



Déformation expérimentale à Haute Température et Haute Pression de magmas partiellement cristallisés

Rémi Champallier

► To cite this version:

Rémi Champallier. Déformation expérimentale à Haute Température et Haute Pression de magmas partiellement cristallisés. Géologie appliquée. Université d'Orléans, 2005. Français. NNT: . tel-00008988

HAL Id: tel-00008988

<https://theses.hal.science/tel-00008988>

Submitted on 11 Apr 2005

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

présentée
à l'Université d'Orléans

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ D'ORLÉANS

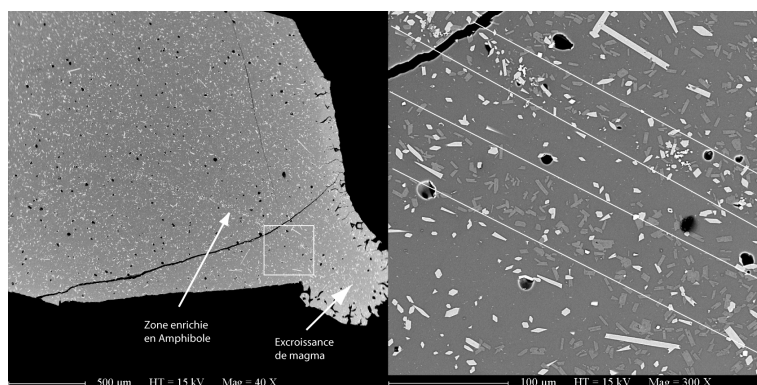
Discipline: Sciences de la Terre et de l'Atmosphère
Spécialité: Pétrologie Expérimentale HT-HP

par

Rémi CHAMPALLIER

sur le sujet:

Déformation expérimentale à Haute Température et Haute Pression de magmas partiellement cristallisés.



Soutenue Publiquement le 28 Janvier 2005 devant le jury composé de:

Pr. Anne NEDELEC
Dr. Micha BYSTRICKY
Pr. Michel FAURE
Dr. Didier LAPORTE
Dr. Michel PICHAVANT
Dr. Bruno SCAILLET

Université de Toulouse
ETH Zürich
Université d'Orléans
CR CNRS Clermont-Ferrand
DR CNRS Orléans
CR CNRS Orléans

Examinatrice
Rapporteur
Examineur
Rapporteur
Directeur de thèse
Examineur

REMERCIEMENTS

Je voudrais en premier lieu remercier Bruno Scaillet et Michel Pichavant pour la confiance qu'ils m'ont accordé, tout d'abord, en me confiant ce sujet de thèse puis tout au long de ces cinq années. Je les remercie également pour m'avoir transmis une partie de leur savoir scientifique et technique.

Je souhaiterais également associer à ces remerciements, José Pons, qui fut un des initiateurs de ce sujet. Même si les difficultés techniques rencontrées m'ont éloigné des préoccupations de terrain, je n'ai jamais perdu de vue l'objectif initial et ne désespère pas d'obtenir un jour des résultats directement applicables sur le terrain. Ceci dit, José, tu aurais pu faire l'effort de venir à ma soutenance ou au moins venir boire un coup au pot!

Comment ne pas associer aux encadrants de cette thèse, Laurent Arbaret. Même s'il ne fut pas un encadrant officiel de ce travail, sa participation, sa collaboration et sa disponibilité en firent un encadrant de fait.

Je remercie également les membres du jury: Anne Nedelec, Misha Bystricky, Michel Faure, Didier Laporte, Michel Pichavant et Bruno Scaillet qui ont accepté de juger ce travail.

Je voudrais également remercier le Professeur Jean-Pierre Burg et Misha Bystricky - et à travers eux l'ETH de Zürich - pour nous avoir permis de réaliser les expériences sur la presse Paterson de l'ETH.

Merci également au CNRS, à l'Université d'Orléans et tout particulièrement à l'Institut des Sciences de la Terre d'Orléans. Merci à sa directrice, Elisabeth Vergès et à tous ses membres et plus particulièrement à ceux qui, de près ou de loin, d'une manière ou d'une autre, ont apporté leur pierre à l'édifice, avec une mention spéciale pour Messieurs Laurent (Peilleron), Dédé (Lefèvre) et Didier (Bellenoue), Nathalie (Pothier), le Docteur Olivier (Rouer), Chantal (Lecoq), Fabienne (Le Bilhan), Patricia (Benoist), Fabrice (Gaillard), Stéphane (Poussineau), Fabrice (Muller), Jean-Michel (Bény), Dominique (Panis), Clairette (Ramboz) et mes excuses à ceux que j'oublie...

Comment ne pas saluer ici, les illustres membres de la non moins illustre "*International Marcel Association*" (IMA). En premier lieu, je saluerais le co-fondateur de cette illustre association, Gianluca Iezzi ainsi que son premier président, Yoann Copard; sans oublier deux des membres les plus représentatifs et influents, j'ai nommé: Fabrice Gaillard et Hervé Noël. Que soient donc remerciés ici tous les Marcells et les "Pink Floyds" de la terre. Je voudrais profiter de l'évocation de ces temps ancestraux pour saluer les anciens: Sophie et Arnaud, Elisabeth, Kalin, Michel, Duncan...

Et pour remonter encore dans le temps, les potes de clermont, en particulier Steph, Xav et Nath; et ceux de terminale qui, treize ans après le bac, sont toujours là fidèles au poste: Bertrand, Yannick, David, Nanax, Béné, Dom, Laure-Emanuelle, Elisabeth et leur compagne et compagnons respectifs...

At last but not least, ma famille: tout d'abord, mes parents, ma sœur et mes grands-mères pour m'avoir soutenu et encouragé tout au long de ces années et m'avoir permis de réaliser les études que je souhaitais. Enfin, un immense merci à ma future femme, Caroline, et à notre fils, Timothé, pour m'avoir donné le courage de terminer et avoir supporté la dure période de la rédaction. Je vous aime...

TABLE DES MATIERES

Chapitre I: INTRODUCTION ET PROBLEMATIQUE..... 11

Chapitre II: DEFINITION DE LA STRATEGIE EXPERIMENTALE..... 21

<i>II.1. PROCEDURE EXPERIMENTALE.</i>	23
II.1.1. Cristallisation sous contrainte.....	23
II.1.2. Réorientation des cristaux sous l'effet de contraintes différentielles.....	24
<i>II.2. LES DIFFERENTS TYPES DE DEFORMATION.</i>	26
II.2.1. Cisaillement Pur.	26
II.2.1.1. Définition.	26
II.2.1.2. Grandeurs liées au cisaillement pur.	27
II.2.2. Cisaillement Simple.....	27
II.2.2.1. Définition.	27
II.2.2.2. Grandeurs liées au cisaillement simple.	28
II.2.3. Choix du type de déformation.	28
<i>II.3. CONTRAINTES LIEES A L'EXPERIMENTATION HT-HP.</i>	29
II.3.1. Choix de l'appareillage HT-HP utilisé.....	29
II.3.2. Présentation des autoclaves à chauffage interne.....	30
II.3.2.1. Généralités.....	30
II.3.2.2. Le système de mise sous pression 31	
II.3.2.3. L'autoclave.....	32
II.3.2.3.1. Généralités 32	
II.3.2.3.2. L'enceinte Haute Pression (HP). 34	
II.3.2.3.3. Les obturateurs..... 34	
II.3.2.3.4. Les fours (Première génération)..... 37	
II.3.2.3.5. Les fours (Deuxième génération) 39	
II.3.2.3.6. Régulation de la température 41	
II.3.2.3.7. Le système de trempe..... 44	

Chapitre III: - Mise au point d'un appareil de deformation coaxiale à ressort 47

<i>III.1. PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT.</i>	49
III.1.1. Généralités sur les viscosimètres à plaques parallèles.	49
III.1.2. Description de l'appareil mis au point.	50
III.1.2.1. Avant-propos.	50
III.1.2.2. Description générale.	51
III.1.2.3. Performances théoriques.....	52
III.1.2.3.1. Taille de l'échantillon.....	52
III.1.2.3.2. Contrainte appliquée.....	53
III.1.2.3.3. Quantité et taux de déformation.....	54
III.1.2.3.4. Gamme de viscosité de travail 55	
III.1.2.3.5. Limitations.	56

<i>III.2. ESSAIS A UNE ATMOSPHERE.....</i>	<i>57</i>
III.2.1. Généralités.....	57
III.2.2. Matériau test.....	57
III.2.3. Préparation des échantillons.....	58
III.2.4. Essais d'encapsulage.....	58
III.2.5. Mesure de viscosité.....	60
III.2.5.1. Préambule: Déroulement d'une expérience.....	60
III.2.5.2. Mesure en temps réel de la déformation.....	60
III.2.5.3. Théorie mathématique.....	62
III.2.5.4. Résultats.....	64
III.2.5.5. Précisions et sources potentielles d'erreurs.....	65
III.2.6. Essais de déformation à 1 bar de magma partiellement cristallisé.....	68
<i>III.3. Essais de déformation sous pression.....</i>	<i>71</i>
III.3.1. Matériau de départ.....	71
III.3.2. Suivi de la déformation.....	72
III.3.3. Résultats.....	73
<i>III.4. Conclusions.....</i>	<i>75</i>

Chapitre IV: - Mise au point d'un appareil de deformation coaxiale a masse mobile..... 77

<i>IV.1. Principe de fonctionnement.....</i>	<i>79</i>
IV.1.1. Stratégie.....	79
IV.1.1.1. Objectifs.....	79
IV.1.1.2. Considérations théoriques.....	79
IV.1.1.3. Calculs préliminaires.....	80
IV.1.2. Description.....	81
<i>IV.2. Performances.....</i>	<i>84</i>
IV.2.1. Performances théoriques.....	84
IV.2.2. Imprécisions et limitations.....	85
<i>IV.3. Premiers résultats.....</i>	<i>88</i>
IV.3.1. Tests sur Eburru.....	88
IV.3.2. Tests sur Sérifos.....	89
IV.3.2.1. Procédures expérimentales.....	89
IV.3.2.2. Résultats et interprétation.....	89
<i>IV.4. Solutions techniques.....</i>	<i>92</i>
IV.4.1. Conclusions partielles.....	92
IV.4.2. Encapsulages spéciaux.....	93
IV.4.2.1. Le double cylindre de verre séparé d'une feuille d'or.....	93
IV.4.2.2. Le double cylindre surhydraté.....	95
IV.4.2.3. La modification des conditions redox.....	97
<i>IV.5. Conclusion.....</i>	<i>100</i>

Chapitre V: - EXPERIENCES EN TORSION EN PRESSE PATERSON 105

<i>V.1. Introduction: Historique des presses et de l'étude.....</i>	<i>107</i>
<i>V.2. Description des presses paterson.....</i>	<i>108</i>
V.2.1. Principe de fonctionnement.....	108
V.2.2. Description générale.....	109
V.2.3. La colonne échantillon.....	110
V.2.4. Performances.....	112
V.2.4.1. Pression - Température - Echantillon.....	112
V.2.4.2. Déformation coaxiale.....	112
V.2.4.3. Déformation en torsion.....	112
V.2.4.4. Relations mathématiques en déformation en torsion.....	113
V.2.4.5. Correction pour l'effet de la jaquette.....	115
<i>V.3. Procédure expérimentale.....</i>	<i>115</i>
V.3.1. Choix du type de déformation.....	115
V.3.2. Choix de la nature des échantillons.....	116
V.3.3. Préparation des échantillons pour les expériences de déformation.....	117
V.3.4. Détermination d'une fenêtre de travail optimale.....	119
<i>V.4. Résultats.....</i>	<i>123</i>
V.4.1. Rhéologie des suspensions.....	123
V.4.1.1. Présentation des résultats.....	123
V.4.1.2. Interprétation des résultats.....	126
V.4.1.2.1. Reproductibilité des mesures.....	126
V.4.1.2.2. Principales sources potentielles d'erreurs.....	128
V.4.1.2.3. Comparaison avec les données de la littérature.....	130
V.4.1.2.4. Effet de la température.....	131
V.4.1.2.5. Effet de la charge cristalline sur la viscosité.....	132
V.4.1.2.6. Effet de la charge cristalline sur le régime d'écoulement.....	134
V.4.2. A propos des fabriques.....	136
<i>V.5. Conclusions.....</i>	<i>141</i>

Chapitre VI: Conclusions et perspectives..... 147

Annexe 1: Techniques de fabrication et Compositions chimiques des verres et des roches utilisées..... 151

<i>A1.1. Obtention des verres de départ.....</i>	<i>153</i>
A1.1.1. Compositions naturelles.....	153
A1.1.1.1. Eburru.....	153
A1.1.1.2. Sérifos.....	153
A1.1.2. Compositions synthétiques.....	154
A1.1.2.1. Méthode des gels.....	154

A1.1.2.2. <i>Le mélange d'oxydes.</i>	154
A1.2. <i>Compositions chimiques des verres utilisés.</i>	155
A1.2.1. Eburru.....	155
A1.2.2. Sérifos.....	156
A1.2.3. HPG.....	156
A1.2.4. HTN.....	157
 Annexe 2: Procédure de synthèse des produits de départ:	159
A2.1. <i>Préparation des capsules.</i>	161
A2.1.1. Remplissage.....	161
A2.1.2. Taille et forme des capsules.	161
A2.2. <i>Les synthèses.</i>	163
A2.2.1. Les équilibres de phases.	163
A2.2.1.1. Généralités.	163
A2.2.1.2. Contrôle de la teneur en eau.....	163
A2.2.1.3. Trempe.	164
A2.2.1.4. Contrôle de la fugacité d'Oxygène.....	164
A2.2.1.5. Contrôle de la charge cristalline et de la viscosité de la matrice.....	165
A2.2.2. Synthèse des échantillons HPG + Corindon.....	166
 Annexe 3:.....	169
A3.1. <i>Notions de rhéologie.</i>	171
A3.1.1. Généralités.....	171
A3.1.2. Le solide élastique idéal: Solide de Hooke.	171
A3.1.2.1. Contraintes coaxiales: Module d'Young.....	171
A3.1.2.2. Contraintes tangentielles: Module de cisaillement.....	172
A3.1.2.3. Pression isotrope: Module volumique.	173
A3.1.2.4. Relations entre les différents modules.	173
A3.1.3. Le fluide visqueux idéal: Le fluide Newtonien.	173
A3.1.3.1. Comportement en cisaillement.....	173
A3.1.3.2. Comportement en tension.	174
A3.1.4. Les fluides non-newtoniens.....	175
A3.1.5. Cas des fluides complexes.....	176
A3.1.6. "Power Law Creep".....	176
A3.2. <i>définitions générales sur les verres et les liquides silicatés.</i>	178
A3.2.1. Définition d'un verre.....	178
A3.2.2. La transition vitreuse.....	179
A3.2.3. Intervalle de transition.....	180
A3.2.4. Définition des points fixes.....	181
A3.2.5. Structure des verres et liquides silicatés.....	182

<i>A3.3. Paramètres physico-chimiques contrôlant la rhéologie des magmas.</i>	184
A3.3.1. Paramètres externes.	184
A3.3.1.1. Température.	184
A3.3.1.2. Pression.	186
A3.3.2. Paramètres intrinsèques.	187
A3.3.2.1. Composition chimique.	187
A3.3.2.2. Effet de l'eau.	187
A3.3.2.3. Les bulles.	188
A3.3.2.4. La fraction cristalline.	189
A3.3.2.5. Notion de seuils rhéologiques.	190
 Annexe 4:	 195
 Références	 201
 Liste des Figures	 207

CHAPITRE I: INTRODUCTION ET PROBLEMATIQUE.

L'organisation spatiale des cristaux au sein d'une roche constitue ce que l'on nomme la fabrique cristalline de la roche. En terme d'orientation, les cristaux peuvent être répartis de manière isotrope ou bien présenter une orientation morphologique. On parle alors d'Orientation Préférentielle de Forme (OPF).

La manière dont une roche acquière une OPF diffère selon le type de roche. Pour une roche sédimentaire, l'OPF peut être liée au dépôt de grains allongés dans un courant laminaire (ou turbulent) ou encore à la sédimentation de particules sur un plan incliné (Rees, 1968). Dans le cas d'une roche métamorphique, une OPF sera l'expression directe des contraintes régionales contemporaines des (re)cristallisations métamorphiques.

Pour les roches magmatiques, qui sont l'objet de cette étude, l'OPF peut-être acquise au cours de la mise en place d'un corps magmatique partiellement cristallisé. C'est le cas général des fabriques rencontrées dans les coulées de laves et les dômes. L'OPF est acquise par rotation des cristaux sous l'effet des contraintes cisailantes engendrées par l'écoulement du magma (Merle, 1998; Castro *et al.*, 2002; Iezzi and Ventura, 2002; Buisson and Merle, 2004). On parle alors de fabrique d'écoulement.

Dans le cas des plutons, si des fabriques d'écoulement sont parfois identifiées, ce n'est pas le cas général. La concordance fréquente entre les fabriques internes des plutons et les structures de leur encaissant montrent que de nombreuses OPF sont à reliées aux contraintes régionales subies par le granite au cours de sa mise en place puis de sa cristallisation et ainsi que les granites peuvent être utilisés comme marqueurs de la tectonique régionale (Gleizes *et al.*, 1997; Benn *et al.*, 2001). Là encore, la rotation des cristaux sous l'effet des contraintes est souvent invoqué comme mécanisme à l'origine de l'OPF.

De nombreuses études par modélisations analogiques et simulations numériques se sont donc consacrées à l'étude de ce phénomène. Elles sont toutes basées sur le modèle théorique de Jeffery (1922), qui, sur la base des travaux d'Einstein (1906), décrit la rotation d'une particule ellipsoïdale rigide (marqueur actif) noyée dans une matrice newtonienne. Des solutions aux équations de Jeffery ont été trouvées pour le cisaillement simple (Jeffery, 1922), le cisaillement pure (Gay, 1968), la déformation coaxiale (Fernandez, 1988) ou encore des combinaisons de plusieurs régimes de déformation (Jezek *et al.*, 1996).

