézomètres ne peuvent donner accès aux conditions de contraintes que pour les premiers stades de mylonitisation, lorsque le mécanisme de déformation globalement dominant est la plasticité cristalline, ou bien au sein des sous-structures dans lesquelles ce mécanisme persiste. Leur applicabilité n'est pas garantie pour les ultramylonites qui leurs succèdent et dans lesquelles s'activent d'autres mécanismes (glissement et fluage diffusif) liés à la faible taille de grain. En considérant la complexité des structures des zones de cisaillement (voir paragraphe précédent) du point de vue de la mécanique des matériaux hétérogènes il est probable qu'il y ait une forte partition des vitesses et de contraintes à toutes les échelles, depuis celle des bandes de cisaillement alternant mylonites et ultramylonites, jusqu'à celle très locale de l'agrégat (*Dimanov et al., 2011*). Il n'est pas du tout acquis que les ultramylonites, beaucoup plus ductiles et cumulant les plus forts cisaillements, puissent supporter les mêmes contraintes que les mylonites encaissantes. Ces dernières subiraient de fait un accroissement de charge et fourniraient des estimations de paléo-contraintes sans rapport direct avec les structures rhéologiquement dominantes.

Les tailles de grains et les densités de dislocations sont très variables au sein d'une même zone (*White, 1979 ; Behrmann and Mainprice, 1987 ; Kenkmann and Dresen, 1998*). Cette observation est en accord avec nos résultats de simulation viscoplastique EF (section précédente, *Dimanov et al., 2011 ; Raphanel et al., 2010*). Dès le début de formation de mylonites à bandes l'hétérogénéité de microstructure des roches et les contrastes rhéologiques entre phases devraient entraîner d'importantes variations locales de contraintes et donc d'état de recristallisation (distribution de tailles de grains). Or, le paléo-piézomètre théorique est développé pour une taille de grain unique et les calibrations expérimentales sont exprimées pour une taille de grain moyenne, sans prendre en compte la distribution de tailles de grains. L'hypothèse d'un état stationnaire de taille de grain liée à l'équilibre dynamique issu de la compétition entre deux mécanismes qui tendent à diminuer l'accroissement d'énergie libre du

système de façon antagoniste a également fait couler beaucoup d'encre (*De Bresser, 1996 ; De Bresser et al., 1998 ; 2001 ; Cross et al., 2015*). D'un côté la recristallisation dynamique tend à diminuer l'énergie élastique interne en relation avec la densité de défauts plastiques cristallins (dislocations libres et structures de dislocations) introduits par la déformation. D'un autre côté, la croissance de grains tend à baisser l'énergie d'interface. Mais, cette perspective ne tient que dans le cas d'un agrégat monominéral. *De Bresser et al. (1998, 2001)* basent leur études sur du polycristal monophasé de calcite. Mais, dans le cas général les assemblages sont polyphasés et parfois sujets au métamorphisme. La présence de phases secondaires, même en faibles proportions, est reconnue pour efficacement ralentir la croissance de grains par un effet d'encrage des interfaces (*Evans et al., 2001*). Or, le glissement aux joints de grains (*Dimanov et al., 2007*) et la nucléation de phases liée au métamorphisme (*Kenkmann and Dresen, 2002, Raimbourg et al., 2008*), dont la cinétique est aussi étroitement liée à celle de la déformation plastique (*Hacker, 1992 ; Raimbourg et al., 2005 ; de Ronde et al., 2004*), entraînent inéluctablement le mélange des phases. En conséquence la stabilisation de la taille de grain serait sans aucun rapport entre compétition de recristallisation et de croissance. Pour toutes ces raisons, la méthode ne peut être utilisée comme seul repère dans l'extrapolation de données expérimentales.

### II.2.3.b Approche géodynamique

La deuxième approche est basée sur des mesures géodésiques par suivi GPS (*Segall and Davis, 1997*) ou interférométrie radar (*Bürgmann et al., 2000*) des déplacements en surface, qui surviennent à la suite d'événements tectoniques majeurs. Des phases relativement courtes de déformation transitoire apparaissent du fait de la relaxation rapide des états des contraintes régionales, suite aux séismes importants. Les relaxations lentes, comme dans le cas des rebonds isostatiques post glaciation, ou simplement du retrait actuel de glaciers peuvent aussi être étudiées. Le principe repose sur le fait que les déformations observées en surface reflètent la réponse mécanique des strates sous-jacentes. La modélisation de ces déformations permet de tester la rhéologie de la lithosphère en profondeur. L'idée est ancienne et remonte au grand séisme de San Francisco de 1906 (*Reid, 1910*). Malgré des moyens limités, les observations qui ont suivi l'évènement ont permis de clairement démontrer les déformations transitoires accélérées suites au séisme (*Thatcher, 1983*). Plus récemment *Kenner and Segall (2003)* montrent à partir de près d'un siècle d'observations suite à ce séisme la nécessité de considérer l'existence de zones de cisaillement de faible résistance à travers la croûte et de la relaxation de la lithosphère profonde avec une viscosité de l'ordre de  $10^{20}$  Pa s. Les vitesses de déformation post-sismique varient de  $10^{-13}$  s<sup>-1</sup> pendant les deux ou trois premières décennies à  $10^{-14}$  -  $10^{-15}$  s<sup>-1</sup> pour les trois ou quatre dernières (*Kenner and Segal, 2000*).

Les moyens actuels ont permis des mesures qui, même réalisées sur des laps de temps relativement courts (quelques mois à quelques années, comme dans le cas des séismes du désert du Mojave de Landers (M = 7,4) en 1992 et de Hector Mine en 1999 (M = 7,1), ont permis des modélisations quantitatives (*Freed et al., 2007 ; Freed and Bürgmann, 2004 ; Pollitz et al., 2001*). Toutefois, le débat est toujours d'actualité en ce qui concerne les processus de relaxation pris en compte et sur leur localisation. Par exemple, certains auteurs préfèrent un mode de glissement aisé (after-slip) localisé en profondeur (*Savage and Svarc, 1997*), ou bien la combinaison de processus de relaxation distribuée poroélastique et viscoélastique (*Masterlark and Wang, 2002*). D'autres (*Freed and Bürgmann, 2004 ; Freed et al., 2007*) analysent la relaxation initiale des contraintes élastiques post-sismiques en partant du principe d'un écoulement ductile distribué dans le manteau lithosphérique (40 km de profondeur), en assimilant la relaxation à une série d'états quasi-stationnaires basés sur la rhéologie de l'olivine humide (*Hirth and Kohlstedt, 2003*). Cependant, leur analyse reproduit aussi bien les données en considérant un écoulement non-Newtonien ( $n = 3,5$ ) que en combinant deux types d'écoulements Newtoniens. L'un de faible viscosité dominant le début de processus (quelques mois), l'autre de plus forte viscosité prenant le relais par la suite. Des analyses plus récentes (*Wright et al., 2013*) pointent vers des conclusions similaires, à savoir des temps de relaxation post-sismique très courts pour la croûte inférieure et/ou le manteau supérieur. Ces interprétations viennent en support au

modèle de type « crème brûlée », dans lequel la résistance continentale résiderait dans la partie supérieure rigide-fragile, mais en y incluant une part supplémentaire de modèle « banana split » (*Bürgmann and Dresen, 2008*), où la faiblesse de la partie profonde souple-ductile serait due à la localisation dans des zones de cisaillement, avec une rhéologie affectée par les évolutions de microstructure, la présence abondante de fluides et des mécanismes d'écoulement de type Newtonien. *Bürgmann and Dresen (2008)* considèrent à propos des relaxations post-séismes du Désert Du Mojave que les effets poro et/ou viscoélastiques crustaux contribuent probablement le plus à la réponse locale (champs proche), mais que l'essentiel de la déformation dépendante du temps se situe au niveau du manteau lithosphérique, sous une croûte profonde résistante (froide et/ou sèche). Ils précisent, cependant, qu'en l'état actuel d'incertitudes et de difficultés à séparer les contributions des différents mécanismes on ne peut dire si la déformation ductile est distribuée dans une croûte considérablement visqueuse, ou au contraire localisée dans des zones de cisaillement de faible viscosité. Un autre cas particulièrement étudié est celui du séisme Denali ( $M = 7,9$ ) de 2002 en Alaska. Là encore, la rapide relaxation post-sismique du champ de contraintes élastiques sismiques serait due à la réponse visqueuse dépendante du temps d'un manteau ductile, sous une croûte profonde résistante (*Freed et al., 2006, Pollitz, 2005*). *Bürgmann and Dresen (2008)*, montrent que les taux de relaxation enregistrés par des stations éloignées (champ lointain), dont les mesures sont moins perturbées par les contributions de relaxation poroélastique (ou de post glissement aismique), correspondent bien à une modélisation sur la base des rhéologies en loi de puissance de l'olivine et du plagioclase. Finalement, *Freed et al (2006)* rapportent que la croûte inférieure contribue à la relaxation visqueuse, mais qu'il est à nouveau difficile de trancher sur le type de distribution de la déformation ductile associée. Ils favorisent, cependant, le mode localisé du fait de l'observation de discontinuités (réflecteurs) sismiques se prolongeant jusqu'à 60 km de profondeur. *Bürgmann and Dresen (2008)* rapportent de nombreux autres exemples d'études de relaxation à long terme, suite à des événements majeurs de nature tectoniques (ou non, comme le rebond post-glaciaire). Tous fournissent des fourchettes comparables de viscosités effectives en profondeur, mais les modèles développés pour y parvenir diffèrent beaucoup dans la conception physique des mécanismes de relaxation et dans la structure en profondeur.

En bref, si la démarche « matériau » des structuralistes dans l'analyse des zones de cisaillement rencontre un large consensus, il n'y en a pas vraiment dans l'analyse des données post-sismiques. Les mêmes données géodésiques se prêtent à des interprétations totalement différentes. Leur modélisation suppose qu'on ait des idées sur les structures en profondeur, sur le type de lois de comportements à leur attribuer, ainsi que sur le type de distribution (homogène ou localisée) des déformations. Or ce sont justement les questions posées et elles ne sont pas nécessairement indépendantes. C'est donc en général une approche qui repose sur des hypothèses fortes. Comme nous le verrons dans la troisième partie du mémoire (essais *in situ*), nous adoptons une démarche tout à fait similaire à l'échelle de l'échantillon polycristallin. Nous réalisons des mesures de champs mécaniques locaux en surface, puis nous les modélisons numériquement. Or, l'exercice s'avère délicat même dans ce cas, où les conditions de géométrie et de chargement sont très bien contrôlées (et où les lois de comportement dominantes sont en principe connues), car il faut quand même émettre des hypothèses sur la microstructure cristalline en profondeur.

Néanmoins, pour le besoin de l'exercice de confrontation des données expérimentales (sans présumer si le fluage est activé en croûte profonde et/ou dans le manteau lithosphérique) on peut retenir des différents modèles basés sur la relaxation visqueuse en profondeur des viscosités estimées entre  $10^{18}$  -  $10^{19}$  Pa s (toujours  $< 10^{20}$  Pa s, *Pollitz et al., 2001 ; Freed and Lin, 2001 ; Hetland and Hager, 2003 ; Freed et al., 2006*) et des vitesses de déformation post-sismique décroissant de  $10^{-13}$  s<sup>-1</sup> en début de processus à  $10^{-14}$  -  $10^{-15}$  s<sup>-1</sup> par la suite (*Kenner and Segal, 2000*).

## Synthèse

Les estimations de paléo-contraintes comme celles de viscosités basées sur la relaxation viscoplastique à grandes échelles sont sujettes à des hypothèses, dans un sens tout aussi hasardeuses que

celle de l'extrapolation pure et simple des données rhéologiques expérimentales sur plusieurs ordres de grandeur. Les piézomètres sont calibrés sur la base de données expérimentales de déformation, réalisées aussi à des vitesses bien supérieures aux vitesses naturelles et la question de la validité de l'extrapolation reste de mise (*Stipp et al., 2010*). D'ailleurs, ce sont parfois les mêmes expériences qui fournissent aussi bien les lois de comportement macroscopique que les calibrations piézométriques, ce qui est une sorte de cercle vicieux. D'un autre côté, la modélisation de relaxation tectonique en profondeur à grande échelle incorpore nécessairement des lois de comportement ductile issues d'essais en laboratoire et ne peut finalement que statuer sur leur cohérence avec des données d'observation de surface, tout en supposant les mécanismes, les structures et la distribution de la déformation en profondeur. Chacune des méthodes, prise à part, ne peut que prétendre à une sorte d'auto-cohérence. Seule la confrontation simultanée des différentes approches, basée sur des données indépendantes, peut être considérée comme plus fiable. C'est ce qui est fait en Figure 49.II, où sont résumées les données indépendantes : 1) expérimentales, 2) structurales de terrain (paléo contraintes) et 3) géodésiques de relaxation post-sismique (viscosités).

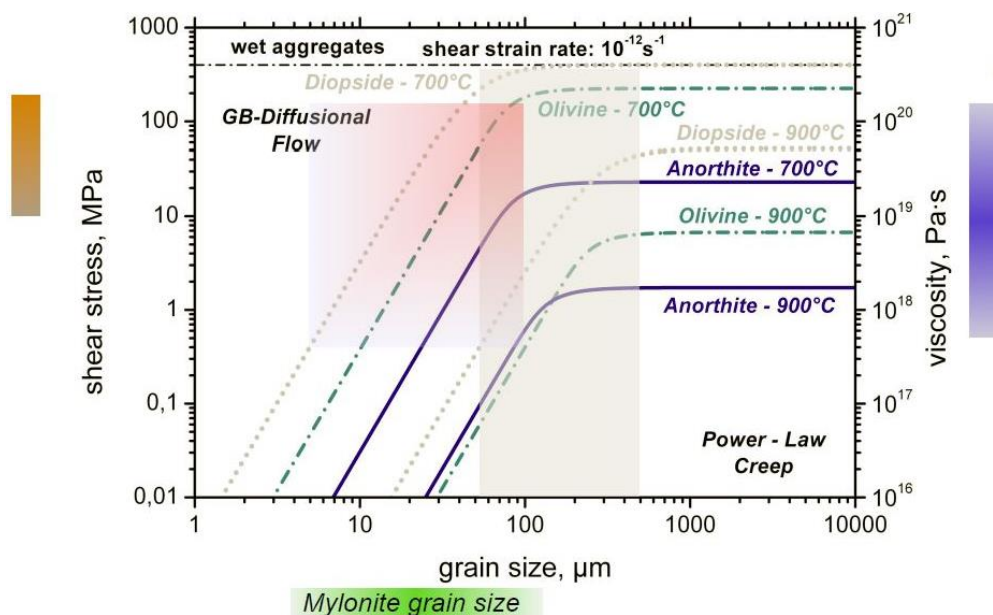


Fig. 49.II Carte de déformation pour l'olivine, le plagioclase et le clinopyroxène (Anorthite : Rybacki et al., 2006; Diopside : Dimanov and Dresen, 2005; Olivine : Mei and Kohlstedt, 2000, d'après Rybacki and Dresen, 2004, Burgamnn and Dresen, 2008). Sur la gauche: domaine des paléo-contraintes des zone de cisaillement estimées par paléo-piezomètres. Sur la droite : domaine des viscosités de la plastosphère estimées par mesures géodésiques et modélisation de relaxation post-sismique. En bas : domaine des tailles de grains au sein des mylonites-ultramylonites. Les trois intervalles définissent la fenêtre d'admissibilité pour les extrapolations de données rhéologiques de laboratoire. Pour une vitesse de cisaillement de  $10^{-12} \text{s}^{-1}$  la fenêtre (en rose) s'ouvre sur le domaine Newtonien.

*Mehl and Hirth (2008)* ont estimé à  $10^{-12} \text{s}^{-1}$  la vitesse de cisaillement au sein d'une zone de cisaillement typique de base de croûte (assemblage gabbroïques), suite à la localisation et à l'adoucissement par recristallisation qui s'en suit. On peut voir sur la Figure 49.II pour une telle vitesse que la fenêtre définie par les trois types d'approches s'ouvre sans ambiguïtés sur le domaine du comportement Newtonien, et cela pour tous les matériaux du manteau et de la base de croûte (olivine, diopside et anorthite) dans la gamme de températures 600 – 900°C. Si on considère 1) (comme dans les modèles précédemment cités) que la relaxation de contraintes post-sismiques est due au fluage transitoire de la base de croûte et/ou du manteau lithosphérique à des vitesses au-dessus  $10^{-15} \text{s}^{-1}$  et 2) le cas favorable où la loi de fluage du plagioclase (le plus ductile) domine, alors la gamme de viscosités estimées de  $10^{18} - 10^{20} \text{Pa s}$  peut s'expliquer seulement par la plasticité cristalline de plagioclase à gros grains à des températures  $> 900^\circ\text{C}$ . Or, de telles températures en base de croûte sont impossibles à concilier avec un gradient géothermique normal (*Chapman and Furlong, 1992* : 60 – 70  $\text{mWm}^{-2}$ ). Si on

considère la rhéologie du clinopyroxène, la température devrait même être supérieure. Donc, les vitesses et les viscosités admises ( $> 10^{-15} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{18} - 10^{20} \text{ Pa s}$ ) sont compatibles avec le fluage diffusif.

La figure 49.II suggère qu'à la faveur de la mylonitisation les mécanismes de glissement aux joints et de transfert diffusif pourraient contrôler la rhéologie des zones de cisaillement matures. Dans ce cas, la résistance des zones marginales des blocs tectoniques de la lithosphère continentale serait relativement faible, avec de forts contrastes latéraux de viscosité. C'est ce qui semble être observé et c'est l'idée mise en avant par le modèle dit « banana split » (*Bürgmann and Dresen, 2008*).

Cependant, les modèles rhéologiques à grande échelle basés sur les mesures géodésiques n'ont jamais pris en compte les rhéologies de matériaux partiellement fondus (de viscosités inhabituellement faibles) et cette question reste pour le moment sans réponse (voir *Bürgmann and Dresen, 2008*).

Pour finir ce chapitre je dirai que j'ai montré:

1) que les lois constitutives de type Newtonien pour agrégats monophasés et biphasés de type gabbros (avec différentes microstructures qui miment celles de mylonites et ultramylonites) obtenues en petite et en grande déformation (en cisaillement) étaient comparables. Les mécanismes mis en évidence (plasticité, glissement aux joints, micro-fracturation de clasts, cavitation aux joints) sont compatibles avec ceux observés dans les mylonites naturelles.

2) une raisonnablement bonne correspondance entre i) les lois de comportement extrapolées aux conditions naturelles, ii) les estimations structuralistes de terrain en termes de taille de grain et de contraintes, iii) les estimations de viscosités de la plastosphère par modélisation de relaxation post-sismique.

3) La croûte profonde au niveau des zones marginales de blocs tectoniques pourrait être peu résistante, non pas parce qu'elle est en quartz, mais parce que sa résistance serait limitée par le comportement Newtonien.

En résumé, des réponses ont été apportées à l'essentiel des questions posées par les modélisateurs tectoniques (*Burov, 2003*). Des lois rhéologiques fiables et leurs justifications comparatives pluridisciplinaires existent depuis près d'une dizaine d'années. Malheureusement, les réponses semblent privées d'écoute, car je n'ai pas encore vu beaucoup de modélisations qui se basent dessus. Récemment *Burov et al. (2014)* utilisaient encore d'anciennes lois de comportement ductile, comme celle de la diabase de Maryland (*Mackwell et al., 1998*), même si ces données ne sont pas parmi les plus fiables (voir la partie synthèse de roches), ni parmi les plus adaptées (conditions sèches en vue d'applications spécifiques à la tectonique de Vénus). *Burov et al. (2014)* reconnaissent le fait que l'on dispose actuellement de données plus récentes, résumées par *Bürgmann and Dresen (2008)*, lesquelles aboutissent à des PRL alternatifs. Mais, les auteurs finissent par dire qu'il suffit d'adapter les profils géothermiques pour masquer les différences. Je ne trouve pas l'argumentaire objectif, car il faudrait alors admettre que les cas particuliers ad-hoc ont valeur de démonstration. *Bürgmann and Dresen (2008)* dénoncent précisément le fait qu'en jouant sur les paramètres comme la teneur en eau ou le géotherme, et en sélectionnant les lois de fluage, on peut obtenir à peu près n'importe quel PRL. Les degrés de liberté des modèles ne doivent pas devenir des variables d'ajustement. Néanmoins, il est évident que depuis une décennie une démarche commune se dessine. *Burov et al. (2014)* présentent une méthodologie générale de la modélisation thermomécanique de la lithosphère, qui prétend associer les vues de l'expérimentateur, du structuraliste et du tectonicien numérique. Il ne faut pas douter qu'à terme la convergence des différentes approches ne peut qu'aboutir à une meilleure conception des processus tectoniques.

Ce mémoire aurait pu s'arrêter là. Cela aurait d'ailleurs été le cas si je l'avais écrit il y a seulement cinq ans. Mais, entre-temps, la modélisation EF du cisaillement des agrégats hétérogènes m'avait amené à me poser beaucoup de questions sur les ordres de grandeurs des hétérogénéités des champs de contraintes et de déformation locaux, ainsi que sur les interactions possibles entre les différents mécanismes coexistant à la faveur de ces hétérogénéités. En particulier, l'indépendance supposée entre la

plasticité cristalline et le glissement aux grains, sensés opérer en parallèle, ne m'apparaissait plus du tout évidente. De plus, je dois admettre que les relativement bons accords entre les données rhéologiques expérimentales et les estimations de conditions naturelles bénéficient de part et d'autre d'incertitudes très larges et d'hypothèses dont les répercussions sont difficiles à vérifier.

Il m'apparaissait que l'approche expérimentale avait beaucoup à gagner en légitimité en allant au-delà de l'approche macroscopique semi-empirique de la rhéologie. Cette dernière devait nécessairement être supportée par des observations aussi directes (*in situ*) et locales que possible, ainsi que par la modélisation numérique à l'échelle de la microstructure.



## Partie III

### III. Approches expérimentales et numériques multi-échelles

#### Articles correspondants

- Bourcier, M., Dimanov, A. Bornert, M., Héripré, E. and Raphanel, J. (2013). Grain boundary sliding and crystal plasticity in halite. *J. Geophys. Res.* Vol. 118 Issue: 2 Pages: 511-526 DOI: 10.1002/jgrb.50065
- M. Bourcier, A. Dimanov, E. Héripré, J.L. Raphanel, M. Bornert and G. Desbois (2011). Full field investigation of plastic deformation of halite at room temperature: co-operation of crystal plasticity and grain sliding. *Mechanical behavior of salt VII*. Eds: P. Bérest, M. Ghoreychi, F. Hadj-Hassen, M. Tijani. CRC Press. Balkema.
- Dautriat Jeremie; Bornert Michel; Gland Nicolas; Dimanov Alexandre, Raphanel Jean. Localized deformation induced by heterogeneities in porous carbonate analysed by multi-scale digital image correlation (2011), *Tectonophysics*, Volume: 503 Issue: 1-2 Special Issue: SI Pages: 100-116 DOI: 10.1016/j.tecto.2010.09.025
- Dautriat J.; Bornert M.; Gland N.; Dimanov A; Raphanel J. (2010) Micromechanical Investigation of the Hydromechanical Behaviors of Carbonates Contribution of In Situ Strain Field Measurement by Means of SEM and Optic Digital Image Correlation. *Petrophysics*, Vol. 51 Issue: 6 Pages: 388-398
- Picard, D., Dimanov, A. and Raphanel, J. (2015) Experimental investigation of plastic behavior of halite single-crystals: In-situ approach. *Acta Mater.* (soumis).

#### Contexte

*“The tensile test is very easily and quickly performed but it is not possible to do much with its results, because one does not know what they really mean. They are the outcome of a number of very complicated physical processes... The extension of a piece of metal is in a sense more complicated than the working of a pocket watch and to hope to derive information about its mechanism from two or three data derived from measurement during the tensile test is perhaps as optimistic as would be an attempt to learn about the working of a pocket watch by determining its compressive strength”.*  
*E. Orowan (1944).*

#### Approches macroscopiques

L'approche expérimentale de la rhéologie présentée dans le chapitre précédent est essentiellement phénoménologique. Elle consiste à caractériser les paramètres d'une loi de comportement rhéologique semi-empirique (Eq. 2.I) établie en partie de façon empirique à partir de données expérimentales et reposant en partie sur des modèles analytiques de mécanismes physiques sous-jacents. Les observations expérimentales analysées selon la loi de fluage Eq. 2.I montrent différents régimes, avec de façon tout à fait générale une baisse progressive de l'exposant de contrainte et de l'énergie d'activation avec les variables correspondantes. Les modèles auxquels on fait appel pour décrire les différents régimes sont soit purement conceptuels, soit identifiés sur la base d'observations réalisées de façon indirecte et a posteriori. Comme *Orowan* (ci-dessus), *Poirier (1985)* exprime clairement que les paramètres expérimentaux (exposant de contrainte et énergie d'activation) des lois de fluage sont de peu d'utilité pour discerner les mécanismes et départager les modèles. Ces derniers sont nécessairement établis de façon très simplifiée, qui correspond rarement à la réalité rencontrée par l'expérimentateur et les exemples qui montrent de significatives déviations (sinon contradictions) entre mesures expérimentales et prédictions sont nombreux. Dans le chapitre précédent j'ai évoqué, par exemple, un effet de la distribution réelle de tailles de grains (*Raj and Gosh, 1981*), qui n'est en général pas pris en compte dans les modèles de fluage diffusif. Expérimentalement on constate et s'accorde sur le fait que la vitesse de fluage est une puissance d'ordre élevé des fortes contraintes, mais qu'elle tend vers une dépendance linéaire aux faibles contraintes (et vitesses). Cependant, différentes interprétations sont fournies pour les mêmes observations.

Un accord existe sur le fait qu'un état de fluage stationnaire (sans écrouissage) en plasticité cristalline nécessite des mécanismes de restauration des dislocations (*Friedel, 1964 ; Hirth and Lothe 1968 ; Nicolas and Poirier, 1976*), mais il n'y a pas de consensus général à propos de ces derniers, ni sur

la façon dont ils exercent le contrôle de la vitesse de fluage (*Paterson, 1986*). Parmi les mécanismes de restauration les plus invoqués il y a la montée, qui permet aux dislocations coin de contourner les obstacles (inclusions, précipités et autres dislocations), de s'auto-annihiler en débouchant aux surfaces libres ou interfaces (puits), ou éventuellement de s'annihiler par recombinaison des dislocations de signes contraires. Mais, le glissement dévié de dislocations vis peut aussi tenir un rôle comparable et donc être un processus de restauration. L'existence des deux mécanismes ne fait aucun doute, mais la controverse est grande sur leurs implications respectives (*Escaig, 1968 ; Poirier, 1976 ; 1978 ; 1979 ; Sherby and Weertman, 1979, Friedel, 1964 ; 1977 ; Caillard and Martin, 1983 ; 2003*). Expérimentalement on constate que le paramètre énergie d'activation baisse avec la température, mais l'explication pourrait autant tenir à la baisse d'énergie d'activation de la diffusion en régime extrinsèque (en faveur du modèle de montée) qu'au fait de l'activation du glissement dévié, plus efficace à plus faibles températures. Malgré des dissensions clairement exprimées (*Poirier, 1978*), la formulation de *Weertman* (*Weertman, 1955, 1957 ; 1968*) de la loi de fluage en régime stationnaire impliquant la montée dislocations (avec un exposant de contrainte  $n = 3 - 5$ , selon contrôle de la cinétique par montée ou glissement) est très largement acceptée. Or, le constat expérimental est que cet exposant varie sur une gamme plus large et que différents mécanismes contribuent à la restauration. Parfois, aux fortes contraintes une loi en sinus hyperbolique remplace la loi de puissance à fort exposant, mais la plupart du temps les conditions expérimentales sont trop restreintes et les données font hésiter entre les différents modèles.

Le fluage de type Newtonien est encore plus ambigu. La plupart du temps appelé fluage-diffusion (diffusion-creep), parfois superplastique, parfois écoulement granulaire (sous entendant le glissement relatif des grains). Les mécanismes actifs qui s'y rapportent sont difficiles à cerner sur les bases des observations *post mortem*. La coexistence de plusieurs mécanismes est suspectée brouiller les paramètres clés. Des variantes du même mécanisme résultent en une grande variabilité de paramètres rhéologiques ( $n = 1 - 3$ ,  $m = 1 - 2$ ). Plusieurs formulations théoriques ont été avancées pour rendre compte du comportement superplastique de matériaux aux grains fins, en considérant séparément ou en combinant différents mécanismes microphysiques, comme le glissement et la migration d'interfaces, le transfert diffusif et la plasticité cristalline localisée (*Frenkel, 1945 ; Nabarro, 1948 ; Herring, 1950 ; Coble, 1963 ; Lee, 1969 ; Raj and Ashby, 1971 ; Ashby, 1972 ; Ashby and Verrall, 1973 ; Baudalet et al., 1975 ; Frost and Ashby, 1980 ; Langdon, 1994a,b ; Nabarro, 2002*). La plupart du temps les mécanismes sont considérés opérationnels à l'échelle du grain individuel, mais parfois la notion de comportement de groupe de grains est aussi exploitée (*Zelin and Mukherjee, 1996*). C'est aussi en particulier le cas pour les céramiques partiellement fondues, sur la base de structures des joints de grains tout aussi théoriques (film continu ou alternant contacts solides et liquides, *Raj and Chyung, 1981 ; Raj, 1982*). Une controverse célèbre (à mon sens toujours sans réponse définitive) concerne le fluage de type Harper-Dorn (*Harper and Dorn, 1957 ; Harper et al., 1958*), opérationnel à (très) faibles contraintes et caractérisé par un exposant de contrainte bas ( $n = 1 - 2$ ). Ce dernier serait dû à un mécanisme de type plasticité cristalline, mais à faible densité de dislocations libres, indépendante de la contrainte et de la déformation finie. Sa modélisation a inspiré de nombreux auteurs (*Langdon, 1983 ; Nabarro, 1989 ; Wang and Nieh, 1995 ; Wolfenstine et al., 1991*). Pour *Nabarro (1989)* la densité de dislocations serait fixée par la valeur d'équilibre pour laquelle les contraintes internes dues aux interactions entre dislocations voisines équivaldraient à la contrainte de Peierls, la mobilité du réseau de dislocations étant assurée par mécanismes de montée. Ce type de fluage a souvent été totalement remis en cause (*Blum and Maier, 1999*), parfois avec l'idée d'artefacts expérimentaux (*Weertman and Blacic, 1984*). Cependant, il a aussi souvent été réhabilité (*Nabarro, 1989 ; 2000 ; Kassner et al., 2007 ; Kumar et al., 2007*), parfois par des auteurs, comme *Blum*, qui l'avaient précédemment critiqué. Et parfois, en défendant le fluage Harper-Dorn, certains sont au contraire allés jusqu'à remettre en doute l'existence du fluage-diffusion traditionnel, basé sur des mécanismes purement diffusifs (*Ruano et al., 1993*). En bref, c'est une illustration édifiante de l'exemple typique où des données expérimentales de rhéologie sont phénoménologiquement comparables, mais portent à des interprétations théoriques et

microphysiques totalement divergentes, sans que l'on puisse départager en aucune façon les théories des uns et des autres sur la seule base des paramètres phénoménologiques des lois constitutives.

Parfois, le modèle ne présente aucune justification physique et résulte seulement de l'ajustement empirique des données expérimentales. C'est, par exemple, le cas du modèle de *Giordano et al. (2006)* pour le calcul de viscosités en fonction de la composition du liquide silicaté (voir chapitre II, rhéologie de partiellement fondus). C'est aussi celui de la dépendance exponentielle proposée pour représenter l'effet de fortes teneurs (> 5 %) en basalte sur la vitesse de fluage de l'olivine (*Hirth and Kohlstedt, 1995, 2003*). *David Kohlstedt* m'avait d'ailleurs suggéré en tant que relecteur en 1998 d'inclure dans la loi de fluage de la labradorite partiellement fondue un tel facteur pré-exponentiel empirique, afin de la rendre plus exploitable.

En résumé, beaucoup de modèles de lois constitutives souffrent du manque d'observations et/ou de caractérisations peu précises des mécanismes opérationnels, lesquels sont souvent multiples. Même dans les cas où ces derniers sont assez clairement identifiés, la quantification de leurs contributions sur la base des microstructures figées *post mortem* est illusoire. Cette approche manque d'informations chronologiques et métrologiques locales essentielles, qui ne peuvent être appréhendées que par des observations directes en « temps réel », c'est-à-dire *in situ*.

### Approches micromécaniques

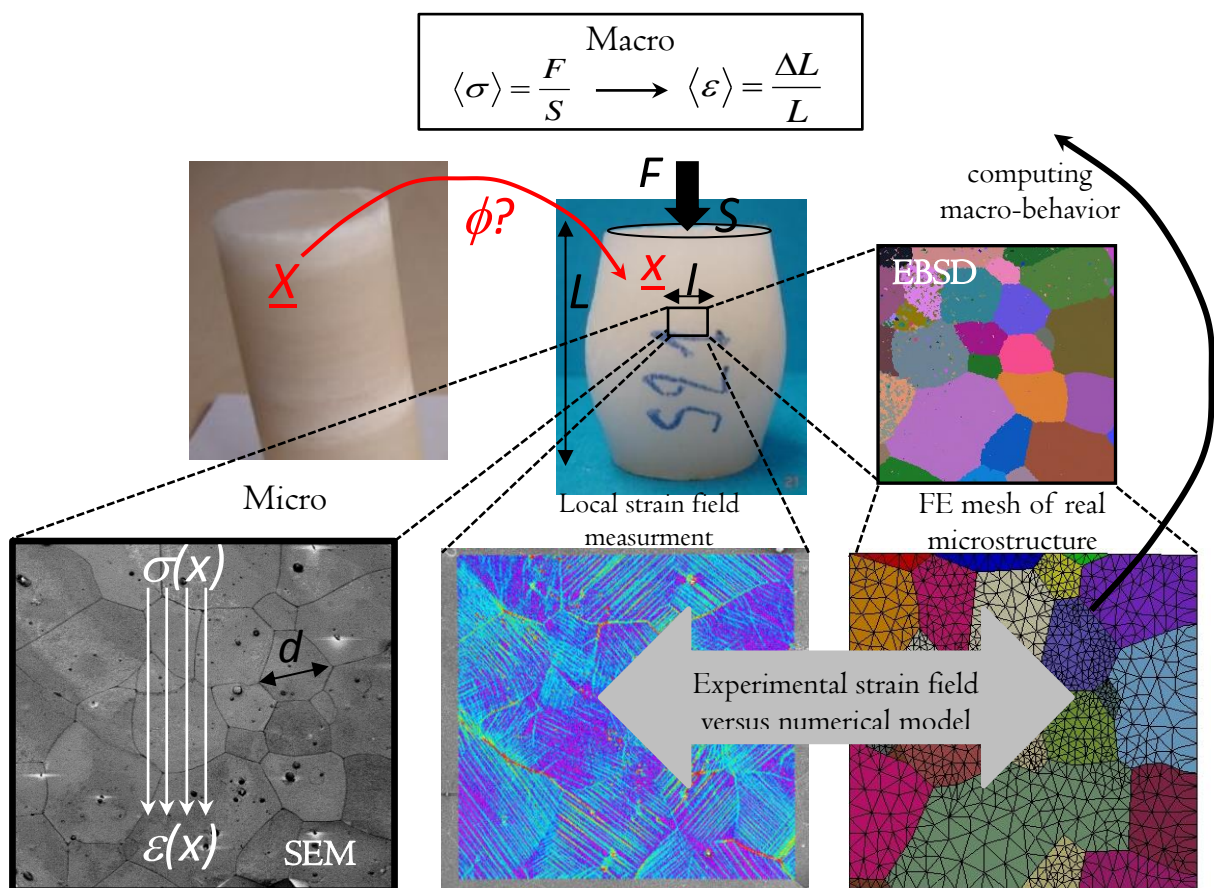


Figure I.III. Synopsis de l'approche mécanique macroscopique (grandeurs scalaires, moyennes/homogènes) et micromécanique (grandeurs vectorielles, locales/hétérogènes). L'approche micromécanique intégrée consiste à caractériser la transformation subie par chaque point matériel de l'échantillon, depuis sa position de référence  $\underline{X}$  jusqu'à sa position actuelle  $\underline{x}$ . Ainsi, elle permet de quantifier les hétérogénéités locales des champs, d'identifier les mécanismes à l'échelle du grain et de l'agrégat, de confronter les champs expérimentaux avec ceux calculés par modélisation numérique basée sur ces mêmes mécanismes et de remonter par calcul aux lois de comportement macroscopique.

Regarder ou comprimer la montre à gousset d'*Orowan* ne renseigne certes pas beaucoup sur ses rouages internes. Pour les comprendre il faut l'ouvrir. C'est ce que permettent les essais micromécaniques *in situ* sur les matériaux: voir où se logent les mécanismes, comment et quand ils s'activent, comment ils interagissent. Le LMS étant un des laboratoires leaders en matière de mécanique des matériaux hétérogènes (homogénéisation) et de mesures *in situ* de champs mécaniques (déplacements, déformation) multi-échelle, il était naturel que j'applique ces méthodes et techniques pour aller au-delà du simple essai macroscopique. La Figure I.III résume les différences des deux approches. En sollicitation uniaxiale, les essais mécaniques macroscopiques visent à caractériser une loi de comportement en attribuant une déformation axiale globale (raccourcissement/élongation relative) à un état de contrainte uniaxial global, qui est ici simplement déterminé par la force macroscopique appliquée sur la surface d'appui de l'éprouvette. Ces quantités sont considérées comme homogènes à toutes les échelles de l'éprouvette, aussi le raccourcissement est simplement mesuré par un capteur de déplacement (LVDT) du plateau de chargement. Si les conditions d'essai le permettent, la technique peut être améliorée par des mesures plus ou moins locales, par apposition de mini-jauges de déformation adhérentes à la surface. Cette technique classique d'extensométrie permet de rendre mieux compte des hétérogénéités mésoscopiques, liées à la géométrie de chargement et aux effets de bord (par exemple, l'effet de tonneau), ou de la dilataance. Cependant, les lois de comportement obtenues sont purement macroscopiques et essentiellement phénoménologiques. Elles négligent l'essentiel des aspects d'hétérogénéité et de localisation et ne reposent pas sur des fondements physiques clairs en termes de mécanismes. Elles ne peuvent en principe pas être extrapolées à d'autres conditions que celles des essais.

