



**HAL**  
open science

**Etudes expérimentales et numériques du comportement  
mécanique de matériaux géologiques en fonction de la  
pression et de la température : [thèse soutenue sur un  
ensemble de travaux]**

Yves Caristan

► **To cite this version:**

Yves Caristan. Etudes expérimentales et numériques du comportement mécanique de matériaux géologiques en fonction de la pression et de la température : [thèse soutenue sur un ensemble de travaux]. Mécanique des solides [physics.class-ph]. Université Scientifique et Médicale de Grenoble, 1984. Français. NNT: . tel-00794088

**HAL Id: tel-00794088**

**<https://theses.hal.science/tel-00794088>**

Submitted on 25 Feb 2013

**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.



# THÈSE

*Rauscher*

présentée à

L'UNIVERSITÉ SCIENTIFIQUE ET MÉDICALE

ET

L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE  
DE GRENOBLE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR ÈS-SCIENCES

par

**Yves CARISTAN**

SUJET

**Etudes expérimentales et numériques  
du comportement mécanique  
de matériaux géologiques  
en fonction de la pression et de la température**

Soutenue le 18 Avril 1984 devant la Commission d'Examen

M. C. ALLEGRE

M. P. DUVAL

M. J. AURIAULT

M. G. GOUTIERE

M. J. BIAREZ

M. L. LLIBOUTRY

M. M. BOUCHON

M. G. PERRIER B.P. 53

U. J. Fourier - O.S.U.G.  
MUSEUM DES GEOSCIENCES  
DOCUMENTATION  
F. 38041 GRENOBLE CEDEX

Tel. 04 76 54 27 - Fax 04 76 51 40 58

Mail: pblaur@ujf-grenoble.fr

GRENOBLE

11 SEP. 2003



## R E S U M E

Les propriétés mécaniques de différents types de matériaux géologiques sont étudiées en laboratoire. Ce sont d'abord les propriétés d'agrégats artificiels de calcite et de quartz, mettant en évidence le comportement rhéologique volumique et la réduction de porosité en fonction du temps, des pressions de confinement appliquées et de la température. Le second type de matériau est un diabase, roche basaltique microcristalline dont le comportement est étudié à la température de 1000°C. La diminution de la pression de confinement entraîne le passage d'un comportement ductile à un comportement fragile, cette transition dépendant de la vitesse de déformation. Le troisième système étudié est constitué de deux matériaux séparés par une interface. L'auteur analyse la relation entre les propriétés mécaniques des matériaux constitutifs et les propriétés de l'interface. Les expériences sont interprétées en parallèle à une simulation numérique et les valeurs des paramètres déterminées selon leur utilisation dans le calcul. Finalement l'auteur présente une étude technique sur l'inversion des données de stéréologie relatives à la quantification d'un réseau de fractures. Une inversion analytique simple est comparée à une technique numérique en plusieurs phases.

### Mots-Clés

Frittage, basalte, calcite, quartz, rhéologie, fluage, ductile, fragile, interface, friction, stéréologie, inversion, réseau de fractures.

# THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITÉ SCIENTIFIQUE ET MÉDICALE

ET

L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE  
DE GRENOBLE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR ÈS-SCIENCES

par

**Yves CARISTAN**

SUJET

**Etudes expérimentales et numériques  
du comportement mécanique  
de matériaux géologiques  
en fonction de la pression et de la température**

Soutenu le 18 Avril 1984 devant la Commission d'Examen

M. C. ALLEGRE

M. P. DUVAL

M. J. AURIAULT

M. G. GOUTIERE

M. J. BIAREZ

M. L. LLIBOUTRY

M. M. BOUCHON

M. G. PERRIER

GRENOBLE

Je remercie vivement le Professeur Guy PERRIER de m'avoir accueilli à l'I.R.I.G.M., me permettant ainsi de présenter ce mémoire, ainsi que Monsieur GOUTIERE, Chef du Service Radiochimie et Phénoménologie au Commissariat à l'Energie Atomique pour m'avoir laissé disposer du temps qui m'était nécessaire à la rédaction de ce mémoire, dont la réalisation technique a été assurée avec beaucoup de patience par Madame VIALLETON.



RESUME

Les propriétés mécaniques de différents types de matériaux géologiques sont étudiées en laboratoire. Ce sont d'abord les propriétés d'agrégats artificiels de calcite et de quartz, mettant en évidence le comportement rhéologique volumique et la réduction de porosité en fonction du temps, des pressions de confinement appliquées et de la température. Le second type de matériau est un diabase, roche basaltique microcristalline dont le comportement est étudié à la température de 1000°C. La diminution de la pression de confinement entraîne le passage d'un comportement ductile à un comportement fragile, cette transition dépendant de la vitesse de déformation. Le troisième système étudié est constitué de deux matériaux séparés par une interface. L'auteur analyse la relation entre les propriétés mécaniques des matériaux constitutifs et les propriétés de l'interface. Les expériences sont interprétées en parallèle à une simulation numérique et les valeurs des paramètres déterminées selon leur utilisation dans le calcul. Finalement l'auteur présente une étude technique sur l'inversion des données de stéréologie relatives à la quantification d'un réseau de fracture. Une inversion analytique simple est comparée à une technique numérique en plusieurs phases.

## Mots-clés :

Frittage, basalte, calcite, quartz, rhéologie, fluage, ductile, fragile, interface, friction, stéréologie, inversion, réseau de fractures.

T A B L E   d e s   M A T I E R E S

	<u>pages</u>
Introduction et synthèse des chapitres	2
CHAPITRE I : Déformation d'agrégats poreux de calcite et de quartz par la méthode du frittage à chaud.	34
CHAPITRE II : Fluage à haute température du diabase du Maryland	57
CHAPITRE III : La transition entre le fluage à haute température et le comportement fragile dans le diabase du Maryland.	102
CHAPITRE IV : Etude expérimentale et numérique de la friction. Relation avec la fracturation.	113
CHAPITRE V : Détermination de la distribution angulaire de la densité de fissure par inversion de données stéréologiques.	147

ETUDES EXPERIMENTALES ET NUMERIQUES DU COMPORTEMENT

MECANIQUE DE MATERIAUX GEOLOGIQUES EN FONCTION

DE LA PRESSION ET DE LA TEMPERATURE

Y. CARISTAN



INTRODUCTION

Le globe terrestre est un système mécanique dont l'évolution est permanente. Les matériaux qui le constituent sont continus ou affectés de discontinuités, mais déformables. La mécanique des roches s'intéresse donc au jeu des forces et des déplacements au cours du temps, avec comme double but :

1. Comprendre tout ce qui est éloigné de nous, spatialement ou temporellement, et que nous essayons d'appréhender :

- ce qui est en profondeur (intérieur du globe, planète )
- ce qui s'est passé il y a des millions ou des milliers d'années.

2. A partir de notre compréhension, prévoir la suite de l'évolution mécanique du système ou d'une partie du système

La méthodologie dont nous disposons est résumée au tableau I. C'est la base de la mécanique des matériaux déformables. Les lois de la physique des milieux déformables mettent en relation les deux variables thermodynamiquement conjuguées : contraintes et déformations. D'autres variables peuvent intervenir : essentiellement la pression et la température. Dans le cas de transformations irréversibles, le temps devient une variable essentielle. Ces lois sont indépendantes des matériaux constituant le système.

A ces lois physiques s'ajoutent les caractéristiques rhéologiques des matériaux. Ce sont des relations empiriques entre les contraintes et déformations. Selon la forme fonctionnelle de cette relation on distingue les matériaux à comportement essentiellement réversible ou essentiellement irréversible. Toutes ces caractéristiques ne peuvent être déterminées de façon complète qu'au laboratoire : contraintes et déformations peuvent y être mesurées indépendamment et simultanément et la relation empirique entre les deux établie, ce qui ne peut être réalisé in situ ou à grande échelle. Il se pose cependant le problème de la représentativité des mesures de

laboratoire par rapport au comportement de systèmes naturels dont les échelles spatiales et temporelles sont infiniment plus grandes.

X  
Finalement, les conditions initiales et aux limites du système mécanique sont déterminées essentiellement à partir des observations in situ. D'une façon très générale, in situ comme au laboratoire, les déformations peuvent être déterminées très facilement à partir de mesures de déplacement. Ces déplacements sont très souvent décrits en fonction du temps, quelle que soit cette échelle de temps, c'est-à-dire par la cinétique plutôt que par la mécanique. A l'échelle des temps géologiques, ce sont les observations classiques de géologie structurale et de tectonique qui constituent les données de base après reconstitution historique. A l'échelle humaine la cinétique est directement mesurable en fonction du temps soit par instrumentation in situ (faille de San Andreas, surveillance volcanologique) soit par mesure topographique, altimétrique ou planimétrique. Finalement, à l'échelle de quelques secondes ou quelques fractions de secondes, ce sont les mesures de sismologie ou de chronométrie en cas d'impact. Toutes ces mesures sont des mesures de déplacement, de déformation ou de leurs dérivées par rapport au temps.

X  
Les mesures de contraintes sont beaucoup plus difficiles. Elles mettent en oeuvre des techniques destructives (vérin plat, fracturation hydraulique), ce qui rend le suivi des contraintes dans le temps plus problématique qu'un suivi de déformation. D'autres observations (taille des grains des roches, densité de dislocation dans ces grains) permettent d'estimer l'ordre de grandeur des contraintes in situ à la base de la croûte et dans le mateau supérieur. Là encore on ne peut pas considérer ces observations comme des mesures directes puisque leur interprétation dépend des modèles utilisés pour remonter aux contraintes. Elles ne permettent pas un suivi dans le temps.

Dans ce cadre général, les études que nous présentons ici sont



centrées sur les caractéristiques rhéologiques des géomatériaux. Les deux premiers chapitres traitent de déformation à haute température. Le chapitre suivant présente une étude expérimentale de la transition entre le comportement fragile et le comportement ductile. Le quatrième chapitre traite de la propagation d'une fracture en mode cisailant au niveau d'une interface entre deux matériaux. Expériences et simulation numérique sont comparées. Le cinquième chapitre présente une méthode d'inversion de données stéréologiques. Elle permet une quantification précise de la distribution bidimensionnelle de microfissures dans un échantillon. Elle peut être aussi utilisée pour quantifier un réseau de failles au niveau d'un affleurement. Les sujets traités couvrent donc le comportement fragile et les milieux homogènes fracturés et la consolidation de milieu granulaires à haute température.

#### I - COMPORTEMENT PLASTIQUE D'UN MILIEU GRANULAIRE

La motivation première de ce travail date des études sur le frittage à chaud de l'olivine publiées par Schwenn et Goetze en 1978. Est-il possible de faire des échantillons artificiels parfaitement identiques aux échantillons que l'on trouve dans la nature, mais avec des densité, porosité, perméabilité variables ? De tels échantillons artificiels présentent l'avantage de la reproductibilité des conditions expérimentales en laboratoire.

Parallèlement, est-il possible de remonter aux propriétés rhéologiques de la matrice constituant les grains frittés d'après l'observation et la mesure des courbes de déformation volumique en fonction du temps, de la température et de la pression de frittage ? Si la réponse est positive, on dispose alors d'un moyen très simple d'investigation des propriétés des matériaux géologiques denses sous forte pression et à haute température. En effet le frittage ne nécessite de disposer que d'une cellule haute pression et haute température, sans mécanisme de piston mobile, mécanisme pour lequel il faut disposer d'une presse.

Enfin, même si la réponse à la question précédente est négative,

Enfin, même si la réponse à la question précédente est négative, les données accumulées permettent de caractériser le comportement de l'agrégat composé de la matrice et du volume de pores. De tels agrégats se rencontrent dans la nature. Ce sont par exemple des brèches de failles, matériau granulaire dont les éléments ont été consolidés par la température et la pression, mais possèdent une porosité non négligeable.

### 1. Les échantillons artificiels

Ils sont constitués par compaction à froid, dans un moule, de poudre de calcite obtenue par précipitation chimique, dont les grains ont une taille de 3 à 4  $\mu\text{m}$ , ou de poudre de quartz obtenue par broyage dont la taille varie entre 1 et 40  $\mu\text{m}$ . Les petits comprimés ainsi obtenus sont introduits dans un tube de cuivre puis dans la cellule haute pression. Une pression d'argon variant entre 100 et 500 MPa est alors appliquée. Puis la température est augmentée progressivement jusqu'à la valeur maximale désirée. Les échantillons de quartz ont une longueur telle que le gradient de température le long de l'échantillon est faible. Les échantillons de calcite sont beaucoup plus longs, et le gradient de température est important, ce qui donne donc au niveau de l'échantillon et après frittage une variation de densité le long de l'échantillon (chapitre I, figures 1 et 2). La densité finale de tous les échantillons est obtenue par mesure de poids et de volume. Au cours des expériences les échantillons sont totalement confinés pour la calcite. Pour le quartz, le sommet des échantillons est relié à l'extérieur de l'enceinte haute pression, ce qui permet soit de maintenir l'échantillon à la pression atmosphérique, soit d'introduire une pression d'eau interstitielle contrôlée.

Les densités finales obtenues sont très différentes pour les deux matériaux : pour la calcite la compaction à froid donne une densité relative de 0,898, ce qui est assez élevé. Les densités finales obtenues après



ces expériences le frittage à chaud est donc particulièrement efficace. On notera (chapitre I - tableau IIIb) que certains échantillons se décomposent en cours d'expérience avec apparition de CaO. Une étude de l'influence de la pression exercée par le confinement sur la phase solide montre que celle-ci déplace l'équilibre dans un sens défavorable. Si l'on considère que cette phase solide reprend toute la pression de confinement, on peut calculer, en fonction de l'évolution de la porosité, l'évolution de la pression de CO<sub>2</sub> qui déplace l'équilibre elle aussi, mais en sens inverse. On obtient alors un champ d'instabilité à haute température représenté sur la figure 6 du chapitre I. Les chutes de densité mesurées sont toutes liées à la décomposition des échantillons, et se retrouvent bien à l'intérieur de ce champ d'instabilité de la calcite. Ce phénomène pourrait être évité par un contrôle externe de la pression de CO<sub>2</sub> dans l'échantillon. Cependant un tel contrôle paraît difficile vu les faibles perméabilités liées à des densités relatives aussi fortes.

L'observation des surfaces de fracturation au microscope électronique à balayage montre l'évolution de la structure des échantillons en fonction de degré de densification (figure 3, chapitre I). Ainsi la poudre compactée à froid est constituée de grains broyés, très irréguliers et anguleux, imbriqués les uns dans les autres, et avec une granulométrie variable. Les facettes des grains, qui sont obtenues par fracturation du minéral, sont nettes. A une densité un peu plus forte, les phénomènes de diffusion commencent à plaquer sur ces faces des plans d'atomes, ce qui leur donne un aspect plus irrégulier. Finalement, lorsque toute la porosité est réduite à un minimum, les faces des grains sont en contact les unes avec les autres, et la structure devient polyédrique, les grains ayant des joints très nets et propres. La porosité restante est exprimée sous forme de petits pores sphériques souvent localisés aux joints triples (figure 3c, chapitre I).

La densification du quartz n'a pas conduit à des valeurs aussi élevées que la calcite. La densité la plus forte obtenue est 0,88 de la densité théorique. Les températures maximum utilisées sont de 1250°C. La



(100 MPa) entraîne une accélération de la vitesse de frittage. L'observation au microscope électronique à balayage des différents échantillons révèle une structure relativement anguleuse pour les échantillons déformés sans présence d'eau, avec une granulométrie assez large : les grains les plus fins sont inférieurs au micron, et les plus gros de l'ordre de 40  $\mu\text{m}$ . Les échantillons frittés en présence d'eau sont constitués de grains plus arrondis, ayant donc subi des déformations par diffusion, alors que les grains anguleux des premiers échantillons présentent sous le microscope optique une extinction roulante caractéristique des minéraux déformés plastiquement par glissement de dislocations.

→ Depuis ces essais, nous avons fait réaliser au CEA, par la technique de frittage, des échantillons de porosité contrôlée allant de 10 à 60% de porosité en utilisant une substance baptisée porogène pour créer la porosité. La technique du frittage permet donc de réaliser des échantillons artificiels de porosité bien définie, qui peuvent être utilisés ensuite pour faire des études mécaniques ou de transport.

## 2. Les propriétés rhéologiques de la matrice vues à travers les courbes de densification

X En soumettant les échantillons à des durées de frittage variables, nous avons pu construire pour les deux types de matériaux des courbes de densification en fonction du temps, et aussi de la vitesse de densification en fonction des autres paramètres de l'expérience : densité initiale, température, pression de confinement. Cette vitesse de densification peut être reliée aux propriétés intrinsèques de la matrice par différents modèles dont la liste figure au Tableau II du chapitre I. Les éléments essentiels en sont les suivants : le relation entre la pression de confinement et l'état de contrainte au niveau des contacts entre les grains, les propriétés rhéologiques de la matrice qui permet de calculer les déformations dans la

relation entre les déformations dans les grains et la déformation globale de l'échantillon ou densification. Les première et dernière relations dépendent de la géométrie des contacts et de la porosité. Suivant celle-ci on peut diviser le frittage en trois stades : le premier stade correspond à une porosité complètement connectée, le deuxième à une porosité cylindrique et la troisième à une porosité sphérique de pores isolés. Des modèles proposés se dégagent une relation fonctionnelle entre tous les paramètres :

↳  $\dot{\epsilon}_v = K f(\rho) P^n \exp(-Q/RT)$

où K est une constante, f(ρ) dépend des contacts aux joints de grains, P est la pression, Q l'énergie d'activation, R la constante des gaz parfaits, T la température, et n un paramètre sans dimension.

Expérimentalement f(ρ) est déterminé en gardant tous les paramètres constants et en faisant varier la densité initiale du matériau. f(ρ) est alors calculé à partir des différentes vitesses de densification obtenues. Cette relation permet alors de corriger les données pour remonter aux paramètres rhéologiques n et Q. f se rapproche de 1 lorsque la densité se rapproche de la densité théorique, ce qui entraîne que pour les expériences sur la calcite, où la densité est relativement élevée et la porosité réduite, ce coefficient, qui agit comme un coefficient d'accumulation de contrainte ne varie plus avec la densité. Pour le quartz, les variations avec la densité étant corrigées, les valeurs de Q obtenues (180 kJ/mol ± 80) sont du même ordre de grandeur que les valeurs mesurées lors du fluage à haute température (83 à 267 kJ/mol). Ceci ne préjuge pas des mécanismes responsables de la déformation des grains. Ils peuvent être différents pour le solide dense et pour le solide poreux. Il peut aussi y avoir un mélange de mécanismes : la diffusion au niveau des grains semble plus importante dans le solide poreux que dans le solide dense.

Pour la calcite, la même analyse donne des énergies d'activation de 21 kJ/mol alors que la diffusion du carbone dans la matrice calcitique est au minimum de l'ordre de 71 kJ/mol. La pression de confinement élevée (500 MPa)



entraîne des contraintes élevées au niveau des grains, sollicitant des mécanismes de déformation autres que la diffusion simple, avec activation du fluage par la contrainte appliquée et non pas uniquement par la température.

### 3. Analogie avec le comportement des brèches de faille rencontrées dans la nature

La structure du matériau fritté expérimentalement se retrouve dans la nature dans certaines failles, constituant ce qu'on appelle une brèche de faille. La porosité du matériau est alors importante et peut modifier le comportement de la faille en profondeur : en effet avec l'augmentation de la pression et de la température, les grains auront tendance à se souder, constituant un véritable matériau fritté. La porosité joue donc un rôle important à double titre : dans la circulation des fluides en surface, mais aussi en profondeur au niveau du plan de faille. Elle peut entraîner des zones à forte pression interstitielle et donc modifier la distribution des contraintes localement. Deuxièmement, son comportement rhéologique en lui même peut modifier de façon substantielle le comportement du système mécanique que constitue la faille.

Nous avons obtenu expérimentalement des brèches par cisaillement d'échantillons de basalte à haute température et haute pression. Ainsi la similitude entre les figures 3 du chapitre I et 6 du chapitre III est frappante : les tailles de grains et les tailles de pores sont du même ordre de grandeur. Dans le premier cas c'est un agrégat de calcite frittée, dans le second cas, c'est une brèche basaltique obtenue expérimentalement en déformant un échantillon de diabase à 1000° C dans le régime transitoire. Tout le comportement mécanique de l'échantillon est régi par celui de cette brèche qui s'est développée dans la zone de cisaillement. Ce comportement est également différent comme le montre les mesures de "friction" réalisées sur l'échantillon après la naissance de la brèche de faille et réalisées par

relaxation de contraintes (figure 1 ce chapitre et figure 6 chapitre 3). La sensibilité à la vitesse de déformation est beaucoup plus faible que pour le matériau sain : l'exposant  $n$  de la loi en puissance est très élevé. La sensibilité à la pression est très grande : à vitesse de déplacement donnée, le niveau de contrainte augmente avec la pression, ainsi que la sensibilité à la vitesse de déformation. La composante due à la réduction de la porosité augmente elle aussi avec la pression.

#### 4. Conclusion

Nous avons réalisé le frittage à chaud de poudre de quartz et de calcite. Cette technique met en valeur la possibilité de confectionner des échantillons artificiels de porosité variable pouvant aller jusqu'à 60% maximum pour la calcite. Pour le quartz, les densités les plus fortes obtenues ne dépassent pas 0,88 de la valeur théorique.

Les propriétés rhéologiques de la matrice quartzique ou calcitique déduites des courbes de densification donnent un ordre de grandeur correct pour l'énergie d'activation mais sont difficilement interprétables en terme de micromécanisme.

Le comportement rhéologique de l'ensemble "matrice + pores" peut être rapproché de celui de brèches de failles dans l'écorce terrestre, à quelques kilomètres de profondeur.

## II - LA TRANSITION DUCTILE FRAGILE DANS LE DIABASE DU MARYLAND

Nous revenons, après avoir étudié le comportement de matériaux poreux, à une roche polycristalline de porosité quasiment nulle, avec l'objectif de suivre en laboratoire le comportement mécanique de ce matériau lorsqu'il passe d'un domaine de déformation fragile à un domaine de déformation ductile. En effet, la sismicité de la lithosphère est liée aux 20 premiers kilomètres de la croûte, les couches suivantes étant asismiques jusqu'à environ 70 km. Une des interprétations de cette distribution met en cause la transition entre un domaine de comportement fragile pour la croûte océanique dans les premiers kilomètres, suivi d'une transition vers un domaine de comportement ductile.

Nous avons donc choisi une roche d'une série basaltique. C'est-à-dire se rapprochant de la composition de la croûte océanique, dont la taille des grains est de 175  $\mu\text{m}$ . Cette faible taille de grain permet d'avoir des échantillons dont la taille peut être elle-même faible sans perdre leur représentativité par rapport à un comportement global. Dans cette étude il fallait d'abord décrire de façon précise la rhéologie dans le domaine plastique, puis en faisant varier les paramètres expérimentaux, passer au domaine fragile. Le chapitre II aborde donc l'étude expérimentale du fluage à haute température du diabase du Maryland et le chapitre III la transition entre le fluage et le comportement fragile, toujours à haute température..



## 1. Le fluide à haute température du diabase du Maryland

Les roches crustales sont composées de plusieurs minéraux. Ainsi le diabase contient-il 47% de pyroxènes et 49% de plagioclases. Or les études rhéologiques réalisées jusqu'alors avaient essentiellement porté sur l'étude de roches monophasiques : quartzites, périodites, webstérites. Il était important d'étudier les roches polyphasiques. Les conditions expérimentales nécessaires pour réaliser en laboratoire le fluage du diabase doivent être compatibles avec la stabilité du faciès minéralogique correspondant à l'association plagioclase-pyroxènes-minéraux accessoires. Nous avons effectué des analyses à la microsonde des phases minérales principales afin de suivre toute évolution géochimique.

Les essais mécaniques ont été réalisés dans une cellule haute pression (1 GPa), haute température (1000°C), sur une presse asservie en déplacement, avec des échantillons de 1,27 cm de diamètre et 2,03 cm de long.

La relation entre la vitesse de déformation et la contrainte différentielle appliquée a été déterminée par différents types d'essais à contrainte constante, avec des créneaux de contraintes, en relaxation de contrainte, à vitesse de déplacement constante. L'énergie d'activation du fluage est déterminée par créneaux de température à contrainte différentielle constante, ainsi que par des expériences entièrement menées à des températures différentes. La sensibilité à la pression est étudiée par des expériences à pression de confinement variant entre 400 MPa et 600 MPa.

### a) - Résultats mécaniques

Les divers tests réalisés montrent une grande cohérence dans les résultats obtenus. Ainsi prenons une expérience précise (chapitre II, figure 4) on a, sur l'enregistrement de laboratoire en fonction du temps, la contrainte, qui est fixée successivement à 4 valeurs différentes, et le

déplacement simultané. Celui-ci montre une légère variation de pente au cours du temps due à la variation de section de l'échantillon au cours de l'essai en fonction de la déformation axiale. La correction correspondante effectuée en supposant la déformation homogène dans l'échantillon, on obtient les vitesses de déformation d'après la pente de la courbe de déplacement en fonction du temps. La figure 5, chapitre II, représente cette vitesse de déformation mesurée en différents points au cours de l'expérience. On voit que, dans la gamme de contraintes différentielles investiguées et sur cette représentation logarithmique, il existe une relation linéaire entre la vitesse de déformation et la contrainte différentielle axiale avec une pente de 2,91. De plus, le point F, qui correspond à la fin de l'expérience et le point C, qui correspond à une même valeur de contrainte axiale, mais au début de l'expérience, sont à peu près superposables, ce qui indique qu'après plusieurs pour cent de déformation et plus de cinq heures d'expérience, les caractéristiques phénoménologiques de l'échantillon sont toujours identiques.

La même cohérence se retrouve au niveau de l'interprétation des mesures de relaxation de contrainte faite simultanément aux mesures de fluage classique. En effet, lors des expériences à contrainte constante, l'asservissement est fait manuellement en compensant la relaxation sous charge par un léger déplacement du piston. Les courbes obtenues ainsi sont reproduites sur la figure 6 chapitre II. Les variations de pression dues aux conditions expérimentales modulent avec une fréquence assez basse l'enregistrement de la charge axiale. Les petits segments de la figure b représentent les relaxations se produisant entre chaque avance du piston. La pente de ces segments, c'est-à-dire la vitesse de relaxation peut être utilisée pour calculer la vitesse de déformation correspondante en utilisant la rigidité du système de chargement. Les résultats sont représentés sur la figure 6b par des cercles. Les points noirs correspondent aux vitesses calculées d'après la pente globale de la courbe de déplacement en fonction du temps, comme sur les figures 4 et 5. Les valeurs trouvées par l'une et l'autre méthode sont en accord.

L'ensemble des valeurs mesurées est rassemblé sur la figure 7. Elles conduisent aux conclusions suivantes :

1. Il n'y a pas, dans la gamme de pression investiguée, de dépendance de la vitesse de déformation par rapport à la pression de confinement.
2. Les données se répartissent en deux groupes : un groupe dont la résistance est inférieure à 300 MPa, et pour lequel la relation empirique entre la vitesse de déformation et la résistance suit une loi en puissance, et un groupe dont la résistance est supérieure à 300 MPa, et pour lequel cette relation n'est plus valable.
3. Pour le premier groupe de données, la loi en puissance prend la forme suivante :

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

avec

$$A = 6.12 \times 10^{-2} \text{MPa}^{-1}, \quad n = 3.05, \quad Q = 276 \text{ KJ/mol}$$

et une erreur relative de 5% sur n et Q. Ces valeurs sont en accord avec celles publiées par Caristan et Goetze (1978) et par Shelton et Tullis (1981).

#### b) Stabilité et microstructures

Pour interpréter les résultats mécaniques obtenus, nous avons étudié l'évolution des composants principaux du point de vue chimique et microstructural.

Les analyses à la microsonde donnent les résultats présentés sur la figure 2. On y retrouve les compositions initiales des pyroxènes en noir, les compositions finales, après déformation, correspondent aux cercles. On voit une migration de l'augite et la pigeonite vers un pôle moins riche en fer. Nous n'avons pas trouvé de variation pour les plagioclases. Celle de pyroxène ressemble à une évolution de cristallisation magmatique basique mais en sens inverse. Elle peut donc correspondre à un début de fusion partielle.



L'observation au microscope optique et à balayage révèle l'importance de la fracturation d'origine thermique due à la montée en température de l'échantillon, et cela malgré les 400 MPa de confinement présent durant cette montée. On trouve aussi (figure 8) des matériaux remplissant les fissures et contenant des pores subsphériques. Ces matériaux étaient probablement liquides au moment de l'expérience. La biotite, lorsqu'elle est présente, est souvent décomposée (figure 3). Toutes ces observations chimiques et microstructurales, laissent penser à la présence d'une infime proportion de fusion partielle durant les expériences, cette proportion devant être vraisemblablement inférieure à 1% puisqu'elle est invisible en lame mince, même sous très fort grossissement.

Les minéraux principaux présentent tous, après expérience, des marques de déformation plastique. On retrouve des dislocations aussi bien dans les plagioclases (figure 9) que dans les pyroxènes (figure 11). Dans ces derniers, on observe aussi un maclage très fin (figure 10a). Tous ces défauts, et surtout les dislocations étaient absents du matériau original.

## 2. La transition entre le fluage à haute température du diabase du Maryland et son comportement fragile à basse pression

Toutes les expériences faites à haute pression (supérieure à 400 MPa) et à 1000°C ont permis d'investiguer le comportement plastique du diabase du Maryland. Comment se comporte-t-il lorsque l'on diminue la pression de confinement ?

C'est l'objet du chapitre III. L'étude a été menée dans les mêmes conditions expérimentales que pour le fluage, mais la pression de confinement a été abaissée en dessous de 400 MPa.



### a) - Résultats mécaniques

Nous avons vu précédemment que pour une pression de confinement donnée toute variation de vitesse se traduisait par une variation de la résistance du matériau, sans changement de comportement. Mais pour une pression de confinement relativement basse de 150 MPa (figure 3, chapitre III) on observe une variation très sensible du comportement avec la vitesse de déformation. Pour des vitesses élevées ( $2 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ ) l'échantillon se déforme d'une façon fragile : toute la déformation est localisée le long d'une faille orientée selon la contrainte cisailante maximum. Avec la diminution de la vitesse de déformation la zone de cisaillement s'élargit. Finalement, un échantillon soumis à une vitesse de déformation lente ( $8 \times 10^{-6} \text{s}^{-1}$ ) se déforme dans la masse d'une façon relativement homogène, comme les échantillons de l'étude précédente. Les courbes contraintes-déformation ont une pente raide avec une chute de contrainte brutalement après le maximum. Lorsque la vitesse de déformation diminue cette pente devient légèrement moins raide, avec un comportement post-maximum présentant un radoucissement progressif (fig.2).

Les données peuvent donc être classées suivant trois types de comportement :

#### 1. Comportement fragile

L'échantillon est fracturé par une faille le traversant de part en part et la courbe contraintes-déformation représente une chute de contrainte post-maximum très abrupte.

#### 2. Comportement transitoire

- L'échantillon présente une faille, mais aucune chute de contrainte post-maximum n'est notée.

- L'échantillon ne présente pas de faille, la courbe contraintes-déformation est semblable à la précédente, avec un radoucissement.

#### 3. Comportement en fluage

L'échantillon atteint un régime quasi-stationnaire, sans localisation de la déformation et sans radoucissement.

Les valeurs de la résistance des échantillons, qui correspondent aux maxima des courbes contraintes-déformation, sont représentées sur la figure 4. On voit que dans le régime fragile la résistance augmente avec la pression de confinement, mais elle est indépendante de la vitesse de déformation. Dans le régime transitoire, la résistance dépend des deux variables à la fois : la pression de confinement et la vitesse de déformation. La sensibilité à la pression est négative : la résistance diminue avec l'accroissement de la pression. Cet effet est l'inverse de ce qui se produit dans le régime fragile. Le régime de fluage est caractérisé par une insensibilité à la pression de confinement. C'est ce que nous avons noté au paragraphe précédent.

Sur cette même figure nous avons tracé la ligne correspondant à une résistance égale à la pression de confinement. On retrouve du côté haute pression par rapport à cette ligne un comportement de fluage, et du côté basse pression un comportement transitoire. Nous retiendrons donc par la suite ce critère empirique simple comme limite inférieure du comportement de fluage. Ce critère est intéressant : il permet, connaissant la loi de fluage d'un matériau, d'en connaître la limite d'applicabilité avec le domaine transitoire, et a fortiori avec le domaine fragile. Ainsi l'application à la croûte océanique des divers régimes déterminés expérimentalement est représentée sur la figure 11 (chapitre III). L'intersection des diverses courbes avec les gradients géothermiques correspondant à une croûte océanique chaude, ou froide (ancienne) permet d'estimer la température à laquelle la transition s'effectue in situ. Pour la croûte ancienne, cette transition, si elle existait, serait située à une profondeur supérieure à l'épaisseur même de la croûte. On peut donc dire que celle-ci est entièrement dans le domaine fragile. Par contre, pour la croûte chaude des zones d'accrétion, cette transition se situe à environ 425°C, ce qui est en accord avec la profondeur limite de l'activité sismique dans ces zones.

En conclusion, nous avons mis en évidence un régime transitoire entre le comportement fragile et le comportement de fluage du diabase du Maryland. Ce comportement est caractérisé par une dérivée négative de la vitesse de déformation par rapport à la pression de confinement. A plus haute pression, le matériau se déforme par fluage. A basse pression il se comporte d'une façon fragile classique : la résistance du matériau augmente avec la pression.

Les microstructures ont été observées au microscope à balayage. Les échantillons du régime transitoire, lorsqu'ils ont été déformés dans des conditions proches de celles du domaine fragile, présentent souvent une faille que l'on peut qualifier de ductile par l'absence de toute microfissure en extension (figure 5, chapitre III). Cette faille est souvent marquée par une brèche de faille poreuse, résultant de la recristallisation des minéraux proches de la zone de cisaillement (figure 6).

### III - FRICTION ET FRACTURATION : ETUDE EXPERIMENTALE ET NUMERIQUE

Alors que les expériences réalisées ci-dessus l'étaient toutes à haute température, nous avons aussi investigué le comportement fragile d'un bimatériau à basse température, avec l'optique d'étudier la relation entre la décohésion des deux matériaux, les propriétés mécaniques de chacun des matériaux pris séparément et la géométrie du système. De plus, quelle relation existe-t-il entre la détermination de coefficients en laboratoire et leur utilisation dans les modèles numériques ? L'expérience sert à déterminer certains paramètres, et le calcul à comprendre certaines expériences. Les analogies entre les expériences présentées ici et des systèmes naturels macro ou microscopiques peut éclairer sur leur fonctionnement



## 1. Les expériences réalisées

### a) - Le matériau

Le comportement d'un système bimatériau dépend des différences de propriétés mécaniques réversibles et irréversibles d'un matériau par rapport à l'autre. Nous avons donc choisi de garder un matériau inchangé durant toutes les expériences, c'est un coulis de ciment, et d'utiliser pour second matériau des roches volcaniques qui couvrent toute la gamme des propriétés de ces roches : depuis la basalte altéré ou le basalte sain bulleux, au basalte massif. Pour ces matériaux, il existe une corrélation entre toutes leurs propriétés mécaniques essentielles : avec l'augmentation de la densité on constate une variation monotone des propriétés élastiques et de la résistance au sens large. C'est ce que reflète le tableau I. Le coulis de ciment possède des propriétés semblables à celles du basalte le moins dense (V220), mais très différentes de celles du basalte le plus dense (V280) puisqu'il existe un facteur 10 à 20 entre toutes leurs propriétés. Toutes ces valeurs ont été déterminées en laboratoire sur chaque matériau pris isolément. Ainsi sur la figure 2 du chapitre IV figurent les données expérimentales relatives à la courbe limite, c'est-à-dire la limite entre le domaine élastique et le domaine fragile pour le coulis, ainsi que la courbe d'Hugoniot qui représente la variation de la vitesse matérielle du matériau en fonction de la pression. La première courbe a été réalisée au triaxial dynamique, la seconde courbe au canon à gaz léger.

### b) - L'outil numérique

Le programme dont nous disposons permet de traiter le comportement élastique, le comportement fragile et aussi le comportement hydrodynamique irréversible pour les hautes pressions. C'est un programme aux différences finies prévu pour des chargements dynamiques.

La figure 3 représente le traitement numérique de la fracturation à partir de la courbe limite du matériau. Pour chaque maille et à chaque pas de calcul un test est effectué pour positionner l'état de contrainte dans cette



maille par rapport à la limite d'élasticité du matériau représentée par la courbe limite. Si l'état calculé dépasse la limite, les contraintes sont relaxées progressivement, et on comptabilise une fracture dans la maille correspondante. Le matériau peut se fracturer plusieurs fois de suite. sa courbe limite est modifiée après la première fracture.

Le traitement dynamique est représenté sur la figure 4. On y voit la limite élastique d'Hugoniot, puis la courbe de chargement. Dans la plupart des cas étudiés, la courbe de déchargement ne suit pas la courbe de chargement, mais une courbe appelée courbe de détente. La surface entre les deux courbes est proportionnelle à l'énergie absorbée par le matériau pendant la montée en pression, et la densité finale est plus importante que la densité initiale : il y a compaction du matériau et réduction de la porosité.

#### c) - Dispositif expérimental

Pour faciliter la simulation numérique des expériences, les échantillons ont été conçus avec une symétrie cylindrique : dans un cylindre de roche est coulé un coulis de ciment constituant un bouchon sur lequel on exerce au cours de l'essai une charge axiale. Sur la surface externe du cylindre est appliquée une pression de confinement. L'essai est réalisé dans une cellule représentée sur la figure 1.

La presse dynamique utilisée permet des chargements très rapides : la totalité de la charge peut être appliquée en quelques millisecondes. Les paramètres mesurés sont les suivants : pression de confinement, charge axiale différentielle, déplacement du piston, déformation du coulis lorsqu'une jauge a été installée au sein du bouchon de coulis, et finalement le temps.

## 2. Résultats numériques et expérimentaux

### **a) - Distribution des contraintes élastiques dans l'échantillon durant la phase de chargement élastique**

La simulation numérique montre que les différences de propriétés élastiques des matériaux en présence induit une accumulation de contrainte dans le tiers supérieur de l'échantillon, dont la valeur (figures 5 et 6) dépend à la fois de la géométrie et du contraste élastique. Radialement le cisaillement maximum est concentré au niveau de l'interface et longitudinalement dans le tiers supérieur de l'échantillon. Pour des matériaux à fort contraste élastique (V280 et coulis) la concentration de contrainte est très forte. Pour des matériaux à contraste élastique inexistant, l'accumulation de contrainte au niveau de l'interface disparaît et le cisaillement maximum le plus important est situé au centre du bouchon de coulis. On conçoit que ces deux extrêmes induisent des comportements mécaniques de l'ensemble du système qui soient fort différents.

### **b) - Résultats**

On peut classer ces résultats selon deux types de comportements : dans le premier cas le bouchon de coulis se bloque dans le cylindre de roche, et la déformation résiduelle est distribuée de façon relativement homogène dans le tiers supérieur de l'échantillon. Dans le deuxième cas, le bouchon de coulis glisse dans le cylindre de roche sous l'effet de la force axiale, sans qu'aucune déformation globale du système ne se produise.

Dans le premier cas (figure 7, chapitre IV) appelé "blocage", la courbe contraintes-déplacement (figure 8) montre un palier après avoir atteint son maximum. La simulation numérique poussée au-delà du chargement élastique entraîne le développement d'une fracturation intense du matériau dans le tiers supérieur de l'échantillon, avec dépassement de la limite élastique d'Hugoniot juste sous le piston (figure 9). Toutes ces caractéristiques sont en bon

accord avec les résultats expérimentaux présentés ci-dessus. L'apparition de la première fracture numérique dans l'échantillon se produit bien avant que le maximum de la contrainte ne soit atteint.

Dans le deuxième cas, les essais les plus intéressants sont ceux qui ont été instrumentés par jauge de déformation au sein du coulis. La simulation numérique correspondante est représentée sur la figure 12. La forme de la courbe qui correspond à la jauge de déformation (12b) est assez identique à celle mesurée (11d) expérimentalement. Dans cette simulation le décrochement au niveau de la première maille de l'interface se produit longtemps avant que le maximum ne soit atteint : simultanément il se produit un changement de pente très marqué de la courbe extensométrique. Le maximum de la charge axiale est atteint au moment où la décohésion de l'interface est totale.

Dans cette simulation numérique, nous avons mis en évidence une incompatibilité entre le coefficient de friction calculé classiquement à partir de l'expérience, et le traitement relativement précis de la fracturation. Le coefficient de friction calculé à partir des contraintes cisailante et normale le long de l'interface donne des valeurs beaucoup trop fortes, a fortiori lorsqu'on prend en compte l'existence d'une accumulation de contraintes élastiques. En effet, lors de la simulation les valeurs du tenseur de contraintes nécessaires à la décohésion de l'interface sont alors supérieures à celles nécessaires à la rupture du matériau du coulis. Celui-ci se fracture alors sans que la décohésion, et donc le glissement, ne se produisent. Nous avons dû tenir compte de cette fracturation en rendant uniquement frottante la partie de l'interface adjacente aux mailles du coulis fracturées. C'est avec ce schéma qu'ont été obtenues les courbes représentées sur la figure 12.



### 3. Quelques analogies

Les mesures de déformation présentées sur la figure 11c en fonction du temps correspondent au passage dynamique d'une fissure en cisaillement lors de sa propagation. Une telle expérience peut donner des informations sur le champ existant proche d'une source sismique, les vitesses de propagation étant à peu près du même ordre de grandeur que celles réalisées en laboratoire.

La tenue d'un bouchon dans un encaissant de nature différente se rencontre dans la nature au niveau du système formé par un édifice volcanique et son bouchon central. Les contrastes élastiques entre les matériaux constituant chacune des parties peut entraîner des comportements mécaniques aussi différents que ceux que nous avons notés en laboratoire.

### 4. Conclusion

Le système mécanique étudié a permis d'établir une correspondance entre des mesures de laboratoire et une simulation numérique en précisant le rôle des paramètres utilisés dans le programme, et leur relation avec ceux déterminés en laboratoire, qui, même s'ils portent le même nom ne recouvrent pas toujours des réalités identiques. Il existe des analogies avec des systèmes naturels plus complexes mais dont le comportement fondamental peut être identique.



V - DETERMINATION DE LA DISTRIBUTION ANGULAIRE DE LA DENSITE DE MICROFISSURES  
PAR INVERSION DE DONNEES STEREOLOGIQUES

Les propriétés physiques des roches à grande ou petite échelle dépendent du réseau de fractures que leur masse contient. Nous avons vu que la porosité de pore joue un rôle important dans le comportement plastique d'un matériau poreux. De la même façon, la porosité de fracture, quelle que soit l'échelle considérée, influe sur les propriétés de résistance fragile, d'élasticité, de transfert des fluides. La caractérisation quantitative d'un réseau de fractures repose sur des techniques dites stéréologiques. Dans leur forme la plus courante les données stéréologiques sont obtenues par comptage d'intersections du réseau considéré avec un réseau régulier, dit réseau de comptage; cependant les valeurs obtenues ne sont qu'une représentation indirecte du réseau considéré. Pour obtenir une représentation directe il est nécessaire d'inverser les données à partir de l'équation de base de la stéréologie. C'est l'objet du chapitre V.

1. Les données

La stéréologie permet de mesurer la longueur totale du réseau plan projeté suivant une direction  $\theta$ , et par unité de surface. La méthode de mesure consiste à appliquer sur le réseau à mesurer un réseau de comptage constitué de lignes parallèles équidistantes. On compte alors le nombre d'intersections  $P$  de ces deux réseaux, ce qui donne la longueur totale du réseau projetée dans la direction perpendiculaire à la direction des lignes de comptage, longueur appelée  $s(\theta)$  (figure 1, chapitre V). Par définition  $l(\theta) = s(\theta)/S$ , si  $S$  est la surface de comptage. On démontre alors que, pour un nombre de lignes de comptage grand devant 1 :

$$l(\theta) = P(\theta)$$

La grandeur qui nous intéresse n'est pas la longueur projetée, mais la longueur vraie du réseau orientée selon la direction  $\theta$ , c'est-à-dire la somme des segments du réseau mesuré dont la tangente est suivant la direction  $\theta \pm d\theta$ ,

le tout rapporté à l'unité de surface mesurée. C'est une grandeur appelée  $L(\theta)$  dont la relation avec  $l(\theta)$  est la suivante :

$$l(\theta) = \int_{\theta - \pi/2}^{\theta + \pi/2} L(\phi) \cos(\theta - \phi) d\phi \quad (1)$$

ou d'une façon équivalente

$$L(\theta + \pi/2) = 1/2 \left[ l(\theta) + \frac{d^2 l(\theta)}{d\theta^2} \right] \quad (2)$$

La longueur totale du réseau est donc  $L_T = \int_0^\pi L(\theta) d\theta$

## 2. L'inversion

Le premier travail consiste à inverser l'équation (1) par intégration, en considérant que les valeurs de  $l(\theta)$  constituent un ensemble discret de données dont chaque élément correspond à une valeur de  $P(\theta)_k$  donnée. l'inversion analytique donne alors les résultats suivants :

$$L_k = m_{ik} l_i$$

avec

$$m_{ik} = \left( \frac{\pi}{n} \sin \frac{\pi}{n} \right)^{-1} \left[ 1/2 \delta(|i - k| - \frac{n}{2} - 1) \delta(|i - k| - \frac{n}{2}) \cos \frac{\pi}{n} \right] \quad (3)$$

$$\text{et } \begin{cases} \delta(\alpha) = 0 & \text{pour } \alpha \neq 0 \\ \delta(\alpha) = 1 & \text{pour } \alpha = 0 \end{cases}$$

Les valeurs de  $L_k$  sont donc calculées pour un ensemble fini d'angles  $\theta_k$  dont le nombre  $n$  est égal à celui du nombre de valeurs  $l(\theta_k)$  mesurées. Cette inversion numériquement exacte, est entachée d'erreurs dues à l'approximation de la formulation discrète utilisée. Ainsi l'inversion d'une distribution  $l(\theta)$  constante, qui devrait donner une distribution  $L(\theta)$  constante, est perturbée par des pics et des valeurs négatives très importantes (figure 3, chapitre V). Les erreurs de mesures sont en effet

amplifiées de façon considérable par la dérivée seconde figurant dans l'équation (2). Il faut dans un premier temps travailler sur les erreurs de mesure.

On suppose connue ou estimée l'erreur de mesure dans la détermination des valeurs de  $l(\theta)$ . On cherche alors un nouvel ensemble de valeurs  $l'(\theta)$  qui sont toutes telles que :

$$l(\theta_k) - \Delta l(\theta_k) \quad l'(\theta_k) \quad \Delta l(\theta_k) + l(\theta_k)$$

et qui minimisent l'expression de la suivante qui dépend de la dérivée seconde

$$D = \sum_{k=1}^n \left[ \frac{d^2 l(\theta)}{d\theta^2} \right]_k$$

Après cette recherche on peut alors procéder à nouveau à l'inversion analytique exprimée par l'équation (3).