Les modélisations analogiques ont permis de fixer les limites d'applicabilité des modèles théoriques et de souligner l'importance de différents paramètres influençant le développement des OPF tels que le rapport de forme des particules (Fernandez *et al.*, 1983; Arbaret *et al.*, 2001), l'interaction entre les particules (Ildefonse *et al.*, 1992a; Ildefonse *et al.*, 1992b; Arbaret *et al.*, 1996) ou encore la cohérence de l'interface particule/matrice (Ildefonse and

Mancktelow, 1993). Cependant, la transposition des résultats expérimentaux aux systèmes naturels n'est pas immédiate car aucun modèle ne permet de relier de manière simple et directe une OPF donnée à un régime de déformation et un taux de déformation finie. De plus, aucune de ces études ne prend en compte la dynamique de cristallisation des magmas. Considérant la mise en place syntectonique d'un granite, Scaillet *et al.* (1995) mettent en évidence que la "quantité" de déformation "enregistrée" par un cristal dépend directement de son "âge". Ainsi, au sein d'un même granite, des biotites "précoces", cristallisant vers 770°C subiront une plus grande quantité de déformation que des biotites plus "tardives" cristallisant par exemple à 720°C (Scaillet *et al.*, 1995). De plus, si l'on considère:

- à la vue des travaux de (Lofgren, 1974; Lofgren, 1980) , que la morphologie (donc le rapport d'axe; paramètre critique dans le développement des OPF) des cristaux peut varier en fonction de ΔT et de la vitesse de refroidissement;

- à la vue des travaux de (Kouchi *et al.*, 1986), que l'agitation mécanique d'un magma peut modifier à la fois la morphologie des cristaux et leurs propriétés de nucléation; on saisit toute la complexité du problème et l'absolue nécessité de coupler les approches physiques (mesures de viscosité, acquisition des fabriques, morphologies cristallines, ...) et chimiques (équilibres de phases, nucléation, textures, ...).

Expérimentalement, la déformation de roches naturelles (ou équivalents synthétiques), à Haute Température et Haute Pression (HT-HP), est certainement l'une des voies permettant d'intégrer le maximum de paramètres et de reproduire au mieux les phénomènes naturels. Dès la fin des années 70, Arzi (1978) puis Van der Molen et Paterson (1979) se lancent dans cette voie et déforment des roches (granites et gabbros) partiellement fondues. Ils seront suivis dans cette voie par Paquet et François (1980), Paquet *et al.* (1981), Dell'Angello et Tullis (1988), Rutter et Neumann (1995), Hirth et Kohlstedt (1995b; 1995a)... Mais tous ces travaux s'adressaient soit à l'étude du comportement rhéologique de roches partiellement fondues soit à l'étude de l'extraction de liquides magmatiques tardifs ou de fusion. La gamme de teneur en liquide explorée est restreinte (0 à 30 % de liquide environ, exceptionnellement 50%) et aucune de ces études ne s'est intéressée à l'acquisition des fabriques magmatiques.

De plus, à l'heure où de nombreux auteurs (Rutter and Neumann, 1995; Renner *et al.*, 2000; Rosenberg, 2001; Burg and Vigneresse, 2002; Takeda and Obata, 2003; Vigneresse and Burg, 2004) rediscutent le concept classique de "Rheological Critical Melt Percentage" (RCMP), introduits par Arzi (1978) et soutenus par les expériences de Van der Molen et Paterson (1979), l'acquisition de nouvelles données sur les propriétés physiques des suspensions magmatiques paraît fondamentale. L'étude rhéologique de Lejeune et Richet (1995) est la

seule qui se soit intéressée au problème de la cristallisation et qui couvre la gamme 0 à 80 % de cristaux. Cette étude doit aujourd'hui être complétée car elle a été menée à 1 atmosphère; elle ne prend donc pas en compte l'effet de l'eau. La gamme de viscosité explorée est, par conséquent, très haute ($>10^9$ Pa.s) en regard de celle des magmas naturels. En effet, pour des roches plutoniques se mettant en place, la gamme de viscosité est située entre 10^3 et 10^6 Pa.s (Scaillet *et al.*, 1997; Clemens and Petford, 1999). Elle est encore plus basse de plusieurs ordres de grandeur pour des roches plus basiques.

Sur la base de ces constatations, ce travail se proposait de déformer, à HT-HP, des magmas naturels partiellement cristallisés (cristallinité de 0 à 80% environ) et de tester deux voies d'acquisition des OPF. La première voie, déjà testée en modélisation analogique, consistait en la réorientation simple de cristaux sous l'effet des contraintes, dans un mélange liquide silicaté/cristaux à l'équilibre thermodynamique. L'expérimentation à HT-HP permettait ici de s'affranchir de tout problème de dimensionnement lié à la viscosité. Par ailleurs, elle rend possible l'étude des effets réciproques de la déformation sur la cristallisation; ce qui constituait le second objectif de ce travail.

Cependant, de tels objectifs ne pouvaient être atteints sans un appareillage adéquat. En matière de déformation des roches à HT-HP, les appareils existants, tels les Griggs et autres presses Paterson, sont configurés pour l'étude de matériaux ductiles de haute viscosité ($\eta > 10^{10}$ Pa.s). Les viscosimètres à plaques parallèles (creep apparatus) fonctionnant sous pression, et pouvant être utilisés comme appareils de déformation coaxiale, sont rares (Schulze *et al.*, 1999) et ne correspondent ni en terme de gamme de viscosité, ni en terme de vitesse de déformation, à l'étude que nous voulions mener. Le développement d'un appareillage spécifique s'avérait donc nécessaire. Les difficultés que représentent un tel développement, ainsi que la résolution des artefacts expérimentaux rencontrés, ont considérablement ralenti l'acquisition de données directement applicables à la géologie.

Le mémoire présenté ici revêt donc un caractère principalement technique et s'attache à montrer comment les résultats expérimentaux et les contraintes techniques ont guidé les modifications apportées aux divers appareillages développés ou testés.

Le chapitre suivant est dédié à la description de la stratégie expérimentale et des appareillages Haute Température - Haute Pression, les autoclaves à chauffage interne. Leur connaissance est indispensable pour comprendre certains choix techniques et choix de procédure. Les chapitres III et IV sont consacrés à deux appareils à déformation coaxiale développés au cours

de ce travail, le premier fonctionnant avec un ressort, le second avec une masse mobile. Les expériences exploratoires réalisées en Presse Paterson font l'objet du chapitre V et les conclusions générales celui du chapitre VI.

- Arbaret, L., Diot, H., and Bouchez, J.-L. (1996) Shape fabrics of particles in low concentration suspensions: 2D analogue experiments and application to tiling in magma. *Journal of Structural Geology*, **18**, p.941-950.
- Arbaret, L., Mancktelow, N.S., and Burg, J.-P. (2001) Effect of shape and orientation on rigid particle rotation and matrix deformation in simple shear flow. *Journal of Structural Geology*, **23**(1), p.113-125.
- Arzi, A.A. (1978) Critical phenomena in the rheology of partially melted rocks. *Tectonophysics*, **44**(1-4), p.173-184.
- Benn, K., Paterson, S.R., Lund, S.P., Pignotta, G.S., and Kruse, S. (2001) Magmatic fabrics in batholiths as markers of regional strains and plate kinematics: example of the Cretaceous Mt. Stuart batholith. *Physics and Chemistry of the Earth, Part A: Solid Earth and Geodesy*, **26**(4-5), p.343-354.
- Buisson, C., and Merle, O. (2004) Numerical simulation of strain within lava domes. *Journal of Structural Geology*, **26**(5), p.847-853.
- Burg, J.-P., and Vigneresse, J.-L. (2002) Non-linear feedback loops in the rheology of cooling-crystallizing felsic magma and heating-melting felsic rock. In S.D. Meier, M.R. Drury, J.H.P.D. Bresser, and G.M. Pennock, Eds. *Deformation Mechanisms, Rheology and Tectonics: Current Status and Future Perspectives*, Geological Society, Special Publications, London. Vol **200**, p.275-292.
- Castro, J., Manga, M., and Cashman, K. (2002) Dynamics of obsidian flows inferred from microstructures: insights from microlite preferred orientations. *Earth and Planetary Science Letters*, **199**(1-2), p.211-226.
- Clemens, J.D., and Petford, N. (1999) Granitic melt viscosity and silicic magma dynamics in contrasting tectonic settings. *Journal of the Geological Society of London*, **156**(6), p.1057-1060.
- Dell'Angelo, L., and Tullis, J. (1988) Experimental deformation of partially melted granitic aggregates. *Journal of Metamorphic Geology*, **6**, p.495-515.
- Einstein, A. (1906) Eine neue bestimmung der molekül-dimensionen. *Annales de Physique*, **19**, p.65-72.
- Fernandez, A. (1988) Strain analysis from shape preferred orientation of magmatic rocks. In C.J. Talbot, Ed. *Geological Kinematics and Dynamics (in honour of the 70th birthday of Hans Ramberg)*, Bulletin of the Geological Institute, University of Uppsala. Vol **14**.
- Fernandez, A., Febesse, J.L., and Mezure, J.F. (1983) Theoretical and experimental study of fabrics developed by different shaped markers in two-dimensional simple shear. *Bulletin de la Société Géologique de France*, **3**(7), p.319-326.
- Gay, N.C. (1968) The motion of rigid particles embedded in a viscous fluid during pure shear deformation of the fluid. *Tectonophysics*, **5**, p.81-88.
- Gleizes, G., Leblanc, D., and Bouchez, J.L. (1997) Variscan granites of the Pyrenees revisited: their role as syntectonic markers of the orogen. *Terra Nova*, **9**(1), p.38-41.

- Hirth, G., and Kohlstedt, D.L. (1995a) Experimental constraints on the dynamics of the partially molten upper mantle 1: Deformation in the diffusion creep regime. *Journal of Geophysical Research*, **100**(B2), p.1981–2002.
- Hirth, G., and Kohlstedt, D.L. (1995b) Experimental constraints on the dynamics of the partially molten upper mantle 2: Deformation in the dislocation creep regime. *Journal of Geophysical Research*, **100**(B8), p.15,441-15,450.
- Iezzi, G., and Ventura, G. (2002) Crystal fabric evolution in lava flows: results from numerical simulations. *Earth and Planetary Science Letters*, **200**(1-2), p.33-46.
- Ildefonse, B., Launeau, P., Bouchez, J.L., and Fernandez, A. (1992a) Effect of mechanical interactions on the development of shape preferred orientations: a two dimensional experimental approach. *Journal of Structural Geology*, **14**(1), p.73-83.
- Ildefonse, B., and Mancktelow, N.S. (1993) Deformation around rigid particles: the influence of slip at the particle/matrix interface. *Tectonophysics*, **221**(3-4), p.345-359.
- Ildefonse, B., Sokoutis, D., and Mancktelow, N.S. (1992b) Mechanical interactions between rigid particles in a deforming ductile matrix. Analogue experiments in simple shear flow. *Journal of Structural Geology*, **14**(10), p.1253-1266.
- Jeffery, G.B. (1922) The motion of ellipsoidal particles immersed in a viscous fluid. *Proceedings of the Royal Society of London*, **102**, p.201-211.
- Jezek, J., Schulmann, K., and Segeth, K. (1996) Fabric evolution of rigid inclusions during mixed coaxial and simple shear flows. *Tectonophysics*, **257**, p.203-221.
- Kouchi, A., Tsuchiyama, A., and Sunagawa, I. (1986) Effect of stirring on crystallization kinetics of basalt: texture and element partitioning. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **93**, p.429-438.
- Lejeune, A.M., and Richet, P. (1995) Rheology of Crystal-bearing silicate melts: An experimental study at high viscosities. *Journal of Geophysical Research*, **100**, p.4215-4229.
- Lofgren, G. (1974) An experimental study of plagioclase crystal morphology: Isothermal crystallisation. *American Journal of Science*, **274**, p.243-273.
- Lofgren, G. (1980) Experimental studies on the dynamic crystallization of silicate melts. In R.B. Hargraves, Ed. *Physics of magmatic processes*, Princeton University Press, Princeton. p.488-550.
- Merle, O. (1998) Internal strain within lava flows from analogue modelling. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, **81**(3-4), p.189-206.
- Paquet, J., and François, P. (1980) Experimental deformation of partially melted granitic rocks at 600-900°C and 250MPa confining pressure. *Tectonophysics*, **68**, p.131-146.
- Paquet, J., François, P., and Nedelec, A. (1981) Effect of partial melting on rock deformation: Experimental and natural evidences on rocks of granitic compositions. *Tectonophysics*, **78**(1-4), p.545-565.

- Rees, A.I. (1968) The production of preferred orientation in a concentrated dispersion of elongated and flattened grains. *Journal of Geology*, **76**, p.457-465.
- Renner, J., Evans, B., and Hirth, G. (2000) On the rheologically critical melt fraction. *Earth and Planetary Science Letters*, **181**(4), p.585-594.
- Rosenberg, C.L. (2001) Deformation of partially molten granite: a review and comparison of experimental and natural case studies. *International Journal of Earth Sciences*, **90**(1), p.60 -76.
- Rutter, E.H., and Neumann, D.H.K. (1995) Experimental deformation of partially molten Westerly granite under fluid-absent conditions with implications for the extraction of granitic magmas. *Journal of Geophysical Research*, **100**(B8), p.15,697-15,716.
- Scaillet, B., Holtz, F., and Pichavant, M. (1997) Rheological properties of granitic magmas in their crystallization range. In J.L. Bouchez, D.H.W. Hutton, and W.E. Stephens, Eds. *Granite: From segregation of melt to emplacement fabrics.*, Kluwer Academic Publishers, The Netherlands. p.11-29.
- Scaillet, B., Pêcher, A., Rochette, P., and Champenois, M. (1995) The Gangotri granite (Garhwal Himalaya): Laccolithic emplacement in an extending collisional belt. *Journal of Geophysical Research*, **100**(B1), p.585-607.
- Schulze, F., Behrens, H., and Hurkuck, W. (1999) Determination of the influence of pressure and dissolved water on the viscosity of highly viscous melts: Application of a new parallel-plate viscometer. *American Mineralogist*, **84**(10), p.1512–1520.
- Takeda, Y.-T., and Obata, M. (2003) Some comments on the rheologically critical melt percentage. *Journal of Structural Geology*, **25**(5), p.813-818.
- Van Der Molen, I., and Paterson, M.S. (1979) Experimental deformation of partially-melted granite. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **70**, p.299-318.
- Vigneresse, J.-L., and Burg, J.-P. (2004) Strain-rate-dependant rheology of partially molten rocks. In J. Grocott, B. Tikoff, K.J.W. McCaffrey, and G. Taylor, Eds. *Vertical Coupling and Decoupling in the Lithosphere*, Geological Society, Special Publications, London. Vol **227**, p.327-336.

CHAPITRE II: DEFINITION DE LA STRATEGIE EXPERIMENTALE

Ce chapitre est consacré à la présentation de la stratégie expérimentale. Dans un premier temps, est exposée la procédure expérimentale que nous nous sommes fixée afin de mettre en évidence les relations déformation - fabrique. Ensuite, une brève parenthèse est consacrée aux différents types de déformation (aplatissement, cisaillement) étudiés. Le dernier volet de ce chapitre concerne le choix et la description de l'appareillage HT-HP pour lequel deux modules de déformation ont été mis au point.

II.1. PROCEDURE EXPERIMENTALE.

Cette étude se proposait de tester deux mécanismes potentiels d'acquisition des Orientations Préférentielles de Forme (OPF) dans les magmas:

- La cristallisation sous contraintes différentielles
- La réorientation des cristaux sous l'effet de contraintes différentielles

II.1.1. Cristallisation sous contrainte.

Pour l'étude de ce mécanisme, la procédure que nous nous proposons d'adopter était assez simple. Elle consistait à faire cristalliser un magma en conditions hydrostatiques et de le comparer au même magma, cristallisé sous contraintes différentielles, dans les mêmes conditions de pression, température et durée de cristallisation.

L'étape suivante aurait consisté à comparer des échantillons déformés avec des contraintes différentielles différentes. L'obstacle majeur de cette étape est qu'elle pose le problème de l'interdépendance des paramètres que sont la durée de cristallisation, la vitesse de déformation et la déformation finie. Il est impossible de ne faire varier qu'un seul de ces paramètres. Pour une même durée d'expérience, si la vitesse de déformation augmente, la déformation finie de l'échantillon augmente. Réciproquement, pour une même quantité de déformation finie, deux échantillons ayant été déformés à des vitesses différentes auront forcément subi des durées différentes de cristallisation. Pour deux échantillons déformés à des vitesses différentes, les éventuelles dissemblances observées pourraient alors être attribuées soit à la vitesse de

déformation soit au deuxième paramètre mis en jeu (durée ou déformation finie), avec potentiellement l'impossibilité de déconvoluer les différents effets.

II.1.2. Réorientation des cristaux sous l'effet de contraintes différentielles.

Dans le cadre de l'étude de la réorientation des cristaux sous l'effet de contraintes différentielles, les effets de différents paramètres sur l'acquisition des fabriques doivent être testés:

- la charge cristalline
- la viscosité de la matrice
- les propriétés des cristaux (forme, propriétés interfaciales, plasticité, ...)
- la quantité de déformation finie
- la vitesse de déformation

Pour ce qui est de l'interdépendance des paramètres quantité de déformation finie, vitesse de déformation et durée d'expérience (cf. II.1.1), il est possible de s'affranchir de ce problème en travaillant à l'équilibre thermodynamique. Le facteur "durée d'expérience" n'entre alors plus en compte et il est possible d'obtenir des échantillons de déformation finie identique; déformés à des vitesses différentes (ou inversement). Le seul impératif est alors lié à l'échantillon de départ qui doit impérativement être à l'équilibre thermodynamique.

Pour ce volet de l'étude, une procédure en deux étapes a donc été mise au point. L'échantillon de départ est obtenu par une expérience d'équilibre de phases, à une pression et une température donnée. Au cours d'une seconde expérience, l'échantillon est déformé dans les mêmes conditions de température et pression. Avant que la déformation ne commence, il se trouve donc à l'équilibre thermodynamique; équilibre que la déformation peut éventuellement rompre.

Cette technique permet de faire varier la charge cristalline de l'échantillon de départ en jouant sur les conditions de synthèse. Le problème est alors que les changements de température, de teneur en eau et de composition du verre résiduel peuvent modifier significativement la viscosité de la matrice. La seconde restriction qu'impose cette technique est qu'il est impossible d'étudier l'influence du rapport de forme des cristaux de manière indépendante. La morphologie des cristaux est imposée par les conditions de synthèse. Par exemple, Lofgren

(1974) a mis en évidence la variation de morphologie de certains types de cristaux (plagioclases en particulier) en fonction de l'écart de température par rapport au liquidus (ΔT), mais d'autres paramètres telle la teneur en eau ou la charge cristalline peuvent influencer les morphologies cristallines.