L'approche micromécanique vise à lever ces verrous en caractérisant la transformation mécanique  $\Phi$  (au sens large : déformation finie plus mouvements rigides) locale (zone d'intérêt) ou global (échantillon) sur la base d'un ensemble d'analyses cinématiques locales (mesures de déplacements), réalisées à différentes échelles, depuis celle très fine de la microstructure (à laquelle les fluctuations ou hétérogénéités locales sont omniprésentes) jusqu'à celle du VER (volume élémentaire représentatif, à laquelle les fluctuations sont masquées par un effet de moyenne). Cette échelle permet de rendre compte d'une loi constitutive macroscopique applicable, mais les échelles sous-jacentes assurent la compréhension des mécanismes physiques qui œuvrent, et donc la base scientifiquement fondée du formalisme attendant. Typiquement, et si la résolution d'imagerie le permet, l'analyse est effectuée à l'échelle de la taille des grains individuels (échelle micro, longueur caractéristique  $d$ ), à l'échelle de zones d'intérêt comprenant un grand nombre de grains (échelle micro/méso, longueur caractéristique  $l \gg d$ ) et enfin à l'échelle de zones correspondant au VER (échelle macro, longueur caractéristique de l'échantillon  $L \gg l$ ). La finalité de cette approche revient à compiler l'ensemble des informations fournies par une multitude de micro-jauges locales virtuelles pour obtenir des champs mécaniques complets. La grande richesse d'informations fournie par un champ complet permet notamment d'identifier les différents mécanismes opérationnels et de quantifier leurs contributions relatives. De façon plus générale cette approche permet de remonter par calcul aux lois de comportement macroscopique (moyen) d'une zone particulière d'intérêt ou de l'échantillon dans son ensemble et de confronter/valider les modèles analytiques et/ou numériques multi-échelle (Fig. I.III).

L'analyse cinématique sur laquelle repose la mesure de champs peut, par exemple, être réalisée à partir du suivi des déplacements relatifs de marqueurs locaux solidaires de la matière étudiée, sujette à la déformation. La technique classique (et très ancienne) de mesures de champs en mécanique des matériaux consiste au suivi des déplacements des nœuds d'une grille physique déposée (adhérente) ou gravée à la surface de l'objet. Le pas de la grille correspond à la longueur de la jauge de déformation virtuelle locale, que l'on appelle aussi base de mesure et qui détermine la résolution spatiale (finesse) du champ mesuré. Avec l'avènement numérique cette technique a été peu à peu remplacée par celle des mesures de champs complets par corrélation d'images numériques (CIN), dont il est question par la suite.

Le chapitre qui suit, encore plus que le précédent, est le fruit d'un travail d'équipe(s), aussi, même si je parle souvent en mon nom, je n'oublie pas tous ceux qui y ont contribué directement ou

indirectement d'une façon ou d'une autre (Jérémie, Nicolas, Mathieu, Ababacar, David, Fanny, Eva, Daniel, Hakim, Pierre, Alexandre T, Simon, Jean, Michel, Wolfgang, Nicola ...).

### III.I. Mesures de champs complets par corrélation d'images numériques

#### III.I.I. Principes

##### Champs de déplacement

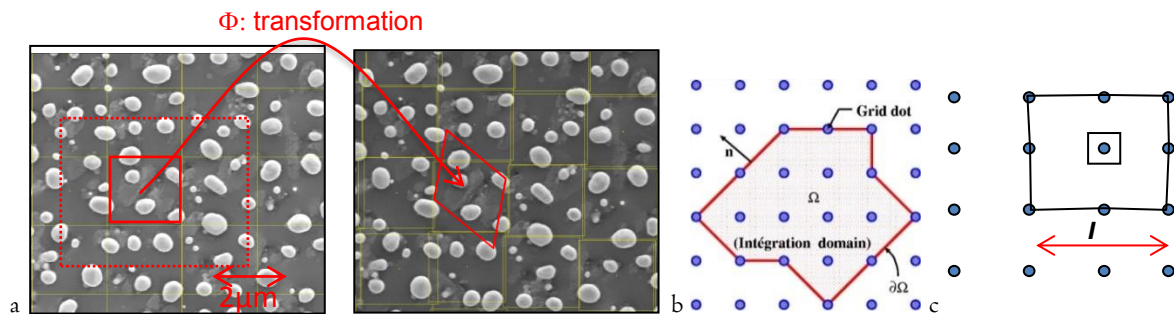


Figure 2.III. a : Synopsis de la corrélation d'images numériques, permettant d'obtenir les quantités vectorielles du champ de déplacement au point de corrélation (centre du domaine de corrélation : cadre rouge), avec un domaine de recherche étendu aux proches voisins (cadre rouge pointillé). b : Schéma général d'un domaine d'intégration pour la CIN (voir texte). c : Schéma utilisé ici. La base de mesure (longueur de jauge locale) est le double du pas de la « grille ».

La technique de corrélation d'images numériques (CIN) permet de mesurer des champs de déplacement à la surface d'un solide en comparant des images de cette dernière correspondant à des états de déformation successifs et en supposant que toute différence tient uniquement à l'effet de déplacement au sein de la matière. Contrairement aux moyens de mesures traditionnels (capteurs de déplacement, extensomètres et jauges de contact) qui donnent des valeurs scalaires moyennées (pour la taille de la jauge), la corrélation d'images permet d'accéder à des champs vectoriels pour l'ensemble de la surface d'étude (avec une résolution liée à la base de mesure, voir ci-après). Cette technique est apparue aux Etats Unis dans les années 1980 (*Sutton et al., 1983*) et s'est progressivement popularisée en sciences de l'ingénieur et des matériaux au cours des années 1990 (*Bornert et al., 1996, Allais et al., 1994 ; Doumalain and Bornert, 2000 ; Doumalain et al., 1999, 2003 ; Wattrisse et al., 2001*). Elle est devenue à la faveur du développement des capacités de calcul numérique et des capteurs CCD dans les années 2000 un des outils incontournables en mécanique des matériaux (*Grédiac, 2004 ; Bornert et al., 2004 ; 2009 ; Germaine et al., 2007 ; Sutton et al., 2009*). Son introduction en sciences de la terre et en mécanique des roches en particulier est relativement récente (*Lenoir et al., 2007 ; Vigiani and Hall, 2007 ; Hall et al., 2009, Bornert et al., 2010, Grennerat et al., 2012*) avec entre autres des travaux auxquels j'ai participé vers la fin des années 2000 (*Dautriat et al., 2010 ; 2011 ; Zinseister, 2013 ; Bourcier et al., 2011 ; 2013*).

Nous utilisons le programme de CIN appelé CMV, développé par *Michel Bornert (Bornert et al., 1996, Allais et al., 1994 ; Doumalain and Bornert, 2000)*. Le principe consiste à réaliser lors d'un essai mécanique une série d'images (en microscopie optique ou électronique) à différents états de déformation. L'image est subdivisée en un ensemble d'« imagerettes » ou une grille virtuelle de domaines de corrélation (de taille définie par l'opérateur), centrés sur les points de mesure (Fig. 2.III). Chaque domaine de corrélation de l'image possède sa propre signature caractéristique en termes de niveaux de gris. La corrélation est basée sur la reconnaissance de ces signatures optiques. On suppose que les contrastes locaux se conservent au cours du temps et qu'ils « suivent » les déplacements de matière sous-jacente au cours du chargement. Ainsi, en partant de l'hypothèse de conservation du flux optique on cherche à identifier les domaines homologues dans la séquence d'images correspondant aux différentes étapes du chargement mécanique. Il existe deux types d'approches de la corrélation, dites « locales » ou « globales ». Je ne mentionnerai ici que l'approche dite locale, qui a été utilisée dans le cadre de ce

travail. La méthode générale consiste à appairer les domaines de corrélation homologues en minimisant un critère de corrélation (Eq. I.III), appelé aussi fonction de corrélation croisée, basé sur deux fonctions  $f(\underline{X})$  et  $g(\underline{x})$ , qui représentent les niveaux de gris du domaine de référence (centré en  $\underline{X}$ ) et du domaine homologue après transformation (dans l'image « déformée », centré en  $\underline{x}$ ). La minimisation est obtenue en effectuant la recherche du domaine homologue le plus ressemblant en autorisant les déplacements par rapport aux coordonnées du domaine de référence, dans un domaine de recherche D restreint (défini par l'opérateur) autour de ce dernier.

$$C(\Phi_0) = 1 - \frac{\sum_{i \in D} f(\underline{X}_i) \cdot g(\underline{x}_i)}{\sqrt{\sum_{i \in D} (f(\underline{X}_i))^2} \cdot \sqrt{\sum_{i \in D} (g(\underline{x}_i))^2}} \quad \text{Eq. I.III}$$

$f(\underline{X})$  et  $g(\underline{x})$  sont les niveaux de gris dans l'image de référence et après déformation.  $\underline{x} = F(\underline{X})$  : est la transformation mécanique apparente (en 2D). Le critère de corrélation C varie entre 1 (aucune ressemblance) et 0 (ressemblance totale). Dans la pratique le critère est « relaxé ». La sévérité du critère de corrélation est ajustable par l'opérateur pour permettre de prendre en considération des variations de flux optique. Par exemple, le développement d'une topographie locale (mouvements hors plan) peut entraîner des variations des contrastes (donc de signature de niveaux de gris) en lien avec les changements des conditions d'éclairage locales qui en résultent. Pour plus de détails voir *Allais et al. (1994)* et *Bornert et al. (2011)*.

L'appariement de l'ensemble des domaines de corrélation fournit une cartographie complète des déplacements moyens de leurs centres. La résolution du champ de déplacement ainsi obtenu dépend de la taille des domaines de corrélation. Elle est maximale en prenant les domaines les plus petits possibles. Mais, plus la résolution choisie est grande et plus la précision de la CIN diminue du fait du niveau de « bruit » expérimental (bruit numérique du capteur, variations de flux optique, de grandissements...). En d'autres termes, l'observation des fluctuations locales se fait au détriment de la précision du traitement, et inversement.

L'appariement de chaque domaine de référence et de son homologue « déformé » se fait indépendamment des analyses réalisées pour les autres domaines, d'où le terme d'approche locale. La méthode de corrélation globale diffère en ce que le déplacement d'un point de mesure (ou de son domaine de corrélation) n'est pas déterminé indépendamment de celui de ses proches voisins. Elle peut être plus précise, car elle permet une meilleure formulation mathématique du problème de corrélation à résoudre, mais pour cela elle nécessite la prise en compte d'hypothèses cinématiques a priori (par exemple, la continuité du déplacement). Pour plus d'informations, le lecteur est invité à se référer à *Roux and Hild (2006)*.

### Champs de déformation

La technique de corrélation d'images ne permet pas de mesurer directement les déformations. Celles-ci sont calculées à partir des déplacements. Le déplacement est un concept univoque en mécanique classique, mais pas le concept de déformation car il est multi-échelle. En une dimension on peut définir la déformation en x par

$$F_{xx}(x) - 1 = \lim_{h \rightarrow 0} \frac{u_x(x+h) - u_x(x)}{h} \quad \text{Eq. 2.III}$$

Mais, cette définition n'est pas exploitable du point de vue expérimental, car on a besoin de définir l'échelle à laquelle on effectue la mesure. Aussi on définit la déformation locale moyenne en fixant une longueur de jauge (ou base de mesure l).



$$F_{xx}^l(x) - 1 = \frac{u_x(x+l/2) - u_x(x-l/2)}{l} \quad \text{Eq. 3.III}$$

La base de mesure  $l$  est un choix de l'expérimentateur, selon la résolution du champ qu'on veut obtenir, mais dont la valeur minimale (résolution de champ maximale) est dictée par les moyens expérimentaux disponibles (voir sections suivantes).

Dans le cas plus général (2 et 3D), la déformation en un point peut être définie en fonction de la déformation moyenne d'un domaine d'intégration  $\Omega$  centré autour de ce point. Le théorème de Green – Riemann permet de redéfinir cette déformation en fonction d'une intégrale de contour (Fig. 2.III) du domaine d'intégration  $\Omega$

$$F^\Omega(x) = \langle F \rangle_{\Omega(x)} = i + \frac{1}{|\Omega|} \int_{\partial\Omega(x)} u \otimes nds \quad \text{Eq. 4.III}$$

et d'obtenir une expression tensorielle de la déformation à l'échelle du domaine  $\Omega$ .

Le passage de la mesure discrète de déplacement par CIN à la déformation locale à l'échelle d'une base de mesure ( $l$ , définie par le domaine d'intégration  $D$ , Fig.2.III), est donné par :

$$\underline{\underline{F}}(x) - \underline{\underline{1}} \approx \langle \underline{\underline{F}} \rangle_{D(x)} - \underline{\underline{1}} = \frac{1}{D(x)} \int_{D(x)} \underline{\underline{F}}(u) du - \underline{\underline{1}} = \frac{1}{D(x)} \int_{\partial D(x)} \underline{\underline{u}} \otimes \underline{\underline{n}} ds \quad \text{Eq. 5.III}$$

Avec  $\underline{\underline{1}}$  étant la matrice identité. La figure 2.III montre le schéma de contours d'intégrale choisi pour le calcul (dans CMV). Dans ce cas la base de mesure,  $l$ , est le double du pas de la grille de points de mesure. Le lecteur est invité à voir plus de détails dans *Bourcier et al., (2013)*; *Bornert et al., (2011)*; *Allais et al., (1994)*.

### III.1.2. Matériau: NaCl (back to basics!)

Le matériau auquel je me suis intéressé est NaCl. Après le fluage à hautes température et pression de silicates il peut sembler curieux, voire improbable de revenir aux évaporites. Et pourtant, c'est en quelques sortes un retour aux sources qui mérite quelques explications. NaCl est un matériau des origines à plusieurs titres.

NaCl est (avec le diamant) parmi les toutes premières structures cristallographiques mises en évidence par diffraction de rayons X par les *Bragg*, père et fils en 1913. NaCl apparaît aussi comme objet d'étude aux débuts de la théorie de la plasticité cristalline, de la théorie des dislocations et de la recristallisation dynamique. Dans les années 1920 *Polanyi*, puis *Zwicky*, calculent la limite élastique théorique de NaCl et constatent qu'elle dépasse de plusieurs ordres de grandeur la scission critique réellement observée. *Joffe and Kirpicheva (1922)* écrivent que le cristal de sel chauffé devient « plastique comme de la cire » et que si il est déformée au-delà de sa limite élastique ses diagrammes de diffraction RX indiquent qu'il se sépare en une multitude de cristaux qui tournent progressivement avec la déformation, sans que le cristal perde pour autant sa cohésion globale. Ce serait la première observation quantitative de la recristallisation dynamique. Elle est confirmée une dizaine d'années plus tard par *Konobejewski and Mirer (1932)*, encore par des expériences de déformation (en flexion) et de traitement thermique de cristal de sel. Dans les années 1930, *Orowan (1934)*, *Polanyi (1934)*, *Taylor (1934)* « imaginent » le concept des dislocations (terme déjà utilisé en géologie pour décrire des discontinuités) en tant que porteurs de cisaillement élémentaire. Dans les années 1940, *Crussard (1944)* et *Orowan (1947)* travaillant sur les métaux, introduisent indépendamment la même notion de

recristallisation dynamique par rotation de sous-grains, appelée « recristallisation *in situ* » par l'un et « polygonisation » par le deuxième (voir la review de *Hardoin Duparc, 2009*).

Que ce soit en physique, sciences des matériaux (y compris pour les métallurgistes) ou en géologie, nombreux sont ceux qui se sont intéressés au comportement mécanique du NaCl en tant que matériau cristallin ductile et analogue CFC. Certains se sont intéressés aux propriétés viscoplastique de polycristaux à haute pression et/ou température en compression ou en cisaillement (*Heard, 1972; Franssen and Spiers, 1990; Carter et al., 1993, Peach et al., 2001*), d'autres se sont concentrés sur le développement de textures (*Skrotzki et al., 1995; Skrotzki and Welch, 1983; Wenk et al., 1989*). D'autre ont étudié la viscoplasticité de monocristaux à haute pression et moyennes températures (*Carter and Heard 1970*), ou le fluage et la recristallisation dynamique à très haute température (*Guillopé and Poirier, 1979*). Plus récemment, le développement de textures du NaCl a servi pour calibrer des modèles auto-cohérents viscoplastiques (*Lebensohn et al. ; 2003; Liu et al., 2005*). NaCl est aussi utilisé depuis des décennies par les géologues et mécaniciens des roches en tant que matériau modèle pour mieux comprendre les phénomènes de recristallisation et de fluage par dissolution-précipitation (voir *Urai et al., 1986; Spiers and Schutjens, 1990; Spiers et al., 1990; Urai and Spiers, 2007; Zavada et al., 2012 et les nombreuses références incluses*).

Lors de récentes visites au LMS, *Allan Needleman, John Hutchinson et Jim Rice* avaient été agréablement surpris de voir nos travaux sur NaCl, car ils avaient tous travaillé à un moment ou à un autre sur la viscoplasticité de composés ioniques. Une de leurs questions était toutefois « mais qui peut bien financer aujourd'hui des études sur le sel ? ». Il faut croire qu'il y a trente ans la science n'était pas autant assujettie aux besoins d'applications immédiates et pouvait encore prétendre à être simplement fondamentale. Cependant, en ce qui concerne le sel il y a toujours de très pratiques et financièrement intéressantes applications géotechniques dans le domaine de l'énergie et du stockage souterrain (hydrocarbures, déchets industriels chimiques, déchets nucléaires, CO<sub>2</sub>, air comprimé...), pour que nous ayons pu financer nos travaux. En résumé, c'est un matériau intéressant et d'intérêts. Mais le dernier mot de cette introduction sera celui de Brian Evans, qui a aussi travaillé sur le sel (*Hickman and Evans, 1995*). Il y a quelques mois, alors que je présentais nos travaux sur ce matériau en tant que roche analogue, il m'a repris : « Rocksalt is not a rock analog, Alex, it's a real rock ! ».

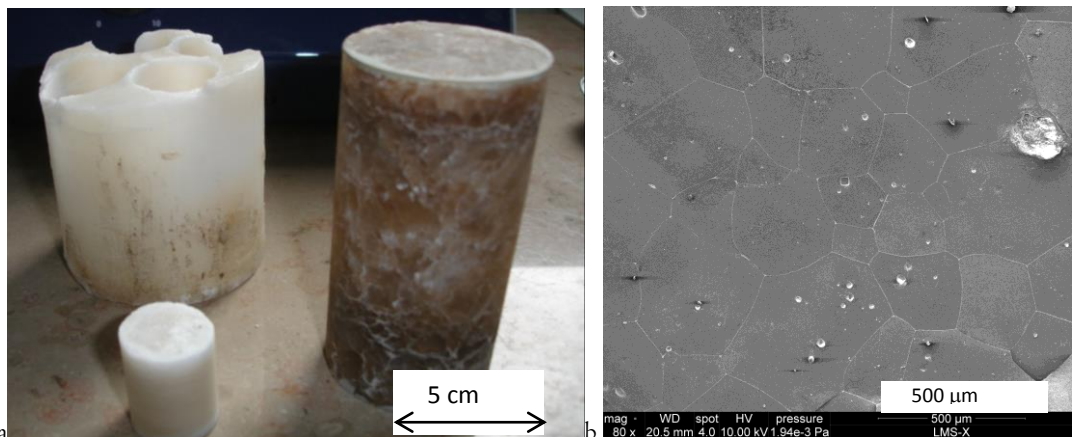


Fig.3.III. Echantillons de sel synthétique compacté (à auche), pur à petits grains et roche de sel naturel (à droite), impure, à tailles de grains très variables et micro-fissurée. Clichés MEB de sel synthétique. b : HIP (150°C, 100 MPa, une semaine) et recuit (0.1 MPa, 750°C, 24h).

Mais, de la même façon que pour les silicates, j'ai évité d'utiliser la roche naturelle, qui présente des impuretés insolubles, un état d'endommagement difficilement quantifiable et bien trop de variabilité structurale et microstructurale (Fig. 3.III). J'ai réalisé, comme nombre de mes collègues travaillant sur le sel (*Urai et al., 1986*) des matériaux synthétiques, bien contrôlés de tous ces points de vue. L'élaboration du matériau s'effectue par HIP dans une cellule de type œdomètre (matrice cylindrique et pistons en inox) à 100-150 MPa de contrainte axiale et 150-200°C. La Fig. 3.III montre un bloc pressé

de 7 cm de diamètre dans lequel sont carottés et/ou découpés (aux outils diamantés) des échantillons cylindriques de 10 à 36 mm de diamètre ou parallélépipédiques de 2 à 10 mm de côté (et élanement de 2). La procédure de HIP résulte en une microstructure bimodale, avec des néo-grains recristallisés qui colonisent une matrice plastiquement déformée pendant la compaction (*Bourcier et al., 2013*). Afin d'homogénéiser la taille de grain et d'obtenir un état d'équilibre textural aux interfaces, les échantillons sont recuits à 750°C durant 24h. Les échantillons obtenus présentent une faible porosité (< 3%) et une taille de grain comprise entre 200 et 500µm (Fig.3.III). La cartographie d'orientations cristallographiques obtenue par EBSD ne montre pas de textures particulières ni après pressage, ni après recuit. Par ailleurs, des échantillons à grains fins (< 100 µm) ont été obtenus par un long broyage des poudres de départ (*Bourcier, 2012*).

### III.1.3. Moyens expérimentaux

#### III.1.3.a Equipements et machines *in situ*

La mesure de champs mécaniques (et en particulier de déformation) est d'abord une question d'échelle d'observation. La Figure 4.III résume de façon synthétique les échelles d'intérêt et les moyens d'observation associés. Ce que peut réaliser un géodynamicien par télédétection spatiale (par exemple, grâce au GPS) en termes de mesures de champs de déplacement de surface, à la faveur de la relaxation post-sismique (voir chapitre précédent), nous le faisons à l'échelle de l'échantillon (1 cm à 1 mm de large) et de sa microstructure (1 mm à 1 µm) par corrélation d'images numériques (CIN). L'énorme différence réside dans notre connaissance des conditions aux limites, de la structure du matériau et de la rhéologie de ses phases constitutives. Les moyens d'observation couramment utilisés sont la microscopie optique, le MEB et dans une moindre mesure (pour le moment) la micro-tomographie RX (XRCT) par absorption (voir chapitre développements et perspectives).

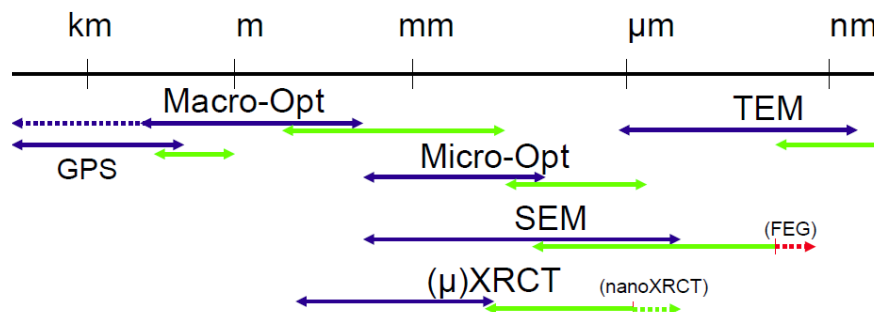


Figure 4.III: Différentes échelles d'observation, depuis l'échelle géodésique jusqu'à l'échelle de la maille cristalline, les équipements expérimentaux requis (en bleu) et leurs résolutions spatiales (vert).

Pour appliquer cette approche micromécanique multi-échelle, nous disposons d'équipements de déformation instrumentés avec des moyens d'observation « *in situ* », adaptés pour un suivi des déformations locales aux différentes échelles d'intérêt, depuis la taille de grain à celle de l'échantillon complet. La caractérisation 2D aux échelles macroscopiques (éprouvette) et mésoscopiques (intermédiaires entre celle de l'agrégat de grains et celle du VER) est réalisée par microscopie optique (Fig. 5.III). La base de mesure est adaptée en fonction de la zone d'intérêt observée, de la technique d'observation, de la taille des marqueurs suivis au cours de la déformation et de la finesse avec laquelle on cherche à caractériser les champs de déplacements. De fait, la base de mesure pour la caractérisation macroscopique/mésoscopique est de l'ordre de la taille de grain (100 à 500 µm). La caractérisation 2D aux échelles microscopiques (grain individuel et agrégat de grains) est réalisée par microscopie électronique (Fig. 6.III). Dans le cas, la base de mesure doit être de l'ordre du micromètre à quelques dizaines de micromètres.

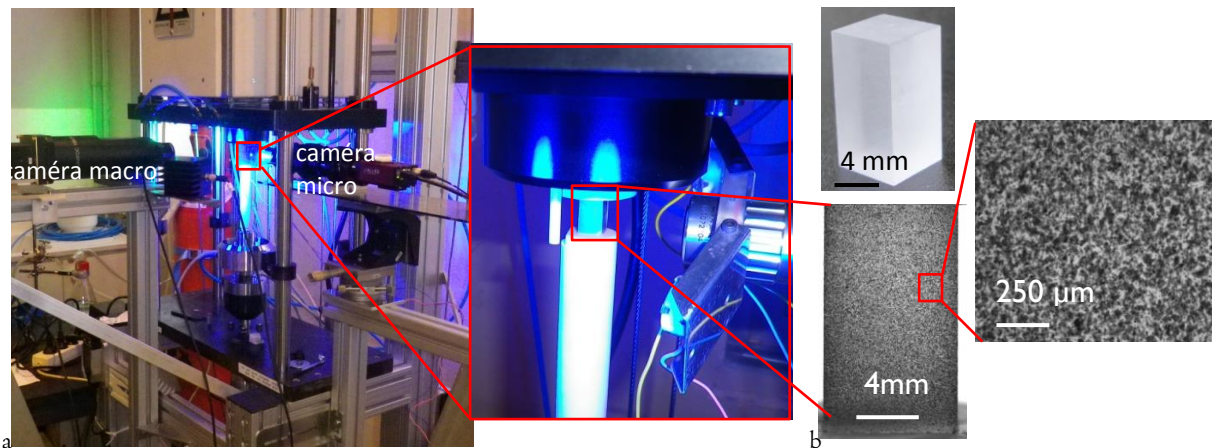


Fig. 5.III : Dispositif de déformation uniaxiale sous suivi par microscopie optique (OM). a) presse électromécanique équipée d'un four haute température amovible (ici four relevé, instrumentée en observation optique par deux caméras CCD (lignes optiques alignées à  $90^\circ$ ). Caméras Macro : 16MPixel,  $G=1$ , pixel =  $7,4 \mu\text{m}$ , champ d'observation:  $24 \times 36 \text{ mm}$ . Caméra Micro : pixel =  $0,7 \mu\text{m}$ , champ d'observation  $2 \times 2 \text{ mm}$ . Eclairage bleu (bien adapté pour nos conditions et matériels). b : Echantillons typiques (monocristal NaCl, avec et sans mouchetis d'aérographe).

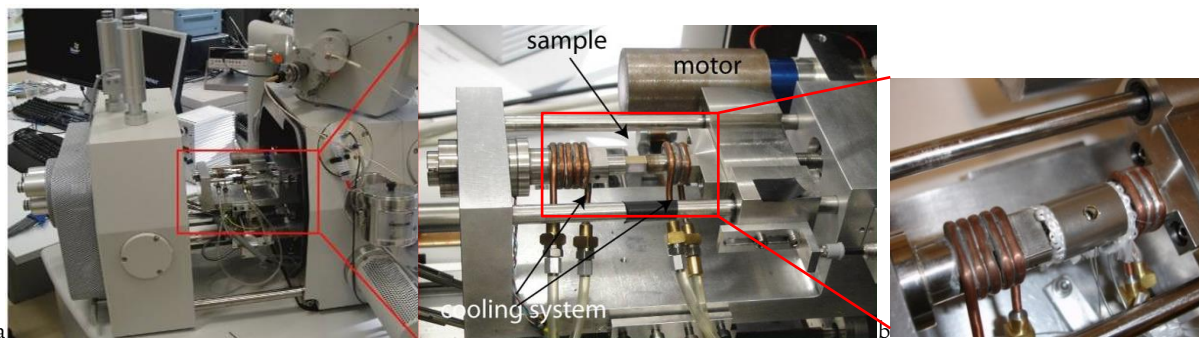


Figure 6.III : Dispositif de déformation sous suivi par microscopie électronique (SEM). A) presse électromécanique asservie en force et déplacement. B) presse équipée d'un four à haute température ( $700^\circ\text{C}$ ) montée dans le SEM. c) Détail de la presse et du four, avec la fenêtre d'observation circulaire en son centre.

### III.1.3.b Marqueurs cinématiques

La technique de corrélation est basée sur la comparaison des niveaux de gris locaux (voir ci-dessus, section principes). Il est donc nécessaire d'avoir de relativement forts contrastes sur la surface étudiée. Parfois, les contrastes naturels sont suffisants (*Dautriat et al., 2010; 2011*). Dans le cas contraire, il faut déposer des marqueurs sur la surface de l'échantillon. Nous disposons actuellement de différentes techniques de marquages en fonction du moyen d'observation, de l'échelle étudiée et de la base de mesure voulue. Pour les observations macro/méso en microscopie optique il est habituel de pulvériser des gouttelettes de peinture à l'aide d'une bombe aérosol (*Dautriat et al., 2010; 2011*), ou d'un aérographe (*Bourcier et al., 2013, Picard et al., 2015*). Les mouchetis présentent en général des tâches de tailles entre  $50 - 150 \mu\text{m}$ , ce qui limite la base de mesure minimum à environ  $200 - 300 \mu\text{m}$ . Cette taille est comparable à celle de la taille de grains, ce qui limite la finesse accessible du champ de déplacement au groupement de quelques grains.

Pour les observations en MEB, nous avons développé une technique originale de marquage par microbilles d'or, qui résultent du dé-mouillage à haute température d'un film mince de métallisation (habituellement déposé par pulvérisation plasma pour la microscopie de matériaux isolants) (Fig. 7.III). Cette technique permet de descendre la taille de base de mesure à quelques micromètres et d'obtenir ainsi une finesse de champs de déplacement nettement en dessous de la taille de grain. Les observations lors des essais sont en général réalisées à différents grandissements allant de  $\times 80$  à  $\times 1200$ , ce qui permet



de couvrir les échelles mésoscopiques (zone polycristalline de plusieurs dizaines de grains, s'apparentant au VER) à microscopique (infra-granulaire).

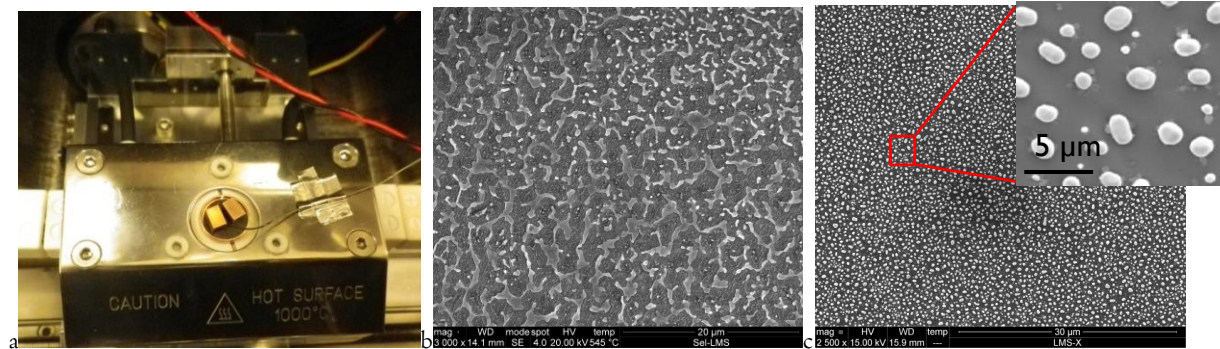


Figure 7.III : Techniques de dépôt de marqueurs de surface. a) Platine 1000°C *in situ* MEB avec deux échantillons métallisés à l'or. b) Obtention de marqueurs microbilles d'or par dé-mouillage du film mince d'or à 450°C. La base de mesure peut être aussi de quelques micromètres.

## III.2. Mesures de champs

### III.2.1. Echelle globale (Optique)

Les essais que j'appelle macroscopiques ont été réalisés dans des presses électromécaniques « classiques », comme celle de la Fig. 5.III, assorties de caméras CCD de 4 et 16 MPixels, la première pour des observations plus locales (champ de quelques mm) et la seconde pour un suivi de l'ensemble de l'échantillon (pour les détails voir *Bourcier et al., 2013, Picard et al., 2015*, en annexe). Les échantillons sont déformés en déplacement contrôlé, à des vitesses entre  $10^{-4}$  et  $10^{-6}$  s<sup>-1</sup>. Les images sont acquises tout au long du chargement toutes les 1 et 10 s. Les frottements au niveau des pistons sont limités par l'insertion d'une feuille de téflon, ou par l'utilisation d'un lubrifiant liquide.

Après analyse cinématique, le calcul fait par CMV fournit en chaque point de mesure toutes les composantes du tenseur de déformation plane. Les cartes montrent en chaque point de mesure un symbole en croix asymétrique, représentant les directions des composantes principales. Le code de couleur indique l'intensité de la déformation, en allant croissant des couleurs froides vers les couleurs chaudes. La déformation est tridimensionnelle, mais l'analyse numérique est faite à partir de données cinématiques planes. Aussi, le calcul des déformations est fait sous certaines hypothèses. Nous considérons par exemple des conditions de déformation axisymétrique. Sauf indication contraire, les cartes de déformation présentées dans les figures sont celles du second invariant du tenseur plan des déformations, que j'appellerai « déformation équivalente » au sens de Von Mises (bien que strictement parlant ce terme n'est employé que pour un tenseur 3D).

La Figure 8.III montre l'évolution de la déformation équivalente de l'ensemble observé de l'échantillon (méplat) à différentes étapes de chargement, indiquées sur la courbe de contrainte – déformation axiale mesurée par LVDT. Ce type de courbe peut être recalculé à partir de la moyenne de l'ensemble des composantes axiales de la carte de déformation. Nous verrons par la suite qu'il y a des différences entre courbes calculée et mesurée à cause de la souplesse de la presse et de la mise en place de l'échantillon qui influencent la mesure LVDT. L'exemple de la Figure 8.III illustre l'organisation de la déformation ductile à plusieurs échelles. La géométrie de chargement en compression résulte en la formation de bandes de cisaillement macroscopiques conjuguées. Mais, au sein de ces bandes apparaît une multitude des méso/micro bandes de déformation localisée, qui établit un réseau de percolation à travers l'éprouvette. L'espacement de ces bandes est de l'ordre du mm, c'est-à-dire de l'ordre de quelques grains, ce qui indique déjà à cette échelle un effet de microstructure. Pour pouvoir résoudre la structuration de la déformation à l'échelle de la microstructure, il faut cependant descendre en échelle d'observation et de base de mesure (voir ci-après).

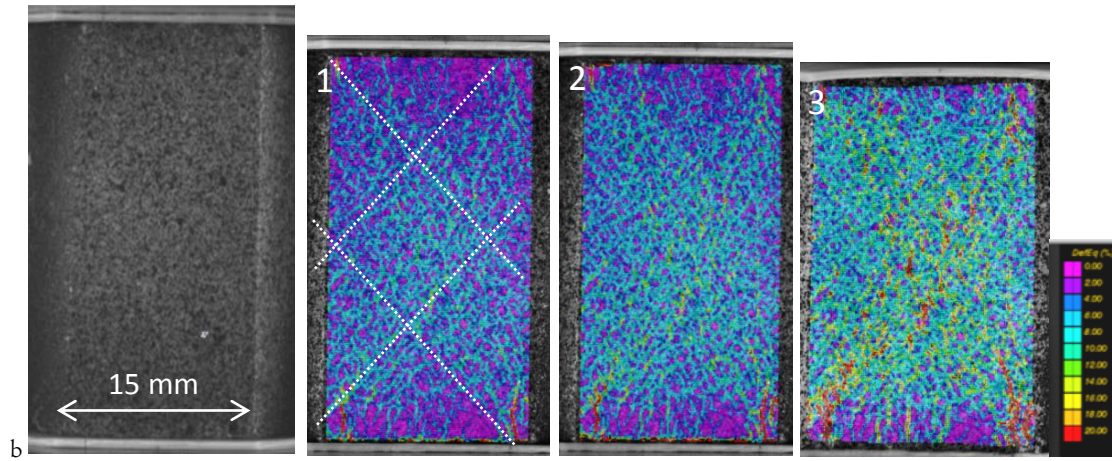
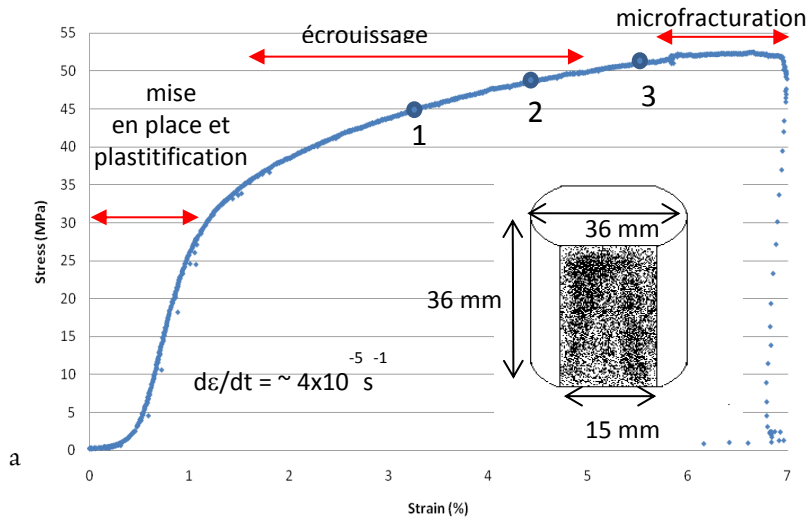


Figure 8.III : a) Courbe de chargement (mesure LVDT) avec trois étapes dont les champs de déformation sont montrés en b. b : La carte des déformations équivalentes (Von Mises) sont superposées sur l'image de l'échantillon. La base de mesure est  $l = 250 \mu\text{m}$ . La déformation s'intensifie depuis les couleurs froides vers les couleurs chaudes. Le champ de déformation semble macro-homogène (sauf près des pistons : effets de bord). Cependant, on peut voir l'organisation d'un réseau de bandes de déformation qui forment deux bandes de cisaillement macroscopiques conjuguées (indiquées par les lignes pointillées en blanc) à environ  $45^\circ$  de la direction de chargement. L'espacement des bandes du réseau est de l'ordre du mm suggère une relation avec la taille de grain (env. 300 microns), ou du groupe de quelques grains voisins.

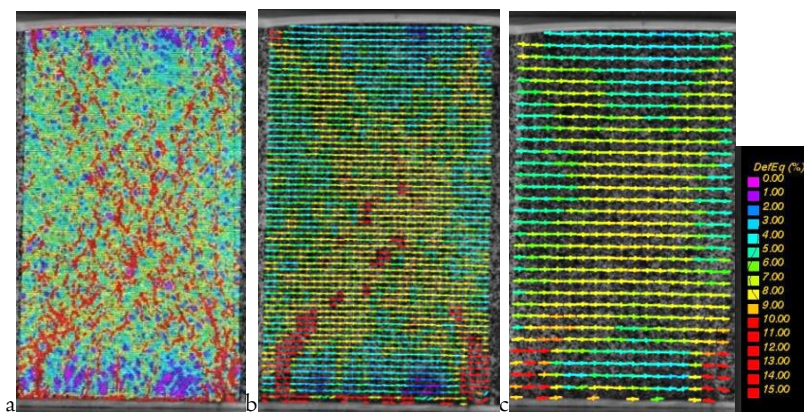


Figure 9.III. Cartographie de déformation équivalente de l'échantillon montré en Fig.8.III, en fin de chargement. Il apparaît un réseau de microfissures (en rouge) qui préfigure les zones de localisation de la fracturation macroscopique habituelle. Les bases de mesure en a, b et c sont respectivement  $l = 250 \mu\text{m}$ ,  $l = 1\text{mm}$ ,  $l = 2\text{mm}$ . On voit que la précision du champ baisse avec l'accroissement de cette dernière. Pour une base de mesure de l'ordre du mm on perd totalement la définition du réseau de bandes de déformation et ne restent identifiables que les bandes de cisaillement macroscopiques.