Malgré ce traitement, il peut persister des valeurs de  $L(\theta)$  négatives. On procède alors à une inversion numérique partant des résultats analytiques précédents après annulation de toutes les valeurs négatives. On recherche les valeurs de  $L(\theta)$  qui minimisent la somme du carré des résidus dans l'espace des données :

$$\epsilon^2(L) = \|l' - m^{-1} L\|^2$$



### 3. Tests sur divers types de distributions

Afin de tester le programme d'inversion, nous avons procédé à des tests sur une distribution  $l(\theta_k)$  constante, une distribution à variation lente, et une distribution en Dirac.

L'inversion de la distribution constante avec une discrétisation sur douze pas angulaires donne des résultats satisfaisants : tous les points aberrants sont éliminés, et la variation autour de la valeur théorique très faible (figure 3, chapitre V). La distribution à variation lente est représentée sur la figure 4. Pour une distribution  $l(\theta) = 2 - \frac{2}{3} \cos(2\theta)$  on obtient une distribution  $L(\theta) = 1 - 2 \cos(2\theta)$ . On bruite alors de façon aléatoire la valeur théorique des données initiales. L'inversion numérique permet d'éliminer les valeurs aberrantes. On obtient pour les résultats une variation par rapport à la valeur théorique du même ordre de grandeur que les variations aléatoires introduites dans les données. Les mêmes remarques sont à formuler pour la distribution en Dirac dont la résolution dépend du nombre de pas angulaires choisi. (Fig. 5, chapitre V).

### 4. - Influence relative de l'espacement des lignes du réseau de comptage et pas de comptage sur l'inversion analytique

Nous avons vu que les formules d'inversion numérique sont relativement simples, et peuvent être programmées sur une calculatrice de poche. Il était donc intéressant de chercher à obtenir la meilleure inversion analytique possible en jouant sur le choix du pas au niveau du réseau de comptage et du pas angulaire.

Si  $\lambda_k$  est l'erreur au niveau des données, elle se propage au niveau des résultats, donnant une erreur  $\Lambda_1$ , où :

$$\lambda_k = \bar{P}_k - P_k \text{ et } \Lambda_i = \bar{L}_i - l_i$$

où  $\bar{l}$ ,  $\bar{L}$  sont mesurés et  $l$  et  $L$  sont les valeurs théoriques.

La relation entre les deux est donc :  $\Lambda = m\lambda$

Si on estime la qualité de l'inversion par la somme du carré des résidus dans l'espace des  $L$  :

$$\|\Lambda\|^2 = \|m\lambda\|^2$$

On montre que :

$$\|\Lambda\|_{\max}^2 = 1/2 C_n p^2 \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n k_i k_j \quad \text{avec } C_n \propto n^{4.5} \text{ et } k \text{ le nombre de}$$

singularités (fin de segments, rebroussements) pour un réseau orienté dans la direction  $i$ . On voit donc que la qualité dépend du pas de comptage  $p$  et du pas angulaire par l'intermédiaire de  $n$ . En particulier l'augmentation du nombre de pas angulaires entraîne une augmentation de la résolution, mais en même temps une diminution de qualité de l'inversion, sauf si le pas de comptage  $p$  est simultanément diminué. Il n'est donc pas toujours intéressant de prendre un pas angulaire très fin si le pas de comptage est grossier.

## VI - CONCLUSION

Nous avons présenté des travaux centrés sur l'étude en laboratoire du comportement mécanique de roches ou d'échantillons artificiels. Toutes ces données doivent permettre des calculs sur le comportement de systèmes mécaniques plus complexes et dont la taille ne permet pas l'étude expérimentale. Néanmoins les données de laboratoire si elles sont un guide efficace, ne sont pas suffisantes en elles-mêmes. Dans la mesure où cela est possible, il est souhaitable d'étudier les systèmes par instrumentation in situ afin de comparer les résultats obtenus par les deux méthodes. C'est pourquoi durant la période où nous avons développé les travaux expérimentaux présentés dans ce mémoire, nous avons simultanément conçu et réalisé des mesures in situ à des échelles intermédiaires entre les échelles de laboratoire et les échelles tectoniques classiques. L'ensemble des techniques mises en oeuvre et les résultats obtenus, qui ne sont pas présentés dans ce mémoire, est important, et va dans le sens de la complémentarité des mesures de terrain et de laboratoire.

---



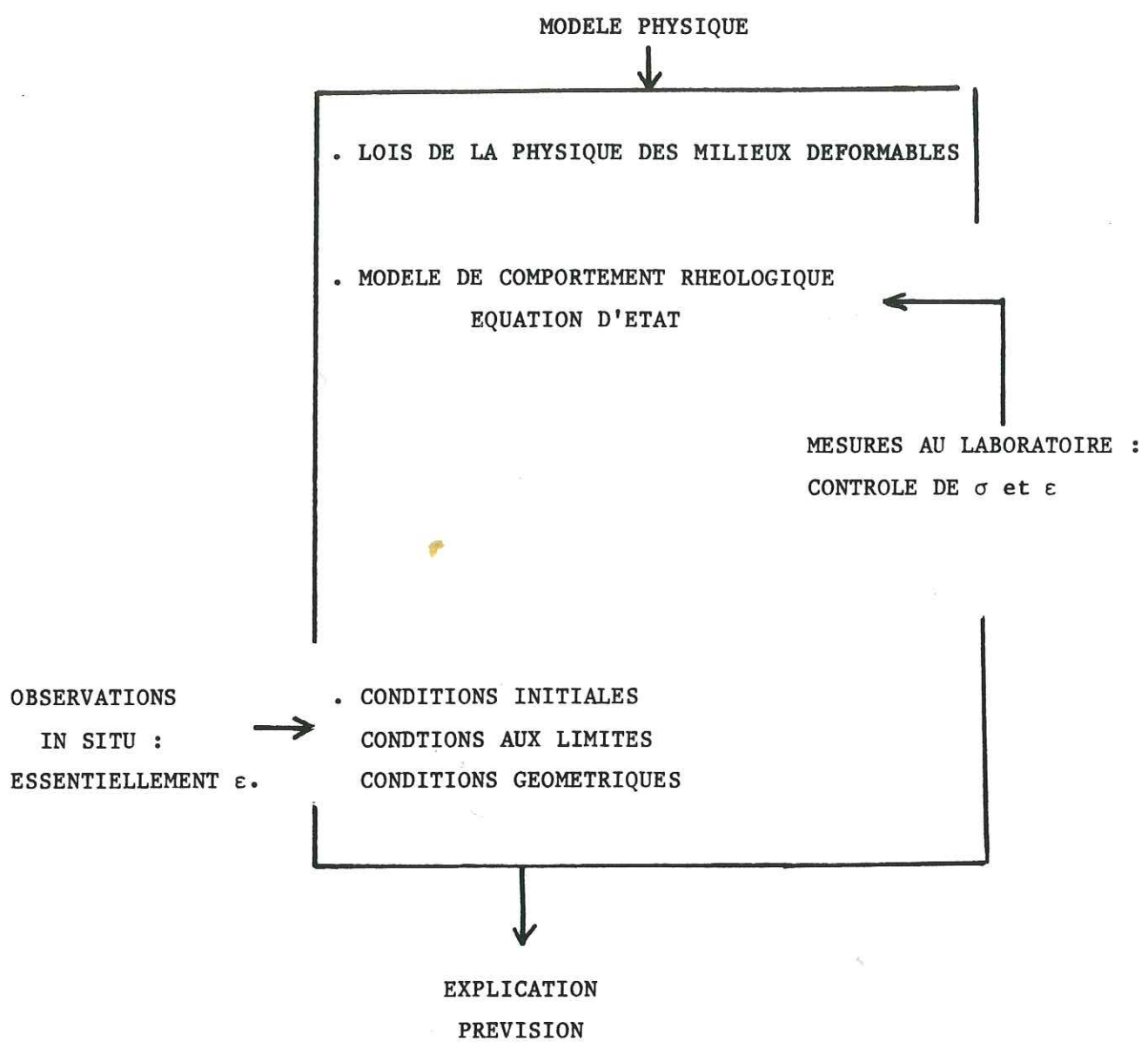
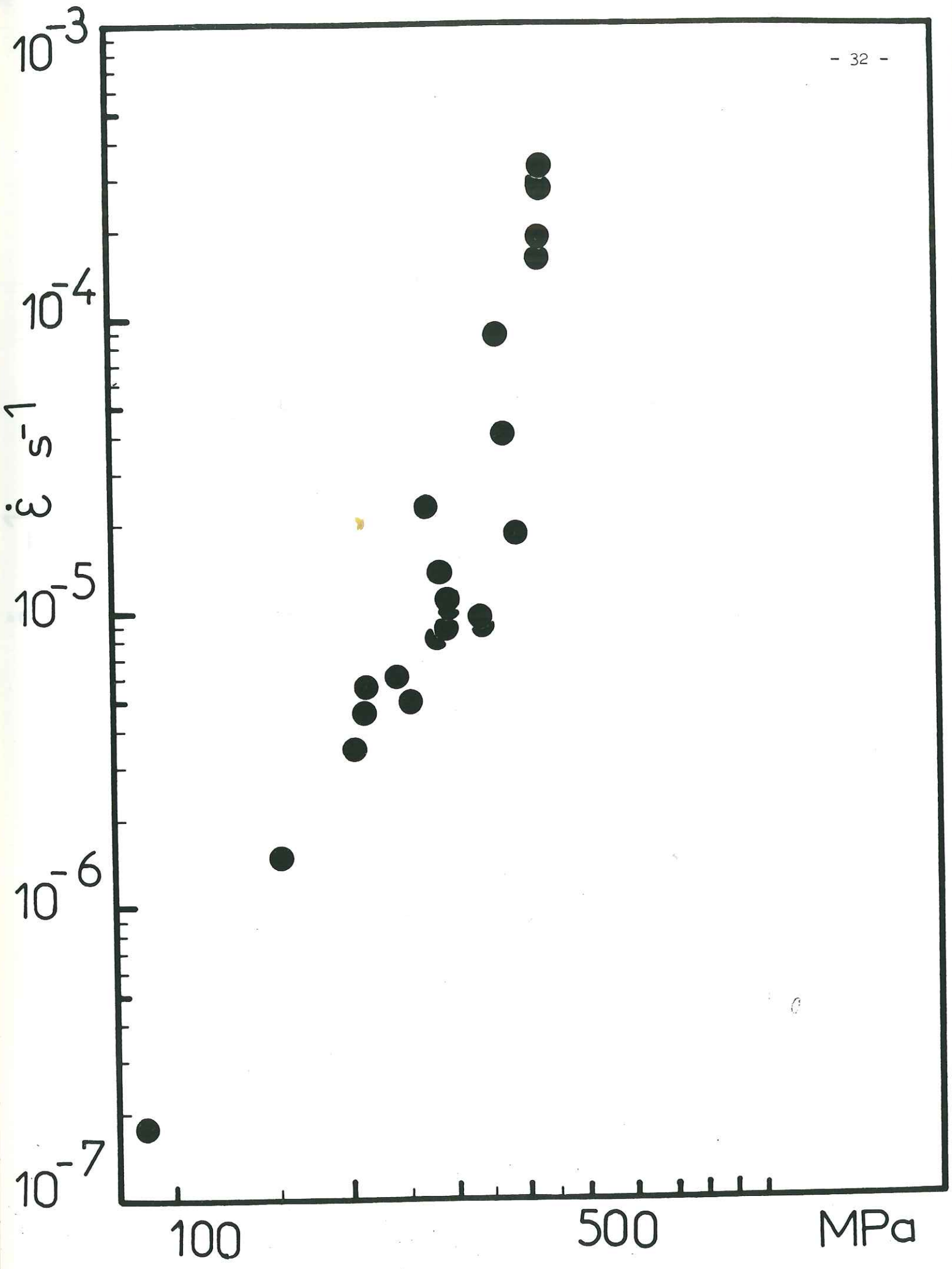


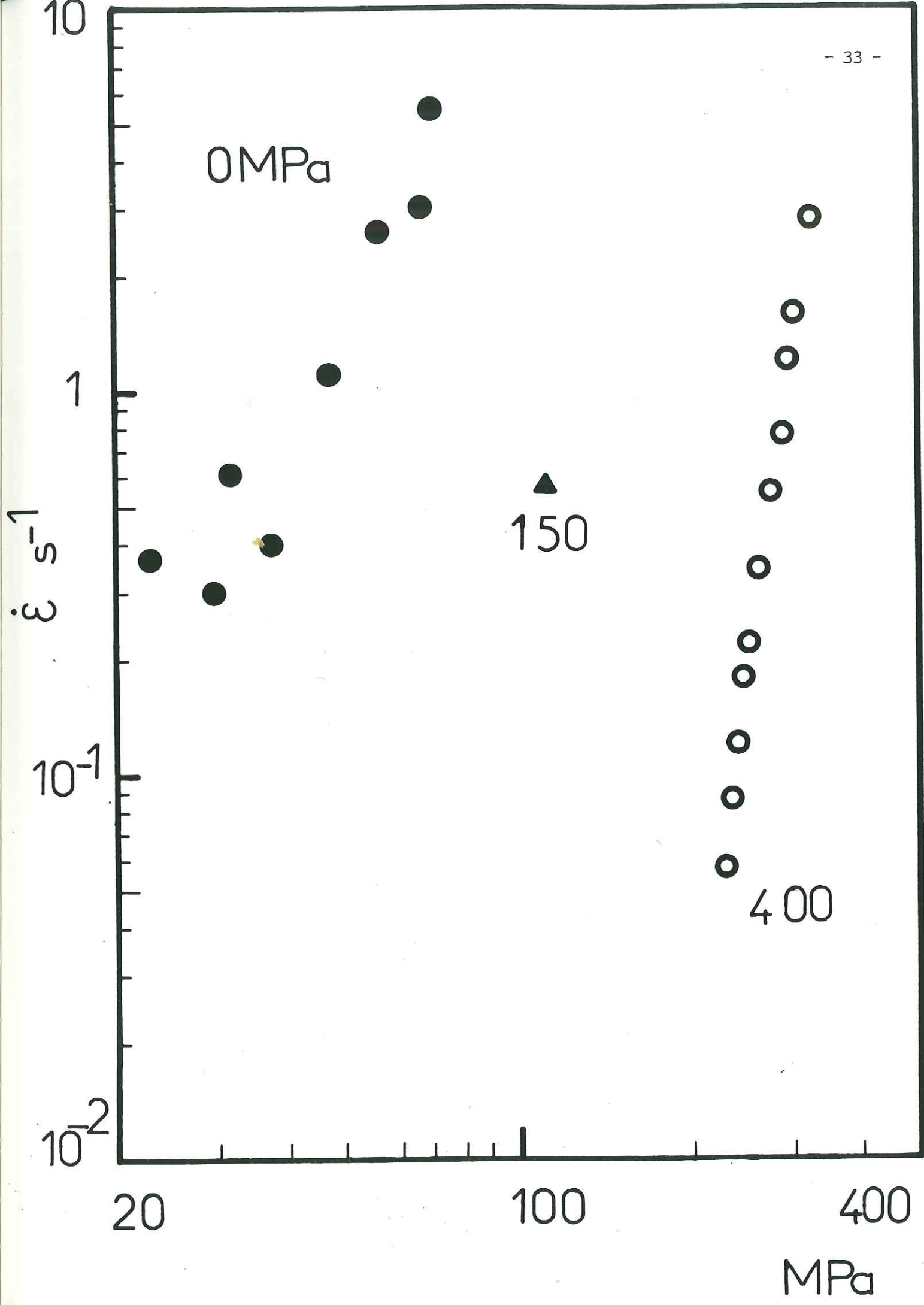
FIGURE 1

a : loi de comportement expérimentale du basalte massif

b : loi de comportement expérimentale de la brèche de faille  
représentée sur la figure 6 du chapitre 3.







CHAPITRE I

DEFORMATION OF POROUS AGGREGATES OF CALCITE AND  
QUARTZ USING THE ISOSTATIC HOT-PRESSING TECHNIQUE.

## DEFORMATION OF POROUS AGGREGATES OF CALCITE AND QUARTZ USING THE ISOSTATIC HOT-PRESSING TECHNIQUE

Y. CARISTAN<sup>1</sup>, R.J. HARPIN<sup>2</sup> and B. EVANS<sup>3</sup>

*Department of Earth and Planetary Sciences, Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, MA 02139 (U.S.A.)*

(Received January 26, 1981)

### ABSTRACT

Caristan, Y., Harpin, R.J. and Evans, B., 1981. Deformation of porous aggregates of calcite and quartz using the isostatic hot-pressing technique. In: G.S. Lister, H.-J. Behr, K. Weber and H.J. Zwart (Editors), *The Effect of Deformation on Rocks*. *Tectonophysics*, 78: 629-650.

The creep strength of porous and fully dense solids can differ in substantial ways, and thus it is of geologic interest to investigate the effect of porosity on the deformation of earth materials.

In our experiments, porous monomineralic aggregates of both quartz and calcite were isostatically hot-pressed for various lengths of time under pressures of up to 600 MPa and temperatures of up to 800°C for calcite and 1250°C for quartz. Densities achieved were 0.993 theoretical for calcite and 0.89 for quartz. The apparent activation energy for hot-pressing was 40 kcal/mole  $\pm$  20 for quartz and 5 kcal/mole for calcite. The mechanisms of densification for quartz under these experimental conditions appeared to contain a substantial diffusional component, although this was not proven conclusively. The addition of water as a pore fluid substantially increased the densification rate. Some of the calcite samples showed rapid decreases in the final densities reached at higher temperatures, which were interpreted as having been caused by decarbonation as a result of the lithostatic load and the low CO<sub>2</sub> pressure in the pore space. This decarbonation occurred at substantially lower temperatures than would be expected if the sample were fully dense.

Both these experiments and previously published discussions of hot-pressing seem to indicate that the densification rate will be strongly affected by the porosity present, and that it will be very difficult to predict the creep deformation properties of porous earth materials using theory or experiments on fully dense minerals alone.

### INTRODUCTION

Porosity is thought to have a considerable effect on the mechanical response of geologic materials. Both theoretical and experimental work have

<sup>1</sup> Now at Commissariat à l'Énergie Atomique, BP 61, 92129 Montrouge (France).

<sup>2</sup> Now at AMOCO Production Co., 1340 Poydras Street, New Orleans, LA 70113 (U.S.A.).

<sup>3</sup> Now at Department of Geological and Geophysical Sciences, Princeton University, Princeton, NJ 08544 (U.S.A.).



630

## LIST OF SYMBOLS

---

$\dot{\epsilon}$	linear strain rate
$\epsilon_v$	volumetric strain
$\dot{\epsilon}_v$	volumetric strain rate
$P$	applied hydrostatic pressure
$P_p$	pore pressure
$\sigma_{eff}$	effective stress at grain contacts
$\sigma_y$	material flow strength
$\rho$	relative density (density of sample/density of fully solid material)
$\dot{\rho}$	densification rate
$T$	temperature
$t$	time
$G$	grain size
$\delta$	boundary width
$r$	pore radius
$\Omega$	atomic volume of diffusion controlling species
$D_L$	lattice diffusion constant
$D_B$	boundary diffusion constant
$\gamma$	surface energy
$k$	Boltzmann constant
$A$	pre-exponential term in power law
$n$	stress exponent in power law
$P_e$	CO <sub>2</sub> partial pressure at equilibrium under confinement
$P_o$	unconfined CO <sub>2</sub> equilibrium partial pressure
$\Delta V_s$	molar volume change of solid components in the decarbonation reaction
$V_p(t)$	volume of pores during hot-pressing
$V$	total sample volume

---

shown that pore shape, density of pores in a matrix, and degree of saturation of pores with a fluid have a profound influence on the elastic and brittle behavior of rocks (cf. Walsh and Brace, 1966; Watt et al., 1976; Paterson, 1978; Mavko et al., 1979). Edmond and Paterson (1972) (see also Paterson, 1978, for a review of other work) experimentally investigated the relation between porosity and stress-strain characteristics of some materials at low and intermediate temperatures and emphasized the importance of the role played by volume changes on these characteristics. It is also important to ask how porosity affects the high-temperature plastic behavior of porous rocks, and what are the geologic implications of such an effect if it exists? At present, little experimental rock mechanics work bears on this important question. However, reports of experimental and theoretical studies of an analogous process called hot-pressing do exist in the literature of ceramic processing and materials science. The purpose of this paper is to present data and analyses from a preliminary set of experiments on porous aggregates of two crustal materials, calcite and quartz, using hot-pressing techniques, and to suggest several possible areas of further research.

## REVIEW OF HOT-PRESSING

For a porous fluid permeated material loaded uniformly in all directions, two macroscopic stress measures are of interest: the lithostatic pressure,  $P$ ,

and the pore fluid pressure,  $P_p$ . Even though the applied lithostatic pressure may be isotropic, because of the extreme heterogeneity of the material properties of the two phases present, i.e. matrix and void phases, the local stress state within the matrix phase is *not* hydrostatic. If the local nonhydrostatic stresses, particularly at grain-to-grain contacts, become large enough to cause ductile yielding, material redistribution occurs, resulting in porosity decrease. Geologic examples of such a process might include the lithification of deeply buried porous sedimentary rocks under overburden loading or the induration of fine-grained gouge during faulting if temperatures and pressures were sufficient to cause ductile yielding. Such densification is, of course, separate from chemical processes where new material is added to voids and cracks by dissolution from a saturated pore fluid. The analogous laboratory process, hot-pressing, is a commonly used fabrication process (Kingery et al., 1976) which has been exploited in several rock mechanics studies (Anderson and Kanamori, 1968; Nicolas et al., 1973; Duba, 1972; Dvorak, 1973; Schwenn and Goetze, 1978; and others).

In order to predict the rate of densification of an isostatically compressed powder, one needs to predict:

- (1) The relation between the applied pressure ( $P$ ) and the deviatoric stress at the grain contacts ( $\sigma_{eff}$ ).
- (2) The relation between  $\sigma_{eff}$  and the rate of deformation at grain contacts (i.e. the constitutive equation of the deformation mechanism).
- (3) The relation between the deformation rate at grain contacts and the densification rate of the entire powder specimen.

Relations (1) and (3) depend on the pore geometry, and therefore on the porosity of the compact. Thus the hot-pressing process can be conveniently divided into three conceptual stages, depending on pore geometry and porosity (Table I). Several authors have provided analyses which predict densification rate for an isostatically stressed porous material under various combinations of assumptions of relations (1), (2) and (3) (Table II).

In determining the relation between the applied pressure and the deviatoric stress, for the first stages of hot-pressing, each model assumes the grains to be spheres of a uniform size arrayed in one of several packing configurations. It is important to note that as the grains deform, the area of contact between grains increases. This reduces the  $\sigma_{eff}$  if the applied pressure ( $P$ ) is held constant. Thus,  $\sigma_{eff}$  is a function of the density and  $P$ .

TABLE I  
Stages of hot-pressing

Stage	Pore geometry
1st stage	Pores completely connected
2nd stage	Pores are cylindrical in shape
3rd stage	Pores are isolated spheres

632

TABLE II  
Compilation of hot-pressing and sintering models

Stage and model	Mechanism	Equation	Ref. *
Initial stage	Lattice diffusion	$16\epsilon_v^2 = \frac{32D_L\Omega}{G^3kT} \left( \gamma + \frac{PG}{\pi} \right) t$	a
Necking hard spheres	Boundary diffusion	$64\epsilon_v^3 = \frac{96D_B\delta\Omega}{G^4kT} \left( \gamma + \frac{PG}{\pi} \right) t$	a
Intermediate stage	Lattice diffusion	$\dot{\epsilon}_v = \frac{40D_L\Omega}{3G^2kT} \left( \frac{P}{\rho} + \frac{\gamma}{r} \right)$	a
Approximate model (extension of Nabarro-Herring equations)	Boundary diffusion	$\dot{\epsilon}_v = \frac{47.5D_B\Omega\delta}{G^3kT} \left( \frac{P}{\rho} + \frac{\gamma}{r} \right)$	a
Final stage M&S model (see below)	Lattice diffusion	$\dot{\rho} = \frac{12D_L\Omega}{G^2kT} \frac{(1-\rho)^{1/3}}{1-(1-\rho)^{1/3}} \left( \frac{P}{\rho} + \frac{2\gamma}{r} \right)$	a
Intermediate and final stage	Boundary diffusion	$\dot{\rho} = 32 \frac{\delta D_B\Omega}{kTG^3} \frac{1}{1-(1-\rho)^{1/3}} \left( P + \frac{2\gamma}{r} \right)$	b
Double spherical shell - MacKenzie and Shuttleworth model (1949)(M&S)	Power law	$\dot{\rho} = \frac{3A}{2} \frac{\rho(1-\rho)}{[1-(1-\rho)^{1/n}]^n} \left[ \frac{3 \left( P + \frac{2\gamma}{r} \right)^n}{2n} \right]$	b
	Glide limited plastic flow	$\dot{\rho} = 1 - \exp \left[ - \frac{3 \left( P + \frac{2\gamma}{r} \right)}{2 \sigma_y} \right]$	b
Final stage M&S model	Newtonian matrix	$\dot{\rho} = \frac{3}{4} \eta \left( P + \frac{2\gamma}{r} \right) (1-\rho)$	c
Final stage M&S model	Power law	$\dot{\rho} = \dot{\epsilon} \left( \frac{3}{2} \right)^{n+1} \left( \frac{G}{n} \right)^n \frac{\rho(1-\rho)}{[1-(1-\rho)^{1/n}]^n}$	d
All stages Polyhedral packing	Power law	$\dot{\epsilon}_v = A \left( \frac{P}{g} \right)^n$ , with $g = \alpha(\rho)^{2/3} \beta^{2/3} G^2 - 1$ $\alpha, \beta$ : geometrical constants depending on the packing configuration	e

Footnotes: (1) For calcite and quartz,  $\frac{2\gamma}{r} + P \simeq P$ , since  $\frac{2\gamma}{r} \simeq 1$  MPa.

(2) If pore pressure is present,  $P$  should be replaced by  $P - P_p$ .

\* References: a = Coble (1970); b = Wilkinson and Ashby (1975); c = Murray et al. (1958); d = Notis and Wingert (1978); e = Rao and Chaklader (1972).



The final stages of hot-pressing are modeled assuming the pores to be surrounded by a shell of material deforming plastically (e.g. MacKenzie and Shuttleworth, 1949; Coble, 1963, 1970).

The relation between  $\sigma_{\text{eff}}$  and deformation rate near the grain contacts in the matrix is the creep law for the particular mechanism(s) assumed to be controlling the deformation. The most significant mechanisms are Nabarro-Herring diffusional creep, Coble (boundary) diffusional creep, and dislocation mechanisms (Nabarro, 1948; Herring, 1950; Coble, 1963; Weertman, 1968; Bird et al., 1969; Notis et al., 1975; Wilkinson and Ashby, 1975; Nicolas and Poirier, 1976).

A generalized constitutive law for the above mechanisms is:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 h(\sigma) G^{-m} \exp(-Q/RT) \quad (1)$$

where (a) if  $h(\sigma) = \sigma$  and  $m = 2$  or  $3$ , diffusional creep predominates, (b) if  $h(\sigma) = \sigma^n$  and  $n \cong 3-5$  power law dislocation creep predominates; or (c) if  $h(\sigma) = \exp^{-H/RT}$ ,  $H = H(\sigma)$ , then dislocation creep in the power law breakdown region predominates.

For the dislocation processes,  $m = 0$  to  $\frac{1}{2}$  (Hirth and Lothe, 1968; Nicolas and Poirier, 1976).

From Table II, we can generalize the relations for the densification rate, in terms of volumetric strain rate,  $\dot{\epsilon}_v$ , as follows:

$$\dot{\epsilon}_v = kf(\rho, P) G^{-m} \exp(-Q_{\text{app}}/RT) \quad (2)$$

Where  $k$  is a constant,  $f(\rho, p)$  and  $G^{-n}$  depend on the applicable mechanism and  $Q_{\text{app}}$  is an apparent activation energy.

#### EXPERIMENTAL TECHNIQUE

##### *Sample preparation*

The quartz powder used was a commercially available crushed quartz sand (99.8% SiO<sub>2</sub>) which had been passed through a #400 sieve, so the grain diameters range from 40  $\mu\text{m}$  down to submicron size with the average grain diameter being 5  $\mu\text{m}$ . The calcite powder was a reagent-grade chemical with a more constant grain size of  $\sim 3-4 \mu\text{m}$ . The respective powders were first die-pressed, cold, in a cylindrical die under a load of 160 MPa for 30 sec. This produced a cylindrical specimen of 1.7 cm (dia)  $\times$  2 cm (ht) with a density, for quartz, of 1.6 g/cm<sup>3</sup> ( $\rho = 0.6$ ). The cold die-pressing also caused fracturing of the larger quartz grains, reducing both the largest grain diameter (to about 20  $\mu\text{m}$ ) and the average grain diameter. The cold-pressed pellets were then hot-pressed in a gas pressure vessel which used an external 1 GPa argon gas pumping system to generate pressure in the vessel.

During the actual hot-pressing run, pressure ( $\sim 100$  MPa) was first applied and then the temperature was increased to the final temperature in a period of 5-10 min; the cooling time was even shorter. The total run duration is considered to be the time elapsed between the moment that thermal equilibrium was reached and the moment that the power supply was turned off.

634

The sample configuration for the quartz and calcite runs differed slightly and they are described separately below.

Sample volumes after the run were measured by precision grinding to a geometrical shape whose dimensions could be measured. Sample densities were then determined from the weight and volume of the ground samples.

The density measurement had a maximum error of  $\pm 0.001 \text{ g/cm}^3$ , but this error was increased to  $\pm 0.005 \text{ gm/cm}^3$  because some of the specimens appeared to swell, presumably due to cracking caused by the introduction of water over a period of several days after the experiment. This error was reduced to a minimum by measuring sample density as soon as possible after each experiment. Other maximum errors were: external pressure (P),  $\pm 1 \text{ MPa}$ ; temperature,  $\pm 10^\circ \text{C}$ ; time,  $\pm 5 \text{ min}$ .

#### Quartz experiments

After the cold die-pressing, each specimen was precision-ground to a right cylinder to enable accurate measurement of the initial density. The specimen was then hot-pressed at constant temperature and pressure for a given period of time and its final density measured in the same way as the initial density was measured. The specimen assembly for low temperature runs ( $980^\circ \text{C}$ ) is shown in Fig. 1. For high-temperature runs ( $1250^\circ \text{C}$ ) the copper tube was

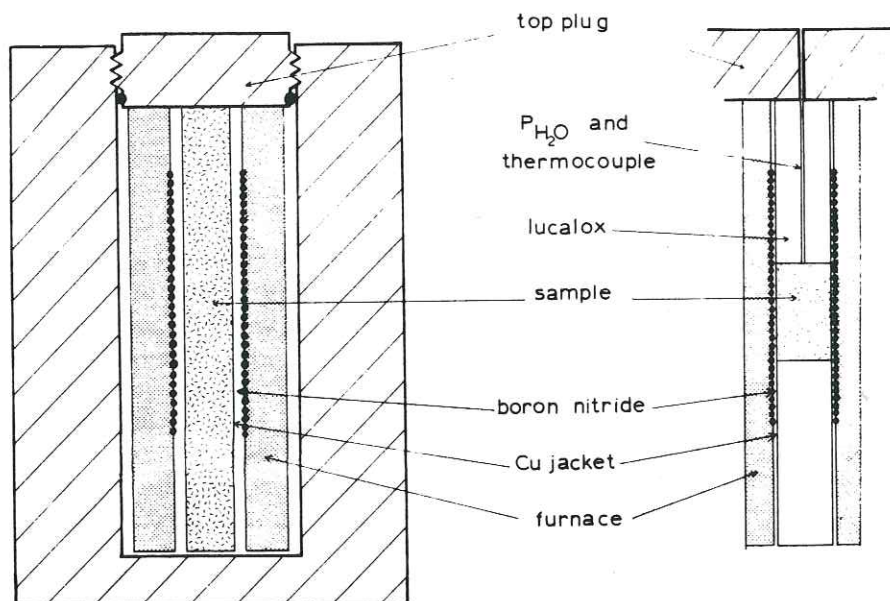


Fig. 1. The experimental sample configurations for the quartz and calcite experiments. The quartz experiments were monitored by a thermocouple, while in the calcite experiments, temperature was determined by the furnace characteristics. The quartz runs were done vented to the atmosphere or, in several cases, with 100 MPa  $\text{H}_2\text{O}$  pore pressure present.



replaced by a tube whose lower end (over specimen) was platinum, pulled onto the upper end, which was made of molybdenum. In a few initial high-temperature runs (the H-H series in Table III) the specimen was completely enclosed in a gas-tight platinum canister. In all the experiments a chromel-alumel thermocouple was in contact with the upper end of the specimen. In the "dry" experiments, except for the H-H series, the specimen was vented to the atmosphere through the opening shown in Fig. 1. In the "wet" experiments (W series in Table III) the specimen was exposed to 100 MPa of H<sub>2</sub>O pore pressure supplied by an external pumping system.

Since densification rates were desired for specimens with an initial density of greater than 0.75 theoretical density, each specimen was hot-pressed twice — once to increase the density beyond 0.75, and again to determine the densification rate.

#### *Calcite experiments*

For the calcite experiments the temperature distribution along the furnace was determined from several calibration runs where a thermocouple was slid along the central hole of a dummy column replacing the sample pellets. The peak temperature during the run could be determined from the furnace resistance — which is not dependent on pressure — and from the furnace temperature profiles determined for various peak temperatures and pressures. Although there is some uncertainty in temperature in these experiments, this experimental set-up allowed the entire length of the furnace to contain sample pellets at various temperatures. We then assumed that the symmetry of the density distribution in the sample at the end of the run was the same as the temperature profile symmetry. This is certainly a reasonable assumption considering that the temperature was the governing and only varying parameter along the column during a run. Consequently, the hot-spot position can be fixed at the highest density position, and the correlation between the temperature and density distributions established.

The final densities were measured by the same method as in the quartz experiments.

#### RESULTS

The results of the hot-pressing runs are tabulated in Table IIIa and b for calcite and quartz, respectively. The independent experimental variables are temperature, time, pressure, and in a few cases, pore pressure; the dependent variable is final density. The average rate of densification is given by:

$$\dot{\rho} \cong \Delta\rho/\Delta t \quad (3)$$

From average densification, we may calculate volumetric strain:

$$\epsilon_v \cong \Delta\rho/\rho$$



TABLE IIIa  
Experimental data for hot-pressed quartz

Run no.	Time (hr)	Temp. (°C)	Pressure (MPa)	Initial density (g/cm <sup>3</sup> )	Final density (g/cm <sup>3</sup> )	$\dot{\epsilon}_v$ (s <sup>-1</sup> )	$f(\rho)$	$\dot{\epsilon}/f(\rho)$ (s <sup>-1</sup> )	Pore pressure
c-1	3.0	982	250	2.08	2.12	$1.83 \times 10^{-6}$	3.94	$4.65 \times 10^{-7}$	1 atm air
c-2	1.0	982	500	2.079	2.124	$6.01 \times 10^{-6}$	3.85	$1.56 \times 10^{-6}$	1 atm air
c-3	2.0	982	350	2.074	2.126	$3.48 \times 10^{-6}$	4.04	$8.61 \times 10^{-7}$	1 atm air
c-4	2.0	982	350	2.05	2.16	$7.4 \times 10^{-6}$	3.44	$2.15 \times 10^{-6}$	1 atm air
c-5	1.5	982	350	2.048	2.127	$7.14 \times 10^{-6}$	5.58	$1.28 \times 10^{-6}$	1 atm air
c-6	2.0	982	350	2.03	2.106	$5.2 \times 10^{-6}$	7.93	$6.55 \times 10^{-7}$	1 atm air
c-7	1.0	982	350	2.084	2.127	$5.6 \times 10^{-6}$	3.37	$1.66 \times 10^{-6}$	1 atm air
c-7A	2.0	982	350	2.121	2.130	$5.9 \times 10^{-7}$	0.942	$6.26 \times 10^{-7}$	1 atm air
c-9	1.0	982	500	2.120	2.132	$1.57 \times 10^{-6}$	0.882	$1.78 \times 10^{-6}$	1 atm air
c-10	0.5	982	350	2.047	2.059	$3.26 \times 10^{-6}$	9.76	$3.34 \times 10^{-7}$	1 atm air
c-11	0.5	982	350	2.120	2.123	$7.90 \times 10^{-7}$	1.43	$5.53 \times 10^{-7}$	1 atm air
P-1	2.0	1250	300	2.14	2.28	$9.09 \times 10^{-6}$	0.57	$1.596 \times 10^{-5}$	1 atm air
P-2	1.0	1250	450	2.14	2.29	$1.95 \times 10^{-5}$	0.54	$3.59 \times 10^{-5}$	1 atm air
P-4	1.0	1250	250	2.16	2.21	$6.43 \times 10^{-6}$	0.70	$9.13 \times 10^{-6}$	1 atm air
P-5	1.0	1250	400	2.17	2.25	$1.02 \times 10^{-5}$	0.57	$1.79 \times 10^{-5}$	1 atm air
P-7	3.0	1250	400	2.19	2.34	$6.16 \times 10^{-6}$	0.26	$2.34 \times 10^{-5}$	1 atm air
P-8	3.9	1250	208	2.15	2.27	$3.95 \times 10^{-6}$	0.58	$6.81 \times 10^{-6}$	1 atm air
H-H-1	1.0	1250	250	2.23	2.29	$7.2 \times 10^{-6}$	0.32	$2.27 \times 10^{-5}$	?
H-H-2	3.0	1200	250	2.17	2.32	$6.4 \times 10^{-6}$	0.38	$1.68 \times 10^{-5}$	?
H-H-3	4.0	1200	250	2.13	2.26	$4.5 \times 10^{-6}$	0.65	$6.92 \times 10^{-6}$	?
W-1	0.08	1000	350	1.98	—	—	—	—	100 MPa H <sub>2</sub> O
W-2	1.0	872	350	2.00	2.13	$1.81 \times 10^{-5}$	8.34	$2.17 \times 10^{-6}$	100 MPa H <sub>2</sub> O

TABLE IIIb  
Experimental data for hot-pressed calcite

Time (hr)	Temp. (°C)	Final density 2.75	$\epsilon_v$ (%)	$\dot{\epsilon}_v$ (s <sup>-1</sup> )
0.5	200	0.898	—	—
0.5	675	0.979	8.27	$4.59 \times 10^{-5}$
0.5	760	0.993	9.57	$5.31 \times 10^{-5}$
0.5	770	0.979	*	*
0.5	675	0.978	8.18	$4.54 \times 10^{-5}$
0.5	555	0.958	6.26	$3.47 \times 10^{-5}$
0.5	420	0.934	3.85	$2.14 \times 10^{-5}$
2	560	0.969	7.33	$1.02 \times 10^{-5}$
2	700	0.977	*	*
2	770	0.959	*	*
2	660	0.980	8.37	$1.16 \times 10^{-5}$
2	520	0.964	6.85	$9.51 \times 10^{-6}$
2	350	0.935	3.96	$5.50 \times 10^{-6}$
3	465	0.966	7.04	$6.52 \times 10^{-6}$
3	665	0.962	*	*
3	510	0.976	7.99	$7.40 \times 10^{-6}$
3	365	0.957	6.17	$5.71 \times 10^{-6}$

Pressure: 500 MPa; \* = decomposed samples.  
Pore pressure: a few tenths of MPa.

and the volumetric strain rate:

$$\dot{\epsilon}_v \cong \dot{\rho}/\rho \quad (4)$$

#### Calcite microstructure

A typical density distribution is depicted on Fig. 2. Apart from the obvious symmetry, there was an unexpected density drop in the hot zone; this feature will be considered later on. Some samples were observed with a scanning electron microscope; the observed microstructure is presented in Fig. 3, where the lettering corresponds to that on Fig. 2.

Figure 3a represents a fracture section of the column which was against the plug, whose temperature was estimated to be about 200°C. Grains are about 3 to 4  $\mu\text{m}$  across and do not show any extensive sintering. They result from fracturing of the initial powder grains mostly along cleavage planes and rearrangement of their packing under confining pressure. The high density, 0.898, indicates that this process is responsible for a great part of the material densification; it is mostly athermal, is completed after the few first minutes, and depends almost exclusively on the stress level.

638

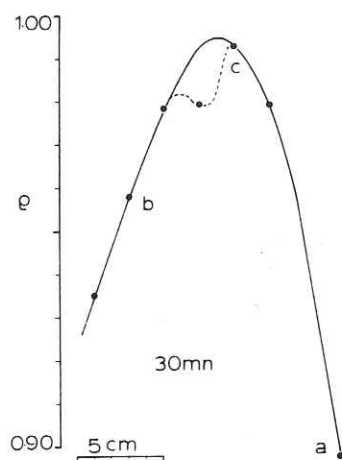


Fig. 2. Relative density versus position along furnace for calcite. Letters refer to SEM photographs in Fig. 3.

In our study of thermally activated densification rate, we can then consider this to be the starting density. The same material exposed to  $555^{\circ}\text{C}$  for the same period of time shows a beginning of sintering (Fig. 3b): grain surfaces are wrinkled, due to plating of atom layers on the free boundaries, and most of them have sintered together, isolating a system of cylindrical pores. Finally, exposed to  $760^{\circ}\text{C}$ , calcite has almost reached an equilibrium state where a reticulated system of boundaries delimit equant grains, leaving some spherical pores along boundaries and at triple junctions (Fig. 3c).

#### *Quartz microstructure*

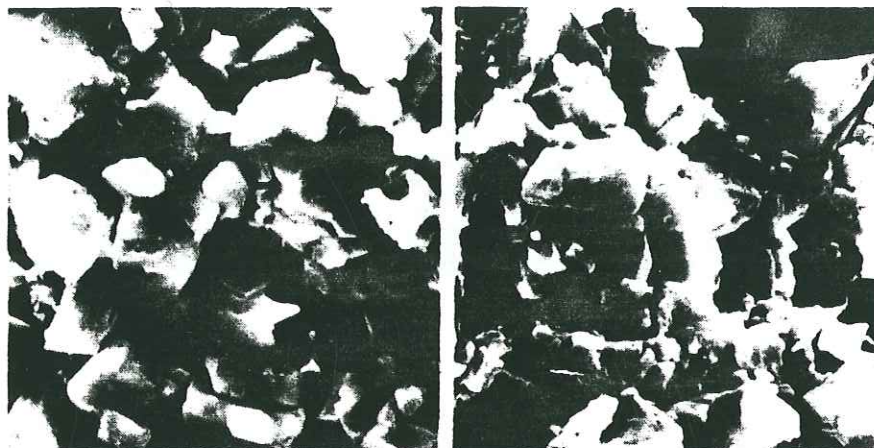
Using thin sections and scanning electron micrographs, several qualitative observations concerning the hot-pressed quartz specimens were made:

(1) There was a much higher degree of wavy extinction in the larger grains (as seen from optical observations with crossed polarizers) in the hot-pressed specimens than in the undeformed powder, indicating at least some plastic deformation by dislocation motion in at least those grains. However, not all grains exhibit wavy extinction, which might indicate that the geometry of the packing unevenly distributes the applied stress over all the grains or might result from the variable orientation of the particles in the compact relative to the principal stress directions. The microstructure of the smaller grains could not be determined optically.

(2) SEM observations of a specimen which was unheated but cold-pressed at 500 MPa revealed grains with angular edges (Fig. 3d), whereas the "dry" hot-pressed specimens show grains with flattened faces but still "subangular" in shape. The "wet" specimen (Fig. 3g) shows almost no angularity; and, furthermore, almost complete densification has occurred where small grains



are in contact with other grains, small or large. Porosity exists only between large grains. One can also see considerable rounding of grain surfaces not in mechanical contact with other grains. This implies either rapid dissolution of quartz, markedly increased surface diffusion rates, as opposed to dry conditions, or both. This striking difference is all the more remarkable since the time at temperature was only five minutes in the wet, as opposed to one hour in the dry.



a

b



10  $\mu$

c

Fig. 3. For caption see p. 640.

640

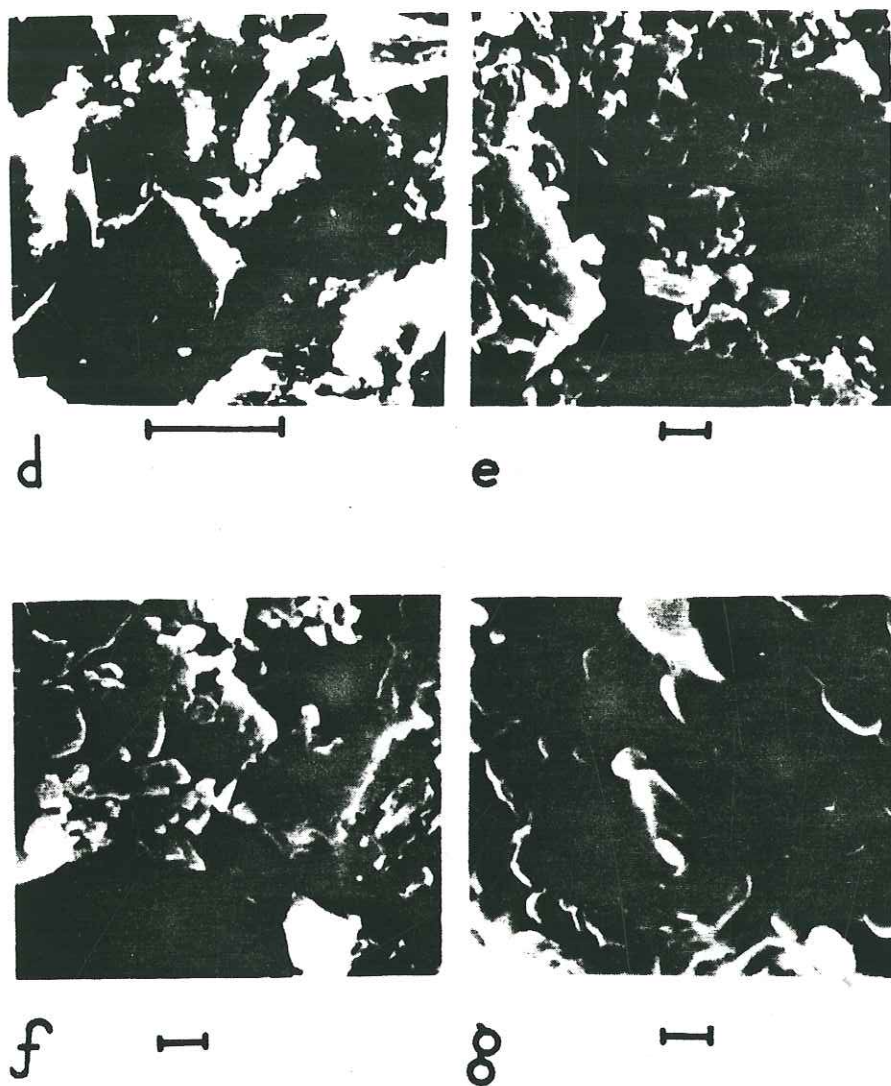


Fig. 3. Scanning electron micrographs of fracture surfaces of the hot-pressed samples. a, b, and c are calcite samples keyed to Fig. 2. The conditions of hot-pressing were: a,  $T = 200^{\circ}\text{C}$ ;  $\rho = 0.898$ ,  $t = 30$  min; (b)  $T = 555^{\circ}\text{C}$ ;  $\rho = 0.958$ ;  $t = 30$  min; (c)  $T = 760^{\circ}\text{C}$ ;  $\rho = 0.993$ ;  $t = 30$  min; all three experiments were done at  $P = 500$  MPa. Micrographs d, e, f, and g are quartz samples which were hot-pressed under the following conditions: (d)  $P = 500$  MPa;  $T = 23^{\circ}\text{C}$ ,  $t = 20$  min;  $\rho = 0.66$ ; (e)  $P = 350$  MPa;  $T = 980^{\circ}\text{C}$ ;  $t = 120$  min;  $\rho = 0.78$ ; (f)  $P = 450$  MPa;  $T = 1250^{\circ}\text{C}$ ;  $t = 60$  min;  $\rho = 0.86$ ; (g)  $P = 350$  MPa;  $T = 1000^{\circ}\text{C}$ ;  $t = 5$  min, 100 MPa  $\text{H}_2\text{O}$  pore pressure.