Pour tenter de palier les imperfections de la procédure décrite ci-dessus, nous avons également utilisé la technique mise au point par Martel *et al.* (2001). Cette technique utilise un verre de synthèse hydraté (HPG), analogue de granite, mélangé à du corindon broyé et tamisé (cf. Annexe 2 pour la procédure expérimentale). La composition haplogranitique HPG, largement utilisée en expérimentation HT-HP, présente l'avantage d'avoir des cinétiques de cristallisation lentes et des propriétés physico-chimiques bien connues (Holtz *et al.*, 1992a; Holtz *et al.*, 1992b; Holtz and Johannes, 1994; Holtz *et al.*, 1995; Nowak and Behrens, 1995; Knoche *et al.*, 1995; Hess *et al.*, 1995; Schulze *et al.*, 1996; Hess and Dingwell, 1996; Dingwell *et al.*, 1996; Holtz *et al.*, 2001; Schmidt *et al.*, 2001; Toplis *et al.*, 2001). De plus, de par son caractère metalumineux ($Al_2O_3/(Na_2O+K_2O)=0.999$), aux températures magmatiques et à l'échelle de temps de l'expérience, elle ne réagit pas chimiquement avec le corindon (Martel *et al.*, 2001). Dans le cadre de notre étude, cette technique permet de faire varier indépendamment la charge cristalline, la viscosité de la matrice - on joue alors sur la température de l'expérience ou sur la teneur en eau du verre - et la taille des cristaux. L'idéal aurait été de pouvoir également choisir le rapport de forme des cristaux formant la charge cristalline et d'utiliser non pas du corindon broyé, mais des cristaux automorphes.

Les différentes méthodes expérimentales d'obtention des produits de départ sont décrites en annexe. Les techniques de fabrication des verres, ainsi que les différentes compositions utilisées, sont données en annexe 1. Les raisons des divers changements de composition seront abordées tout au long de ce mémoire car ces modifications ont été dictées par les résultats expérimentaux. Les techniques d'obtention du produit de départ par équilibre de phases et du produit HPG + Corindon sont décrites en annexe 2.

II.2. LES DIFFERENTS TYPES DE DEFORMATION.

A volume constant, toute déformation d'un corps matériel, aussi complexe soit-elle, peut être décomposée en une combinaison de deux régimes fondamentaux de déformation: le Cisaillement Pur et le Cisaillement Simple. Comme les définitions de ces notions peuvent varier en fonction des auteurs, nous les définirons au sens de Ramsay (Ramsay, 1967) pour qui, le cisaillement pur correspond à une déformation coaxiale (aplatissement) et le cisaillement simple, une déformation non coaxiale conservative de la surface.

II.2.1. Cisaillement Pur.

II.2.1.1. Définition.

Cisaillement pur : Déformation plane irrotationnelle par laquelle un carré est transformé en rectangle sans changement de surface et sans rotation des axes principaux de l'ellipse de déformation finie au cours de la déformation (**Figure II - 1**).

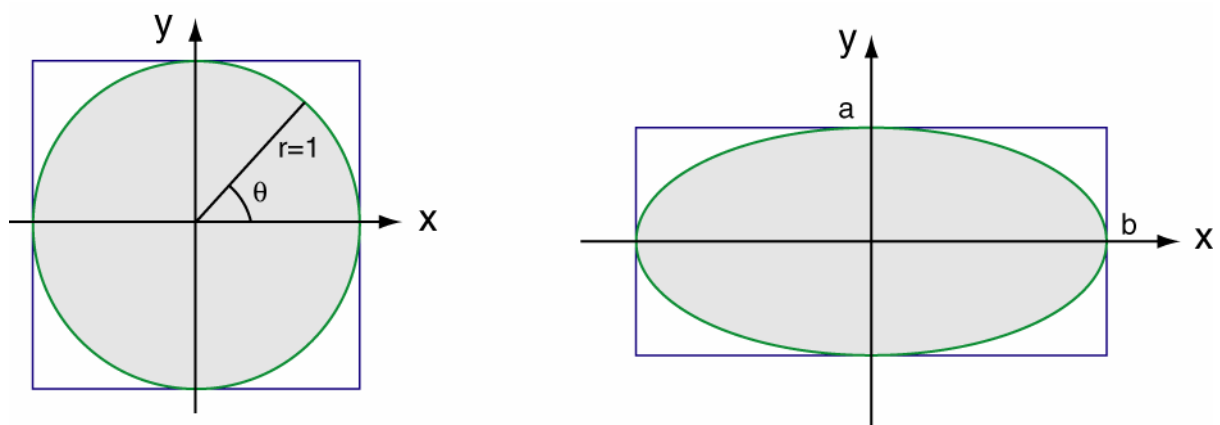


Figure II - 1: Représentation du cisaillement pur (le cercle de rayon unitaire r est transformé en ellipse d'axes a et b).

II.2.1.2. Grandeurs liées au cisaillement pur.

La *déformation ou quantité de déformation finie* (notée ε) est la variation de longueur de l'échantillon divisée par sa longueur initiale:

$$\varepsilon = \frac{d\ell}{\ell} \quad (\text{Eq. II - 1})$$

$d\ell$ et ℓ en mètres. ε est donc un nombre sans dimension, souvent exprimé en pourcentage de la longueur initiale.

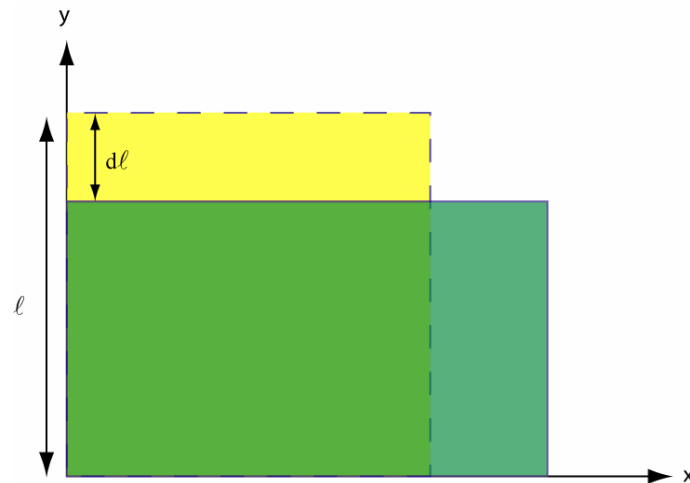


Figure II - 2

Le *taux de déformation* ($\dot{\varepsilon}$) est la variation de déformation par unité de temps:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\varepsilon}{dt} = \frac{d\ell}{\ell dt} \quad \text{en s}^{-1} \quad (\text{Eq. II - 2})$$

II.2.2. Cisaillement Simple.

II.2.2.1. Définition.

Cisaillement simple : déformation plane rotationnelle dans lequel un carré est transformé par cisaillement en parallélogramme sans changement de surface, tel que seules les lignes parallèles à la direction de cisaillement ne subissent pas de rotation.

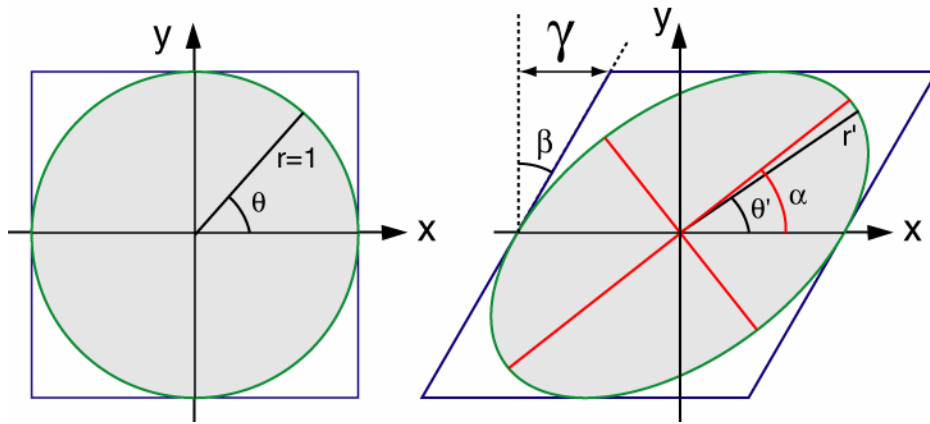


Figure II - 3

II.2.2.2. Grandeurs liées au cisaillement simple.

La *déformation ou quantité de déformation finie* est caractérisée par la grandeur γ avec $\gamma = \tan \beta$ (Figure II - 3). γ est sans dimension.

Le *taux de déformation* ($\dot{\gamma}$) est la variation de déformation par unité de temps:

$$\dot{\gamma} = \frac{\gamma}{\partial t} \quad \text{en s}^{-1} \quad (\text{Eq. II - 3})$$

II.2.3. Choix du type de déformation.

Expérimentalement, le type de déformation le plus simple à appliquer à un objet est l'aplatissement. Les deux appareils développés au cours de cette thèse, et présentés dans les chapitres III et IV, utilisent ce type de déformation, correspondant à du cisaillement pur.

Cependant, les possibilités offertes par ce type de déformation sont limitées. Il est difficile de déformer un échantillon à plus de 30 ou 40 % (ϵ). Par ailleurs, l'échantillon perd très rapidement sa géométrie initiale, ce qui modifie ses propriétés et peut entraîner des artefacts. Par exemple, dans le domaine de la viscosimétrie, lorsque des viscosimètres à plaques parallèles (appareils travaillant en aplatissement) sont utilisés, la déformation ne doit pas dépasser 10%, sous peine de fausser la mesure.

C'est pourquoi lorsqu'il nous a été offert de travailler sur la presse Paterson de Zürich (cf. Chapitre V) capable de travailler en compression et en torsion, nous avons choisi de travailler

en torsion. Ce mode de déformation, correspondant à du cisaillement simple, permet d'atteindre des déformations très importantes. En théorie, il n'existe pas de limites ($\gamma_{\text{max}} \text{ théorique} = \infty$). Dans la pratique, des expériences à $\gamma = 50$ ont déjà été réalisées (Misha Bystricky, communication personnelle).

Par ailleurs, d'un point de vue géologique, l'étude du cisaillement simple semble plus pertinente. Tout d'abord, il correspond à de l'écoulement et concerne donc directement les roches magmatiques. Par ailleurs, d'un point de vue de la tectonique, la déformation coaxiale de type aplatissement est rare. Les chevauchements et autres mouvements décrochants impliquent tous du cisaillement simple.

II.3. CONTRAINTES LIEES A L'EXPERIMENTATION HT-HP

II.3.1. Choix de l'appareillage HT-HP utilisé

Au cours du siècle dernier, différents appareillages, permettent de travailler à Haute Température et Haute Pression, ont été développés; les plus courants sont les autoclaves à chauffage externe, à chauffage interne, les pistons-cylindres, les multi-enclumes ou encore les cellules enclume-diamant.

Tous ces appareillages sont initialement conçus pour produire une pression isotrope (hydrostatique). Il est cependant possible pour chacun d'entre eux d'imaginer des adaptations permettant d'appliquer des contraintes différentielles et ainsi de déformer des échantillons de roches. Différents systèmes ont déjà été développés ou sont en cours de développement pour des autoclaves à chauffage interne, des pistons-cylindres ou encore des multi-enclumes.

Le laboratoire "Expérimentation" de l'Institut des Sciences de la Terre d'Orléans (ISTO) est équipé de divers types d'autoclaves à chauffage externe, de 4 autoclaves à chauffage interne et d'un piston-cylindre. Il nous fallait déterminer entre ces trois types d'appareillages, celui qui se prêtait le mieux à notre étude.

Afin d'optimiser les expériences de déformation, il fallait que l'appareil puisse recevoir un échantillon de taille respectable (minimisation des effets de bordure), un module de déformation et un module de mesure (quantité de déformation et/ou vitesse de déformation). Les volumes utiles des pistons-cylindres sont très faibles (quelques mm^3); ils imposent de plus une pression solide qui rend, à priori, complexe la réalisation d'un module de mesure de

la déformation. Notre choix s'est donc tourné vers les autoclaves à gaz; et plus précisément, les autoclaves à chauffage interne qui présentent un volume utile beaucoup plus important (quelques cm^3) et un meilleur contrôle de la température que les autoclaves à chauffage externe.

II.3.2. Présentation des autoclaves à chauffage interne

II.3.2.1. Généralités

Les autoclaves à chauffage interne sont des enceintes haute pression de volume suffisamment important pour que l'élément chauffant (le four) soit à l'intérieur de l'autoclave. Cette disposition permet d'atteindre des pressions et températures beaucoup plus élevées (1 GPa - 1400°C) qu'avec les autoclaves à chauffage externe (300 MPa - 1200°C). Le volume porté à haute température se réduit à quelques cm^3 , l'enceinte haute pression reste dans des gammes de température inférieure à 100°C. Ces propriétés mécaniques ne sont donc pas altérées par la température.

Par contre, les contraintes techniques sont beaucoup plus drastiques. Tout d'abord, le gaz vecteur de pression doit rester chimiquement stable et non-réactif avec la température et la pression. De plus, il doit être électriquement neutre. Les gaz inertes et le diazote sont donc les seuls vecteurs de pression utilisables au-delà de 500°C dans les autoclaves à chauffage interne; l'Argon étant le plus couramment utilisé. Des mélanges gazeux incorporant du dihydrogène ou du méthane sont également utilisables.

La réalisation des passages électriques étanches pour l'alimentation du four devient dès lors une nouvelle difficulté technique, s'ajoutant à la réalisation du four lui-même. Une revue exhaustive des techniques liées aux autoclaves à chauffage interne est donnée par Holloway (1971). Ne seront décrits ici que les appareillages et techniques mis en œuvre au cours de ce travail; et plus particulièrement pour les expériences de déformation.

Le fonctionnement d'un autoclave à chauffage interne repose sur trois ensembles, schématisés Figure II - 4:

- un système de mise sous pression
- un autoclave
- un système de régulation de la température

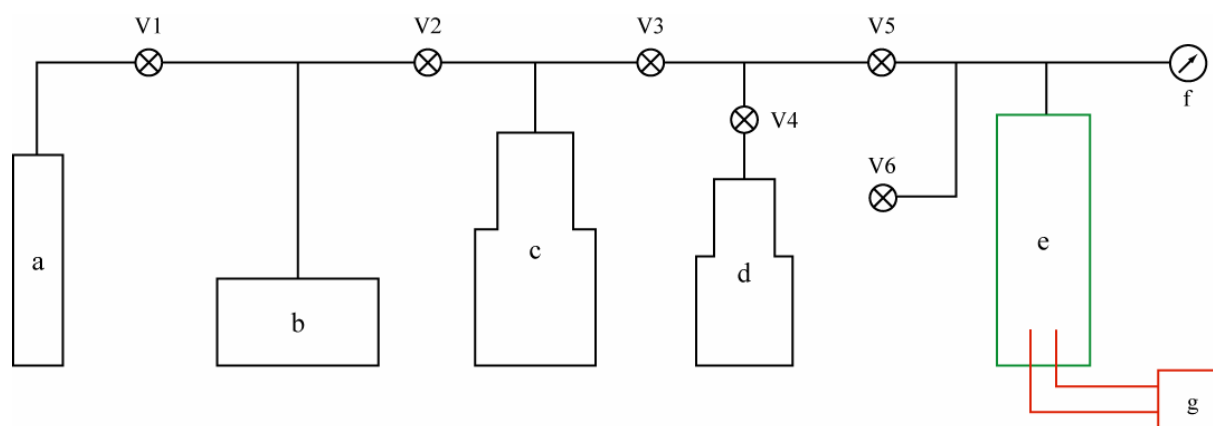


Figure II - 4: Représentation schématique d'un ensemble HP pour Autoclave à Chauffage Interne (a: Bouteille de gaz; b: Pompe à air comprimé 500 bars; c: Multiplicateur hydraulique 2000 bars; d: Multiplicateur hydraulique 10000 bars; e: Autoclave; V1 à V6: Vannes; f: Jauge de pression; g: Régulateur de température).

II.3.2.2. Le système de mise sous pression

Le système de mise sous pression ne diffère de celui décrit par Holloway (1971) que par la présence d'une pompe à air comprimé de haut débit (Figure II - 4 - pièce b) qui permet d'optimiser les temps de mise sous pression. Le principe ainsi que les aspects techniques de ce système ne seront donc pas décrit plus avant et les lecteurs intéressés voudront bien se référer à Holloway (1971).

Nous noterons seulement que, classiquement, la pression finale est obtenue en pressurant l'autoclave à environ 50 % de la pression désirée; la montée en température permettant d'atteindre la pression finale. Cependant, dans le montage présenté, la présence d'une vanne d'échappement (Figure II - 4 - pièce V6) permet de réaliser des montées en température isobares. L'augmentation de pression, due à l'augmentation de température, est compensée par une "fuite" contrôlée réalisée au moyen de la vanne d'échappement.

De la même manière, le système de mise sous pression permet de réaliser des trempes isobares; c'est-à-dire que la diminution de pression, induite par la chute de température à l'arrêt d'une expérience, peut être compensée par l'activation des multiplicateurs. La pression reste ainsi constante au cours de la trempe.

Ces deux facilités expérimentales, et plus particulièrement la trempe isobare, ont été largement employées au cours de ce travail. La trempe isobare permet en effet d'éviter la

nucléation de bulles dans des verres hydratés et de minimiser l'apparition des phases de trempe. Il s'agit, pour les expériences de déformation, d'un bon palliatif à l'impossibilité d'utiliser, pour la trempe des échantillons, un système de trempe rapide de type Roux et Lefèvre (1992) ou Holloway (1992).

II.3.2.3. L'autoclave

II.3.2.3.1. Généralités

La ligne haute pression décrite ci-dessus est commune à plusieurs installations du laboratoire. Sa description a donc valeur générale, à l'inverse des descriptions qui vont suivre; qui ne concernent que les autoclaves verticaux dit "Gros Bleu" et "Gros Vert" ayant servi aux expériences de déformation. Ces deux autoclaves étant identiques, ils ne seront pas différenciés dans les paragraphes suivants et seront désignés sous le terme générique "autoclave".

La Figure II - 5 illustre l'agencement des différentes parties de l'autoclave: l'enceinte HP, les 2 obturateurs et le four.