Il est intéressant de noter comment le fait de « dégrader » la finesse du champ de déformation en prenant une base de mesure plus large (donc en espaçant les points de mesure) entraîne par effet de moyenne un champ de déformation de plus en plus « macro-homogène (Figure 9.III). Le cas extrême serait de ne considérer que deux points de mesure aux extrémités de l'éprouvette, ce qui est en réalité l'hypothèse de mesure par capteur de déplacement LVDT. Pour une base de mesures de l'ordre du mm on perd les fluctuations locales et donc la définition du réseau de microbandes de déformation. Seules restent évidentes les bandes de cisaillement homogènes.

### III.2.2. Echelles locales (MEB)

Les essais micromécaniques de compression *in situ* sont réalisés dans le MEB (Fig. 10.III) afin d'accéder aux différentes échelles d'hétérogénéité des champs de déformation en relation avec la microstructure, et afin d'identifier les différents mécanismes de déformations activés. Des échantillons de taille millimétrique (5 mm de côté) sont comprimés uniaxialement à température ambiante (ou jusqu'à 400°C) à des vitesses de déformation de l'ordre de  $10^{-4}s^{-1}$  -  $10^{-6}s^{-1}$  (Bourcier *et al.*, 2013).

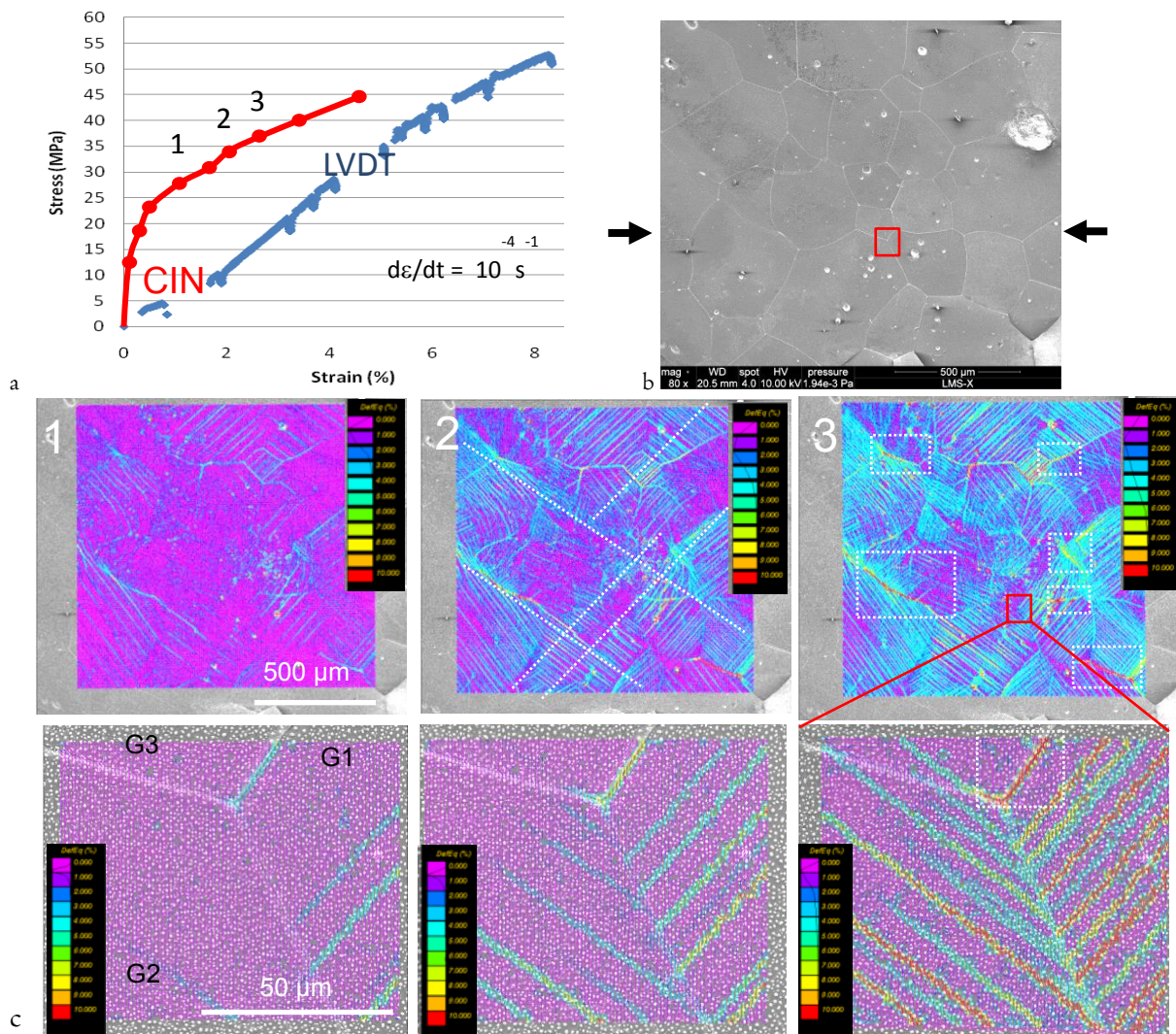


Figure 10.III : a : courbe de chargement LVDT et CIN, b : microstructure observée, compression horizontale. c : champs de déformation équivalente à trois étapes (1, 2 et 3) à la même échelle de l'agrégat et à celle d'un point triple (carré rouge). L'hétérogène apparaît aussi bien aux échelles de la microstructure, où on peut voir l'organisation de bandes conjuguées à environ  $45^\circ$  de la direction de chargement, que dans les grains individuels, qui activent des lignes discrètes de glissement. Des zones de forte localisation aux interfaces (encadrées en blanc pointillé) correspondent à du glissement aux joints de grains. Bases de mesure aux deux échelles :  $l = 10 \mu\text{m}$  et  $l = 2 \mu\text{m}$ .

Des résultats typiques pour le matériau homogène à large taille de grains sont montrés dans la Figure 10.III. L'essai mécanique couplé aux mesures de champs par corrélation d'image nous permet d'observer des champs de déformations aux différentes échelles depuis le grain individuel jusqu'à la microstructure d'un ensemble de quelques dizaines de grains. Le champ de déformation est très hétérogène, et ce à toutes les échelles. L'échelle de la microstructure montre l'organisation en bandes de déformation (dénnotées par des lignes pointillées) à l'échelle de quelques grains, plus ou moins orientées à 45° de la direction de compression (horizontale). Les grains individuels montrent des bandes discrètes de déformation. Ce sont des lignes de glissement qui correspondent à l'activation de systèmes de glissement intra-cristallin (voir ci-dessous). On peut voir que certains grains sont très déformés et d'autres peu déformés. La déformation est cependant hétérogène aussi au sein d'un même grain. Cet effet est dû aux interactions locales entre grains voisins. Les grains peu déformés exercent une influence sur leurs voisins directs, mais aussi des « zones d'ombre » en terme de déformation, allant jusqu'à trois ou quatre grains plus loin. Aux forts grossissements on peut voir la chronologie de transmission de la déformation d'un grain à l'autre. Elle n'est pas synchrone. Dans l'exemple montré, le glissement cristallin s'active d'abord dans le grain G1, puis dans le grain G2 et seulement ensuite dans le grain G3. On peut observer des zones de forte localisation à certaines interfaces. C'est aussi le cas de l'interface entre G1 et G3. Cette localisation correspond à du glissement aux joints de grains (voir ci-après) et elle est visiblement impliquée dans la transmission de cisaillement local.

### III.2.3. Identification et quantification des mécanismes

#### III.2.3.a. Identification

##### Plasticité cristalline

Pour pouvoir analyser le comportement plastique local (par grain) des échantillons polycristallins, une étude complète de la viscoplasticité du monocristal a été réalisée, afin d'obtenir les lois constitutives de glissement cristallin correspondant aux différents systèmes du NaCl. Cette étude s'est avérée nécessaire car les données de la littérature (*Carter and Heard, 1970*) ne correspondaient pas aux conditions expérimentales de nos essais (compression simple, non confinée). Les tests ont couvert les gammes de températures et de vitesses de 25 à 400°C et de  $10^{-4}\text{s}^{-1}$  à  $10^{-6}\text{s}^{-1}$ , pour des orientations permettant l'activation des différents systèmes de glissement (*Picard et al., 2015*). La Figure 11.III montre un essai typique sur monocristal orienté en glissement double facile (comprimé suivant (001)). Il y a quatre systèmes dodécaédriques ( $\{110\}\langle 110\rangle$ ) équivalents faciles, avec le même facteur de Schmid maximal et la plus faible cission critique.

Deux caméras permettent de suivre la déformation par CIN de face et de profil. De face, on observe deux bandes de cisaillement conjuguées, à 45° de la direction de chargement (verticale). Elles sont la manifestation macroscopique de l'activation de deux systèmes dodécaédriques conjugués. Leurs intensités sont cependant différentes. La face de profil ne montre pas des bandes de cisaillement, donc seulement deux systèmes sur les quatre équivalents ont été activés. Les significations de ces observations sont importantes. La configuration géométrique (activation potentielle) ne présume pas de l'activation effective d'un système. Dans le cas présent, deux systèmes permettent d'accommoder la même déformation macroscopique que si les quatre sont activés, mais en évitant le fort écrouissage qui résulterait de leurs interactions. Les variations de conditions aux limites géométriques peuvent se traduire par des effets considérables. Ici un petit défaut de parallélisme des faces d'appui entraîne un cisaillement pur asymétrique de l'échantillon.

Il est aussi important de noter que la courbe calculée par CIN diffère substantiellement de celle mesurée par LVDT à cause de la souplesse de la presse et de la mise en place de l'échantillon. Ici, le module de Young du NaCl n'est retrouvé que sur la courbe calculée. C'est un exemple type de l'approche micromécanique présentée en Fig. 1.III, laquelle permet de remonter aux comportements macroscopiques à partir des données locales.

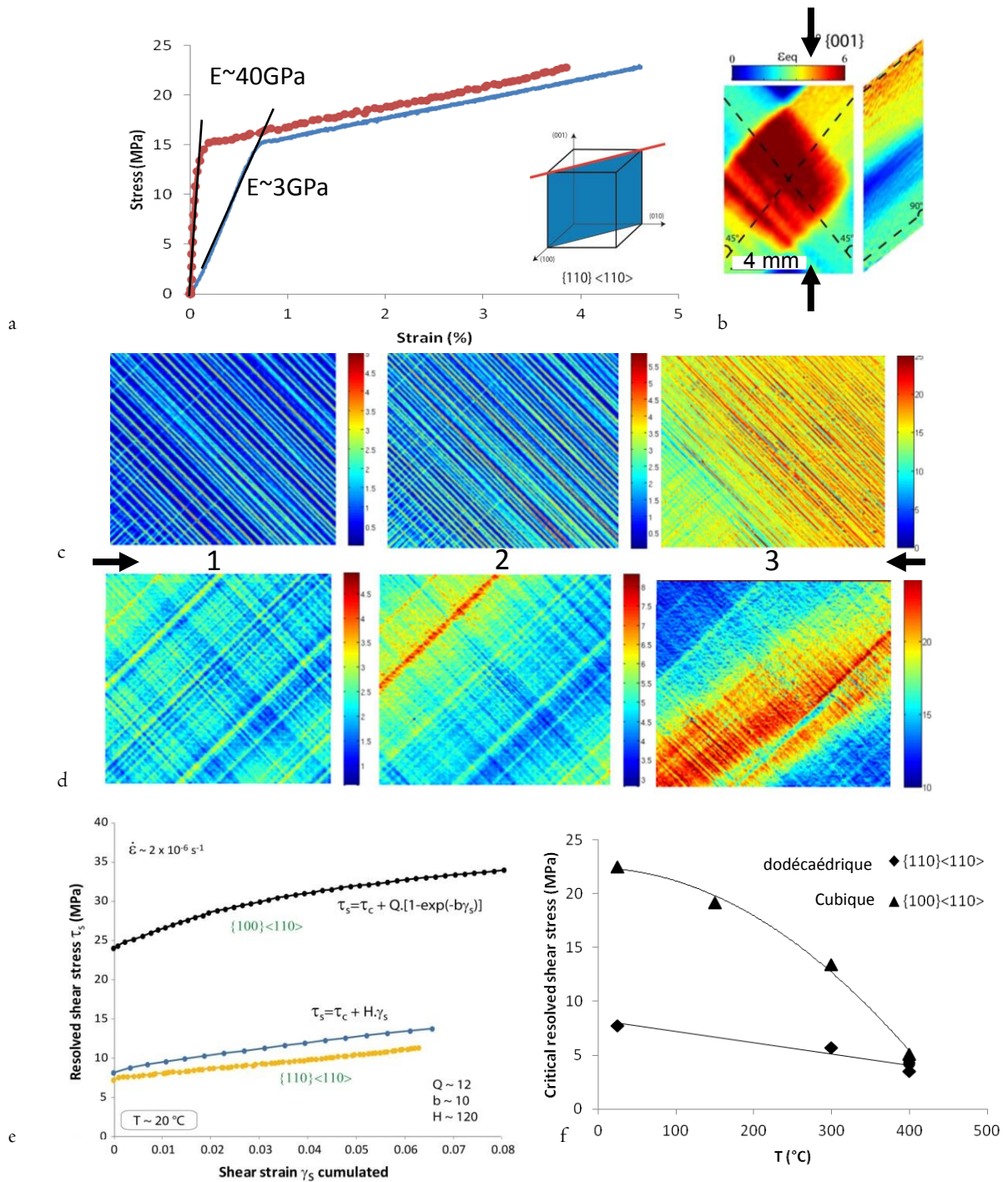


Figure II.III : a : Courbes de chargement d'échantillon comprimé suivant (001), orientation de glissement double facile sur quatre systèmes dodécaédriques équivalents ( $\{110\}\langle 110\rangle$ ). En bleu, courbe brute par mesure LVDT ; en rouge, courbe par calcul CIN, basé sur la moyenne de la composante axiale des champs de déformation à chaque étape. b : Champ de déformation final montrant deux bandes de cisaillement conjuguées sur la face avant (activation de deux systèmes dodécaédriques). La bande NE-SW est plus intense, indiquant un chargement en cisaillement pur asymétrique (probable défaut de planéité des surfaces d'appui). La face latérale montre seulement les traces horizontales des plans des deux mêmes systèmes, indiquant que seulement deux des quatre systèmes accessibles ont été activés. c et d : Compression (horizontale) du même type d'échantillon *in situ* MEB. Champs d'observation de 500  $\mu m$  de large pour trois étapes de 1, 2 et 5% de raccourcissement macroscopique. On voit l'activation plus ou moins homogène des deux systèmes dodécaédriques conjugués, avec une résolution permettant de discerner des bandes individuelles de glissement cristallin. e : Scissions résolues des systèmes cubiques et dodécaédriques en fonction de la déformation. f : Scissions résolues critiques (CRSS) des systèmes cubiques et dodécaédriques en fonction de la température (Picard et al., 2015). L'activation du système octaédrique a été observée dans nos essais à 400°C et non à T ambiante, mais sa CRSS est intermédiaire (Carter and Heard, 1970).



Mais, l'inhomogénéité relative de la déformation, que nous constatons même dans des conditions « idéales », laisse à penser que la richesse du champ de déformation devrait être d'avantage exploitée sur la base du calcul des déformations locales. Ici, l'analyse en termes de vitesse de cisaillement moyenne sur un système en fonction de la contrainte cisailante résolue sera d'autant plus fautive que la bande de cisaillement macroscopique sera localisée. De façon analogique, la vitesse de cisaillement réelle au sein d'une zone de cisaillement de la lithosphère peut varier de plusieurs ordres de grandeur par rapport à la vitesse moyenne géologique aux bornes des blocs tectoniques.

La Figure 11.III montre que l'observation *in situ* en MEB permet de clairement résoudre les bandes de glissement cristallin liées à l'activation des systèmes dodécaédriques. L'observation de la zone centrale des échantillons montre la présence de deux sets de bandes de déformation discrètes parallèles, à 45° de l'axe de compression. On peut remarquer que d'un échantillon à un autre et d'une zone d'observation à une autre les deux systèmes sont plus ou moins homogènement activés. La densité et l'intensité d'activation de ces bandes augmente progressivement avec le chargement, de la même façon que pour celles observées dans les grains individuels du polycristal (Fig. 10.III). Ainsi, on prouve formellement la dominance de la plasticité cristalline dans nos échantillons polycristallins, mais aussi le caractère fondamentalement hétérogène et localisé de cette dernière.

L'étape ultime d'identification des systèmes activés est basée sur une analyse géométrique des bandes et lignes de glissement observées en surface, combinée à l'analyse d'orientation cristallographique des grains par EBSD. Habituellement, l'analyse des systèmes de glissement activés se fait uniquement post mortem, sur la base des traces physiques laissées à la surface des grains par les plans ayant glissé. Les traces des plans de ces systèmes correspondent à des lignes de glissement « physiques » seulement si la composante de glissement hors plan est suffisante pour créer un dénivelé observable. Toutes les traces des plans des systèmes dont les composantes de glissement sont essentiellement dans le plan d'observation sont invisibles a posteriori. La résolution de nos observations nous a permis d'avoir simultanément accès aux lignes physiques et aux traces « purement cinématiques » (Fig. 12.III), et donc les informations nécessaires pour l'identification de tous les systèmes activés.

Il s'agit de déterminer par une analyse géométrique les traces des plans de glissement possibles qui interceptent la surface d'observation, en tenant compte de l'orientation cristallographique donnée par EBSD pour chaque grain de la région d'intérêt considérée. Il s'agit ensuite d'associer ces traces aux lignes (physiques) et/ou aux bandes de glissement (cinématiques) expérimentalement identifiées. Enfin, la direction de glissement la plus probable est déterminée en recherchant le facteur de Schmid le plus avantageux, sous l'hypothèse que l'état de contrainte local est en première approximation équivalent à l'état de contrainte macroscopique. Cette hypothèse, très forte, porte probablement le plus à questions. Les analyses montrent que les systèmes de glissement les plus « attendus » s'activent assez souvent, ce qui indique que l'hypothèse de Schmid se vérifie en toute première approximation (*Bourcier, 2013; Bourcier et al., 2015, en préparation*). Cependant, nous avons aussi observé, notamment près des bords des grains défavorablement orientés (Fig. 12.III), l'activation « inattendue » de systèmes secondaires difficiles (cubique et octaédrique), ou à très faible facteur de Schmid. La Figure 12.III montre le cas d'un grain dans lequel s'active un système dodécaédrique dominant à très faible facteur et des systèmes cubique et octaédrique près des bords (avec pour certains de faibles facteurs de Schmid). Ces observations suggèrent que l'état de contrainte local, notamment près des interfaces, peut dévier sensiblement de l'état de contrainte macroscopique et que l'agrégat présente simultanément une hétérogénéité des champs de déformation et de contrainte.

Toutes familles confondues (dodécaédrique, cubique et octaédrique), les systèmes de glissement du NaCl sont en principe suffisamment nombreux pour satisfaire au critère de Von Mises qui exige l'existence de cinq systèmes indépendants pour qu'un polycristal puisse accommoder une déformation arbitraire homogène par plasticité cristalline. Mais, les systèmes disponibles ne sont pas équivalents (*Carter and Heard, 1970; Picard et al., 2015*). Pour les températures en dessous de 400°C, les cissions critiques des systèmes cubiques sont beaucoup plus élevées que celles de systèmes dodécaédriques (Fig. 11.III). Nous n'avons jamais vu l'activation des systèmes octaédriques. La plasticité cristalline du NaCl à l'ambiante et à températures moyennes (< 400°C) est de fait fortement anisotrope, aussi au sein d'un

polycristal il apparaît des incompatibilités plastiques entre grains voisins qui nécessitent l'intervention de mécanismes complémentaires, dits d'accommodation.

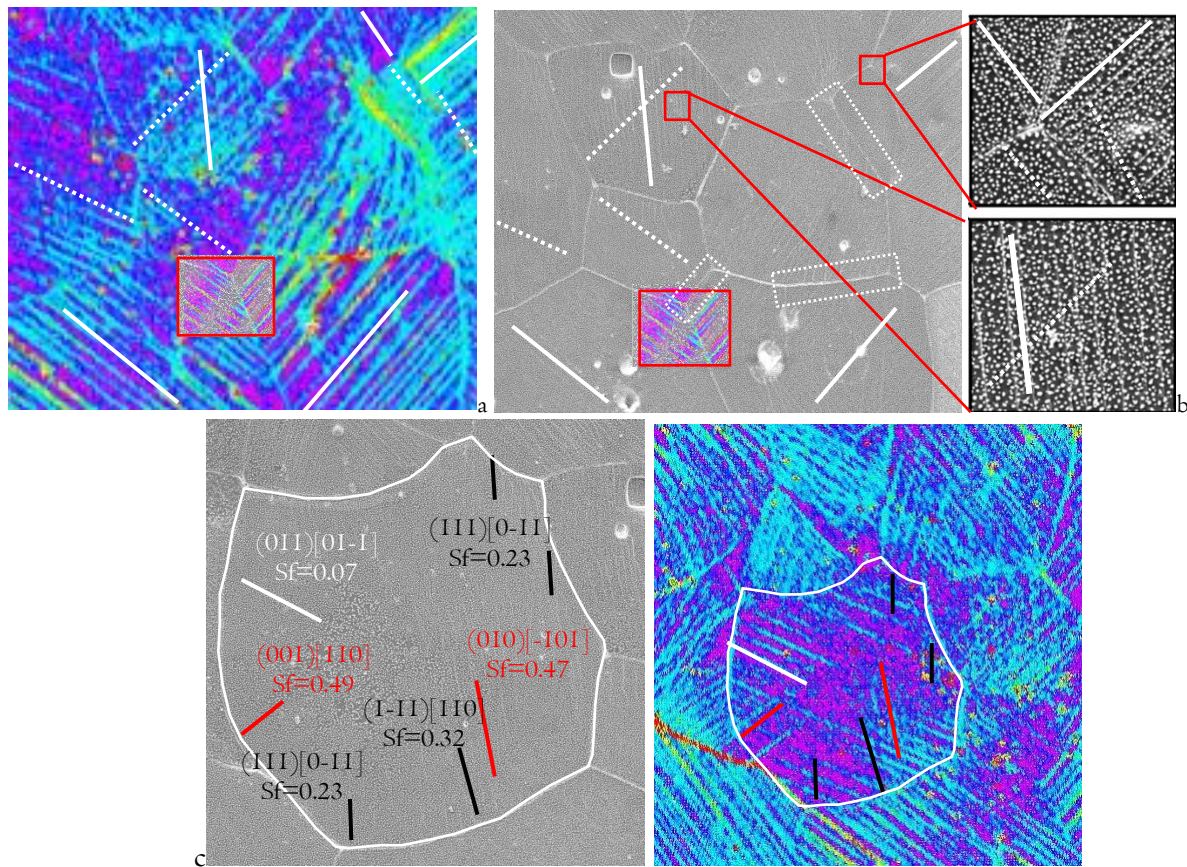


Figure 12.III : a : carte de déformation (bandes de glissement cinématiques). b : microstructure MEB (lignes de glissement « physiques »). A été rapportée une vignette à haute résolution d'un point triple (Fig. 10.III). Pour l'exemple, certaines bandes de glissement « purement cinématiques », à composante de cisaillement plane, ont été dénotées par des lignes pointillées. Les lignes pleines dénotent certaines bandes à caractère mixte, avec des composantes de cisaillement planes et hors-plan. Les encadrés pointillés indiquent des interfaces où apparaît le glissement relatif de grains (voir ci-dessous). c : agrandissement sur un grain « mal orienté ». Le système dominant à cœur est le dodécaédrique (en blanc, (011)[01-1] Sf=0.07), les systèmes secondaires aux bords sont le octaédrique (en noir, (111)[0-11] Sf=0.23 et (1-11)[110] Sf=0.32) et le cubique (en rouge, (001)[110] Sf=0.49 et (010)[-101] Sf=0.47).

### Glissement aux interfaces

Les Figures 10.III et 11.III montrent une forte localisation à certaines interfaces, du fait du mouvement relatif des grains. C'est le glissement aux joints de grains, qui apparaît très tôt (dès l'entrée en plasticité) et qui localise d'importantes déformations locales, même s'il n'est pas généralisé. La Figure 13.III illustre un cas très prononcé de ce phénomène. Le glissement à l'interface rencontre une incompatibilité au point triple central, qui est accommodée par une intense déformation cristalline locale, mais aussi par l'ouverture de microcavités de microfissures. Ces mécanismes ont été précédemment discutés dans le Chapitre II (Fig. 25 à 26.II), suite aux observations de mes travaux sur les silicates déformés en torsion, dont le mode de déformation dominant était le glissement aux joints de grains. Bien sûr, les observations microstructurales qui m'avaient amené à proposer le glissement aux joints comme mécanisme dominant dans les silicates étaient réalisées *a posteriori*. Or, ce type d'investigation peut toujours prêter à confusion, que ce soit dans l'interprétation des interactions entre mécanismes, ou du fait d'artefacts de préparation. Ici, comme présenté en introduction du présent chapitre, l'approche par mesures de champs a permis de lever toute ambiguïté quant à la chronologie de mises en activité des mécanismes et à leurs interactions. La déformation plastique rencontre une incompatibilité entre grains voisins, qui déclenche le glissement à l'interface, lequel rencontre une



incompatibilité au point triple, qui déclenche une accommodation plastique localisée, puis le micro-endommagement. Nous sommes en présence d'endommagement dit ductile, qui cumule dans le temps et mène progressivement à la ruine. La séquence conceptuelle classique « élasticité – plasticité – endommagement » n'a pas lieu, car l'endommagement local est nécessaire au développement de la déformation plastique dès le début de plastification et, comme nous allons le voir ci-dessous, accompagne en permanence la plasticité cristalline de l'agrégat.

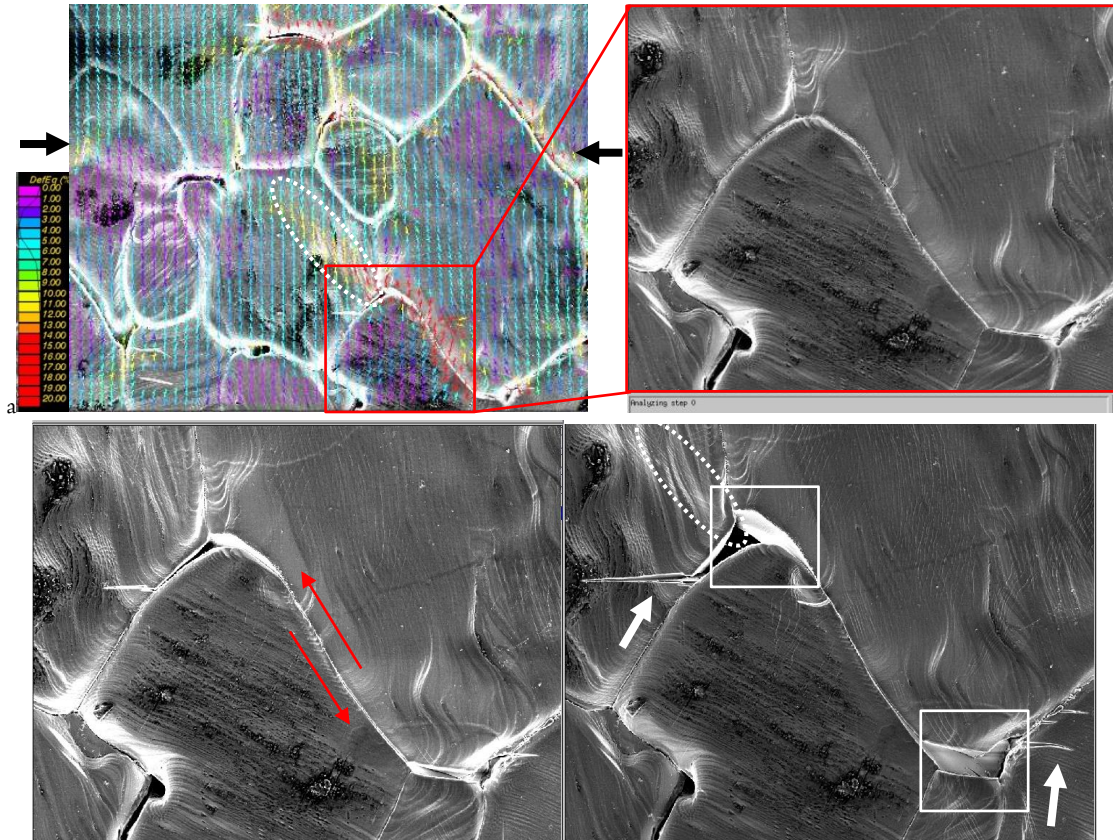


Figure 13.III. Cartographie de déformation superposée sur une microstructure (champ d'observation de 1 mm de large, base de mesure  $l = 60 \mu\text{m}$ ). La séquence d'agrandissements montre le glissement à une interface, accompagné d'endommagement inter-granulaire ou cavitation (cadres blancs) et de micro-fracturation intra-granulaire (flèches blanches).

### III.2.3.b Quantification

La quantification précise des contributions respectives des deux mécanismes (plasticité cristalline et glissement aux joints) à chaque étape du chargement mécanique, et donc de leur chronologie d'apparition est un enjeu majeur. La méthode développée ici est basée sur l'estimation de la contribution des discontinuités au champ de déplacement total obtenu par CIN, c'est-à-dire sur la répartition de la déformation en termes continus et discontinus. Bien que discrète (bandes de glissement) la déformation plastique intra-cristalline induit un champ de déplacement de type continu, alors que le glissement aux interfaces introduit des discontinuités. On considère une zone d'intérêt représentative de l'agrégat, comme celle de la Figure 10.III (environ 30 grains). La procédure de CIN classique fournit toutes les composantes de la déformation moyenne totale sur l'ensemble de la zone. Si on répète la procédure de CIN individuellement pour chacun des grains, on peut accéder à la contribution des déformations extra grains, c'est-à-dire du glissement aux interfaces, par différence entre la déformation totale de la zone et la somme des déformations individuelles obtenues sur l'ensemble des grains de la zone. La méthode, consiste à séparer dans la formulation du calcul de la déformation moyenne d'une région d'intérêt les termes continus des termes discontinus. Elle a été introduite par (Rupin et al., 2007)



et développée par *Bourcier (2012)*; *Bourcier et al. (2013)* et *Gaye (2015)*; *Gaye et al. (2014)* et peut s'exprimer par :

$$\underline{\underline{\langle F \rangle_{\Omega}}} - \sum_{i=1,n} \frac{\Omega^i}{\Omega} \underline{\underline{\langle F \rangle_{\Omega^i}}} = \underline{\underline{\Delta F}}$$

où  $\Delta F$  est la contribution à la déformation moyenne du glissement aux joints de grains que l'on cherche,  $\Omega$  est le domaine de la zone d'intérêt constituée de  $n$  grains,  $\Omega^i$  est le domaine de chaque grain  $i$ ,  $\underline{\underline{\langle F \rangle_{\Omega}}}$  la déformation moyenne sur la zone d'intérêt et  $\underline{\underline{\langle F \rangle_{\Omega^i}}}$  la déformation moyenne par grain individuel.

De façon plus explicite, si on considère la région d'intérêt  $\Omega$ , contenant un nombre  $G$  de grains, avec  $\Omega_g$  la surface du grain  $g$ , on peut définir  $\omega_g$  la fraction volumique du grain  $g$  dans  $\Omega$ , de sorte que :

$$\sum_{g=1}^G \omega_g = 1. \quad \text{Eq.6.III}$$

Si  $\underline{u}_g$  est le champ de déplacement à la surface  $\Omega_g$  du grain  $g$ , le gradient moyen de la transformation dans  $\Omega_g$  est par définition donné par une intégrale de contour (Eq. 5.III, *Allais et al., 1994*) telle que :

$$\underline{\underline{F}}_{\Omega_g} = \underline{\underline{1}} + \frac{1}{|\Omega_g|} \int_{\partial\Omega_g} \underline{u}_g \otimes \underline{n}_g dl \quad \text{Eq.7.III}$$

Où  $\underline{\underline{1}}$  est la matrice identité et  $\partial\Omega_g$  est l'interface du grain  $\Omega_g$  de normale sortante  $\underline{n}$ .

En absence de discontinuités cinématiques au niveau des joints de grains, le gradient moyen de la transformation dans  $\Omega$  est la somme de tous les gradients moyens de la transformation de chaque grain  $\Omega_g$ , et donc :

$$\underline{\underline{F}}_{\Omega} = \sum_{g=1}^G \omega_g \underline{\underline{F}}_{\Omega_g} \quad \text{Eq.8.III}$$

En présence des discontinuités cinématiques inter-granulaires, on a:

$$\underline{\underline{F}}_{\Omega} = \underline{\underline{1}} + \frac{1}{|\Omega|} \int_{\partial\Omega} \underline{u} \otimes \underline{n} dl = \sum_{g=1}^G \omega_g \underline{\underline{F}}_{\Omega_g} + \underline{\underline{\Delta F}} \quad \text{Eq.9.III}$$

où  $\underline{\underline{\Delta F}}$  est la contribution totale du glissement d'interfaces (recherchée) dans le gradient moyen de la transformation du domaine  $\Omega$ ,  $\underline{u}$  étant le champ de déplacement dans  $\Omega$  et  $\underline{n}$  la normale sortante associée au contour  $\partial\Omega$  délimitant le domaine  $\Omega$ .

La Figure 13.III montre concrètement le maillage particulier de la grille de points de corrélation qui est réalisé sur la microstructure de la figure 10.III afin de pouvoir appliquer la méthode décrite ci-dessus. Chaque grain individuel (déterminé sur le cliché MEB) est labélisé comme une phase à part entière, afin d'y calculer indépendamment la déformation (gradient moyen de la transformation) intra-granulaire, qui correspond uniquement à la plasticité cristalline. Le contour des phases utilisé initialement par *Bourcier et al. (2013)* pour le calcul des déformations intra-grain est montré en 13.IIIb. Il passe par les points de Gauss de la grille de calcul CIN les plus proches de l'interface, en approximant au mieux la courbure du joint de grains. Mais, cette approche laisse une zone d'« interphase » d'épaisseur non nulle, dont la contribution est automatiquement, et à tort, comptabilisée au titre du glissement d'interface. La formulation introduite par *Gaye et al. (2014)* et *Gaye (2015)* utilise un contour de phases « ajusté » par des points de mesure « flottants » de la grille, déplacés exactement sur l'interface. La procédure est semi-automatique, avec contrôle du contour d'interface par l'utilisateur. Des algorithmes CIN ont été développés pour prendre en compte des masques construits pour chaque phase (grain), sur la base des contours ajustés.

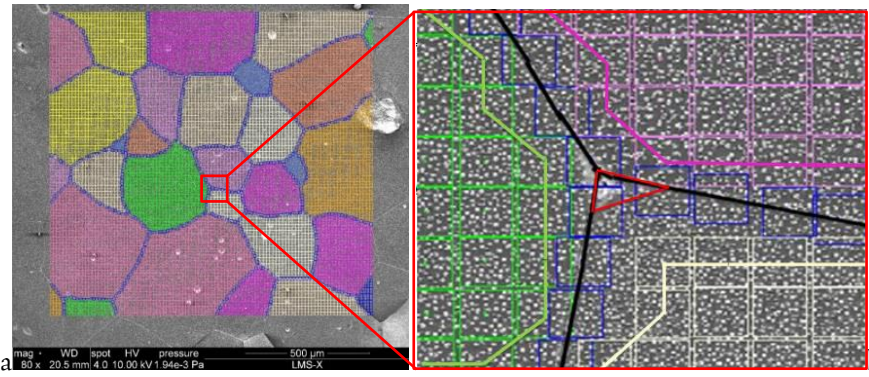


Figure 13.III a : Labélisation des grains (phases). b : Agrandissement sur un point triple. Attribution des points de mesure par phase (domaines de corrélation en vert, rose et blanc) et déplacement des points frontaliers sur les interfaces (domaines de corrélation en bleu).

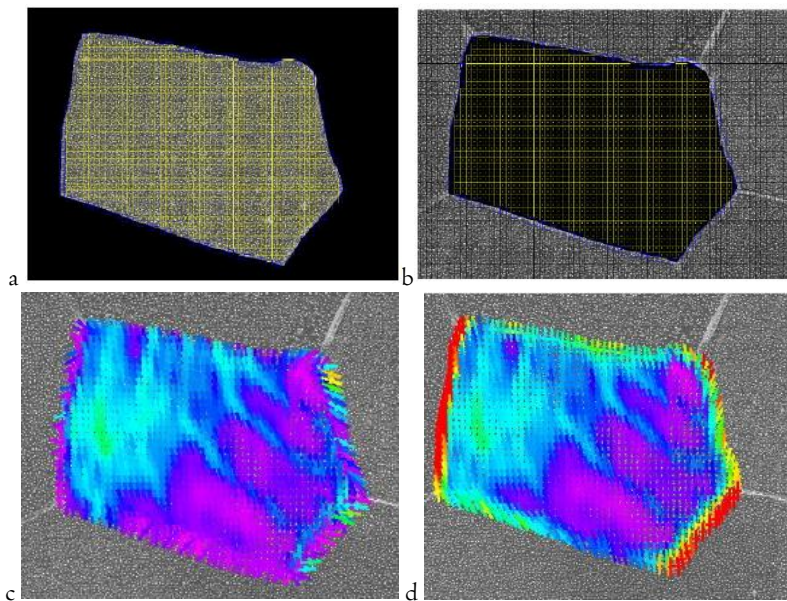


Figure 14.III : Masque externe (a) et interne (b) associés à l'analyse CIN sur un grain. Les champs de déformation en (c) est associé au masque en (a) et montre la part de la plasticité cristalline. Le champ en (d) présente en plus la part de glissement d'interfaces calculé par utilisation du masque en (b). (la carte de couleur est arbitraire).

La Figure 14.III montre la procédure de calcul de la déformation au sein d'un grain particulier et à ses interfaces i) en appliquant un masque externe qui exclue tous les grains voisins, ii) avec application d'un masque interne qui permet d'accéder à la déformation aux points de mesure exclusivement placés sur l'interface. Avec le masque externe, le calcul se limite uniquement à la surface du grain et il n'y a pas de contribution de glissement aux interfaces (Fig. 14.IIIc). Le masque interne exclue les informations associées au grain et permet d'évaluer uniquement les déplacements des points situés sur l'interface. La Figure 14.IIIc montre les larges contributions du glissement sur deux interfaces opposées (localisation en rouge) à la déformation totale du grain.