In addition, in the wet runs there seems to be a much higher degree of densification — as judged from grain flattening and neck size — where smaller grains are in contact with other small or large grains. There does not seem to be a noticeable difference in the amount of densification between two large grains, from wet to dry conditions.

The fact that densification appears to be more rapid for smaller grain sizes suggests that diffusional processes are accelerated in the wet runs, since  $\dot{\epsilon} \propto G^{-2}$  or  $G^{-3}$  for diffusional creep while dislocation creep is grain-size insensitive.

Taken by itself this evidence is only suggestive and far from conclusive. However, it does seem that enhancement of diffusion processes vis-à-vis dislocation processes is at least a possibility under wet conditions.

(3) No grain growth was observed in any of the dry experiments, in agreement with experimental observations made by Hobbs (1968).

#### DISCUSSION

##### *The effect of density on the densification rate*

The data obtained from the quartz experiments for a given temperature separate into distinct groups, according to their initial density. It is clear that, for a given pressure and temperature, a lower initial density implies a higher volumetric strain rate. Compare, for example, the densification rates of experiments C3, C4, C6, and C7.

The calcite data, on the other hand, do not show such a pronounced trend. As discussed earlier,  $\sigma_{eff}$  and hence  $\dot{\epsilon}_v$ , can logically be expected to depend on density, packing geometry, the average number of nearest neighbors, average contact area of grain-to-grain contacts, etc. (McClelland, 1961; Spriggs and Vasilos, 1964; Farnsworth and Coble, 1966; Rao and Chaklader, 1972).

Consideration of the models for hot-pressing shown in Table II suggests that the hot-pressing equation can be expressed as:

$$\dot{\epsilon}_v = Kf(\rho) P^n \exp(-Q/RT) \quad (5)$$

if the material is densifying by either a diffusional mechanism or by power law dislocation creep, since  $P/\rho \gg \gamma/r$ . Because the effect of  $f(\rho)$  is to act as a stress multiplier of the applied pressure, we will refer to  $f(\rho)$  as the effective stress function. The exact form of the effective stress function depends on the geometry of packing, as mentioned above.

Rather than adopt a particular model, we determined  $f(\rho)$  empirically as developed below. For constant  $P$ ,  $T$ , and  $G$ , eq. 5 can be simplified by including  $P^n$ ,  $G^{-m}$ , and the exponential term with the constant  $K$ , giving:

$$\dot{\epsilon}_v = K|_{(P,T,G)} f(\rho) \quad (6)$$

If  $f(\rho)$  is chosen to be 1.0 for a particular density ( $\rho_0$ ),  $K$  is determined abso-



642

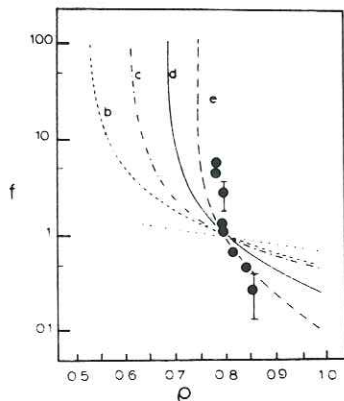


Fig. 4. Plot of stress intensity function,  $f(\rho)$  normalized to  $f(\rho_0 = 0.8) = 1$  versus relative density ( $\rho$ ). The continuous curves have been derived from the various hot-pressing models proposed for the effective stress,  $\sigma_{eff}$ , causing deformation during hot-pressing. The solid circles are the experimentally determined  $f(\rho)$  from this study. The models represented are: *b*, *c*, *d* and *e* (Rao and Chaklader, 1972):  $f(\rho) = [\alpha_1 (\rho^{2/3} \beta^{2/3} R^2 - 1)]^{-1}$  where  $\alpha_1$  and  $\beta$  are geometric constants whose values depend upon the packing assumed; and  $R$  is the grain radius. These models suggest that  $\sigma_{eff}$  can be computed from the deformational geometries of the grains in contact. The four packing geometries assumed are: (*b*) cubic; (*c*) orthorhombic; (*d*) b.c.c.; and (*e*) rhombohedral. The upper error bar is for  $f(\rho) > 1$ , the lower error bar for  $f(\rho) < 1$ .

lutely from the densification rate, and for any other density  $\bar{\rho}$ ,  $f(\rho)$  is simply:

$$f(\rho) = \frac{\dot{\epsilon}_{v1}}{\dot{\epsilon}_{v0}} \Big|_{P,T,G} \tag{7}$$

providing that  $P$ ,  $T$ , and  $G$  remain constant. The values of  $f(\rho)$  normalized to  $f(\bar{\rho}_0 = 0.8)$  are compared with theoretical predictions in Fig. 4. Notice that the effect of density on  $\dot{\epsilon}_v$  is quite striking. Schwenn and Goetze (1978) allude to a similar effect in their olivine experiments.

Using this information, the volumetric strain rate can then be corrected for the effect of density by dividing by the appropriate linearly interpolated  $f(\rho)$  values (see Table II). The adjusted  $\dot{\epsilon}_v/f(\rho)$  versus  $P$  curves are plotted in Figs. 5A and B.

A qualitative explanation of the strength of the dependence of the volumetric strain rate on density might be as follows. Going from curve *b* through *e* (Fig. 4), in addition to the increase in the sensitivity of  $f(\rho)$  to density there is an increase in the density of packing; it is the increasing number of contacts with other spheres that causes the increasing sensitivity of  $f(\rho)$  to density. Since the density of packing of an aggregate with varying grain size is increased over that of an aggregate of uniform grain size, the effective stress function might also be expected to be very sensitive to density when compared to the uniform grain size models.

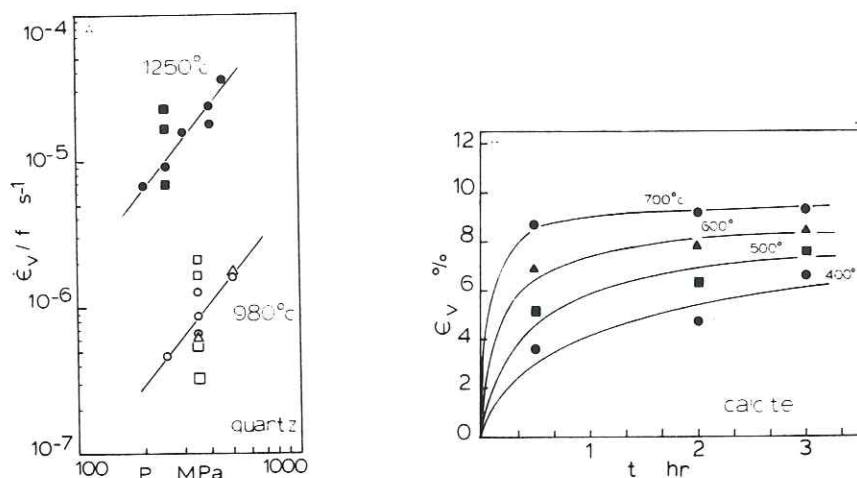


Fig. 5. A. Volumetric strain rate ( $\dot{\epsilon}_v$ ) normalized for the effect of porosity as a function of confining pressure  $P$  for quartz (see text for details of normalization process). Data shown by squares on the  $1250^\circ\text{C}$  line were samples which were not vented. For  $980^\circ\text{C}$  curve:  $\Delta$  = runs with initial density  $\approx 2.12$ ;  $\circ$  = runs with initial density  $\approx 2.08$ ;  $\square$  = runs with initial density averaged at  $\approx 2.04$ . B. Volumetric strain rate as a function of temperature for calcite. All experiments were done at  $P = 500 \text{ MPa}$  for 30 min.

Coble (1973) has shown in an analytic treatment that the volumetric strain rate for sintering of a binary grain size aggregate lies between the strain rates for sintering of the uniformly sized end members. Since increased sintering rate implies increased rate of neck growth, and also the rapid elimination of the shorter diffusion paths, the average diffusion path length of variable grain size material might therefore increase at a rate greater than that of the uniformly grain-sized aggregate. In any event, the experimental data certainly suggest that the densification of a naturally occurring variably fine-grained material such as a fault gouge might be a very strong function of density for high-medium porosity ( $\rho/\rho_0 < 0.90$ ). By contrast, the calcite experiments do not seem to show a pronounced sensitivity to porosity, agreeing with the theoretical prediction that  $P$  and  $\sigma_{\text{eff}}$  converge for nearly dense aggregates ( $\rho > 0.95$ ).

*The effect of temperature and stress on densification rate*

The apparent activation energy ( $Q_{\text{app}}$ ) and effective stress exponent ( $n$ ) can be determined by rearranging eq. 5:

$$Q_{\text{app}} \cong -R \frac{\ln\left(\frac{\dot{\epsilon}_{v1}}{f(\rho_1)}\right) - \ln\left(\frac{\dot{\epsilon}_{v2}}{f(\rho_2)}\right)}{\left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2}\right)} \text{ at const. } P \tag{8}$$

644

and

$$n \cong \frac{\log\left(\frac{\dot{\epsilon}_1}{f(\rho_1)}\right) - \log\left(\frac{\dot{\epsilon}_2}{f(\rho_2)}\right)}{\log P_1 - \log P_2} \text{ at const. } T \quad (9)$$

The values determined for quartz were:

$$Q = 43 \text{ kcal/mole} \pm 20$$

$$n = 1.9 \pm 0.3 \text{ at } 1250^\circ \text{C}$$

$$n = 1.9 \pm 1.5 \text{ at } 982^\circ \text{C}$$

The large errors are due to the small variation in density at low temperatures. The empirically determined equation for hot-pressing of natural quartz under conditions of low water fugacity is:

$$\dot{\epsilon} = (2.55 \pm 0.5) f(\rho) P^{1.9 \pm 1.5} \exp\left(\frac{-43 \text{ kcal/mole} \pm 20}{RT}\right) \quad (10)$$

The parameters of the above equation allow an estimate of which creep mechanism(s) is (are) dominating the deformation. The value  $n = 1.9$  suggests that the present experimental temperature-pressure regime may be transitional between diffusion dominance and dislocation creep dominance (Wilkinson and Ashby, 1975; Nicolas and Poirier, 1976).

The value of  $Q$  for dislocation creep of "dry" quartz reported by several authors (Blacic and Griggs, 1965; Heard and Carter, 1968; Carter, 1976; Parrish et al., 1976; Christie et al., 1979) varies anywhere from 20 to 64 kcal/mole, while the value of  $Q$  for diffusion of oxygen is reported to be 55 kcal/mole (Haul and Dumbgen, 1962). Thus it can certainly be said that the  $Q_{\text{app}}$  of hot-pressing agrees in order of magnitude with  $Q$  for high temperature creep of "dry" quartz and with activation energies of diffusion of oxygen in quartz. It would, however, be incorrect to assume that the same proportion of control by dislocation and diffusional mechanisms would exist for the same stress-temperature regime for creep of fully dense solids, since Coble (1976) indicates that hot-pressing tends to enhance the relative importance of diffusional mechanisms. Thus dislocation creep can be expected to have a greater role in creep of fully dense solids under the same conditions.

It should be further noted that the large variation in grain size in the hot-pressing experiments complicates the analysis. It may well be that diffusion is dominating in the smaller grains while dislocation climb dominates in the larger grains, as suggested by the optical and SEM observations.

In addition to errors arising from the empirical determination of  $f(\rho)$ , it must be remembered that the value of  $Q_{\text{app}}$  may be constantly changing if the experiments are being carried out in a region of transition between deformation mechanisms. In this case  $Q_{\text{app}}$  probably represents a weighted average of the activation energies of the various competing mechanisms, which might



include processes occurring at the pore/solid interface as well as along grain boundaries and in the solid crystal lattice (Coble, 1976).

For calcite,  $Q_{app}$  was determined using eq. 8 with  $f(\rho) = 1$ . Unlike the quartz experiments, the calcite experiments were performed at constant pressure (500 MPa) and without incremental steps in the process. The eqs. 3 and 4 used to compute  $\dot{\rho}$  and  $\dot{\epsilon}_v$  then become very approximate for long runs (see Fig. 7). Consequently the 30 min experiment was the only one to be analyzed in terms of strain rate (Fig. 5B). The activation energy obtained through the standard Arrhenius formula was 5 kcal/mole<sup>-1</sup>. The long duration runs also gave the same order of magnitude. This value alone is not enough to draw any final conclusion on the mechanism; however, it can be compared with the activation energy for tracer diffusion of C in calcite (Anderson, 1969) — 17 kcal/mole<sup>-1</sup> below 550°C and 80 kcal/mole<sup>-1</sup> above 550°C. The value found for hot-pressing is very low and suggests that the deformation took place in a stress regime (500 MPa) out of the power law region where the empirical activation energy given by eq. 2 is stress-sensitive; the high stress would therefore lower the apparent activation energy.

#### *Chemical stability of calcite*

Optical microscopy observations indicate that the density drops occurring at high temperatures are due to the decomposition of calcite. How do parameters controlling the chemical reaction and those controlling densification interact?

Thermodynamic calculations indicate that the ( $p$ ,  $T$ ) stability field of calcite under confining pressure  $P$  is given by:

$$\ln(p_e/p_0) = \Delta V_s(P/RT) \quad (p_0 \ll P) \quad (11)$$

$p_0$  is the unconfined CO<sub>2</sub> equilibrium pressure (Weeks, 1956)  $\bar{p}_e$  is the confined CO<sub>2</sub> equilibrium pressure,  $P$  is the confining pressure, and  $\Delta V_s$  is the molar volume change of the solid phases. For calcite decomposition, 500 MPa pressure corresponds to a 71°C decrease in equilibrium temperature at  $p_e = 0.1$  MPa. Because the sample is not vented in our calcite experiments, CO<sub>2</sub> pressure depends on the initial number of moles ( $n_i$ ) present on the number of pores per unit volume of starting material, on temperature  $T$ , and on the slowly decreasing volume of pores occupied by the gas,  $V_p(t)$ . For a given temperature, eq. 11, represents a univariant curve, and there is one value of  $V_p$  for which  $p$  is equal to the equilibrium value  $p_e$ . This volume is such that:

$$p_e(T) = p(T) = n_i RT / V_p$$

$$\text{or since } V_p = V(1 - \rho_e) \text{ and } n_i = p_i V(1 - \rho_i) / RT_i:$$

$$p_i(1 - \rho_i)/(1 - \rho_e) T_i = p_e(T)$$

$$\rho_e(T) = 1 - (1 - \rho_i) p_i T / p_e(T) T_i \quad (12)$$

646

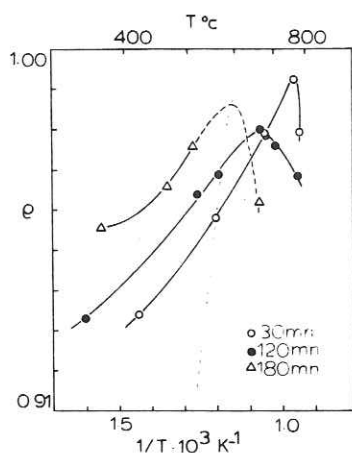


Fig. 6. Density versus temperature for calcite. The dotted line delimits a theoretical instability field. Density drops at high temperature are related to decomposition.

where the subscript *i* refers to the initial state, *e* to the equilibrium state at temperature *T* and  $p_e$  is given by eq. 11. Equation 12 is plotted on Fig. 6 with the following values:

$$\rho = 0.750 ; \quad p_i = 33 \text{ Pa} ; \quad T_i = 298^\circ\text{C}$$

The corresponding curve delimits the stability field for all the experimental runs. If, for a given temperature,  $\rho$  is smaller than  $\rho_e$ , then calcite starts to decompose, in which case the density value obtained at the end of the run depends essentially on the relation between the kinetics of decomposition and the kinetics of densification. From Fig. 6 a few points can be made:

(a) Some half-hour run data points located in the unstable zone do not reflect any decomposition, except in the hottest region. The sharpness of the transition follows from the fact that the activation energy of decomposition (heat of reaction, 43 kcal/mole<sup>-1</sup>) is much greater than the apparent activation energy for densification (~5 kcal/mole). At low temperatures, within the unstable zone, the kinetics of decomposition are simply not fast enough to influence those of densification.

(b) The other runs, which were of longer duration, show a significant amount of decomposition, increasing with time and temperature, and more important than would normally be expected. With advancement of the reaction ( $\xi$ ), CO<sub>2</sub> pressure builds up in the pore space and the reaction should eventually stop when  $p$  reaches a value equal to  $p_e(T)$ , so that:

$$p_e(T) = (\xi + n_i) RT/V_p$$

In the first few minutes,  $V_p = V(1 - \rho_0)$  where  $\rho_0$  is the starting density after cold-pressing, then:

$$\xi = \{p_e(T) V(1 - \rho_0)/RT\} - n_i$$



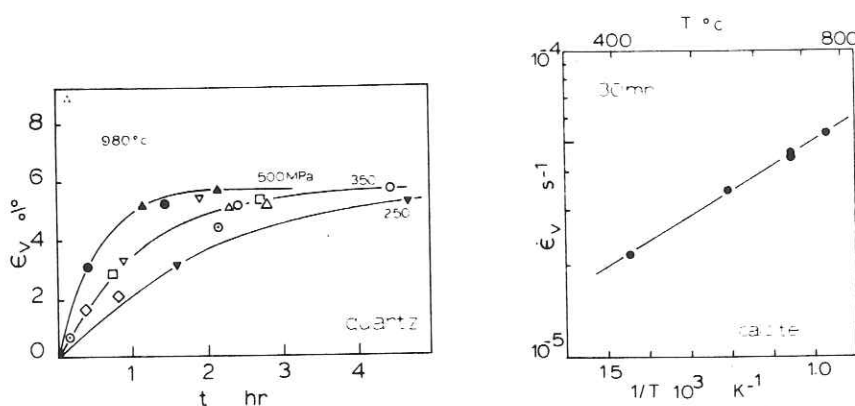


Fig. 7. A. Volumetric strain as a function of time for various pressures at  $980^\circ\text{C}$  for quartz. The solid curves are computed numerically from the empirically determined densification rate curve. The data points are pairs of points computed from the initial and final densities superimposed on the curve to show agreement of the incremental strain which occurred during the experiment. The agreement of the data and the numerically integrated curve simply indicates internal consistency.  
 B. Volumetric strain versus time for several temperatures for calcite compressed by  $500\text{ MPa}$  confining pressure. The solid curves are intended to represent the trend of the data and were not computed.

For the maximum of  $800^\circ\text{C}$ , and assuming an infinitely fast rate of decomposition, the decomposed fraction should be no larger than  $10^{-4}$ . Furthermore, the densification process enhances the pore pressure by reducing  $V_p$ , so that  $\xi$  should be even smaller than  $10^{-4}$ , which represents a change in porosity of the same order of magnitude. The observed values of amount of decomposition are two orders of magnitude higher than the expected value, and suggest that either there is a slowing down of hot-pressing kinetics due to decomposition, or that the actual  $\text{CO}_2$  pressure is smaller than expected.

Figure 7 presents volumetric strain versus time for both quartz and calcite. In the first case (Fig. 7A), the curve is obtained by integration of  $\dot{\epsilon}$  for a starting density of  $0.76$ . Experimental points are compared with the theoretical curve by fixing the starting point of each run at the corresponding location on the curve, depending on the initial density with respect to  $0.76$ , and from this point, plotting the increase in strain at the end of the run and the corresponding increase in time. Most of the final strain points are in good agreement with the curve, indicating selfconsistency of the data set. Points on Fig. 7B (calcite) and interpolated from the calcite data set (Table IIIb) and estimated curves are constructed.

Both figures show the sharp decrease in volumetric strain rate with time due to density increase and stress concentration decrease.



## APPLICATIONS AND CONCLUSIONS

(1) Decomposition of confined calcite samples during high-temperature creep experiments is larger than previously thought. The data suggest that  $\text{CO}_2$  pressure should be controlled for runs longer than 30 min and temperatures above  $550^\circ\text{C}$  for samples with a starting porosity of about 10%.

(2) The high-temperature triaxial stress-strain curve of a sample with a few percent porosity is influenced by the rate of pore collapse at high pressures and temperatures. If  $\epsilon_v$  is the volumetric strain, then the axial strain will be increased by an additional  $\epsilon_1 = \frac{1}{3} \epsilon_v$ . Figure 6 shows that this amount can be a significant portion of the recorded strain at about  $650^\circ\text{C}$ , e.g. a sample of density 0.960 will have an additional strain rate of  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  average over 30 min. In their study of the rheological properties of Sölenhofen limestone at high temperature, Schmid et al. (1977) have delimited a  $(\epsilon_1, \sigma, T)$  field, with  $\frac{1}{3}\sigma_{ii} = 3.7 \text{ kbar}$ , designated #1, where strain rates are higher than suggested by the power law of field 2. For an experiment lasting 17 min (10% strain at  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) the average additional strain rate is of the order of  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . This is 10% of the axial strain rate, and, as suggested by Fig. 7, the shorter the time length (the faster the strain rate) to reach a given strain, the more important this contribution from pore collapse.

(3) Figure 7 provides working curves for the confection of samples of given density from fine powdered quartz and calcite, which might be used in a laboratory study of the physical properties of artificial rocks.

(4) It was hoped (Schwenn and Goetze, 1978) that a study might be made of the creep properties of the matrix phase, by inverting the hot-pressing data and using the models listed in Table II. However, it seems increasingly probable that hot-pressing is only suitable for studying the deformation of porous materials, and, in fact, the reverse is probably also true. That is, because of the strong dependence of densification rate upon density, and because diffusion paths in porous materials may differ substantially from fully dense materials, the deformation characteristics of porous materials probably must be studied separately from fully dense solids.

(5) The densification rate of quartz at  $\sim 1000^\circ\text{C}$  and  $1250^\circ\text{C}$  was a strong function of density over the range  $0.8 < \rho < 0.9$ . When an empirical correction for density was applied, the quartz experiments had an apparent activation energy of  $40 \pm 20 \text{ kcal/mole}^{-1}$  and a "stress" exponent of  $1.9 \pm 1.5$ , whereas the apparent activation energy for the calcite experiments was quite low,  $\sim 5 \text{ kcal/mole}^{-1}$ . Although in neither set of experiments was the exact deformation mechanism conclusively identified, it is possible that for quartz, under the conditions of our experiments ( $980 < T < 1250^\circ\text{C}$ ,  $1 \text{ kbar} < P < 6 \text{ kbar}$ ,  $t \sim$  several hours), deformation involves at least some diffusive component. For calcite, the results here and previously published results (Schmid et al., 1977) suggest that the deformation took place above the power law breakdown stress. The addition of water at 1 kbar of pore pressure increases the densification rate of quartz by at least a factor of 25.

(6) More detailed experiments under controlled chemical environments could be used to develop hot-pressing maps which would be pertinent to the problems of diagenesis and lithification of granular sediments by deformation of the matrix and to the induration of fine-grained fault gouges.

#### ACKNOWLEDGMENTS

We wish to thank W.F. Brace and T.-F. Wong of the Massachusetts Institute of Technology for reading various drafts of this paper. The research was funded under National Science Foundation Grant No. 77-23158 EAR.

#### REFERENCES

- Anderson, D.L. and Kanamori, H., 1968. Shock-wave equations of state for rocks and minerals. *J. Geophys. Res.*, 73: 6477-6503.
- Anderson, T.F., 1969. Self-diffusion of carbon and oxygen in calcite by isotope exchange with carbon dioxide. *J. Geophys. Res.*, 74: 3918-3932.
- Bird, J.E., Mukherjee, A.K. and Dorn, J.F., 1969. In: D.G. Brandon and A. Rosen (Editors), *Quantitative Relations Between Properties and Microstructure*. Israel Univ. Press, 255 pp.
- Blacic, J.D. and Griggs, D.T., 1965. New phenomena in experimental deformation of quartz at low strain rate (abstr.). *EOS Trans. Am. Geophys. Union*, 46: 541.
- Carter, N.L., 1976. Steady state flow of rocks. *Rev. Geophys. Space Phys.*, 14: 326-327.
- Christie, J.M., Kock, P.S., and George, R.P., 1979. Flow law of quartzite in the alpha-quartz field (abstr. *EOS Trans. Am. Geophys. Union*, 60: 948-949).
- Coble, R.L., 1963. A model for boundary diffusion controlled creep in polycrystalline materials. *J. Appl. Phys.*, 34: 1679-1682.
- Coble, R.L., 1970. Diffusional models for hot-pressing with surface energy and pressure effects as driving forces. *J. Appl. Phys.*, 41: 4798-4807.
- Coble, R.L., 1973. Effects of particle-size distribution in initial stage sintering. *J. Am. Cer. Soc.*, 56: 461-466.
- Coble, R.L., 1976. The status of understanding diffusion-controlled solid state sintering, hot-pressing and creep. *8th Int. Symp. on Reactivity of Solids*. Plenum Press, New York, N.Y., pp. 669-688.
- Duba, A., 1972. Electrical conductivity of olivine. *J. Geophys. Res.*, 77: 2483-2495.
- Dvorak, Z., 1973. Electrical conductivity of several samples of olivines, peridotites, and dunites as a function of pressure and temperature. *Geophysica*, 38(1): 14-24.
- Edmond, J.M. and Paterson, M., 1972. Volume changes during the deformation of rocks at high pressures. *Int. J. Rock. Mech. Min. Sci.*, 9: 161-182.
- Farnsworth, P.L. and Coble, R.L., 1966. Deformation behavior of dense polycrystalline SiC. *J. Am. Ceram. Soc.*, 49: 264-268.
- Haul, R. and Dumbgen, G., 1962. Investigation of oxygen diffusion in TiO<sub>2</sub>, quartz and quartz glass by isotope exchange. *Z. Elektrochem.*, 66: 636.
- Heard, H.C. and Carter, N.L., 1968. Experimentally-induced "natural" intragranular flow in quartz and quartzite. *Am. J. Sci.*, 266: 1-42.
- Herring, C., 1950. Diffusional viscosity of a polycrystalline solid. *J. Appl. Phys.*, 21: 437-445.
- Hirth, J.P. and Lothe, J., 1968. *Theory of Dislocations*. McGraw-Hill New York, N.Y., 780 pp.
- Hobbs, B.E., 1968. Recrystallization of single crystals of quartz. *Tectonophysics*, 6: 353-401.



- Kingery, W.D., Bowen, H.K. and Uhlmann, D.R., 1976. *Introduction to Ceramics*. Wiley, New York, N.Y., pp. 501-502.
- Mavko, G., Kjartansson, E. and Winkler, K., 1979. Seismic wave attenuation in rocks. *Rev. Geophys. Space Phys.*, 17: 1155-1164.
- McClelland, J.D., 1961. A plastic model of hot-pressing. *J. Am. Ceram. Soc.*, 44: 526.
- MacKenzie, J.K. and Shuttleworth, R., 1949. A phenomenological theory of sintering. *Proc. Phys. Soc. (London)*, 62: 833-852.
- Murray, P., Livey, D.T. and Williams, J., 1958. The hot-pressing of ceramics. In: W.D. Kingery (Editor), *Ceramics Fabrication Processes*. M.I.T. Press, Cambridge, Mass., pp. 147-170.
- Nabarro, F.R.N., 1948. Report of a Conference on the Strength of Solids. Physical Society, London, pp. 75-90.
- Nicolas, A. and Poirier, J.P., 1976. *Crystalline plasticity and Solid State Flow in Metamorphic Rocks*. John Wiley & Sons, New York, N.Y., 444 pp.
- Nicolas, A., Boudier, F. and Bollier, A.M., 1973. Mechanisms of flow in naturally and experimentally-deformed peridotites. *Am. J. Sci.*, 273: 853-876.
- Notis, M.R. and Wingert, P., 1978. Densification mapping for the intermediate and final stages of hot-pressing. *Sci. Sintering*, 10: 35-44.
- Notis, M.R., Smoak, R.H. and Krishnamachari, V., 1975. Interpretation of hot-pressing kinetics by densification mapping techniques. *Proc., 4th Int. Conf. on Sintering and Related Phenomena, Notre Dame, Ind., Mater. Sci. Res.*, 10: 493-507.
- Parrish, D.K., Krivz, A. and Carter, N.L., 1976. Finite element folds in similar geometry. *Tectonophysics*, 32: 183-208.
- Paterson, M.S., 1978. *Experimental Rock Deformation - The Brittle Field*. Springer-Verlag, Berlin, 254 pp.
- Rao, A.S. and Chaklader, A.C.D., 1972. Plastic flow during hot-pressing. *J. Am. Ceram. Soc.*, 55: 596-601.
- Schmid, S.M., Boland, J.N. and Paterson, M.S., 1977. Superplastic flow in fine-grained limestone. *Tectonophysics*, 43: 257-291.
- Schwenn, M.B. and Goetze, C., 1978. Creep of olivine during hot-pressing. *Tectonophysics*, 48: 41-60.
- Spriggs, R.M. and Vasilos, R., 1964. Functional relation between creep rate and porosity for polycrystalline ceramics. *J. Am. Ceram. Soc.*, 47: 47-48.
- Walsh, J.B. and Brace, W.F., 1966. Elasticity of rock: a review of some recent theoretical studies. *Rock Mech. Eng. Geol.*, IV: 283-297.
- Watt, J.P., Davies, G.F. and O'Connell, R.J., 1976. The elastic properties of composite materials. *Rev. Geophys. Space Phys.*, 14: 541.
- Weeks, W.F., 1956. A thermochemical study of equilibrium relations during metamorphism of siliceous carbonate rocks. *J. Geol.*, 64: 245-270.
- Weertman, J., 1968. Dislocation climb theory of steady-state creep. *Trans. Am. Soc. Metall.*, 61: 681-694.
- Wilkinson, D.S. and Ashby, M.F., 1975. The development of pressure sintering maps. *Proc. 4th Int. Conf. on Sintering and Related Phenomena, Notre Dame, Ind., Mater. Sci. Res.*, 10: 475-492.



CHAPITRE II

HIGH TEMPERATURE CREEP OF MARYLAND DIABASE

HIGH TEMPERATURE CREEP OF MARYLAND DIABASE

Y. CARISTAN

Department of Earth and Planetary Sciences, Massachusetts  
Institute of Technology, Cambridge, Massachusetts 02139

Now at Commissariat à l'Energie Atomique

BP n°12

91 680 BRUYERES-LE-CHATEL

ABSTRACT

The high temperature creep of Maryland diabase has been investigated at 900°C and 1000°C, and confining pressures to 600 MPa. Under these conditions, steady state ductile creep was achieved. For stresses below 300 MPa the strength-strain rate relation can be described by a power law with an activation energy of  $276 \pm 14$  kJ/mol and a stress exponent of  $3.0 \pm 0.2$ . For stresses above 300 MPa the strain rate is stress activated. Electron and optical microscopy indicate that both plagioclase and pyroxene were plastically deformed. Microprobe analysis and scanning electron microscopy suggested that a minute melt fraction was present during the experiments, but this melt fraction is not thought to have a significant effect on the rock creep strength.



## INTRODUCTION

High temperature creep of rocks has been extensively studied for more than a decade. Recently data on monomineralic polycrystalline aggregates have been published in the literature. Quartzite has been studied by Christie et al. (1979), peridotite by Post (1977) and Evans and Goetze (1979), websterite by Ave Lallemand (1978). Most crustal silicate rocks are polymineralic and composed of minerals of intermediate silica content like feldspars and pyroxenes. The understanding of the mechanical behavior of the crust is necessarily linked to the determination of the creep properties of these crustal rocks.

The present paper addresses itself to the study of the high temperature creep of Maryland Diabase, a polymineralic polycrystalline aggregate of crustal composition. Experiments were conducted at 900°C and 1000°C in order to achieve full plasticity within the pressure range available in the laboratory (600 MPa). Special attention was given to thermal cracking under confining pressure during the heating period and to the stability of the mineral assemblage under experimental conditions.

## EXPERIMENTAL EQUIPMENT AND PROCEDURE

### Experimental equipment

Experiments were conducted with the apparatus described by Goetze and Brace (1972). It is a servocontrolled press equipped with a 1 GPa pressure vessel and a molybdenum wound internal furnace. The load was transmitted to the sample through an aluminium column, and measured with an external load (Fig. 1). Both column and sample were jacketed with copper tubing. Temperature was measured at the top of the sample with a thermocouple going through the top plug. Consequently the sample was vented. The sample had a smaller diameter than the column in order to gain space for radial deformation of the sample and also to avoid high stresses in the alumina column. The gap between the furnace wall and the furnace assembly was filled with boron nitride powder to avoid argon convection at high temperature. A buffer mixture of H<sub>2</sub> and CO<sub>2</sub> at a partial pressure of 0.1 MPa was fed into the pressure vessel to prevent furnace oxidation.

For each run the sample was machined into a small cylinder 2.03 cm long and 1.27 cm in diameter, then dried for a few hours at 80°C under vacuum. It was then mounted with its assembly on the pressure vessel top plug, and 150 MPa confining pressure was applied to collapse the jacket around the reduced section of the sample assembly and tapered alumina mounting pieces. The assembly was then completed outside the pressure vessel by filling the furnace gap with boron nitride and slid back into the pressure vessel. The desired pressure was applied first and maintained as the temperature was increased to the desired run temperature. It took generally about 45 minutes. Load was applied after the desired temperature was reached. Every 4 or 5 runs a temperature calibration profile was measured through a dummy sample drilled all the way through, and sample position was adjusted to the hottest spot. During each run a temperature profile was measured from the top of the plug to the top of the sample to check the correctness of the sample position by comparison with the calibration profile. The temperature gradient along the sample never exceeded  $40^{\circ}\text{C} \cdot \text{cm}^{-1}$ , and was generally smaller than  $15^{\circ}\text{C} \cdot \text{cm}^{-1}$ .

#### Tests for stability

Polymineralic assemblages held under high pressure and temperature conditions may undergo metamorphic reactions. In order to detect such changes the starting material was compared to material that had been annealed under static pressure and temperature conditions for a length of time similar to an actual deformation run, and also to samples that had undergone at least 10% deformation under differential loading. These different samples were sectioned, polished, ion milled and coated for Scanning Electron Microscopy (SEM) and Electron Microprobe analysis (EMP). Starting material and deformed material were also prepared for Transmission Electron Microscopy (TEM) by ion thinning. Because plagioclase had a much higher milling rate than pyroxene, small copper washers were used with a 50  $\mu\text{m}$  hole in the center to select the mineral to be thinned for TEM observation.



### Testing procedure

The stress dependence of creep strain rate was determined by stress stepping experiments. Load was manually applied and maintained at a fixed value while the sample was creeping. After a few percent deformation the load value was changed. Load and displacement were recorded as a function of time. Strain rate was obtained by measuring the slope of the load and displacement-time curves after the sample deformed at least 1%.

During these experiments the load relaxation was compensated for by manually giving small incremental displacements to the piston. These small load relaxation events were recorded separately as a function of time. They could be related to the creep strain in the sample through the following relation :

$$\dot{\epsilon} = (dF/dt)KL_0$$

where  $dF/dt$  is the slope of the load-time record,  $k$  the stiffness of the system between the two loading platens, and  $L_0$  the sample initial length. The "instantaneous" strain rate thus obtained was compared to that given by the slope of the displacement-time curve.

Constant displacement rate experiments were also conducted to obtain suitable samples for microstructures observation. These samples were strained at least 10% and up to 20%.

The dependence of  $\dot{\epsilon}$  on temperature was determined by temperature stepping experiments between 900°C and 1000°C under constant load. Except for these temperature stepping experiments all runs were done at 1000°C. Pressure value,  $P$ , was always maintained at higher value than differential stress  $\sigma_D$  (Caristan, 1982).

The sample generally did not deform homogeneously because of temperature distribution and end constraints. For strain smaller than 20% the mean stress in an inhomogeneously deformed sample is about the same as the mean homogeneous stress as long as the volume is conserved (Caristan, 1981). The data reported here are mean homogeneous



differential stresses accurate within 4%. Error in displacement measurement was due to the elasticity of the alumina column and steel piston as well as to creep strain in the copper jacket end cap. It is believed to be within 2%.

#### THE STARTING MATERIAL

Maryland diabase comes from one member of a tholeiitic dike swarm extending from Maryland to Nova Scotia. There are two main mineral constituents, plagioclase (49%), pyroxene (47%), and minor constituents: oxides (3%), biotite (1%). Pigeonite grains exhibit exsolved blebs of augite. This polymineralic assemblage has an average grain size of 175  $\mu\text{m}$  and a vanishing crack porosity (Brace, 1965).

The mineral and microstructure stability was studied by annealing a few samples under hydrostatic pressure and temperature conditions corresponding to an actual deformation run but without any loading.

#### Mineral stability

Pyroxene starting composition is represented on Fig. 2 by solid symbols. There are two coexisting pyroxenes which compositions are typical of a basaltic rock. The open symbols are for annealed material. They show some depletion in pyroxene iron content. The same observation is also true for deformed samples. The reverse trend is known to occur during magma crystallization (Hess and Poldervaart, 1967). This suggests that the analyzed samples had undergone some partial melting. However plagioclase did not show any significant changes in composition.

#### Microstructures

Under the SEM plagioclase grains in the samples annealed at 1000°C, 400 MPa were almost free of transgranular cracks, but their boundaries were outlined by intergranular cracks. In contrast pyroxene grains did not show much intergranular cracks, but transgranular cracks were abundant, with crack width up to 1  $\mu\text{m}$ . This difference can be

explained by the stress concentration around concave angles in the pyroxene boundaries : very often transgranular cracks are observed to originate at such angles. No thermal cracking was observed at 800°C, 400 MPa confining pressure, confirming therefore that the crack closure pressure for that temperature is below 400 MPa (Johnston and Toksoz, 1980) whereas at 1000°C the crack closure pressure is higher than 400 MPa.

In cracks and sometimes at grain boundaries pores could be observed together with acicular crystallites of high birefringence within a glassy braun (Fig. 3) matrix. Such a matrix associated with crystallites has been described by Brown and Fyfe (1970) as decomposed biotite. They showed that the partial melting of dry crustal rocks is generally triggered by the decomposition of hydrous phases present in the rock. From their data on granite and diorite it can be inferred that diabase partial melting, if triggered by biotite decomposition can be expected to start at about 800°C for a pressure of 400 MPa.

These data, the microstructures observed and the chemical trend of pyroxenes suggest that a small amount of melt was present during these runs. This amount is certainly less than 1% as attested by the difficulty in detecting it even in very thin section (less than 10  $\mu\text{m}$ ).

#### MECHANICAL RESULTS

The intrinsic consistency of the mechanical data can be seen on the load displacement record of the stress stepping experiment presented on Fig. 4. Load was set at three different values, then brought back to its initial value. At each value the slope of the displacement time record decreased slowly with time. This effect was due to the decrease in applied stress under constant load resulting from radial strain. Between each new loading the piston was moved up and down without touching the sample, in order to determine the frictional force on the piston due to the O ring. The wiggly line on the load record corresponds to the friction force. Thus the load could be friction corrected. Strain rates measured on Fig. 4 (points A to F) are plotted as a function of applied



differential stress on Fig. 5. The strain rate values corresponding respectively to one of the first and the last load setting (points C and F) are in reasonably good agreement. Thus after 4% axial strain no major change occurred in the phenomenological characteristics of the sample.

The original load record of a constant load experiment (Fig. 6a) shows the small stress relaxation events which occur during the run. Fig. 6b shows the corresponding "instantaneous" strain rates computed with the measured loading column stiffness of  $5.4 \times 10^7 \text{ N.m}^{-1}$  (open symbols) and also the strain rates computed from the slope of the load-displacement curve (solid symbols) as previously explained. There is a remarkably good agreement between both independent data sets. This observation supports the validity of using stress relaxation data for determining flow law parameters in rocks (Rutter et al., 1978).

The strength data for both constant load and constant displacement rate experiments are listed in Table I and represented on Fig. 7. They span almost 4 orders of magnitude in strain rate. Within the experimental data scatter there was no noticeable pressure sensitivity of the yield stress for a given strain rate, although pressure sensitivity was noticed for experiments where  $P$  was smaller than  $\sigma_D$  (Caristan, 1982). On Fig. 7, for strengths lower than 300 MPa, the data can be fitted to a straight line in a log-log plot, with a slope of 3.05 for the 1000°C data, and a slope of 2.92 for the 900°C data. On Fig. 5 the slope of the straight line is 2.91. Above a strength of 300 MPa the slope of the curve changes with the strength level. Strain rate is stress activated.

The temperature dependence of strain rate was determined by temperature stepping experiments between 900°C and 1000°C under constant applied differential stress. An activation energy of 276 kJ/mole was obtained.

Stress and temperature dependence of strain rate as determined above leads to the following empirical flow law parameters :

$$A = 6.12 \times 10^{-2} \text{ MPa}^{-n} \cdot \text{s}^{-1}, \quad n = 3.05, \quad Q = 276 \text{ kJ/mol}$$



The error on  $n$  and  $Q$  is 5%, and  $A$  can be considered as a fitting parameter which resulting value is determined within a factor of 2. These values confirm those measured by Caristan and Goetze (1978). Shelton and Tullis (1981) determined an experimental flow law from tests done in Griggs-type deformation apparatus. They measured a stress exponent of 3.4, slightly higher than the value reported above, and an activation energy of 260 kJ/mol. There is therefore a good agreement between both sets of values.

#### MICROSTRUCTURE IN DEFORMED SAMPLES

Observation were done on samples deformed at 1000°C in the power law regime. Strain in samples was not homogeneous because of end constraints and temperature distribution. Radial strain was greater in the center than at the ends. No brittle or ductile strain localization was observed in thin section. In samples strained at least 12% axially a foliation developed perpendicular to the loading direction. For strains above 10% there was a pronounced bending of the plagioclase. This bending was accompanied by secondary transgranular cracking. Above 10% deformation plagioclase recrystallized into neoblasts of about 500  $\mu\text{m}$  grain size, forming a foliation perpendicular to the loading direction together with the elongated pyroxene aggregates. In these aggregates intragranular thermal cracks parallel to the loading direction tended to open loading (Fig. 8), showing sub-spherical pores within the filling material.

Plagioclase and pyroxene were observed by Transmission Electron Microscopy. Because of the difficulty in preparing samples of grain size below 20  $\mu\text{m}$ , most grains were unrecrystallized original grains. Plagioclase grains generally showed a high dislocation density ( $10^{10}\text{cm}^{-2}$ ) these dislocations being arranged in deformation bands parallel to  $[010]$ . In one area (Fig. 9) dislocations were in full contrast for the diffraction vector  $g = [002]$ , and in quasi extinction for several vectors sub-perpendicular to  $[001]$ , including  $g = [500]$ . This suggests a Burgers vector of  $b = [001]$ . Such a Burgers vector has been reported by Sacerdoti et al. (1980) in potassic feldspars.

Pyroxene grain were extensively twinned on a fine scale, with (100) twins as thin as  $500 \text{ \AA}$  (Fig. 10a). Twins generally had a high dislocation density. At some places dislocations could be imaged (Fig. 10b) and followed across several twin bands, cross slipping into the boundary from one band to the other. In non-twinned areas (Fig. 11), jogged dislocations tended to give dislocation dipoles. These observations indicate that dislocation motion was mostly conservative, i.e. that glide was the predominant deformation mechanism.

The highest dislocation density measured was  $10 \text{ cm}^{-1}$ . These values together with that for plagioclase are within the range of values measured by Kronenberg and Shelton (1980) in Maryland Diabase deformed above  $800^\circ\text{C}$  at 1.5 GPa confining pressure.

#### MECHANICAL EFFECT OF MELT FRACTION

Arzi (1978 a) and Van de Molen and Paterson (1979) showed that the strength of Westerly granite is not significantly affected by melt when the melt percentage is under a critical melt fraction, which they estimate to be 20 to 30%. When the melt fraction is smaller the rock deformation is due to the deformation of the constituent mineral framework which indeed was observed in our experiment. This rule is a general rule for materials consisting of two phases with highly different mechanical properties. We therefore think that the presence of a small amount of melt in our experiments does not significantly affect the strength of the rock, although more work should be done to prove it conclusively : dislocation sources at grain boundarties might be affected by the presence of melt.

## CONCLUSION

Maryland diabase was experimentally deformed at confining pressures to 600 MPa, and temperatures of 900°C and 1000°C. For differential stresses lower than 300 MPa, the strength-strain rate relation measured can be described by a power law for differential stresses lower than 300 MPa, with an activation energy of  $276 \pm 14$  kJ/mol and a stress exponent of  $3.0 \pm 0.2$ . For differential stresses higher than 300 MPa the creep strain rate is stress activated.

Samples held under hydrostatic pressure of 450 MPa and 1000°C without any differential loading show thermal microcracking and depletion in pyroxene iron content. These data, together with SEM microstructure observations suggest that melt was present during the creep tests in amount less than 1%.

TEM observations revealed that both major constituent minerals deformed plastically : acicular plagioclase grains were progressively bent with strain, and dislocations in bands were observed; pyroxene grains, mostly pigeonite, exhibited (100) twinning on a very fine scale (500 Å), together with zones of jogged dislocations.



ACKNOWLEDGMENTS

This work is dedicated to the memory of the late Professor Christopher Goetze who initiated it. Professor W.F. Brace is gratefully acknowledged for its support, and B. Evans and T.F Wong are acknowledged for numerous discussions. This work was supported by the National Science Foundation under grant EAR 7910854.