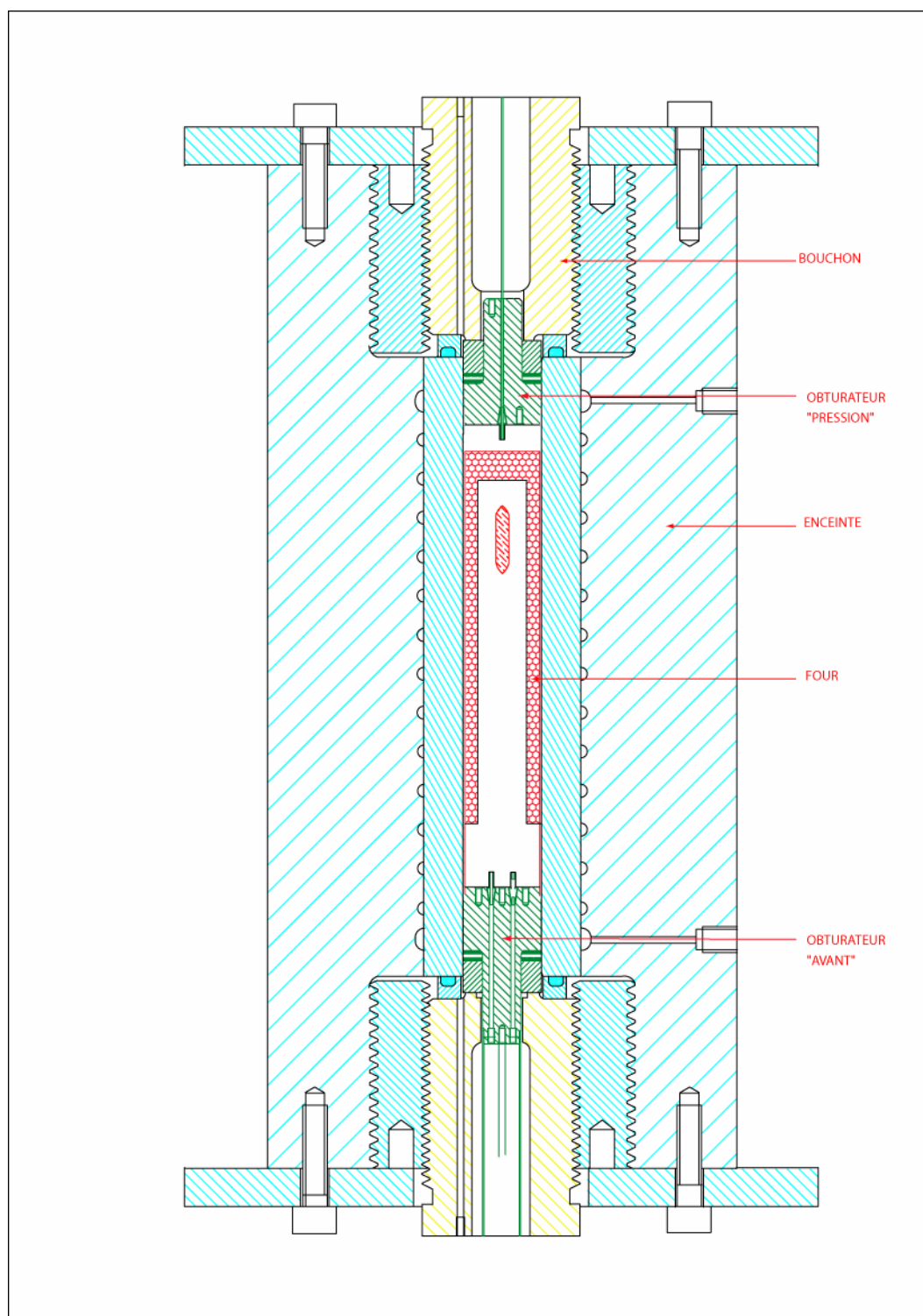


Figure II - 5: *Vue d'ensemble d'un autoclave.* (En bleu, l'enceinte HP, en rouge: le four, en vert: les obturateurs, en jaune: les bouchons).

II.3.2.3.2. L'enceinte Haute Pression (HP).

Il s'agit d'une enceinte HP 10 kbar frettée. Elle est composée de deux cylindres évidés, emboîtés l'un dans l'autre (Figure II - 6). Le cylindre interne (appelé "âme") est précontraint par le cylindre externe (nommé "frette"), i.e. au repos (1 bar), le cylindre externe exerce une force centripète sur le cylindre interne. Par rapport à une enceinte monobloc, ce système permet d'améliorer les performances en terme de pression, tout en garantissant une meilleure sécurité. En cas de rupture du cylindre interne, les risques de projections sont limités par la présence du cylindre externe. Entre les deux cylindres, un serpentin évidé dans lequel circule de l'eau, permet d'assurer le refroidissement du corps de l'autoclave.

Le volume interne de l'enceinte est d'environ 650 cm³.

II.3.2.3.3. Les obturateurs.

Le terme "obturateur" désigne l'assemblage de pièces et de joints qui permet d'assurer l'étanchéité de l'autoclave au niveau des systèmes d'ouverture/fermeture. Ces obturateurs doivent de plus être munis de "passages étanches" (ou cônes) permettant le passage de thermocouples ou d'amener le courant électrique alimentant le four.

Le montage complet d'un obturateur est illustré Figure II - 7. Les joints utilisés sont de type Bridgman (1949) Téflon / Caoutchouc. Ils permettent d'assurer une excellente étanchéité jusqu'à 4 kbar. Au-delà, le téflon flue sous l'effet de la pression et des fuites apparaissent.

Au niveau des passages étanches, on distinguera l'obturateur dit "pression" (ou arrière) doté d'un seul passage central permettant l'arrivée du gaz vecteur et ainsi la mise sous pression. L'obturateur "avant" possède quant à lui 6 passages étanches. Dans un montage classique, deux passages sont réservés aux thermocouples, les quatre autres sont des passages électriques (électrodes) permettant l'alimentation du four (2 passages) et du système de trempe rapide (2 passages).

Les passages étanches sont assurés par un système de cônes schématisé sur la Figure II - 7 b. La pression s'exerçant sur le cône écrase la pièce en plastique (type PSU) qui assure ainsi l'étanchéité. Cette pièce en plastique assure également l'isolation électrique entre l'obturateur et le cône qui fait office d'électrode.

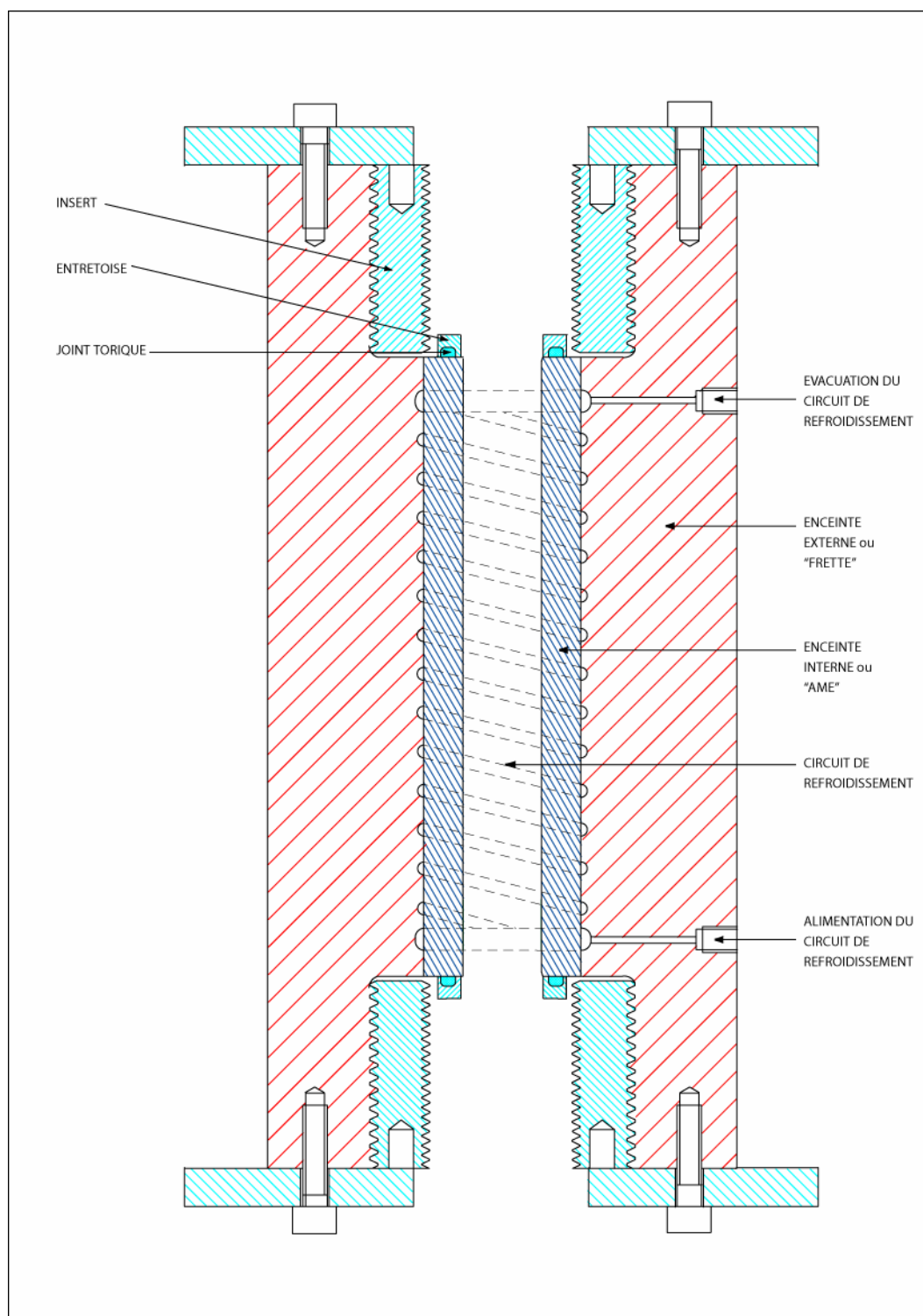


Figure II - 6: *Coupe longitudinale de l'enceinte Haute Pression.* (En rouge: le cylindre externe, en bleu: le cylindre interne, en noir: le circuit de refroidissement).

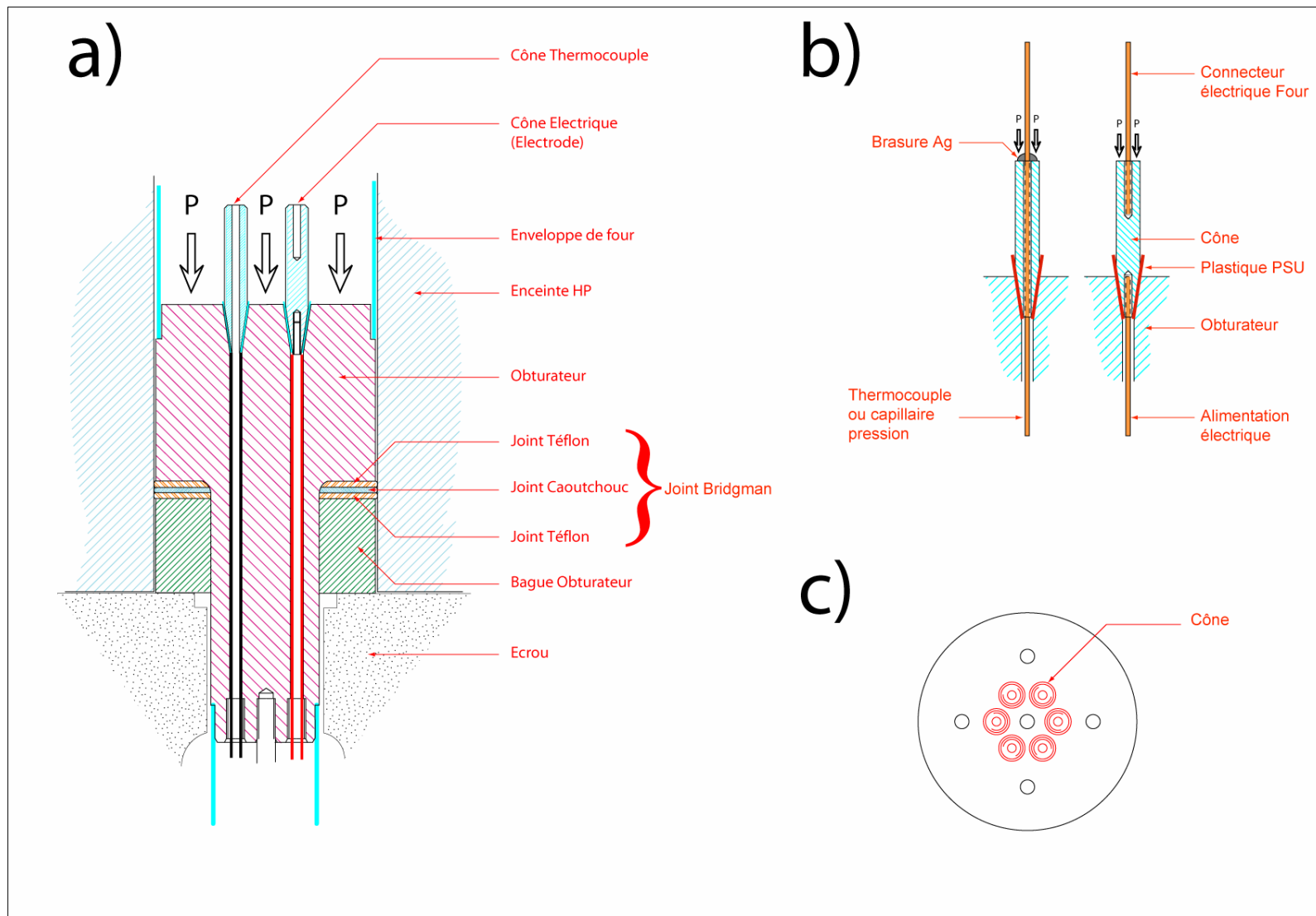


Figure II - 7: Représentation schématique d'un obturateur. (a: Coupe transversale, b: Détails des passages étanches thermocouple/pression et électriques, c: Vue de dessus de l'obturateur).

II.3.2.3.4. Les fours (Première génération)

Les fours utilisés sont du type "four primaire" (basse température, 1000°C) décrit par Roux *et al.* (1994). Le four est composé (Figure II - 8) d'un moufle Inconel 600 ($\phi_i = 23$ mm, $L = 220$ mm) et de deux résistances en fil de Kanthal A-1 ($\phi = 1.4$ mm) contrôlées indépendamment l'une de l'autre (voir § suivant pour de plus amples détails).

La résistance principale ($\sim 13 \Omega$) est un enroulement longitudinal (18 cm de long) en "zigzag" parallèle à l'axe du four (Figure II - 8). Par rapport à un enroulement classique en spirale, cette disposition permet d'obtenir une distribution très homogène de la température. Elle impose par contre que chaque brin soit électriquement isolé par un capillaire céramique. Afin de ne pas altérer les propriétés du fil et de limiter les risques de rupture, le rayon de courbure du fil de Kanthal doit rester supérieur à 12 fois le diamètre du fil. La disposition en zigzag ne peut donc être obtenue par simple pliage d'un fil unique mais nécessite l'utilisation de multiple brins soudés les uns aux autres à l'argon. Cette opération est particulièrement délicate et très coûteuse en temps.

La seconde résistance ($\sim 7 \Omega$) est un enroulement simple, en spirale, recouvrant la moitié inférieure de la première résistance. Les capillaires céramiques de la résistance principale isolent électriquement les deux résistances. La seconde résistance permet d'ajuster le gradient de température et d'obtenir, pour des conditions allant de 600°C à 1000°C et 500 bar à 4 kbar, une zone isotherme ($\pm 1^\circ\text{C}$) d'environ 5 cm. Elle est électriquement isolée de l'isolation thermique par un tuilage céramique. La tenue mécanique de l'ensemble des résistances et du moufle est assurée par un ciment céramique haute température.

L'isolation thermique est réalisée par une alternance de feuilles d'inox ($ep. = 0.2$ mm) et de feuilles de papier céramique sans liant (Fiberfrax - Carborundum), à la manière d'un mille-feuille (Figure II - 8).

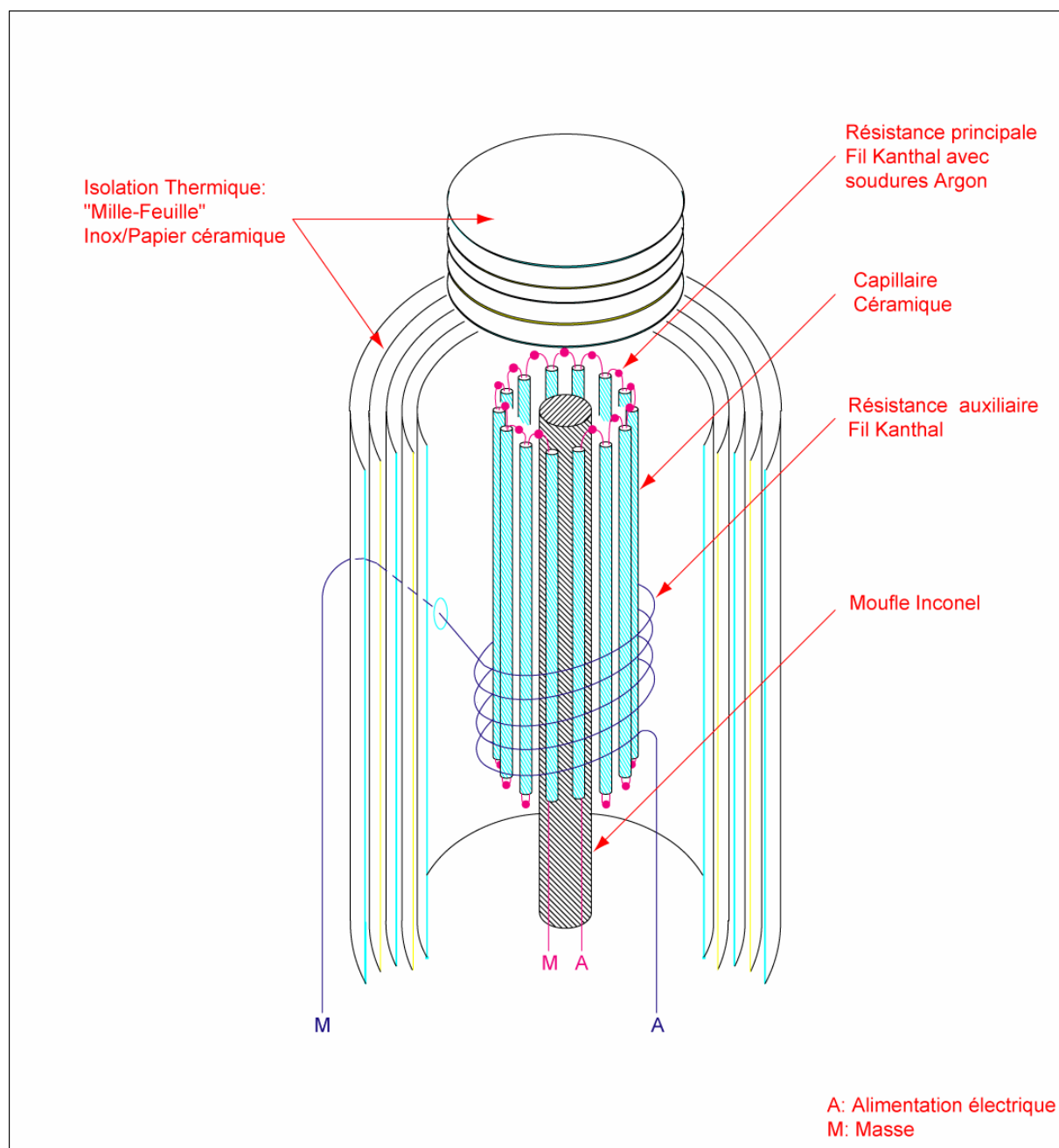


Figure II - 8: *Vue en éclaté du four (1^{ère} génération) pour autoclave à chauffage interne.*

Chaque résistance est alimentée par une des électrodes de l'obturateur "avant". Le retour de courant se fait par le corps de l'autoclave, relié à la masse. Ainsi, seulement 2 électrodes au lieu de 4, sont nécessaires à l'alimentation des 2 résistances du four.