La Figure 15.III montre le résultat d'une analyse quantitative effectuée sur l'ensemble de la zone d'intérêt montrée dans les Figures 10.III et 13.III. La courbe de chargement montre un écrouissage linéaire. L'analyse du glissement d'interfaces par grains montre une contribution nulle pour le chargement élastique et le tout début d'entrée en plasticité (sur les premiers 0,25 % de raccourcissement). La représentation des contributions du glissement aux interfaces aux composantes globales axiale et transverse sont des droites (Fig. 15.IIIc et d), indiquant que le glissement d'interface est activé en continu et contribue de façon constante à la déformation plastique de l'agrégat. La contribution de glissement d'interface est de 2,5% en déformation axiale et de 6% en déformation transverse. Ce taux supérieur est dû à l'ouverture de microcavités et microfractures aux points triples et

de joints de grains préférentiellement alignés avec l'axe de chargement (dilatance). On peut noter que dans le cas étudié ici la plasticité cristalline domine largement et que la contribution du glissement d'interfaces est très modeste. Mais, elle est néanmoins continue et donc le mécanisme de glissement aux joints apparaît comme nécessaire et indissociable de la plasticité cristalline. Cette interprétation est en accord avec le caractère fondamentalement anisotrope de la plasticité cristalline du NaCl (Fig. 11.III), dont il est nécessaire d'accommoder en permanence les incompatibilités cinématiques locales dès lors qu'il s'agit de l'écoulement plastique d'un polycristal.

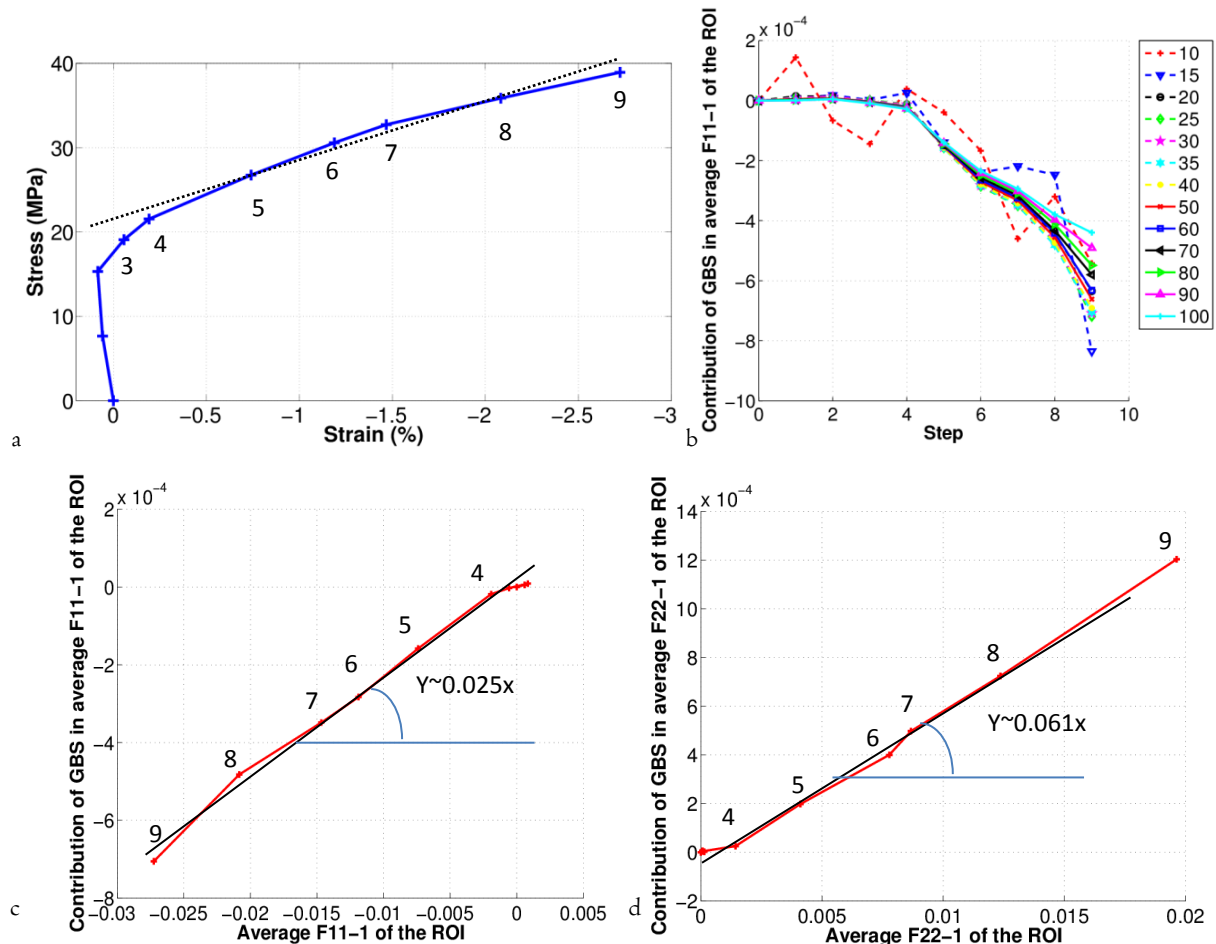


Figure 15.III. a : courbe de chargement calculée par CIN et numérotation d'étapes de déformation. b : contribution calculée du glissement d'interface à la composante de déformation axiale pour certains grains de la microstructure en fonction de l'étape de déformation (step). Noter la contribution « nulle » sur les quatre premières étapes, dont trois sont en régime élastique. c : contribution axiale moyenne du glissement aux joints à la déformation axiale totale. d : contribution transverse moyenne du glissement aux joints à la déformation transverse totale.

La quantification du glissement aux joints nécessite l'observation à forts grossissements, auxquels il est difficile de voir les effets de ce mécanisme en termes de localisation de la déformation au-delà de quelques grains. Mais nos observations ne sont pas affectées par un effet d'échelle. La Figure 16.III montre le caractère fondamental de la localisation aux interfaces de la microstructure dans le développement de bandes de cisaillement à l'échelle de la méso-structure. Un champ d'observation large (env. 3 mm de large) a été obtenu par recollement d'images MEB prises à une résolution suffisante pour résoudre la localisation à l'échelle des grains et de l'agrégat. On peut voir sur quatre étapes de compression uniaxiale d'un échantillon de 4 mm de large le développement de plusieurs bandes de cisaillement. L'encadré montre la localisation (glissement) précoce sur quelques interfaces dès l'entrée en plasticité, dont l'alignement préfigure le développement ultérieur d'une bande de cisaillement. En d'autres termes, la propagation de la plasticité cristalline à travers l'agrégat bénéficie clairement du concours du glissement d'interfaces.



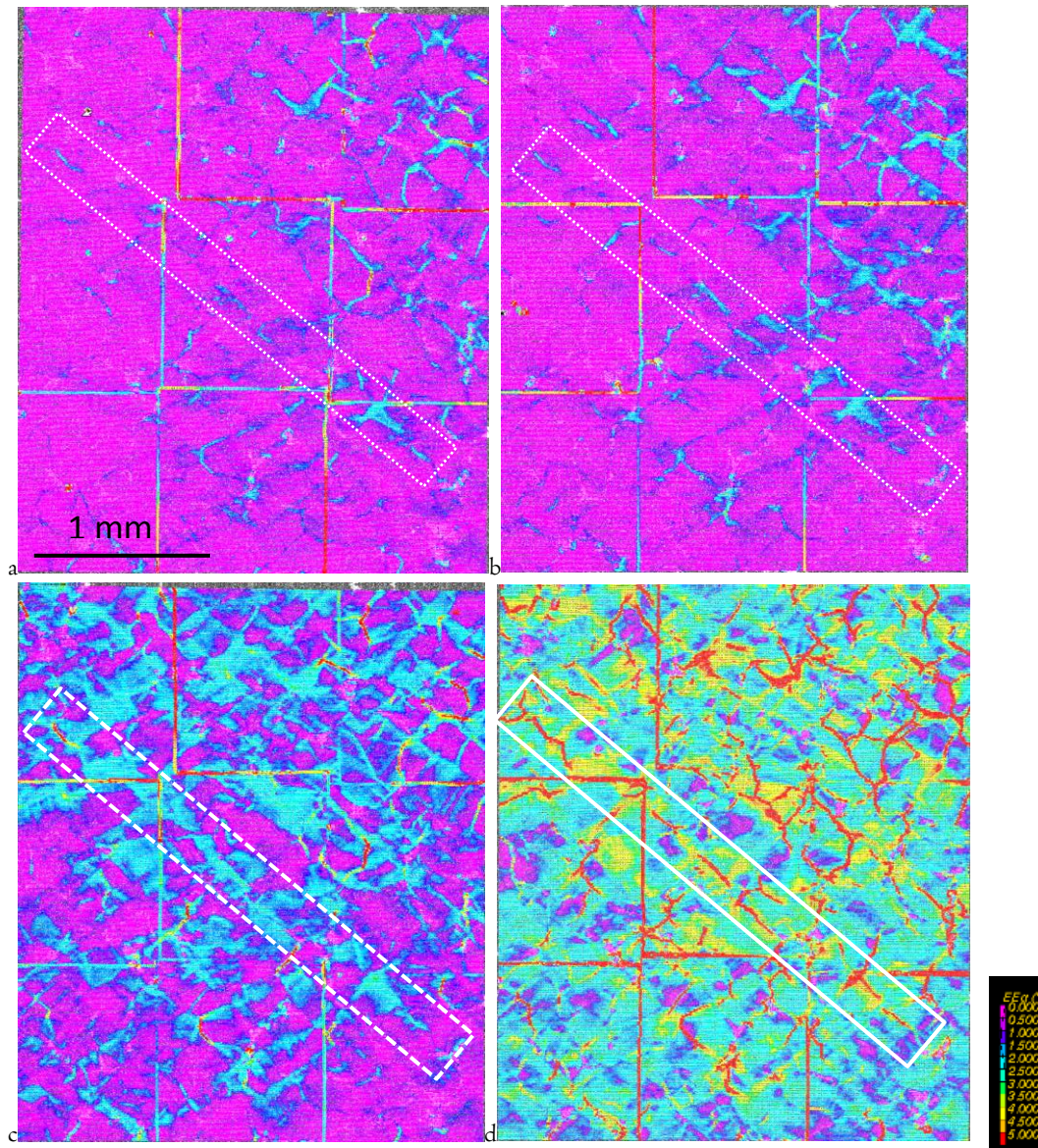


Figure 16.III: Développement d'une bande de localisation à l'échelle de la méso-structure. Compression verticale. Cartographie de déformation réalisée sur une zone reconstituée par recollement d'images MEB de 1 mm de large chacune (base de mesure  $l = 15 \mu\text{m}$ ). Le recollement introduit des artefacts aux bords des images (quadrillage). La déformation calculée est présentée de façon relative (et non cumulative) d'une étape de déformation à l'autre. a : 1<sup>ère</sup> étape : 0.5%, b : 2<sup>ème</sup> étape : 0.45%, 3<sup>ème</sup> étape : 0.9%, 4<sup>ème</sup> étape : 2%. L'encadré pointillé montre une série de localisations aux interfaces qui apparaît dès la 1<sup>ère</sup> étape et qui sont à l'origine de la formation d'une bande de localisation plastique qui s'intensifient par la suite.

#### III.4. Modélisation numérique viscoplastique

Pour compléter l'approche micromécanique intégrée (Fig. I.III), nous avons démarré une étude de simulation aux éléments finis (EF) du comportement viscoplastique du poly/multi-cristal de NaCl, sur les bases des microstructures réelles pour lesquelles nous disposons des mesures de champs locaux.

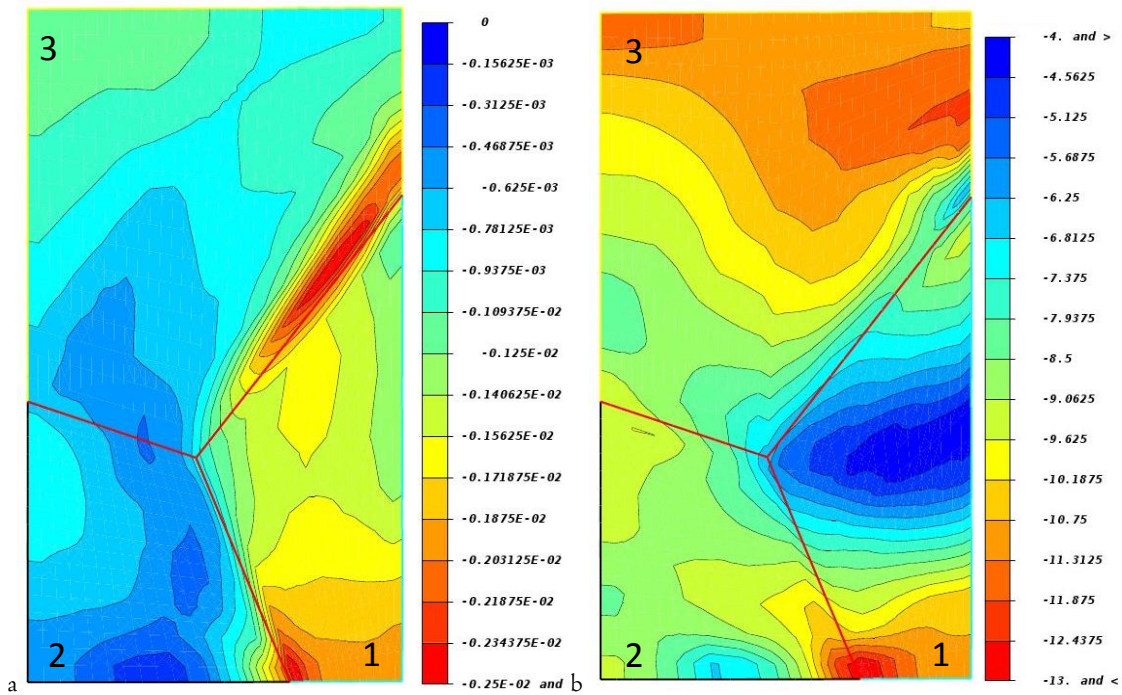


Figure 17.III: Simulation aux EF de chargement uniaxial horizontal du tri-cristal (Fig. 10.III). a) déformation axiale : la déformation se localise dans le grain I. b) contrainte axiale : la contrainte est surtout supportée par le grain 3.

La Figure 17.III montre le résultat d'un calcul réalisé sur un tri-cristal maillé par éléments quadratiques (27 nœuds), dont la morphologie et les orientations cristallines correspondent à celles du point triple montré en Figures 10.III et 12.III. Le maillage est réalisé par extrusion colonnaire et l'état de contrainte local est considéré correspondre à celui du chargement macroscopique (compression horizontale). Les lois constitutives viscoplastiques des différents systèmes de glissements utilisées sont basées sur les données de *Carter and Heard (1970)*, avec un écrouissage linéaire qui correspond aux petites déformations (Fig. 11.III). Les rapports des scissions critiques initiales sont  $\frac{\tau_{\{111\}}}{\tau_{\{110\}}} = 3$  et  $\frac{\tau_{\{100\}}}{\tau_{\{110\}}} = 4.5$ . L'activation des systèmes de glissement des grains est conditionnée par l'hypothèse de Schmid, c'est-à-dire selon la meilleure scission résolue en tenant compte de leur orientation par rapport à la contrainte axiale et des rapports entre les scissions critiques des différentes familles. Les hétérogénéités des champs de déformation et de contrainte d'un grain à l'autre et au sein d'un même grain sont clairement mises en évidence. Le grain I cumule une grande part de la déformation, alors que le grain 3 supporte la plus grande partie de la contrainte. Une forte localisation de déformation apparaît à l'interface des grains I et 3.

La Figure 18.III montre la part prise par chaque système activé dans la déformation totale du tri-cristal. Dans le grain I sont potentiellement activables les deux systèmes dodécaédriques conjugués  $(-110)[110]$  et  $(110)[-110]$  avec un  $SF=0.25$ , un système octaédrique  $(-111)[110]$  à  $SF=0.45$  et un système cubique  $(100)[0-11]$  à  $SF=0.47$ . En considérant les ratios des facteurs de Schmid  $\frac{SF_{\{111\}}}{SF_{\{110\}}} = 1.8 < 3$  et  $\frac{SF_{\{100\}}}{SF_{\{110\}}} = 1.9 < 4.5$  on peut conclure que le glissement devrait opérer uniquement sur les deux systèmes dodécaédriques conjugués  $(-110)[110]$  et  $(110)[-110]$ , dont les traces sont montrées sur la Figure 18.IIIa.



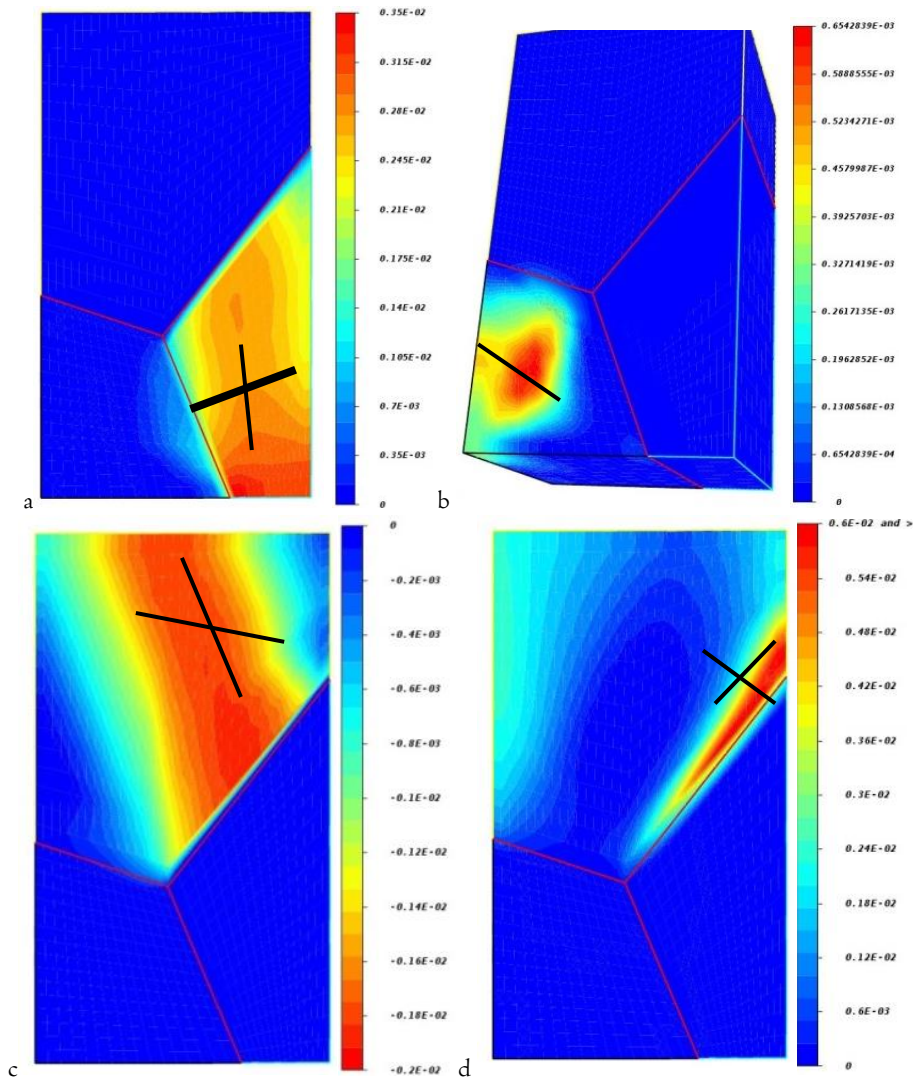


Figure 18.III: a : glissement cumulé sur deux systèmes dodécaédriques conjugués, dont on montre les traces. b : glissement cumulé sur un système cubique, dont on montre la trace. c : glissement cumulé sur deux systèmes dodécaédriques conjugués, dont on montre les traces. d : glissement cumulé sur deux systèmes dodécaédriques, dont on montre les traces.

Pour le grain 2 les systèmes candidats potentiels sont un dodécaédrique  $\{110\}\langle 110 \rangle$  ( $SF < 0.02$ ), deux octaédriques  $(-111)[0-11]$  et  $(1-11)[-101]$  ( $SF = 0.28$ ) et deux cubiques  $(001)[110]$  ( $SF = 0.48$ ) et  $(010)[-101]$  ( $SF = 0.47$ ). Les rapports des SF  $\frac{SF_{\{111\}}}{SF_{\{110\}}} = 14 > 3$  et  $\frac{SF_{\{100\}}}{SF_{\{110\}}} = 24 > 4.5$  indiquent que le grain 2 devrait activer deux systèmes cubiques. Il semble que la bande de glissement observée expérimentalement corresponde à la trace de  $(010)[-101]$  ( $SF = 0.47$ ). Le grain 3 est le plus « mal » orienté avec pour candidats dodécaédriques  $(011)[0-11]$  et  $(0-11)[011]$  ( $SF = 0.15$ ), octaédrique  $(-111)[0-11]$  ( $SF = 0.36$ ) et cubiques  $(010)[101]$  ( $SF = 0.5$ ) et  $(100)[0-11]$  ( $SF = 0.43$ ). Les rapports  $\frac{SF_{\{111\}}}{SF_{\{110\}}} = 2.4 < 3$  et  $\frac{SF_{\{010\}}}{SF_{\{110\}}} = 3.3 < 4.5$  indiquent que seuls les systèmes dodécaédriques devraient s'activer. Cependant, leurs SF étant faible, leur activité est limitée, ce qui semble en bon accord avec l'état de faible déformation observé expérimentalement dans le grain 3. Fait très intéressant, la localisation de déformation à l'interface des grains I et 3 fait intervenir des systèmes à faible SF, non observés expérimentalement. L'expérience montre par contre, que l'interface entre les grains I et 3 implique le glissement au joint de grains, ce que ne peut prendre en compte le modèle de plasticité cristalline.

### III.5. Synthèse : Histoire locale, effet global

Nous avons mis en évidence expérimentalement l'organisation des patterns de déformation plastique dans un polycristal ionique CFC à toutes les échelles : i) celle du grain individuel, avec le développement de bandes discrètes de glissement cristallin et de glissement aux joints de grains, ii) celle de la microstructure (agrégat de quelques dizaines de grains), iii) celle du VER (méso-structure) de l'échantillon, avec la formation de bandes de localisation, iv) celle de l'échantillon, avec la formation de bandes de cisaillement macroscopiques.

Nous avons démontré que l'organisation multi-échelle de la localisation est liée aux interactions coopératives entre le mécanisme dominant de plasticité cristalline (glissement intra-cristallin) et une contribution modeste (quelques %), mais nécessaire de glissement aux interfaces. Ce mécanisme s'active dès l'entrée en plasticité du matériau et contribue de façon constante et continue tout au long du chargement. La nécessité du glissement aux interfaces en support à la plasticité cristalline provient du caractère intrinsèquement anisotrope de cette dernière. Le manque de systèmes de glissement cristallins indépendants et équivalents en termes de scissions critiques projetées entraîne des incompatibilités cinématiques aux interfaces de grains voisins défavorablement orientés les uns par rapport aux autres. L'accroissement local de contraintes qui en résulte peut dans certains cas activer des systèmes de glissement cristallin secondaires, qui contribuent à réduire l'incompatibilité plastique. Dans d'autres cas, le glissement relatif des grains incompatibles devient incontournable. Le fonctionnement coopératif de plasticité cristalline et de glissement aux joints permet le développement des bandes de localisation à l'échelle de la microstructure, lesquelles forment progressivement par percolation des bandes de localisation à l'échelle de la méso-structure et de l'échantillon.

En résumé de cette étude micromécanique, qui a mis en évidence la coexistence et la coopérativité de la plasticité cristalline à cœur de grains et de glissement aux interfaces, je dirai que du point de vue de l'écoulement macroscopique de matériaux polycristallins dominés par la plasticité cristalline, le glissement d'interfaces est en quelque sorte un « effet papillon ». - D'ailleurs comme le montre la Figure I3.III le glissement à l'interface entre deux grains ouvre des microfissures orientées de sorte que l'on peut les appeler des « wing cracks ». - Ce mécanisme très local pourrait être considéré comme « insignifiant » du point de vue quantitatif de sa contribution à la déformation totale. Et pourtant, il est essentiel et a des effets à l'échelle globale, car il permet de propager la plasticité cristalline dominante à travers la microstructure, en relaxant les incompatibilités plastiques locales. Sans ce mécanisme, ces dernières pourraient entraîner des concentrations de contrainte qui mèneraient rapidement à la rupture.

Avant de clore ce chapitre, je voudrais remarquer que dans cette étude j'ai utilisé le terme « glissement aux interfaces » de façon générique. Son activation et son action sont décrites de façon phénoménologique, en tant que mécanisme d'accommodation introduisant une discontinuité cinématique. Le mécanisme par lequel le glissement opère est dans le cas présent (à température ambiante) essentiellement de type frictionnel, c'est-à-dire endommageant. Il nécessite au préalable la rupture des liaisons du joint de grains sous l'action d'une contrainte de cisaillement critique. On peut raisonnablement penser que la déficience patente en systèmes de glissement indépendants et/ou équivalents d'autres minéraux, et des silicates en particulier, puisse aussi entraîner des besoins d'accommodation, tels que le glissement et/ou la migration d'interfaces. Cependant, à haute température le glissement aux joints ne serait pas endommageant en soi (cavitation aux points triples mise à part), car le mécanisme sous-jacent combine transfert diffusif et/ou plasticité cristalline aux interfaces.

## IV. Conclusions

J'ai tenté tout au long de ce manuscrit de montrer l'importance des interfaces dans le comportement rhéologique du polycristal et des roches en particulier, du fait de l'anisotropie marquée de la plasticité cristalline des minéraux, qui ne présentent pas assez de systèmes de glissement indépendants activables et équivalents pour permettre l'écoulement homogène de l'agrégat. Les interfaces posent des problèmes de compatibilité plastique entre grains voisins, mais apportent aussi des solutions en introduisant d'autres mécanismes spécifiques, impliquant par exemple le transport diffusif. Je suis loin d'être un précurseur. Bon nombre d'ingénieurs, de physiciens des matériaux et de géologues se sont intéressés et s'intéressent de plus en plus à la structure et aux propriétés des interfaces de grains. Pour ma part, j'ai montré que le régime rhéologique Newtonien, lié aux phénomènes de glissement aux joints de grains et interfaces, avec transport diffusif de matière ou plasticité cristalline localisée, correspondrait au mieux à la modélisation géodynamique des zones de cisaillement de la lithosphère. Cette conclusion vient de la confrontation d'approches expérimentales, structuralistes et géodynamiques convergeant vers une cohérence d'ensemble en termes de vitesses/viscosités et contraintes pour les zones de cisaillement de la croûte inférieure. La présumée faiblesse mécanique de cette dernière n'est pas intrinsèquement liée à sa minéralogie. En effet l'assemblage gabbroïque à clinopyroxène et plagioclase confère une résistance à l'écoulement comparable à celle de l'olivine. C'est la localisation de la déformation et l'évolution des microstructures en relation avec la déformation, la percolation de fluides et le métamorphisme qui sont le plus à même d'expliquer une relativement faible résistance mécanique en limites des blocs tectoniques de la lithosphère continentale. De ce point de vue, les interfaces des matériaux géologiques jouent évidemment un rôle prépondérant.

Conscient des aspects simplificateurs de l'approche « phénoménologique » des mesures rhéologiques et soucieux de dépasser la justification des mécanismes actifs sur les seules observations *a posteriori*, j'ai adopté une démarche de micromécanique, avec observations *in situ* et mesures de champs locaux. A l'opposé de l'idée de « libre concurrence » entre mécanismes distincts, j'ai mis en évidence l'action conjointe et coopérative des mécanismes de plasticité cristalline et de glissement aux joints de grains. Même lorsque la plasticité cristalline domine très largement le comportement rhéologique de l'agrégat, quelques pourcents de glissement aux joints semblent essentiels pour pallier aux incompatibilités plastiques locales entre grains voisins, permettant alors au matériau un écoulement ductile macro-homogène. Un faisceau d'indications nous montre que la déformation plastique se développe initialement à l'échelle du groupe de quelques grains, puis se propage sous forme de bandes de localisation à travers la microstructure polycristalline à l'échelle du VER, précisément grâce à cette coopérativité.

Une contribution de quelques pourcents d'un mécanisme « de l'ombre » peut sembler superflue dans la modélisation à grandes échelles. Cependant, ces quelques pourcents pourraient être à l'origine de la transition rapide entre un comportement dominé par la plasticité cristalline et des régimes rhéologiques adoucissants, liés à l'accentuation de localisation et aux évolutions microstructurales. En effet, cette composante mineure qui se traduit par la micro-cavitation à l'échelle du grain, pourrait être la source de la perméabilisation des zones de cisaillement et donc des différents effets adoucissants liés au transport accéléré de fluides aqueux.

En conclusion je dirais que grâce à une démarche interdisciplinaire j'ai pu prendre conscience de la façon dont opère, se développe et s'organise à différentes échelles la déformation ductile dans un matériau polycristallin. La localisation de la déformation en particulier m'apparaît comme essentielle et universelle. Je vois ce phénomène comme le résultat de la balance entre la dissipation d'énergie globale et la conservation d'énergie locale, c'est-à-dire la maximisation de l'efficacité de la dissipation (déformation) à l'échelle macroscopique/mésoscopique de l'agrégat et la minimisation de l'énergie libre du système (défauts de structure/microstructure) à l'échelle microscopique du matériau (cristal/multicristal). On peut dire, que le fluage choisit le chemin le plus « aisé » et le moins « endommageant ». De ce point de vue la localisation de la déformation ductile de la lithosphère me paraît inévitable. Dans la même optique, les mécanismes de déformation ductile les plus à même

d'assurer la dissipation la plus efficace (grandes déformations et faible résistance), tout en conservant une microstructure stable (sans écrouissage et recristallisation) sont naturellement ceux du régime Newtonien, impliquant glissement aux interfaces et quelques mécanismes d'accommodation par transport local (diffusion, dissolution-précipitation...).

## V. Développements et perspectives

Comme toujours, chaque nouvelle observation entraîne de nouveaux besoins et chaque avancée dans la compréhension d'un phénomène pose de nouvelles questions. Expérimentalement, par exemple, les mesures de champs nous amènent toujours à chercher à améliorer le contrôle des conditions et des microstructures, et en particulier de la résolution de la mesure, jusqu'à ce qu'on soit capable d'imager et de quantifier les mécanismes microphysiques opérationnels. Conceptuellement, le mécanisme de glissement d'interface ayant été mis en évidence, quantifié et identifié comme co-opérationnel de la plasticité cristalline pour NaCl, se posent les questions suivantes : i) sa modélisation, soit les mécanismes physiques qui opèrent le long des interfaces en glissement ; ii) la représentativité des observations 2D à cœur du matériau ; iii) sa pertinence sous d'autres conditions expérimentales et/ou naturelles ; iv) sa transposition à d'autres classes de matériaux, comme les silicates. Sans être exhaustif, je vais résumer dans ce dernier chapitre quelques voies en cours de développement et des perspectives envisageables dans la poursuite de mes travaux.

### V.I. Mesures de champs 3D

#### Contexte

L'observation de champs cinématiques de surface et le calcul des champs de déformation correspondants ne présument pas de leur représentativité des phénomènes correspondants au cœur du matériau. Comme pour les mesures géodésiques (abordées au chapitre II, partie Extrapolation aux conditions naturelles), on peut modéliser et essayer de reproduire au mieux les observations de surface. Comme pour le modélisateur géodynamicien, nous ne connaissons pas la structure en profondeur du matériau étudié. Nous avons par contre les avantages de connaître les lois rhéologiques des grains de l'agrégat et de contrôler les conditions aux limites. Et cependant, l'exercice du calcul viscoplastique qui vise à reproduire la réponse en surface, s'avère relativement peu efficace dans le détail (*Héripré et al., 2007*). Parmi les problèmes rencontrés on peut citer la méconnaissance (ou l'oubli) de certains des mécanismes actifs, la simplification des conditions aux limites locales, et surtout la méconnaissance de la microstructure en profondeur. Cette dernière est souvent « extrudée » à partir de la morphologie des grains de surface (structure colonnaire). Les conditions aux limites macroscopiques, aux bords de l'échantillon (par exemple homogènes en déplacement) sont la plupart du temps simplement transposées à l'échelle locale sur le plan numérique. On impose également souvent une déformation homogène suivant l'épaisseur. Le calcul est quasiment toujours réalisé en plasticité cristalline classique, sans tenir compte des mécanismes d'accommodation (secondaires) qui opèrent aux interfaces, comme le glissement aux joints de grains (qui nous intéresse en particulier). Ces limitations sont peu à peu prises en compte. Le champ cinématique local (mesuré) peut être imposé à la place des conditions aux limites homogènes et la microstructure en profondeur peut être simulée par la méthode des cellules de Voronoï, avec comme contrainte imposée la correspondance avec la microstructure réelle de surface (*Héripré et al., 2007*). Enfin, on peut également reconstruire la microstructure *a posteriori*, par une analyse destructive en coupes sériées adaptée à la taille du domaine analysé et à la finesse de la microstructure (abrasion mécanique, polissage ionique FIB/BIB). Dans ce dernier cas, l'état de déformation finie doit cependant être faible (pour conserver l'intégrité du matériau, limiter les désorientations locales inter- et intra-granulaires...). Dans tous les cas, l'accès direct aux champs de déformation interne à l'éprouvette reste encore impossible et la question de la représentativité ou non des mesures faites sur des surfaces libres pour la réponse à cœur du matériau (différents états de tri-axialité) est récurrente depuis que les mesures de champs existent.

La mesure de champs cinématiques en volume d'un matériau par CIN nécessite une technique d'observation pénétrative, dont l'imagerie permet d'accéder à des contrastes locaux. La tomographie RX est actuellement la seule technique adaptée à ces besoins. Mais, elle est difficile à mettre en œuvre sur des matériaux absorbants, comme les métaux. Par ailleurs, même dans le cas des alliages légers, reste le



problème d'élaboration de matériaux contenant des marqueurs de contraste local. La CIN 3D a déjà été appliquée avec succès sur des matériaux géologiques granulaires (sable), ou des roches sédimentaires microporeuses (argilites, carbonates, *Lenoir et al., 2007*; *Zinsmeister, 2013*) grâce aux contrastes en absorption des phases constitutives, mais seulement dans le régime de déformation fragile ou cataclastique/compactant. Pour une étude dans le régime ductile, notre choix se porte naturellement sur le NaCl polycristallin. Il a les avantages d'être très faiblement absorbant aux RX et facile à élaborer en laboratoire avec introduction de marqueurs cinématiques pour un coût dérisoire. Surtout, il permet une comparaison directe avec l'étude en CIN 2D (chapitre III), afin d'en valider l'approche.

### V.I.I. Mesures de champs 3D du NaCl polycristallin

#### V.I.I.a. Marquage 3D

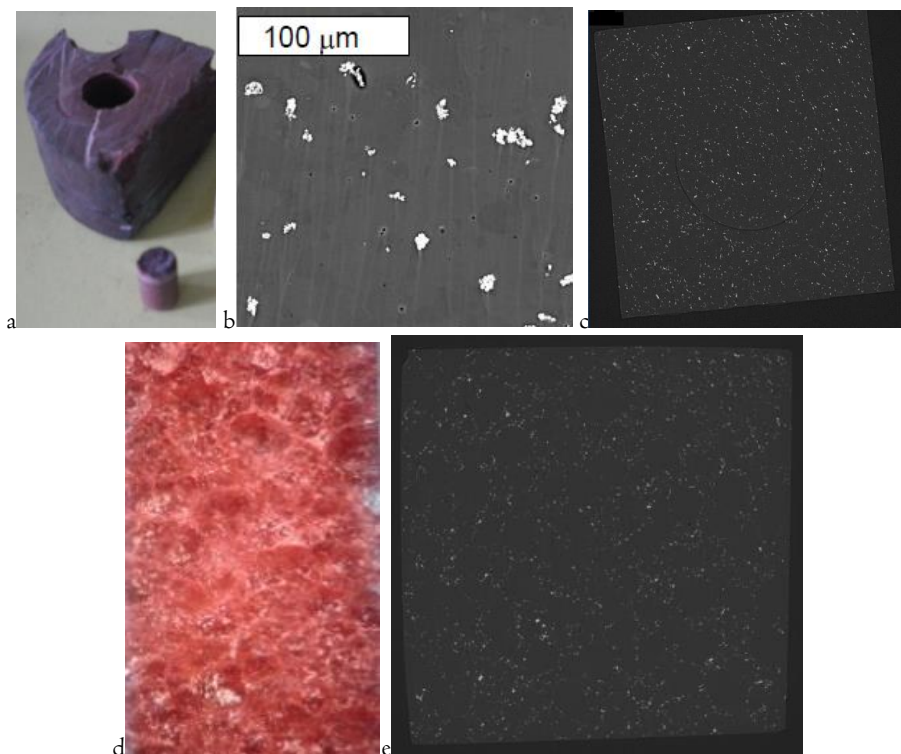


Figure I.V : a : bloc de NaCl-5%Cu obtenu par HIP (150°C-100MPa). b : Cliché MEB en mode d'électrons rétrodiffusés d'un échantillon NaCl-Cu5% brut de pressage. Les particules de cuivre (<10  $\mu\text{m}$ ) apparaissent en clair et décorent les interfaces des grains de NaCl (<80  $\mu\text{m}$ ). Une faible porosité (< 1%) est observable (en noir) le long des interfaces et aux jonctions multiples. c) Tranche (4 mm de côté) d'une reconstruction 3D obtenue par MCT (ESRF, ID19) : le Cu est uniformément réparti et offre un très bon contraste d'absorption. d) Cliché optique (2 mm de large) d'échantillon recuit sous confinement (700°C) pour faire croître la taille de grain. e) Tranche (4 mm de côté) d'une reconstruction 3D obtenue par MCT (ESRF, ID19). Les marqueurs de Cu ont souvent migré avec les interfaces : croissance de grains, mais perte d'homogénéité du marquage.

La Figure I.V montre des microstructures type d'échantillons de sel synthétisés par HIP avec introduction d'une dispersion de marqueurs (3-5 % en vol. de particules de cuivre < 5  $\mu\text{m}$ ). La technique souffre encore d'imperfections. Les microparticules de cuivre ont tendance à former des agglomérats ségrégués aux interfaces des grains de sel et de fait les marqueurs ne sont pas uniformément répartis. En particulier, il n'y a quasiment pas d'intra-granulaires. Le broyage fin du mélange de poudres réduit la taille de grain de NaCl (< 100  $\mu\text{m}$ ), et donc, le matériau est sensiblement différent de celui précédemment étudié par observations 2D. Un recuit sous confinement (600-700°C) permet de faire grossir la taille de grain, mais la cinétique de migration des interfaces n'est pas assez

rapide pour permettre d'englober les particules dans le volume des grains. Les marqueurs sont pour l'essentiel entraînés par les interfaces (impurity drag) et finissent encore plus ségrégués.

Je travaille encore à améliorer le mode préparatoire. Entre temps, les algorithmes de corrélation d'image ont été modifiés pour les adapter à la distribution hétérogène de contrastes (Gaye, 2015).