FIGURE CAPTIONS

- Figure 1 : Experimental assembly inside pressure vessel
- Figure 2 : Chemical composition of Maryland Diabase pyroxenes.  
Solid dots represent original compositions corresponding to augite and pigeonite. Open circles correspond to samples deformed at 100°C and triangles to samples just heated to 1000°C.
- Figure 3a : SEM picture of decomposed biotite (DB), here in a deformed sample, showing acicular crystallites and a grainy background, and spherical pores. Post-loading crack can be seen running across the picture. Lobate pyroxen (PY) boundaries and spherical pores suggest partial melting.
- 3b : Decomposed biotite (DB) observed with optical microscope. High birefringence biotite crystallites are visible on a dark and grainy background or ore minerals and plagioclase (PL).
- Figure 4 : Record from a stress-stepping experiment.  $f$  is applied differential load and  $\epsilon$  the axial strain. Capitals letters refer to points along the curve where  $\epsilon$  was measured (see next Figure).
- Figure 5 : Same experimental data as Fig. 4 with differential stress plotted versus strain rate. Lettering refers to Fig. 4.
- Figure 6 : Pressure and load record as a function of time for a constant load experiment : the small oblique segments correspond to load relaxation. These segments are modulated by the small variations in confining pressure.

Figure 6b : Equivalent strain rates computed from load relaxation data (open circles), and strain rates as measured simultaneously from the time-displacement record (solid circles).

Figure 7 : Experimental flow law for Maryland Diabase. For stresses lower than 300 MPa a power law can be fitted with a stress exponent of 3.0 and an activation energy of 276 kJ/mole. For stresses higher than 300 MPa strain rates are stress activated.  $P_c$  is the confining pressure.

Figure 8a : Pyroxene grains in a sample deformed at 1000°C, 450 MPa in the power law regime, showing open thermal cracks parallel to the loading axis (vertical).

8b : Close-up of one of the cracks showing spherical pores in the material filling the pores.

Figure 9 : Dislocations in plagioclase

9a : Dislocations in contrast for  $g = [200]$

9b : Dislocations out of contrast for  $g = [500]$

Figure 10a: Very fine twinning along (100) and (001) in pyroxene. The change in lattice direction can be seen in both sets of twins. This sample was deformed at 1000°C, 450 MPa.

10b: Dislocations in the same sample as Fig. 10a. Some dislocations appear to move from one twin to the next by cross slipping into the twin boundary plane.

Figure 11 : Dislocations in pyroxene (sample deformed at 1000°C, 450 MPa,  $2.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ). Dislocation network (dn), small dislocation dipole (d) with symmetrical contrast on dislocation line, and jogged dislocation line are suggestive of glide mechanism.

Table I : Creep data for Maryland diabase.



REFERENCES

Arzi, A.A., 1978a. Critical phenomena in the rheology of partially melted rocks, *Tectonophysics*, 44, 173-184.

Avelallemant, H.G., 1978. Experimental deformation of diopside and websterite, *Tectonophysics*, 48, 1-27.

Brace, W.F., 1965. Some new measurements of linear compressibility of rocks, *J. Geophys. Res.*, 70, 391-398.

Brown, C.G., and W.S. Fyfe, 1970. Production of granitic melts during ultrametomorphism, *Contr. Mineral. Petrol.*, 28, 310-318.

Caristan, Y., 1981. High temperature mechanical behaviour of Maryland Diabase, PhD. Thesis, Massachusetts Institute of Technology.

Caristan, Y., and C. Goetze, 1978. High temperature plasticity of Maryland Diabase, *EOS*, 59, 375.

Caristan, Y., 1982. The transition from high temperature creep to fracture in Maryland Diabase, *J. Geophys. Res.*, 876781-6790.

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.

Goetze, C., and W.F. Brace, 1972. Laboratory observations of high temperature rheology of rocks, *Tectonophysics*, 13, 583-600.

Hess, H.H., and A. Poldevaart, 1968. Basalts (2 volumes), Wiley and sons.

Johnston, D.H., and M.N. Toksoz, 1980. Thermal cracking and amplitude dependent attenuation, *J. Geophys. Res.*, 85, 937-942.

Kronenberg, A., and G.L. Shelton, 1981. Deformation microstructure in experimentally deformed Maryland Diabase, *J. Struct. Geol.*, in press.

Post, R.L., High temperature creep of Mt. Burnet dunite, *Tectonophysics*, 42, 75-110.

Rutter, E.H., B.K. Atkinson, and D.H. Mainprice, 1978. On the use of the stress relaxation testing method in studies of the mechanical behavior of geological materials, *Geophys. J.R. astr. Soc.* 55(1), 155-170.

Shelton, G.L., and J. Thullis, 1981. Experimental flow laws for crustal rocks, *EOS*, 62, 396.

Sacerdoti, M., H. Labernadière, and M. Gandais, 1980. Transmission electron microscope study of geologically deformed potassic feldspars, *Bull. Mineral.*, 103, 148-155.

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

-----

Table I : Creep data for Maryland diabase.



TABLE I

Temperature T°C	Confining pressure (MPa)	Differential stress (MPa)	Strain rate $\dot{\epsilon}$ (S <sup>-1</sup> )
1000	600	90	1.7 10 <sup>-7</sup>
	425	296	1.1 10 <sup>-5</sup>
	425	291	9.9 10 <sup>-6</sup>
	425	284	8.1 10 <sup>-6</sup>
	425	204	3.4 10 <sup>-6</sup>
	425	152	1.4 10 <sup>-6</sup>
	425	275	7.9 10 <sup>-6</sup>
	400	296	8.8 10 <sup>-6</sup>
	450	343	9.2 10 <sup>-6</sup>
	450	336	9.5 10 <sup>-6</sup>
	450	386	1.8 10 <sup>-5</sup>
	450	255	4.8 10 <sup>-6</sup>
	425	244	6.0 10 <sup>-6</sup>
	425	424	1.9 10 <sup>-4</sup>
	425	433	3.2 10 <sup>-4</sup>
	425	427	2.7 10 <sup>-4</sup>
	450	357	8.7 10 <sup>-5</sup>
	450	287	1.5 10 <sup>-5</sup>
	450	213	5.5 10 <sup>-6</sup>
	350	271	2.3 10 <sup>-5</sup>
	400	367	4.1 10 <sup>-5</sup>
400	429	1.6 10 <sup>-4</sup>	
350	215	4.6 10 <sup>-6</sup>	
900	400	290	8.5 10 <sup>-7</sup>
	400	269	1.5 10 <sup>-6</sup>
	400	348	2.7 10 <sup>-6</sup>
	400	402	5.0 10 <sup>-6</sup>
	400	345	2.5 10 <sup>-6</sup>

Figure 1 : Experimental assembly inside pressure vessel

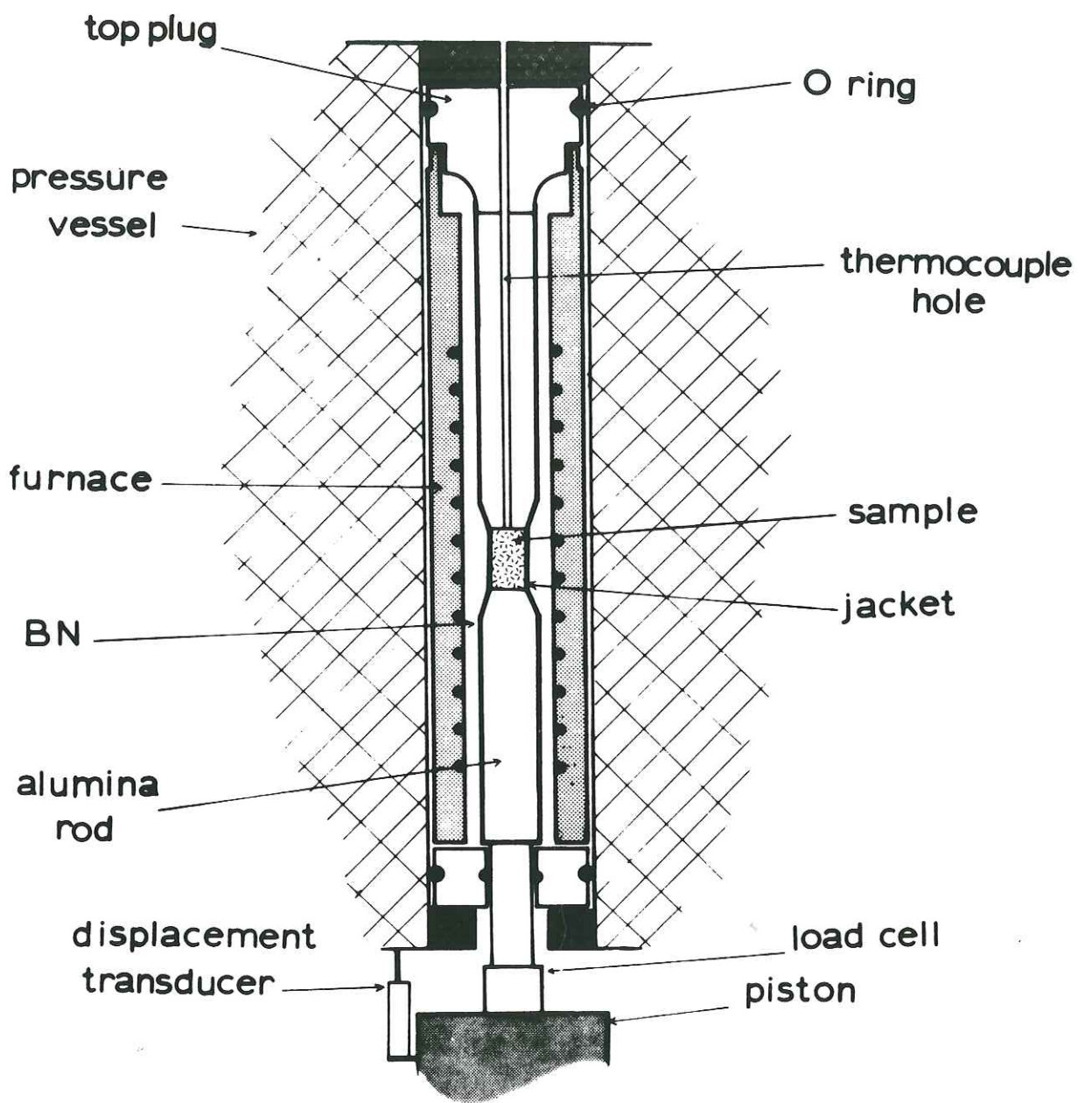




Figure 2 : Chemical composition of Maryland Diabase pyroxenes.  
Solid dots represent original compositions corresponding to  
augite and pigeonite. Open circles correspond to samples  
deformed at 100°C and triangles to samples just heated to  
1000°C.



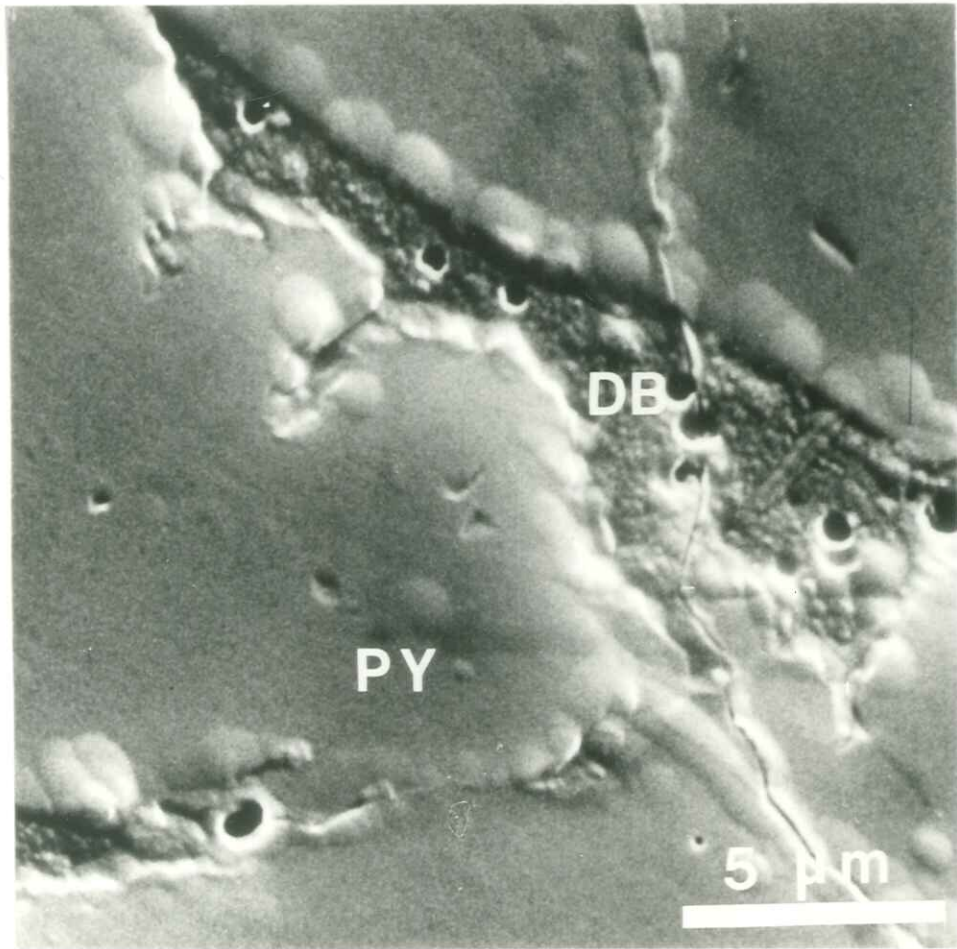
Figure 3a : SEM picture of decomposed biotite (DB), here in a deformed sample, showing acicular crystallites and a grainy background, and spherical pores. Post-loading crack can be seen running across the picture. Lobate pyroxen (PY) boundaries and spherical pores suggest partial melting.

3b : Decomposed biotite (DB) observed with optical microscope. High birefringence biotite crystallites are visible on a dark and grainy background or ore minerals and plagioclase (PL).

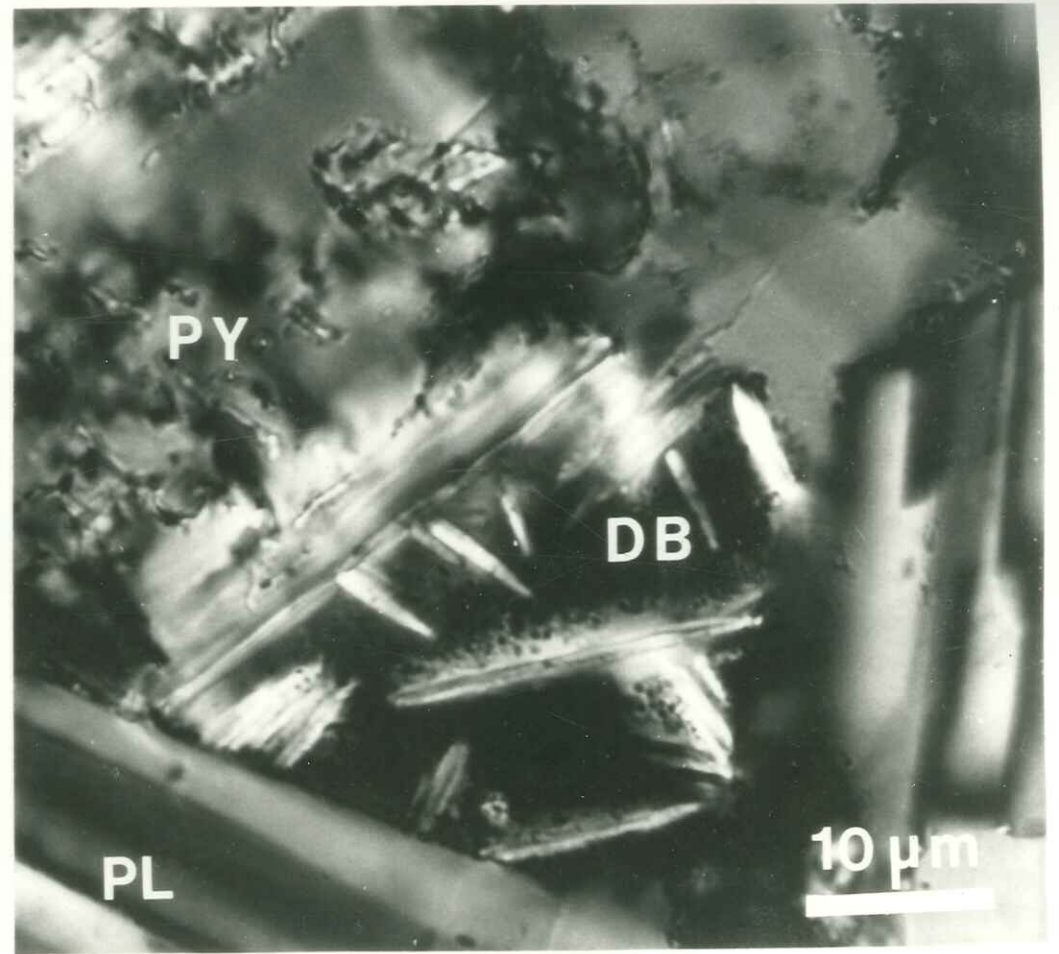
71 SEP. 2003

Univ. J. Fourier - O.S.U.G.  
MAISON DES SCIENCES  
DOCUMENTATION  
B.P. 53  
F. 38041 GRENOBLE CEDEX  
Tél. 04 76 63 54 27 - Fax 04 76 51 40 58  
Mail : ptalour@ujf-grenoble.fr





**a**



**b**

Figure 4 : Record from a stress-stepping experiment.  $f$  is applied differential load and  $\epsilon$  the axial strain. Capitals letters refer to points along the curve where  $\epsilon$  was measured (see next Figure).

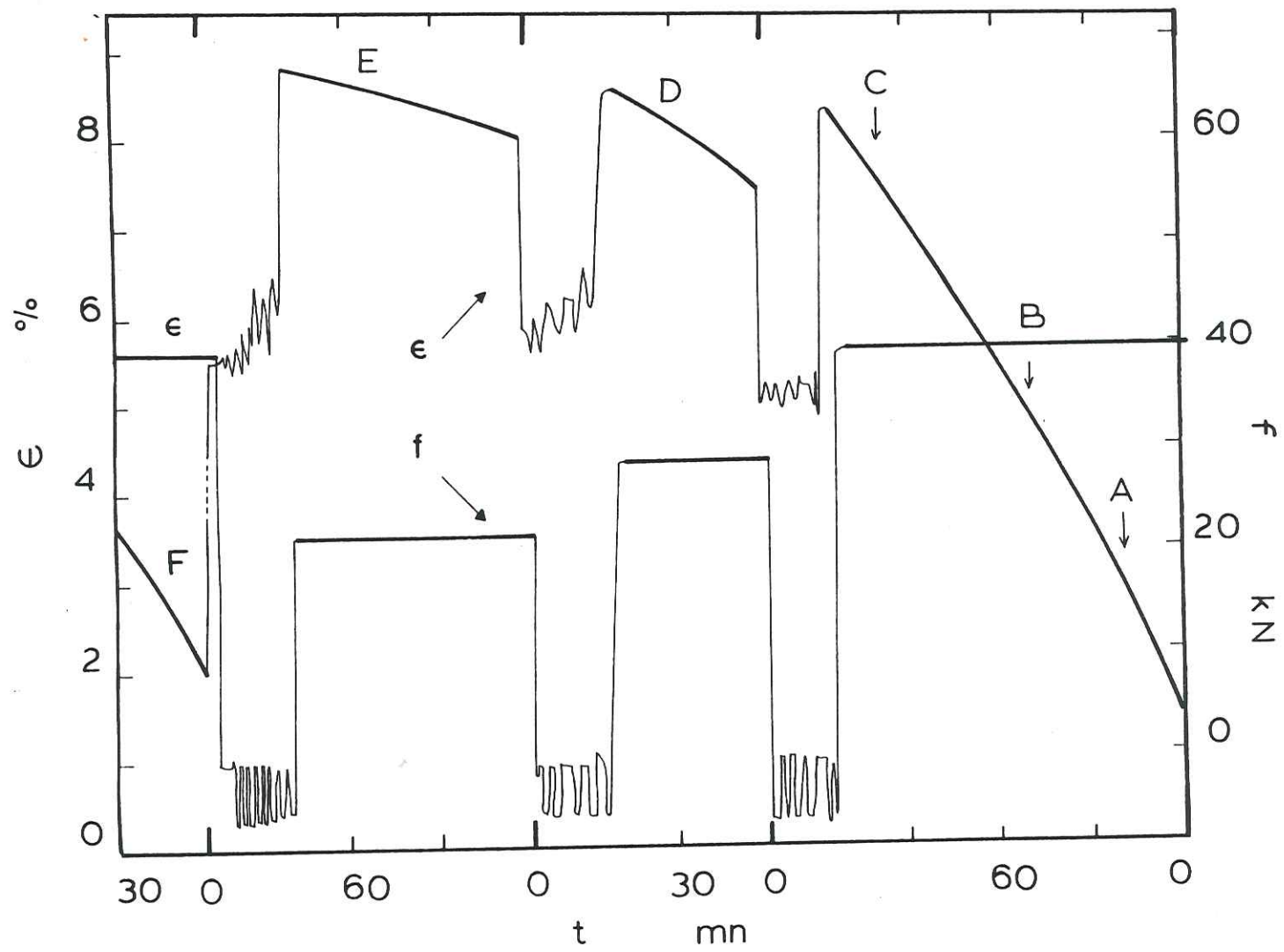




Figure 5 : Same experimental data as Fig. 4 with differential stress plotted versus strain rate. Lettering refers to Fig. 4.

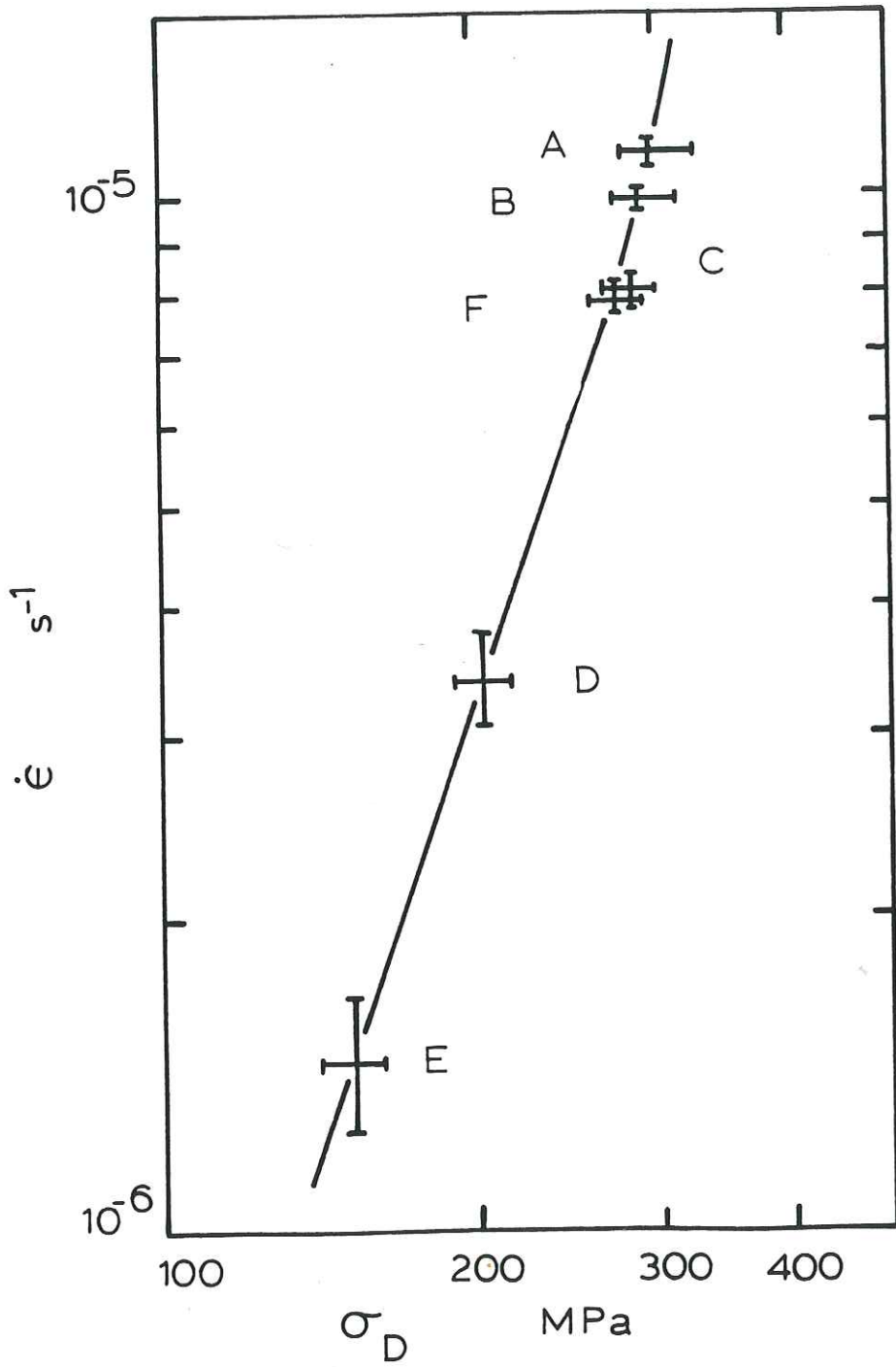


Figure 6 : Pressure and load record as a function of time for a constant load experiment : the small oblique segments correspond to load relaxation. These segments are modulated by the small variations in confining pressure.



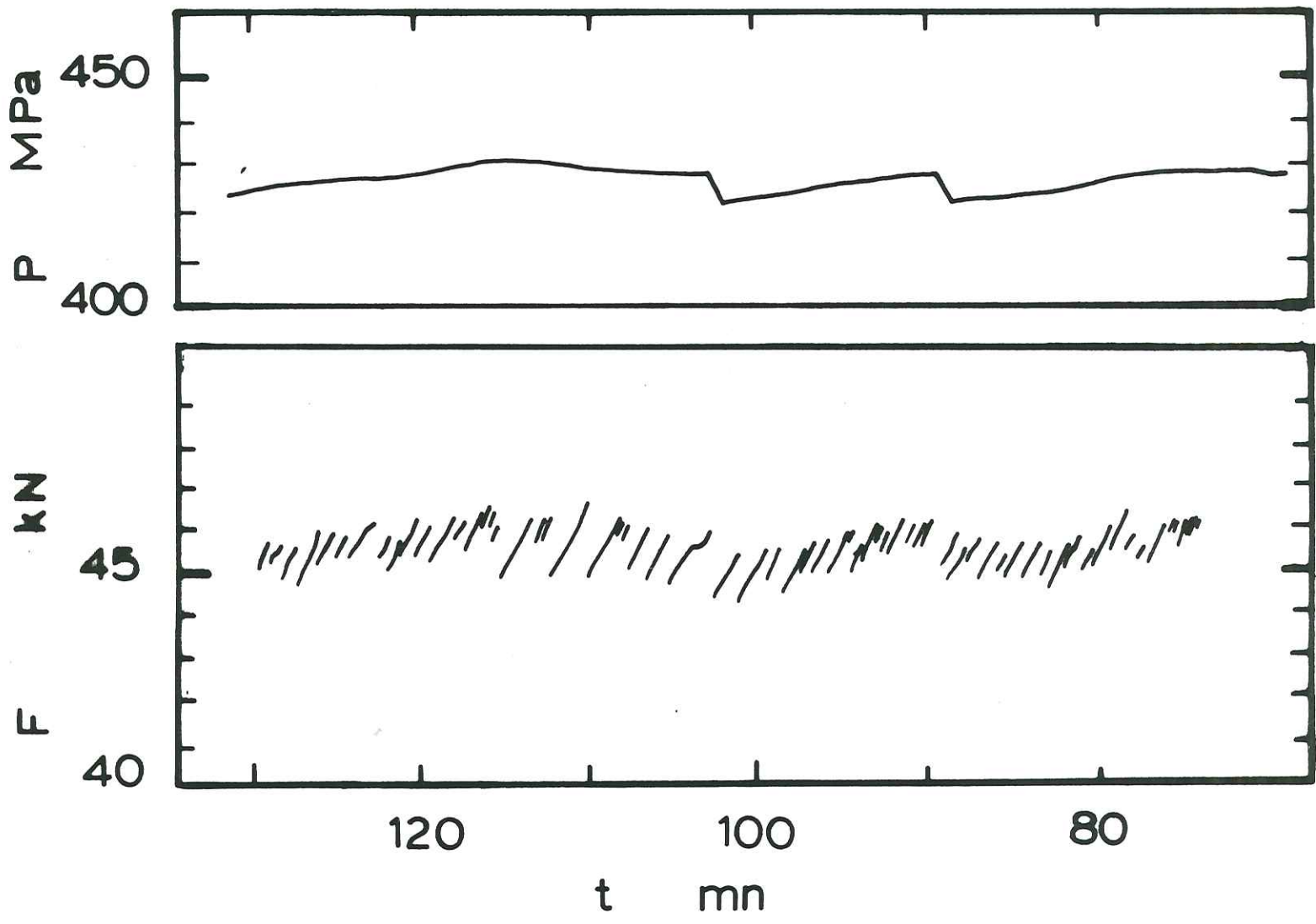


Figure 6b : Equivalent strain rates computed from load relaxation data (open circles), and strain rates as measured simultaneous from the time-displacement record (solid circles).

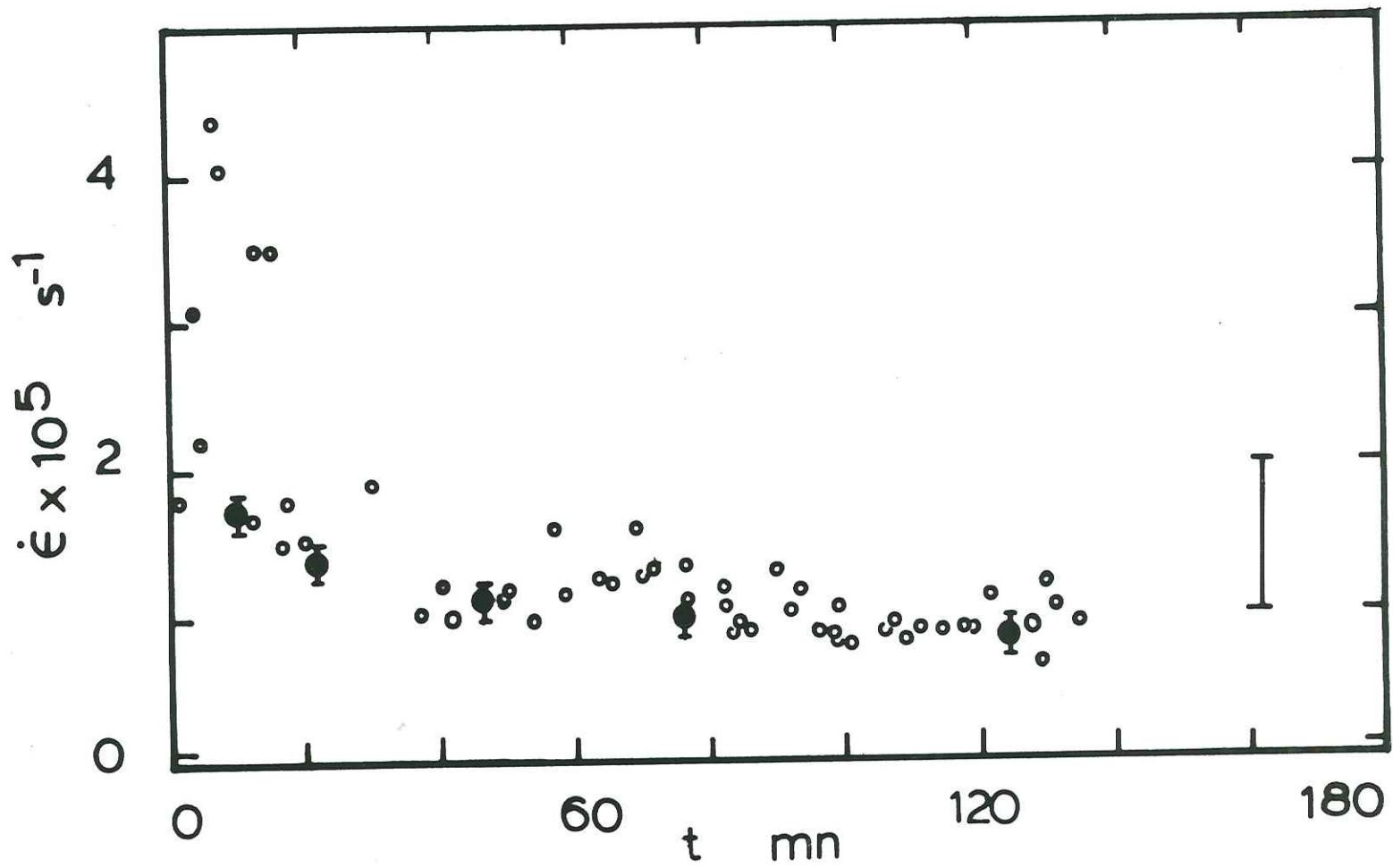




Figure 7 : Experimental flow law for Maryland Diabase. For stresses lower than 300 MPa a power law can be fitted with a stress exponent of 3.0 and an activation energy of 276 kJ/mole. For stresses higher than 300 MPa strain rates are stress activated.  $P_c$  is the confining pressure.

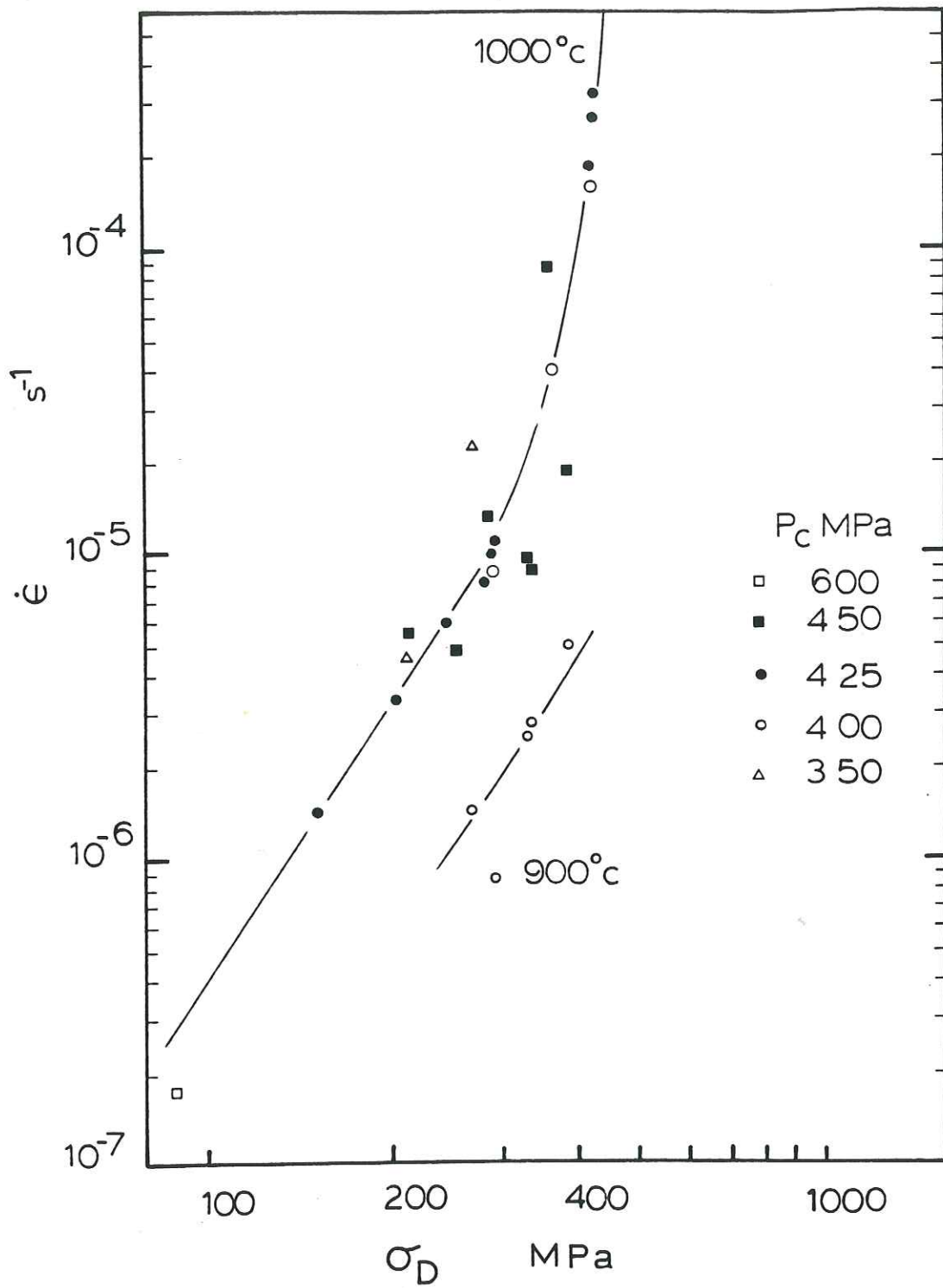


Figure 8a : Pyroxene grains in a sample deformed at 1000°C, 450 MPa in the power law regime, showing open thermal cracks parallel to the loading axis (vertical).

8b : Close-up of one of the cracks showing spherical pores in the material filling the pores.

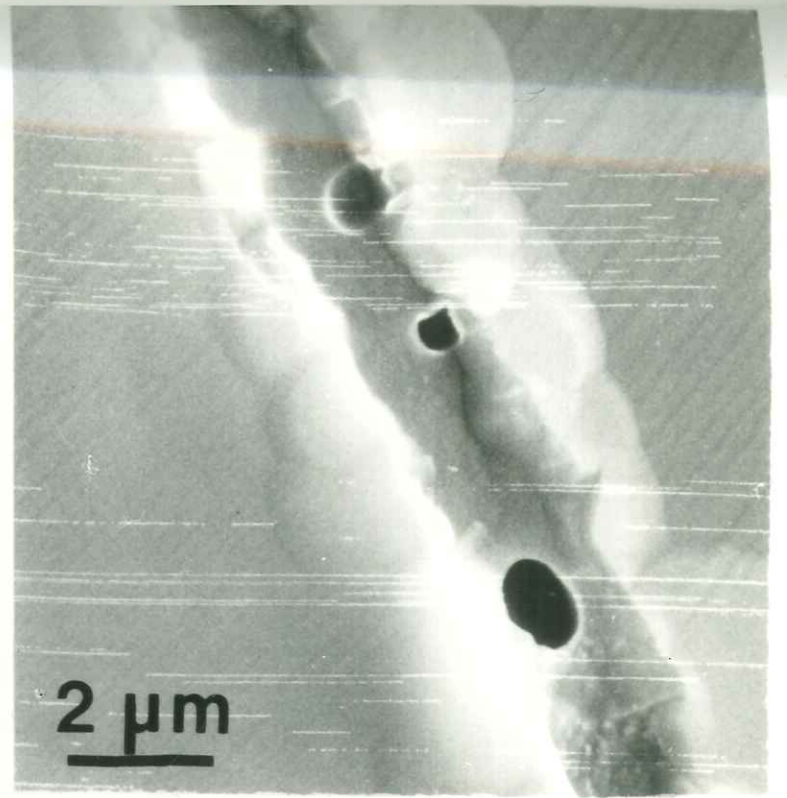
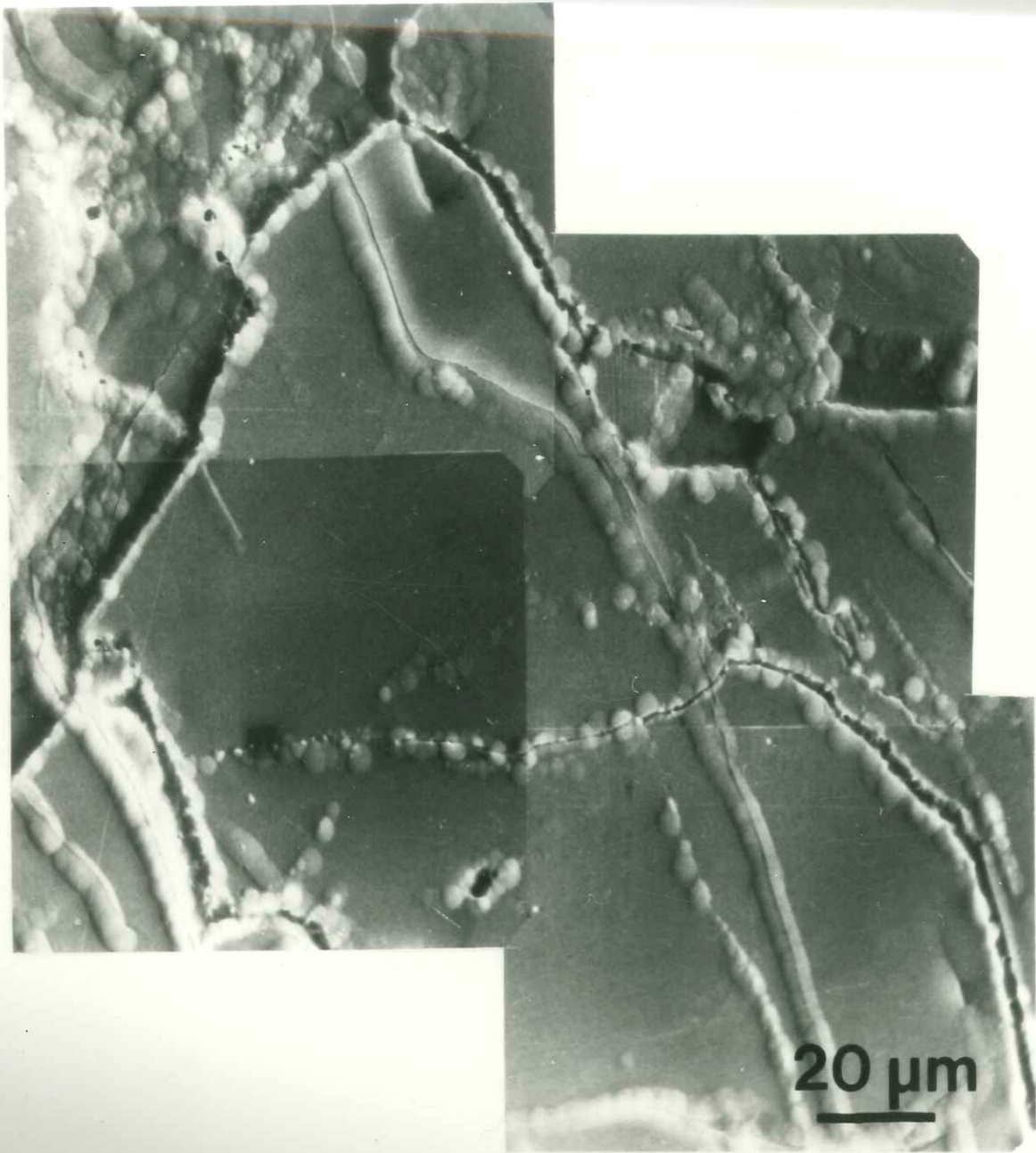
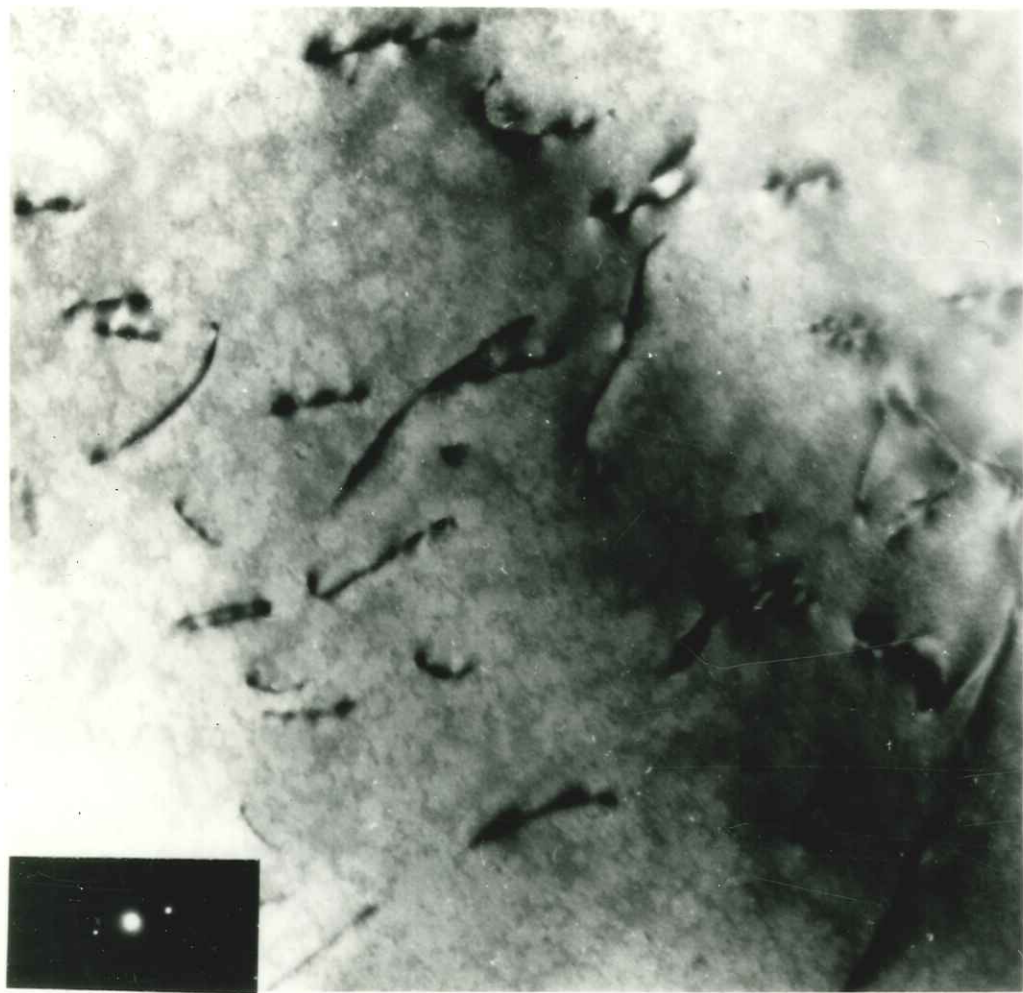




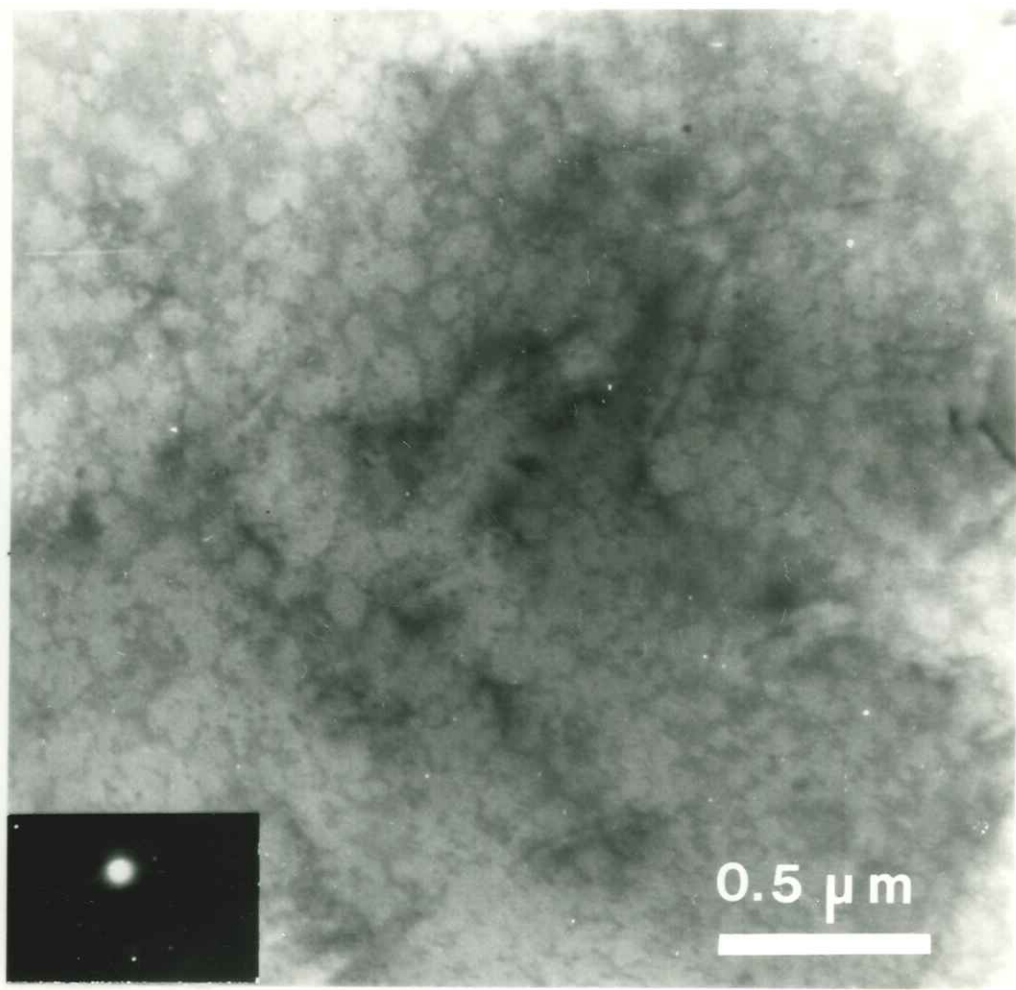
Figure 9 : Dislocations in plagioclase

9a : Dislocations in contrast for  $g = [200]$

9b : Dislocations out of contrast for  $g = [500]$



**a**



**b**

Figure 10a: Very fine twinning along (100) and (001) in pyroxene. The change in lattice direction can be seen in both sets of twins. This sample was deformed at 1000°C, 450 MPa.