A l'ISTO, depuis plus de dix ans, ces fours ont démontré leur performance et leur fiabilité. Toutefois, les expériences de déformation menées au cours de ce travail nécessitaient des montées en températures très rapides, de l'ordre de $50^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$ (voir Chapitre IV - §IV.3.2.2.). Ces violentes montées en température ont eu pour conséquence de réduire de manière importante la durée de vie des fours et de mettre à jour leurs points faibles.

Les points faibles sont de trois types. Tout d'abord, de nombreux arcs électriques se sont produits, d'une part entre le moufle Inconel et la résistance principale (au niveau des soudures); d'autre part, entre les 2 résistances. Les dilatations successives finissent par fracturer le ciment et les capillaires céramiques qui isolent les différentes parties du four; permettant ainsi la formation d'arcs électriques. Les soudures de la résistance principale qui finissent par casser, constituent le second point faible de ce type de four. La troisième faiblesse se situe au niveau de la réalisation du four qui est très coûteuse en temps et qui doit être d'une minutie et d'une précision extrême. De trop nombreux fours réalisés sur ce modèle ont cassé au cours de la première ou deuxième montée en température; et ce, malgré tout le soin que nous avons pu apporter à leur réalisation.

Nous avons donc été contraint de mettre au point un nouveau type de four, plus classique et plus robuste.

II.3.2.3.5. Les fours (Deuxième génération)

Ces fours ont été développés en collaboration avec Bruno Scaillet et avec les précieux conseils d'André Lefèvre. Ils ont été conçus sur la base des fours décrits précédemment; en prenant en compte les points faibles de ces derniers.

De manière à remédier aux différents problèmes posés par la géométrie de la résistance principale (fragilité des soudures, haute technicité de réalisation, temps de réalisation), une géométrie plus classique en spirale a été adoptée (Figure II - 9).

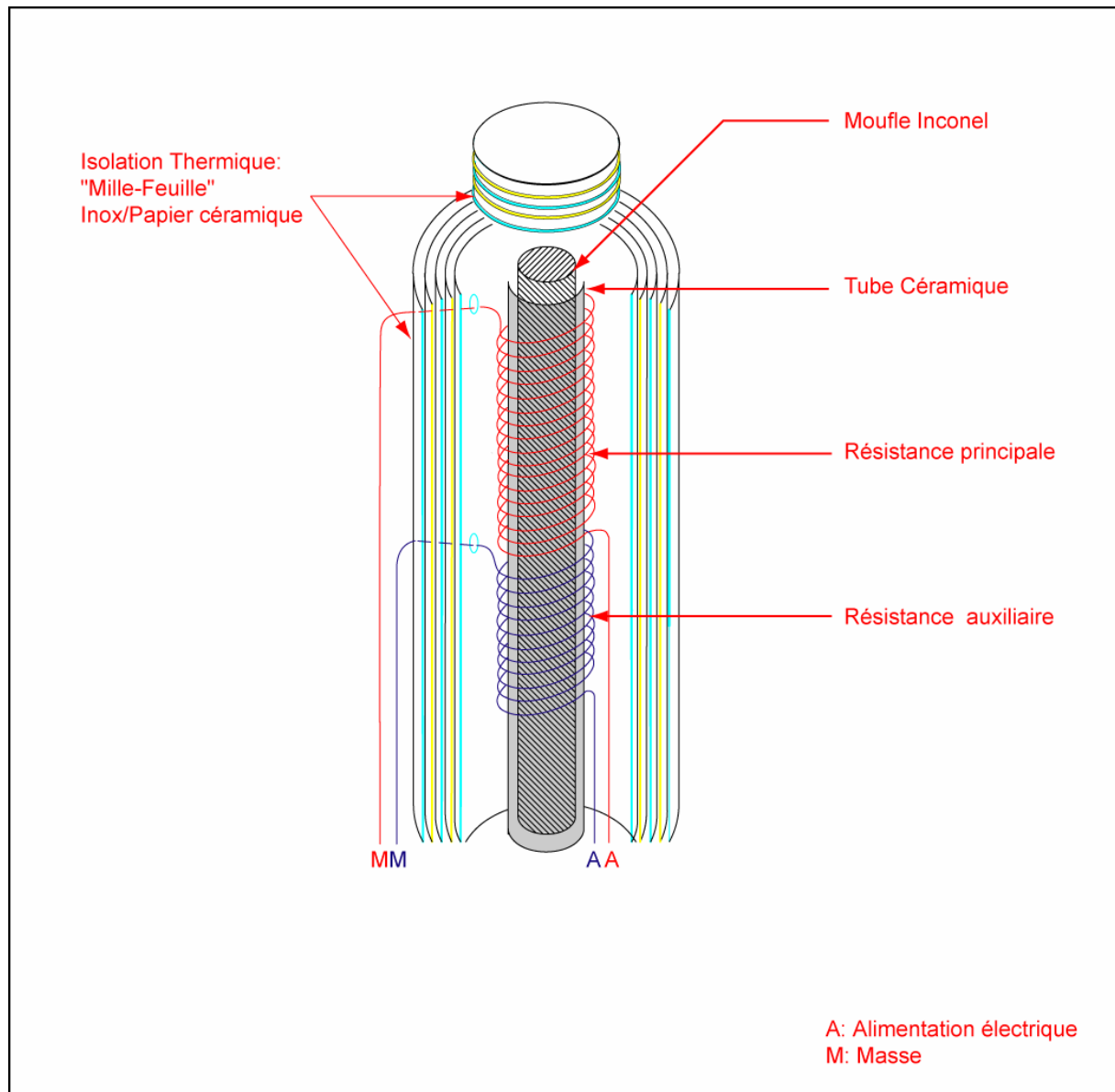


Figure II - 9: *Vue en éclaté du four (2^{ème} génération) pour autoclave à chauffage interne.*

De plus, afin de limiter les problèmes de court-circuit entre les deux résistances, il a été décidé de ne plus faire chevaucher ces dernières. Dès lors, les longueurs de fil de Kanthal formant les deux résistances devenaient très inférieures à celles formant les résistances des fours de première génération. La puissance globale du four était donc insuffisante pour atteindre les températures désirées. Pour palier à ce problème, nous avons utilisés un fil de Kanthal de 0.8 mm de diamètre en lieu et place du fil de 1.4 mm (la résistance d'un fil est proportionnelle à sa longueur et inversement proportionnelle à sa section). Ceci a permis de mettre en place un enroulement principal de résistance équivalente à celle des fours de première génération (14 Ω et de porter la résistance de l'enroulement secondaire à 10 Ω (au

lieu de 7 Ω) de manière à palier le petit manque de puissance constaté à haute température avec le premier type de fours.

La géométrie de la résistance principale, qui constituait l'originalité des fours de première génération, et qui permettait d'obtenir une distribution homogène de la température (pas de points chauds parasites) est compensée ici par le très grand soin apporté, lors de la réalisation, à la régularité de l'enroulement en spirale. De plus, la présence d'un tube céramique monobloc isolant le moufle Inconel des résistances permet certainement d'homogénéiser la température.

Ces fours de deuxième génération ont donné entière satisfaction puisque leurs performances sont identiques à celles des premiers fours. Dans une plage de température de 600°C à 1000°C, et une gamme de pression de 500 bar à 4 kbar, il est possible d'obtenir une zone isotherme ($\pm 1^\circ\text{C}$) de 5 cm de long. De récentes expériences, à basse température (350°C, 200 bar et 300°C, 1500 bar), ont même démontré qu'il était possible d'obtenir, dans ces conditions, une zone isotherme ($\pm 5^\circ\text{C}$) de 7.5 cm.

Ils permettent d'atteindre des vitesses de montée en température de l'ordre de 50°C/min.

Ils sont de plus très robustes, et ce, malgré la diminution du diamètre du fil de Kanthal. Un four est actuellement en service depuis plus de 18 mois.

Par ailleurs, la construction d'un four ne nécessite désormais plus que 3 jours, en lieu et place de 3 semaines, environ, pour un four de première génération.

II.3.2.3.6. Régulation de la température

Le four est alimenté par un bloc de puissance fonctionnant sous 110 Volts. Schématiquement, les deux résistances du four sont sur des circuits parallèles qui possèdent chacun un variateur de puissance (Figure II - 10); ce qui permet de réguler la répartition de puissance entre les deux résistances, et ainsi d'obtenir une zone isotherme pour de larges gammes de température et de pression.

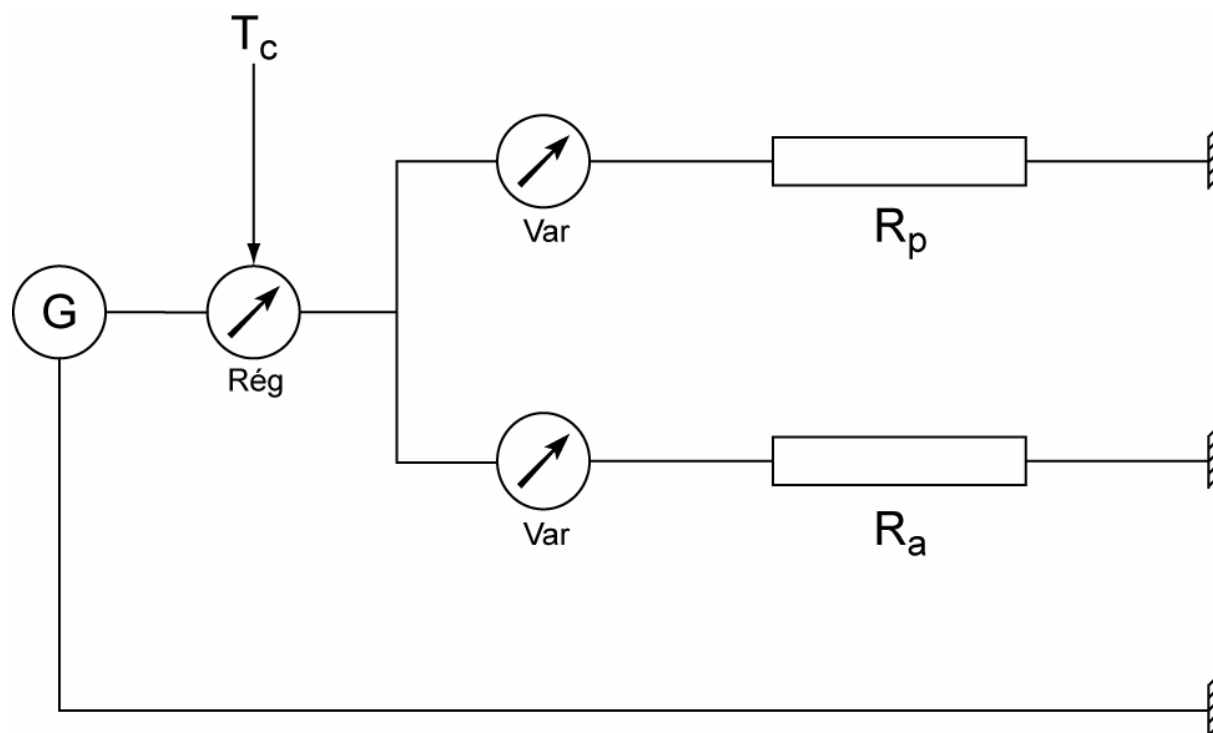


Figure II - 10: Schéma électrique simplifié de la régulation de température utilisé sur les Autoclaves à chauffage interne (Rég: Régulateur Eurotherm, Tc: Thermocouple, Var: Variateur de puissance, Rp: Résistance principale du four, Ra: Résistance auxiliaire du four).

En amont des circuits parallèles, un régulateur Eurotherm 950 HP régule la puissance générale fournie au four, en fonction de la température lue sur un thermocouple. Le régulateur Eurotherm permet de conserver une température de consigne à $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$. Il permet également de programmer des rampes et des paliers.

Les thermocouples utilisés sont des thermocouples doubles (espacement de 5 cm entre les 2 points de lecture) de type K (Nickel-Chrome/Nickel-Aluminium, dit Chromel/Alumel) gainés Inconel 600 (Figure II - 11a). Deux thermocouples sont montés sur l'obturateur "avant", décalés de 2.5 cm; ce qui permet de contrôler la température sur 7.5 cm de long (Figure II - 11b). Le régulateur Eurotherm fait sa prise de température sur 1 des 4 points de lecture déterminé au choix par l'utilisateur. Les autres points de lecture sont utilisés pour régler manuellement la répartition de puissance entre les deux résistances.

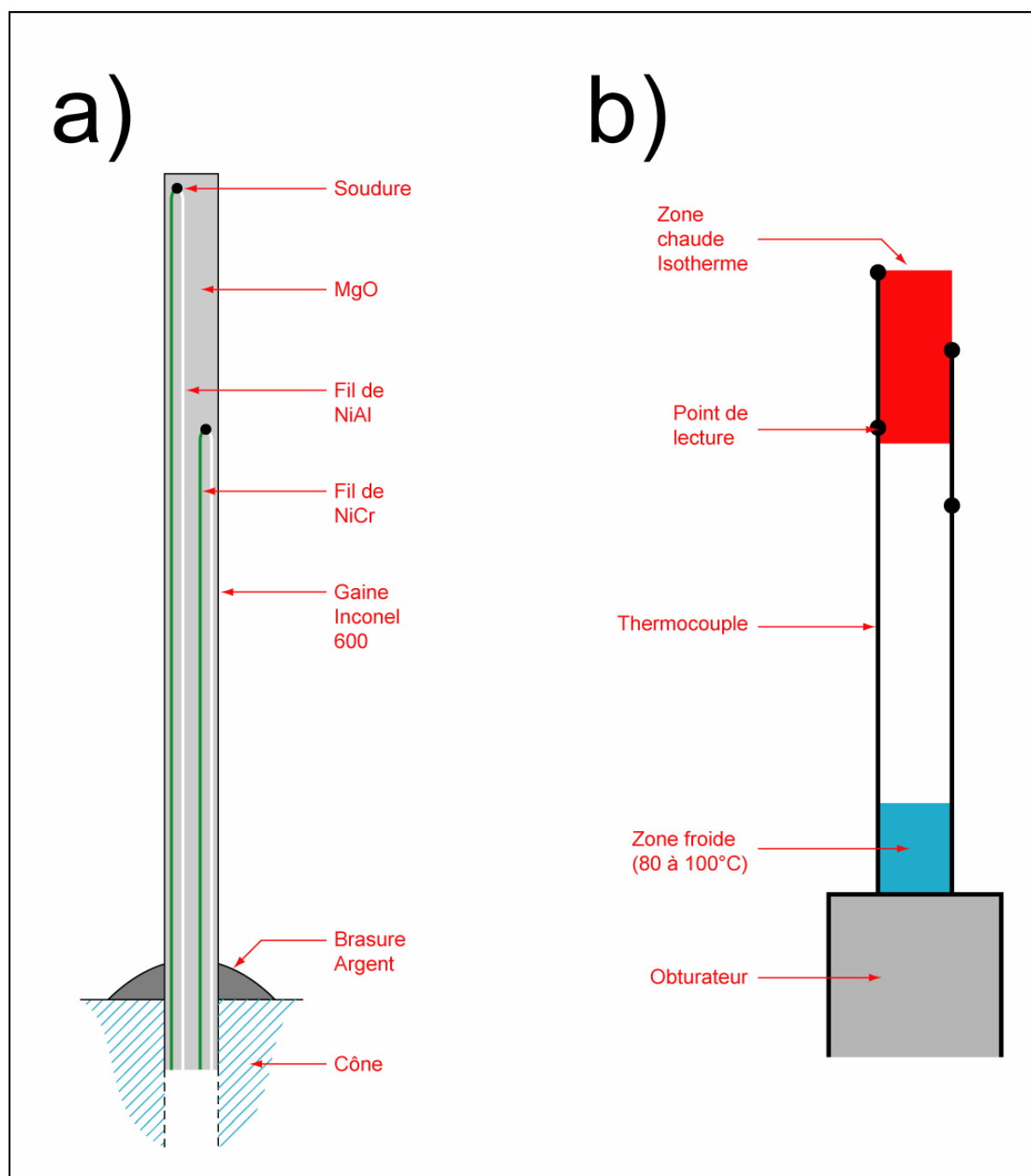


Figure II - 11: *Schémas de montage des thermocouples.* (a: Représentation schématique d'un thermocouple double, b: Disposition des thermocouples par rapport à la zone isotherme du four).

II.3.2.3.7. Le système de trempe.