### V.I.Ib. Mesures de champs 3D par MCT

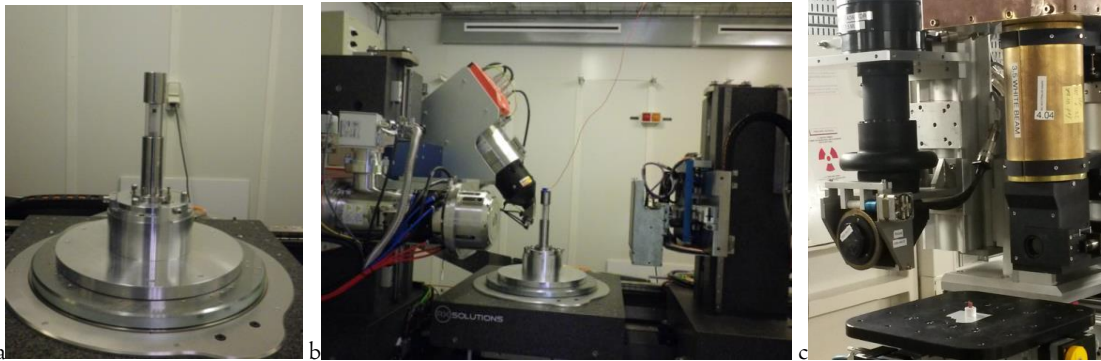


Figure 1.IV : a) Presse uniaxiale à cadre cylindrique en polycarbonate (transparent aux RX) pour suivi par tomographie RX (MCT), b : montage de la presse sous faisceau de microtomographe de laboratoire au Laboratoire Navier (Ecole des Ponts), c : Analyses en MCT/DCT sous faisceau synchrotron (ici ESRF, ou Soleil).

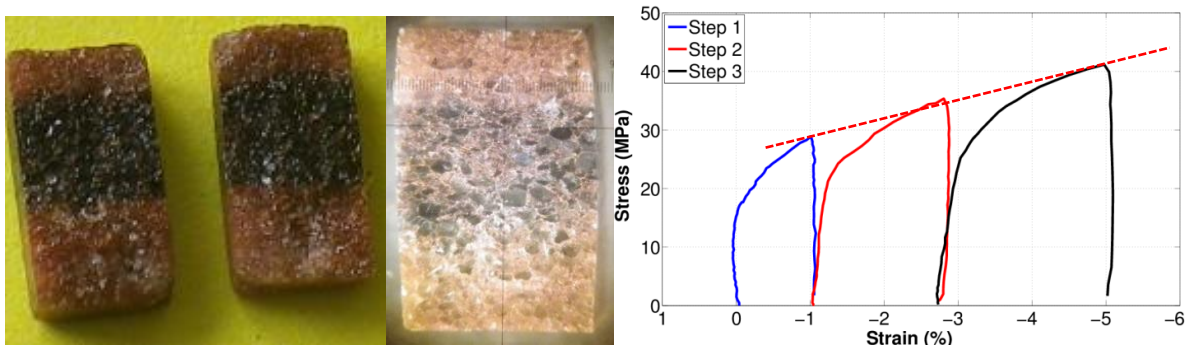


Figure 2.IV : a) Echantillon fracturé à < 1% de déformation axiale à cause du durcissement sous faisceau RX (bande noire d'absorption par les défauts ponctuels d'irradiation). b : Echantillon déformé à 4 % (effet de tonneau) avec bande d'irradiation centrale d'intensité réduite par recuit à 300°C. c : Courbe CIN de chargement en trois étapes de déformation axiale avec recuits de restauration à 300°C.

Les mesures de champs 3D ont été réalisées sur la base des volumes reconstruits à partir de l'imagerie en absorption RX (XR-MCT) de faisceaux synchrotron. L'imagerie et la reconstruction de volumes ont été réalisées à l'ESRF (ID19, ID11 et BM05) et à Soleil (Psiché). Les essais préliminaires ont été réalisés sur des échantillons de 4 à 5 mm de côté. L'imagerie et le post traitement par DIC-3D fonctionnent très bien, mais le matériau se révèle sensible aux dégâts d'irradiation sous faisceau intense RX (Fig. 2.IV), dont les effets sur le comportement viscoplastique ont été initialement sous-estimés. Les scans RX ont entraîné la formation de centres colorés (F-centers), défauts ponctuels dus au déplacement d'ions Cl<sup>-</sup> en position interstitielle. Le changement de couleur des échantillons (qui virent au jaune-marron ou noir) est dû aux lacunes laissées par les Cl<sup>-</sup> et qui deviennent des pièges à électrons (avec pour résultat une absorption dans les longueurs d'onde visibles bleues et la transmission dans les jaune-oranges).

Les connaissances sur les défauts ponctuels acquises avec *Olivier Jaoul* m'ont permis de comprendre la complexité d'une telle étude. Les cœurs de dislocations des composés cristallins ioniques peuvent être chargés. J'ai donc redouté un durcissement du NaCl du fait des interactions électrostatiques entre dislocations mobiles et centres colorés (effet de nuage de Cottrell). Mes collègues « mécaniciens »



étant habitués à travailler sur des métaux ne m'ont initialement pas vraiment cru, jusqu'à ce que les échantillons irradiés se fracturent les uns après les autres à moins de 1 % de déformation (Fig. 2.IV).

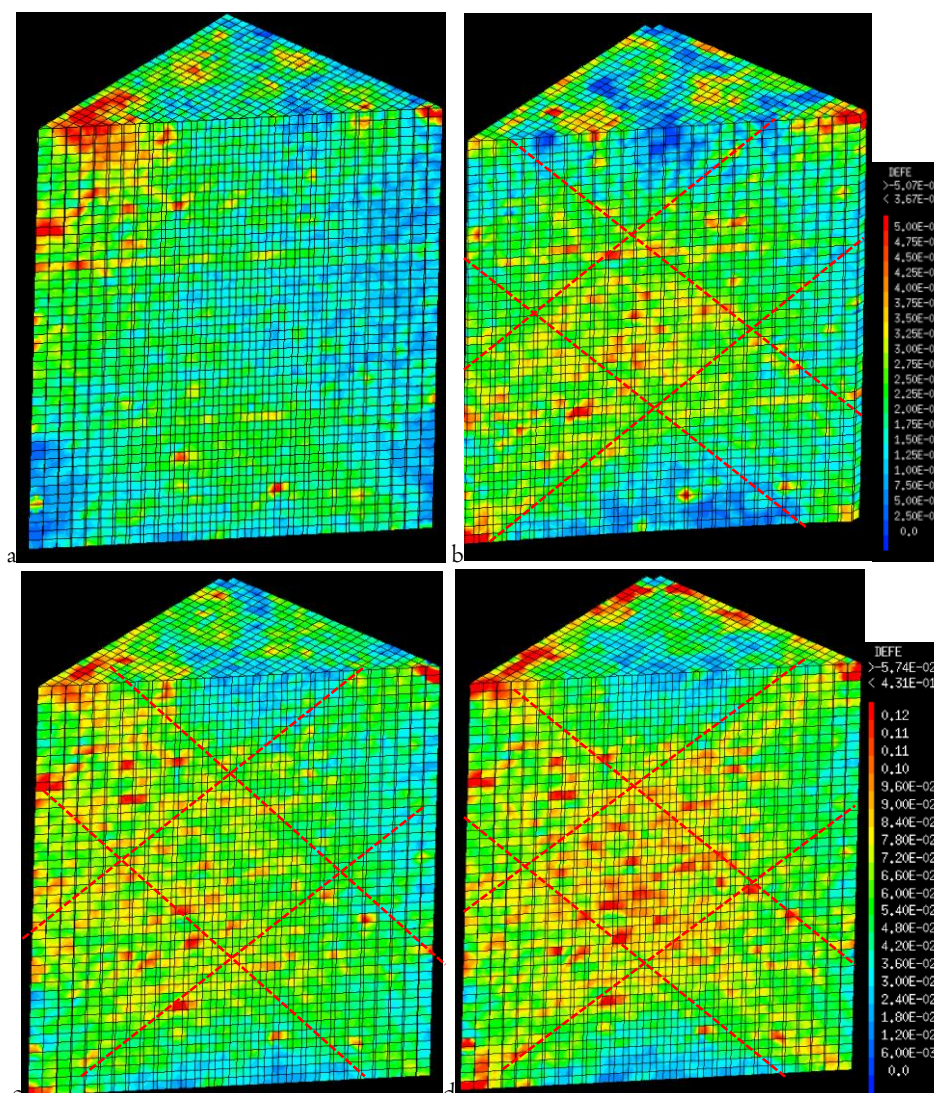


Figure 3.IV. Ech de 4,5 mm de côté à grains « larges » (50-250  $\mu\text{m}$ ), Cu semi-distribué, 4 Etapes de charge : cartes 3D de la déformation équivalente Von Mises finale (déviateur du tenseur), jusqu'à 6 % de raccourcissement macro. Coupes longitudinales-diagonales montrant les champs au cœur du spécimen. Base de mesure de 70  $\mu\text{m}$ . Des bandes de localisation à l'échelle de la microstructure, orientées à 45° de la direction de chargement, et qui constituent deux bandes de cisaillement macroscopiques, dénotées par les lignes pointillées. Les bandes de localisation ne sont pas de fluctuations statistiques (bruit), car on les retrouve aux mêmes emplacements dans chaque étape, dont la mesure est indépendante de la précédente.

Peu de travaux ont été consacrés à des mesures précises sur l'évolution des propriétés mécaniques des halogénures irradiés. Des études anciennes démontrent cependant un durcissement viscoplastique notable qui augmente avec la dose d'irradiation (*Okada and Suita, 1965, Hobbs, 1973*). Des observations en MET ont aussi clairement montré les interactions des dislocations avec des boucles de dislocations, dites d'interstitiels (*Hobbs, 1973, 1976*). Dans des cas extrêmes d'irradiation, l'échantillon peut littéralement exploser sous une charge mécanique, du fait de la formation de sodium métallique et d'inclusions de gaz  $\text{Cl}_2$ . Il y a par contre une littérature importante en physique sur les mécanismes de formation et les densités de défauts liés à la dose d'irradiation, ainsi que sur les procédures de restauration par recuit. N'ayant pas encore de machine prévue pour chauffer l'échantillon *in situ*, nous avons choisi un protocole qui alterne les scans RX, les recuits de restauration (300°C, 30 mn) et les essais mécaniques. Cette procédure donne de bons résultats préliminaires, mais a le désavantage d'imposer de décharger l'échantillon avant imagerie, en risquant de modifier les conditions

aux limites de chargement par étape. La Figure 2.IV montre une courbe de chargement d'un échantillon déformé en trois étapes et « restauré » entre les scans RX. Le recuit a aussi un effet sur l'écroutissage, car il facilite l'entrée en plasticité et il y a une relativement longue étape transitoire (env. 1% de déformation) avant de retrouver le niveau de chargement du stade de déformation précédent. Néanmoins, en laissant cumuler env. 2 % de raccourcissement par étape on finit par retrouver une courbe globale à peu près comparable à celle d'un échantillon déformé à froid.

Les mesures de champs 3D suivent la même logique que pour les mesures 2D, mais en utilisant des algorithmes généralisant les procédures CIN-2D pour appairer des domaines de corrélation volumiques. La taille de ces derniers, celle des domaines d'intégration pour le calcul des déformations, ainsi que la base de mesure, sont choisies en fonction de la distribution spatiale des marqueurs de Cu. Les Figures 3.IV et 4.IV montrent les premiers résultats de champs de déformation équivalente (Von Mises) en 3D obtenus sur des échantillons de 4 à 5 mm de large, avec une distribution semi-homogène à homogène de marqueurs de Cu et grains intermédiaires à fins, respectivement.

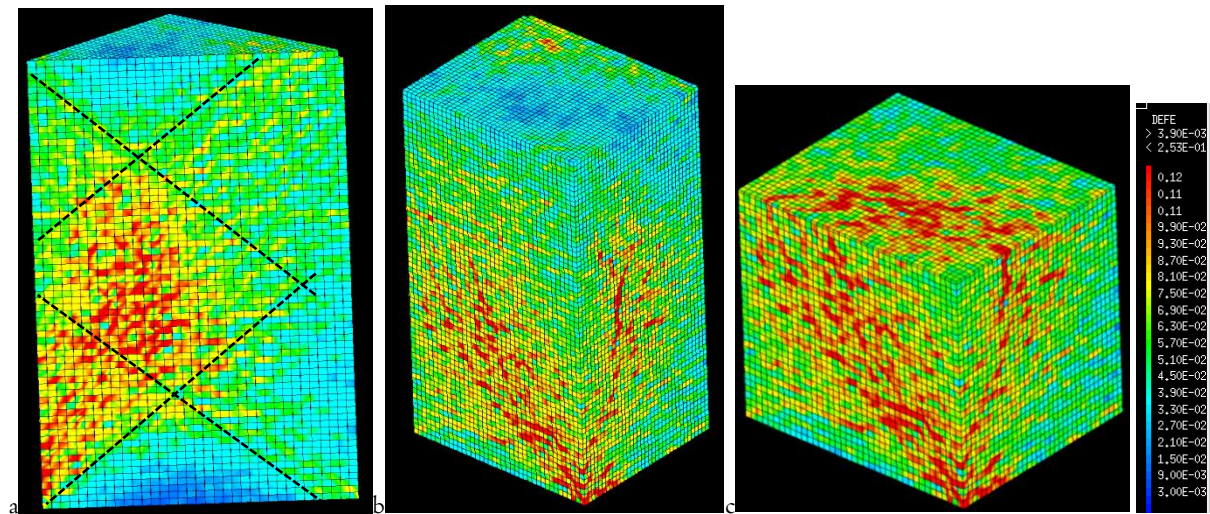


Figure 4.IV :). a) Ech de 4 mm de côté à grains fins (20-80  $\mu\text{m}$ ) et Cu distribué. a, b, c : Cartes 3D de la déformation équivalente Von Mises finale à 5% raccourcissement. Base de mesure: 100  $\mu\text{m}$ . a : Coupe longitudinale-diagonale. b : Surfaces extérieure correspondant à (a). c : coupe transverse à mi-hauteur. L'échantillon a été chargé de manière inhomogène, avec un effet de cisaillement qui a intensifié une bande de cisaillement macroscopique par rapport à sa conjuguée.

Les résultats actuels, certes nécessitent d'être raffinés, mais ils montrent déjà que l'organisation à deux échelles (microstructure et échantillon) du champ de déformation en surface est comparable à celle en volume. Ces résultats sont une véritable première. Ils vont dans le sens de la représentativité des observations surfaciques. Le champ de déformation plastique à la résolution actuelle des mesures (de l'ordre de la taille de grains) ne semble pas particulièrement affecté par la présence d'une surface libre. Cette observation est capitale car elle montre que les observations 2D, relativement rapides à effectuer et très précises dans le détail du champ local fourni, sont suffisamment représentatives des phénomènes viscoplastiques au cœur du matériau.

Ces premiers résultats sont entrain de se préciser grace aux -études systématiques que je mène actuellement et celles à venir. Elles restent basées sur la même méthodologie générale qui a prouvé son efficacité. Nous nous focalisons : i) sur l'amélioration du marquage afin d'augmenter la résolution des champs de déplacement ; ii) sur des essais combinés 2D/3D, en réalisant des mesures optiques, MEB et MCT sur les mêmes échantillons ; iii) sur le développement de la presse *in situ* avec chauffage interne, permettant la restauration des dégâts d'irradiation et la déformation à chaud. Pour ce dernier point, l'idée d'atteindre des hautes températures (800°C) est à l'étude, dans l'optique d'appliquer nos méthodes à des classes de matériaux métalliques et oxydes, comme le MgO.

## V.I.2 Microstructures cristallographiques 3D du NaCl polycristallin

Le calcul d'un champ de déformation viscoplastique par éléments finis se réalise en générale sur la base d'une microstructure 2D observée et caractérisée par EBSD, mais nécessite un maillage de microstructure 3D sous-jacente fictive. Il a été démontré que le champ de déformation obtenu dépend fortement du type de construction de microstructure choisi (*Héripré, 2006*). La reconstruction peut être une simple extrusion colonnaire (approche faite pour le tri-cristal au chapitre III), mais l'épaisseur de la tranche et l'inclinaison des interfaces par rapport à la surface d'observation ont des influences notables (*Héripré, 2006 ; Raphanel et al., 2015*). Dans le meilleurs des cas, la microstructure de surface est prolongée par une microstructure dite « réaliste », reconstruite numériquement par une technique de pavage de Voronoï (*Héripré, 2006 ; Héripré et al., 2007 ; St-Pierre et al., 2008 ; Gerard et al., 2009a,b*).

Une approche alternative expérimentale consiste à cartographier la microstructure 3D réelle par une technique de reconstruction à partir de données de diffraction locales. La technique 3DXRD développée par *Poulsen et al. (2004)* permet ce type de reconstruction, mais ne permet pas d'identifier la présence de porosité et de fractures. Une technique plus récente appelée DCT (diffraction contrast tomography) a connu un rapide essor au cours des dernières années (*King et al., 2008 ; 2013 ; Ludwig et al., 2009 ; 2011*). Cette technique utilise un faisceau monochromatique et permet simultanément l'acquisition du faisceau transmis et diffracté. Elle permet donc d'obtenir par reconstruction algébrique la morphologie des grains et leurs orientations cristallographiques au sein d'échantillons millimétriques à centimétriques, ainsi qu'une reconstruction en contraste d'absorption. Le temps caractéristique de scan est de quelques minutes à plusieurs heures (selon les caractéristiques du faisceau). L'acquisition se fait sur une révolution complète de  $360^\circ$  par pas de  $0.05-0.1^\circ$  et fournit entre 7200 - 3600 images.

Nous avons débuté une collaboration avec *Wolfgang Ludwig* afin de caractériser en 3D la microstructure cristallographique complète d'échantillons de NaCl (décorés au Cu, Figures 5.IV). Il s'agit de pouvoir à terme calculer les champs de déformation 3D sur la base de ces microstructures réelles afin de les confronter aux mesures de champs cinématiques 3D. Un des intérêts spécifiques de la technique consiste dans le fait qu'elle permet d'obtenir simultanément les clichés de diffraction et ceux en absorptions, ce qui donne la possibilité de mesurer simultanément les orientations cristallographiques des grains et les champs cinématiques sur le même échantillon au cours des étapes de déformation. Enfin, la DCT est particulièrement bien adaptée pour les mesures de faibles désorientations cristallines et donc de fournir les informations nécessaires à caractériser la rotation cristalline due à la déformation plastique et la formation de sous grains pour des essais à chaud. Les algorithmes de reconstruction habituels sont en cours de développement pour permettre le traitement d'une distribution d'orientations par grain. le problème de reconstruction est alors à six dimensions. Les premiers résultats de cette collaboration viennent d'être acceptés pour publication (*Vigano et al., 2015, Fig. 5.IV*).

Un défis auquel je suis actuellement confronté est de pouvoir rectifier des échantillons suffisamment petits, mais mécaniquement parlant viables pour des essais de déformation. Un compromis entre la taille d'échantillon et la taille de grains doit être adopté pour satisfaire aux exigences antagonistes des analyses par DCT et des mesures de champs par MCT-DIC. Pour des raisons de rendement acceptable du point de vue de la qualité/rapidité de l'imagerie et du post-traitement, la reconstruction cristallographique par DCT impose d'analyser des volumes contenant moins de 1000 grains. Typiquement, avec des grains de l'ordre de  $100\ \mu\text{m}$  le volume d'analyse ne doit pas dépasser  $1\ \text{mm}^3$ , ce qui fait des éprouvettes de seulement  $1\ \text{mm}$  de large. Je travaille encore pour que de tels échantillons puissent contenir des marqueurs cinématiques suffisamment bien distribués et avoir une tenue mécanique suffisante pour permettre de cumuler plusieurs % de raccourcissement. Là encore, l'application de la méthode est à étendre à des classes de matériaux métalliques et oxydes, comme le MgO.



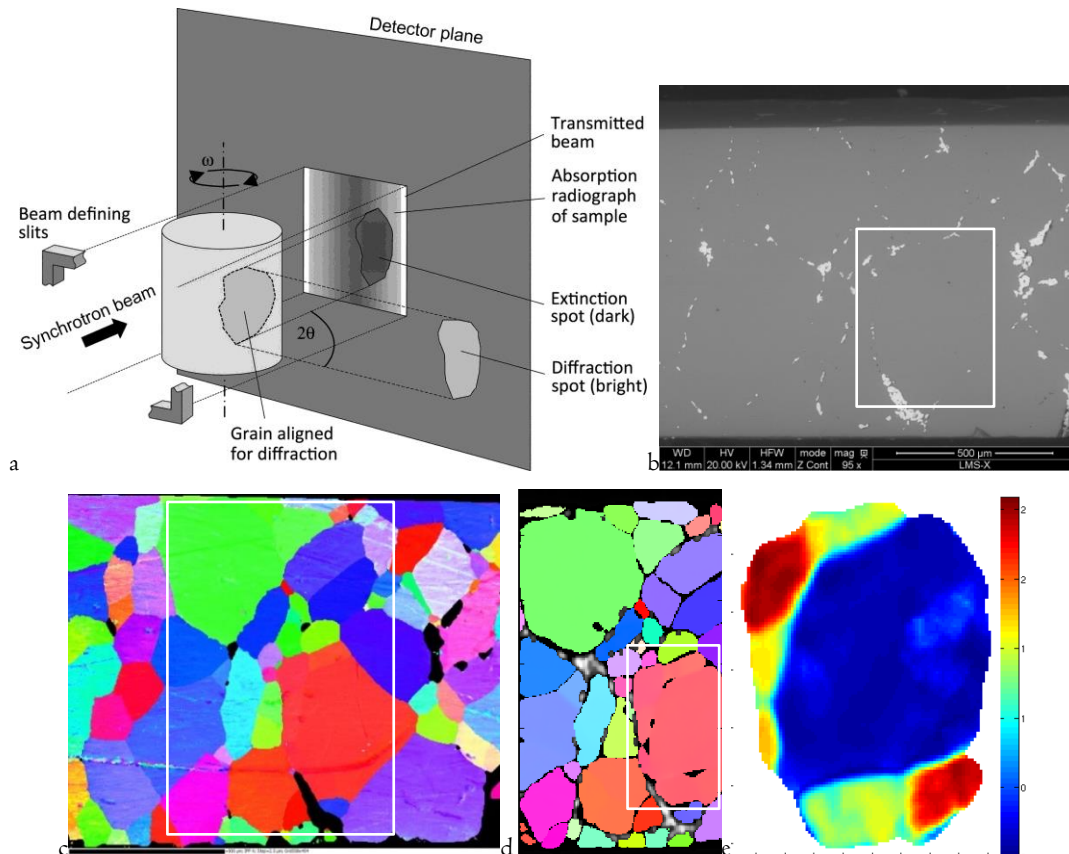


Figure 5.IV :). a) Principe DCT (Ludwig et al., 2009). b) Cliché MEB (électrons rétrodiffusés) d'un échantillon de 1 mm de large de NaCl marqué au Cu (ségrégué aux interfaces). c) Carte EBSD et encadré de la zone analysée par DCT. Taille de grains < 300  $\mu\text{m}$ . d) Reconstruction DCT à quelques dizaines de micromètres sous la surface et encadré d'un agrégat de grains à faible désorientation. e) carte des désorientations en degrés des grains de l'agrégat en (d).

### V.1.3 Mesures de contraintes locales *in situ*

La technique de diffraction RX est de plus en plus couramment utilisée pour des mesures de contraintes *in situ*. En sciences de la Terre, les techniques expérimentales de déformation à très haute pression en assemblage D-DIA combinent radiographie RX (contraste en absorption) et diffraction pour extraire déformation axiale globale et contraintes élastiques (moyennes) supportées par les réseaux cristallographiques de l'agrégat.

Les techniques de diffraction 3DXRD et DCT permettent d'obtenir les tenseurs de déformation élastiques complets par grain (Ludwig et al., 2009). La mesure de contraintes élastiques locales est en parfaite cohérence avec notre objectif de caractériser des champs mécaniques complets, afin d'associer aux champs de déformation des champs de contraintes avec une résolution de l'ordre du micromètre. Cette étape nécessite bien entendu de pouvoir réaliser les mesures sous contrainte, et donc de finaliser la machine *in situ* MCT avec four (pour prévenir la formation de défauts d'irradiation).

## V.2 MEB *in situ* d'oxydes et silicates

### Exemple de l'Alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ alpha, système hexagonal)

La technique de mesures de champs avec discontinuités cinématiques aux interfaces des grains est opérationnelle. Je suis sur le point de débuter un projet (thèse financée par EDF) pour réaliser des essais *in situ* MEB à haute température sur des aciers et alliages base-Nickel (matériaux de structures de cœur de réacteur nucléaire), précisément axé sur la caractérisation du glissement aux joints de grains. Je

suis aussi en cours d'essais *in situ* sur de l'alumine à grains ultrafins ( $< 300$  nm, Fig. 7.IV) de fabrication sol-gel (financements Saint Gobain). En parallèle de ces projets, nous nous intéresserons à nouveau aux silicates, pour lesquels j'ai mesuré le comportement rhéologique en lien avec le glissement aux interfaces. Ce type d'essais nécessite des températures bien plus hautes que celles habituellement atteintes. L'équipement doit pouvoir atteindre  $800-900^{\circ}\text{C}$  pour les métaux,  $> 1000^{\circ}\text{C}$  pour les silicates et  $1100 >$  pour l'alumine. C'est pourquoi, je continue de développer des fours *in situ* MEB, comme montré en Figure 6.IV.

Les essais in-situ MEB posent des problèmes pour atteindre de hautes températures de manière homogène. Habituellement, le chauffage des éprouvettes est réalisé par conduction (platinas chauffantes). La convection étant très limitée (mode environnemental), la configuration pour essais mécaniques nous impose un chauffage quasi-exclusivement radiatif, qui n'a pas permis d'atteindre les performances obtenues ex-situ. Un nouveau four (double enroulement) à chauffage par conduction est en cours de réalisation, avec l'objectif d'atteindre  $1200^{\circ}\text{C}$ .

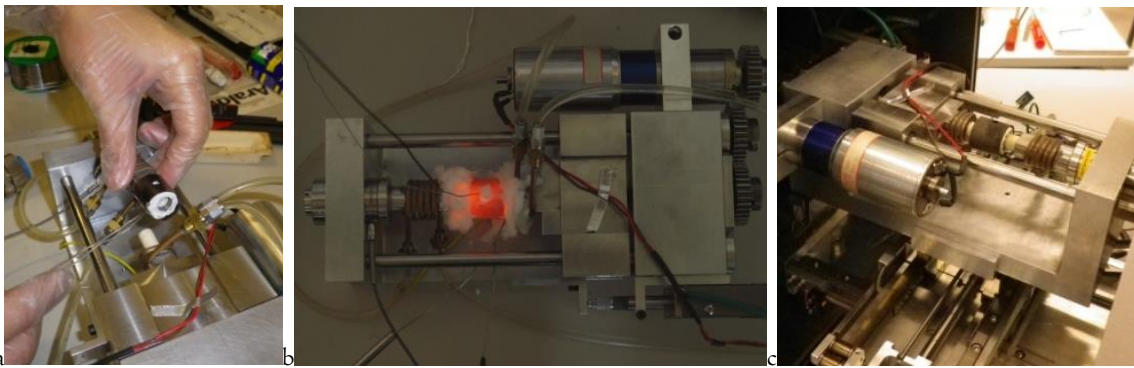


Figure 6.IV :). a : montage d'un four  $1000^{\circ}\text{C}$  sur machine d'essais in-situ MEB. b : Test ex-situ du four :  $T_{\text{max}}$  atteinte  $1050^{\circ}\text{C}$ . c : Montage dans le MEB du four pour test in-situ sur alumine à grains ultrafins.

Si la microstructure présente des grains fins et équants et que le système cristallographique est hautement anisotrope, comme c'est le cas de l'alumine alpha à structure hexagonale, le glissement aux interfaces à haute température peut devenir dominant. C'est ce que nous avons récemment mis en évidence sur l'alumine de fabrication « sol-gel », qui se caractérise par des grains entre  $50$  et  $300$  nm (Fig. 7.IV). Les essais à  $T > 1000^{\circ}\text{C}$  étant encore impossibles *in situ* MEB, l'alumine « sol-gel » a été déformée en fluage *ex situ* à  $1200^{\circ}\text{C}$  avec imagerie avant et après chaque étape. Nous venons de mettre en évidence la dominance du glissement d'interfaces, avec une faible contribution locale de glissement cristallin basal dans les plus gros grains. La carte de déformation équivalente (Fig. 7.IV) présente des fluctuations locales qui s'établissent sur des longueurs caractéristiques de quelques grains, en accord avec nos précédents résultats sur le sel gemme. Le caractère relativement homogène de la déformation à l'échelle mésoscopique indique un comportement de type superplastique basé sur le glissement aux interfaces, ce qui est aussi suggéré par la rhéologie macroscopique du matériau et l'observation des évolutions des microstructures locales à fort grossissement (Fig. 7.IV).

L'évolution des microstructures indique la migration d'interfaces, le développement de topographie locale et le glissement relatif de grains. Ces observations confirment le caractère prédominant des mécanismes d'interface et de transport diffusif de matière dans le comportement en fluage du matériau. Ces mécanismes assurent un écoulement macro-homogène et stationnaire de type superplastique, sans durcissement ou adoucissement et sans localisation à l'échelle du VER (volume élémentaire représentatif) ou de l'échantillon, ce qui retarde l'endommagement. Néanmoins, sans observations directes *in situ* il est difficile de faire la part entre l'évolution de microstructure sous l'effet du grossissement de taille de grains et le glissement d'interfaces.

Deux défis sont à relever dans ces projets : i) développer des équipements de fours plus performants ; ii) assurer le marquage local d'interfaces. Pour cette deuxième partie, nous développons la micro/nano-lithographie électronique et la gravure au FIB.

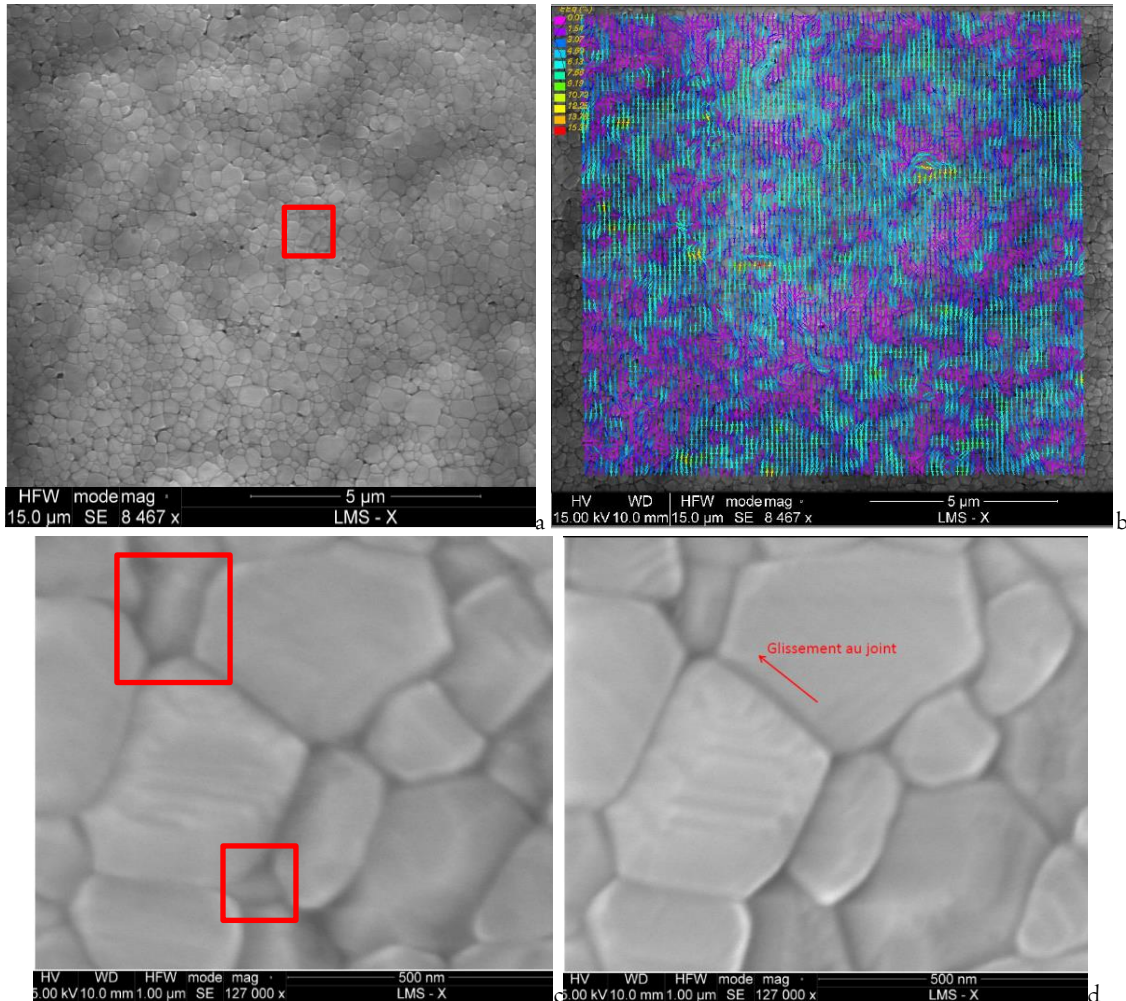


Figure 7.IV : a) . a) : Microstructure d'alumine nanométrique sol-gel. b) : Développement du champ de déformation équivalente (second invariant du tenseur plan) pour une étape de 2 % de raccourcissement macroscopique à 1200°C et 15 MPa. Agrandissement (cadre rouge) et démonstration du glissement des grains dans le plan et hors plan (disparition de grains sous la surface). La mesure CIN est impossible par manque de contrastes locaux et du fait d'une évolution de la microstructure (migration d'interfaces).

### V.3 Modélisation du glissement d'interface

Dans le chapitre II et III j'ai démontré par indicateurs indirects (observations à posteriori) et par observations *in situ* la réalité du glissement aux joints de grains, soit en tant que mécanisme dominant, soit en tant que mécanisme accommodant. Dans les deux cas, il est nécessaire de pouvoir le modéliser à l'échelle du mécanisme opérationnel et d'en tenir compte dans l'élaboration des lois constitutives microphysiques (par opposition aux lois phénoménologiques de comportement macroscopique). Plusieurs pistes peuvent être explorées.

#### Glissement frictionnel/visqueux

Dans le cas du NaCl à température ambiante, le glissement est de type endommageant et frictionnel. L'approche la plus simple est d'implémenter dans le modèle aux éléments finis des éléments cohésifs d'interface. Ce type d'approche est déjà bien développé en mécanique de la rupture et en modélisation de l'endommagement des matériaux polycristallins (*Needleman and Rice, 1980; Needleman, 1990; Chaboche et al., 2001*). On peut citer en particulier le modèle viscoplastique-endommageant DOS (damage-open-slide), basé sur la décohésion et le glissement d'interfaces avec un critère d'endommagement exprimé en fonction des modules élastiques en compression et en cisaillement

(Musienko and Cailletaud, 2009, Cailletaud et al., 2003). Nous avons réalisé quelques tentatives grâce au code Zset (Zebulon, développé au CdM, Centre des Matériaux de Ecole des Mines et à l'Onéra) sur une microstructure « extrudée » à partir des données de surface. Le maillage des zones d'interface comprend des éléments dits cohésifs, Leur comportement est basé sur un critère d'endommagement et de rupture. Ces éléments permettent d'introduire des discontinuités dans le maillage et donc de prendre en compte la décohéssion/rupture, la propagation de fissures et l'ouverture aux interfaces. Une simulation élasto-viscoplastique préliminaire réalisée au CdM a permis de confronter la réponse macroscopique (courbe de chargement) avec et sans prise en compte de zones cohésives aux interfaces. L'introduction d'éléments cohésifs permet au calcul d'approximer mieux les données expérimentales. Mais, dans cette approche préliminaire le calcul a rapidement divergé et la déformation axiale atteinte est restée très faible (1%). Parmi les questions à régler il y a notamment des problèmes de superposition d'éléments d'interface qui interviennent suite à la rotation de certains grains. Le critère d'endommagement des interfaces du NaCl reste également à définir, ce qui nécessite soit des essais spécifiquement dédiés sur bi-cristaux, soit une approche locale d'identification de lois de comportement sur la base de cartes de déformation expérimentales et de simulation numérique EF.

Dans un tout autre cas de figure, mais avec modélisation comparable, le comportement des éléments attribués aux interfaces peut être décrit par une loi de type écoulement visqueux isotrope. Plusieurs auteurs indiquent la nécessité de prendre en compte ce type de comportement des interfaces pour les matériaux plastiquement anisotropes comprenant peu de systèmes de glissement. *Castelnau et al. (2010)* montrent que la modélisation numérique de l'écoulement plastique homogène de l'olivine polycristalline nécessite l'introduction de systèmes de glissement « fictifs » pour palier à la déficience de systèmes de glissements équivalents et indépendants. Ils reconnaissent, cependant, qu'une piste comme celle que nous envisageons, avec un glissement d'interfaces accommodé par diffusion, serait plus réaliste.

#### V.4 L'autre *in situ*

Comme déjà mentionné dans le chapitre II, la représentativité des comportements mécaniques aux interfaces observés en laboratoire, avec en particulier le glissement/migration et le transport intergranulaire, sont au cœur des questions que nous nous posons dans le but de l'extrapoler aux conditions naturelles. En ce qui concerne le NaCl, beaucoup d'études expérimentales et naturalistes mettent en avant l'importance des interfaces et de la présence de fluides sur le comportement macroscopique à long terme et sous faibles contraintes et vitesses.

Etudier le fluage des silicates à des vitesses en dessous de  $10^{-9} \text{ s}^{-1}$  n'est évidemment pas pensable. C'est par contre possible pour le NaCl et c'est même une suite logique à nos travaux en laboratoire. Il se fait que le LMS est le seul laboratoire au monde ayant mesuré des vitesses de fluage du sel gemme de l'ordre de  $10^{-12} \text{ s}^{-1}$ . Nous avons d'ailleurs sur ce sujet une collaboration en cours avec *Patrick Cordier* de l'UMET (Université de Lille I).

Des vitesses de déformation aussi lentes que  $10^{-12} \text{ s}^{-1}$  n'ont jamais été observées pendant une durée significative au laboratoire. Pourtant ces vitesses sont typiquement celles qui sont en œuvre lors de processus géologiques et on les rencontre aussi au voisinage des ouvrages souterrains comme les cavernes utilisées pour le stockage des hydrocarbures. Il est suspecté que les mécanismes de déformation actifs à de telles vitesses ne sont pas les mêmes que ceux associés aux vitesses de déformation couramment observées au laboratoire ( $10^{-8} \text{ s}^{-1}$ - $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), de sorte que les lois rhéologiques établies dans le domaine de contraintes 5 - 20 MPa risquent de ne pouvoir être extrapolées à des contraintes déviatoriques plus faibles. L'absence de données expérimentales tient principalement au fait que lorsque la vitesse de déformation de fluage est de l'ordre de  $10^{-12} \text{ s}^{-1}$  les déformations thermoélastiques engendrées par les inévitables petites fluctuations erratiques de la température dans la salle d'essais sont plus importantes que la grandeur mesurée et masquent la déformation due au fluage.