11 SEP. 2003

Univ. J. Fourier - O.S.U.G.  
MAISON DES SCIENCES  
DOCUMENTATION  
B.P. 53  
F. 38041 GRENOBLE CEDEX  
Tél. 04 76 63 54 27 - Fax 04 76 51 40 58  
Mail : ptalour@ujf-grenoble.fr





10b: Dislocations in the same sample as Fig. 10a. Some dislocations appear to move from one twin to the next by cross slipping into the twin boundary plane.

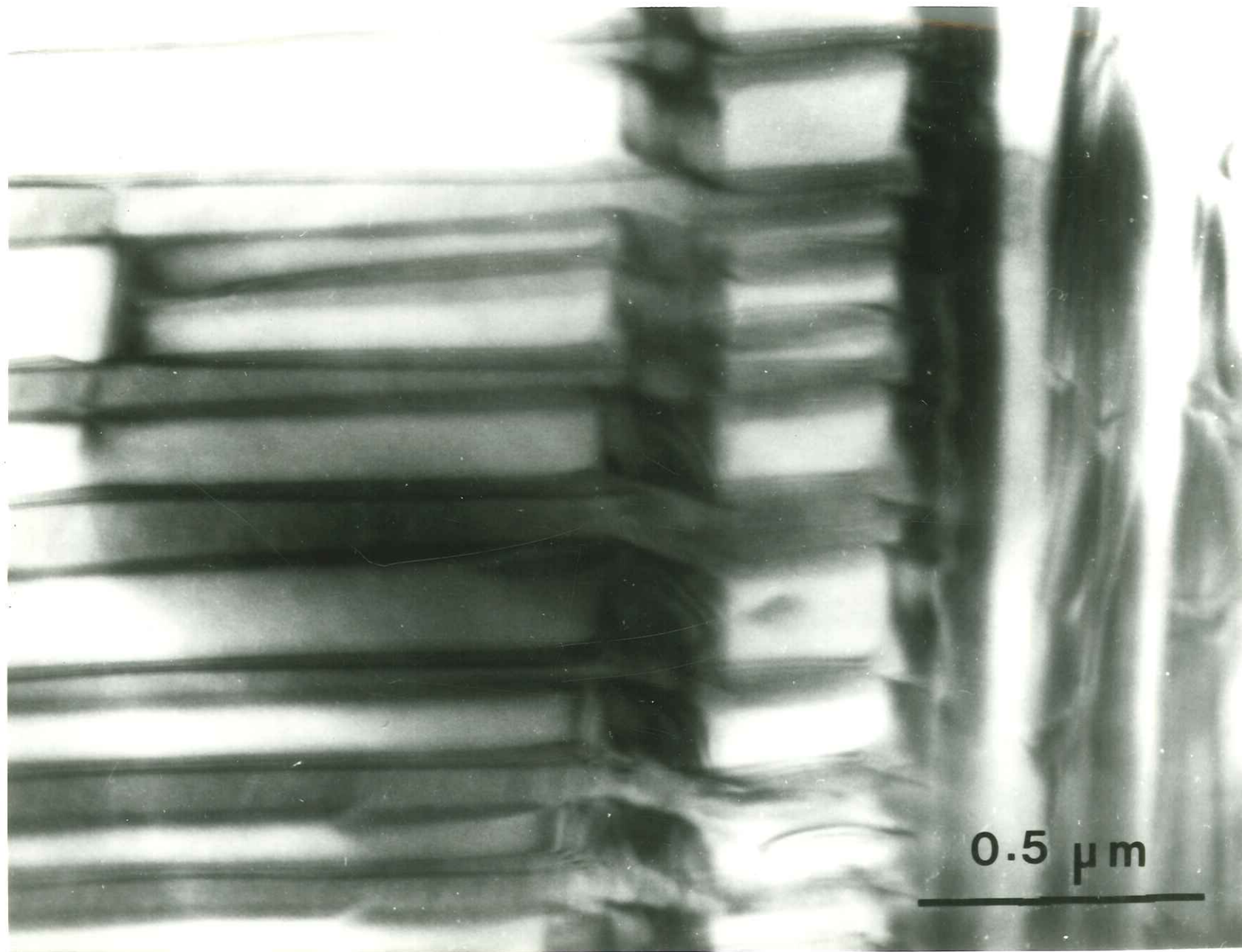
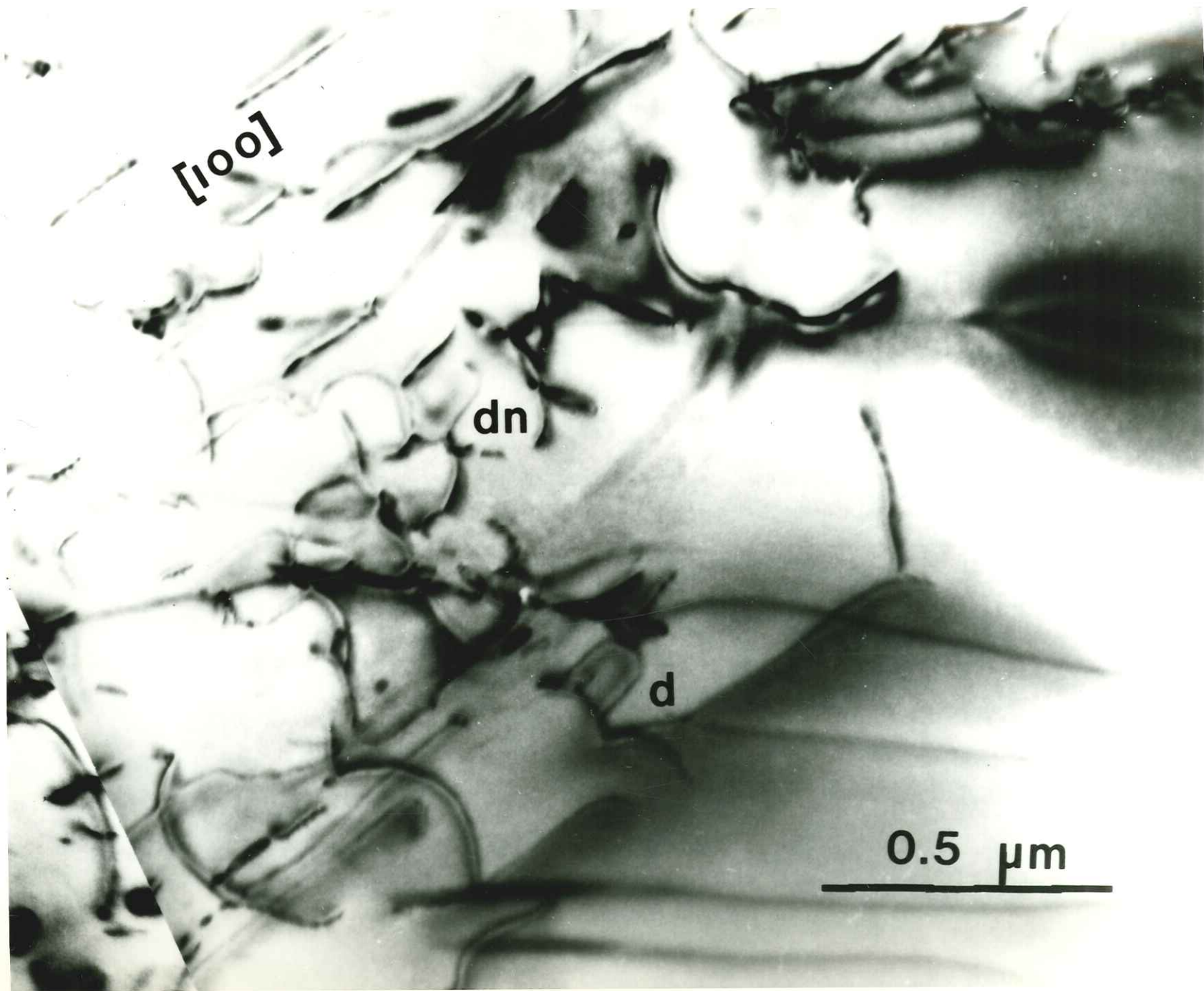


Figure 11 : Dislocations in pyroxene. (sample deformed at 1000°C, 450 MPa,  $2.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ). Dislocation network (dn), small dislocation dipole (d) with symmetrical contrast on dislocation line, and jogged dislocation line are suggestive of glide mechanism.





CHAPITRE III

THE TRANSITION FROM HIGH TEMPERATURE CREEP

TO FRACTURE IN MARYLAND DIABASE

THE TRANSITION FROM HIGH TEMPERATURE CREEP  
TO FRACTURE IN MARYLAND DIABASE

Y. Caristan

Department of Earth and Planetary Sciences, Massachusetts Institute of Technology  
Cambridge, Massachusetts 02139

**Abstract.** The transition from high-temperature creep to brittle fracture in Maryland diabase was investigated as a function of confining pressure and strain rate. Experiments were conducted at 1000°C. Confining pressure was varied to 450 MPa and strain rates from  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  to  $4 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ . At fixed strain rate, the rock strength first increased with pressure, reached a maximum, and then decreased with increasing pressure. Finally, with high pressures, the strength reached an asymptotic value which was the steady state creep strength at that temperature and strain rate. The positive pressure sensitive domain corresponded to brittle behavior, the negative pressure sensitivity domain to a transitional behavior, and the pressure insensitive domain to dislocation creep. The boundary between the last two domains occurred where the strength of the rock was about equal to the confining pressure. Similar variations in strength have been reported in the literature for carbonates and silicates, although not associated with a transitional behavior. Unfaulted specimens deformed in the transitional field showed microcracks and plastically deformed minerals. The boundaries of the transitional domain were extrapolated to geological conditions corresponding to the oceanic lithosphere. The transition depth near ridges is in close agreement with the base of the seismogenic layer (Tapponnier and Francheteau, 1978). However, the old oceanic lithosphere is probably totally brittle over its whole thickness.

Introduction

Under conditions prevailing in the mantle, most ultramafic rocks are believed to deform plastically. In the crust the conditions for rock deformation are such that the whole spectrum of possible mechanical behavior is spanned, from elasticity and brittle fracture to high-temperature plasticity. Before the first determination of a reasonable strength profile for the lithosphere by Goetze and Evans [1979], the crust was considered mainly as an elastic body [Caldwell et al., 1976] or an elastic perfectly plastic body [Turcotte et al., 1978]. However, stress magnitudes are substantially modified when the strength of crustal rocks and their mechanical behavior are taken into consideration, and the understanding of specific problems like the state of stress near trenches, volcanic islands, or oceanic rid-

ges [Tapponnier and Francheteau, 1978] requires knowledge of the rock strength under crustal pressures and temperatures.

Since the work of Heard [1960] on Solnhofen limestone, there has been no experimental study of the influence of various parameters such as temperature, pressure, and strain rate on the transition from brittle fracture to dislocation creep in crustal rocks. This gap has been partially filled by recent experimental studies of crustal rocks [Tullis and Yund, 1977; Kronenberg and Shelton, 1982]. Additional data are presented here for Maryland diabase, a basaltic crystalline rock of fine grain size (175  $\mu\text{m}$ ). Experiments were conducted in order to study the transition from brittle fracture to dislocation creep at high temperature.

To achieve steady state creep within the pressure range available in the laboratory, all experiments were conducted at 1000°C. All experiments were conducted at constant displacement rate. Strain rate was varied over three orders of magnitude at constant pressure to investigate strain rate effects on the sample behavior, and pressure was varied up to 450 MPa at constant strain rate to investigate the pressure effect. In a few cases, frictional properties were studied through sliding and stress relaxation experiments. The microstructures produced were observed with a scanning electron microscope and a reflection light microscope.

The mechanical behavior of Maryland diabase thus determined is compared to that of other silicate rocks at high temperature and pressure and to the behavior of sedimentary rocks. A criterion is proposed for the conditions under which dislocation creep can be achieved, and its application to geological conditions is considered.

Experimental Procedure

All experiments were conducted in a high-pressure servo-controlled deformation apparatus, at 1000°C and from room pressure up to 450 MPa. The experimental set-up and starting material have been described in detail by Y. Caristan [1982]. The apparatus was internally heated, and the pressurizing medium was argon. Temperatures were measured at the top of the sample, and temperature variations along the sample were of the order of 15°C. Load was measured by an external load cell, and homogeneous mean stress data reported here are accurate within 4%. Error in displacement is believed to be within 2%, and pressure measured within 1 MPa could vary within 10 MPa during some experiments.

The sample assembly used (Figure 1) consisted of the sample itself, 0.5 inch in diameter by 0.8 inch in length, and an alumina column, about 5 inches long, that could transmit the applied load

<sup>1</sup>Now at Commissariat à l'Energie Atomique, RCP, 92542 Montrouge, France.

Copyright 1982 by the American Geophysical Union.

Paper number 2B0309.  
0148-0227/82/002B-0309\$05.00



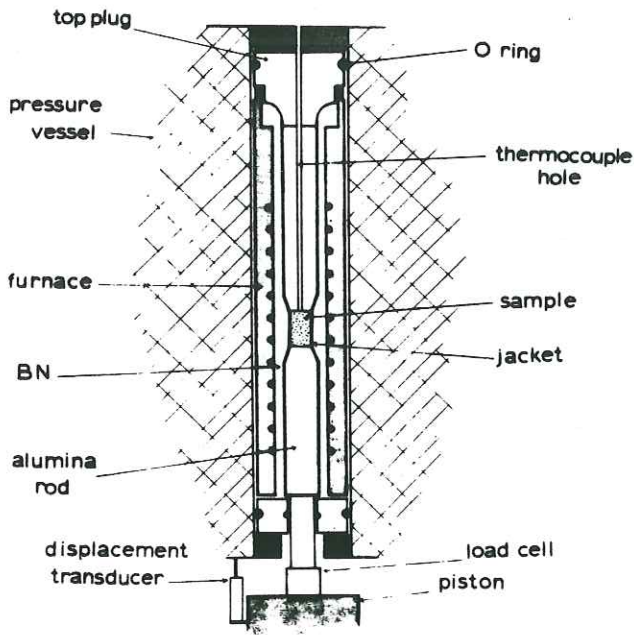


Fig. 1. Experimental assembly inside pressure vessel.

to the sample at 1000°C without deforming plastically. Because its geometrical dimensions were larger than that of the sample, the alumina column stiffness was about 1 order of magnitude smaller than that of the sample. However, the stress-strain curve pattern was not affected by this low stiffness. A stress-strain curve indicating a strain softening behavior would still indicate a strain softening behavior after correction for the column stiffness, and the stress-strain curve of a creeping sample would not be modified by such a correction.

Therefore, as we were concerned mainly with the stress-strain curve pattern and strength of the rock, all stress-strain curves presented here have not been corrected for column stiffness.

#### Mechanical Data

##### Effect of Strain Rate on the Mechanical Behavior at Constant pressure

A series of five experiments was conducted at 150 MPa confining pressure, 1000°C, and at strain rates varying from  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  to  $8 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$  in order to investigate the effect of strain rate on the mechanical behavior and the strength of Maryland diabase. The corresponding load-strain curves are presented on Figure 2. They show that the peak load was almost constant for strain rates higher than about  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , but permanent strain at fracture increased with decreasing strain rates and was distributed throughout the sample (Figure 3). For strain rates below  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  the peak stress decreased with decreasing strain rates.

Samples 1 and 2 fractured with a sudden release of energy and a stress drop generally associated with brittle fracture at low temperatures. The process was loud. Samples 3 and 4 were also fractured, but the process was not acoustically loud and was only revealed by the stress drop.

Finally, sample 5 was not acoustically noticeable, and no strain localization was observed, as can be seen on Figure 3. There was no sharp stress drop but there was a gradual strain softening. This gradual change in loudness indicates that either the stress drop was smaller at low strain rates or that the instability occurring during the stress drop was slower from runs 1 to 5. Because the instability during runs 1 and 2 was too fast to be graphically recorded (Figure 2) but was actually recorded during runs 3 to 5, it is probable that the instability developed more slowly during these last runs.

##### Effect of Pressure on the Mechanical Behavior at Constant Strain Rate

A series of constant strain rate experiments was conducted from room pressure to 450 MPa. Peak stresses are listed on Table 1 and are grouped by strain rates on Figure 4. Data were divided into three groups according to the behavior: (1) brittle behavior, when the sample fractured with a fault going through and stress-strain curves showed a sudden and sharp stress drop, (2) transitional, when no stress drop was noticed but the sample had a fault going through or when stress-strain curves showed strain softening, even without a throughgoing fault, and (3) finally, creep, when the sample reached a quasi-steady state regime, without strain softening or localization of deformation. Creep refers here to high-temperature dislocation creep, and data are from Caristan [1982]. Some of these points represent differential stress tests.

The most striking feature on Figure 4 is the shape of the constant strain rate curves well exemplified by the  $2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  curve. At  $2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , peak stress increased with increasing confining pressure. The corresponding behavior was brittle. Then, above about 150 MPa confining pressure, peak stress started to decrease, showing therefore a negative pressure sensitivity. The sample behavior was

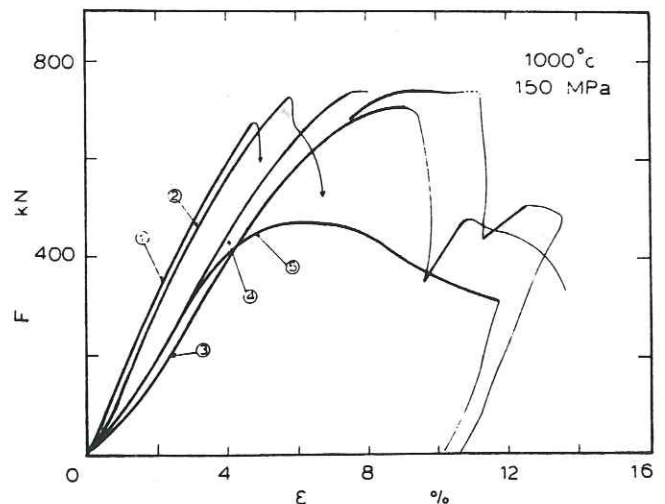


Fig. 2. Load-strain curves of samples deformed at 1000°C, 150 MPa confining pressure. Strain rate decreases from sample 1 to sample 5.  $1, 2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ; 2,  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ; 3,  $8 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ; 4,  $2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ; and 5,  $8 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ . F is the differential load and  $\dot{\epsilon}$  the axial strain.



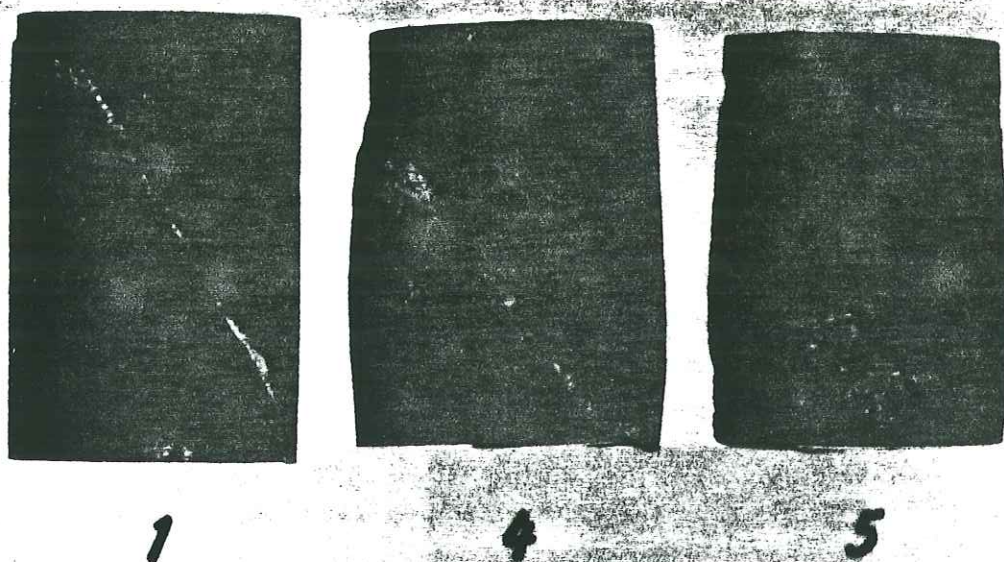


Fig. 3 Samples corresponding to stress-strain curves of Figure 2. Numbers refer to that figure. Samples were deformed at 1000°C, 150 MPa, and following strain rates : 1,  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ; 4,  $2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ; and 5,  $8 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ . Sample 5 was held in place with a graphite ring instead of a copper ring. This is the cause of the two dark marks at both ends of the sample. The peeling of the copper jacket after the run is responsible for the white areas on the same sample.

transitional. At 350 MPa, samples were creeping, and the peak stress did not vary with pressure any more. The same pattern was observed at strain rates of  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  and  $8 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ .

Brace [1964] measured the fracture strength of Maryland diabase at room temperature (Figure 4) where the strength is not rate sensitive. For the whole pressure range the fracture strength was

TABLE 1. High-Temperature Mechanical Data for Maryland Diabase

T, °C	P, MPa	$\dot{\epsilon}$ , $\text{s}^{-1}$	$\sigma_D$ , MPa	State*
810	150	$5.3 \times 10^{-6}$	780	F
970	150	$4.6 \times 10^{-6}$	385	F
1005	400	$1.1 \times 10^{-3}$	790	T
1005	450	$1.4 \times 10^{-3}$	710	T
970	0	$1.0 \times 10^{-5}$	223	F
1010	300	$2.8 \times 10^{-5}$	380-440	T
995	0	$2.1 \times 10^{-3}$	193	F
1030	305	$4.1 \times 10^{-5}$	347	T
1000	300	$4.1 \times 10^{-5}$	470	T
1030	250	$8.4 \times 10^{-6}$	291	T
1000	200	$1.4 \times 10^{-5}$	474	T
1007	150	$7.5 \times 10^{-6}$	376	T
950	0	$1.7 \times 10^{-3}$	199	F
1000	50	$1.1 \times 10^{-3}$	440	F
1000	30	$1.1 \times 10^{-3}$	370	F
994	150	$2.0 \times 10^{-3}$	535	F
1000	150	$2.0 \times 10^{-4}$	566	F
1000	150	$8.0 \times 10^{-5}$	561	F
1000	150	$2.7 \times 10^{-5}$	573	F
1000	425	$7.9 \times 10^{-6}$	275	C
1000	350	$2.3 \times 10^{-5}$	271	C
1000	425	$1.1 \times 10^{-5}$	296	C
1000	450	$1.5 \times 10^{-5}$	287	C
1000	400	$1.6 \times 10^{-4}$	429	C
1000	425	$1.9 \times 10^{-4}$	424	C

T is the temperature, P is the confining pressure,  $\dot{\epsilon}$  is the strain rate, and  $\sigma_D$  is the peak differential stress.

\*F, fracture; T, transitional; and C, creep.

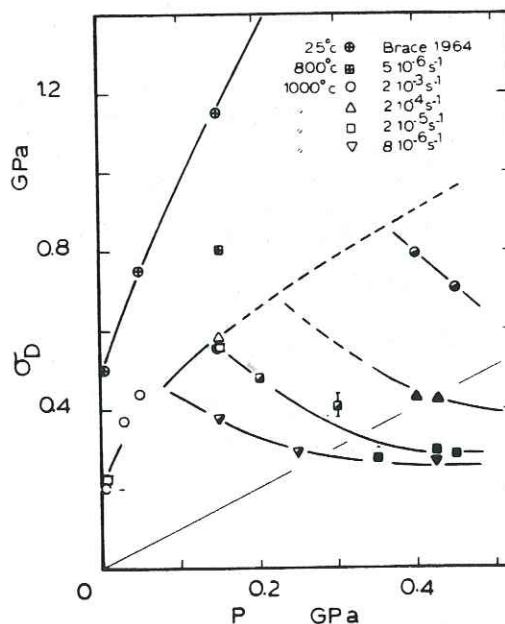


Fig. 4 Strength of Maryland diabase versus confining pressure. All data are 1000°C data except Brace's points at room temperature and one point at 800°C. Open symbols are for fracture, solid symbols for creep, and intermediate symbols for transitional behavior (see text). The boundary between transitional behavior and creep is approximated by the thin straight line on the diagram and corresponds to conditions such that pressure is equal to differential stress. Curves in the transitional regime are constant strain rate curves.



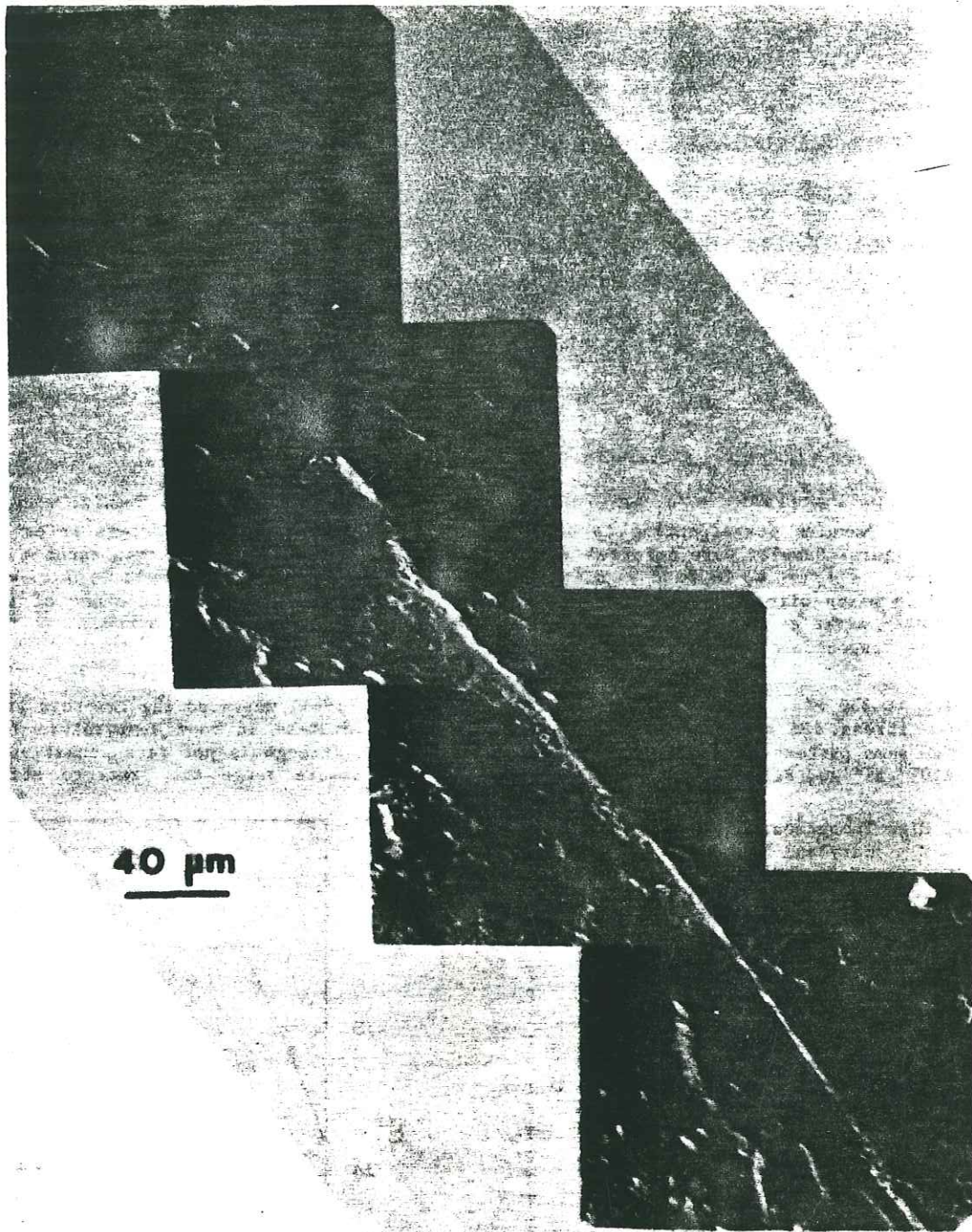


Fig. 5 Fault developed in the transitional regime in sample F2. PL, plagioclase; PY, pyroxene; O, ore minerals. Few cracks are visible, and fault is clear cut. Stress was applied vertically.

substantially higher than the 1000°C fracture strength. At 150 MPa and room temperature the strength was 1.50 GPa, but it was 0.80 GPa at 810°C, and only 0.55 GPa at 1000°C. These data indicate that in the brittle regime, the fracture strength of Maryland diabase was temperature sensitive.

In the transitional regime, strength was also temperature sensitive; at 300 MPa confining pressure and  $4.1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  a 30°C change in temperature caused a decrease of 130 MPa in strength. But unlike strength in the brittle regime, the strength of samples deformed in the

transitional regime was decreasing with decreasing strain rate, as indicated by data on Fig. 4.

In summary, in the brittle regime the strength of Maryland diabase increased with increasing pressure or decreasing temperature but did not change with strain rate. In the transitional regime, strength decreased with increasing pressure and temperature but also decreased with decreasing strain rate. Finally, in the creep regime, strength decreased with increasing temperature or decreasing strain rate but did not change with pressure.

It was suggested by C. Goetze (personnel com-



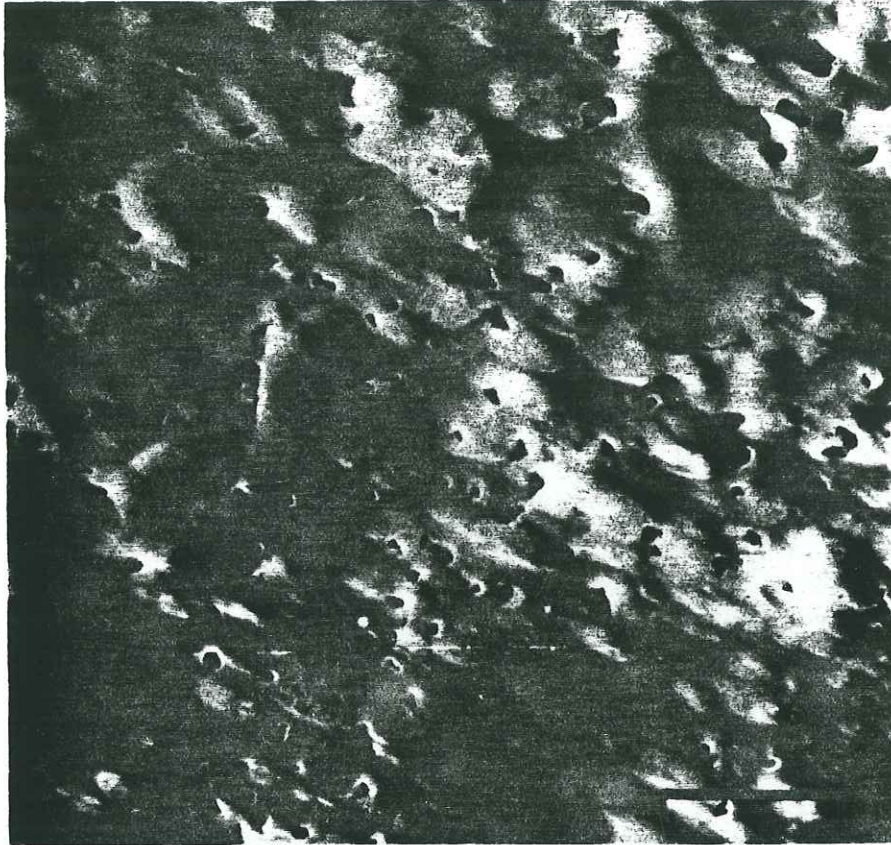


Fig. 6 Sample F2. Close up of the fault zone showing pores with concave boundaries and sharp corners.

munication, 1976) that in order to achieve full creep a confining pressure  $P$  in excess of the differential stress was necessary. The criterion  $P = \sigma_D$  is represented by a thin straight line on Figure 4. On that figure all samples deformed under conditions such that  $P < \sigma_D$  did show a transitional or brittle behavior. Samples deformed with  $P > \sigma_D$  achieved full creep. It seems therefore that the criterion proposed by Goetze holds for Maryland diabase.

#### Microstructural Observations

Two samples deformed in the transitional regime were sectioned, polished, ion milled for a few hours [Sprunt and Brace, 1974], then sputter coated with a 500-Å-thick gold palladium coating. They were then observed under scanning electron microscope.

Sample F2 had a through going fault and has been described in detail by Caristan (manuscript in preparation, 1982). The fault consisted of sintered grains of small diameter (Figure 5 and 6) similar to that described by Caristan et al. [1981]. It was characterized by the absence of dilatant cracks typically associated with low temperature faults [Tapponnier and Brace, 1976; Wong, 1981].

The second sample chosen for observation under SEM was also deformed in the transitional regime, under 300 MPa, at a strain rate of  $4 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . After reaching a peak stress of 470 MPa the sample did not fracture but showed a stable

strain softening without any faulting. The general sample appearance is shown on Figure 7 and can be compared with the underformed material as it appeared also under SEM (Figure 8). Most pyroxene aggregates were thermally cracked during the heating stage of the experiment. The thermal cracks, oriented parallel to the loading direction, tended to be wider (about  $1 \mu\text{m}$ ). This characteristic feature was also observed in samples deformed in the creep regime [Caristan, 1982].

The number of pores and cavities of irregular shape that could be observed was slightly higher than in the creep samples. It is difficult to assess an exact number to that porosity, but the porosity difference between creep and transitional samples is certainly not more than a factor of 2. Therefore no dramatic difference was found between the microstructure in strain-softening sample of the transitional regime and samples that were deformed in the creep regime except the slightly higher porosity noticed above.

#### Comparison With Existing Data and Discussion

The brittle-ductile transition in Solnhofen limestone has been studied previously by Heard [1960], and more recently Tullis and Yund [1977], Kronenberg and Shelton [1982], and Shelton et al. [1981] studied the mechanical behavior of silicates as a function of temperature and pressure. It is of interest to compare these data with the data reported here. Before looking at the transi-





Fig. 7 This sample deformed in the transitional regime at  $4 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , under 300 MPa confining pressure, did not show any fault but did show a stable strain softening after reaching a peak stress of 470 MPa. Stress was applied vertically.

tion and the negative pressure sensitivity associated with it, we will look at the brittle regime and the variation of fracture strength with temperature.

#### Variation of Fracture Strength With Temperature

The present study showed that the fracture strength of Maryland diabase decreased with increasing temperature for confining pressure up to 450 MPa. A similar conclusion was reached by Friedman et al. [1979] on Cuerbio basalt under 50-MPa confining pressure. The strength decreased approximately linearly up to about 900°C and then much more rapidly until about 1050°C, where the basalt melted and the strength dropped to nearly zero. In Dresser basalt [Lindholm et al., 1974] the fracture strength at room pressure showed the same pattern. Stesky et al. [1974] studied the fracture strength of San Marcos gabbro and Westerly granite. Under 400- and 500-MPa confining pressure and experimental strain rates similar to those used in the present study, both rocks exhibited a decrease of fracture strength with temperature. That decrease was almost linear from room temperature to 700°C. Therefore the decrease of strength observed here for Maryland diabase between room temperature [Brace, 1964] and 1000°C is not specific of that rock but seems to occur in all the silicates mentioned above. For Maryland

diabase the fracture strength at 150 MPa and 1000°C did not vary when strain rate was varied between  $10^{-3}$  and  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . It seems difficult, therefore, to attribute the decrease of fracture strength with temperature to rate-dependent plasticity. Other processes might lead to the decrease in strength such a thermal microcracking, although recent studies seem to indicate that thermal cracks do not significantly lower the fracture strength of granite and basalt [Wong, 1981; Friedman et al., 1979]. The question is therefore still open.

#### The Transitional Regime and the Negative Pressure effect

The strength of Maryland diabase was observed to decrease with increasing pressure in the transitional regime. This drop in strength has also been observed for carbonates and silicates, although not associated with a transitional regime.

Heard [1960] studied the behavior of Solnhofen limestone at a strain rate of  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  and confining pressures to 500 MPa. In the low temperature range (up to about 350°-400°C), and within the strain rate and pressure range of his investigation the ductile regime certainly involved cataclastic flow [Paterson, 1978, p. 178]. Above that temperature range, creep





Fig. 8 Original material: PY, pyroxene; PL, plagioclase. Sample has been ion milled. As a result, twinning and few pores are clearly visible in the plagioclase.

mechanisms similar to those involved in the creep of diabase under high pressure and temperature [Caristan, 1982] were presumably the prevalent mechanisms [Schmid et. al., 1977]. The high-temperature range is therefore the range of interest in order to make useful comparison with the results of this study. Heard noted that in that range of temperature the strength of Solnhofen limestone decreased with pressure, in other words, a negative pressure effect similar to that reported here in the transitional regime was observed in Solnhofen limestone. Griggs et al. [1951] reported the same effect on Yule marble at lower temperature (150°C) but higher confining pressures (0.5 to 1.0 GPa).

The fracture strength of Westerly granite has been studied up to 800°C at 500-MPa confining pressure by Griggs et al. [1960] and recently by Wong [1981] up to 700°C at 400 MPa. Up to about 400°C the strength of Westerly granite was greater at 500 MPa than at 400 MPa, but above 400°C the trend was reversed; the strength at 500 MPa was actually getting smaller than the strength at 400 MPa [Wong, 1981]. The same negative pressure sensitivity was noticed by Tullis et al. [1979] in Hale albite and Enfield aplite. These authors interpreted this result as caused by hydrolytic weakening, although their experiments were nominally "dry experiments", hydrolytic weakening being enhanced by pressure. However, it seems that the effect reported here was observed in a

pressure range that is lower than the 300 MPa at which weakening starts in quartz, the only silicate where hydrolytic weakening has been studied in some detail [Paterson, 1980]. Furthermore, the effect observed is not limited to silicates but seems to have been reported for carbonates. Therefore hydrolytic weakening does not seem to explain satisfactorily the observed behavior.

Raleigh and Paterson [1965] studied high-temperature embrittlement of hydrous silicates. Decomposition of these silicates at high temperature increased the H<sub>2</sub>O pore pressure and resulted in a sudden drop in fracture strength. In Maryland diabase, biotite did decompose [Caristan, 1982] but all samples were vented, and thermal cracking presumably increased the porosity sufficiently to prevent any pore pressure buildups. In any case, such a buildup would have decreased the fracture strength at high pressure. In the data presented here, strength did decrease at high pressure, but the corresponding mechanical behavior was definitely not brittle. A pore pressure effect is therefore not probable. Caristan [1982] showed that during creep experiments a melt fraction smaller than 1% was present in the samples. Similar experimental conditions have been used in the present set of experiments, and therefore it is probable that the same melt fraction was also present. It is conceivable that a phenomenon similar to dilatancy hardening might happen. In that case the rock strength would have



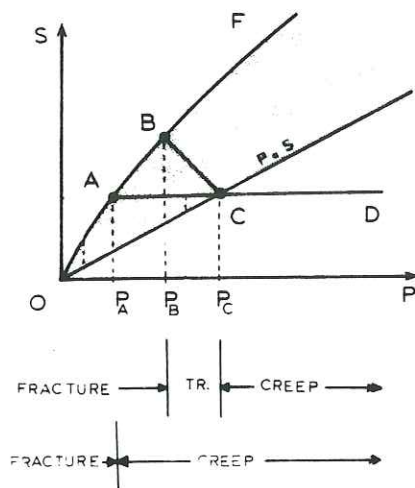


Fig. 9 Model of the transition between creep and fracture: Paterson [1978], OACD, and our data, OBCD. No transitional regime is identified in the first model.

suddenly decreased, step function like, and once again the behavior would have been brittle.

All the mechanisms reviewed above do not satisfactorily explain the effect observed on Figure 4. We therefore propose an alternative explanation which although not definitive, is logical and plausible enough and takes into account the transition from brittle fracture to high-temperature creep over the range of experimental parameters investigated.

The decrease of strength with pressure in Maryland diabase has been linked here with the mechanical behavior that we called transitional. Up to now the transition from fracture to crystal plasticity had been presented in the following way [Paterson, 1978]: A sample under load could yield under two possible mechanisms (1) brittle fracture, in that case strength was on the fracture curve of a strength versus pressure diagram and its behavior was governed by the development of microcracks and (2) crystal plasticity, in that case its strength was essentially pressure insensitive and its behavior was governed by dislocation slip and glide. Of the two possible mechanisms the one by which the sample actually yielded was, under the conditions prevailing, the mechanism which corresponded to the least strength, both mechanisms being considered as noninteracting. The strength versus pressure diagram resulting from such an approach is represented on Figure 9 by curve OACD. The transition is limited to point A. The experiments on Maryland diabase presented above suggest, however, that the transition is not so sharp but extends over a pressure domain which on Figure 9 would extend from  $P_B$  to  $P_C$ . The strength curve in that domain, curve BC, is intermediate between the fracture curve OF and the creep curve AD. This suggests that when pressure is such that fracture and creep strength are getting close to one another, both mechanisms interact, and the resulting strength is intermediate between creep and fracture strength. This explanation is tentative, and further investigation of the interaction between cracks, pores, and creep under compression is needed before definite conclusion can be drawn.

The  $P = \sigma_D$  Criterion

On Figure 4, at 1000°C, the boundary between the creep regime and the transitional regime seemed to be well approximated by the line  $P = \sigma_D$ . This seems also to be the case for the behavior of Hale albite studied by Shelton et al. [1981] under confining pressures to 1.5 GPa, temperatures to 1125°C, and at a strain rate of  $10^{-6} s^{-1}$ .

If true, such a criterion would allow one to predict, for a given temperature  $T$  and strain rate  $\dot{\epsilon}$ , the pressure  $P$  at which the transition from creep to transitional behavior should occur:

$$P = \sigma_D(T, \dot{\epsilon})$$

$\sigma_D$  being given by the flow law of the rock. Therefore from these data alone the boundary between creep and transitional behavior could be located on a PT diagram. Kronenberg and Shelton [1982] studied the behavior of Maryland diabase over a range of confining pressure and temperature different from this study, and at a strain rate of  $3 \times 10^{-6} s^{-1}$ , and experimentally determined the boundary between brittle and ductile behavior as function of pressure and temperature (Figure 10). If we assume that samples located in the ductile regime deformed by creep, that samples located near the boundary were transitional, and that samples located in the brittle regime were faulted and showed stress drop, experimental boundary given by these authors would therefore be located somewhere in our transitional regime.

We plotted on Figure 10 the boundary between transitional and creep field determined by the criterion mentioned above and the flow law for Maryland diabase [Caristan, 1982]:

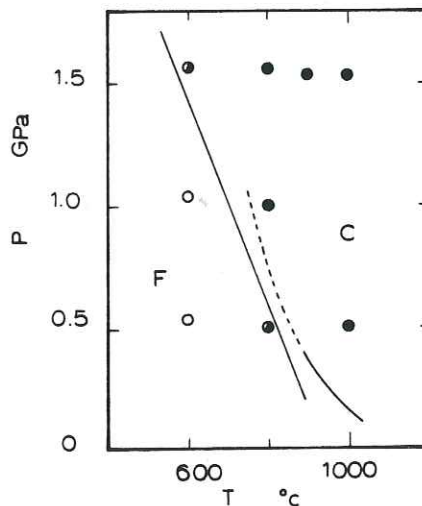


Fig. 10 Maryland diabase behavior versus pressure and temperature for a strain rate of  $3 \cdot 10^{-6} s^{-1}$  [Kronenberg and Shelton, 1982]. The straight line is the experimental boundary, and the curved solid line the boundary between creep and transitional behavior determined from the criterion  $P = \sigma_D$  (see text) and the creep power law for Maryland diabase. The dashed part of that curve is the extrapolation of the power law out of its validity range.



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

with  $A = 6.12 \times 10^{-2} \text{ MPa}^{-n}$ ,  $n = 3.05$ , and  $Q = 276 \text{ kJ/mol}$ . The boundary is represented by a curved solid line where the use of the flow law is appropriate and by a dashed line where it is extrapolated out of its validity range. The actual boundary should be located at slightly lower temperatures [Caristan, 1982]. On Figure 10 there is a fairly good agreement between the boundary experimentally determined by Kronenberg and Shelton (thin straight line) and the boundary corresponding to the criterion  $P = \sigma_D$ , this last boundary being slightly to the right of the experimental boundary, as should be expected from their slightly different meaning. This agreement is certainly arguing for the extrapolation of the equation  $P = \sigma_D$  to pressure, temperatures, and strain rates representative of geological conditions.