Le système de trempe existant sur les autoclaves à chauffage interne de l'ISTO est celui décrit par Roux et Lefèvre (1992). Ce système permet en fin d'expérience de faire tomber les échantillons dans la zone froide de l'autoclave (Figure II - 12). Pendant l'expérience, l'échantillon, placé dans une nacelle porte échantillon, est maintenu dans la zone chaude du four par un fil de platine relié à 2 cannes de trempe en Kenthal gainées céramique. En fin d'expérience, l'envoi d'une décharge électrique dans les cannes de trempe brise le fil de platine (effet fusible). La nacelle contenant l'échantillon tombe alors dans la zone froide du four. Ce système permet de tremper des échantillons depuis 1000°C à moins de 100°C en moins d'une minute.

Au cours de notre étude, ce système n'a pas été employé pour tremper les échantillons mais il a été détourné de son utilisation première afin de provoquer le départ des expériences de déformation (cf. Chapitre IV).

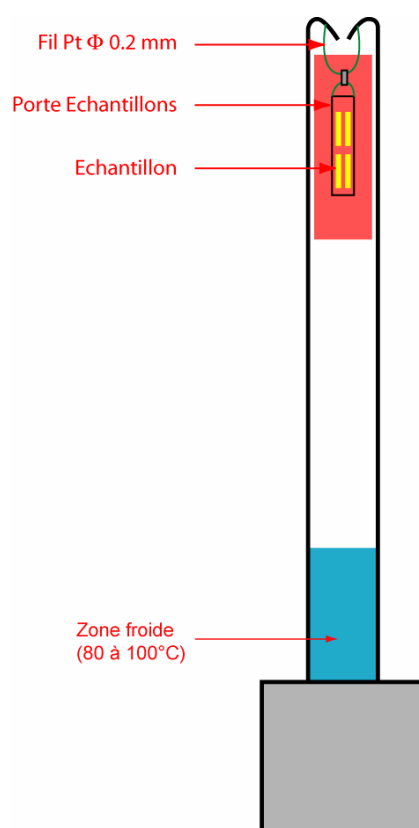


Figure II - 12: Principe de fonctionnement du système de trempe (Les thermocouples ne sont pas figurés).

- Bridgman, P.W. (1949) *The physics of high pressure*. 445 pp, London.
- Dingwell, D.B., Romano, C., and Hess, K.-U. (1996) The effect of water on the viscosity of a haplogranitic melt under P-T-X conditions relevant to silicic volcanism. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **124**(1), p.19-28.
- Hess, K.-U., and Dingwell, D.B. (1996) Viscosities of hydrous leucogranitic melts: A non-Arrhenian model. *American Mineralogist*, **81**(9-10), p.1297-1300.
- Hess, K.-U., Dingwell, D.B., and Webb, S.L. (1995) The influence of excess alkalis on the viscosity of a haplogranitic melt. *American Mineralogist*, **80**(3-4), p.297-304.
- Holloway, J.R. (1971) Internally Heated Pressure Vessels. In G.C. Ulmer, Ed. *Research techniques for high pressure and high temperature*., Springer-Verlag, New-York. p.217-258.
- Holloway, J.R. (1992) An internally heated, rapid-quench, high pressure vessel. *American Mineralogist*, **77**, p.643-646.
- Holtz, F., Behrens, H., Dingwell, D.B., and Johannes, W. (1995) H₂O solubility in haplogranitic melts: Compositional, pressure, and temperature dependence. *American Mineralogist*, **80**(1-2), p.94-108.
- Holtz, F., Behrens, H., Dingwell, D.B., and Taylor, R.P. (1992a) Water solubility in aluminosilicate melts of haplogranite composition at 2 kbar. *Chemical Geology*, **96**(3-4), p.289-302.
- Holtz, F., and Johannes, W. (1994) Maximum and minimum water contents of granitic melts: implications for chemical and physical properties of ascending magmas. *Lithos*, **32**(1-2), p.149-159.
- Holtz, F., Johannes, W., Tamic, N., and Behrens, H. (2001) Maximum and minimum water contents of granitic melts generated in the crust: a reevaluation and implications. *Lithos*, **56**(1), p.1-14.
- Holtz, F., Pichavant, M., Barbey, P., and Johannes, W. (1992b) Effects of H₂O on liquidus phase relations in the haplogranite system at 2 and 5 kbar. *American Mineralogist*, **77**(11-12), p.1223-1241.
- Knoche, R., Dingwell, D.B., and Webb, S.L. (1995) Melt densities for leucogranites and granitic pegmatites: Partial molar volumes for SiO₂, Al₂O₃, Na₂O, K₂O, Li₂O, Rb₂O, Cs₂O, MgO, CaO, SrO, BaO, B₂O₃, P₂O₅, F₂O-1, TiO₂, Nb₂O₅, Ta₂O₅, and WO₃. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **59**(22), p.4645-4652.
- Lofgren, G. (1974) An experimental study of plagioclase crystal morphology: Isothermal crystallisation. *American Journal of Science*, **274**, p.243-273.
- Martel, C., Dingwell, D.B., Spieler, O., Pichavant, M., and Wilke, M. (2001) Experimental fragmentation of crystal- and vesicle-bearing silicic melts. *Bulletin of Volcanology*, **63**(6), p.398 - 405.

- Nowak, M., and Behrens, H. (1995) The speciation of water in haplogranitic glasses and melts determined by in situ near-infrared spectroscopy. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **59**(16), p.3445-3450.
- Ramsay, J.G. (1967) *Folding and fracturing of rocks*. 568 pp, New-York.
- Roux, J., Holtz, F., Lefèvre, A., and Schulze, F. (1994) A reliable high-temperature setup for internally heated pressure vessels: Applications to silicate melt studies. *American Mineralogist*, **79**(11-12), p.1145-1149.
- Roux, J., and Lefèvre, A. (1992) A fast-quench device for internally heated pressure vessels. *European Journal of Mineralogy*, **4**, p.279-281.
- Schmidt, B.C., Riemer, T., Kohn, S.C., Holtz, F., and Dupree, R. (2001) Structural implications of water dissolution in haplogranitic glasses from NMR spectroscopy: influence of total water content and mixed alkali effect. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **65**(17), p.2949-2964.
- Schulze, F., Behrens, H., Holtz, F., Roux, J., and Johannes, W. (1996) The influence of H₂O on the viscosity of a haplogranitic melt. *American Mineralogist*, **81**(9-10), p.1155-1165.
- Toplis, M.J., Gottsmann, J., Knoche, R., and Dingwell, D.B. (2001) Heat capacities of haplogranitic glasses and liquids. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **65**(12), p.1985-1994.

**CHAPITRE III: - MISE AU POINT D'UN
APPAREIL DE DEFORMATION
COAXIALE A RESSORT**

III.1. PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT.

III.1.1. Généralités sur les viscosimètres à plaques parallèles.

L'appareil mis au point fonctionne sur le principe d'un "parallel-plate viscosimeter" (viscosimètre à plaques parallèles) tel que défini par Fontana (1970): *"This is the compression of a cylindrical specimen by parallel plates moving perpendicular to their planes"* (Figure III - 1).

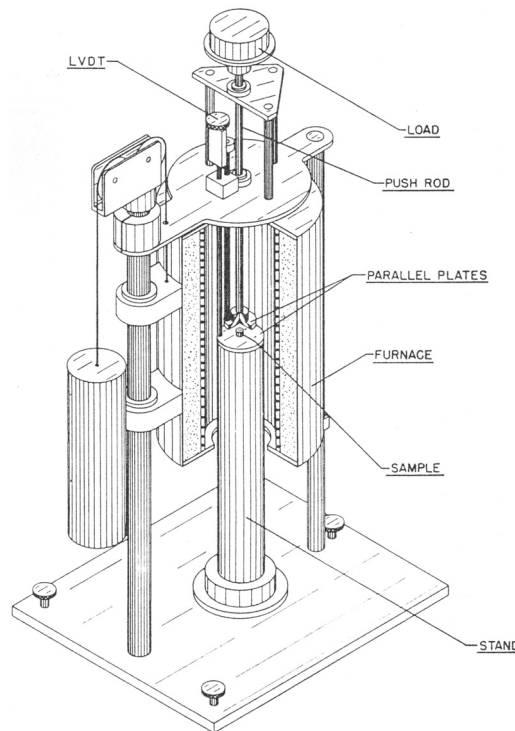


Figure III - 1: Schéma du "parallel-plate viscosimeter" de Fontana (1970).

La formule liant la viscosité à la vitesse de rapprochement des deux plaques est donnée par Gent (1960):

$$\eta_s = \frac{2\pi Mgh^5}{3V \frac{dh}{dt} (2\pi h^3 + V)} \quad (\text{Eq. III - 1})$$

avec η_s = viscosité (Pa.s), M = masse (kg), g = accélération de la gravité (m.s^{-2}), t = temps (s), V = volume de l'échantillon (m^3), h = hauteur de l'échantillon au temps t , dh/dt = vitesse de déformation (m.s^{-1}).

Cette formule n'est valable que dans le cas où les surfaces de contact entre l'échantillon et les plaques parallèles restent constantes au cours de la mesure (*no-slip condition*). Dans le cas où

les surfaces de contact augmentent au cours de la déformation et où l'échantillon reste parfaitement cylindrique, c'est-à-dire sans prendre une forme de tonneau (*perfect slip condition*), la formule devient:

$$\eta_s = \frac{Mgh}{3V \frac{dh}{dt}} \quad (\text{Eq. III - 2})$$

Avec ce type d'appareil, les mesures de viscosité se font en général en travaillant à taux de déformation constant ou à charge (force appliquée) constante (Dingwell *et al.*, 1993).

III.1.2. Description de l'appareil mis au point.

III.1.2.1. Avant-propos.

Les contraintes techniques, exposées au chapitre II, rendent complexe la transposition, sous pression, d'un appareil du type Fontana (1970). Schulze et collaborateurs (1999) sont parmi les seuls à avoir mis au point un tel appareil (Figure III - 2).

Une des premières idées était de s'inspirer de leurs travaux pour réaliser notre appareil; sans pour autant remettre en cause la conception des autoclaves et en particulier celle des fours en service à l'ISTO. En effet, le point chaud des fours du type Roux *et al.* (1994) (cf. § II.3.2.3.4) est situé très haut dans l'autoclave par rapport au design employé par Schulze *et al.* (1999).

Ceci implique que la charge (load) soit située dans le moufle inconel du four (cf. § II.3.2.3.4) dont le volume interne est de seulement 90 cm³. Des calculs, préalables à la réalisation de notre appareil, ont montrés que compte tenu des volumes nécessaires pour l'échantillon, pour le passage des thermocouples, pour les différents supports et lumières anti-frottements, la charge maximale que nous pouvions espérer utiliser était de seulement 150 à 200 grammes; très loin des 1050 grammes que peuvent utiliser Schulze *et al.*

Il apparaissait donc difficile d'appliquer la contrainte au moyen d'un poids. Un ressort en spirale nous a paru une bonne alternative.

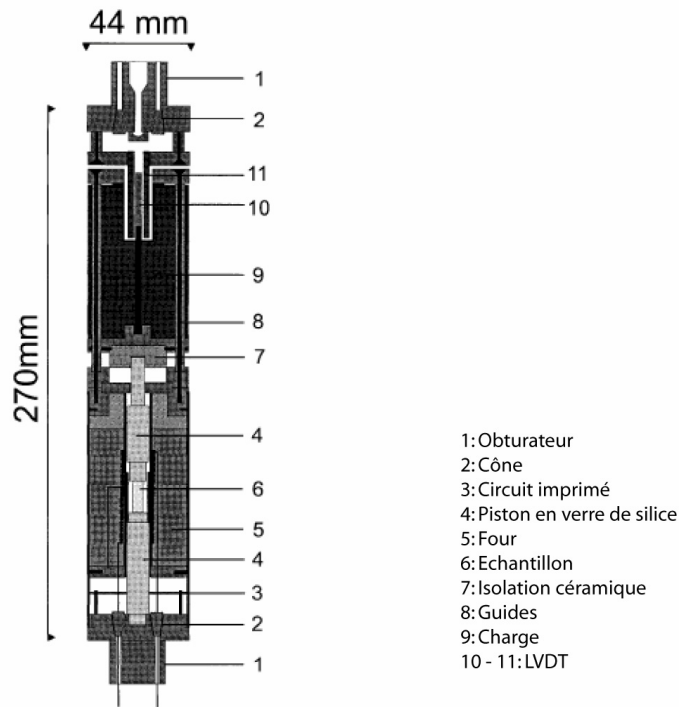


Figure III - 2: Schéma du viscosimètre à plaques parallèles de Schulze *et al.* (1999).

III.1.2.2. Description générale.

L'appareil est représenté Figure III - 3. L'échantillon (8) de forme cylindrique est inséré entre un écrou de fermeture (9) et un piston mobile (6), tous deux en Inconel 600. Les contacts entre l'échantillon et les deux autres pièces sont protégés de la contamination par des feuilles de platine (7).

La force est exercée par un ressort en spirale (2) et transmise à l'échantillon par un barreau d'alumine (4) qui actionne le piston (6).

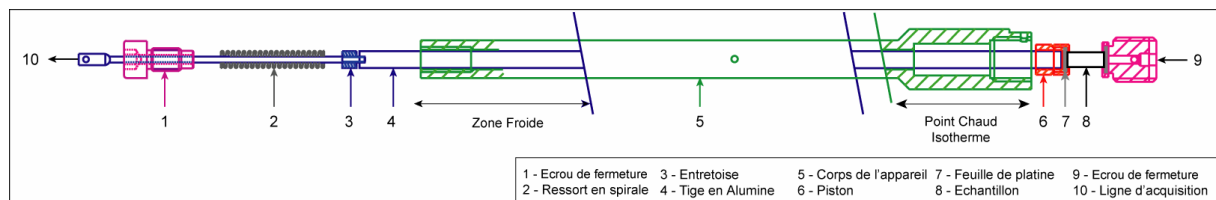


Figure III - 3: Vue éclatée de l'appareil de déformation à ressort.

Le tout est enfermé dans un tube en NS30 qui constitue le corps de l'appareil (5). Le diamètre de ce tube est élargi au niveau de la chambre à échantillon (pièces 6, 7, 8 et 9) pour pouvoir recevoir des échantillons de 5 mm de diamètre.

L'appareil est conçu pour que la chambre à échantillon se situe dans la zone chaude isotherme de l'autoclave et le ressort, dans une zone froide, si bien que les caractéristiques du ressort ne sont pas altérées par la température (Figure III - 4).

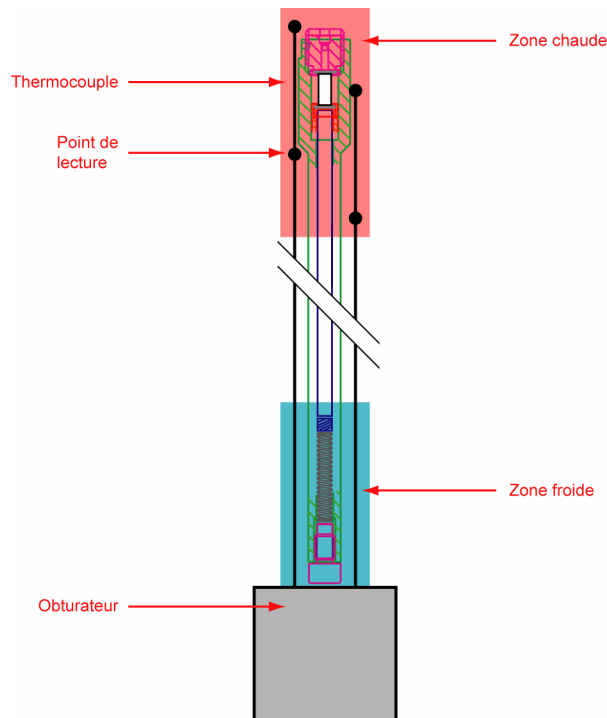


Figure III - 4: Représentation schématique du positionnement de l'appareil par rapport à l'obturateur de l'autoclave, des thermocouples, des zones chaudes et froides.

La déformation appliquée est donc coaxiale, de type cisaillement pur (au sens défini au chapitre II).

III.1.2.3. Performances théoriques.

III.1.2.3.1. Taille de l'échantillon.

La taille maximale de l'échantillon est limitée par la taille de la chambre à un cylindre de 12 mm de long. Le diamètre interne de la chambre est de 10 mm; ce qui théoriquement permet de recevoir des échantillons de 9 mm de diamètre. Dans la pratique, le diamètre de l'échantillon

augmentant avec la déformation, des échantillons de plus petit diamètre ont été utilisés (couramment 5 mm).

III.1.2.3.2. Contrainte appliquée.

La connaissance de la contrainte appliquée nécessite de calibrer les ressorts. La mesure de la force appliquée par le ressort a été effectuée par mesure du raccourcissement du ressort en fonction de la masse supportée (Figure III - 5) grâce au dispositif illustré Figure III - 6. La force est calculée en utilisant l'équation III - 3.

$$F = mg \quad (\text{Eq. III - 3})$$

Avec F = force (N), m = masse (kg), g = accélération de la gravité (m.s^{-2}).

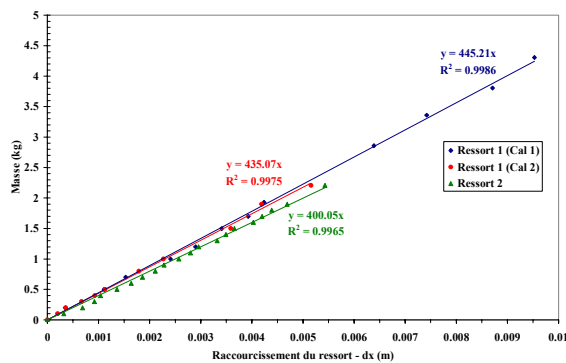


Figure III - 5: Exemple de courbes de calibration de ressorts (en x , le raccourcissement du ressort; en y , la masse supportée par le ressort).

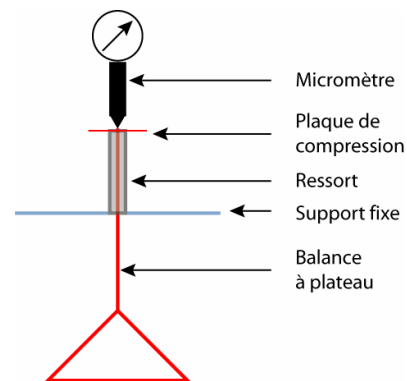


Figure III - 6: Représentation schématisée du dispositif utilisé pour le calibrage des ressorts.