Pouvoir mesurer de très faibles vitesses nous réalisons des essais de fluage dans une galerie minière inexplorée, éloignée du circuit de ventilation (*Bérest et al., 2012*). Dans cette galerie les fluctuations journalières de température sont inférieures au 1/100 °C. Des essais préliminaires de fluage



multi-paliers de plusieurs années (depuis 2011) sont en cours sur différents types de matériau de sel. On a pu montrer que, pour des chargements de 0,1-0,3 MPa, des vitesses stationnaires de l'ordre de  $10^{-12}$  s<sup>-1</sup> étaient atteintes après quelques mois.

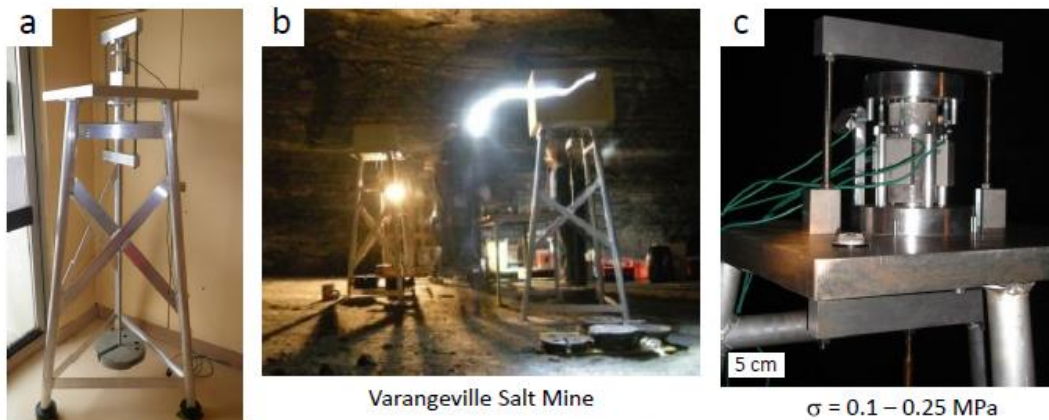


Figure 8.IV a : Dispositif du bâtis de fluage en cours d'instrumentation (pose capteurs de déplacement). La charge (disque gris de masse calibrée) est appliquée uniformément par un système pendulaire. b) Mise en place de bâtis dans une galerie inexploitée de la mine de Varangeville. c) Détail du plateau de chargement, de l'échantillon et des capteurs de déplacement.

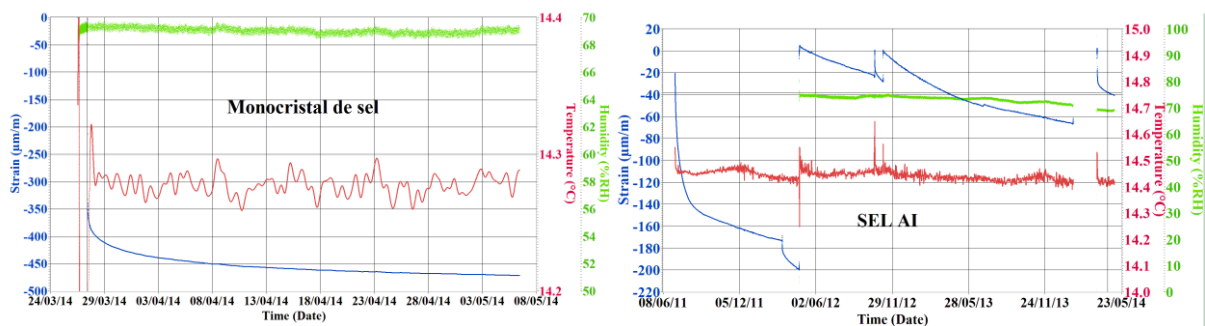


Figure 9.IV a : Déformation au cours du temps de fluage pour un monocrystal orienté en glissement facile double (chargé sous 0.2 MPa selon (001)). b : Déformation au cours du temps de fluage pour un sel gemme naturel (Avery Island) chargé par paliers entre 0.1 et 0.3 MPa. Le sel naturel et le monocrystal flue à environ  $10^{-12}$  et  $10^{-13}$  s<sup>-1</sup>, respectivement.

Pour des déviateurs de l'ordre de 0.1 – 0.3 MPa, le sel Naturel (Avery Island, USA, grains de l'ordre de quelques mm) flue à environ  $10^{-12}$  s<sup>-1</sup>. Du sel synthétique fabriqué au LMS, comme celui décrit dans le chapitre III (grains de l'ordre de 300  $\mu\text{m}$ ) flue à environ  $10^{-11}$  s<sup>-1</sup> (Bérest et al., 2012). Le monocrystal pur (LMS, Picard et al., 2015) flue à environ  $10^{-13}$  s<sup>-1</sup>. Ces vitesses sont supérieures de plusieurs ordres de grandeur à celles attendues par simple extrapolation des données de laboratoire, décrites par une loi de puissance. Ce fait qui indique soit un changement de mécanisme aux faibles vitesses/contraintes, soit que la formulation mathématique usuelle ne permet simplement pas de rendre compte d'un même mécanisme sur une large gamme de variables. Ainsi, les résultats préliminaires indiquent une possible influence de la présence des interfaces (et peut être de mécanismes diffusifs), sans exclure pour autant un mécanisme particulier de plasticité cristalline aux faibles contraintes. Une étude des microstructures de dislocations en MET (à l'UMET) permettrait de mieux comprendre cet aspect. D'un *in situ* à l'autre, je poursuis mon voyage au bout du fluage...

Fin



## Références

- Afonso, J.C and Ranalli, G. (2004), Crustal and mantle strengths in continental lithosphere: is the jelly sandwich model obsolete? *Tectonophysics*, 394 (2004) 221- 232.
- Aines, RD and Rossman GR (1984), Water in minerals? A peak in the infrared. *Journal of Geophysical Research* 89, 4059-4072.
- Aines, R.D., Kirby S.H. and Rossman G.R. (1984), Hydrogen speciation in synthetic quartz. *Physics and Chemistry of Minerals* 11, 204-212.
- Aines, R.D. and Rossman G.R. (1985), The high temperature behavior of trace hydrous components in silicate minerals. *American Mineralogist* 70, 1169-1179.
- Allais, L., Bornert M., Bretheau T. and Caldemaison D., (1994), Experimental characterisation of the local strain field in a heterogeneous elastoplastic material, *Acta. Metall. Mater*, 42.
- Arbaret, L., A Fernandez, J Ježek, B Ildefonse, and P Launeau, H Diot (2000), Analogue and numerical modelling of shape fabrics: application to strain and flow determination in magmas. *Geological Society of America Special Papers* 350, 97-109.
- Arbaret, L., N.S. Mancktelow, J.P. Burg (2001), Effect of shape and orientation on rigid particle rotation and matrix deformation in simple shear flow. *Journal of Structural Geology* 23 (1), 113-125.
- Arbaret, L., M. Bystricky, and R. Champallier (2007), Microstructures and rheology of hydrous synthetic magmatic suspensions deformed in torsion at high pressure. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* (1978–2012) 112 (B10).
- Arbaret, L. and J.P. Burg (2003), Complex flow in lowest crustal, anastomosing mylonites: Strain gradients in a Kohistan gabbro, northern Pakistan, *Journal of Geophysical Research* 108 (B10), 2467.
- Arieli, A., and A. K. Mukherjee (1980), A model for the rate-controlling mechanism in superplasticity, *Mater. Sci. Eng.*, 45, 61-70.
- Arzi, A. (1978), Critical phenomena in the rheology of partially melted rocks. *Tectonophysics*, 44, 173-184.
- Ashby, M. F., and R. A. Verrall (1973), Diffusion accommodated flow and superplasticity, *Acta Metall.*, 21, 149-163.
- Ashby, M.F. (1972), Boundary defects and atomistic aspects of grain boundary sliding and diffusional creep. *Surf. Sci.*, 31, 498-542.
- Ave Lallement, H.G. (1978), Experimental deformation of diopside and websterite, *Tectonophysics*, 48, 1-27.
- Ave Lallement, H.G. and Carter, N.L. (1970), Syntectonic recrystallization of olivine and modes of flow in the upper mantle. *Geol. Soc. Am. Bull.*, 81: 2203-2220.
- Bai, Q., and D.L. Kohlstedt (1992a), High-temperature creep of olivine single crystals 2, Dislocation microstructures, *Tectonophysics*, 206, 1-29.
- Bai, Q., and D .L. Kohlstedt (1992b) Substantial hydrogen solubility in olivine and implications for water storage in the mantle. *Nature*, 357, 672-674.
- Bai, Q., S.J. Mackwell and D.L.Kohlstedt (1991), High-temperature creep of olivine single crystals, 1, Mechanical results for buffered samples. *J. Geophys. Res.*, 96, 2441-2463.
- Barreiro, J. G., Lonardelli, I., Wenk, H. R., Dresen, G. Rybacki, et al. (2007), Preferred orientation of anorthite deformed experimentally in Newtonian creep. *Earth and Planetary Science Letters*, 264, 1-2, 188-207.
- Bataille A., Crampon J. and Duclos R. (1999), Upgrading super plastic deformation performance of fine-grained alumina by graphite particles. *Ceramics Int.*, 25, 215-222.
- Bataille A. and Crampon J. (2003), Investigation and simulation of hot forming of alumina based materials. *J. Mater. Sci.*, 38, 3245-3248.
- Baudelet, B., Suery, M. and Eberhardt, A. (1975), Le glissement aux joints et les mécanismes accommodateurs. *J. Physique, Supl. n°10*, Vol. 36, Colloquium C4, 281-289.
- Beaumont, C., R. A. Jamieson, M. H. Nguyen, and B. Lee (2001), Himalayan tectonics explained by extrusion of a low-viscosity channel coupled to focused surface denudation, *Nature*, 414, 738-42.

- Beaumont, C., R. A. Jamieson, M. H. Nguyen, and S. Medvedev (2004), Crustal channel flows: I. Numerical models with applications to the tectonics of the Himalayan-Tibetan orogeny. *J. Geophys. Res.* Vol. 109, B06406.
- Behr, W.M. and Platt, J.P. (2011), A naturally constrained stress profile through the middle crust in an extensional terrane. *Earth and Planetary Science Letters*. doi:10.1016/j.epsl.2010.11.044.
- Behrmann, J.H. (1985), Crystal plasticity and superplasticity in quartzite: a natural example. *Tectonophysics*, 115, 101-129.
- Behrman, J.H. and Mainprice, D. (1987), Deformation mechanisms in a high-temperature quartz-feldspar mylonite: evidence for superplastic flow in the lower continental crust. *Tectonophysics*, 140, 297-305.
- Bell D.R. and Rossman G.R. (1992), Water in the earth's mantle; the role of nominally anhydrous minerals. *Science*, 255, 1391-1397.
- Beran, A., (1987), OH groups in nominally anhydrous framework structures: an infrared spectroscopic investigation of Danburite and Labradorite. *Physics and Chemistry of Minerals*, Vol. 14, 441-445.
- Bercovici, D., Y. Ricard, and G. Schubert (2001), A two-phase model of compaction and damage: I. General theory. *J. Geophys. Res.*, 106, 8887-8906.
- Bercovici, D., and Y. Ricard (2003), Energetics of a two-phase model of lithospheric damage, shear localization and plate-boundary formation, *Geophys. J. Int.* 152, 581-596.
- Bérest, P. ; J.F. Béraud, M. Bourcier, A. Dimanov, H. Gharbi et al. (2012). Very slow creep tests on rock samples. Mechanical behavior of salt VII. Eds: P. Bérest, M. Ghoreychi, F. Hadj-Hassen, M. Tijani. CRC Press. Balkema.
- Bird, P. (1978), Initiation of intracontinental subduction in the Himalaya. *J. Geophys. Res.*, 83, 4975-4987.
- Bird, P. (1991), Lateral extrusion of lower crust from under high topography, in the isostatic limit. *J. Geophys. Res.*, 96, 10,275-10,286.
- Blacic, J.D. (1971), Hydrolitic weakening of quartz and olivine. Ph.D. thesis, Univ. California, Los Angeles, Calif., 205 pp.
- Blacic, J.D. and Christie, J.M. (1984), Plasticity and hydrolytic weakening of quartz single crystals. *J. Geophys. Res.* 89, 4223-4239.
- Blum W. and Maier W. (1999), Harper–Dorn Creep - a Myth? *Phys. Stat. Sol. (a)* 171, 467.
- Boland, J.N. and T.E. Tullis (1986), Deformation behavior of wet and dry clinopyroxenite in the brittle to ductile transition region, in *Mineral and Rock Deformation: Laboratory Studies*, the Paterson Volume, *Geophys. Monogr. Ser.*, vol. 36, Eds. B.E. Hobbs and H.C. Heard, p. 35-49, AGU, Washington D.C.
- Borch, R.S. and Green, H.W. II (1989), Deformation of peridotite at high pressure in a new molten salt cell: comparison of traditional and homologous temperature treatments. *Phys. Earth Planet. Inter.*, 55: 269-276
- Borg, I.Y. and Heard, H.C. (1969), Mechanical twinning and slip in experimentally deformed plagioclase. *Cont. Mineral. Petrol.*, 23, 128-135.
- Borg, I.Y. and Heard, H.C. (1970), Experimental deformation of plagioclases. In Paulitsch (Editor) *Experimental and Natural Rock Deformation*. Springer, New York, pp. 375-403.
- Bornert, M., J.J. Orteu, and S. Roux (2011), Corrélation d'images. In: *Mesures de champs et identification*, M. Grédiac, and F. Hild. Eds., Hermes Science, Chap. 6, 175-208.
- Bornert, M., Chaix, J.M., Doumalin, P., Dupré, J.C., Fournel, T. et al., (2004), Mesure tridimensionnelle de champs cinématiques par imagerie volumique pour l'analyse des matériaux et des structures. *Instrum. Mesure Métrologie* 4, 43-88
- Bornert, M., Brémand, F., Doumalin, P., Dupré, J.-C., Fazzini et al., (2009), Assessment of digital image correlation measurement errors: methodology and results. *Exp. Mech.* 49 (3), 353-370.
- Bornert, M., Valès, F., Gharbi, H., Nguyen Minh, D. (2010), Multiscale full-field strain measurements for micromechanical behaviour of clayey rocks. *Strain* 46 (1), 33-46.

- Boudier, F., A. Nicolas, B. Ildefonse (1996), Magma chambers in the Oman ophiolite: fed from the top and the bottom Earth Planet. Sci. Lett., 144 (1), 239-250.
- Boullier A.M. and Y. Gueguen (1975), Origin of some mylonites by super plastic flow, Contrib. Mineral. Petrol., 50, 93-104.
- Boullier A.M. (1980), Preliminary study on the behavior of brittle minerals in a ductile matrix: examples of zircon and feldspar. J. Struct. Geol., 2; 211-217.
- Bourcier, M., Dimanov, A. Bornert, M., Héripré, E. and Raphanel, J. (2013), Grain boundary sliding and crystal plasticity in halite. J. Geophys. Res. Vol. 118(2), 511-526 DOI: 10.1002/jgrb.50065
- Bourcier, M., A. Dimanov, E. Héripré, J.L. Raphanel, M. Bornert and G. Desbois (2011), Full field investigation of plastic deformation of halite at room temperature: co-operation of crystal plasticity and grain sliding. Mechanical behavior of salt VII. Eds: P. Bérest, M. Ghoreychi, F. Hadj-Hassen, M. Tijani. CRC Press. Balkema.
- Bourcier, M. (2012), Etude multi-échelle des mécanismes de déformation ductile de polycristaux synthétiques de chlorure de sodium. Thèse de L'École Polytechnique, Palaiseau.
- Brace, W.F. and Kohlstedt, D.L. (1980), Limits on Lithospheric Stress Imposed by Laboratory Experiments, J. Geophys. Res., 85, 6248-6252.
- Bruhn, D., D.L. Kohlstedt, and K.-H. Lee (2005), The effect of grain size and melt distributions on the rheology of partially molten olivine aggregates, in High Strain Zones: Structure and Physical Properties, eds. D. Bruhn and L. Burlini, Geological Society, London, Special Publications, vol. 245, 291-302.
- Byerlee, J. (1978), Friction of rocks. Pure and Applied Geophysics Pure Appl. Geophys., 116, 615-626.
- Bystricky, M., Kuntze, K., Burlini, L., Burg, J.-P., (2000), High shear strain of olivine aggregates: geological and seismic consequences. Science, 290, 1564-1567.
- Bulau, J. R., H. S. Waff, J. A. Tyburczy (1979), Mechanical and thermodynamic constraints on fluid distribution in partial melts, J. Geophys. Res., 84, 6102-6108.
- Bürgmann, R. and Dresen, G. (2008) Rheology of the Lower Crust and Upper Mantle: Evidence from Rock Mechanics, Geodesy, and Field Observations. Annu. Rev. Earth Planet. Sci., 36, 531-567.
- Burov, E.B. and Diament, M. (1995), The effective elastic thickness ( $T_e$ ) of continental lithosphere: what does it really mean? J. Geophys. Res., 100, 3895-3904.
- Burov, E. and M. Diament (1996), Isostasy, equivalent elastic thickness, and inelastic rheology of continents and oceans. Geology, vol. 24(5), 419-422.
- Burov, E. and A. Poliakov (2001). Erosion and rheology controls on synrift and postrift evolution: Verifying old and new ideas using a fully coupled numerical model. Journal of Geophysical Research, v. 106, 16,461-416,481.
- Burov, E. (2003), The upper crust is softer than dry quartzite. Tectonophysics, 361, 321-326
- Burov, E. and Watts, A.B. (2006), The long-term strength of continental lithosphere: “jelly-sandwich” or “crème-brûlée”? GSA Today, 16, 4-10.
- Burov, E., François, T., Yamato, P. and Wolf, S. (2014), Advances and challenges in geotectonic modelling. Bull. Soc. Géol. Fr., 2014, 185(3), 147-168.
- Bussod, G.Y. and Christie, J.M. (1991), Textural development and melt topology in spinel lherzolite experimentally deformed at hypersolidus conditions. J. Petrol. Spec. Lherzolite Issue, 17-39.
- Caillard, D., and J. L. Martin (1983), Microstructure of aluminium during creep at intermediate temperature, 3: The rate controlling process. Acta Metall., 31, 813-825.
- Caillard, D. and J.L. Martin (2003), Thermally Activated Mechanisms In Crystal Plasticity, Ed. R.W. Khan. Pergamon Materials Series. Elsevier, pp. 452.
- Cailletaud, G., Diard, O., fayel, F. and Forest, S. (2003), Computational crystal plasticity: from single crystal to homogenized polycrystals. Techn. Mech., vol. 23 (2-4), 130-145.
- Caristan, Y. (1982), The transition from high temperature creep to fracture in Maryland diabase. J. Geophys. Res., Vol. 87(B8), 6781-6790.
- Carter, N.L. and Heard, H.C. (1970) Temperature and rate-dependent deformation of halite. Am. J. Sci. 269, 193-249.

- Carter, N.L., Horseman, S.T., Russel, J.E., Handin, J. (1993), Rheology of rocksalt. *J. Struct. Geol.* 15, 1257-1271.
- Carter, N., and Avé Lallement, H. (1970), High Temperature Flow of Dunite and Peridotite: *Geological Society of America Bulletin*, vol. 81, p. 2181-2202.
- Carter, N., Christie, J., and Griggs, D. (1961), Experimental deformation and recrystallization of quartz: *Geology*, v. 72, p. 687-733.
- Carter, N.L. and Tsenn, M.C. (1987), Flow properties of continental lithosphere. *Tectonophysics*, 136, 27-63
- Carter, N. L., Kronenberg, A. K., Ross, J. V., and Wiltschko, D. V. (1990), Control of fluids on deformation of rocks, in *Deformation Mechanisms, Rheology and Tectonics*, R. J. Knipe and E. H. Rutter, Eds., *Geol. Soc. London, Special Publication no. 54*, 1-13.
- Castaing, J., Kronenberg, A.K., and Kirby, S.H. (1998), Hydrogen in  $\alpha$ -alumina and water softening of polycrystals and of sapphire between 600°C and 1000°C, *Mineralogical Mag.*, 62A, 280-281.
- Castaing, J., Kronenberg, A.K., Kirby, S.H., and Mitchell, T.E. (2000), Hydrogen defects in  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and water weakening of sapphire and alumina ceramics between 600°C and 1000°C, II Mechanical properties, *Acta Materialia*, 48, 1495-1504.
- Castelnau, O., Cordier, P., Lebensohn, R.A., Merkel, S. and Raterron, P. (2010) Microstructures and rheology of the Earth's upper mantle inferred from multiscale approach. *C. R. Physique*, 11, 304-315.
- Chaboche, J.L., Fayel, F. and Monerie, Y. (2001), Interface debonding models: a viscous regularization with a limited rate dependency. *Int. J. Solids Structures*, 38, 3127-3160.
- Chen, S., T. Hiraga, and D. L. Kohlstedt (2006), Water weakening of clinopyroxene in the dislocation creep regime, *J. Geophys. Res.* 111, B08203.
- Chen, W.P. and P. Molnar (1983), Focal depth of intracontinental and intraplate earthquakes and their implications for the thermal and mechanical properties of the lithosphere. *J. Geophys. Res.* Vol. 88(B5), 4183-4214.
- Chopra, P.N., and M.S. Paterson (1981), The experimental deformation of dunite, *Tectonophysics*, vol. 78, 453-473.
- Chopra, P.N., and M.S. Paterson (1984), The role of water in the deformation of dunite. *J. Geophys. Res.*, vol. 89, 7861-7876.
- Clarisse, L., Baddi, R., Bataille, A., Crampon, J., Duclos, R., Vicens, J. (1997), Superplastic deformation mechanisms during creep of alumina-zirconia composites. *Acta Mater.* Vol. 45 (9), 3843-3853.
- Clarke, D.R. (1979), On the detection of thin intergranular films by electron microscopy, *Ultramicroscopy*, 4, 33-44.
- Clarke, D.R. (1985), Grain boundaries in polyphase ceramics. *J. Phys.*, C4, 51-60.
- Clarke, D.R. (1987), On the equilibrium thickness of intergranular glass phases in ceramic materials. *J. Am. Ceram. Soc.* 70, 15-22.
- Clarke, D.R. (1994), The intergranular film in silicon nitride ceramics: a diffuse interface approach. In *tailoring of high temperature processes of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ceramics*. Eds. Hoffmann, M.J. and Petzov, G. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, Netherlands, 291-301.
- Cloetingh, S. and Burov, E. (1996), Thermomechanical structure of European continental lithosphere: constraints from rheological profiles and EET estimates. *Geophys. J. Int.* 124, 695-723.
- Cmíral, M., J. D. Fitz Gerald, U. H. Faul and D. H. Green (1998), A close look at dihedral angles and melt geometry in olivine-basalt aggregates: A TEM study, *Contrib. Mineral. Petrol.*, vol. 130, 336-345.
- Coble, R.L. (1963), A model for boundary diffusion controlled creep in polycrystalline materials *J. Appl. Phys.*, vol. 34, 1679-1682.
- Cordier, P. and Doukhan, J.C. (1989), Water in quartz, solubility and influence on ductility. *Eur. J. Mineral.* vol. 1, 221-237.
- Cordier, P. and Doukhan, J.C. (1991), Water speciation in quartz: a near-infrared study. *Am. Mineral.* vol. 76, 361-369.
- Cooper, R.F. and Kohlstedt, D.L., (1984), Solution-precipitation enhanced diffusional creep of partially molten olivine-basalt aggregates during hot-pressing. *Tectonophysics*, vol. 107, 207-233.

- Cooper, R.F. and Kohlstedt, D.L., (1986), Rheology and structure of olivine-basalt partial melts. *J. Geophys. Res.*, 91(B9), 9315–9323.
- Cross, A. J.; S Ellis, DJ. Prior (2015), A phenomenological numerical approach for investigating grain size evolution in ductilely deforming rocks, *J. Struct. Geol.*, 76, 22-34.
- Daines, M. J., D. L. Kohlstedt (1997), Influence of deformation on melt topology in peridotites, *J. Geophys. Res.*, 102, 10257–10271.
- Darot, M. and Gueguen, Y. (1981), High-Temperature Creep of Forsterite Single Crystals. *J. Geophys. Res.* Vol. 86 (B7), 6219-623.
- Dautriat, J., Bornert, M., Gland, N., Dimanov, A., Raphanel, J. (2011), Localized deformation induced by heterogeneities in porous carbonate analysed by multi-scale digital image correlation, *Tectonophysics*, Volume: 503 Issue: 1–2 Special Issue, 100–116.
- Dautriat J.; Bornert M.; Gland N.; Dimanov A and Raphanel J. (2010), Micromechanical Investigation of the Hydromechanical Behaviors of Carbonates Contribution of In-Situ Strain Field Measurement by Means of SEM and Optic Digital Image Correlation. *Petrophysics*, Vol. 51 Issue: 6 Pages: 388–398
- Davidson, C., S.M. Schmid and L.S. Hollister (1994), Role of melt during deformation in the deep crust. *Terra Nova*, 6, 133-142.
- Davey, F. J., T. Henyey, S. Kleffmann, A. Melhuish, D. Okaya, T. A. Stern, and D. J. Woodward, (1995), Crustal reflections from the Alpine Fault zone, South Island, New Zealand. *New Zealand Journal of Geology and Geophysics*, 38, 601–604.
- Davey, F. J. (2010), Crustal seismic reflection profile across the alpine fault and coastal plain at Whataroa, South Island. *New Zealand Journal of Geology and Geophysics*, Vol. 53, No. 4, December 2010, 359-368.
- Davis, G. H. and Reynolds, S. J. (1996), *Structural Geology of rocks and regions*. 2nd edition, John Wiley & Sons, Inc. New York, pp 76.
- De Bresser, J.H.P. (1996), Steady state dislocation densities in experimentally deformed calcite materials: single crystals versus polycrystals. *J. Geophys. Res. Solid Earth* 101, 22189e22201.
- De Bresser, J.H.P., Peach, C., Reijs, J., Spiers, C. (1998), On dynamic recrystallization during solid state flow: effects of stress and temperature. *Geophys. Res. Lett.* 25,3457e3460.
- De Bresser, J.H.P., Ter Heege, J., Spiers, C. (2001), Grain size reduction by dynamic recrystallization: can it result in major rheological weakening? *Int. J. Earth Sci.* 90, 28e45.
- Dell'Angelo, L.N., Tullis, J. and Yund, R.A. (1987), Transition from dislocation creep to melt-enhanced diffusion creep in fine-grained granitic aggregates. *Tectonophysics*, 139, 325-332.
- Dell'Angelo, L.N., and J. Tullis (1988), Experimental deformation of partially melted granitic aggregates. *J. Metamorph. Geol.*, 6, 495-515.
- de Kloe, R., Drury, M.R., Vissers, R.L.M., Newman, J. and Roermund, H.L.M., (2000), Evidence for stable grain boundary melt films in experimentally deformed olivine-orthopyroxene rocks. *Physics and Chemistry of Minerals*, 27: 480-494.
- de Kloe, R. (2001), Deformation mechanisms and melt nano-structures in experimentally deformed olivine-orthopyroxene rocks with low melt fractions. PhD Thesis, Utrecht University, Utrecht, 173 pp.
- Demouchy, S. and Mackwell, S. (2006), Mechanisms of hydrogen incorporation and diffusion in iron-bearing olivine. *Phys Chem Minerals*. DOI 10.1007/s00269-006-0081-2
- Demouchy, S., S.E. Schneider, S.J. Mackwell, M.E. Zimmerman, and D.L. Kohlstedt (2009), Experimental deformation of olivine single crystals at lithospheric temperatures, *Geophys. Res. Lett.* 36, L04304.
- Demouchy, S., Tommasi, A., Barou, F., Mainprice, D. and P. Cordier (2012) Deformation of olivine in torsion under hydrous conditions. *Earth Planet. Letters*, 202-203, 56-70.
- den Brok, S.V.J. (1998), Effect of micro-cracking on pressure solution strain rate: the Gratz grain boundary model. *Geology*, 26, 915-918.
- Derby, B., (1990), Dynamic recrystallization and grain size. In: *Deformation Processes in Minerals, Ceramics and Rocks*. Springer. 354-364.
- Derby, B. and Ashby, M. (1987), On dynamic recrystallisation. *Scr. Metall.* 21, 879-884.



- De Ronde, A., Stunitz, H., Tullis, J., and Heilbronner, R., (2004), Partitioning of deformation and mineral reaction in experimentally deformed plagioclase-olivine aggregates. *Tectonophys.*, 389, 93-109
- De Ronde, A., Stunitz, H., and Tillis, J. (2005), Reaction-induced weakening of plagioclase-olivine composites. *Tectonophys.* 409, 85-106.
- Dimanov, A., Dresen G. and Wirth, R. (1998), High - Temperature Creep of Partially Molten Plagioclase Aggregates. *J. Geophys. Res.*, Vol. 103, 9651-9664.
- Dimanov, A., Xiao, X., Dresen G. and Wirth. R. (1999), Grain Boundary Diffusion Creep of Synthetic Anorthite: The Effect of Water. *J. Geophys. Res.*, Vol. 104, 10483-10497.
- Dimanov, A., Wirth, R. and Dresen, G. (2001), The effect of melt distribution on the rheology of feldspar rocks. *Tectonophysics*, Vol. 328, pp 307-327.
- Dimanov, A., Rybacki, E., Wirth, R. and Dresen, G. (2001), Rheology of anorthite-diopside aggregates. *AGU Trans.* 82 (47), F1138 (Fall Meeting 2001 Supplement).
- Dimanov A., Lavie M.P., Dresen G., Ingrin J. and Jaoul O. (2003), Creep of polycrystalline anorthite and diopside. *J. Geophys. Research.* Vol. 108, B1.
- Dimanov A. and Dresen G. (2005), Rheology of synthetic anorthite–diopside aggregates: Implications for ductile shear zones. *J. Geophys. Res.*, Vol. 110, B07203.
- Dimanov, A.; Dresen, G., Rybacki, E. and Wirth, R. (2007), Creep and strain-dependent microstructures of synthetic anorthite–diopside aggregates. *J. Struct. Geol.*, Vol. 29-6, 1049-1069.
- Dimanov A., Raphanel, J. and G. Dresen (2011), Newtonian flow of heterogeneous synthetic gabbros at high strain: Grain sliding, ductile failure, and contrasting local mechanisms and interactions. *Eur. J. Mineral.* Vol. 23 Issue: 3 Pages: 303–322.
- Doumalin, P., Bornert, M., Caldemaison, D. (1999), Microextensometry by image correlation applied to micromechanical studies using the Scanning Electron Microscopy. *Exp. Mech Proc. Int. Conf. Advanced Technol*, pp. 81–86. Ube City, Japan.
- Doumalin, P., Bornert, M., Crépin, J. (2003), Caractérisation de la répartition de la déformation dans les matériaux hétérogènes. *Mécanique Industrie*, 4, 607–617
- Doumalin, P., Bornert, M. (2000), Micromechanical applications of digital image correlation techniques. In: Jacquot, P., Fournier, J.M. (Eds.), *Proc. of Interferometry in Speckle Light: Theory and Applications*. Springer, pp. 67–74.
- Dran J.-C., Petit J.-C. and Brousse C. (1986), Mechanism of aqueous dissolution of silicate glasses yielded by fission tracks. *Nature*, 319, 485–487.
- Dran J. C., Mea G. D., Paccagnella A. and Petit J. C. (1988), Aqueous dissolution of alkali-silicate glasses: reappraisal of mechanisms by H and Na depth profiling with high energy ion beams. *Phys. Chem. Glasses*, 29, 249–255.
- Dresen, G., Wang, Z., Bai, Q. (1996), Kinetics of grain growth in anorthite. - *Tectonophysics*, 258, p. 257-262.
- Dunlap, W.J., Hirth, G., and Teyssier, C. (1997), Thermomechanical evolution of a ductile duplex: *Tectonics*, vol. 16, 983–1000.
- Durham, W. B. and C. Goetze (1979), Plastic flow of oriented single crystals of olivine. *J. Geophys. Res.*, Vol. 82(36), 5737-5753.
- Durham W. B., C. Froidevaux, O. Jaoul (1979), Transient and steady-state creep of pure forsterite at low stress, *Phys. Earth Planet. Inter.*, 19 (3), 263-274.
- Einstein, A. (1905), On the motion of small particles suspended in liquids at rest required by the molecular kinetic theory of heat. *Annalen der Physik*, 17, 549-560.
- Eyring, H. (1935) The activated complex in chemical reactions. *J. Chem. Phys.*, vol. 3, 107-115.
- England, P. C. (1983), Constraints on extension of continental lithosphere, *J. Geophys. Res.*, 88, 1145-1152.
- England, P. (1986), Comment on "Brittle Failure in the Upper Mantle During Extension of Continental Lithosphere" by Dale S. Sawyer. *J. Geophys. Res.*, Vol. 91 (B10), 10487-10490.

- Escaig, B. (1968), Sur le glissement dévié des dislocations dans la structure cubique à faces centrées, *J. Phys.*, 29, 225–239.
- Etheridge, M.A., V.J., Wall and S.F. Cox (1984), High fluid pressures during regional metamorphism and deformation: implications for mass transport and deformation mechanisms. *J. Geophys. Res.* Vol. 89, B6, 4344-4358,
- Evans, B., and C. Goetze (1979), The temperature variation of hardness of olivine and its implication for polycrystalline yield stress, *J. Geophys. Res.*, 84, 5505–5524.
- Evans, B., Renner, J., Hirth, G. (2001), A few remarks on the kinetics of static grain growth in rocks. *Int. J. Earth Sci.* 90, 88-103.
- Faul, U.H., Toomay, D.R. and Waff, H.S. (1994), Intergranular basalt melt is distributed in thin, elongated inclusions. *Geophys. Res. Lett.* 21, 29-32.
- Faul, U.H. and I. Jackson (2007), Diffusion creep of dry, melt-free olivine, *J. Geophys. Res.*, Vol. 112, B04204.
- Fernandez, M. et G. Ranalli, (1997), The role of rheology in extensional basin formation modelling *Tectonophysics* 282, 129-145.
- Fliervoet, T., White, S., Drury, M., 1997. Evidence for dominant grain-boundary sliding deformation in greenschist- and amphibolite-grade polymineralic ultramylonites from the Redbank Deformed Zone, Central Australia. *Journal of Structural Geology* 19 (12), 1495-1520.
- Fontaine, G. and P. Haasen (1969), Hydrostatic pressure and plastic deformation of the alkali halides, *Phys. Status Solidi*, 31, 67-70.
- Franssen, R.C.M.W., Spiers, C.J. (1990), Deformation of polycrystalline salt in shear at 250-350°C. In: Knipe, R.J., Rutter, E.H. (Eds.), *Deformation Mechanisms. Rheology and Tectonics*. Geol. Soc. London, Spec. Publ., vol. 45, pp. 201–213.
- Frenkel J. (1945), Viscous flow of crystalline-bodies under the action of surface tension. *J. Phys. (Moscow)* 9, 385-391.
- Freed, A.M., S.T. Ali and R. Bürgmann (2007), Evolution of stress in Southern California for the past 200 years from coseismic, postseismic and interseismic stress changes. *Geophys. J. Int.*, 169, 1164–1179.
- Freed, A.M. and Bürgmann, R., (2004), Evidence of power-law flow in the Mojave desert mantle, *Nature*, 430, 548–551.
- Freed, A.M., Bürgmann, R., Calais, E. and Freymueller, J.T. (2006a), Stress-dependent power-law flow in the upper mantle following the 2002 Denali, Alaska, earthquake. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 252, 481-489.
- Freed, A.M., Bürgmann, R., Calais, E., Freymueller, J.T., Hreinsdóttir, S. (2006b), Implications of deformation following the 2002 Denali, Alaska, earthquake for postseismic relaxation processes and lithospheric rheology. *J. Geophys. Res.* 111, B01401.
- Freed, A.M. and Lin, J. (2001), Delayed triggering of the 1999 Hector Mine earthquake by viscoelastic stress transfer: *Nature*, vol. 411, p. 180–183.
- Friedel, J. (1977), Sur le fluage par déviation, *Rev. Phys. Appl.*, 12, 1649–1654,
- Friedel, J. (1964), *Dislocations*. Addison-Wesley, Cambridge, Mass. PP. 491.
- Friedel, J. (1959), *Les dislocations*. Gauthier-Villars, Paris, pp. 314.
- Frost, J. H., and M. F. Ashby (1982), *Deformation Mechanism Maps*, Pergamon, New York.
- Greenwood, G. W., H. Jones and T. Stritharan, (1980), On the transition between dislocation and diffusion creep, *Philos. Mag. A*, 41, 871-882.
- Fulcher, G.S. (1925) Analysis of recent measurements of viscosity of glasses. *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 8(6), 339-355.
- Furlong, K.P., (1993), Thermal-rheologic evolution of the upper mantle and the development of the San Andreas fault system, *Tectonophysics*, 223, 149-164,
- Fitz Gerald, J.D., Boland, J.N., McLaren, A.C., Ord, A. and Hobbs, B.E. (1991). Microstructures in water-weakened single crystals of quartz. *J. Geophys. Res.* 96, 2139-2155.