#### Application to the Earth

Tectonic problems such as the determination of the state of stress in the oceanic crust require that the strength of the lithosphere be estimated as a function of depth. Strength profiles have been proposed for the oceanic lithosphere near ridges [Tapponnier and Francheteau, 1978], near trenches [Goetze and Evans, 1979], or in the old oceanic crust [Brace and Kohlstedt, 1980]. In all cases the transition between creep on one hand and fracture or frictional behavior on the other hand was determined by assuming that the mechanisms were not interacting. Therefore the transition would correspond on Figure 9 to point A, curve OF representing either fracture or frictional strength.

The data presented here suggest that the transition might actually happen over a range of pressures such as  $P_B - P_C$  (Figure 9) which in the earth would correspond to a certain depth range.  $P_C$  corresponds to the criterion  $P = \sigma_D$  and can be extrapolated to geological conditions using the flow law determined by Caristan [1982]. However, the exact location of point B along the curve OF depends on strain rate as well as temperature (see Figure 4), and there is not enough data on that rate and temperature dependency to extrapolate the strength at point B to geological conditions. But the pressure range where the transition should occur can be approximated by  $P_A - P_C$  instead of  $P_B - P_C$ , remembering that  $P_A$  is a lower bound to  $P_B$ , and noting that, on Figure 4,  $S_B$  tends toward  $S_A$  with decreasing strain rate.

The two curves corresponding to  $P_A$  and  $P_C$  have been represented on Figure 11 for a strain rate of  $10^{-14} \text{ s}^{-1}$ . In the determination of  $P_A$  the temperature dependence of fracture strength (curve OF on Figure 9) has been taken into account by interpolation from data on Figure 4. Dashed portion of  $P_A$  and  $P_C$  lines correspond to the extrapolation of the power law out of its validity range. The correction is believed to be a 20°C to 30°C shift down in temperature for the two curves. The geotherms, figured as thin straight lines are from Miyashiro [1972], and are in good agreement with the intraplate oceanic geotherm used by Goetze and Evans [1979], and geotherms near ridges [Tapponnier and Francheteau, 1978]. On this diagram the

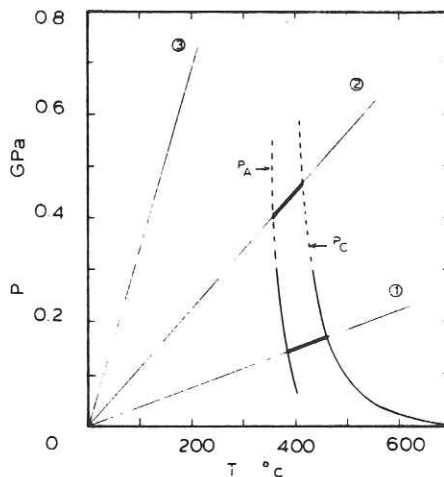


Fig. 11 Transition from creep to fracture in diabasic oceanic crust under geological conditions ( $\dot{\epsilon} = 10^{-14} \text{ s}^{-1}$ ). The straight lines correspond to [Miyashiro, 1972] (1) hot oceanic geotherm, and (3) cold oceanic geotherms (trenches). The two thick line segments represent the transition conditions in the old oceanic crust (350°-400°C) and at oceanic ridges (400°-500°C). Lettering refers to Figure 9.

transition ranges are represented by thick line segments.

Near ridges the transition temperature obtained from Figure 11 is about 425°C. This value is lower than that found by Tapponnier and Francheteau, their value being about 600°C. This discrepancy comes mainly from the high activation energy they used for their extrapolated flow law. According to their geotherms the 425°C isotherm is very close to the base of the seismogenic layer and is in better agreement with that boundary than the 600°C isotherm. From Figure 11 the transitional region would be about 1.5 km thick.

For intraplate geotherms the extrapolated part of curve  $P_A$  and  $P_C$  give a transition temperature of about 350°C. This corresponds to a depth of about 20 km. Such a depth is intermediate between the transition depth of 15 km and 25 km for dry quartz and olivine, respectively, determined by Brace and Kohlstedt [1980]. To the extent that Maryland diabase is a good representative of the oceanic crust and because the crust thickness is much shallower than the 20 km found, it is possible that the old oceanic crust is mainly brittle.

#### Conclusion

The transition from fracture to creep in Maryland diabase has been investigated experimentally at a temperature of 1000°C, confining pressures to 450 MPa, and strain rates from  $2 \times 10^{-3}$  to  $7 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ . Microstructures were observed by scanning electron microscopy. In a pressure versus strength diagram, three regimes were identified.

1. A brittle regime where the fracture strength was pressure and temperature sensitive but strain rate was insensitive. In this regime, stress-strain curves showed sharp stress drops and the strength had a positive pressure sensitive



vity. Sample had throughgoing faults.

2. A transitional regime where the rock strength was pressure, temperature, and strain rate sensitive. Stress-strain curves showed strain softening without any faulting or creep along a fault. The strength had a negative pressure sensitivity.

3. A creep regime where the rock strength was temperature and strain rate sensitive but pressure insensitive. The deformation in this field proceeded through dislocation creep of constitutive minerals [Caristan, 1982] and was distributed throughout the sample.

The boundary between the creep and the transitional regime corresponded to conditions where the peak differential stress was equal to the confining pressure. This criterion seems to apply equally to Hale albite [Shelton et al., 1981].

Data presented above have been extrapolated to geological conditions prevailing in the oceanic crust. Ridges seem to be the only place where diabasic oceanic crust might deform by dislocation creep. The depth corresponding to the transition corresponds to the 425°C geotherm and is in very good agreement with the base of the seismogenic layer proposed by Tapponnier and Francheteau [1978].

**Acknowledgments.** W. F. Brace, T. F. Wong, and B. Evans are gratefully acknowledged for helpful discussions. This work was supported by the National Science Foundation under grant EAR 7910854.

#### References

- Brace, W. F., Brittle fracture of rocks, in State of Stress in the Earth's Crust, edited by W. R. Judd, pp. 110-178, Elsevier, New York, 1964.
- Brace, W. F., and D. L. Kohlstedt, Limits on lithospheric stress imposed by laboratory experiments, J. Geophys. Res., **85**, 6248-6252, 1980.
- Caldwell, J. G., W. F. Haxby, D. E. Karig, and D. L. Turcotte, On the applicability of a universal elastic trench profile, Earth planet. Sci. Lett., **31**, 239-246, 1976.
- Caristan, Y., High temperature creep of Maryland diabase, submitted to Tectonophysics, 1982.
- Caristan, Y., R. J. Harpin, and B. Evans, Deformation of porous aggregates of calcite and quartz using the isostatic hot-pressing technique, Tectonophysics, **78**, 629-650, 1981.
- Friedman, M., J. Handin, N. G. Higgs, and J. R. Lantz, Strength and ductility of four dry igneous rocks at low pressures and temperatures to partial melting, in Proc. Symp. Rock Mech. 20th, 1979.
- Goetze, C., and B. Evans, Stress and temperature in the bending lithosphere as constrained by experimental rock mechanics, Geophys. J. R. Astron. Soc., **59**, 463-478, 1979.
- Griggs, D. T., F. J. Turner, I. Borg, and J. Sosoka, Deformation of Yule marble, part IV, Effects at 150°C, Geol. Soc. Am. Bull., **62**, 853-862, 1951.
- Griggs, D. T., F. J. Turner, and H. C. Heard, Deformation of rocks at 500° to 800°C, Rock Deformation, edited by D.T. Griggs and D. J. Handin, Mem. Geol. Soc. Am., **79**, 39-104, 1960.
- Heard, H. C., Transition from brittle fracture to ductile flow in Solnhofen limestone as a function of temperature, confining pressure, and interstitial fluid pressure, Rock Deformation, edited by D. T. Griggs and J. Handin, Mem. Geol. Soc. Am., **79**, 193-226, 1960.
- Kronenberg, A. K., and G. L. Shelton, Deformation microstructures in experimentally deformed Maryland diabase, J. Struct. Geol., in press, 1982.
- Lindholm, U. S., L. M. Yekley, and A. Nagy, The dynamic strength and fracture properties of Dresser basalt, Int. J. Rock Mech. Min. Sci., **11**, 181-191, 1974.
- Miyashiro, A., Pressure and temperature condition and tectonic significance of regional and ocean floor metamorphism, Tectonophysics, **13**, 141-159, 1972.
- Paterson, M. S., Experimental Rock Deformation - The Brittle Field, 254pp., Springer-Verlag, New York, 1978.
- Paterson, M. S., The role of water in quartz deformation, in High Pressure Science and Technology, edited by X. Vodar and X. Marteau, p. 867, Pergamon, New York, 1980.
- Raleigh, C. B., and M. S. Paterson, Experimental deformation of serpentinite and its tectonic implications, J. Geophys. Res., **70**, 3965-3985, 1965.
- Schmid, S. M., J. N. Boland, and M. S. Paterson, Superplastic flow in fine grained limestone, Tectonophysics, **43**, 257-291, 1977.
- Shelton, G. L., J. Tullis, and T. Tullis, Experimental high temperature and high pressure faults, Geophys. Res. Lett., **8**, 55-58, 1981.
- Sprunt, E. S., and W. F. Brace, Direct observation of microcavities in crystalline rocks, Int. J. Rock Mech. Min. Sci., **11**, 139-150, 1974.
- Stesky, R. M., W. F. Brace, D. K. Riley and P. Y. Robin, Friction in faulted rock at high temperature and pressure, Tectonophysics, **23**, 177-203, 1974.
- Tapponnier, P., and W. F. Brace, Development of stress-induced microcracks in Westerly granite, Int. J. Rock Mech. Min. Sci., **13**, 103-112, 1976.
- Tapponnier, P., and J. Francheteau, Necking of the lithosphere and the mechanics of slowly accreting plate boundaries, J. Geophys. Res., **83n** 3955-3970, 1978.
- Tullis, J., and R. A. Yund, Experimental deformation of dry Westerly granite, J. Geophys. Res., **82**, 5705-5718, 1977.
- Tullis, J., G. Shelton, and R. A. Yund, Pressure dependence of rock strength: Implication for hydraulic weakening, Bull. Mineral., **102**, 110-114, 1979.
- Turcotte, D. L., D. C. Mc Adoo, and J. G. Caldwell, An elastic perfectly plastic analysis of the bending of lithosphere at a trench, Tectonophysics, **47**, 155-160, 1978.
- Wong, T. F., Post failure behavior of Westerly granite at elevated temperatures, Ph.D. thesis, Mass. Inst. of Technol., Cambridge, 1981.

(Received May 28, 1981;  
revised January 26, 1982;  
accepted February 26, 1982)



CHAPITRE IV

ETUDE EXPERIMENTALE ET NUMERIQUE DE LA FRICTION.

RELATION AVEC LA FRACTURATION

ETUDE EXPERIMENTALE ET NUMERIQUE DE LA FRICTION.  
RELATION AVEC LA FRACTURATION

I - INTRODUCTION

Le coefficient de friction est un paramètre qui caractérise le comportement mécanique d'une interface matérielle. Bien qu'il entre dans de nombreux modèles de systèmes géomécaniques comportant des interfaces, sa signification physique peut être ambiguë et sa détermination expérimentale complexe.

On trouve dans la littérature des valeurs tabulées de ce coefficient pour différents matériaux. Les conditions expérimentales correspondantes sont souvent mal déterminées et l'inversion des données pour obtenir ce coefficient assez mal définie. Des expériences triaxiales ont été faites par Byerler (1978), Teufel (1981), Johnson (1981). La distribution des contraintes dans ces expériences est cependant mal définie de par la géométrie relativement complexe de l'essai, les effets de bord et les couples probablement non négligeables dus à la présence de l'interface et à l'interaction avec le système de chargement. Cette non homogénéité des contraintes sur le plan de faille est relevée par l'analyse thermique de l'échantillon au cours de la déformation (Bonnet et Jouanna, 1980). D'autres expériences ont été conçues afin de préserver la symétrie axiale de l'échantillon (Jeffret & Dremen, 1981 ; Stormont & Daemen, 1983). Une étude numérique de telles expériences a été faite par Cramer et al. (1979) pour estimer la variation du taux de restitution d'énergie au cours de la progression du front de décohésion le long de l'interface, ou l'apport d'éléments spécifiques au niveau de l'interface. Toutes ces expériences montrent la nécessité de coupler la simulation analogique et numérique afin de pouvoir inverser correctement les données expérimentales. C'est l'objet des expériences de Dietrich (1978), Obuko et Dietrich (1981).

Afin de préciser le comportement d'un tel système dans le cadre d'une interface soumise à des sollicitations dynamiques, nous avons

procédé à une série d'expériences sur des échantillons bimatériaux dont la géométrie à symétrie axiale nous permettait une simulation numérique précise. Notre but était de déterminer de façon simple le coefficient de friction entre les deux matériaux. Les résultats obtenus nous ont conduits à analyser plus finement le comportement du système.

L'utilisation d'un coulis de ciment a permis l'instrumentation au sein même du milieu, ce qui s'est révélé la mesure la plus riche en informations, et l'utilisation d'une presse dynamique pour l'application de la charge sur l'échantillon a permis de simuler analogiquement une mise sous charge rapide de l'interface.

La simulation numérique a été effectuée en tenant compte non seulement des propriétés élastiques des milieux en présence, mais aussi de leurs propriétés de résistance au cisaillement et de leur comportement irréversible sous chargement dynamique

## II - DISPOSITIF EXPERIMENTAL ET MATERIAUX

Tous les essais de friction ont été réalisés sur la presse SECO DYN du Service Matériaux et Recherches Appliquées du Centre d'Etudes de Gramat. Cette presse permet des chargements avec des temps de montée rapides. Ces essais ont été effectués sous une pression de confinement variant entre 5 MPa et 50 MPa, dans une cellule triaxiale spécialement conçue à cet effet, et représentée sur la figure 1.

L'échantillon, situé au centre de la cellule se présente sous forme d'un cylindre de roche creux, reposant sur une pièce métallique prenant appui sur le fond de la cellule. Dans la plupart des expériences, ce cylindre était découpé en quartiers par un trait de scie fin, le découpage ayant pour effet de permettre à la pression de se transmettre non modifiée jusqu'à l'interface coulis-roche. Dans quelques essais le cylindre de roche a été laissé intact afin de retrouver les conditions d'axisymétrie du calcul aux différences finies, et le coulis a été muni d'une jauge d'extensométrie. Lors du montage, l'ensemble de l'échantillon est inséré dans une jaquette en coutchouc puis rempli de coulis. L'échantillon est ensuite monté sur un équipement mobile interne à la cellule après avoir subi un cycle de prise dont la température et l'hygrométrie sont contrôlées. Cet équipement mobile, qui ne porte que sur



le coulis, est conçu de façon que l'effort à appliquer sur le sommet du piston, en dehors de la cellule, se limite à la contrainte différentielle axiale durant l'essai. La pression est donc autoconfinée. L'enfoncement du piston dans la cellule pendant l'essai n'introduit aucune surpression au niveau du confinement puisqu'un deuxième piston, solidaire du premier, et situé en bas de la cellule, suit un mouvement inverse. Les variations de volume de l'échantillon pendant la charge n'introduisent pas de variations de pression supérieures à 1% de la pression de confinement.

Les paramètres enregistrés au cours de l'essai sont les suivants : pression de confinement, contrainte différentielle axiale, déplacement relatif du coulis par mesure du déplacement de la tête de piston en dehors de la cellule, et déformation au sein du coulis par jauge de déformation lorsqu'elle est présente.

Les matériaux constituant la couronne de roche sont volcaniques. Ce sont des basaltes dont la densité varie de 2200 à 2800 kg/m<sup>3</sup>. Les propriétés élastiques et fragiles de ces roches sont des fonctions monotones de leur densité. Leur module de cisaillement, leur module d'incompressibilité, leur résistance à la traction et au cisaillement augmentent de façon sensible avec la densité saturée du matériau. Les propriétés dynamiques dépendent aussi de la densité du matériau. En dessous d'un certain seuil appelé limite élastique d'Hugoniot, le comportement mécanique est réversible. Au-dessus il devient irréversible, avec, pour les matériaux poreux, diminution du volume spécifique par compaction. Les propriétés statiques ont été mesurées en effectuant des essais triaxiaux classiques, et les propriétés dynamiques au canon à gaz léger ou par détonique. (Tableau I).

Le coulis de ciment a fait lui aussi l'objet des mêmes études. Les essais ont été réalisés 48 heures après la préparation des échantillons. La figure 2 représente la courbe limite et la courbe d'Hugoniot expérimentales.

### III - LA SIMULATION NUMERIQUE

Nous avons utilisé un programme de simulation numérique aux différences finies prenant en compte le comportement irréversible des matériaux et la dynamique des sollicitations.

Partant d'un état de contrainte, les déplacements et déformations sont calculés par intégration des équations de conservation et de mouvement. L'état de contrainte du cycle suivant est déterminé à partir de ces déformations et des lois de comportement des matériaux. Ces lois, qui sont des caractéristiques intrinsèques des différents matériaux, sont déterminées expérimentalement. On peut établir une relation entre la partie déviatoire du tenseur des contraintes et celle du tenseur des déformations. Tant que, pour une maille donnée, l'état de contrainte est situé sous l'enveloppe de Mohr ou la courbe limite correspondante, le matériau se comporte élastiquement. Sur la figure 3, un tel état de contrainte est représenté par le point  $(P_n, K_n)$ . Si au cycle suivant, l'état de contrainte résultant est situé au-dessus de la courbe limite, on considère qu'une fissure a été créée dans le matériau, ce qui correspond à une absorption d'énergie par création de surface. Pour simuler cette absorption d'énergie, on va donc relaxer les contraintes déviatoires dans la maille affectée. Ceci se fait progressivement en étalant cette relaxation sur plusieurs cycles de façon à éviter les perturbations numériques. Lorsque l'état résultant est situé en dessous de la courbe limite du milieu fracturé, on considère la fracture comme stabilisée, ce qui peut prendre plusieurs cycles. Si un nouveau chargement ramène l'état de contrainte au-dessus de la courbe limite du matériau fracturé, on recommence le même processus, en conservant comme limite à la relaxation cette dernière courbe limite.

De la même façon, la simulation prend en compte le comportement irréversible qui peut se produire en cas de chargement dynamique, et qui dépend de la trace du tenseur de contraintes. La relaxation expérimentale entre les changements de volume irréversibles, et la pression est modélisée numériquement de la façon représentée sur la figure 4. Au couple  $(\mu_1, P_1)$  correspond la limite d'élasticité du matériau. Au-delà les déformations sont irréversibles. Après avoir atteint la pression  $P_H$ , la redescente à la pression de départ se fait en suivant le chemin B'D'. La densité finale est inférieure à la densité initiale : il y a absorption d'énergie dans la compaction. Au-delà du point B le matériau est entièrement compacté. Il n'y a plus de possibilité de réduction de la porosité.



Le programme utilisé dans les simulations est bidimensionnel et axisymétrique. L'interface entre les deux matériaux est une ligne de glissement dont le coefficient de friction peut être soit nul (glissement parfait), soit non nul (comportement frottant).

Tous les coefficients nécessaires au calcul sont déterminés expérimentalement en laboratoires : courbes limites et courbes de chargement sous choc. La présente étude a pour but de déterminer l'influence relative du coefficient de friction au niveau de la ligne de glissement, et du comportement irréversible des matériaux de part et d'autre de cette interface.

#### IV - RESULTATS NUMERIQUES ET EXPERIMENTAUX

Les essais réalisés montrent deux types de comportement :

a. L'échantillon ne présente pas de déformation résiduelle importante après essais et le bouchon de coulis a glissé relativement librement dans la couronne de basalte par cisaillement au niveau de l'interface.

Nous nommerons ce comportement "glissement".

b. L'échantillon présente après essai un renflement latéral dans le tiers supérieur, et le bouchon de coulis ne s'est pas désolidarisé de la couronne de basalte, le bas de l'échantillon restant intact.

Nous nommerons ce comportement "blocage".

Afin de mieux comprendre les causes de cette différence de comportement, il est nécessaire d'analyser la distribution des contraintes dans un échantillon avant le début de la rupture.

##### A/ - Distribution des contraintes dans l'échantillon au cours de la montée en charge axiale.

L'échantillon typique est constitué de deux matériaux différents mis en contact au niveau d'une interface cylindrique. Au début de l'essai le comportement de ces matériaux est élastique. La distribution des contraintes qui en résulte dépend donc des différences de propriétés élastiques entre les matériaux.



La distribution radiale des contraintes, juste sous la tête du piston, est représentée sur la figure 5 et calculée par différences finies pour des basaltes de densité 2200 (V 220), 2500 (V 250), et 2800 kg/m<sup>3</sup> (V 280). A la différence de densité entre le basalte et le coulis correspond pour le V 280 une différence de module de cisaillement d'un facteur 7 (tableau I), alors que le basalte V 220 et le coulis ont des modules de cisaillement presque identiques, mais des modules d'incompressibilité différents d'un facteur 5. Ces différences de modules entraînent une accumulation de contraintes au niveau de l'interface dès la mise sous pression de confinement de l'échantillon. Ainsi, pour une pression de confinement de 5 MPa le cisaillement maximum à l'interface atteint 0,6 MPa pour le V 220, et presque 2 MPa pour le V 280.

Lorsqu'on applique la charge différentielle axiale, le cisaillement au niveau de l'interface augmente de façon substantielle. Par contre, dans le V 220 l'essentiel du cisaillement se produit au centre de l'échantillon, comme pour un essai de compression triaxiale. Les différences dans la distribution radiale des contraintes est importante pour la compréhension des essais réalisés.

Longitudinalement la distribution des contraintes est identique pour les deux types de basalte, mais la valeur des maxima dépend encore des contrastes élastiques entre les basaltes et le coulis. Cette distribution est représentée sur la figure 6. On y remarque que lors de la mise sous pression ( $\sigma_{da} = 0$ ,  $P=5$  MPa) il se crée un cisaillement le long de l'interface, dont les valeurs sont distribuées symétriquement par rapport à la mi-hauteur de l'échantillon. Par contre, lorsqu'on applique la charge différentielle axiale cette distribution devient parfaitement asymétrique, l'essentiel des contraintes cisailantes étant localisé juste sous la tête du piston. Dans le tiers supérieur de l'échantillon elles restent significatives par rapport au cas hydrostatique. En dessous elles deviennent négligeables.

L'accumulation de contrainte en tête de l'échantillon et au niveau de l'interface a été calculée à partir de mailles relativement grossières par rapport aux dimensions de la perturbation créée. Les profils présentés correspondent donc à une valeur de la contrainte moyennée sur une maille. Pour une étude plus fine, un remaillage permanent en tête de fissure au fur et à mesure de la propagation

aurait été nécessaire.

Cette étude de la distribution radiale et longitudinale du cisaillement dans l'échantillon met en valeur la non homogénéité des contraintes lors du chargement et l'accumulation de contrainte qui se produit juste au niveau de l'interface et en dessous de la tête du piston.

## B/ - Résultats

### a. Les blocages

Ils ont été observés pour des basaltes de densité inférieure à  $2500 \text{ kg/m}^3$

La description que nous en avons faite ci-dessus est illustrée par les photos de la figure 7. On remarque le renflement de la partie supérieure de l'échantillon, la fracturation de la couronne de roche dans sa partie supérieure, et le cisaillement de la masse du coulis dans le tiers supérieur.

La courbe contrainte-déplacement du piston est représentée sur la figure 8. Après avoir atteint une valeur relativement élevée (35 MPa) la contrainte différentielle axiale ne chute pas, mais se maintient à un niveau moyen stable. Les oscillations de la courbe sont dues au système de chargement à air comprimé. Dans cette phase à contrainte presque constante, la déformation de l'échantillon devient importante. Le piston se déplace de plusieurs millimètres alors que dans la phase élastique (début de chargement), le déplacement n'était que de quelques dixièmes de millimètre.

La simulation numérique qui a été effectuée aide à l'interprétation de ces phénomènes de blocage. Pour simuler les essais nous avons choisi de mettre au niveau de l'interface entre la roche et le coulis un coefficient de frottement arbitrairement important puisqu'aucune désolidarisation de l'interface ne s'était produite au cours des essais. Il restait donc aux deux matériaux la possibilité

de se fracturer avant que ne soit atteinte la limite de glissement de l'interface. C'est le résultat qui a été effectivement obtenu, comme le montre la figure 9, où seule la partie droite de l'échantillon est représentée après que la charge ait été ramenée à zéro. Le figuré en pointillé représente les mailles qui ont dépassé la limite élastique d'Hugoniot, ce qui se produit essentiellement juste en dessous du piston et entraîne une compaction du coulis.

Chaque dépassement de courbe limite pour les états de contrainte successifs de la figure 3 est représenté sur la figure 9 par un trait oblique dans la maille correspondante. L'intensité de la fracturation ou de l'endommagement se mesure donc au nombre de traits dans chaque maille. La première fracture se produit dans la colonne centrale du maillage, c'est-à-dire juste sous le milieu du piston : le comportement en blocage est donc dû au cisaillement du coulis dans sa masse. La fracturation de développe à partir de ce moment, mais elle reste limitée dans le tiers supérieur de l'échantillon. Elle est très intense dans le coulis, et plus faible dans la couronne de roche. La courbe  $\Delta Y$  représente le profil longitudinal de l'échantillon. Il est tout à fait semblable à celui des échantillons de la figure 7. Le profil radial  $\Delta X$  montre aussi l'enfoncement du coulis dans la couronne de roche, ce qui est visible sur la figure 7. On notera cependant que les conditions aux limites au niveau de la tête du piston n'étaient pas tout à fait semblables pour la simulation et l'expérience : dans la simulation la pression de chargement était fixée sur toute la surface supérieure du coulis, alors que dans l'expérience c'était le déplacement qui était fixé, ce qui entraîne une légère différence de configuration du sommet du coulis après enfoncement.

.../...



La courbe effort-déplacement obtenue numériquement peut être comparée à celle obtenue expérimentalement. La figure 8 montre qu'on ne retrouve pas les oscillations dues au système de chargement. Cependant la pente de la courbe dans la première partie est identique. La lettre "a" correspond à l'apparition, dans la simulation numérique, de la première fracture. On constate que celle-ci entraîne le début de la non linéarité du comportement, mais ne correspond pas à la contrainte maximum supportée par l'échantillon. Au-delà de cette première fracture, le comportement du matériau est déterminé par la loi de comportement de la figure 3. La contrainte continue à augmenter jusqu'au palier, et les déplacements deviennent importants. La valeur du palier est tout à fait semblable dans la simulation numérique et dans l'expérience.

En résumé, nous avons retrouvé par le calcul les ordres de grandeur des contraintes, les ordres de grandeur et la localisation de la déformation et de la fracturation de l'échantillon. La distribution des contraintes représentée sur la figure 5 permet de comprendre le mécanisme : lorsque les matériaux ont des modules de cisaillement relativement proches, l'accumulation de contrainte cisailante au niveau de l'interface est presque inexistante, et l'essentiel du cisaillement se produit dans le coulis. Longitudinalement ces mêmes contraintes sont localisées dans le tiers supérieur de l'échantillon, et c'est bien là que se trouve concentrée la déformation irréversible avec fracturation par cisaillement.

#### b. Les glissements

Ils se produisent pour des échantillons de densité supérieure à  $2500 \text{ kg/m}^3$ . La figure 10 montre un bouchon de coulis ayant glissé. Aucune marque de cisaillement n'est visible, contrairement à la figure 7. Le bouchon est intact.

.../...

La courbe expérimentale de la contrainte axiale en fonction du temps est représentée sur la figure 11a. Après un maximum la contrainte a tendance à diminuer. Cette chute est encore plus marquée dans certaines expériences. Le déplacement de la tête du piston (11 b) ne dépasse le millimètre qu'après le maximum de la contrainte. La jauge de déformation située au sein du coulis (11 c) et d'une longueur de 5 cm, intègre les déformations dans le bouchon entre les points situés à 0,25 et 0,75 de la longueur de l'échantillon. Ces déformations sont représentées en fonction du temps sur la figure 11 c et fonction des contraintes sur la figure 11 d.

Sur cette dernière on distingue trois phases : une montée avec une pente forte, suivie d'une partie où la déformation est importante alors que la contrainte augmente peu (donc module beaucoup plus faible) et la troisième phase correspond à une relaxation des contraintes et de la déformation.

La simulation numérique de cette expérience permet de suivre l'évolution du système au cours de la déformation. Nous avons, dans un premier stade, introduit au niveau de l'interface des propriétés de cohésion et de friction moyennes déduites des expériences et prenant en compte les accumulations de contraintes mises en évidence par la phase élastique du chargement :

$$\tau = C_0 + \mu \sigma_n$$

Les constantes  $C_0$  et  $\mu$  sont déduites des expériences faites à différentes pressions.  $\mu$  est obtenu par la relation suivante :

$$\mu = (\tau_i - C_0) / \sigma_{ni}$$

$\tau_i$  est le cisaillement élastique calculé numériquement au niveau de la première maille sous le piston, pour une contrainte différentielle axiale correspondant au maximum de la courbe de chargement expérimentale;  $\sigma_{ni}$  est la contrainte normale à l'interface calculée au même endroit et dans les mêmes conditions. Les valeurs obtenues étaient les suivantes :  
 $C_0 = 60 \text{ b}$        $\mu = 0,3$

On notera qu'un maillage plus fin en tête de fissure aurait conduit à des accumulations de contraintes plus importantes pour un chargement axial donné et par conséquent l'inversion des données expérimentales aurait conduit à une valeur de  $C_0$  beaucoup plus élevée. Avec les valeurs citées ci-dessus et même en diminuant substantiellement  $C_0$ , nous n'avons pu obtenir aucune désolidarisation des deux matériaux au niveau de la ligne de glissement : le coulis avait toujours un comportement fragile menant à un blocage identique à la figure 9.

Nous avons alors introduit le processus suivant : en cas de fracturation des mailles adjacentes à l'interface, la constante  $C_0$  est annulée ; le comportement de l'interface est donc purement frottant. Les résultats numériques sont présentés sur la figure 12. La courbe contrainte-déplacement du piston (12 a) est relativement raide. La courbe contrainte-déformation du coulis (12 b), qu'il faut rapprocher de la courbe expérimentale 11 d, permet de suivre l'évolution du bouchon de coulis. Les nombres indiqués représentent la position du front de glissement, le long de l'interface, rapportée à la longueur totale de l'échantillon. Le changement de pente de la courbe contrainte-déformation à environ 7,9 MPa correspond à l'apparition de glissement au niveau de l'interface, sous le piston. Mais il faut atteindre environ 15,3 MPa pour que l'ensemble du bouchon de coulis soit désolidarisé de la couronne de roche. Lorsque la longueur d'interface entrée en glissement est supérieure à la longueur de jauge fictive dont nous avons représenté l'évolution, la déformation diminue bien que le bouchon ne soit pas encore totalement désolidarisé et que la contrainte n'ait pas encore atteint son maximum. C'est aussi ce que l'on observe sur la courbe expérimentale.

.../...



Si la contrainte cisailante est responsable de la désolidarisation du bouchon et du cylindre de roche, la pression hydrostatique appliquée au début de l'expérience devrait influencer sur la contrainte maximum  $\sigma_{da}$  mesurée pendant l'expérience. En effet, la seule pressurisation de l'échantillon avant tout chargement axial a comme conséquence d'induire un champ de contraintes cisailantes au niveau de l'interface (figures 5 et 6 :  $\sigma_{da} = 0$ ), dont la valeur est directement proportionnelle à la valeur de la pression de confinement. Nous venons de voir que la fracturation dans les mailles adjacentes à l'interface est responsable de la désolidarisation des deux matériaux. Or la valeur de la résistance au cisaillement du coulis, pour laquelle on a fracturation, augmente avec la pression. C'est ce que représente la courbe intrinsèque du coulis (figure 13). mais au-delà d'une pression de confinement de 15 MPa l'augmentation devient beaucoup plus lente. On conçoit donc que sous le simple effet de la pression, la contrainte cisailante dépasse la résistance au cisaillement du coulis et que la désolidarisation des deux matériaux se produise pour une valeur de la contrainte différentielle axiale beaucoup plus faible qu'à des pressions hydrostatiques inférieures. C'est en effet ce que montrent les résultats expérimentaux représentés sur la figure 14. Jusqu'à 12,5 MPa, c'est l'augmentation de la résistance au cisaillement du coulis qui domine le comportement de l'échantillon, ce qui entraîne donc une augmentation de la contrainte différentielle axiale maximum. Par contre, pour une pression de 50 MPa on note une chute de cette même contrainte maximum qui devient inférieure à sa valeur pour une pression de 5 MPa.

## V - CONCLUSION

La comparaison entre expérience et simulation numérique montre les points suivants :

1. Les accumulations de contraintes le long de l'interface (figures 5 et 6) sont responsables du décrochement du bouchon dans le cas où les deux matériaux ont des propriétés élastiques très différentes les uns des autres.
2. Le mécanisme de décrochement peut être modélisé par un cisaillement du milieu le moins résistant dans les mailles adjacentes à la frontière, suivi d'un glissement le long de l'interface au même niveau.
3. L'inversion des données expérimentales s'avère nécessaire si l'on veut comprendre les courbes contrainte-déplacement enregistrées au niveau du piston et en déduire un modèle de comportement mécanique.
4. Nous avons pu faire la comparaison entre les déformations observées et les déformations calculées grâce à la prise en compte des lois de comportement qui permettent de déterminer un "endommagement" du matériau. L'accumulation de contrainte est due à l'existence même de l'interface et à la nature des matériaux de part et d'autre. Cette accumulation se propage avec le front de glissement. Nous avons une fissure en mode II dont l'analogie avec les sources sismiques est intéressante. Cette analogie suggère qu'une étude détaillée des sources (failles) sur le terrain, lorsqu'elles sont accessibles, ne peut être fructueuse que si la modélisation qui a pu être faite prend en compte de façon suffisamment fine la rhéologie des matériaux en présence.
5. La deuxième analogie entre le système étudié et des phénomènes observables dans la nature concerne le comportement mécanique du système constitué d'un cône volcanique et de son bouchon central. On conçoit, d'après les expériences présentées, que suivant les différences d'élasticité et de comportement irréversible entre les milieux du cône et du bouchon, le comportement puisse être en "blocage" ou en "glissement", donnant lieu à deux types d'éruption très différentes : au blocage correspondrait un endommagement des flancs avec des éruptions à leur niveau, et au glissement correspondrait un départ explosif du bouchon au sommet de l'édifice.

.../...

BIBLIOGRAPHIE

BONNET, G., et P. JOUANNA, Thermomechanical friction tests on artificial joints, Int. J. Rock Mech. Min. Sci. Geomech. Abstr., 17, 209 - 217, 1980.

BRACE, W.F., and J.D. BYERLEE, Stick-slip as a mechanism for earthquakes, Science, 153, 990, 1966.

BYERLES J.D., Friction of rocks. Pageoph., 116, 615-626, 1978.

CRAMER, H., WUNDERLICH, W., KUTTER, H.K., et W. RAHN, Finite element analysis of stress distribution, induced fracture and post-failure behavior along a shear zone in rock. Third International Conference on Numerical Methods in Geomechanics, Aachen, 505-513, 1979.

DIETERICH, J.H., Time-dependent friction and the mechanics of stick-slip, Pageoph, 116, 790, 1978.

JEFFREY, R.G. and J.J.K. DAEMEN, Shaft or borehole plug-rock Mechanical interaction, Proceeding of the symposium on Waste Management, Tucson, Arizona, 2, 865-879, 1981.

JOHNSON, T., Time-dependent friction of granite : implications for precursory slip on faults, J.G.R., 86, 6017-6028, 1981.

OBUKO, P.G., et J. DIETRICH, Fracture energy of stick-slip events in large scale biaxial experiments, Geophysical Research letters, 8, 887-890, 1981.

STORMONT, J.C. and J.J.K. DAEMEN, Axial strength of cement borehole plugs in granite and basalt. Topical report to the U.S. Nuclear Regulatory Commission, Division of Health, Siting and Waste Mangement, Contract NRC-04-78-271. Department of mining and geological Engineering, University of Arizona. 1983a.



TABLEAU I

	VA 280	VA 250	VA 220	coulis
$\rho_0$ kg/m <sup>3</sup>	2800	2500	2500	1700
$\mu$ (GPa)	25,8	11,0	2,0	3,6
K(GPa)	50,1	36,0	23,7	5,1
R <sub>c</sub> (MPa)	248,0	65,0	13,0	11,0
R <sub>t</sub> (MPa)	20,0	7,0	1,5	1,8
LEH(MPa)	296,0	300,0	400,0	16,6

Légende : $\rho_0$  : densité $\mu$  : module de cisaillement

K : module d'incompressibilité

R<sub>T</sub> : résistance à la tractionR<sub>C</sub> : résistance à la compression simple

LEH : limite élastique d'Hugoniot

- Figure 1 Schéma de la cellule de friction avec l'échantillon
- Figure 2 Courbe limite (a) et Hugoniot (b) du coulis
- Figure 3 Traitement numérique du comportement fragile
- Figure 4 Traitement numérique du comportement dynamique
- Figure 5 Distribution radiale des contraintes dans l'échantillon  
 $\tau_M$  = cisaillement maximum ;  $P_c$  = pression de confinement  
 $\sigma_{da}$  = contrainte différentielle axiale ; V 280, V 250, V 220  
basaltes de densité 2800, 2500, 2200 kg/m<sup>3</sup> respectivement.
- Figure 6 Distribution longitudinale des contraintes (voir figure 5)
- Figure 7 Echantillons "bloqués"
- Figure 8 Courbe contraintes - déplacement pour un "blocage"
- Figure 9 Etat final numérique d'un échantillon bloqué
- Figure 10 Echantillon ayant glissé (reposant sur sa face supérieure)

.../...

Figure 11      Données expérimentales du glissement  
a et b : mesures externes à la cellule au niveau de la tête du  
          du piston  
c et d : mesures par jauge extensométrique au sein du bouchon  
          de coulis.

Figure 12      Courbes numériques :  
a : contrainte différentielle axiale - déplacement au sommet  
          de l'échantillon  
b : contrainte différentielle axiale - déformation au sein du  
          bouchon de coulis

Figure 13      Courbe intrinsèque du coulis et cisaillement à l'interface  
          induit par le confinement au niveau d'une interface V 280 -  
          coulis

Figure 14      Contrainte différentielle axiale maximum pour des  
          expériences à 5, 12,5 et 50 MPa de pression de confinement.

---



CONTRAINTE DIFFERENTIELLE AXIALE ( $\sigma_{da}$ )

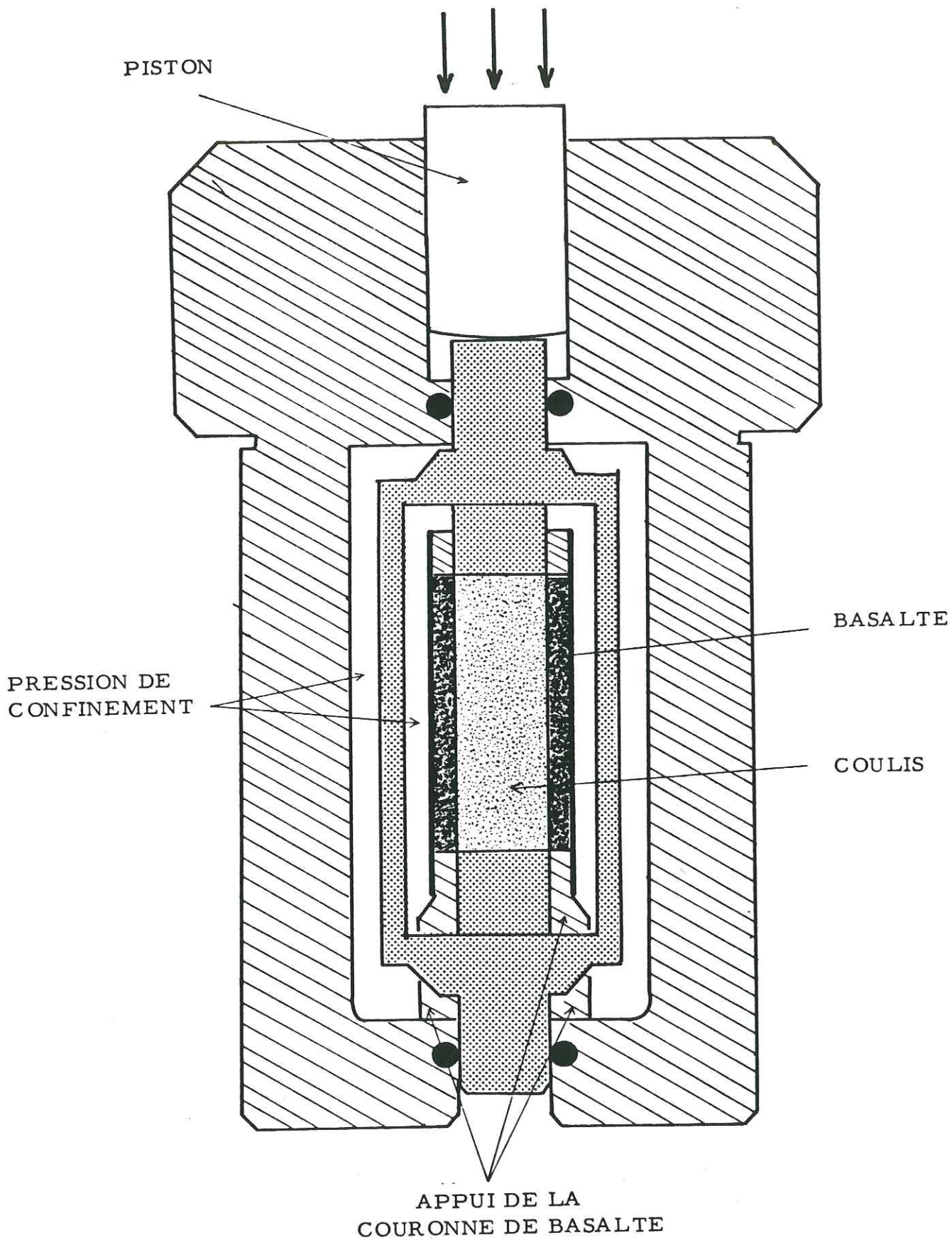
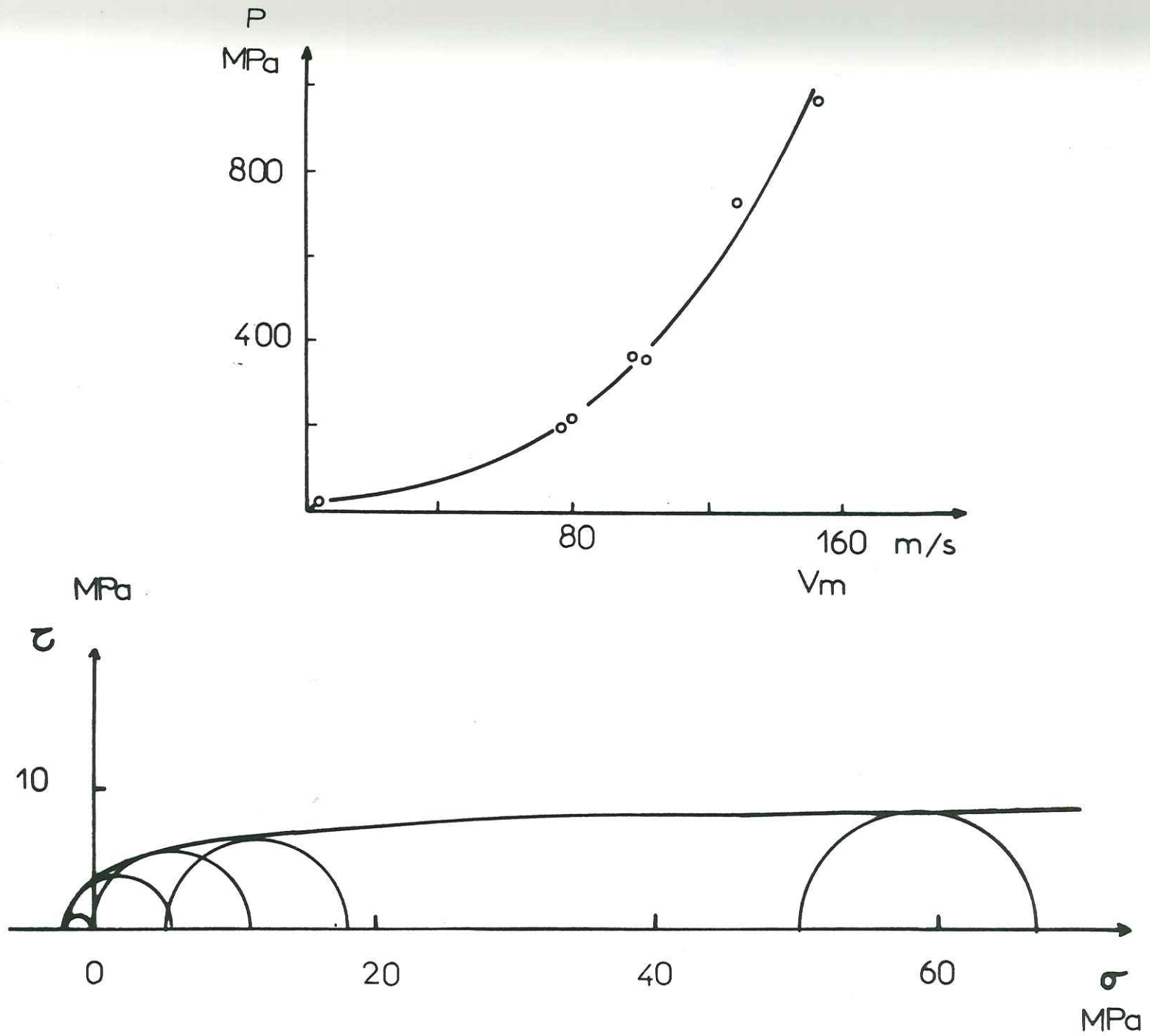
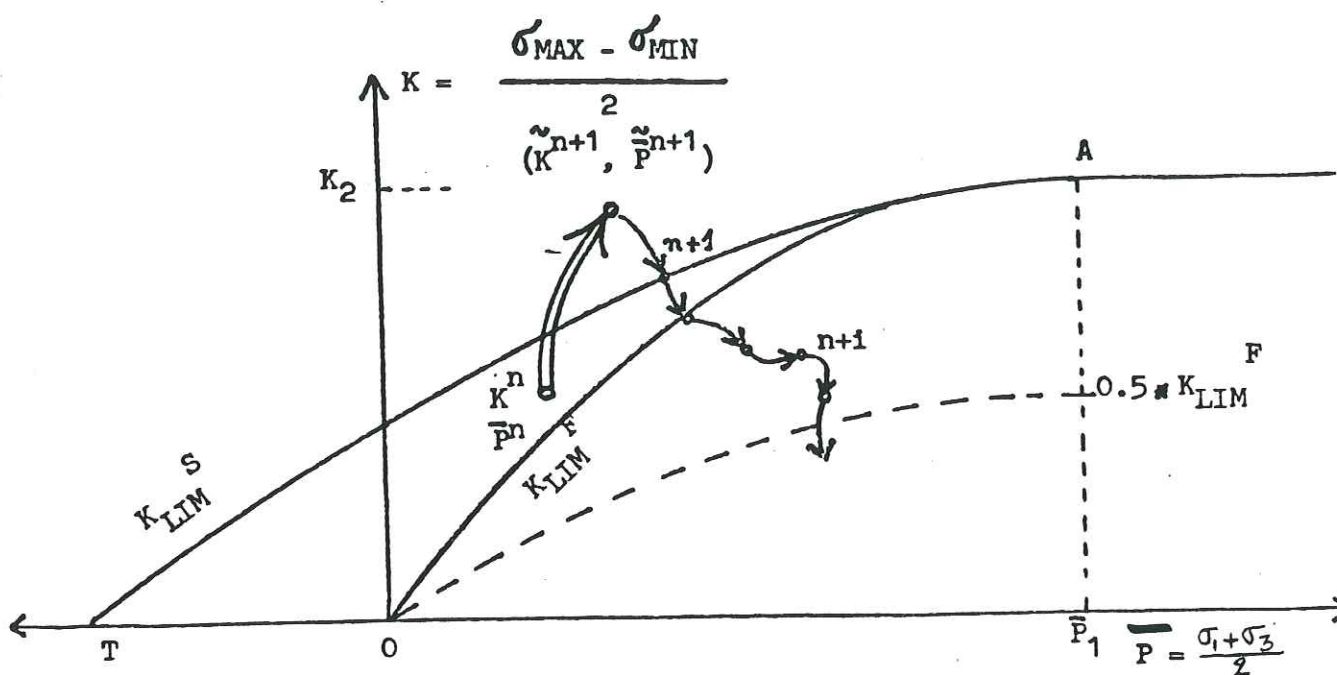


FIGURE 1

FIGURE 2

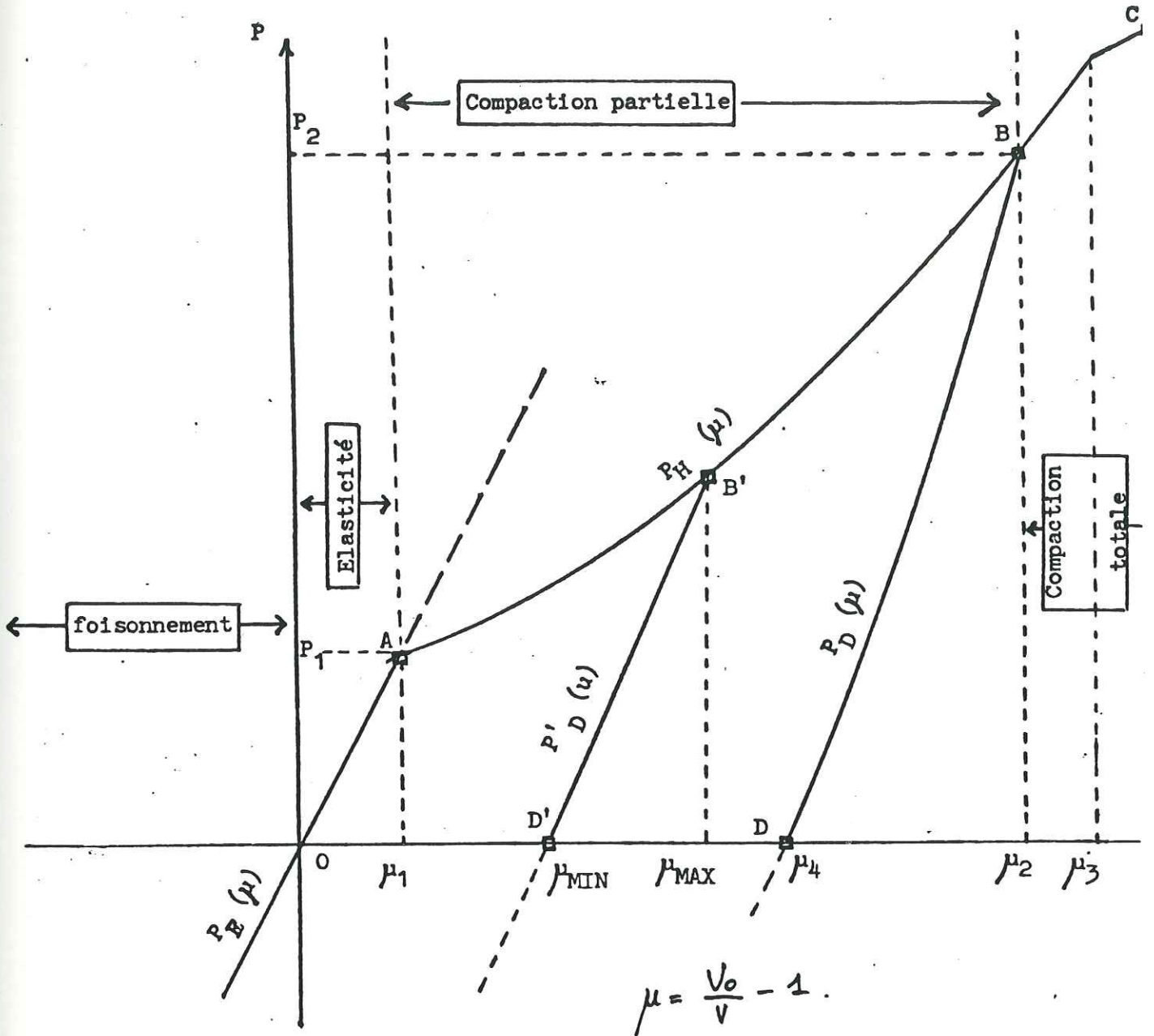




Comportement fragile à partir de l'itération n.  
 Au cours des itérations n+1, n+2, ..., n+1, ...  
 une fissure va se propager et le point représen-  
 tatif des contraintes sera progressivement relaxé  
 jusqu'à  $0.5 K_{LIM}^F$ .