La calibration des ressorts était très reproductible et les ressorts ne montraient généralement pas de signe de fatigue; exception faite de quelques longues expériences réalisées sous pression. Pour ces expériences, le ressort avait clairement été recuit, bien que situé dans la zone froide. Nous attribuerons cette observation à la conduction de la chaleur par le corps de l'appareil de déformation vers la zone froide. Ce phénomène n'étant pas instantané, il n'affecte le ressort que pour les expériences de longue durée ($> 10\text{h}$).

Avec les ressorts utilisés, le raccourcissement maximal (9 mm) est obtenu pour une masse de 4.3 kg, soit une force d'environ 42 N. Au delà de 4.3 kg, la courbe de calibration n'est plus linéaire.

La contrainte maximale correspondante est obtenue grâce à l'équation III - 4:

$$\sigma = F/S \quad (\text{Eq. III - 4})$$

avec σ = contrainte en Pa, F = force en N, S = surface en m^2 .

Pour les échantillons les plus couramment utilisés, des cylindres de 5 mm de diamètre:

$$\sigma_{\max} \simeq 2 \text{ MPa}$$

En réduisant le diamètre des échantillons, il aurait été possible de travailler à:

$$\sigma_{\max} \simeq 6 \text{ MPa}$$

Pour des raisons pratiques (risque de rupture à froid de l'échantillon), il ne paraît pas raisonnable de travailler avec des échantillons de diamètre inférieur. Par ailleurs, les contraintes évoquées ci-dessus sont vraiment difficiles à mettre en œuvre car elles impliquent un arrêt de l'expérience avant la fin de la détente du ressort. En effet, de telles contraintes impliquent un raccourcissement du ressort de 9 mm. Si on laisse le ressort se détendre complètement, l'échantillon sera donc déformé de 9 mm. Comme sa taille maximale est de 12 mm, ceci implique une déformation de l'échantillon d'environ 75%; bien au delà des limites acceptables.

III.1.2.3.3. *Quantité et taux de déformation.*

Avec un tel système à ressort, on constate que la force appliquée est directement proportionnelle au raccourcissement du ressort. Comme la force appliquée est proportionnelle à la contrainte (Eq. III - 4), elle-même proportionnelle au taux de déformation de l'échantillon:

$$\dot{\epsilon} = \frac{\sigma}{\eta_l} = \frac{\sigma}{3\eta_s} = \frac{F}{3S\eta_s} \quad (\text{Eq. III - 5})$$

avec $\dot{\epsilon}$ = le taux de déformation en s^{-1} , σ = la contrainte en Pa, η_l = la viscosité d'élongation et η_s = la viscosité de cisaillement (Shear Viscosity) de l'échantillon en Pa.s (cf. Annexe 3 pour la relation $\eta_l = 3\eta_s$).

le raccourcissement initial du ressort conditionne le taux de déformation. Aussi, si on laisse l'expérience se dérouler jusqu'à la détente complète du ressort, il advient que la quantité de déformation finie (ϵ) et le taux de déformation sont liées.

Nous avons palier ce problème en introduisant une entretoise (Figure III - 3 - 3) entre le ressort (2) et la tige en alumine (4). En jouant de manière conjointe sur la longueur initiale de l'échantillon et la longueur de l'entretoise, il est possible de faire varier quantité et taux de déformation de manière indépendante.

Exemple:

On veut déformer 2 échantillons au même taux mais obtenir des quantités de déformation finie différentes (10% et 20% par exemple).

Echantillon 1:

On pose: Pour un échantillon de longueur initiale $L_i = 10$ mm, et une longueur d'entretoise $L_e = E$, le ressort est initialement comprimé de 1 mm. La déformation finale de l'échantillon, après détente complète du ressort, sera donc de 10%.

Echantillon 2:

On prend un échantillon de longueur initiale $L_i = 5$ mm, et une entretoise de longueur $L_e = E + 5$ mm. Le ressort est bien toujours comprimé de 1 mm. Le taux de déformation sera donc identique pour les 2 échantillons; mais cette fois, la déformation finie sera de 20%.

De même, en faisant varier L_i et L_e , on peut obtenir des échantillons ayant des taux de déformation identiques, mais des déformations finies différentes.

III.1.2.3.4. Gamme de viscosité de travail.

Avec un viscosimètre à plaque parallèle, Fontana (1970) a réalisé avec succès des mesures de viscosité dans l'intervalle $10^4 - 10^8$ Pa.s. Par la suite, Neuville et Richet (1991), Bagdassarov et Dingwell (1992), Stevenson *et al.* (1995), Lejeune et Richet (1995) puis Schulze *et al.* (1999) ont montré l'applicabilité de ce type d'appareils dans la gamme $10^7 - 10^{13}$ Pa.s.

Il est donc, théoriquement, possible d'utiliser les viscosimètres à plaques parallèles dans la gamme $10^4 - 10^{13}$ Pa.s. Dans le cas qui nous intéresse, il paraissait cependant difficile de

travailler en dessous du point de Littleton soit $10^{6.6}$ Pa.s (cf. Annexe 3). En effet, en dessous de ce point aussi appelé point de ramollissement ou softening point, le verre flue très rapidement sous son propre poids. L'utilisation des appareils de type "parallel-plate viscosimeter" n'est possible que pour des expériences très rapides sur de petits échantillons de faible épaisseur par rapport au diamètre. Si ces conditions ne sont pas remplies, les risques de détérioration de l'appareillage sont sérieux; le liquide pouvant couler dans les parties mobiles de l'appareil.

Pour l'étude des fabriques (OPF), il n'apparaît pas raisonnable de travailler sur des échantillons de trop faible épaisseur et diamètre, les effets de bordure risquant de devenir prépondérants. Une alternative pourrait résider dans l'encapsulation des échantillons (cf. §III.2.4)

III.1.2.3.5. Limitations.

La principale limitation de cet appareil réside dans la variation de la force appliquée à l'échantillon au cours d'une même expérience. En effet, au fur et à mesure de la déformation (raccourcissement) de l'échantillon, le ressort se détend et la contrainte appliquée et, par conséquent, le taux de déformation diminuent. Même si ceci constitue un inconvénient majeur, l'impact du phénomène reste limité à l'étude des échantillons à charge cristalline importante. En effet, les lois de rotation d'une particule isolée dans un fluide visqueux sont indépendantes du taux de déformation (Jeffery, 1922; Fernandez *et al.*, 1983). Le taux de déformation n'entre donc en considération que lorsque les interactions entre particules prennent de l'importance.

Une deuxième limitation de taille réside dans la quasi impossibilité d'étalonner le ressort sous pression. Les calibrages de la constante de raideur du ressort (Figure III - 5) sont effectués à une atmosphère. Il est fort probable que la pression modifie quelque peu les caractéristiques physiques de l'acier et que la constante de raideur du ressort sous pression soit légèrement différente de celle à une atmosphère.

III.2. ESSAIS A UNE ATMOSPHERE.

III.2.1. Généralités.

Pour des raisons de commodités, l'appareil a, dans un premier temps, été développé et testé à 1 bar. Il s'agissait en particulier de minimiser les frottements afin que les contraintes effectivement appliquées à l'échantillon soient conformes aux contraintes déduites de l'étalonnage du ressort. Par ailleurs, il fallait s'assurer que la déformation était homogène et coaxiale.

III.2.2. Matériau test.

Pour tester notre appareil, il nous fallait un matériau disponible en grande quantité, facile à mettre en œuvre, aux propriétés rhéologiques proches de celles d'un magma partiellement cristallisé. Un verre silicaté naturel peut réunir toutes ces propriétés.

Notre choix s'est porté sur une obsidienne provenant du volcan Eburru, Masaii Gorge, Kenya, Rift Valley (Macdonald and Bailey, 1973). Il s'agit d'une rhyolite peralcaline (cf. Annexe 1 - §A1-2.1.) dont un bloc massif, non altéré, d'environ 3 kg nous a généreusement été fourni par Ray MacDonald (University of Lancaster).

L'intérêt principal est que cette obsidienne est réputée aphyrique et sans bulles. Ainsi, des cylindres peuvent-ils être directement carottés dans la masse et utilisés sans autre forme de préparation préalable (broyage, fusion, etc....). Autre atout majeur, ses propriétés rhéologiques sont bien connues grâce aux travaux de Stevenson *et al.* (1995).

Par ailleurs, sa faible teneur en eau, 0.25 % pds, permet à un bar de limiter la nucléation des bulles et la croissance de cristaux. Pour Eburru, Stevenson *et al.* (1995) déterminent ainsi une gamme de température de travail située entre 568°C et 681°C, correspondant respectivement à des viscosités de $10^{9.8}$ Pa.s et $10^{7.6}$ Pa.s. La vésiculation intervient à 705°C en 80 minutes. Aussi, est-il possible d'envisager des expériences de déformation au delà de 705°C, mais de durées très courtes.

III.2.3. Préparation des échantillons.

Des cylindres, de 5 mm de diamètre et 30 à 40 mm de long, ont été carottés directement dans le bloc d'obsidienne. Après avoir été recoupés à la longueur désirée, les faces ont été polies de manière à être parallèles entre elles et perpendiculaires à l'axe du cylindre. La longueur et le diamètre ont été mesurés au pied à coulisse avec une précision de 0.01 mm.

III.2.4. Essais d'encapsulage.

Comme nous l'avons exposé au paragraphe III.1.2.3.4, pour pouvoir espérer travailler à des températures supérieures au softening point (i.e. à des viscosités inférieures à $10^{6.6}$ Pa.s), il est nécessaire d'encapsuler les échantillons. Par ailleurs, en vue des expériences sous pression sur des échantillons contenant de l'eau, un encapsulage permettrait également de limiter la déshydratation.

Le principal problème est de trouver une matière qui permette d'élaborer une capsule qui ne modifie pas de manière radicale le comportement rhéologique de l'échantillon, qui permette de travailler à haute température et haute pression et qui soit imperméable à l'eau.

En expérimentation HT-HP sur les liquides silicatés, les métaux précieux Au, Ag, Pt, Pd, ... et leurs alliages sont les matériaux de capsules les plus couramment utilisés. Ils présentent l'avantage d'avoir un point de fusion élevé, de ne pas s'oxyder au contact des liquides silicatés et de très peu réagir avec ces derniers. En effet, les solubilités de ces métaux dans les liquides silicatés sont faibles; et réciproquement, à quelques exceptions près (ex: Fe/Pt), les solubilités des constituants des liquides silicatés sont faibles dans ces métaux.

Les premiers essais de déformation, à 1 bar, sur Eburru, ont donc été réalisés sur des cylindres de verre contenus dans des tubes en or ouverts aux deux extrémités. Aux températures magmatiques ($> 500^{\circ}\text{C}$), la capsule ayant une viscosité supérieure à celle de l'échantillon qu'elle contient, nous nous attendions à ce que la viscosité apparente de l'ensemble (échantillon + capsule) soit dominé par la capsule. Cependant, étant donné la faible épaisseur de cette dernière (épaisseur de paroi = 0.2 mm), nous espérions que cet effet reste acceptable et surtout nous espérions pouvoir le calibrer. Le but premier de l'étude étant non pas la mesure de viscosité mais l'étude du développement des OPF, cette solution nous semblait acceptable.

Malheureusement, les essais réalisés avec des capsules de diamètre 5/5.4 mm ($\Phi_{\text{interne}}/\Phi_{\text{externe}}$), puis 5/5.2 mm ont montré que la capsule contrôlait non seulement le comportement rhéologique, mais également la géométrie de la déformation. En fin d'expérience, l'échantillon n'a pas la forme de tonnelet (caractéristique de "no-slip condition") attendue, mais une forme en accordéon. Dans ces conditions, la déformation n'est donc pas homogène (Figure III - 7).

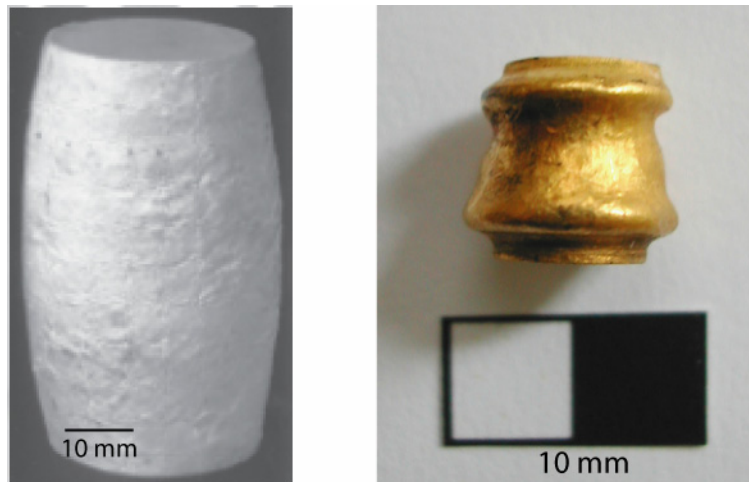


Figure III - 7: Expression de l'homogénéité (cliché de gauche) ou hétérogénéité (cliché de droite) de la déformation en déformation coaxiale.

A gauche: Cylindre de marbre déformé de manière homogène présentant une forme parfaite de tonneau (source: Plaquette publicitaire des presses Paterson - ASI).

A droite: Cylindre d'Eburru enrobé d'une jaquette en or. L'hétérogénéité de la déformation est marquée par la forme en accordéon.

Pour des raisons de coûts financiers, et parce que l'or est l'un des métaux précieux les plus malléable, nous n'avons pas jugé opportun de tester d'autres types de capsules. L'encapsulage a donc été momentanément abandonné, mais il en sera de nouveau question au chapitre IV (cf. § IV.4.2).

III.2.5. Mesure de viscosité.

Notre appareil fonctionnant sur le principe des viscosimètres à plaques parallèles, le meilleur test de bon fonctionnement (absence de frottements, conformité des contraintes appliquées avec les contraintes calculées) que nous pouvions imaginer était de voir s'il était capable de mesurer des viscosités.

III.2.5.1. Préambule: Déroulement d'une expérience.

A une atmosphère, l'appareillage est mis en place dans un four horizontal préalablement calibré, de manière à ce que la chambre échantillon se situe dans la zone chaude isotherme. L'écrou de fermeture n°1 (Figure III - 3 - pièce 1) se situe alors à l'extérieur du four. En début d'expérience, l'écrou n°1 est serré de manière à ce que le ressort se situe en position de quasi repos, exerçant une très légère pression sur l'échantillon, de manière à le maintenir en place.

Lorsque l'équilibre thermique est atteint, environ 15 à 30 minutes après mise en place de l'appareillage dans le four, l'expérience de déformation est lancée en serrant l'écrou n°1.

Un trou pratiqué dans l'écrou n°9 (Figure III - 3 - pièce 9) permet d'insérer un thermocouple jusqu'à la feuille de platine située au contact de l'échantillon.

III.2.5.2. Mesure en temps réel de la déformation.

La mesure de la viscosité nécessite de connaître, en temps réel, la vitesse de déformation de l'échantillon. Pour ce genre de mesures, de nombreux appareils utilisent des LVDT (Linear Variable Differential Transducer). Ces capteurs de déplacement sont constitués d'un noyau magnétique cylindrique, élément sensible, se déplaçant librement dans des bobines suivant leur axe commun (Figure III - 8). Le noyau magnétique est prolongé par une tige reliée à l'objet mobile dont on veut mesurer le déplacement. Le déplacement du noyau autour de la position d'équilibre du pont électrique génère deux tensions représentatives de l'amplitude ce déplacement et de son sens. La valeur de ce déplacement est obtenue par comparaison des valeurs crêtes de chaque signal.

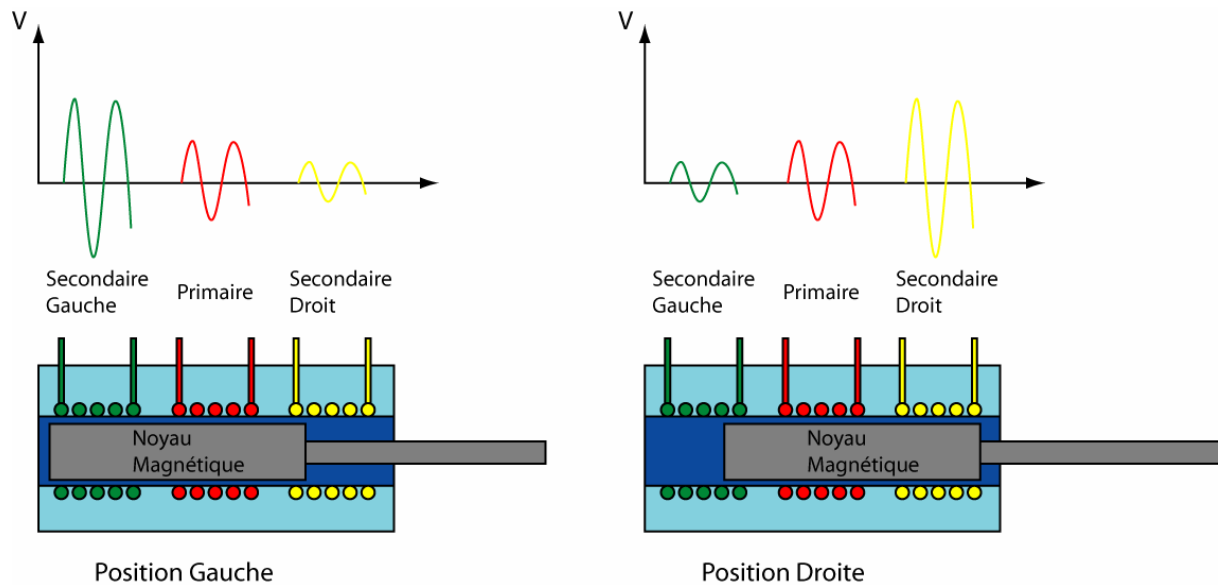


Figure III - 8: Illustration du principe de fonctionnement des LVDT (nota: Fonctionne de même en position verticale)

Etant donné que les LVDT doivent être alimentés par un générateur hautes fréquences, assez onéreux, il n'a pas été possible d'en mettre un en place sur notre appareillage.

Un système, spécifiquement mis au point au laboratoire pour cette étude, a donc été mis en place sur l'appareil. L'entretoise (Figure III - 3 -pièce 3) est reliée, via une tige métallique, à une résistance linéaire variable. Cette résistance est intégrée dans un circuit électrique, relié à un système d'acquisition de données principalement composé d'un multimètre de précision et d'un ordinateur. Le changement de position du curseur de la résistance, entraîné par l'entretoise, provoque une modification de la tension aux bornes du circuit (Figure III - 9).