- Fujii, N., Osamura, K., and Takahashi, E. (1986), Effect of water saturation on the distribution of partial melt in the Olivine-Pyroxene-Plagioclase system. Vol: 91 (B5), 9253–9259
- Fusseis, F., Handy, M.R. and Schrank, C. (2006), Networking of shear zones at the brittle-to-viscous transition (Cap de Creus, NE Spain). *J. Struct. Geol.*, 28, 1228-1243.
- Fusseis, F., K. Regenauer-Lieb, J. Liu, R. M. Hough, and F. De Carlo (2009), Creep cavitation can establish a dynamic granular fluid pump in ductile shear zones, *Nature*, 459(7249), 974–977
- Gaye, A., M. Bourcier, E. Héripré, M. Bornert, A.Dimanov, J. Raphanel, and K. Sab. (2013), Quantitative investigation of grain boundary sliding in halite rock by sem in situ testing and full field strain measurements. *Proceedings of Photomechanics*, Montpellier.
- Gaye, A., M. Bourcier, E. Héripré, M. Bornert, A.Dimanov, J. Raphanel, and K. Sab (2014), Micromechanics of Halite Investigated by 2D and 3D Multiscale Full-Field Measurements, *ARMA-2014-7473*.
- Gaye, A., M. Bourcier, A.Dimanov, M. Bornert, E. Héripré, and J. Raphanel (2015), Methodology for quantitative analysis of grain boundary sliding. In prep. To be submitted to *Strain*.
- Gaye, A. (2015), Analyse multi-échelle des mécanismes de déformation du sel gemme par mesures de champs surfaciques et volumiques. Thèse de l'Université Paris-Est.
- Gandais, M. and Willaime, C. (1984), Mechanical Properties of Feldspars. In *Feldspars and Feldspathoids*. NATO ASI series, vol. 137, 207-246.
- Gapais, D. and S. H. White (1982), Ductile Shear Bands in a Naturally Deformed Quartzite. *Textures and Microstructures*, Vol. 5, 1-17.
- Gérard, C., F. N'Guyen, N. Osipov, G. Cailletaud, M. Bornert, and D. Caldernaison, (2009). Comparison of experimental results and finite element simulation of strain localization scheme under cyclic loading. *Computational Materials Science*, 46(3):755–760.
- Gérard, C., B. Bacroix, M. Bornert, G. Cailletaud, J. Crépin, S. Leclercq (2009), Hardening description for FCC materials under complex loading paths. *Computational Materials Science* 45 (2009) 751–755
- Geraud, Y., J.-M. Caron, and P. Faure (1995), Porosity network of a ductile shear zone, *J. Struct. Geol.*, 17, 1757–1769.
- Germaneau, A., Doumalin, P., Dupre, J.C. (2007), Full 3D measurement of strain field by scattered light for analysis of structures. *Exp. Mech.* 47 (4), 523–532.
- Gerretsen, J., Paterson, M.S., and McLaren, A.C. (1989), The uptake and solubility of water at elevated pressure and temperature in quartz. *Phys. Chem. Minerals*, 16,334-342.
- Giordano, D., Mangicapra, A., Potuzak, M., Russell, J.K., Romano, C., Dingwell, D.B., Di Muro, A. (2006), An expanded non-Arrhenian model for silicate melt viscosity: A treatment for metaluminous, peraluminous and peralkaline melts. *Chem. Geol.* 229, 42–56.
- Giordano, D., Russell, J.K. and Dingwell, D.B. (2008). Viscosity of magmatic liquids: a model. *Earth and Planet. Sci. Letts.* 271, 123 – 134.
- Grédiac, M. (2004), The use of full-field measurement methods in composite material characterization: interest and limitations. *Composites, Part. A* 35, 751–761.
- Gleason G.C. and J. Tullis (1993), Improving flow laws and piezometers for quartz and feldspar aggregates. *Geophys. Res. Lett.*, 20, 2111-2114.
- Gleason G.C., and J. Tullis (1995), A flow law for dislocation creep of quartz aggregates determined with the molten salt cell, *Tectonophysics*, 247, 1-23.
- Godin, L., Grujic, D., Law, R., & Searle, M. (2006), Channel flow, ductile extrusion and exhumation in continental collision zones: an introduction *Geological Society, London, Special Publications*, 268 (1), 1-23.
- Goetze, C. (1978), The mechanisms of creep in olivine. *Ph. Trans. Roy. Soc., London, A*, vol. 288, 99-119.
- Goetze, C. and W. F. Brace (1972), Laboratory observations of high-temperature rheology of rocks, *Tectonophysics*, 13, 583-600.
- Goetze, C. and Evans, B. (1979), Stress and temperature in the bending lithosphere as constrained by experimental rock mechanics, *Geophys. J. R. Astron. Soc.*, 59, 463-478.

- Goldsby, D. L., and D. L. Kohlstedt (1997), Grain boundary sliding in fine-grained ice, *Scr. Mater.*, 37, 1399–1406.
- Goldsby, D. L., and D. L. Kohlstedt (2001), Superplastic deformation of ice: Experimental observations, *J. Geophys. Res.*, 106, 11,017– 11,030.
- Grennerat, F., M. Montagnat, O. Castelnau, P. Vacher, H. Moulinec, P. Suquet, P. Duval (2012), Experimental characterization of the intragranular strain field in columnar ice during transient creep. *Acta Mater.* 60, 3655-3666.
- Gribb, T.T, Zhang, S. and Cooper, R.F. (1994), Melt Migration and Related Attenuation in Equilibrated Partial Melts. In: *Magmatic Systems*. Ed. Ryan, M.P., Academic Press, New York, 19-36.
- Griggs, D.T. (1967), Hydrolytic weakening in quartz and other silicates. *Geophys. J. R. Astr. Soc.* 14, 19-31.
- Griggs, D.T. and Blacic, J.D. (1965), Quartz: anomalous weakness of synthetic crystals. *Science* 147, 292-295.
- Grimm, R.E., and S.C. Solomon (1988), Viscous relaxation of impact crater relief on Venus: Constraints on crust thickness and thermal gradient, *J. Geophys. Res.*, 93, 11911-11929.
- Gueydan, F., Leroy, Y.M. and Jolivet, L. (2001), Grain-size-sensitive flow and shear stress enhancement at the brittle-ductile transition of the continental crust, *Int. J. Earth Sci.*, Vol. 90(1), 181-196.
- Gueydan, F., Leroy, Y.M. and Jolivet, L. (2004), Mechanics of low-angle extensional shear zones at the brittle-ductile transition, *J. Geophys. Res.*, Vol.109 (B12).
- Gueydan, F., Morency, C. and Brun, J.-P. (2008). Continental rifting as a function of lithosphere mantle strength. *Tectonophysics*, 460(1-4), 83-93.
- Gueydan, F., Precigout, J., and Montesi, L. G. J. (2014), Strain weakening enables continental plate tectonics. *Tectonophysics*. Vol. 631, Special Issue, 189-196.
- Gueydan, F. and Precigout, J. (2014,) Modes of continental rifting as a function of ductile strain localization in the lithospheric mantle. *Tectonophysics*, Vol. 612, 18-25.
- Guillopé, M. and J.P. Poirier (1979) Dynamic recrystallization during creep of single-crystalline halite. An experimental study. *J. Geophys. Res.*, Vol. 84, 5557-5567.
- Gurson. A.L. (1977), Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth -part I: Yield criteria and flow rule for porous media. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 99, 2–15.
- Hacker, B.R. and Christie, J.M., 1990. Brittle/ductile and biotite-quartz melting in the KMASH-CO<sub>2</sub> system and plastic/cataclastic transitions in experimentally deformed and metamorphosed amphibolite. *Am. Geophys. Union, Monogr.*, 56, 127-147.
- Hacker, B.R. and Christie, J.M. (1991), Experimental deformation of glassy basalt. *Tectonophysics*, 200, 79-96.
- Hacker, B.R. (1992), The role of deformation in the formation of metamorphic gradients: Ridge subduction beneath the Oman ophiolite. *Tectonics*, Vol.10, N°2, 455-473.
- Hacker B.R., A. Yin, J.M. Christie and G.A. Davis (1992), Stress magnitude, strain rate and rheology of extended middle continental crust inferred from quartz grain sizes in the Whiple Mountains, California. *tectonics*, Vol. II (1), 36-46.
- Hall, S.A., MuirWood, D., Ibraim, E., Viggiani, G., (2009), Localized deformation patterning in 2D granular materials revealed by digital image correlation. *Granular Matter* 12 (1), 1–14.
- Handy, M.R., (1990). The solid-state flow of polymineralic rocks. *Journal of Geophysical Research* 95, 8647-8661.
- Handy, M.R., (1994). Flow laws for rocks containing two non-linear viscous phases: a phenomenological approach. *Journal of Structural Geology* 3, 287-301.
- Handy, M.R., Mulch, A., Rosenau, M., Rosenberg, C.L., (2001). The role of fault zones and melt as agents of weakening, hardening, and differentiation of the continental crust: a synthesis. In: Holdsworth, R.E., Strachan, R.A., Magloughlin, J.F., Knipe, R.J. (Eds.), *The Nature and Tectonic Significance of Fault Zone Weakening*. Geological Society Special Publication, London, U.K., vol. 186, 305-332.

- Handy, M.R., Hirth, G., Bürgmann, R. (2007). Fault structure and rheology from the frictional-viscous transition downward. In: Handy, M.R., Hirth, G., Hovius, N. (Eds.), *Tectonic Faults*. MIT Press, MA, USA, pp. 139-181.
- Hansen, L.N., M.E. Zimmerman, and D.L. Kohlstedt (2011), Grain-boundary sliding in San Carlos olivine: Flow-law parameters and crystallographic-preferred orientation, *J. Geophys. Res.* 116, B08201.
- Hansen, L.N., M.E. Zimmerman, and D.L. Kohlstedt (2012), The influence of microstructure on deformation of olivine in the grain-boundary sliding regime, *J. Geophys. Res.*, 117, B09201.
- Hansen, L. N., M. E. Zimmerman, A. Dillman, D. L. Kohlstedt (2012), Strain localization in olivine aggregates at high temperature: An experimental comparison of constant-strain-rate and constant-stress boundary conditions, *Earth Planet. Sci. Lett.*, 333-334, 134-145.
- Hardoin Duparc, O. (2009), Charles Crussard's early contributions: Recrystallization in situ and a Grain Boundary study with J. Friedel and B. Cullity. *Int. J. Mat. Res.*, 100, 1382-1388.
- Harper, J.G. and Dorn, E. (1957), Viscous creep of aluminium near its melting temperature. *Acta Metallurgica*. 5: 654–665.
- Harper, J.G., L.A. Shepard, and J.E. Dorn, (1958), Creep of aluminum under extremely small stresses *Acta Metallurgica*, 6, 509.
- Harris, N. (2007). Channel flow and the Himalayan-Tibetan orogen: a critical review *Journal of the Geological Society*, 164 (3), 511-523.
- Heard, H.C., (1972.) Steady state flow in polycrystalline halite at a pressure of two kilobars. In: Heard, H.C., et al. *Flow and Fracture of Rocks*. Am. Geophys. U. Monogr., vol. 16, pp. 191– 209.
- Heilbronner, R. and Tullis, J. (2006), Evolution of c-axis pole figures and grain sizeduring dynamicrecrystallization: Results from experimentally shearedquartzite. *J. Geophys. Res.* 111,B10202.
- Heard, H.C. and Carter, N.L. (1968). Experimentally induced “natural” intragranular flow in quartz and quartzite. *Am. J. Sci.* 266, 1-42.
- Hercule, S. and Ingrin, J. (1999), Hydrogen in diopside: Diffusion, kinetics of extraction-incorporation, and solubility. *American Mineralogist*, Volume 84, 1577–1587.
- Hetland, E.A. and Hager, B.H. (2003), The effect of rheological layering on postseismic deformation. *Geophys. J. Int.* 166, 277-292.
- Henstock, T.J., Levander, A., and Hole, J.A., (1997), Deformation in the lower crust of the San Andreas fault system in northern California: *Science*, v. 278, p. 650-653.
- Héripé, E., Dexet, M., Crépin, J., Gélébart, L., Roos, A., Bornert, M., Caldemaison, D. (2007), Coupling between experimental measurements and polycrystal finite element calculations for micromechanical study of metallic materials. *Int. J. Plast.* 23 (9), 1512–1539.
- Herring, C. (1950), Diffusional viscosity of a polycrystalline solid. *J. Appl. Phys.* 21, 437-445.
- Hickman, S.H. and Evans, B. (1995), Kinetics of pressure solution at halite-silica interfaces and intergranular clay films. *J. Geophys. Res.* 100, B7, 13113-13132.
- Hier-Majumder, S., P.H. Leo, D.L. Kohlstedt (2004), On grain boundary wetting during deformation, *Acta Mater.* 52:3425-3433.
- Hier-Majumder, S., S. Mei, and D. L. Kohlstedt (2005), Water weakening of clinopyroxenite in diffusion creep, *J. Geophys. Res.*, 110, B07406.
- Hier-Majumder, S. and D.L. Kohlstedt (2006), Role of dynamic grain boundary wetting in fluid circulation beneath volcanic arcs, *Geophys. Res. Lett.* 33, L08305.
- Hiraga, T., T. Nagase, and M. Akizuki (1999), The structure of grain boundaries in granite-origin ultramylonite studied by high-resolution electron microscopy, *Phys. Chem Minerals*, 26, 617-623
- Hiraga, T., I.M. Anderson, M.E. Zimmerman, S. Mei, and D.L. Kohlstedt (2002), Structure and chemistry of grain boundaries in deformed olivine + basalt and partially molten lherzolite aggregates: Evidence of melt-free grain boundaries, *Contrib. Mineral. Petrol.* 144:163-175, doi:10.1007/s00410-002-0394-1.
- Hiraga, T., I.M. Anderson, and D.L. Kohlstedt (2003), Chemistry of grain boundaries in mantle rocks, *Amer. Min.* 88:1015-1019.
- Hirth, J. P. and Lothe, J. (1968), *Theory of Dislocations*. McGraw-Hill. New York.



- Hirth, G., and J. Tullis (1992), Dislocation creep regimes in quartz aggregates, *J. Struct. Geol.*, 14, 145–159.
- Hirth, G. and J. Tullis (1994), The brittle-plastic transition in experimentally deformed quartz aggregates, *J. Geophys. Res.*, 99, 11,731–11,747.
- Hirth, G. and D.L. Kohlstedt (1995a), Experimental constraints on the dynamics of the partially molten upper mantle: Deformation in the diffusion creep regime. *J. Geophys. Res.*, 100, 1981–2001.
- Hirth, G. and D.L. Kohlstedt (1995b), Experimental constraints on the dynamics of the partially molten upper mantle: Deformation in the dislocation creep regime. *J. Geophys. Res.*, 100, 1981–2001.
- Hirth, G., and Kohlstedt, D.L., (1996), Water in the oceanic upper mantle: Implications for rheology, melt extraction and the evolution of the lithosphere: *Earth Planet Sci Letters*, v. 144, p. 93–108.
- Hirth, G. and D.L. Kohlstedt (2003) Rheology of the upper mantle and the mantle wedge: A view from the experimentalists, in *Inside the Subduction Factory*, ed. J. Eiler, Geophysical Monograph American Geophysical Union, Washington, D.C., vol. 138, pp. 83–105.
- Hobbs, B.E. (1981). The influence of metamorphic environment upon the deformation of minerals. *Tectonophysics* 78, 335–383.
- Hobbs, B.E. (1984). Point defect chemistry of minerals under a hydrothermal environment. *J. Geophys. Res.* 89, 4026–4038.
- Hobbs, L.W. (1973), Transmission electron microscopy of defects in alkali halides. *J. Phys. Colloques*, Vol. 34 (11–12), C9, 227–241.
- Hobbs, L.W. (1976), Point defect stabilization in ionic crystals at high defect concentrations. *J. Phys. Colloques*, Vol. 37 (12) C7, 3–26.
- Hofmeister, A.M. and Rossman, G.R. (1985). A model for the irradiative coloration of smoky feldspar and the inhibiting influence of water. *Physics and Chemistry of Minerals*, Vol. 12, pp. 324–332.
- Holtzman, B.K., N.J. Groebner, M.E. Zimmerman, S.B. Ginsberg, and D.L. Kohlstedt (2003), Deformation-driven melt segregation in partially molten rocks, *Geochem., Geophys., Geosyst.* 4, 8607.
- Holyoke, C. and Tullis, J. (2005). Formation and maintenance of shear zones. *Geology*, 34, 105–108
- Holyoke, C. and Tullis, J. (2006). Mechanisms of weak phase interconnection and the effects of phase strength contrast on fabric development. *J. Struct. Geol.* 28, 621–640.
- Holyoke, C. and Tullis, J. (2006). The interconnection between reaction and deformation: an experimental study using a biotite+plagioclase+quartz gneiss. *J. metamorphic Geol.* 24, 743–762
- Hongbo; L., D., Weidner; L., Li; J., Chen; L., Wang (2011). Deformation of olivine at subduction zone conditions determined from in situ measurements with synchrotron radiation. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 186, 23–35.
- Houseman, G. and England, P. (1986). Finite strain calculations of continental deformation I. Method and general results for convergent zones. *J. Geophys. Res.* 91, 3651–3663.
- Houseman, G. and England, P. (1986). A dynamical model of lithosphere extension and sedimentary basin formation. *J. Geophys. Res.*, Vol. 91 (B1), 719–729.
- Ikuhara, Y., N. Shibata, T. Watanabe, F. Oba, T. Yamamoto and T. Sakuma, (2002), Grain boundary characters and structures in structural ceramics. *Annales de Chimie, Science des Matériaux A*, 27 Suppl. I, S21–S30.
- Ildefonse, B. and Fernandez, A. (1988), influence of the concentration of rigid markers in a visous medium on the production of preferred orientations: an experimental contribution: I: Non-coaxial strain. *Bulletin Geological Institution of the University of Upsala* 14, 55–60.
- Ildefonse, B., D. Sokoutis and N.S. Mancktelow, (1992a), Mechanical interactions between rigid particles in a deforming ductile matrix. Analogue experiments in simple shear flow. *Journal of Structural Geology* 14 (10), 1253–1266.
- Ildefonse, B., P. Launeau, J.L. Bouchez, A. Fernandez, (1992b) Effect of mechanical interactions on the development of shape preferred orientations: a two-dimensional experimental approach. *Journal of Structural Geology* 14 (1), 73–83.
- Ildefonse B and NS Mancktelow, (1993), Deformation around rigid particles: the influence of slip at the particle/matrix interface. *Tectonophysics*, Vol. 221 (3), 345–359.

Ildefonse, B., L. Arbaret and H. Diot, (1997), Rigid particles in simple shear flow: is their preferred orientation periodic or steady-state? *Granite: from segregation of melt to emplacement fabrics*, 177-185.

Ingrin J., Doukhan N. and J. C. Doukhan (1992), Dislocation glide systems in diopside single crystals deformed at 800 - 900°C, *Eur. J. Mineral.*, 4, 1291-1302;

Ingrin J., Doukhan N. and J. C. Doukhan, (1991), High temperature deformation of diopside single crystals. 2. TEM investigation of the defect microstructures. *J. Geophys. Res.*, 95 11477-11487

Ingrin J., Hercule S. and T. Charton (1995), Diffusion of hydrogen in diopside: Results of dehydration experiments. *J. Geophys. Res.*, 100, 15489-15499.

Ingrin, J. and Skogby, H. (2000), Hydrogen in nominally upper-mantle minerals: concentration levels and implications. *Eur. J. Mineral.*, 12, 543-570.

Jackson, J. (2002), Strength of the continental lithosphere: time to abandon the jelly sandwich? *GSA Today*, 12, 4-10.

Jaoul, O., M. Michaut, y. Gueguen, and D. Ricoult (1979), Decorated Dislocations in Forsterite. *Phys. Chem. Minerals* 5, 15-19

Jaoul, O. (1984). Sodium weakening of Heavtree quartzite; preliminary results. *J. Geophys. Res.* 89, 4271-4280.

Jaoul, O., Tullis, J., Kronenberg, A.K., (1984). The effect of varying water contents on the creep behavior of Heavtree quartzite. *Jour. Geophys. Res.* 89, 4298-4312.

Jaoul, O. and V Sautter (1999), A new approach to geospeedometry based on the compensation law. *Physics of the earth and planetary interiors* 110 (1), 95-114

Ji, S. and Mainprice, D. (1986), Transition from power law to Newtonian creep in experimentally deformed dry albite. *Trans. Am. Geophys. Union*, 67, p. 1235.

Ji, S. (1987), Déformation plastique naturelle et expérimentale des plagioclases. Thèse, Montpellier II.

Jin, Z.-M., Q. Bai and D.L. Kohlstedt (1994), Creep of olivine crystals from four localities. *Phys. Earth Planet. Inter.*, 82, 55-64.

Joffe, A.F. and Kirpicheva, M.V. (1922), Röntgenograms of strained crystals. *Phil. Mag.*, 43, 204-206.

Johnson, E. and Rossman, G.R. (2003). The concentration and speciation of hydrogen in feldspars using FTIR and <sup>1</sup>H MAS NMR spectroscopy. *American Mineralogist*, Vol. 88, pp. 901-911.

Jurewitz, S.R. and Watson, E.B. (1984), Distribution of partial melt in a felsic system: the importance of surface energy. *Contrib. Mineral. Petrol.*, 85, 25-29.

Jurewicz, S.R. and Jurewicz, A.J.G. (1986), Distribution of apparent angles on random sections with emphasis on dihedral angle measurements. *J. Geophys. Res.* 91 (B5), 9277-9282, DOI: 10.1029/JB091iB09p09277

Karato, S., (2008). *Deformation of Earth Materials: Introduction to the Rheology of Solid Earth*, Cambridge University Press, Cambridge, pp. 463.

Karato, S.-I., M.S. Paterson, and J.D. Fitzgerald (1986), Rheology of synthetic olivine aggregates: Influence of grain size and water. *J. Geophys. Res.*, 91, 8151-8176.

Kassner ME, Kumar P and Blum W, (2007), Harper-Dorn creep. *International Journal of Plasticity* 23 (2007) 980-1000.

Kenkmann, T. and Dresen, G., (1998), Stress gradients around porphyroclasts: paleopiezometric estimates and numerical modeling. *Journal of Structural Geology*, 20, 163-173.

Kenkmann, T. and Dresen, G., (2002), Dislocation microstructure and phase distribution in a lower crustal shear zone - an example from the Ivrea-Zone, Italy. *International J. Earth Sci.*, 91(3), 445-458.

Kenner, S. J., and P. Segall (2000), Postseismic Deformation Following the 1906 San Francisco Earthquake, *J. Geophys. Res.*, 105 (B6), 13,195-13,209.

Kenner, S. J., and P. Segall (2003), Lower crustal structure in northern California: Implications from strain-rate variations following the 1906 San Francisco earthquake, *J. Geophys. Res.*, 108 (B1), 2011.

Kilian, R., R. Heilbronner, H. Stünitz (2011), Quartz grain size reduction in a granitoid rock and the transition from dislocation to diffusion creep. *J. Struct. geol.*, 33, 1264-1284.

- King, D.S., D.L. Kohlstedt, and M.E. Zimmerman (2010), Stress-driven melt segregation in partially molten rocks deformed in torsion, *J. Petrol.* 52:21-42.
- King A., Johnson G., Engelberg D., Ludwig W., Marrow J. (2008), Observations of intergranular stress corrosion cracking in a grain-mapped polycrystal, *Science*, 321, 382-385.
- King, A., Reishig, P., Adrien, J. and W. Ludwig (2013), First laboratory X-ray diffraction contrast tomography for grain mapping of polycrystals. *J. Appl. Crystal.*, 46(6), 1734–1740
- Kirby, S.H. and McCormick, J.W. (1979), Creep of hydrolytically weakened synthetic quartz crystals oriented to promote  $\{2\bar{1}10\} \langle 0001 \rangle$  slip: a brief summary of work to date. *Bull. Mineral.* 102, 124-137.
- Kirby, S.H. (1980), Tectonic stresses in the lithosphere: Constraints provided by the experimental deformation of rocks. *J. Geophys. Res.*, 85, 6353-6363.
- Kirby, S.H. (1980), Tectonic stresses in the lithosphere: Constraints provided by the experimental deformation of rocks. *J. Geophys. Res.*, 85, 6353-6363.
- Kirby, S.H. (1983), Rheology of the lithosphere *Rev. Geophys. Space Phys.*, 21 (6), 1458-1487.
- Kirby, S.H. (1985). Rock mechanics observations pertinent to the rheology of the continental lithosphere and the localization of strain along shear zones, *Tectonophysics*, 119, 1-27.
- Kirby, S. H. and A. K. Kronenberg (1987). Rheology of the lithosphere: Selected topics, *Reviews of Geophysics*, 25 (6), 1219-1244.
- Kirby, S.H. and A.K. Kronenberg (1984), Deformation of clinopyroxenite: Evidence for a transition in flow mechanisms and semi-brittle behavior. *J. Geophys. Res.*, 89, 3177-3192.
- Kirkpatrick, R.J. (1981), Kinetics of crystallisation of igneous rocks. In: *Kinetics of Geochemical processes*. Ed. Lasaga, A.C. and Kirkpatrick, R.J., *Reviews in Mineralogy*, Vol. 8, 321-398.
- Kirkpatrick, R.J., Robinson, G.R. and Hayes, J.F. (1976), Kinetics of crystal growth from silicate melts: anorthite and diopside. *J. Geophys. Res.*, Vol. 84, 3671-3676.
- Koch, P.S. (1983), *Rheology and Microstructures of Experimentally Deformed Quartz Aggregates*, Ph.D. Thesis, Univ. of Calif., Los Angeles, pp464.
- Koch, P.S., Christie, J.M., Ord, A., and George Jr., R.P. (1989). Effect of water on the rheology of experimentally deformed quartzite. *J. Geophys. Res.* 94, 13975-13996.
- Kohlstedt, D. L., and C. Goetze (1974), Low-stress high-temperature creep in olivine single crystals, *J. Geophys. Res.*, 79, 2045–2051.
- Kohlstedt, D.L., Weathers, M.S. (1980). Deformation-induced microstructures, paleopiezometers, and differential stresses in deeply eroded fault zones. *Journal of Geophysical Research* 85, 6269-6285
- Kohlstedt, D.L. and Hornack, P. (1981). Effect of oxygen partial pressure on the creep of olivine. In: *Anelasticity in the Earth*, Eds. Stacey, F.D., Paterson, M.S., Nicolas, A., *Geodyn. Ser.*, vol.4. AGU, Washington, D.C., USA, 101-107.
- Kohlstedt, D. L. and Ricoult, D.L. (1984), High temperature creep of silicate olivines. In Eds. Tressler, R.E. and Bradt, R.C. *Plenum Press*, New York, 251-281
- Kohlstedt, D. L. and Copra, P.N. (1994), Influence of Basaltic Melt on the Creep of Polycrystalline Olivine under Hydrous Conditions. In: *Magmatic Systems*. Ed. Ryan, M.P., *Academic Press*, New York, 37-53.
- Kohlstedt, D. L; Bai, Q., Wang, Z. and Mei, S. (2000), Rheology of partially Molten Rocks. In *Physics and Chemistry of Partially Molten Rocks*. Eds. N.S. Bogdassarov , Laporte, D. Thompson, A.B., *Springer Sci. Business Media*.
- Kohlstedt, D. L, Evans, B. and Mackwell, S., (1995) Strength of the lithosphere: Constraints imposed by laboratory experiments. *J. Geophys. Res.* Vol. 100(B9), 17587-17602.
- Kohlstedt, D. L and Mackwell, S., (2009), Strength and deformation of planetary lithospheres. *Planetary Tectonics*. Eds. Watters, T.R. and Scultz, R.A., *Cambridge University Press*. 397-456.
- Kohlstedt, D. L, M.E. Zimmermann and Mackwell, S., (2010), Stress-driven Melt Segregation in Partially Molten Feldspathic Rocks. *J. Petrology*, 51 (1-2): 9-19
- Kolle, J.J. and J.D. Blacic (1982), Deformation of single-crystal clinopyroxenes I: Mechanical twinning in diopside and hedenbergite. *J. Geophys. Res.*, 87, 4019-4034.

- Kolle, J.J. and J.D. Blacic (1983), Deformation of single-crystal clinopyroxenes 2: Dislocation-controlled flow processes in hedenbergite. *J. Geophys. Res.*, 88, 2381-2393.
- Konobejewski, S. and Mirer, I. (1932), Die Röntgenographische Bestimmung elastischer Spannungen in gebogenen Kristallen. *Z. Kristall.*, 81, 69-91.
- Kronenberg, A.K. and Shelton, G.L., (1980), Deformation microstructures in experimentally deformed Maryland diabase. *J. Struct. Geol.*, 2: 341-353.
- Kronenberg, A. K., Tullis, J. and Kirby, S. H. (1983), Strain localization along ductile shear zones: possible roles of grain size and H<sub>2</sub>O diffusion, *EOS Trans.*, AGU, 64, 323.
- Kronenberg, A.K. and Tullis, J. (1984). Flow strengths of quartz aggregates: Grain size and pressure effects due to hydrolytic weakening. *J. Geophys. Res.* 89 B6, 4281-4297.
- Kronenberg AK, Kirby SH, Aines RD, Rossman GR (1986), Solubility and diffusional uptake of hydrogen in quartz at high water pressures: implications for hydrolytic weakening. *J. Geophys. Res.* 91, 12,723-12,744.
- Kronenberg, A.K. and Wolf, G.H. (1990). FTIR determinations of intragranular water content in quartz-bearing rocks: implications for hydrolytic weakening in the laboratory and within the Earth. *Tectonophysics* 172, 255-271.
- Kronenberg, A. K. (1994), Hydrogen speciation and chemical weakening of quartz, in: *Silica: Physical Behavior, Geochemistry, and Materials Applications*, P. J. Heaney, C. T. Prewitt, and J. V. Gibbs, Eds., *Reviews in Mineralogy*, 29, Min. Soc. Amer., Washington DC, 123-176.
- Kronenberg, A. K., Segall, P., and Wolf, G. H. (1990), Hydrolytic weakening and penetrative deformation within a natural shear zone, in *The Brittle-Ductile Transition in Rocks (The Heard Volume)*, A. G. Duba, W. B. Durham, J. W. Handin, and H. F. Wang, Eds., *Geophys. Monograph* 56, Amer. Geophys. Union, Washington, DC, 21-36.
- Kronenberg, AK, Yund, RA and Rossman, GR (1996), Stationary and mobile hydrogen defects in potassium feldspar. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 60, 4075-4094.
- Kronenberg, A.K., Castaing, J., Mitchell, T.E., and Kirby, S.H. (2000), Hydrogen defects in a - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and water weakening of sapphire and alumina ceramics between 600°C and 1000°C, I Infrared characterization of defects, *Acta Materialia*, 48, 1481-1494.
- Kruse, R. and Stunitz, H. (1998), Deformation mechanisms and phase distribution in mafic high-temperature mylonites from the Jotun Nappe, southern Norway. *Tectonophysics*, 303 (1-4), 223-249.
- Kruse, R., Stunitz, H. and Kunze, K. (2001). Dynamic recrystallization processes in plagioclase porphyroclasts. *Journal of Structural Geology* 23 (11), 1781-1802.
- Kumar, P., Kassner, M.E and Langdon, T.G. (2007), Fifty years of Harper-Dorn creep: a viable creep mechanism or a Californian artifact? *J. Mater. Sci.*, 42, 409-420.
- Langdon, T. G. (1994a), A unified approach to grain boundary sliding in creep and superplasticity, *Acta Metall. Mater.*, 42, 2437- 2443.
- Langdon, T.G. (1994b), An evaluation of the strain contributed by grain boundary sliding in superplasticity, *Mater. Sci. Eng. A*, 174, 225-230.
- Langdon, T. G. (1983), On the possibility of Harper-Dorn creep in nonmetallic crystals, *Phil. Mag.*, 47, L29.
- Langdon, T. C. and P. Yavari (1982), An investigation of Harper-Dorn creep - II. The flow process, *Acta Met.*, 30, 881.
- Laporte, D. and Provost, A. (2000), The grain-scale distribution of silicate, carbonate and metal sulfide partial melts: a review of theory and experiments. In *Physics and Chemistry of Partially Molten Rocks*. Eds. N.S. Bogdassarov, Laporte, D. Thompson, A.B., Springer Sci. Business
- Lasaga, A.C. (1983), Geospeedometry: An extension of geothermometry: *Advances in Physical Geochemistry*, vol. 3, 81-114.
- Lee, D. (1969), Structural changes during superplastic deformation, *Metall. Trans.*, 1, 309-311,
- Lebensohn, R.A., Dawson, P.A., Kern, H.M. and Wenk, H.R. (2003), Heterogeneous deformation and texture development in halite polycrystals: comparison of different modeling approaches and experimental data. *Tectonophysics*, 370, 287-311.

- Lehner, F. K. (1990), Thermodynamics of rock deformation by pressure solution. In: deformation processes in Minerals, Ceramics and Rocks, Eds. Barber, D.J. and Meredith, P.G., The Mineralogical Society Series, I, Unwin Hyman Ltd, London., 296-331.
- Lenoir, N., Bornert, M., Desrues, J., Bésuelle, P., Viggiani, G. (2007). Volumetric digital image correlation applied to X-ray microtomography images from triaxial compression tests on argillaceous rocks. *Strain* 43 (3), 193–205.
- Leshner C. E., Hervig R. L., and Tinker D. (1996), Self-diffusion of network formers (silicon and oxygen) in naturally occurring basaltic liquid. *Geochim. Cosmochim. Acta.* 60, 405 – 413.
- Li, L., D. Weidner; P. Raterron; J. Chen; M. Vaughan (2004), Stress measurements of deforming olivine at high pressure. *Physics of the Earth and Planetary Interiors.* 143-144, 357–367.
- Liu, Y., Gilormini, P. and Ponte Castaneda, P. (2005), Homogenization estimates for texture evolution in halite. *Tectonophysics* 406, 179–195.
- Luan, F. and M.S. Paterson (1992), Preparation and deformation of synthetic aggregates of quartz. *J. Geophys. Res.*, 97, 301-320.
- Ludwig W., Reischig P., King A., Herbig M., Lauridsen E.M., et al. (2009), Three-dimensional grain mapping by X-ray diffraction contrast tomography and the use of Friedel pairs in diffraction data analysis, *Review of Scientific Instruments*, 80, p. 033905.
- Mainprice, D.H. (1981), The experimental deformation of quartz polycrystals. PhD Thesis. Australian National University, Canberra, pp. 171.
- Mainprice, D. and Paterson, M.S. (1984), Experimental studies on the role of water in the plasticity of quartzites. *J. Geophys. Res.* 89, 4257-4269.
- Mainprice D. and Paterson M.S. (2005), Experimental deformation of flint in axial compression. In *High-strain zones: Structures and physical properties.* Eds. Bruhn, D., Burlini, L., Geol. Soc. Lond. Special publication, 245, 251-276.
- Mackwell, S.J. and Kohlstedt, D.L. (1990). Diffusion of hydrogen in olivine: Implications for water in the mantle. *Journal of Geophysical Research* 95 (B4), 5079-5088.
- Mackwell, S. J., D. L. Kohlstedt, and M. S. Paterson (1985), The role of water in the deformation of olivine single crystals, *J. Geophys. Res.*, 90, 11,319–11,333.
- Mackwell, S.J. and Kohlstedt, D.L. (1990), Diffusion of hydrogen in olivine: implications for water in the mantle. *Journal of Geophysical Research*, 95, 5079–5088.
- Mackwell, S. J., M.E. Zimmerman and D. L. Kohlstedt, (1998), High-temperature deformation of dry diabase with application to tectonics on venus, *J. Geophys. Res.*, 103 (B1), 975–984.
- McKenzie, D. (1984), The generation and compaction of partially molten rock. *J. Petrol.*, vol. 25, 713-765.
- McLaren, A.C., Cook, R.F., Hyde, S.T., Tobin, R.C. (1983). The mechanisms of the formation and growth of water bubbles and associated dislocation loops in synthetic quartz. *Phys. Chem. Minerals* 9, 79-94.
- McLaren, A.C., Fitz Gerald, J.D., Gerretsen, J. (1989). Dislocation nucleation and multiplication in synthetic quartz: relevance to water weakening. *Phys. Chem. Mineral.* 16, 465-482.
- Maggi, A., Jackson, J.A., McKenzie, D., and Priestley, K., (2000), Earthquake focal depths, effective elastic thickness, and the strength of the continental lithosphere: *Geology*, vol. 28, p. 495–498.
- Mancktelow, N. S., D. Grujic, and E. L. Johnson (1998), An SEM study of porosity and grain boundary microstructure in quartz mylonites, Simplon fault zone, Central Alps, *Contrib. Mineral. Petrol.*, 131, 71-85
- Mancktelow, N.S., L., Arbaret, G., and Pennacchioni (2002), Experimental observations on the effect of interface slip on rotation and stabilisation of rigid particles in simple shear and a comparison with natural mylonites, *Journal of Structural Geology* 24 (3), 567-585.
- Marshall, D.B. and McLaren A.C., (1977a), Deformation mechanisms in experimentally deformed plagioclase feldspars. *Phys. Chem. Miner.*, 1, 351-370.
- Marshall, D.B. and McLaren A.C., (1977b), The direct observation and analysis of dislocations in experimentally deformed plagioclase feldspars. *J. Mater. Sci.*, 12: 893-903.



- Marshall, D.B. and MacLaren, A.C., (1977a), Deformation rock. *J. Struct. Geol.*, 2: 439-451.
- Masterlark, T. and Wang, H.F. (2002), Transient stress coupling between the 1992 Landers and 1999 Hector Mine, California, earthquakes. *Bull. Seis. Soc. Am.* 92, 1470-1486.
- Mei, S. and Kohlstedt, D.L. (2000), Influence of water on plastic deformation of olivine aggregates 2. Dislocation creep regime. *Journal of Geophysical Research* 10(B9), 21457–21469
- Mei, S., W. Bai T. Hiraga, and D.L. Kohlstedt (2002), Influence of water on plastic deformation of olivine-basalt aggregates, *Earth Planet. Sci. Lett.* 201:491-507.
- Mehl, L. and Hirth, G. (2008), Plagioclase preferred orientation in layered mylonites: Evaluation of flow laws for the lower crust. *J. Geophys. Res.*, 113, B05202.
- Melendez-Martinez, J.J. and A. Dominguez-Rodriguez (2004), Creep of silicon carbide. *Progress in Material Science*, 49, 19-107.
- Mercier, J.C., (1980), Magnitude of continental lithospheric stresses inferred from rheomorphic petrology, *J. Geophys. Res.*, 85, 6293- 6303.
- Mercier, J.C., D.A. Anderson, N.L. Carter (1977), Stress in the lithosphere: inferences from steady state flow of rocks. *Pure Appl. Geophys.*, 115, 199-226.
- Mitra, G. (1978), Ductile deformation zones and mylonites: the mechanical processes involved in the deformation of crystalline basement rocks. *Amer. J. Sci.*, 278, I057-I084.
- Mohamed, F. A. and T. J. Ginter, (1982), On the nature and origin of Harper-Dorn creep, *Acta Met.*, 30, 1869.
- Molnar, P., H. J. Anderson, E. Audoin, D. Eberhart-Phillips, K. R. Gledhill, et al. (1999), Continuous deformation versus faulting through the continental lithosphere of New Zealand, *Science*, 286, 516–619.
- Molnar, P. (1992), Brace-Goetze strength profiles, the partitioning of strike slip and thrust faulting at zones of oblique convergence and the stress-heat flow paradox of the San Andreas fault, in *Fault Mechanics and Transport Properties of Rocks*, Eds. B. Evans and T.-F. Wong, 435-359, Academic, San Diego, California.
- Montardi, Y. and Mainprice, D. (1987). A transmission electron microscopic study of the plastic deformation of calcic plagioclase (An 68-70). *Bull. Mineral.* 110, 1-14.
- Montardi, Y. and Mainprice, D. (1987). Experimental deformation of fine grained sintered anorthite, *EOS* 65, p.1235.
- Y. Montardi (1987), Etude du frittage et de la déformation plastique expérimentale des plagioclases. These, Montpellier II.
- Morrison-Smith, D.J., Paterson, M.S. and Hobbs, B.E. (1976). An electron microscope study of plastic deformation in single crystals of synthetic quartz. *Tectonophysics*, 33, 43-79.
- Musienko, A. and G. Cailletaud (2009), Simulation of inter- and transgranular crack propagation in polycrystalline aggregates due to stress corrosion cracking. *Acta Materialia* 57 (2009) 3840–3855.
- Nabarro, F.R.N. (1967), Steady-state diffusional creep. *Philos. Mag.*, Vol. 16, 231-237.
- Nabarro, F. R. N. (1987), *Theory of Crystal Dislocations*, 821 pp., Dover, New York.
- Nabarro F R N. (1948), in Report of a conference on the strength of solids - London: The Physical Society. 75
- Nabarro F R N. (2002), Creep at very low rates. *Metall. Mater. Trans. A*, 33, 213.
- Nabarro, F.R.N. (2000), Harper-Dorn Creep - A Legend Attenuated? *Phys Stat Sol (a)* 182:627
- Nabarro, F. R. N (1989), The mechanism of Harper-Dorn creep. *Acta Metall.* vol. 37(8), 2211-2222.
- Nair, B. G., R. F. Cooper, D. Bruhn, and D. L. Kohlstedt (2001), High-temperature rheology of calcium aluminosilicate (anorthite) glass-ceramics under uniaxial and triaxial loading., *J. Am. Ceram. Soc.*, 84 (11), 2617–2624.
- Needleman, A. and J. R. Rice (1980). Plastic Creep Flow Effects In The Diffusive Cavitation Of Grain-Boundaries. *Acta Metallurgica* 28(10), 1315-1332.
- Needleman, A. (1990), Analysis of tensile decohesion along an interface. *J. Mech. Phys. Sol.*, 38, 289-324.