FIGURE 3





- $P_H(\mu)$  : Courbe de compression primaire O A B C
- $P_E(\mu)$  : partie élastique (O A + extrapolation)
- $P_D(\mu)$  : Courbe de détente extrême D B C
- $P_F(\mu)$  : Courbe de foisonnement E A
- $P'_D(\mu)$  : Courbe de détente intermédiaire B'D'

FIGURE 4

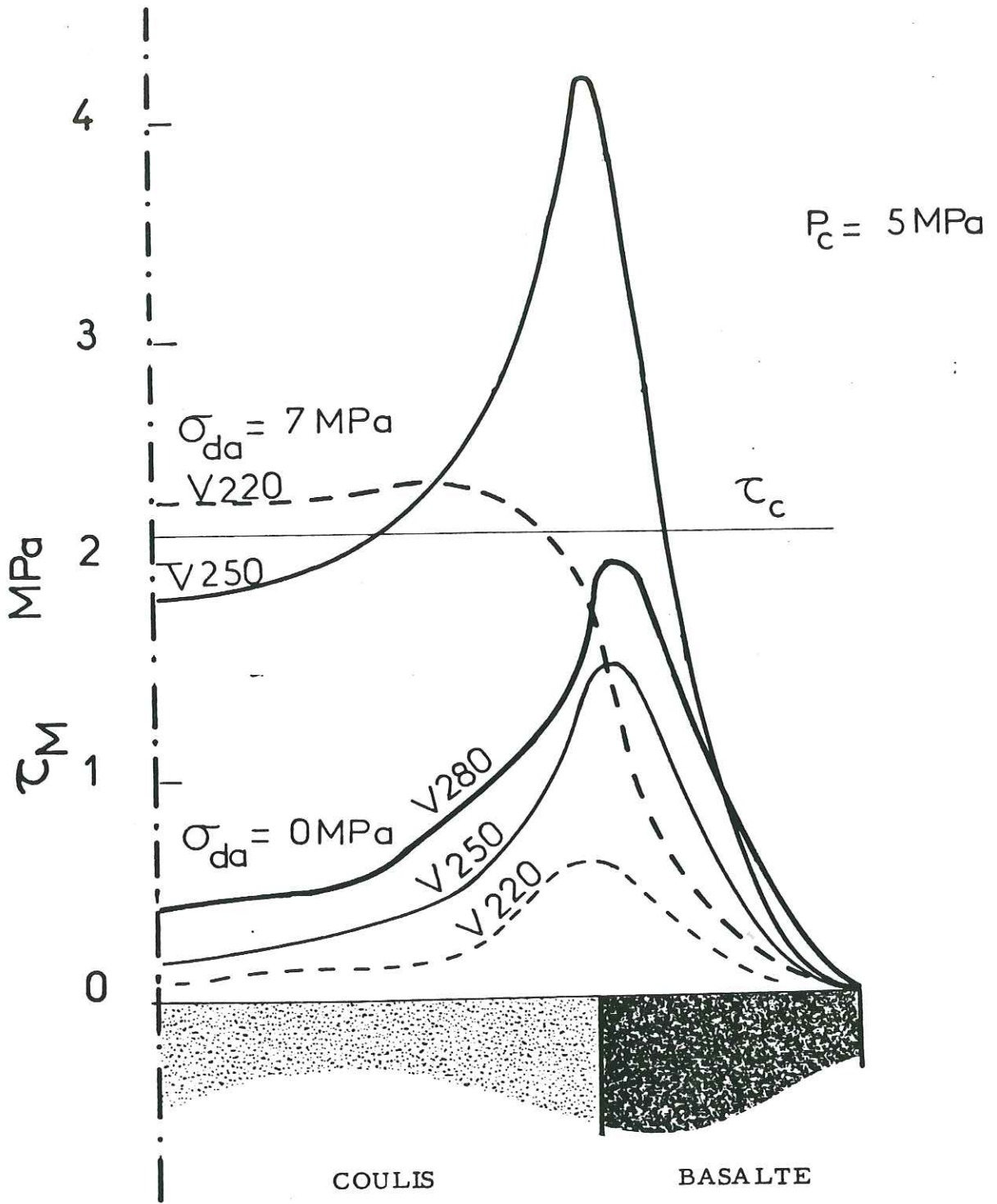


FIGURE 5.

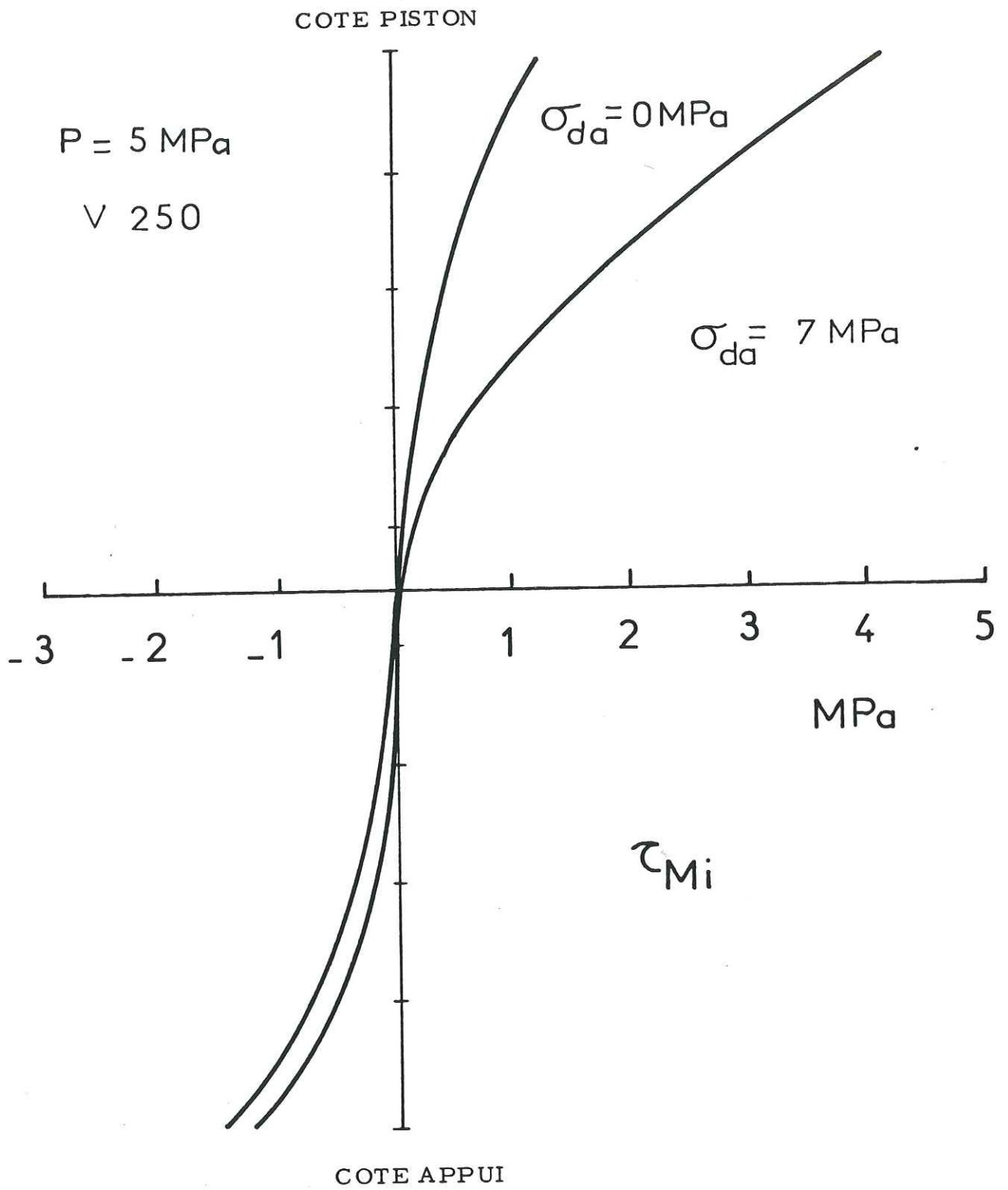
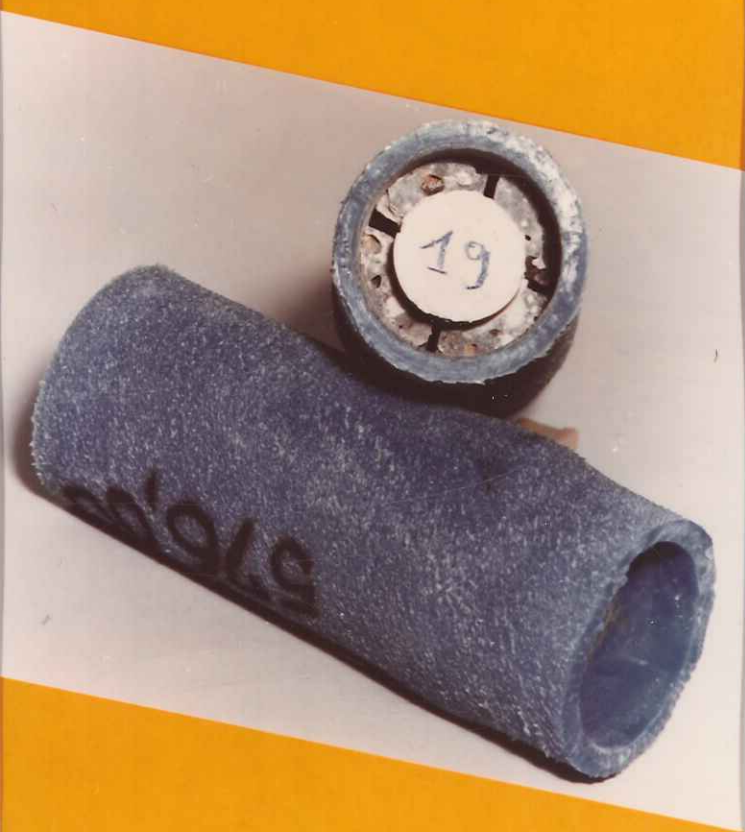


FIGURE 6



Figure 7 : Echantillons bloqués



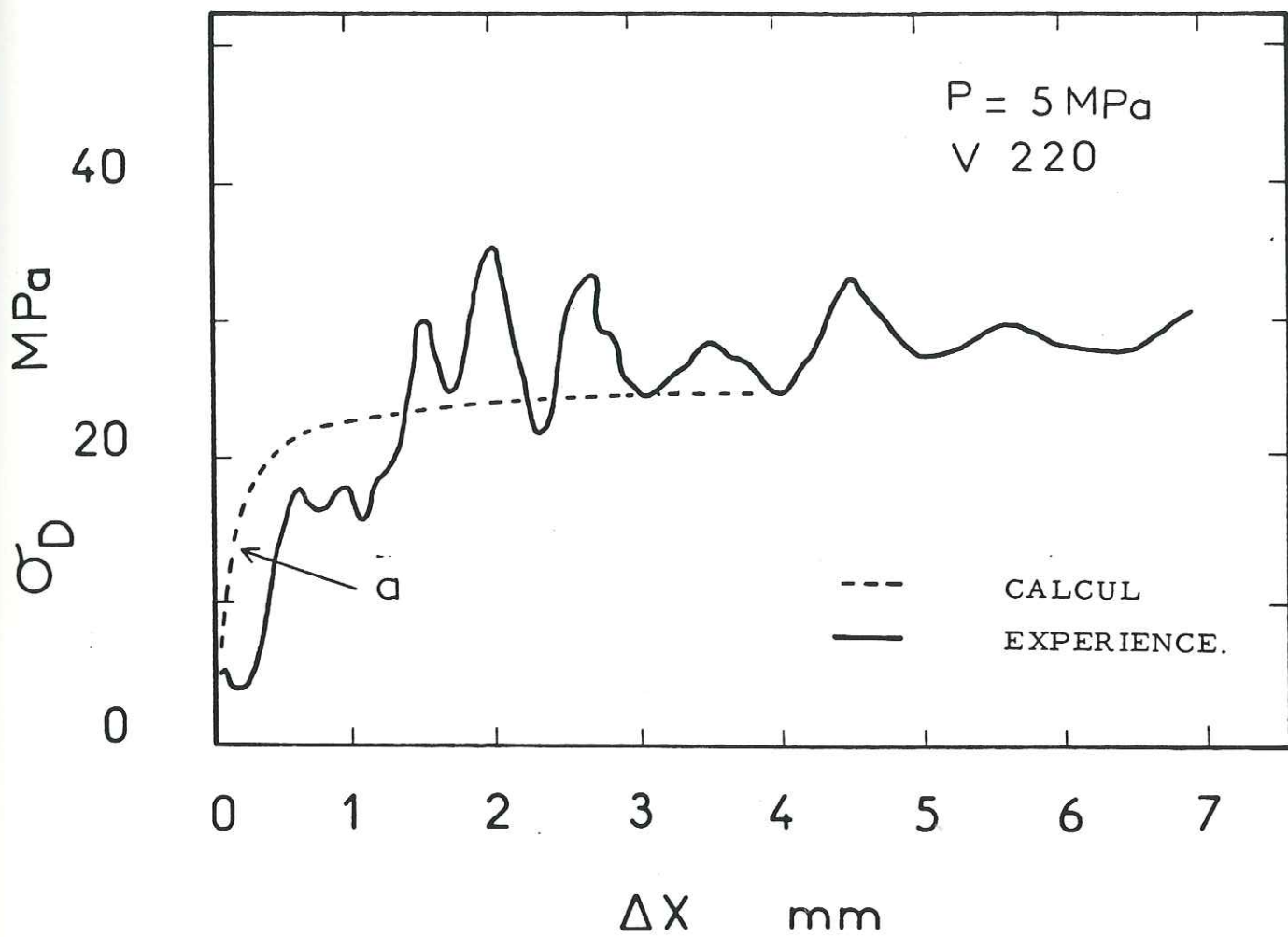


FIGURE 8



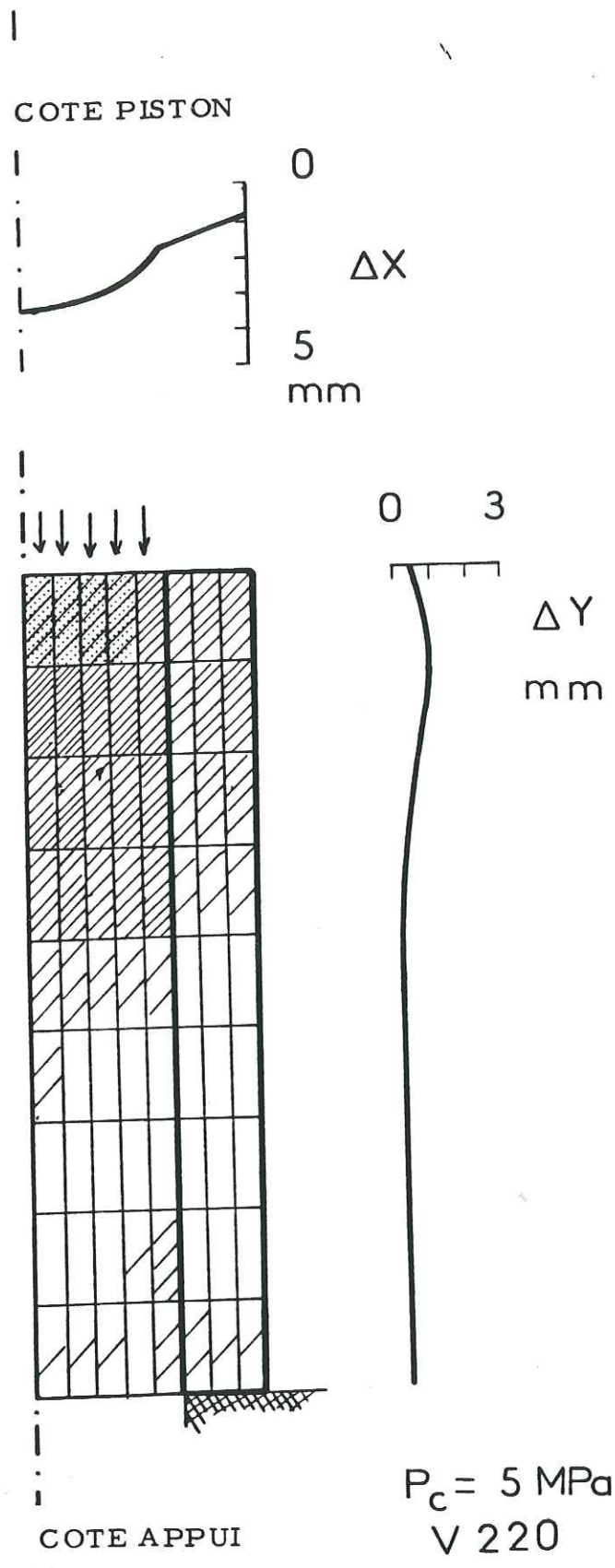
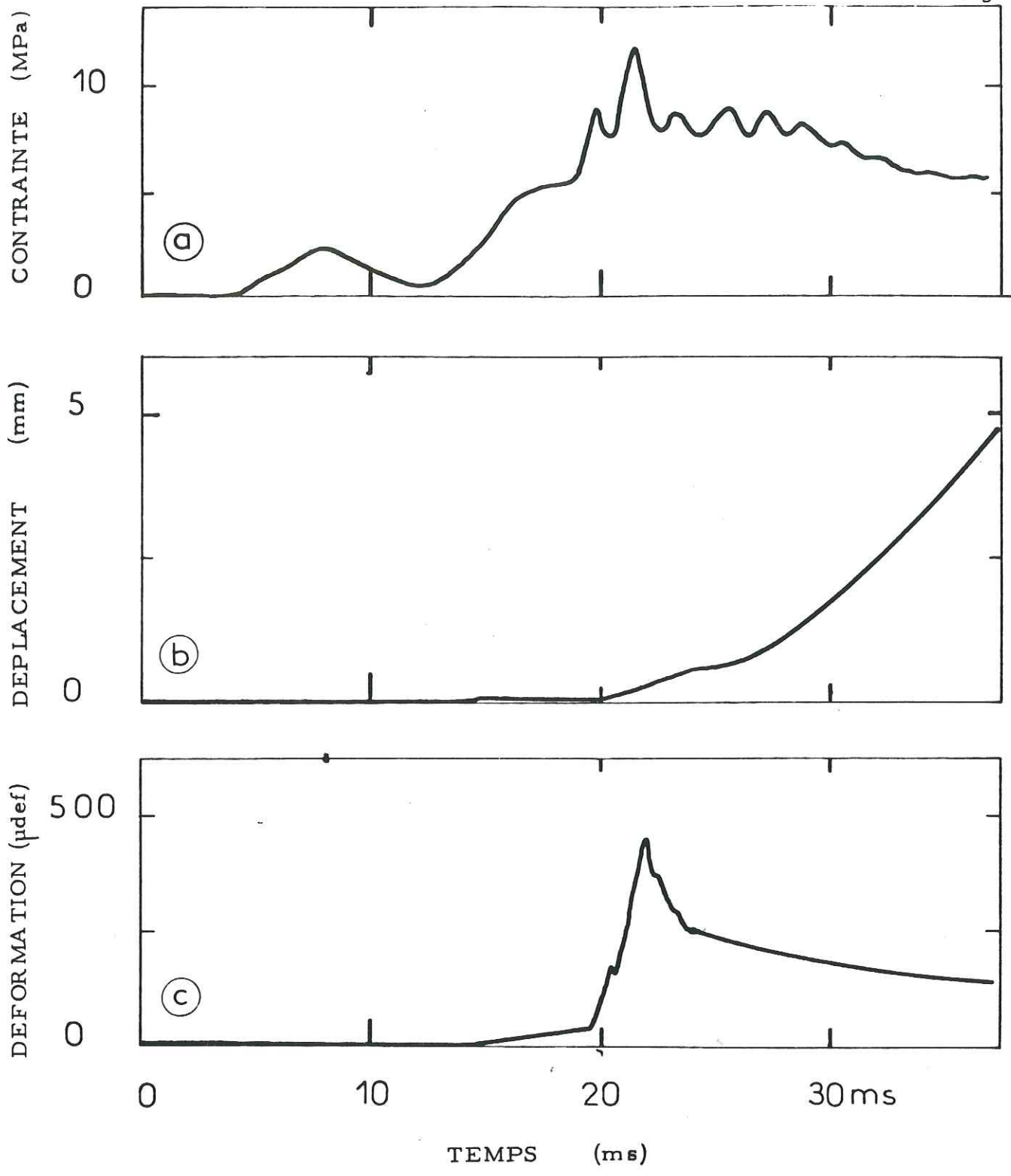


FIGURE 9

FIGURE 10 : Echantillon ayant glissé et reposant sur sa face supérieure.







$P_c = 5 \text{ MPa}$   
V 284

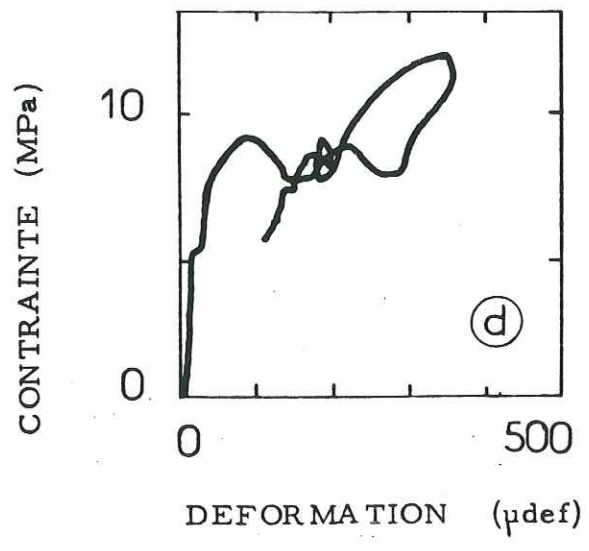


FIGURE 11

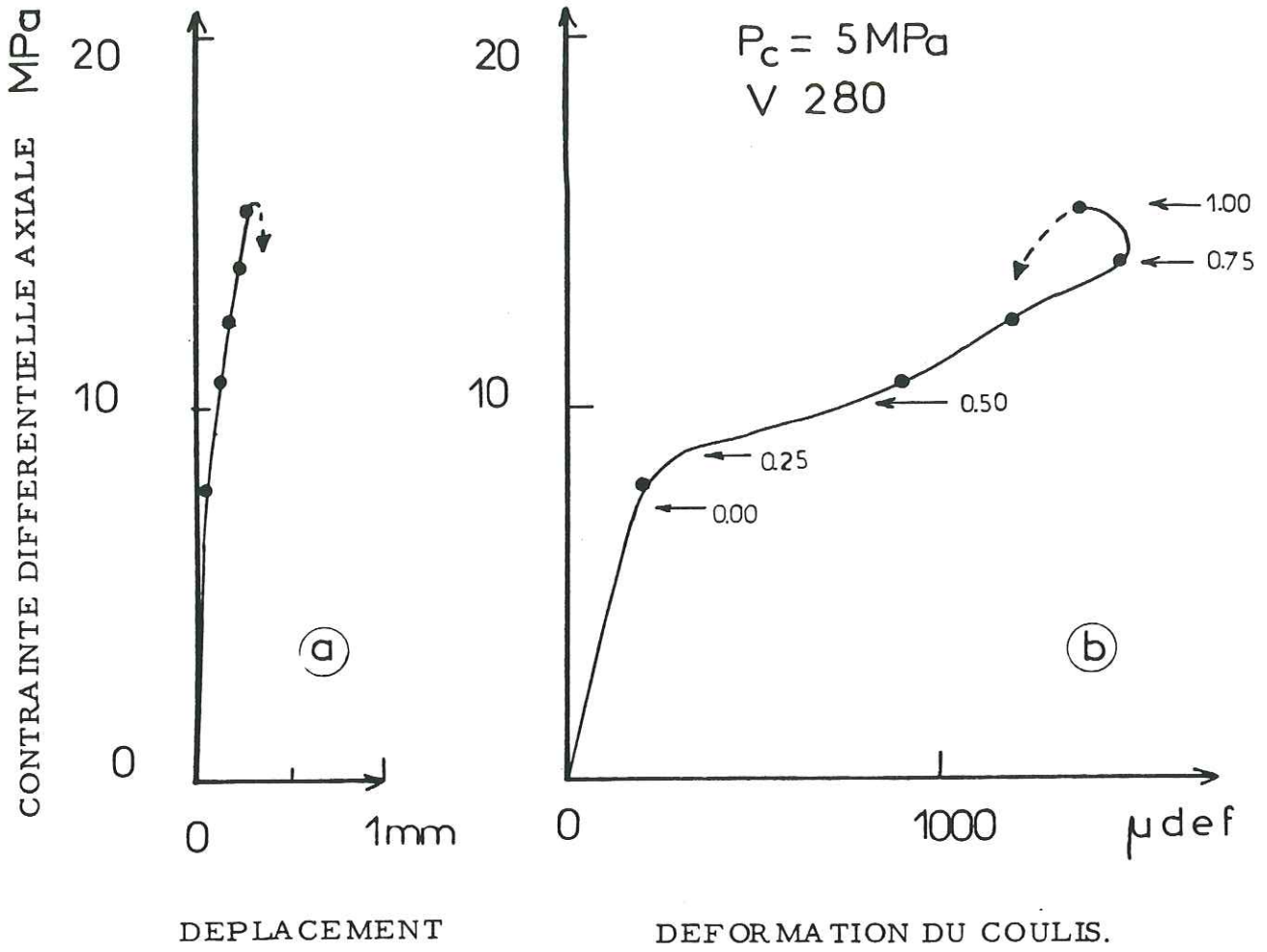


FIGURE 12

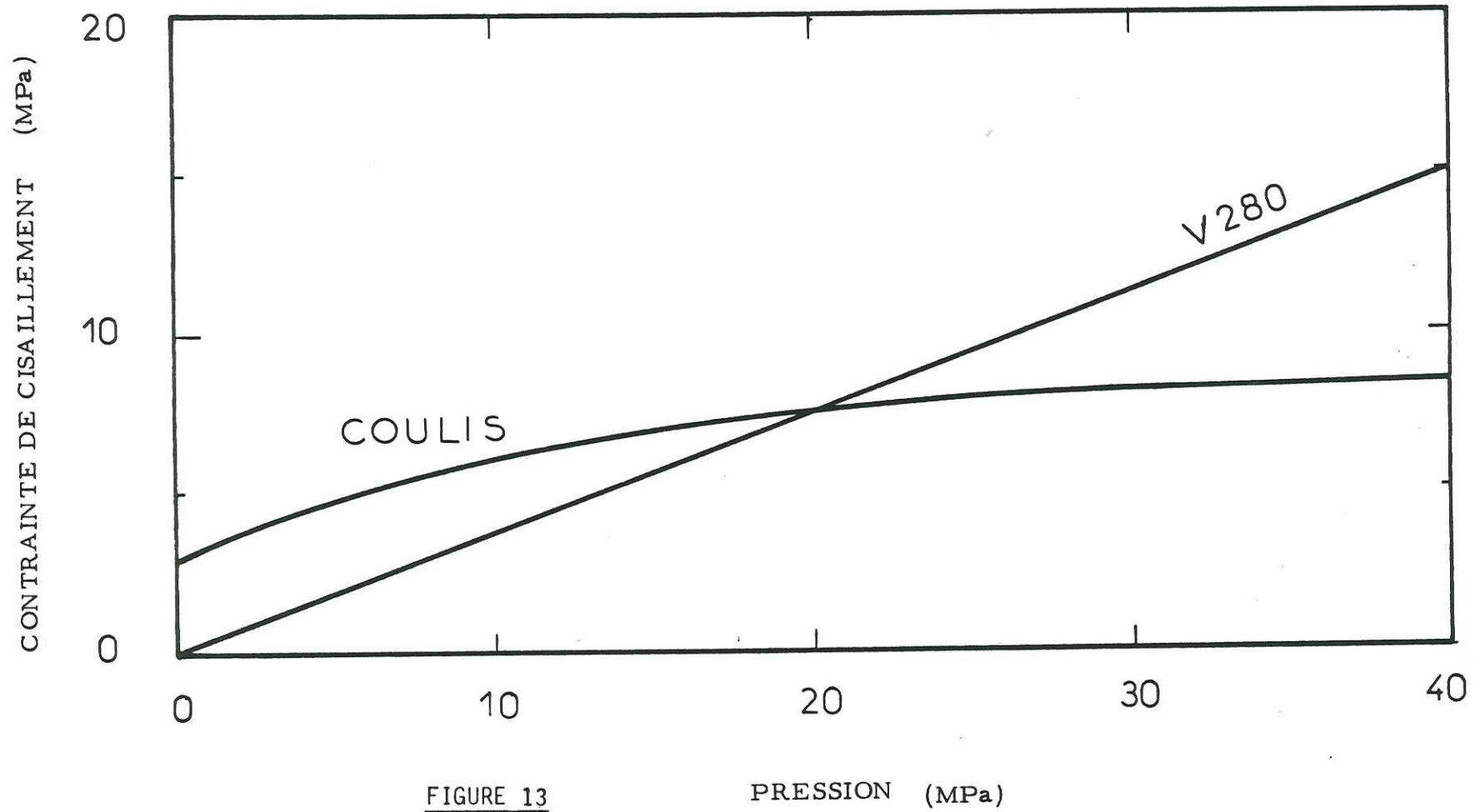


FIGURE 13

PRESSION (MPa)



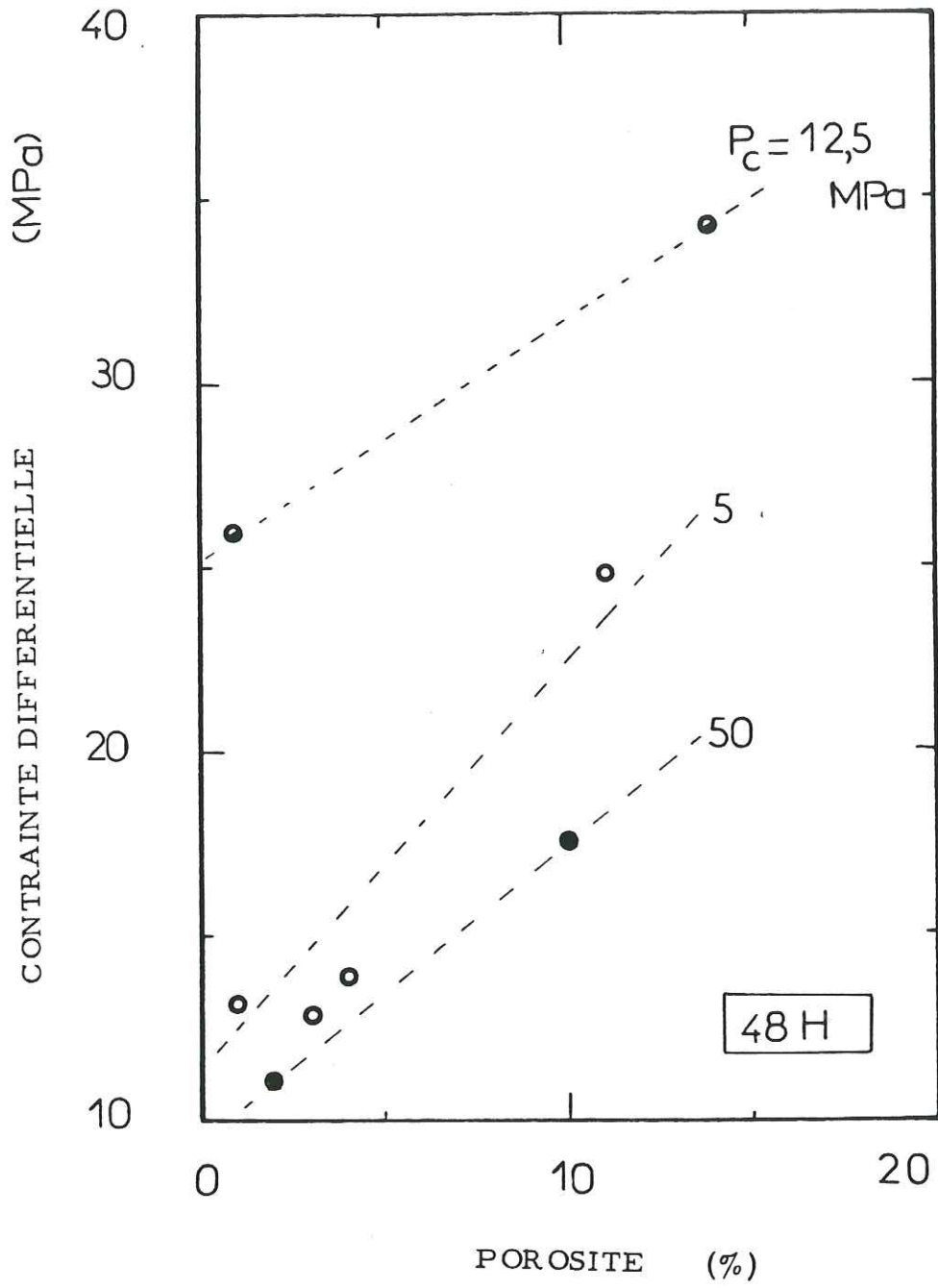


FIGURE 14

CHAPITRE V

DETERMINATION DE LA DISTRIBUTION ANGULAIRE DE LA DENSITE DE

FISSURE PAR INVERSION DES DONNEES STEREOLOGIQUES.

CHAPITRE V

DETERMINATION OF CRACK ANGULAR DENSITY DISTRIBUTION

BY INVERSION OF STEREOLOGY DATA.



DETERMINATION OF CRACK ANGULAR DENSITY DISTRIBUTION  
BY INVERSION OF STEREOLOGY DATA.

Y. CARISTAN                      and                      B. MAZLOUMIAN

Commissariat à l'Energie Atomique

CEB.3/RCP

B.P. 561 - 92542 MONTROUGE CEDEX

FRANCE

ABSTRACT :

The projected length per unit area,  $l$ , in a given direction  $\theta$  of a given crack network is a parameter that can be measured by standard stereology method. A multistep inversion process is however required to compute the angular distribution of the crack network real length  $L$  per unit area and angle. Such a method is presented here : the input data points are first swept across the experimental error bar to minimize errors due to the second order derivative. Then an analytical inversion is performed, which quality depends mainly on the number of angular steps and the counting grid spacing  $p$ . Slight data scatter in the input data  $l$  might result in large oscillations in the output data  $L$ , requiring therefore a numerical inversion, starting from the analytical inversion result, with the constraint that all final output data be positive. The inversion process has been successfully tested on a uniform, a smoothly varying, and a spike distribution.

## I - INTRODUCTION

The possibility of using powerful equipment such as the scanning Electron Microscope has allowed the observation of microcrack networks in strained and failed rock samples, bringing therefore new insight into fracture mechanics. The first observation was made by Brace et al (1), and the first quantification attempt by Tapponnier and Brace (2), using stereology techniques first described by Delesse (3) and developed by Hilliard (4). Since then a number of authors have made measurements using a similar technique (5). These measurements have important bearing in the field of geophysics, through the determination of fracture energy (6), but also in the field of engineering geology through the possibility of characterizing joint systems by physical parameters that can be correlated with fluid transport properties. Finally the same approach can also be used by structural geologists to quantify the density of fractures or faults on the outcrop (7) (8).

However, data obtained through stereology methods need to be inverted in order to gain full physical meaning. Thomas et al. (9) recently studied the inversion of stereological data using the Fourier Transform. But specific problems appear in the inversion, linked with data scatter, that were not solved by these authors. The present paper addresses itself to these problems. An inversion technique is proposed, equivalent to the Fourier Transform technique, that uses a two step inversion, and takes account of the possibility of smoothing the raw data within the error bar.



## II - MULTISTEP INVERSION PROCESS.

### 1. Basic equations

Basic equations governing the stereologic analysis of lines in a plane were first given by Hilliard (4) and were summarized by Underwood (10) in his work on quantitative stereology. These equations will be briefly given below together with the data acquisition method.

Let's assume we have a network of straight or curved segments. The functions and parameters used to describe this network are the following:  $L(\varphi)$  is the density function characterizing the orientation distribution of the segment network investigated: the total length of line per unit area having tangents with angles in the range  $\varphi \pm d\varphi / 2$  is by definition  $L(\varphi) d\varphi$ . Therefore the total length of line per unit area for the whole network is:

$$L_T = \int_0^{\pi} L(\varphi) d\varphi$$

Because  $L(\varphi)$  cannot be directly measured, an other parameter is actually used, which can be easily determined by standard stereological methods:  $l(\theta)$ .  $l(\theta)$  is the total length of crack per unit area projected along the  $\theta$  direction, and is related to  $L(\varphi)$  as follows: A segment of length per unit area  $L(\varphi) d\varphi$  has a projected length  $L(\varphi) d\varphi \cos(\theta - \varphi)$  in the  $\theta$  direction. Therefore

$$l(\theta) = \int_{\theta - \pi/2}^{\theta + \pi/2} L(\varphi) \cos(\theta - \varphi) d\varphi$$

An equivalent differential expression is obtained by differentiating twice with respect to  $\theta$  under the integral

$$L(\theta + \pi/2) = 1/2 \left( l(\theta) + \frac{d^2 l(\theta)}{d\theta^2} \right)$$

The inversion will consist in determining  $L(\theta)$  from measured values of  $l(\theta)$ .

2. Measurement of  $l(\theta)$ .

The values of  $l(\theta)$  for a discrete number of  $\theta$  is obtained by counting the number  $m$  of intersections of the segment network with a counting grid. This grid consists of a set of  $k$  parallel lines of length  $\xi_i$  and constant spacing  $p$ . From figure 1 it can be seen that if  $m$  is the number of intersections with the grid oriented in the  $\theta + \pi/2$  direction, the projected segment length  $s$  in the  $\theta$  direction is such that

$$(m-1)p < s(\theta) < (m+1)p$$

But the total area investigated is equal to  $\sum_{i=1}^k \xi_i p$ . Therefore

$$\frac{p(m-1)}{p \sum_{i=1}^k \xi_i} < l(\theta) < \frac{p(m+1)}{p \sum_{i=1}^k \xi_i}$$

for, by definition

$$l(\theta) = s(\theta) / \sum_{i=1}^k \xi_i p$$

Setting  $P(\theta) = m / \sum_{i=1}^k \xi_i$  the following final expression is obtained from equation (2) for values of  $m$  large enough with respect to 1:

$$l(\theta) = P(\theta)$$

where  $P(\theta)$  is the number of intersections per unit length of the counting grid lines in the  $\theta$  direction.

Assuming the network is composed of a single segment of straight line, a rose plot of  $l(\theta)$  will consist of a circle going through the origine with a diameter perpendicular to the segment direction (Fig.2), whereas a rose plot of  $L(\theta)$  will consist of a spike in the direction of the line segment. Therefore for a complex segment distribution, a plot of  $L(\theta)$  will be easier to interpret, and the values of  $L(\theta)$  will have a physical meaning that  $l(\theta)$  lacks.

### 3. Analytical Inversion of $l(\theta)$ .

Because the function  $l(\theta)$  is specified by a finite number of data points  $l_k$  a discrete model will be used for  $L(\theta)$  specified by a discrete number of parameters  $L_i = L(\theta_i)$ . The integral equation (2) and the differential equation (3) are now reduced to linear equations. Equation (3) can be solved by finite differences, and equation (2) either by Fourier analysis (Thomas et al. 1981) or by direct integration by the trapezoid rule method. Finite differences and trapezoid rule formulations are equivalent. The trapezoid integration method has been chosen here because of its simplicity. Writing  $\theta_k = k\pi/n$  equation (2) is therefore reduced to

$$l_k = \sum_{i=1}^n L_i |\cos[(k-i)\pi/n]| \cdot (\pi/n)$$

which can be written as

$$l_k = \sum_{i=1}^n M_{ki} L_i$$

or

$$\underline{l} = \underline{M} \underline{L}$$

where

$$M_{ki} = (\pi/n) \cdot |\cos[(k-i)\pi/n]|$$

For the sake of simplicity we assume that the number of  $k$ 's and the number of  $i$ 's are both equal to  $n$ , and that  $n$  is even. This assumption is not restrictive, and because  $M$  is then a square matrix, the solution can then be expressed as :

$$\underline{L} = \underline{m} \underline{l}$$



where  $m$  is the inverse of  $M$  :

$$m.M = I$$

The trapezoid rule leads to

$$m_{ij} = \left(\frac{\pi}{n} \sin \frac{\pi}{n}\right)^{-1} \left[ \frac{1}{2} \delta(|i-j| - \frac{n}{2} - 1) - \delta(|i-j| - \frac{n}{2}) \cos \frac{\pi}{n} \right]$$

with

$$\begin{cases} \delta(\alpha) = 0 & \text{for } \alpha \neq 0 \\ \delta(\alpha) = 1 & \text{for } \alpha = 0 \end{cases}$$

In equation (9) three values of  $j$  only give non-zero  $m_{ij}$  for a given  $i$ . Therefore three values of  $l_k$  are involved in the computation of  $L_j$  (equation 8). It is much simpler than with a Fourier method, where all coefficients are non zero, and it can be programmed on a pocket calculator.

Equation (9) can be tested on a uniform distribution where  $l_k$  is a constant. In that case  $L_j$  is also a constant. If a random error of a few percent is introduced in  $l_k$  this error is amplified by the inversion and gives  $L_j$  values that show large oscillations around the mean value. Figure 3 shows that large negative values of  $L_j$  are obtained although by definition they don't have any physical meaning. Therefore a second step in the inversion process is needed to minimize these oscillations and suppress negative values.

#### 4. Numerical inversion

The relation between  $L(\theta)$  and  $\gamma(\theta)$  is given by equation (3). The second order derivative of  $\gamma(\theta)$  takes account of the smooth change of  $\gamma$  with  $\theta$ , but also of the local variation in the curvature of  $\gamma(\theta)$  due to data scatter. This is particularly true in the discretized model where second

order derivatives are computed from a finite number of data points, and can be written as follows :

$$\left[ \frac{d^2 l(\theta)}{d\theta^2} \right]_k = \left[ \frac{l_{k-1} + l_{k+1}}{2} - l_k \right] \left( \frac{n}{\pi} \right)^2$$

Setting  $\Delta h = \frac{l_{k-1} + l_{k+1} - 2l_k}{2}$  and  $\Delta\theta = \frac{\pi}{n}$

equation (10) can be expressed as :  $\frac{d^2 l}{d\theta^2} = \frac{\Delta h}{\Delta\theta^2}$

It is therefore possible to minimize the large variations observed in  $L_i$  by minimizing the values of  $\Delta h / \Delta\theta^2$  within reasonable limits. To do so data points are swept across the experimental error bar, and new values of  $l_k$ , called  $l'_k$ , are determined that minimize the following expression :

$$D^2 = \sum_{k=1}^n \left[ \frac{d^2 l(\theta)}{d\theta^2} \right]_k$$

with the constraint that

$$l_k - \Delta l_k < l'_k < l_k + \Delta l_k$$

where  $2\Delta l_k$  represents the experimental error bar.

$L_i$  values are determined from this new set of data through equation(9), and they will serve as initial distribution in the numerical inversion process after all negative values of  $L_i$  are set equal to zero. The final set of  $L_i$ 's is then numerically looked for that will minimize the sum of square of residuals in data space :

$$\epsilon^2(\underline{L}) = \|\underline{l}' - \underline{ML}\|^2$$

where  $M$  is defined by equation (7) and  $l'$  by equation (12). This minimization is achieved with the condition that all values remain positive. It can be noticed that if the initial  $L_j$  distribution computed by analytical inversion does not have any negative value the minimization process will not bring any change in the initial distribution, for this initial distribution being an exact solution to equation (7), then :

$$L = M^{-1} l'$$

therefore (13) can be written as :

$$\varepsilon^2(L) = \int (l' - MM^{-1}l')^2$$

so that

$$\varepsilon^2(L) = 0$$

Consequently the initial distribution is the distribution that minimizes  $\varepsilon^2(L)$ .

A program has been written that integrates the various steps described above, starting with data smoothing, inverting these data by the trapezoid rule, then suppressing the negative values and minimizing the sum of squares of residuals with the constraint that the resulting  $L_j$  be positive.



### III - APPLICATION TO SOME TEST CASES.

#### 1. Uniform distribution :

From equation (3) it is obvious that to a uniform  $l_k$  distribution should correspond a uniform  $L_i$  distribution. To test the program an initially uniform  $l_k$  distribution ( $l_k = 1.6$ ) was slightly altered by random errors of the order of 3%. Results are presented on figure 3. On that figure the solid line represents the inversion without any data smoothing. According to equation (3) the  $L_i$ 's should have values around 0.8. The computed values actually vary between 0.013 and 1.675. The second broken line corresponds to the same initial set of data, but these data are smoothed before analytical inversion within an error bar of 3%. The resulting  $l'_k$  values are all within 0.8% of their theoretical value, and the computed  $L_i$  within a few percent of their theoretical value. Therefore the data smoothing process greatly improves the analytical inversion. As noted above the minimization of  $\epsilon^2(L)$  doesn't bring any change in the  $L_i$  when the analytical inversion results in an initial distribution where all  $L_i$ 's are positive.

#### 2. Smoothly varying distribution

The following distribution  $l(\theta)$  was chosen for the possibility of carrying out analytical integration of equation (3) and comparing the results with that of the numerical integration. For  $l(\theta) = 2 - \frac{2}{3} \cos(2\theta)$  we get  $L(\theta) = 1 - \cos(2\theta)$ . This distribution is represented on figure 4. When input data to the whole program are given with a precision of the order of  $10^{-4}$   $L_i$  is obtained with a precision of 2.5%. With variations of up to 6% in the input data,  $L_i$  values are within 10% of the analytically exact solution when an error bar of 6% is specified for the data smoothing process.

### 3. Double spike distribution

A network consisting of two families of straight segments one in the direction  $\theta = 0$ , and the other in the direction  $\theta = \pi/4$  can be represented by the following function :

$$L(\theta) = 0.35 |\cos \theta| + 0.8 |\cos(\pi/4 - \theta)|$$

The corresponding  $L_i$  values are zero everywhere except at  $i = 3$ , and  $i = 12$  for  $n = 12$ , where they are respectively  $0.8/(\pi/12)$  and  $0.35/(\pi/12)$ . When input data are given with enough accuracy ( $10^{-3}$ ) the analytical inversion gives excellent results. Figure 5 shows results obtained with errors of the order of 3% in  $l_k$ , and  $\Delta l_k = 0$ . The agreement between theoretical and computed data is good.

#### IV - DISCUSSION

The multistep inversion process is greatly dependent upon the first step : the analytical inversion. How can errors resulting from analytical inversion be minimized ?

Let's define the residuals :

$$(14) \quad \Lambda_i = \bar{L}_i - L_i$$

where  $L_i$  is the exact value, and  $\bar{L}_i$  is the computed value. Similarly :

$$(15) \quad \lambda_i = \bar{T}_i - l_i$$

where  $l_i$  is the exact value, and  $\bar{T}_i$  the measured value. We have, by definition

$$\bar{L} = m\bar{T} \quad \text{and} \quad L = ml$$

so that :

$$(16) \quad \Lambda = m\lambda$$

The quality of the analytical inversion can be estimated through the sum of squares of residuals in L space :

$$\|\Lambda\|^2 = \|\mathbf{m} \lambda\|^2$$

Now  $\|\Lambda\|^2$  is a quadratic form and is therefore equal to its second order expansion :

$$(17) \quad \|\Lambda\|^2 = 1/2 \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n \left( \frac{\partial^2 \|\Lambda\|^2}{\partial \lambda_i \partial \lambda_j} \right)_{\lambda=0} \lambda_i \lambda_j$$

which can be used assuming  $\lambda_j$  doesn't get too large. It can be seen shown (appendix A) that, when  $\mathbf{m}$  is given by equation (9), then :

$$(18) \quad \left( \frac{\partial^2 \|\Lambda\|^2}{\partial \lambda_i \partial \lambda_j} \right)_{\lambda=0} = 2 \frac{\cos^2(\pi/n) + 1/4}{(\pi/n) \sin(\pi/n)} = C_n$$

which is independent of  $i$  and  $j$ , and depends only on  $n$ . Therefore :

$$(19) \quad \|\Lambda\|^2 = 1/2 C_n \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n \lambda_i \lambda_j$$

Let's assume now that most of the error is due to ends of segments or curving of segments (Figure 1) between two successive counting grid lines. For a given network the number of such singularities is proportional to the number of segments, where a segment is defined as a portion of curve between two singularities (either ends or curving of segments). Lets assume there is  $k_j$  segments in the  $j$  direction of the grid, and that the grid spacing  $p$  is chosen such that  $k$  does not depend on  $p$ ; or equivalently that the grid spacing is neither too large, nor too small with respect to the segments average length.



For each segment  $t$  the error  $\delta\lambda_t$  due to singularities is maximized by

$$(\delta\lambda_t)_{\max} = p$$

and the error  $\lambda_j$  is such that

$$(20) \quad (\lambda_j)_{\max} = \sum_{t=1}^k (\delta\lambda_t)_{\max} = k_j p$$

Therefore :

$$(21) \quad \|\Lambda\|_{\max}^2 = 1/2 C_n p^2 \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n k_i k_j$$

From formula (21) several points can be made :

1. For a given  $n$ ,  $\|\Lambda\|_{\max}^2$  will vary as the square of the counting grid spacing  $p$ .
2. For a given  $p$ ,  $\|\Lambda\|_{\max}^2$  will vary as  $C_n$  which itself varies as  $n^{4.5}$ , multiplied by  $\sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n k_i k_j$ . This last term reflects the segment distribution of the analyzed network : if in a given direction there is a high number of segments, then the corresponding error due to singularities will jump and be reflected in  $\|\Lambda\|_{\max}^2$  through that last term.

These results are exemplified by the analysis of a network represented on Figure 6. The theoretical  $l_k$  values are obtained from the double spike equation :

$$(22) \quad l_k = 0.1 |\cos(\pi/k)| + 0.25 |\cos(\pi/4 - \pi/k)|$$

which represents a network consisting of a density of 0.1 unit length per unit area in the direction  $\theta = 0$  and 0.25 unit length per unit area in the direction  $\theta = \pi/4$ . Table I gives  $l_k$  measured with  $n = 12$  and 24, and  $p = 0.5, 1.0,$  and  $2.0$  units. Table II and III give  $L_i$  computed from equation (9) in units per unit area and unit angle.

On table I the error in the measured values  $\lambda_j$  are centred around zero : the mean does not exceed 10% of the maximum value of  $l_j$  but the standard deviation from the mean is increasing proportionally to the increase in grid spacing  $p$ , as we assumed (equation(21) and  $k_j$  independant of  $p$ .)

On table II the results follow the trend predicted from equation (19) : the mean of  $\Delta_j$  is always negligible compared to the maximum  $L_j$  values, but the standard deviation increases with larger  $p$  and increases with larger  $n$ . This means that, for a given  $p$  an increase in the number of angular steps  $n$  in order to get a better angular resolution will result in a less accurate analytical inversion. One solution is therefore to decrease simultaneously the grid spacing  $p$ .

## V - CONCLUSION

We have presented a multistep inversion process. The first part is an analytical inversion through a simple integration process, that is easily programmed on a pocket calculator. The analytical results are very sensitive to input data scatter. Reducing the angular step value alone for better angular resolution leads to larger computational errors in the analytical results, with values that can even be negative. However test cases indicate that these results can be greatly improved if the counting grid spacing and the angular step value are decreased simultaneously.

The numerical inversion, starting from the analytical results takes account of the data scatter and eliminate spurious output data points. One way of experimentally determining the data scatter is to do, for a few input data points, several repeated measurements with the grid slightly translated of up to half the grid spacing.

The numerical inversion process has been tested on several distributions which cover about all extreme cases (uniform, smoothly varying and spike). In all cases the output data precision is of the order of the input data precision.



Appendix A.

The sum of square of residuals in L space is by definition :

$$\|\Lambda\|^2 = \|\mathbf{m}\lambda\|^2 \quad (1A)$$

where  $\mathbf{m}$  is defined by equation (9), and  $\lambda$  is the error on the input data.

Now 
$$\frac{\partial \|\Lambda\|^2}{\partial \lambda_i} = \sum_{k=1}^n 2 \Lambda_k \frac{\partial \Lambda_k}{\partial \lambda_i}$$

and 
$$\left[ \frac{\partial^2 \|\Lambda\|^2}{\partial \lambda_i \partial \lambda_j} \right]_{\lambda=0} = 2 \left[ \sum_{k=1}^n \frac{\partial \Lambda_k}{\partial \lambda_i} \frac{\partial \Lambda_k}{\partial \lambda_j} \right]_{\lambda=0}$$

Therefore, taking account of equation (1A) :

$$\left[ \frac{\partial^2 \|\Lambda\|^2}{\partial \lambda_i \partial \lambda_j} \right]_{\lambda=0} = 2 \sum_{k=1}^n m_{ki} m_{kj}$$

but

where 
$$m_{ik} = \left( \frac{\pi}{n} \sin \frac{\pi}{n} \right)^{-1} \left[ \frac{1}{2} \delta \left( |i-k| - \frac{n}{2} \right) - 1 \right] - \delta \left( |i-j| - \frac{n}{2} \right) \cdot \cos \left( \frac{\pi}{n} \right)$$

$$\begin{aligned} \delta(\alpha) &= 0 \quad \text{if } \alpha \neq 0 \\ \delta(\alpha) &= 1 \quad \text{if } \alpha = 0 \end{aligned}$$

so that actually

$$2 \sum_{k=1}^n m_{ki} m_{kj} = 2 \sum_{k=1}^n m_{ki}^2$$

and

$$2 \sum_{k=1}^n m_{ki}^2 = \left( \frac{\pi}{n} \right)^2 \sin^2 \frac{\pi}{n} \cdot \left( \cos^2 \frac{\pi}{n} + \frac{1}{4} \right)$$

which is constant for a given  $n$ , consequently :

$$\left[ \frac{\partial^2 \|\Lambda\|^2}{\partial \lambda_i \partial \lambda_j} \right]_{\lambda=0} = C_n$$

with

$$C_n = 2 \left( \frac{\pi}{n} \sin \frac{\pi}{n} \right)^{-2} \cdot \left( \cos^2 \frac{\pi}{n} + \frac{1}{4} \right) .$$

BIBLIOGRAPHIE

- (1) Brace W.F., Silver E., Hadley K. & Goetze C.  
A closer look at cracks and pores. *Science* 178,  
162-163 (1972).
- (2) Tapponnier P. & Brace W.F. Development of stress induced  
microcracks in Westerly Granite.  
*Int. J. Rock Mech. Min. Sci & Geomech Abstr.* 13, 103-112 (1976).
- (3) Delesse A. Pour déterminer la composition des roches.  
*Ann. des Mines* 13, 379-388 (1848).
- (4) Hilliard J.E. Volume fraction analysis by quantitative metallography.  
Rep. N°61 RL 2652 M. General Electric Res. Lab. (1961).
- (5) Wong T.F. Micromechanics of faulting in Westerly Granite.  
*Int. J. Rock Mech. Min. Sci. & Geomech. Abstr.* 19, 49-64 (1982).
- (6) Wong T.F. Shear fracture energy of Westerly Granite from post-failure  
behavior. *J.G.R.* 87, 990 - 1000 (1982).
- (7) Priest S. D. & Hudson J.A.  
Discontinuity spacings in rock  
*Int. J. Rock. Mech. Min. Sci & Geomech.*  
*Abstr.* 13, 135 - 148 (1976).
- (8) Razack M. A distribution law of fractures :  
Interest for fissured reservoir hydrogeology  
*C.R. Acad Sc. Paris* 294, II-1295 (1982).

- (9) Thomas A., Therme P. & Richard P. A new method for quick measuring and computing parameters of rock jointing. 22nd symposium on rock mechanics MIT. (1981).
- (10) Underwood E.E. Quantitative Stereology . pp 274. Addison-Wesley, Reading (1970).



Figure 1 : Measurement of the projected length  $s$  of a curvilinear segment with a grid consisting of  $k$  parallel lines a distance  $p$  apart from each other.  $X$  represents singularities.

Figure 2 : a. Rose plot of the measured projected length for a network consisting of a line segment.

b. Rose plot of the real length per unit area from inversion of projected length.

Figure 3 : Inversion of a uniform distribution with  $l_k = 1.6$  units. Large oscillations around the theoretical value  $L_i = 0.8$  result from plain analytical inversion with  $\Delta l_k = 3\%$  (solid line). Numerical inversion, which takes account of  $\Delta l_k$  suppresses almost all oscillations (broken line).

Figure 4 : Inversion of a smoothly varying distribution. The thin solid line results from the analytical inversion of raw data. The broken line is the result of the numerical inversion, and the thick solid line the exact solution.

Figure 5 : Inversion of a spike distribution. Symbols are identical to figure 3 and 4.

Figure 6 : Network representing a double spike distribution of 20 units in length in the direction  $\theta = 0$  and 50 units in the direction  $\theta = \pi/4$ , for 200 units in surface area. Measurements and inversion results are on tables I, II and III.

Table I : Input data for the network of figure 5. First column is from equation (22) with a precision of  $10^{-6}$ , other columns are measured values with a grid spacing varying from 0.5 to 2 units.  $\langle \lambda \rangle$  is the mean error and  $\sigma_\lambda$  the standard deviation from the mean error.

Table II : Analytical inversion output data with  $n = 24$ ,  $p$  varying from 0.5 to 2 units.  $\langle \Lambda \rangle$  is the mean error and  $\sigma_{\Lambda}$  the standard deviation from the mean error.

Table III : Analytical inversion output data with  $n = 12$ , and  $p$  varying from 0.5 to 2 units.  $\langle \Lambda \rangle$  is the mean error and  $\sigma_{\Lambda}$  the standard deviation from the mean error.

n	exact values	measured values		
		P = 0.5	P = 1.0	P = 2.0
1	0.297483	0.3000	0.3000	0.3000
2	0.313099	0.3150	0.3200	0.3100
3	0.323358	0.3300	0.3200	0.3300
4	0.328084	0.3300	0.3350	0.3300
5	0.327197	0.3275	0.3250	0.3100
6	0.320711	0.3200	0.3200	0.3300
7	0.308737	0.3100	0.3100	0.3000
8	0.291481	0.2975	0.2950	0.2900
9	0.269238	0.2675	0.2750	0.2800
10	0.242388	0.2450	0.2350	0.2500
11	0.211391	0.2175	0.2200	0.2200
12	0.176777	0.1775	0.1800	0.1700
13	0.165243	0.1625	0.1600	0.1800
14	0.150882	0.1525	0.1450	0.1500
15	0.133939	0.1375	0.1400	0.1300
16	0.114705	0.1175	0.1150	0.1500
17	0.093508	0.0950	0.0950	0.0900
18	0.070711	0.0750	0.0700	0.0600
19	0.111967	0.1150	0.1150	0.1100
20	0.151307	0.1525	0.1500	0.1700
21	0.188059	0.1825	0.1800	0.1800
22	0.221593	0.2225	0.2250	0.2300
23	0.251335	0.2550	0.2500	0.2500
24	0.276777	0.2775	0.2750	0.2700
n = 24				
< $\lambda$ >		- 0.0018	- 0.0006	- 0.0035
$\sigma_\lambda$		0.0028	0.0046	0.0108
n = 12				
< $\lambda$ >		- 0.0020	- 0.0006	- 0.0043
$\sigma_\lambda$		0.0018	0.0044	0.0128

Table I : Input data for the network of figure 5. First column is from equation (22) with a precision of  $10^{-6}$ , other columns are measured values with a grid spacing varying from 0.5 to 2 units. <  $\lambda$  > is the mean error and  $\sigma_\lambda$  the standard deviation from the mean error.



- T A B L E II -

n	from exact values	from measured values		
		P = 0.5	P = 1.0	P = 2.0
1	0.000010	0.2277	0.2264	- 1.0804
2	- 0.000011	- 0.0700	0.3652	0.3677
3	0.000021	- 0.0775	- 0.5152	1.2357
4	- 0.000011	- 0.0143	0.2039	- 2.2660
5	- 0.000002	0.1207	- 0.0988	0.9230
6	1.909853	1.7934	2.0835	2.3712
7	- 0.000006	- 0.0156	- 0.2351	0.3477
8	0.000026	- 0.1431	- 0.0712	- 1.3781
9	- 0.000008	0.3840	0.5291	1.2607
10	0.000014	- 0.1081	- 0.4726	- 0.7628
11	0.000012	- 0.1650	0.1252	0.1252
12	- 0.000008	0.1389	0.1377	0.4278
13	0.000000	- 0.0693	0.0039	- 0.4351
14	0.000006	0.1577	- 0.4251	0.4479
15	- 0.000007	0.2737	0.5992	- 0.4200
16	0.000018	0.0921	- 0.5639	- 0.4200
17	- 0.000017	0.0177	0.3091	1.3258
18	- 0.000016	0.0871	0.0139	- 1.2980
19	0.000017	0.0821	0.0089	0.7355
20	0.000009	- 0.3632	0.0014	0.1452
21	- 0.000008	0.3534	- 0.4476	- 0.4451
22	0.000010	- 0.0236	0.8493	0.1252
23	- 0.000001	- 0.2569	- 0.6214	- 0.4751
24	0.763928	0.8205	0.6754	1.8410
$\langle \Lambda \rangle$	$- 7 \times 10^{-8}$	$6 \times 10^{-4}$	$3.6 \times 10^{-2}$	$1.1 \times 10^{-3}$
$\sigma_{\Lambda}$	$1.2 \times 10^{-5}$	$1.8 \times 10^{-1}$	$3.8 \times 10^{-1}$	$9.3 \times 10^{-1}$

Table II : Analytical inversion output data with n = 24, p varying from 0.5 to 2 units.  $\langle \Lambda \rangle$  is the mean error and  $\sigma_{\Lambda}$  the standard deviation from the mean error.

- T A B L E III -

n	from exact values	from measured values		
		P = 0.5	P = 1.0	P = 2.0
1	0.000003	0.0029	0.1098	0.2230
2	0.000000	0.0037	- 0.0529	- 0.5887
3	0.954925	0.9232	0.9576	1.5060
4	0.000010	0.0213	0.0385	- 0.2835
5	- 0.000006	0.0012	- 0.0713	- 0.0319
6	- 0.000001	0.0104	0.1014	0.1358
7	0.000001	- 0.0076	- 0.0605	0.0083
8	0.000003	- 0.0185	- 0.0529	0.0184
9	- 0.000008	0.0687	0.0871	- 0.1292
10	0.000007	- 0.0718	- 0.1099	0.1458
11	0.000003	0.0125	0.1551	- 0.1694
12	0.381966	0.4029	0.2381	0.5282
< $\Lambda$ >	$9.8 \times 10^{-8}$	$1.1 \times 10^{-3}$	$2.7 \times 10^{-4}$	$2.2 \times 10^{-3}$
$\sigma_{\Lambda}$	$5.5 \times 10^{-6}$	$3.4 \times 10^{-2}$	$9.7 \times 10^{-2}$	$2.8 \times 10^{-1}$

Table III : Analytical inversion output data with n = 12, and p varying from 0.5 to 2 units. <  $\Lambda$  > is the mean error and  $\sigma_{\Lambda}$  the standard deviation from the mean error.

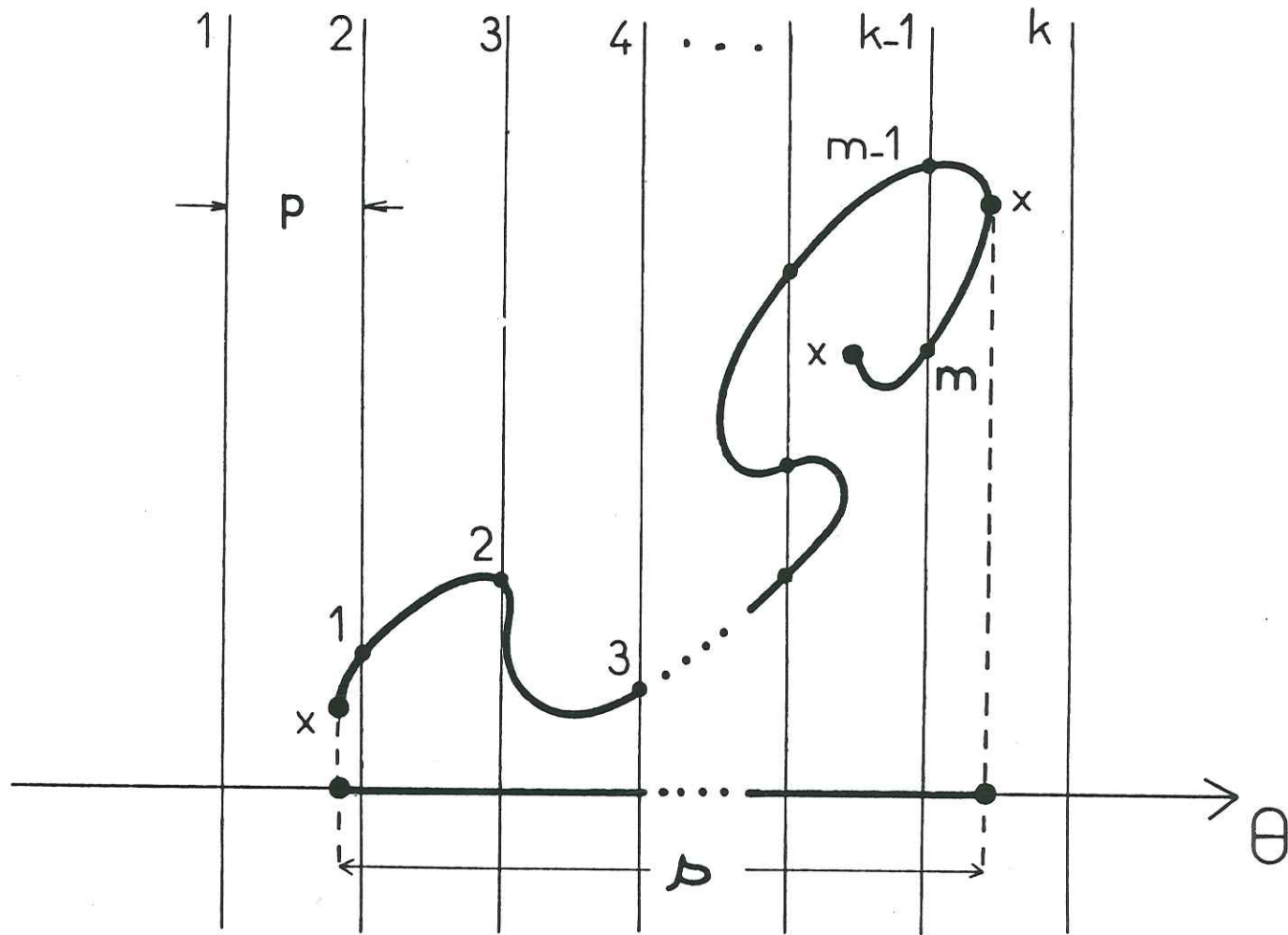
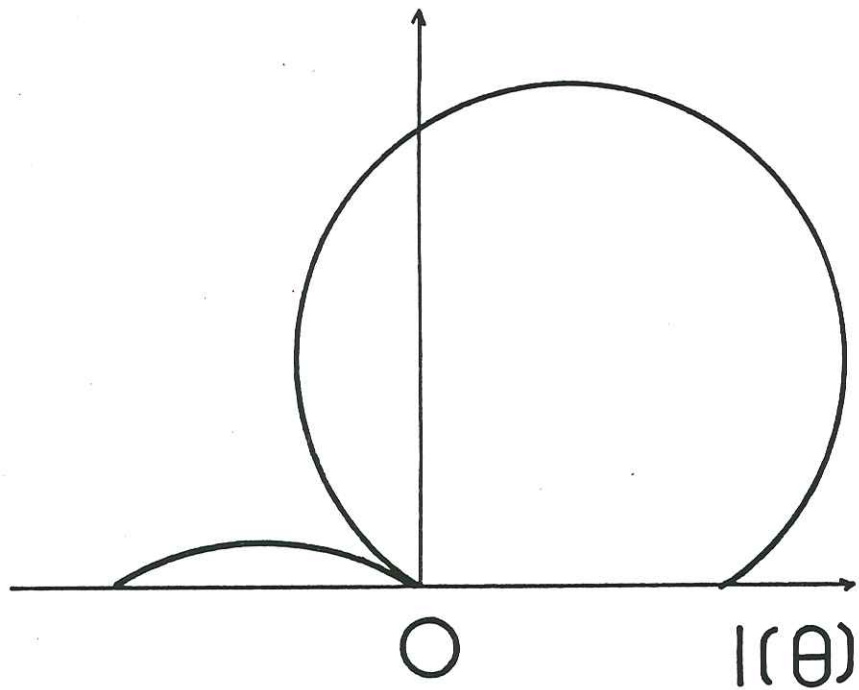
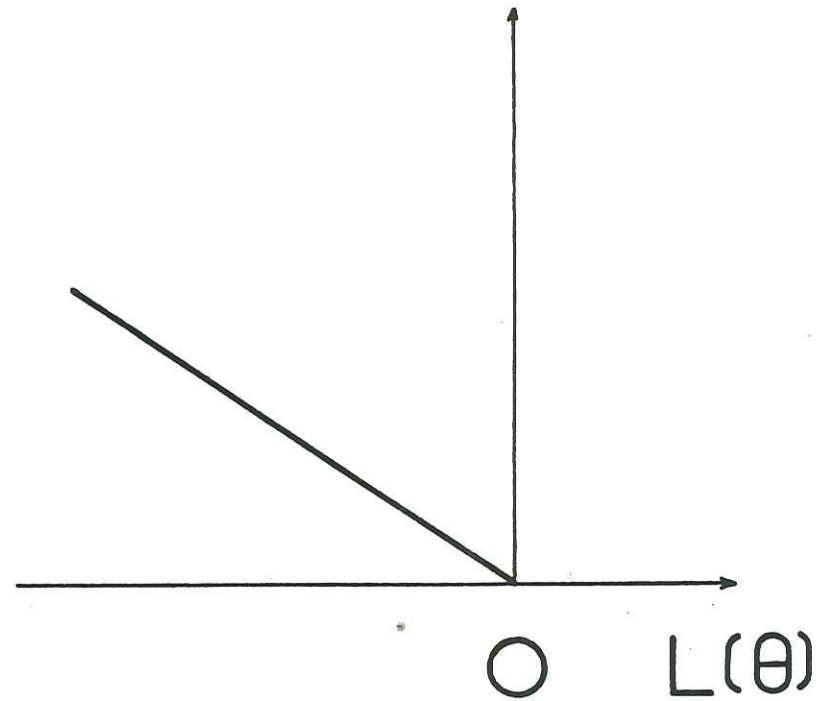


Figure 1 : Measurement of the projected length  $s$  of a curvilinear segment with a grid consisting of  $k$  parallel lines a distance  $p$  apart from each other.  $x$  represents singularities.





a



b

Figure 2 : a. Rose plot of the measured projected length for a network consisting of a line segment.

b. Rose plot of the real length per unit area from inversion of projected length.

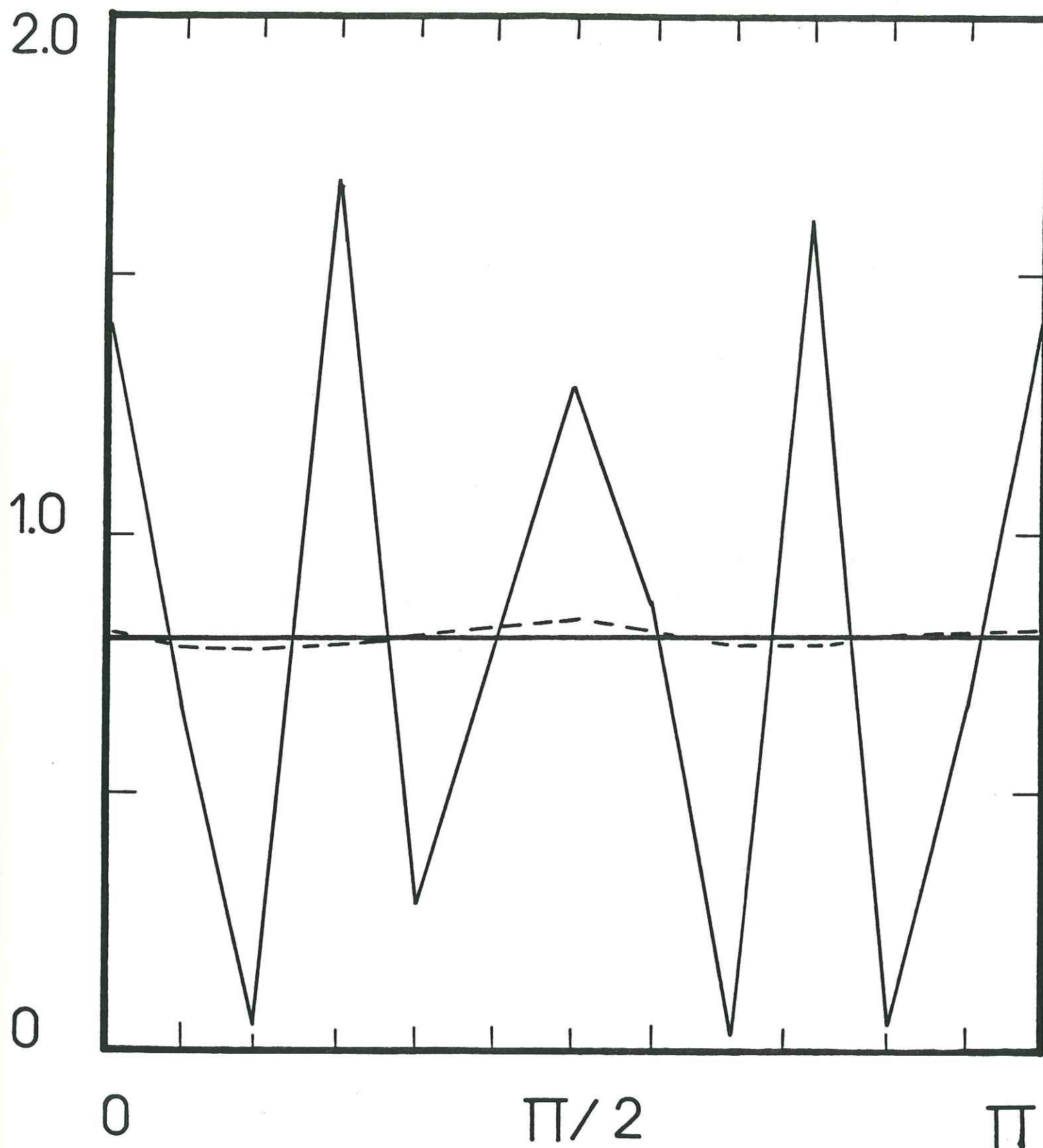
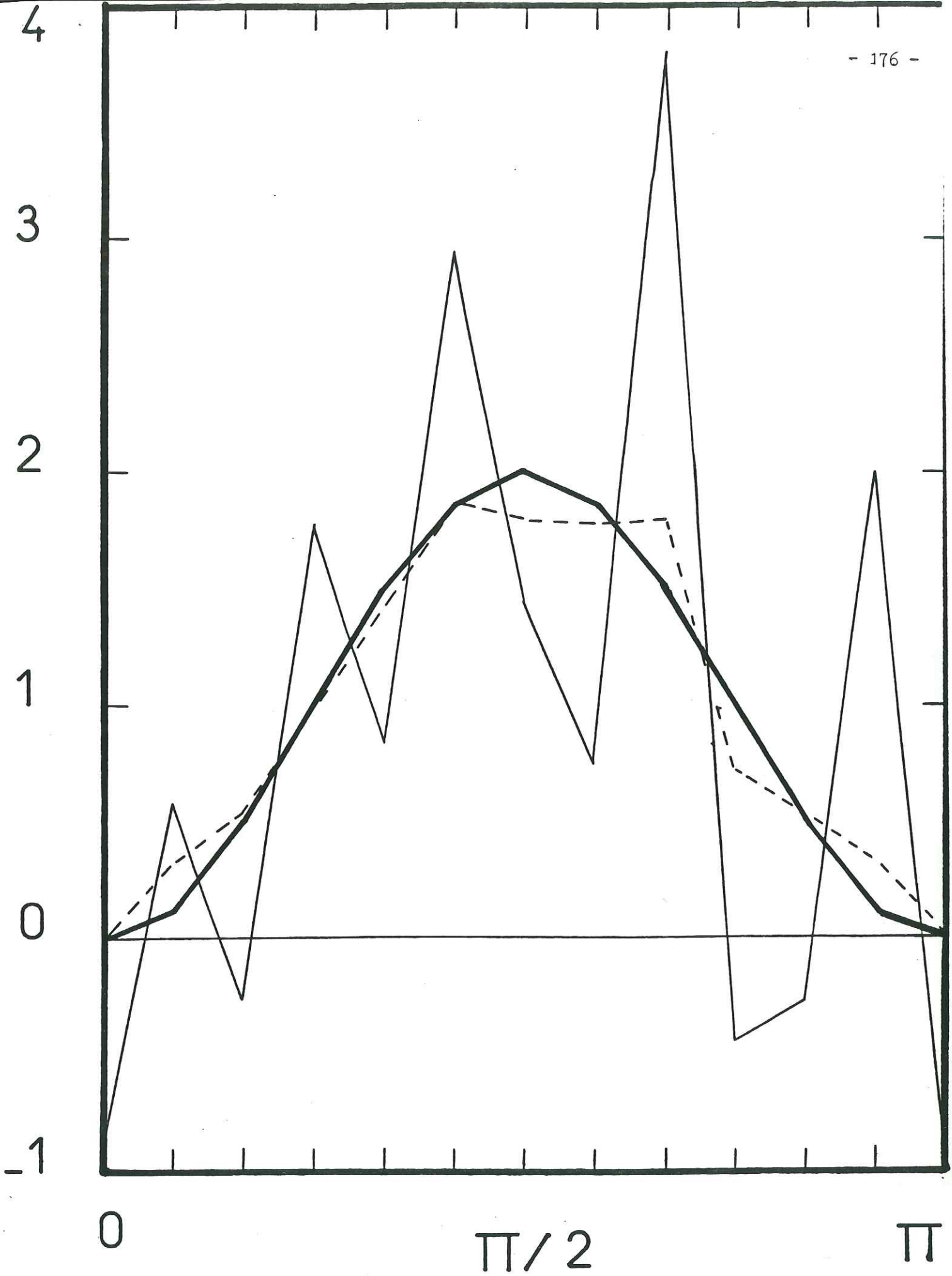


Figure 3 : Inversion of a uniform distribution with  $l_k = 1.6$  units. Large oscillations around the theoretical value  $L_i = 0.8$  result from plain analytical inversion with  $\Delta l_k = 3\%$  (solid line). Numerical inversion, which takes account of  $\Delta l_k$  suppresses almost all oscillations (broken line).

Figure 4 : Inversion of a smoothly varying distribution. The thin solid line results from the analytical inversion of raw data. The broken line is the result of the numerical inversion, and the thick solid line the exact solution.





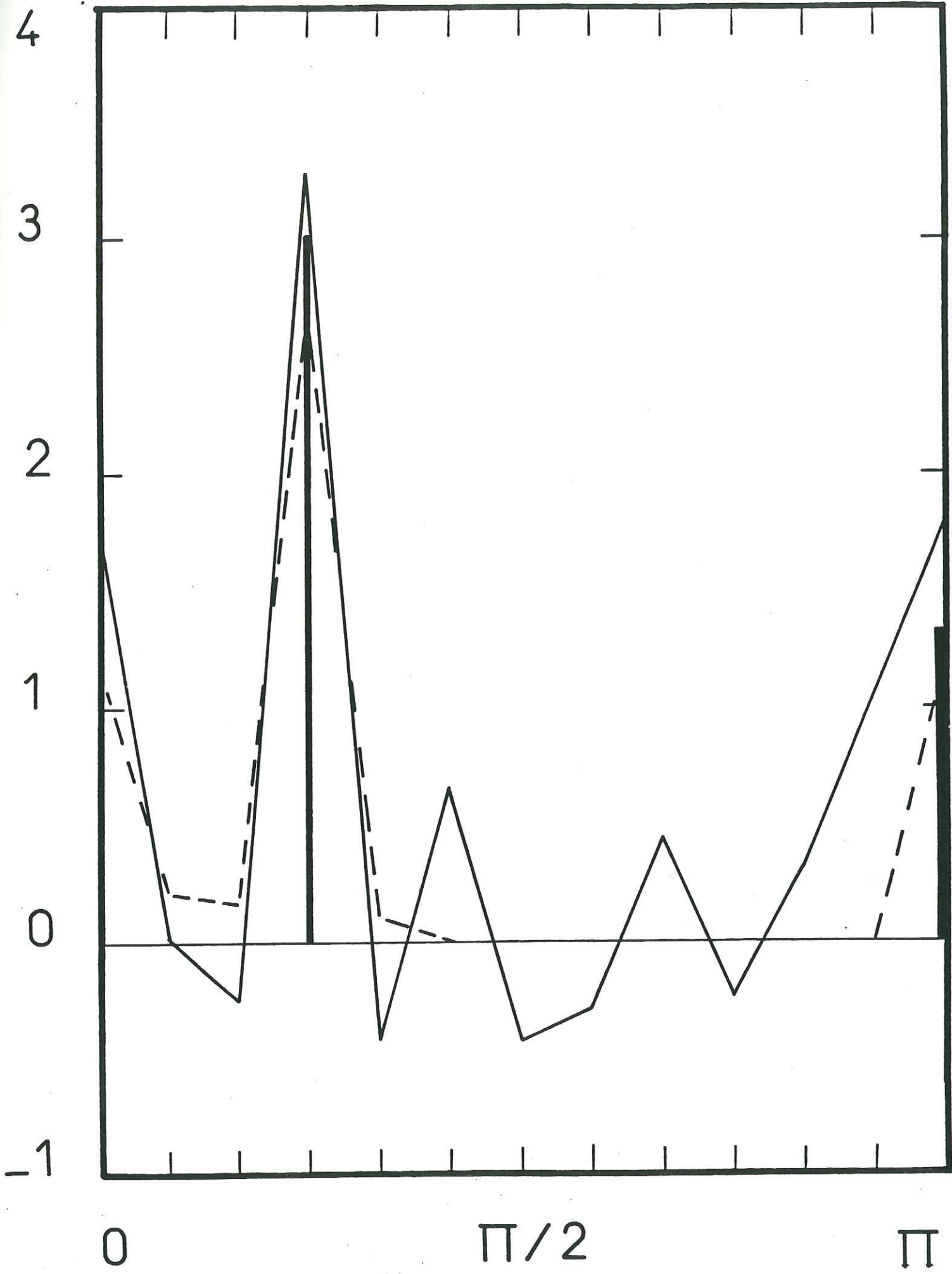


Figure 5 : Inversion of a spike distribution. Symbols are identical to figure 3 and 4.

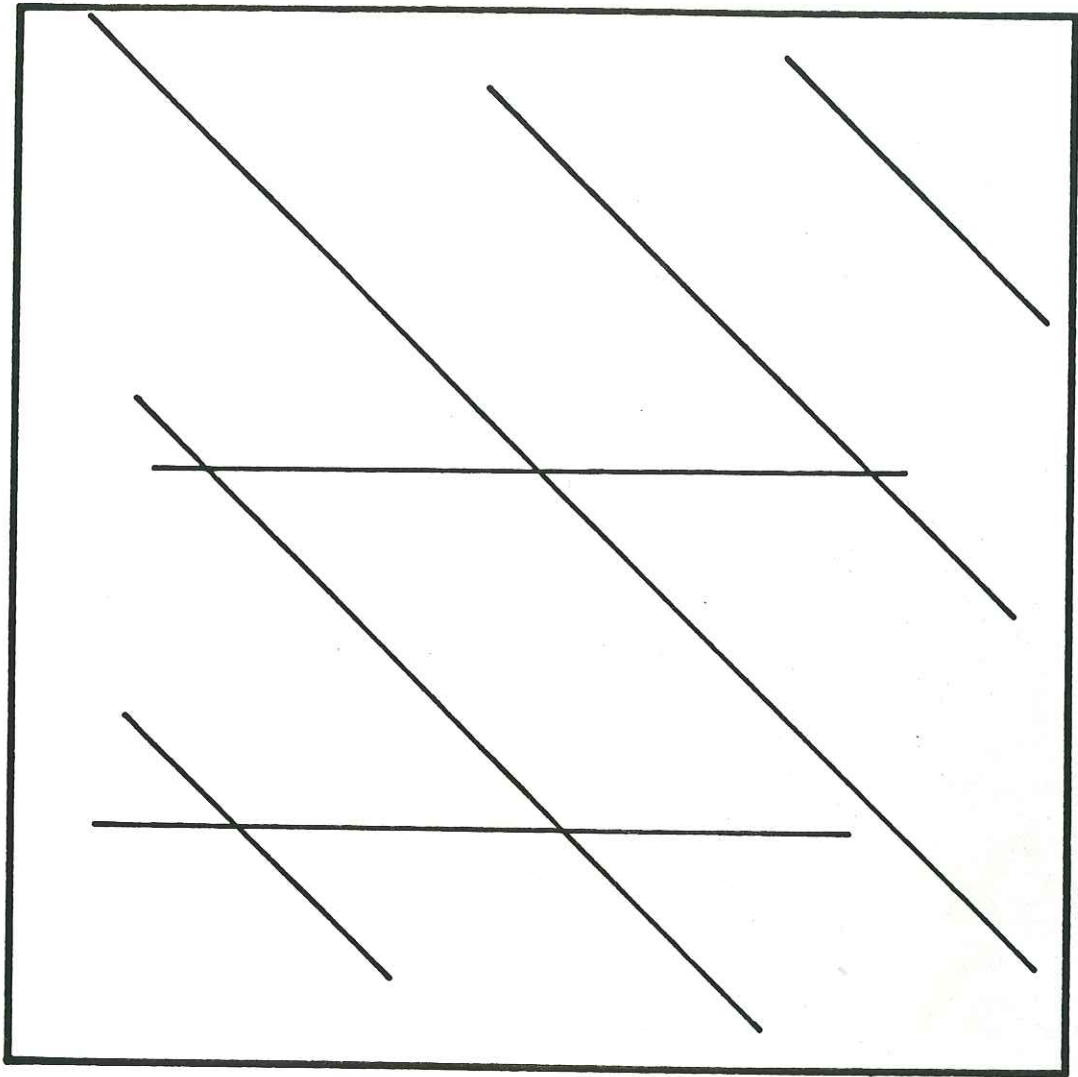


Figure 6 : Network representing a double spike distribution of 20 units in length in the direction  $\theta = 0$  and 50 units in the direction  $\theta = \pi/4$ , for 200 units in surface area. Measurements and inversion results are on tables I, II and III.



## R E S U M E

Les propriétés mécaniques de différents types de matériaux géologiques sont étudiées en laboratoire. Ce sont d'abord les propriétés d'agrégats artificiels de calcite et de quartz, mettant en évidence le comportement rhéologique volumique et la réduction de porosité en fonction du temps, des pressions de confinement appliquées et de la température. Le second type de matériau est un diabase, roche basaltique microcristalline dont le comportement est étudié à la température de 1000°C. La diminution de la pression de confinement entraîne le passage d'un comportement ductile à un comportement fragile, cette transition dépendant de la vitesse de déformation. Le troisième système étudié est constitué de deux matériaux séparés par une interface. L'auteur analyse la relation entre les propriétés mécaniques des matériaux constitutifs et les propriétés de l'interface. Les expériences sont interprétées en parallèle à une simulation numérique et les valeurs des paramètres déterminées selon leur utilisation dans le calcul. Finalement l'auteur présente une étude technique sur l'inversion des données de stéréologie relatives à la quantification d'un réseau de fractures. Une inversion analytique simple est comparée à une technique numérique en plusieurs phases.

### Mots-Clés

Frittage, basalte, calcite, quartz, rhéologie, fluage, ductile, fragile, interface, friction, stéréologie, inversion, réseau de fractures.