- Nicolas, A. and Poirier, J.P. (1976), *Crystalline Plasticity and Solid State Flow in Metamorphic Rocks*. Wiley. New York/London.
- Nicolas, A., Boudier, F., et Ildefonse, B. (1994), Evidence from the Oman ophiolite for active mantle upwelling beneath a fast-spreading ridge. *Nature*, 370, 51-53.
- Nicolas, A., Boudier, F., et Ildefonse, B. (1994), Dike Patterns in Diapirs beneath Oceanic Ridges : The Oman Ophiolite. In: *Magmatic Systems*. Ed. Ryan, M.P., Academic Press, New York, 77-95.
- Nicolas A. and B. Ildefonse, (1996), Flow mechanism and viscosity in basaltic magma chambers. *Geophysical Research Letters*, vol. 23 (16), 2013-2016.
- Norris, R.J and Cooper, A.F. (2003), Very high strains recorded in mylonites along the Alpine Fault, New Zealand: implications for the deep structure of plate boundary faults. *J. Struct. Geol.* 25(12), 2141-2157.
- Norris, R.J.(2004), Strain localisation within ductile shear zones beneath active faults: The Alpine Fault contrasted with the adjacent Otago fault system, New Zealand, *Earth Planets Space*, 56, 1095-1101.
- Ord, A. and Hobs, B.E. (1989), The strength of the continental crust, detachment zones and the development of plastic instabilities. *Tectonophysics*. vol. 158, 269-289.
- Ord, A. and Hobbs, B.E. (1986). Experimental control of the water-weakening effect in quartz. In: *Mineral and Rock Deformation: Laboratory studies*, Geophys Monograph Series, (Eds. B.E. Hobbs and H.C. Heard), Am. Geophys. Union, Washington D.C. vol. 36, 57-72.
- Orowan. E. (1934), Zur Kristallplastizität II. *Z. Phys.* vol. 89. 614.
- Okada, T. and Suita, T. (1965), Temperature dependence of flow stress in gamma ray irradiated sodium chloride crystals. *J. Phys. Soc. Japan*, 20(9).
- Parsons, T., and P. E. Hart (1999), Dipping San Andreas and Hayward faults revealed beneath San Francisco Bay, California, *Geology*, vol. 27, 839-842.
- Passchier, C.W. and Trouw, R.A.J. (2006). *Microtectonics* (2nd Ed). Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, pp.366.
- Paterson, M.S. (1982), The determination of hydroxyl by infrared absorption in quartz, silicate glasses and similar materials. *Bull. Mineral.* vol. 105, 20–29.
- Paterson, M.S. (1987), Problems in the extrapolation of laboratory rheological data. *Tectonophysics* vol. 133, 33-43.
- Paterson, M.S. (1989). The interaction of water with quartz and its influence in dislocation flow: An overview. In: *Rheology of Solids and of the Earth*. Eds. S.-I. Karato and M. Toriumi. 107-142, Oxford Univ. Press, New York.
- Paterson, M.S., Luan, F.C. (1990), Quartzite rheology under geological conditions. In: Knipe, R.J., Rutter, E.H. (Eds.), *Deformation Mechanisms, Rheology, and Tectonics*. Geological Society of London Special Publication, vol. 54, 299-307.
- Paterson, M.S. and D.L. Olgaard (2000), Rock deformation tests to large shear strains in torsion. *J. Struct. Geol.*, vol. 22, 1341–1358.
- Paterson, M.S. (2001), A granular flow theory for the deformation of partially molten rock. *tectonophysics*. vol. 335, 51-61.
- Pharr, G.M. and Ashby, M.F. (1983), On creep enhanced by a liquid phase. *Acta Metall.*, 31, 129-138
- Peach, C.J., Spiers, C.J. and P. W. Trimby (2001), Effect of confining pressure on dilatation, recrystallization, and flow of rock salt at 150°C. *J. Geophys. Res.*, vol. 106 (B7), 13315-1332.
- Petit J-C., Della M. G., Dran J. C., Schott J., Berner R. A., (1987), Mechanism of diopside dissolution from hydrogen depth profiling., *Nature*, Vol. 325, pp. 705-707.
- Picard, Dimanov and Raphanel, (2015), Experimental investigation of plastic behavior of halite single-crystals: In-situ approach. Submitted to *Acta Mat.*
- Picard, D.; L Arbaret, M Pichavant, R Champallier, P Launeau, (2011), Rheology and microstructure of experimentally deformed plagioclase suspensions. *Geology* vol. 39 (8), 747-750.
- Pistone, M., L Caricchi, P Ulmer, L Burlini, P Ardia, et al., (2012), Deformation experiments of bubble-and crystal-bearing magmas: Rheological and microstructural analysis. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, vol. 117 (B5), B008986.

- Poirier, J.P. (1979). Reply to "Diffusion-Controlled Dislocation Creep: A Defense". *Acta Metall.*, 27, 401-403.
- Poirier, J. P. and Guillopé, M. (1979), Deformation induced recrystallization of minerals, *B. Mineral.*, vol. 102, 67-74.
- Poirier, J.-P. (1985), Creep of crystals. High-temperature deformation processes in metals, ceramics and minerals. Cambridge University Press. pp260.
- Poirier, J.P. (1978), Is power-law creep diffusion controlled? *Acta Metall.* vol. 26, 629-637.
- Poirier, J.P. (1976), On the symmetrical role of cross-slip of screw dislocations and climb of edge dislocation as recovery processes controlling high temperature creep. *Rev. Phys. Appl.*, vol. 11, 731-738.
- Polanyi, M. (1934): Über eine Art Gitterstörung, die einen Kristall plastisch machen könnte. *Z. Phys.* vol. 89, 660.
- Pollitz, F.F. (2001), Viscoelastic shear zone model o a strike-slip earthquake cycle. *J. Geophys. Res.* vol. 106(B11), 26541-26560.
- Pollitz, F.F., Kellogg, L. R. Bürgmann (2001), Sinking Mafic Body in a Reactivated Lower Crust: A Mechanism for Stress Concentration at the New Madrid Seismic Zone. *Bulletin of the Seismological Society of America*, vol. 91(6), 1882.
- Pollitz, F.F. (2005), Transient rheology of the upper mantle beneath central Alaska inferred from the crustal velocity field following the 2002 enali earthquake. *J. Geophys. Res.*, vol. 11, B08407.
- Post, A.D. and Tullis, J. (1998). The rate of water penetration in experimentally deformed quartzite: implications for hydrolytic weakening. *Tectonophysics*, vol. 295, 117-137.
- Post, A.D., Tullis, J. and Yund, R.A. (1996). Effects of chemical environment on dislocation creep. *J. Geophys. Res.* vol. 101, 22143-22155.
- Post, A.D. and Tullis, J. (1999), A recrystallized grain size piezometer for experimentally deformed feldspar aggregates. *Tectonophysic*, vol. 303, 159-173.
- Poumelec B. and Jaoul, O. (1984), Influence of pO<sub>2</sub> and pH<sub>2</sub>O on the high temperature plasticity of olivine. In *Deformation of ceramic materials II*. Eds. Tressler, R.E. and Bradt, R.C. Plenum Press, New York, 281-307.
- Raimbourg, H., L. Jolivet, L. Labrousse, Y. Leroy and D. Avigad (2005), Kinematics of syneclogite deformation in the Bergen Arcs Norway: implications for exhumation mechanisms. In *Gapais, D., Brun, J. P. and Cobbold, P. R. (eds) Deformation Mechanisms, Rheology and Tectonics: from Minerals to the Lithosphere*. Geological Society, London, Special Publications, vol. 243, 175-192, The Geological Society of London.
- Raimbourg, H., Toyoshima, T. Harima, Y. and Kimura, G. (2008), Grain-size reduction mechanisms and rheological consequences in high-temperature gabbro mylonites of Hidaka, Japan. *Earth Planet. Sci. Lett.*, vol. 267, 3-4, 637-653.
- Raj, R., and M. F. Ashby (1971), On grain boundary sliding and diffusional creep, *Metall. Trans.*, Vol. 2, 1113-1127.
- Raj, R. and Chyung, C.K. (1981), Solution-precipitation creep in glass-ceramics. *Acta. metall.*, vol. 29, 159-166.
- Raj, R., and A. K. Ghosh (1981), Micromechanical modelling of creep using distributed parameters, *Acta Metall.*, vol. 29, 283-292.
- Raj, R. (1982), Creep in a polycrystalline aggregate by matter transport through a liquid phase. *J. Geophys. Res.*, vol. 87, 4731-4739.
- Ramsay, J.G. (1980), Shear zone geometry: A review. *J. Struct. Geol.* vol. 2 (1-2), 83-99.
- Ranalli, G. (1995), *The rheology of the earth*. 2nd edit. Chapman & Hall, London, UK. pp 398.
- Ranalli, G. (1997), Rheology and deep tectonics. *Annali Di Geophysica*, Vol. XL (3), 671-680.
- Ranalli G and Murphy DC (1987), Rheological stratification of the lithosphere. *Tectonophysics*, vol. 132, 281-298.
- Ranalli, G., (2003). How soft is the crust? *Tectonophysics*, vol. 361, 319-320.

- Raphanel J.R., Ravichandran G. and Leroy, Y.M., (2004), Three-dimensional rate-dependent crystal plasticity algorithm based on Runge-Kutta time integration and consistent linearization for equilibrium search. *Int. J. Solids Structures*, vol. 41, 5995-6021.
- Raphanel, J.; Dimanov, A.; Nazarova, L. A.; Nazarov, L.A. and Artemova, A.I. (2010), High temperature rheology of synthetic two-phase gabbroic aggregates: microstructural heterogeneities and local deformation mechanism *J. Mining Sci.* vol. 46(5) Pages: 495–502.
- Raterron, P., Jaoul, O., (1991). High-temperature deformation of diopside single crystal. I. Mechanical data. *J. Geophys. Res.* vol. 96, 14,277–14,286.
- Raterron, P., J. Girard and J. Chen (2012). Activities of olivine slip systems in the upper mantle. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, vol. 200, 105–112.
- Regenauer-Lieb, K. (1998), Dilatant plasticity applied to Alpine collision: Ductile void growth in the intraplate area beneath the Eifel volcanic field, *J. Geodyn.*, vol. 27(1), 1–21.
- Reid, J. E., Suzuki, A., Funakoshi, K., Terasaki, H., Poe, et al., (2003), The viscosity of CaMgSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub> liquid at pressures up to 13 GPa. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, vol. 139, 45-54.
- Reid, H. F. (1910), The mechanism of the earthquake, in *The California Earth-quake of April 18, 1906*, Report of the State Earthquake Investigation Commission, vol. 2, pp. 1–192, Washington, D. C., Carnegie Institution.
- Renner, J., Evans, B. and Hirth, G., (2000), On the rheologically critical melt fraction. *Earth and Planetary Science Letters*, vol. 181, 585–594.
- Relandeau, C. (1981), High temperature creep of forsterite polycrystalline aggregates. *Geophysical Research Letters*, vol. 8, 0094-8276.
- Riecker, R.E. and Rooney, T.P. (1966), Weakening of dunite by serpentine dehydration. *Science*, vol. 152, 196-198.
- Ricard, Y., D. Bercovici, and G. Schubert (2001), A two-phase model of compaction and damage: 2. Applications to compaction, deformation, and the role of interfacial surface tension, *J. Geophys. Res.*, vol. 106, 8907–8924.
- Roscoe, R. (1952), The viscosity of suspensions of rigid spheres. *British Journal of Applied Physics*, vol. 3, 267–269.
- Rossmann GR (1996), Studies of OH in nominally anhydrous minerals. *Physics and Chemistry of Minerals*, vol. 23, 299-304.
- Roux, S. and Hild, F. (2006), Stress intensity factor measurements from digital image correlation: post-processing and integrated approaches. *Int. J. Fract.* vol. 140, 141–157.
- Royden, L. H. (1996), Coupling and decoupling of crust and mantle in convergent orogens: Implications for strain partitioning in the crust, *J. Geophys. Res.*, 101, 17,679–17,705.
- Royden, L. H., B. C. Burchfiel, R. W. King, Z. Chen, F. Shen, and Y. Liu (1997), Surface deformation and lower crustal flow in eastern Tibet, *Science*, vol. 276, 788– 790.
- Ruano OA, Wadsworth J, Wolfenstine J and Sherby OD (1993), Evidence for Nabarro–Herring Creep in Metals: Fiction or Reality? *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 165, 133.
- Rubie, D.C. (1990), Mechanisms of reaction-enhanced deformability in minerals and rocks. In: *deformation processes in Minerals, Ceramics and Rocks*, Eds. Barber, D.J. and Meredith, P.G., The Mineralogical Society Series, I, Unwin Hyman Ltd, London, 262-292.
- Rudnick, R. L. and S. R. Taylor, (1987), The composition and petrogenesis of the lower crust: A xenolith study. *J. Geophys. Res.* Vol. 92 (B13), 13981–14005.
- Rudnick, R. L. and D.M. Fountain (1995), Nature and composition of the continental crust: a lower crustal perspective. *Review of Geophysics*, vol. 3(3), 267-309.
- Rupin N. (2007), *Ecoulement viscoplastique à chaud de métaux biphasés : modélisations théoriques et confrontations expérimentales*. Thèse, Ecole Polytechnique.
- Rutter, E. (1983), Pressure solution in nature, theory and experiment, *J. Geol. Soc.*, 140 (5), 725–740.
- Rutter, E. H., and K. H. Brodie (1985), The permeation of water into hydrating shear zones, in *Metamorphic Reactions, Kinetics, Textures, and Deformation* Eds. A.B. Thompson and D.C. Rubie. 242–250, Springer, New York.

- Rutter E. H., Brodie K. H. (1988). The role of tectonic grain size reduction in the rheological stratification of the lithosphere. *Geologische Rundschau* vol. 77, 295–308.
- Rutter, E.H. and Brodie, K.H. (1988). Experimental "syntectonic" dehydration of serpentinite under conditions of controlled pore water pressure, *J. Geophys. Res.*, vol. 93, 4907-4931.
- Rutter, E. and Neumann, D.H.K. (1995), Experimental deformation of partially molten Westerly granite under fluid- absent conditions, with implications for the extraction of granitic magmas. *Journal of Geophysical Research*, vol. 100, 15697–15715.
- Rutter, E. H., (1995), Experimental study of the influence of stress, temperature, and strain on the dynamic recrystallization of Carrara marble, *J. Geophys. Res.*, vol. 100 (B12), 24651-24663.
- Rutter, E. H., Brodie, K. H. (2004), Experimental grain size-sensitive flow of hot-pressed Brazilian quartz aggregates. *Journal of Structural Geology*. vol. 26, 2011-2023.
- Rutter, E. H., Brodie, K. H. (2004), Experimental intracrystalline plastic flow in hot-pressed synthetic quartzite prepared from Brazilian quartz crystals. *Journal of Structural Geology*. vol. 26, 259-270.
- Rutter, E.H., Mecklenburgh, J. and Brodie, K.H. (2011). Rock mechanics constraints on mid-crustal low-viscosity flow beneath Tibet. *Geol. Soc. London, Special Publ.*, vol. 360, 329-336.
- Rushmer, T. (1995), An experimental deformation study of partially molten amphibolite: application to low-melt fraction segregation. *Journal of Geophysical Research*, vol. 100, 15681–15695
- Rybacki, E. and Dresen, G. (2000), Dislocation and diffusion creep of synthetic anorthite aggregates. - *Journal of Geophysical Research*, 105, B11, p. 26017-26036.
- Rybacki, E. Paterson, M.S., Wirth, R. and Dresen, G. (2003), Rheology of calcite-quartz aggregates deformed to large strain in torsion. - *Journal of Geophysical Research*, 108, B2.
- Rybacki, E. and Dresen, G. (2004), Deformation Mechanism Maps for Feldspar Rocks. *Tectonophysics*, vol. 382, 3-4, 173-187.
- Rybacki, E. Gotshalk, M., Wirth, R., and Dresen, G. (2006), Influence of water fugacity and activation volume on the flow properties of fine-grained anorthite aggregates. *J. geophys. Res.*, vol. 111, B03203.
- Rybacki, E., Wirth, R. and Dresen, G. (2008), High-strain creep of feldspar rocks: Implications for cavitation and ductile failure in the lower crust. *Geophys. Res. Letters*, vol; 35, L04304.
- Rybacki, E., Wirth, R. and Dresen, G. (2010), Superplasticity and ductile fracture of synthetic feldspar deformed to large strain. *J. Geophys. Res.*, vol. 115, B08209.
- Rybacki, E., C. Janssen, R. Wirth, K. Chen, H.-R. Wenk, D. Stromeyer, G. Dresen (2011), Low-temperature deformation in calcite veins of SAFOD core samples (San Andreas Fault) - Microstructural analysis and implications for fault rheology. *Tectonophysics*, vol. 509, 107-119.
- Rybacki, E., Morales, L.F., Naumann, M. and Dresen, G. (2014), Strain localization during high temperature creep of marble: The effect of inclusions. *Tectonophysics*, vol. 634, 182-197.
- Savage J.C. and Svarc, J.L. (1997), Postseismic deformation associated with the 1992  $M = 7.3$ . Landers earthquake, southern California. *J. Geophys. Res.*, vol. 102, 7565-7577.
- Sawyer, S. (1985), Brittle failure in the upper mantle during extension of continental lithosphere. *J. Geophys. Res.*, 90, 3021-3026.
- Scott, T. and D.L. Kohlstedt (2006), The effect of large melt fraction on the deformation behavior of peridotite, *Earth Planet. Sci. Lett.* vol. 246, 177-187.
- Segall, P. and J.L. Davis, (1997), GPS applications for geodynamics and earthquake studies, *Annual Reviews of Earth and Planetary Science*, vol. 25, 301-36.
- Seifert, K.E. and VerPloeg, A.J. (1977), Deformation characteristics of experimentally deformed Adirondack anorthosite. *Can. J. Earth. Sci.*, vol. 14, 2706-2717.
- Serot-Crambert, S. (1983), Experimental sintering and deformation of anorthosite. 3<sup>rd</sup> NATO Advanced Study Institute on "Felspar, feldspathoids and their paragenesis", Rennes, France, p. 47.
- Shelton, G.L. and Tullis, J. (1983), Experimental flow laws from crustal rocks. *EOS*, 62, 396.
- Shimizu N. and Kushiro I. (1984), Diffusivity of oxygen in jadeite and diopside melts at high pressures. *Geochim. Cosmochim. Acta* , ol. 48, 1295-1303.
- Shimizu, I. (2008), Theories and applicability of grain-size piezometers: The role of dynamic recrystallization mechanisms: *Journal of Structural Geology*, vol. 30, 899–917.



- Sibson, R.H. (1977), Fault rocks and fault mechanisms. *J. Géol. Soc. London*, vol. 133 (3), 191-213.
- Sibson, R.H., (1980) Power dissipation and stress levels on faults in the upper crust. *J. Geophys. Res.*, vol. 85 (11), 6239–6247.
- Sibson, R.H. (1983), Continental fault structure and the shallow earthquake source, *J. Geol. Soc. London*, vol. 140, 741-767.
- Sibson, R. H. (1986), Earthquakes and Rock Deformation in Crustal Fault Zones, *Annual Review of Earth and Planetary Sciences*, Vol. 14, 149-175.
- Skogby H, Rossman GR (1989), OH in pyroxenes: An experimental study of incorporation mechanisms and stability. *American Mineralogist* vol. 74, 1059-1069.
- Skogby H, Bell DR, Rossman GR (1990), Hydroxide in pyroxenes: variations in the natural environment. *American Mineralogist* vol. 75, 764-774.
- Skrotzki, W. and Welch, P. (1983) Development of texture and microstructure in extruded ionic polycrystalline aggregates. *Tectonophysics*, vol. 99, 47–62.
- Skrotzki, W., Helming, K., Brokmeier, H.-G., Dornbusch, H.-J., Welch, P. (1995), Textures in pure shear deformed rock salt. *Textures Microstruct.* vol. 24, 133–141.
- Sherby, O.D. and Weertman, J. (1979), Diffusion controlled dislocation creep: a defense. *Acta Met.* vol. 27, 387-400
- Schmeling, H. (1986), A simple statistical model on the degree of interconnection in partially molten rocks. *J. Geophys.* vol. 59, 142-145.
- Schmid, S. M., M. S. Paterson, and J. N. Boland, (1977) Superplastic flow in fine grained limestone, *Tectonophysics*, 43(3-4), 257–291.
- Schmid, S. M., M. S. Paterson, and J. N. Boland, (1980) High temperature flow and dynamic recrystallization in Carrara marble, *Tectonophysics*, vol. 65, 245–280.
- Smyth JR, Bell DR, Rossman GR (1991), Incorporation of hydroxyl in upper mantle clinopyroxenes. *Nature* vol. 351, 732-734.
- Sol, S., A. Meltzer, R. Bürgmann, R.D. van der Hilst, R. King, (2007), Geodynamics of the southeastern Tibetan Plateau from seismic anisotropy and geodesy. *Geology*, vol. 35(6), 563-566.
- Soula A., Y. Renollet D., Boivin, J.-L. Pouchou, D. Locq et al., (2009), Analysis of high-temperature creep deformation in a polycrystalline nickel-base superalloy *Materials Science and Engineering A*, 510–511, 301–306.
- Sparks, D.W. and Parmentier, E.M. (1994), The Generation and Migration of Partial Melt beneath Oceanic Spreading Centers. In: *Magmatic Systems*. Ed. Ryan, M.P., Academic Press, New York, 55-76.
- Spiers, C.J. and Schujens, P.M.T.M. (1990), Densification of crystalline aggregate by fluid-phase diffusional creep. In: *deformation processes in Minerals, Ceramics and Rocks*, Eds. Barber, D.J. and Meredith, P.G., *The Mineralogical Society Series*, 1, Unwin Hyman Ltd, London., 334-352.
- Spiers, C.J., Schutjens, P.M.T.M., Brzesowsky, R.H. Peach, C.J., Liezenberg, J.L. & Zwart, H.J. (1990), Experimental determination of the constitutive parameters governing creep of rocksalt by pressure solution. In Knipe R.J. and Rutter E.H. (eds), *Geological Society Special Publication: Deformation Mechanisms, Rheology and Tectonics* vol. 54, 215-227.
- St-Pierre, L. Hériprié, E. Dexet, M. Crépin, J., Bertolino, G. et al. (2008), 3D simulations of microstructure and comparison with experimental microstructure coming from O.I.M analysis. *International Journal of Plasticity*, Elsevier, vol. 24 (9), p. 1516-1532.
- Stemmer, S., Roebben, G. and Van der Biest, O. (1998), Evolution of grain boundary films in liquid phase sintered silicon nitride during high-temperature testing. *Acta Mater.*, vol. 46, 15, 5599-5606.
- Stipp, M. and Tullis, J. (2003), The recrystallized grain size piezometer for quartz: *Geophysical Research Letters*, vol. 30, 2088.
- Stipp, M., J. Tullis, M. Scherwath and J. Behrmann (2010), A new perspective on paleopiezometry: Dynamically recrystallized grain size distributions indicate mechanism changes. *geology*, vol. 38, 759-762.
- Stunitz, H. and Tullis, J. (2001), Weakening and strain localization produced by syndeformational reaction of plagioclase. *Int. J. Earth Sci.*, vol. 90, 136-148.

- Stünitz, H. and Fitz Gerald, J. D. (1993), Deformation of granitoids at low metamorphic grade. II: Granular flow in albite-rich mylonites, *Tectonophysics*, vol. 221, 299–324.
- Sutton, M., Wolters, W., Peters, W., McNiell, S. (1983), Determination of displacements using an improved digital correlation method. *Image Visual. Comput.* vol. 1, 133–139.
- Sutton, M., Orteu, J.-J., Schreier, H., (2009), *Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements: Basic Concepts, Theory and Applications*. Springer, New York.
- Tammann G. and W. Hesse (1926) Die Abhängigkeit der Viskosität von der Temperatur bei unterkühlten Flüssigkeiten. *Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie*. vol. 156(1), 245-257.
- Taylor. G.I. (1934), The Mechanism of Plastic Deformation of Crystals. *Proc. Roy. Soc. London (A)*. vol. 145, 362.
- Tharp, T. M. (1983), Analogies between the high-temperature deformation of polyphase rocks and the mechanical behavior of porous powder metal, *Tectonophysics*, vol. 96, 11-11.
- Thatcher, W., (1983), Nonlinear strain buildup and the earthquake cycle on the San Andreas fault. *J. geophys. Res.*, vol. 88, 5893-5902.
- Thomson, S.N. (2002), Late Cenozoic geomorphic and tectonic evolution of the Patagonian Andes between latitudes 42°S and 46°S: an appraisal based on fission-track results from the transpressional intra-arc Liquine-Ofqui fault zone. *Geol. Soc. Am. Bull*, vol. 114(9), 1159–1173.
- Tinker, D., Leshner, C.E., Baxter, G.M., Uchida, T., Wang, Y. (2004), High-pressure viscometry of polymerized silicate melts and limitations of the Eyring equation. *Am. Mineralogist* 89, 1701–1708.
- Toramaru, A. and Fujii, N (1986), Connectivity of melt phase in partially molten peridotite., *J. geophys. Res.* Vol: 91 (B5), 9239–9252.
- Trepmann, C. and Stoeckhert, B. (2001), Mechanical twinning of jadeite – an indication of synseismic loading beneath the brittle-plastic transition. *Int. J. Earth Sci.*, vol. 90, 4-13.
- Trepmann, C. and Stoeckhert, B. (2002), Cataclastic deformation of garnet: a record of synseismic loading and postseismic creep. *J. Struct. Geol.* vol. 24, 1845-1856.
- Tullis, J. (1983), Deformation of feldspars. In: *Feldspar Mineralogy*. Ed. Ribbe, P.H., *Reviews in Mineralogy, Mineral. Soc. Amer.*, Vol. 2, 297-323.
- Tullis, J. and Yund, R.A., (1980), Hydrolitic weakening of experimentally deformed Westerly granite and Hale albite. *Jour. Struc. Geol.* 2, 439-451.
- Tullis J., Yund R. H. (1987). Transition from cataclastic flow to dislocation creep of feldspar: mechanisms and microstructures. *Geology* vol. 15, 606–609.
- Tullis, J. (1990), Experimental studies of deformation mechanisms and microstructures in quartz-feldspathic rocks. In: *Deformation Processes in Minerals, Ceramics and Rocks*, Eds. Barber, D.J. and Meredith, P.G., *The Mineralogical Society Series, I*, Unwin Hyman Ltd, London., 190-227.
- Tullis, J. and Yund R. H. (1977), Experimental deformation of dry westerly granite. *J. Geophys. Res.*, vol. 82 (B5), 5705–5718.
- Tullis, T. E., F. G. Horowitz, and J. Tullis (1991), Flow laws of polyphase aggregates from end-member flow laws, *J. Geophys. Res.*, vol. 96, 8081–8096.
- Tullis, J., R. Yund, and J. Farver (1996), Deformation-enhanced fluid distribution in feldspar aggregates and implications for ductile shear zones, *Geology*, vol. 24, 63–66.
- Tullis, J. (2002), Deformation of crustal materials. In: *Plastic Deformation of Minerals and Rocks*, eds. H.R. Wenk and S.I. Karato. *Reviews of Mineralogy*, vol. 51, 51-95.
- Tvergaard, V. (1989), On the analysis of ductile fracture mechanisms. In *Advances in Fracture Research*, *Proc. Int. Conf. Fracture, ICF7* (eds. K. Salama, Ravi-Chandar, K. Taplin, D.M.R., Rao, P.R.) 159-179, Pergamon Press, Oxford.
- Twiss, R.J. (1977) Theory and Applicability of a Recrystallized Grain Size Paleopiezometer. *Pure Appl. Geophys.*, vol 115, 227- 244.
- Urai, J.L. and Spiers, C.J. (2007), The effect of grain boundary water on deformation mechanisms and rheology of rocksalt during long-term deformation. In “SaltMech6”, *Proc. of the 6<sup>th</sup> conf. on the mechanical behavior of salt*, Hannover, Germany, Eds. Wallner, M., Lux, K., Minkley, W. and Hardy, H. Jr. Taylor and Francis.

Urai, J.L., Spiers, C.J., Zwart, H.J. and Lister, G.S. (1986), Weakening of Rocksalt by Water During Long-Term Creep. *Nature*, vol. 324, 554-557.

Van der Molen, I. and Paterson, M.S. (1979), Experimental deformation of partially-melted granite. *Contrib. Mineral. Petrol.*, vol. 70, 299-318.

Vauchez, A. and Tommasi, A. (2003), Wrench faults down to the asthenosphere: Geological and geophysical evidence and thermo-mechanical effects. In: Storti, F. Holdsworth, R.E. & Salvini, F. (eds) *Intraplate Strike-Slip Deformation Belts*, *Geol. Soc. London Spec. Publ.*, vol. 210, 15-34.

Viggiani, G. and Hall, S.A. (2008), Full-field measurements, a new tool for laboratory experimental geomechanics. In: *Deformation Characteristics of Geomaterials*, Burns, S.E., Mayne, P.W., Santamarina, J.C. (Eds.), I. IOS Press, 3–26.

von Bargen, N. and Waff, H.S. (1986), Permeability, interfacial areas and curvatures of partially molten systems: Results of numerical computations of equilibrium microstructures. *Vol: 91 (B5)*, 9261–9276.

Waff, H. S. and J. R. Bulau (1982), Experimental studies of near-equilibrium textures in partially molten silicates at high pressure, *Adv. Earth Planet. Sci.*, vol. 12, 229–236.

Waff, H.S (1986), Introduction to special section on partial melting phenomena in earth and planetary evolution. *J. Geophys. Res.*, vol. 91, B9, 9217-9221.

Walker, A.N., E.H. Rutter and K.H. Brodie (1990), Experimental study of grain-size sensitive flow of synthetic hot-pressed calcite rocks, in *Deformation Mechanisms Rheology and Tectonics*. Eds. R.J. Knipe and E.H. Ruter, *Spec. Publ. Geol. Soc. London*, vol. 54, 259-284.

Wang, Z-C., Dresen, G. and Wirth, R. (1996), Diffusion creep of fine-grained polycrystalline anorthite in high temperature. - *Geophysical Research Letters*, vol. 23, 3111-3114.

Wang, Z-C., Bai, Q., Dresen, G., Wirth, R. and Dresen and Evans, B. (1996), High-temperature deformation of calcite single crystals. *Journal of Geophysical Research*, 101, p. 20377-20390.

Wang, Z-C., Dresen, G., and Andrut, M. (1997), Hydroxyl concentration in Orthoclase single crystals. *Physics and Chemistry of the Earth*, vol. 22, p. 1-4.

Wang, Z., Y. Zhao, and D.L. Kohlstedt (2010), Dislocation creep accommodated by grain boundary sliding in dunite, *J. Earth Sci.* vol. 21, 541-554.

Wang, Y., W. Durham, I. Getting, D. Weidner (2003), The deformation-DIA: A new apparatus for high temperature triaxial deformation to pressures up to 15 GPa. *Review of Scientific Instruments* vol. 74, 3002–3011.

Wang J.N. and Nieh T.G. (1995), Effects of the Peierls Stress on the Transition from Power Law Creep to Harper-Dorn Creep. *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 43(4), 1415-1419.

Watanabe, H., Mukai, T., Mabuchi and Higashi, K. (2001), Superplastic deformation mechanisms in powder metallurgy magnesium alloys and composites. *Acta Mater.* vol. 49 (11), 2027-2037.

Wattrisse, B., Chrysochoos, A., Muracciole, J.-M. and Néméz-Gaillard, M., (2001), Analysis of strain localization during tensile tests by digital image correlation. *Exp. Mech.* 41 (1), 29–39.

Weber, M., Ayyash, A., Abueladas, K., Agnon, A., Al-Amoush H. et al., (2004), The crustal structure of the Dead Sea Transform. *Geophys. J. Int.* vol. 156, 655-681.

Weertman, J. and J. R. Weertman (1964), *Elementary Dislocation Theory*, MacMillan, New York.

Weertman, J. (1968), Dislocation climb theory of steady-state creep, *Trans. Q. Amer. Soc. Metals*, vol. 61, 681-694.

Weertman, J. (1957), Steady-State Creep of Crystals. *J. Appl. Phys.* Vol. 10, 1185-1189.

Weertman, J. (1955), Theory of Steady-State Creep Based on Dislocation Climb. *J. Appl. Phys.* Vol. 26, 1213-1217.

Weertman, J. and Weertman, J.R. (1967), *Elementary Dislocation Theory*. - McMillan, New York.

Weertman, J. (1957), Steady State creep through dislocation climb. *J. Appl. Phys.* vol. 28, 362-364.

Weertman, J. and Blacic, J. (1984), Harper-Dorn creep: an artifact of low-amplitude temperature cycling? *Geophys. Res. Lett.*, vol. 11(2), 117-120.

Weidner, D., M. Vaughan; L. Wang; H. Long; L. Li; N. Dixon; W. Durham (2010), Precise stress measurements with white synchrotron x rays. *Review of Scientific Instruments* 81(1), 013903.

- Weinberg, R.F. and K. Regenauer-Lieb (2010) Ductile fractures and magma migration from source. *Geology*, vol. 38, (4), 363–366
- Wenk, H.R., Canova, G.R., Molinari, A., Mecking, H. (1989), Texture development in halite: comparison of Taylor model and self-consistent theory. *Acta Metall.* vol. 37, 2017-2029.
- Westaway, R. (1995), Crustal volume balance during the India-Eurasia collision and altitude of the Tibetan Plateau: A working hypothesis, *J. Geophys. Res.*, vol. 100, 15,173-15,192.
- White, J. C., and White, S. E. (1981), On the structure of grain boundaries in tectonites, *Tectonophysics*, vol. 78, 613-628.
- White, I. c., White, S. H. (1983), Semi-brittle deformation within the Alpine Fault Zone, New Zealand. *J. Struct. Geol.* 5, 579-589.
- White, S. H. (1976), The effects of strain on the microstructures, fabrics and deformation mechanisms in quartzites. *Philos. Trans. R. Soc. London Ser. A* 283, 69-86.
- White, S. H., Burrows, S. E., Carreras, J., Shaw, N. D., Humphreys, F. I. (1980) On mylonites in ductile shear zones. I. *Struct. Geol.* vol. 2, 175-187.
- White, S. H. (1979), Grain and sub-grain size variation across a mylonite zone, *Contrib. Mineral. Petrol.*, vol. 70, 193-202.
- White, J. C. (1996), Transient discontinuities revisited: Pseudotachylyte, plastic instability and the influence of low pore-fluid pressure on deformation processes in the mid-crust. *J. Struct. Geol.*, vol. 18(12), 1471-1477.
- White, J.C. (2012), Paradoxical pseudotachylyte - fault melt outside the seismogenic zone. *Journal of Structural Geology*, vol. 38, 11-20.
- Williams C.A. C., Connors, F.A., Dahlen, E.J., Price and J. Suppe (1994), Effect of the brittle-ductile on the topography of compressive mountain belts on Earth and Venus. *J. Geophys. Res.*, vol. 99, 19947-19974.
- Wilkinson, D.S. (1994), Creep mechanisms in silicon nitride ceramics. In tailoring of high temperature processes of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ceramics. Eds. Hoffmann, M.J. and Petzov, G. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, Netherlands, 327-338.
- Wilkinson, D.S. (1998), Creep mechanisms in multiphase ceramic materials. *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 81, 275-99.
- Wilkins, R.W.T. and Sabine W. (1973), Water content of some nominally anhydrous silicates. *Am. Mineral.* vol. 58, 508-516.
- Wilson, C.K., Jones, C.H., Molnar, P., Sheehan, A.F., Boyd, O.S. (2004), Distributed deformation in the lower crust and upper mantle beneath a continental strike-slip fault zone: Marlborough fault system, South Island, New Zealand, *Geology*, vol. 32(10), 837–840 .
- Wintsch, R. P., Christoffersen, R. G., and Kronenberg, A. K. (1995), Fluid-rock reaction weakening of fault zones, *Jour. Geophys. Res.*, vol. 100, 13021-13032.
- Wirth, R. (1996), Thin amorphous films (1-2 nm) at olivine grain boundaries in mantle xenoliths from San Carlos, Arizona. *Contributions of Mineralogy and Petrology*, vol. 124, 44-54.
- Wittlinger, G., Tapponnier, P., Poupinet, G., Mei, J., Danian, S. Herquel, G., Masson, F. (1998), Tomographic Evidence for Localized Lithospheric Shear Along the Altyn Tagh Fault. *Science*, Vol. 282 (5386), 74-76.
- Wolfenstine, J., Ruano, O.A., Wadsworth, J. and Sherby, O.D. (1991), Harper-Dorn creep in single crystalline NaCl, *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 25(9), 2065-2070.
- Wright, T.J. J.R., Elliott, H. Wang, I. Ryde (2013), Earthquake cycle deformation and the Moho: Implications for the rheology of continental lithosphere. *Tectonophysics*. vol. 609, 504-523.
- Yavari, P., D. A. Miller and T. G. Langdon (1982), An investigation of Harper-Dorn creep- I. Mechanical and microstructural characteristics *Acta Metall.*, vol. 30, 871.
- Závada, P., K. Schulmann, J. Konopásek, S. Ulrich, and O. Lexa (2007), Extreme ductility of feldspar aggregates - Melt-enhanced grain boundary sliding and creep failure: Rheological implications for felsic lower crust. *J. Geophys. Res.*, vol. 112, B10210

- Závada, P., Desbois, G., Schwedt, A., Lexa, O. and Urai, J. L. (2012), Extreme ductile deformation of fine-grained salt by coupled solution-precipitation creep and microcracking: Microstructural evidence from perennial Zechstein sequence (Neuhof salt mine, Germany), *J. Struct. Geol.*, vol. 37, 89–104.
- Zelin, M.G. and Mukherjee, A.K. (1996), Geometrical aspects of superplastic flow. *Mater. Sci. Eng. A*, 208, 210-225.
- Zeuch D.H. (1983), On the inter-relationships between grain size sensitive creep and dynamic recrystallization of olivine. *Tectonophysics*, vol. 93, 151-168.
- Zimmerman, M.E. and D.L. Kohlstedt (2004), Rheological properties of partially molten lherzolite, *J. Petrol.* vol. 45, 275-298.
- Zinsmeister, L. (2013), Etude de l'évolution hydromécanique d'un carbonate après alteration chimique. Application des methodes de corrélation d'images 2D et 3D à la mesure de champs locaux de déformation lors d'essais mécaniques à différentes échelles. Thèse de l'Ecole Polytechnique.
- Zuber, M. T. (1987) Compression of oceanic lithosphere: An analysis of intraplate deformation in the Central Indian Basin, *J. Geophys. Res.*, vol. 92, 4817–4825.