Pour réaliser cette chaîne d'acquisition, l'utilisation de matériaux de récupération (vieux ordinateur) et d'un Eurotherm inutilisé en guise de multimètre a permis de réduire le coût de ce système à une quinzaine d'euros.

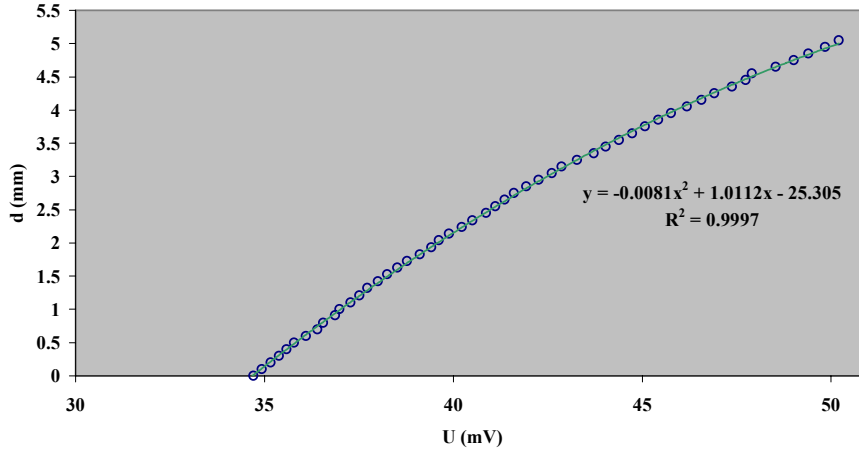


Figure III - 9: Courbe d'étalonnage de la position du curseur (d) en fonction de la tension U.

III.2.5.3. Théorie mathématique.

L'équation de Gent (1960) (Eq. III - 1) permet de calculer la viscosité à partir de données expérimentales obtenues soit à contrainte constante, soit à taux de déformation constant. L'équation demande donc d'être adaptée à notre appareil qui n'impose à l'échantillon ni une force constante, ni un taux de déformation constant (cf. § III.1.2.3.5).

En combinant les équations III - 1 et III - 3, on obtient:

$$\eta_s = \frac{2\pi F h^5}{3V \frac{dh}{dt} (2\pi h^3 + V)} \quad (\text{Eq. III - 6})$$

avec $dh = h - h_0$

Pour un ressort, la force est donnée par l'équation:

$$F = k dx \quad (\text{Eq. III - 7})$$

avec k = constante de raideur du ressort (N.m^{-1}); dx = écart de longueur du ressort par rapport à sa longueur au repos (en m).

dx peut être exprimé en fonction de la longueur du ressort:

$$dx = l_r - l_i \quad (\text{Eq. III - 8})$$

avec l_r = longueur du ressort au repos (m), l_i = longueur du ressort (m).

Dans le cas de notre étude, dx varie en fonction du temps au fur et à mesure que l'échantillon se déforme. Si on pose dh , la variation de longueur de l'échantillon à l'instant t , on obtient ∂x , l'écart de longueur du ressort par rapport à sa position, à chaque instant:

$$\partial x = l_r - (l_i + dh) \quad (\text{Eq. III - 9})$$

Des équations III - 6, III - 7 et III -9, on obtient:

$$\eta_s = \frac{2\pi k(l_r - l_i - dh)h^5}{3V \frac{dh}{dt}(2\pi h^3 + V)} \quad (\text{Eq. III - 10})$$

avec la force à chaque instant $F = k \partial x = k(l_r - l_i - dh)$

d'où l'on tire:

$$dt = \frac{3V\eta_s(2\pi h^3 + V)}{2\pi k(l_i - l_r - dh)h^5} dh$$

$$t = \int_0^{dh} \frac{3V\eta_s(2\pi h^3 + V)}{2\pi k(l_i - l_r - dh)h^5} dh \quad (\text{Eq. III - 11})$$

L'utilisation du logiciel mathématique MAPLE (Maplesoft™) a permis de trouver une solution extrapolée à cette intégrale. Cette solution permet de calculer le temps théorique qu'un échantillon de viscosité η_s met pour se déformer d'une longueur dh . Il n'a malheureusement pas été possible d'exprimer directement la viscosité η_s de l'échantillon en fonction de la durée d'expérience et de la déformation de l'échantillon. La viscosité est donc obtenue par ajustement du modèle aux données expérimentales (Figure III - 10). Cet ajustement a été réalisé en utilisant la méthode des moindres carrés; la minimisation étant obtenue grâce à la fonction "solveur" du logiciel Microsoft® Excel.

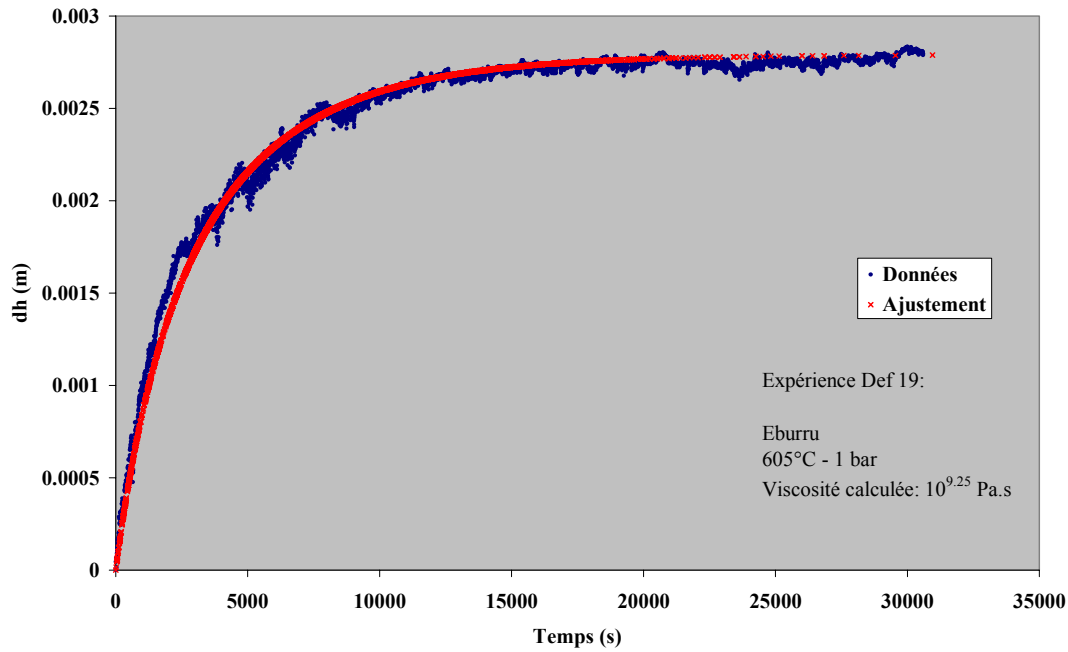


Figure III - 10: Exemple de courbe de déformation d'un échantillon en fonction du temps (expérience Def 19).

En bleu, les données expérimentales; en rouge, les valeurs calculées par ajustement de l'équation III - 11.

III.2.5.4. Résultats.

Les résultats obtenus pour la mesure de viscosité d'Eburru à différentes températures sont listés dans la Table III - 1 et reportés sur la Figure III - 11.

	Starting Product	T (°C)	Initial Length (mm)	% Def.	η mesurée (Log Pa.s)	η théorique (Log Pa.s)
Def 03	Eburru	568	12.71	47.7	9.91	9.80
Def 07	Eburru	648	11.39	21.1	8.38	8.20
Def 08	Eburru	648	9.95	8.1	8.25	8.20
Def 09	Eburru	700	11.85	23.3	7.47	7.30
Def 12	Eburru	657	10.41	13.7	8.13	8.04
Def 14	Eburru	657	10.49	15.2	8.13	8.04
Def 15	Eburru	655	10.69	10.4	8.24	8.07
Def 19	Eburru	605	10.92	25.5	9.25	9.03

Table III - 1: Table récapitulative des essais de mesures de viscosité réalisés à 1 bar sur Eburru. La viscosité théorique est calculée d'après Stevenson et al. (1995).

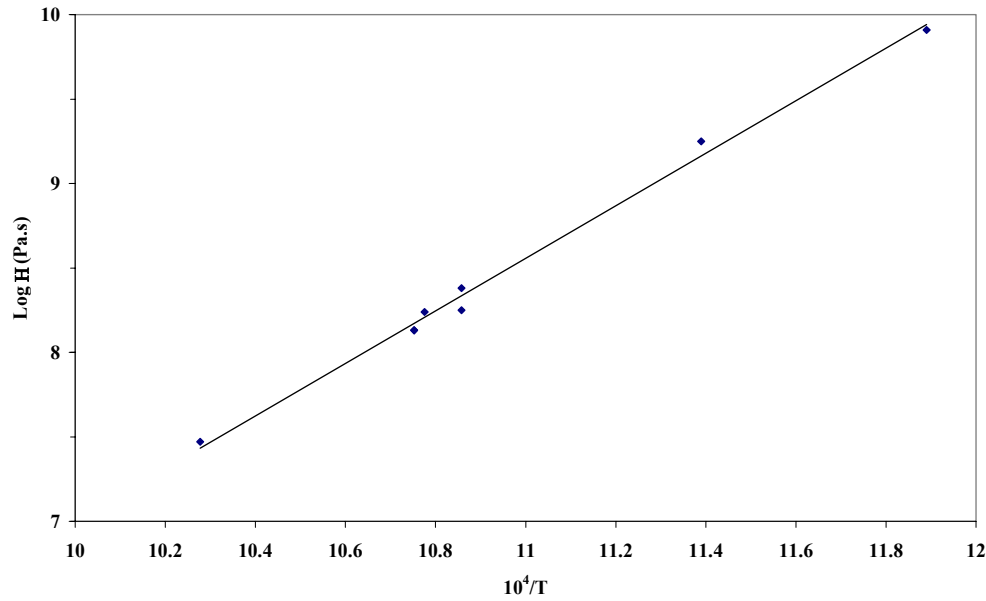


Figure III - 11: Mesures de viscosité réalisées à 1 bar sur Eburru. Diagramme $\text{Log}_{10} \eta_s = f(10^4/T)$.

III.2.5.5. Précisions et sources potentielles d'erreurs.

La dépendance de la viscosité à la température peut être modélisée en utilisant une loi d'Arrhenius (cf. Annexe 3) de la forme:

$$\log_{10} \eta_s = \log_{10} A_\eta + (E_\eta / 2.303RT) \quad (\text{Eq. III - 12})$$

avec $\log_{10} A_\eta = -8.541$ et $E_\eta = 297.67 \text{ kJ.mol}^{-1}$

La déviation standard (1σ) par rapport à l'ajustement Arrhénien est inférieure à $\pm 0.07 \text{ Log Pa.s}$.

La Figure III - 12 permet de comparer les données expérimentales avec les viscosités estimées d'après Stevenson *et al.* (1995). Les viscosités mesurées sont systématiquement supérieures à celles du modèle. La technique employée conduit à une surestimation moyenne d'environ 0.14 Log Pa.s.

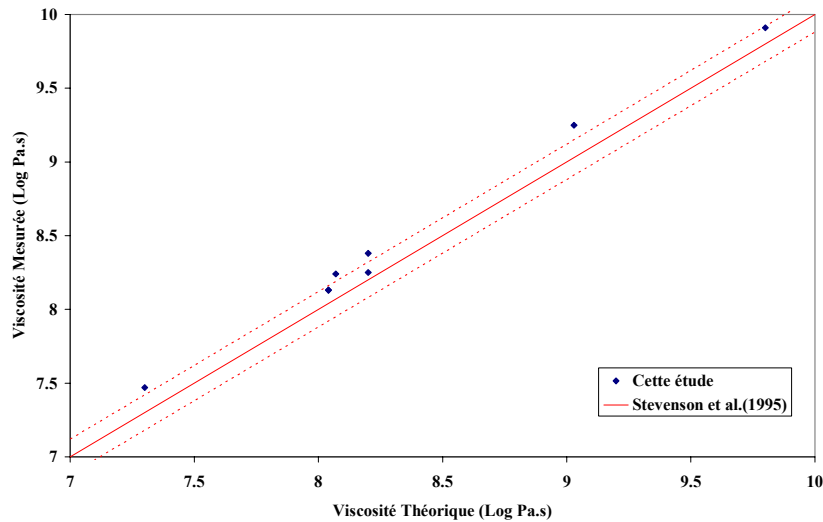


Figure III - 12: Comparaison entre les viscosités théoriques calculées d'après Stevenson et al. (1995) et les viscosités mesurées.

Cette erreur systématique peut avoir des origines diverses:

- Les frottements: Ils sont extrêmement difficiles à estimer. Leur éventuelle existence conduirait à une surestimation de la viscosité. Dans le cas où ils deviennent trop importants, ils conduisent à une impossibilité de détermination de la viscosité. Par exemple, pour l'expérience Def 13, il a été impossible d'ajuster l'équation III - 11 aux données expérimentales de manière satisfaisante (Figure III - 13).

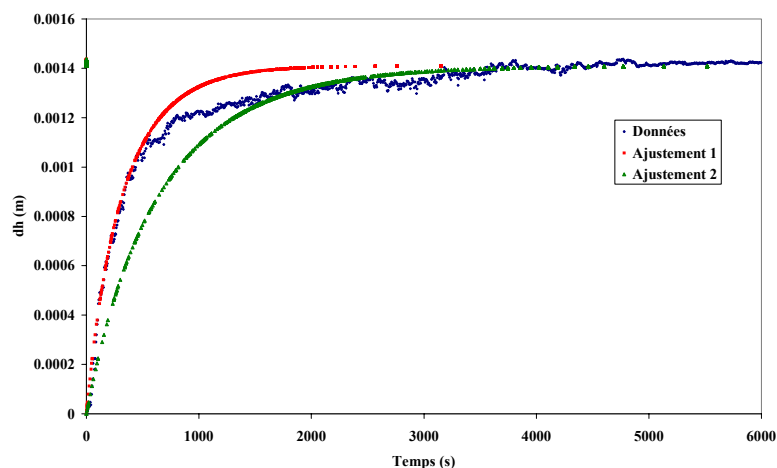


Figure III - 13: Expérience de déformation Def 13. Essai de mesure de viscosité d'Eburru à 1 bar - 657°C. L'ajustement 1 correspond à une viscosité de $10^{8.3}$ Pa.s, il ajuste au mieux la première partie de la courbe ($T < 500$ s). L'ajustement 2 correspond à une viscosité de $10^{8.6}$ Pa.s, il ajuste au mieux la deuxième partie de la courbe ($T > 2000$ s). Aucun des 2 ajustements ne donne satisfaction. A cette température, la viscosité d'après Stevenson *et al.* (1995) est de $10^{8.04}$ Pa.s.

- La dilatation thermique de l'échantillon et des différents éléments de l'appareillage a été négligée. Cette dilatation thermique est complexe à prendre en compte, de par la diversité des matériaux (Inconel, NS30, Alumine, Pt,...) composant l'appareillage et par le fait que certaines pièces de l'appareil, tel le corps de l'appareil et la tige en alumine, se situent dans un gradient thermique important mal caractérisé. Un moyen d'éviter de trop nombreux calculs, sans doute très imprécis, aurait été de travailler en mesurant en continu la position d'un point fixe de l'appareillage; et de travailler par comparaison.
- Il existe une imprécision importante sur la longueur finale de l'échantillon. En effet, cette longueur peut être estimée de 3 manières. Il est possible (et nécessaire) de connaître de manière très précise la compression initiale du ressort. Si on considère que le ressort est complètement relâché en fin d'expérience, on connaît la déformation de l'échantillon. Cependant, le moindre frottement conduirait à ce que le ressort soit encore légèrement comprimé en fin d'expérience. La seconde possibilité est de se fier au système de mesure de la déformation. Même si ce système fonctionne de manière satisfaisante et relativement reproductible, des enregistrements sur plusieurs jours ont mis en évidence des oscillations pouvant conduire à des erreurs de l'ordre de 0.1 mm (Figure III - 14). Enfin, la dernière méthode consiste à mesurer directement l'échantillon après expérience. Malheureusement, ce dernier a tendance à adhérer aux feuilles de platine et à "s'ébrécher". Il est donc difficile de le mesurer correctement.

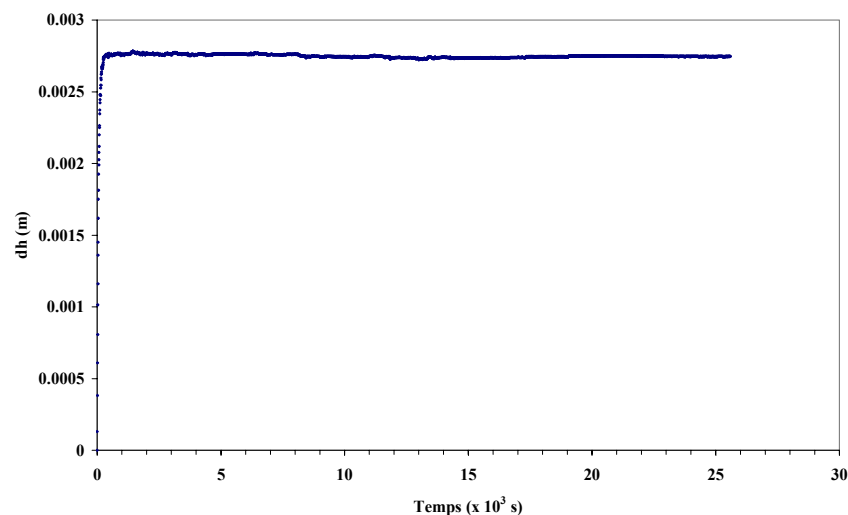


Figure III - 14: Vérification de la stabilité dans le temps du système de mesure en temps réel de la déformation. Enregistrement sur 48 heures.

- Les déformations que nous avons réalisées sont majoritairement supérieures à 10%. Or au delà de 10 %, la forme de l'échantillon s'éloigne significativement de sa forme cylindrique d'origine; ce qui peut conduire à des erreurs importantes sur la mesure de viscosité (Stevenson *et al.*, 1995).
- Pour nos essais à 1 bar, le viscosimètre est utilisé en position horizontale, or la formule de Gent (1960) est donnée pour un viscosimètre vertical. Dans notre cas, le flambage de l'échantillon sous son poids n'est pas pris en considération.

Malgré toutes ces sources potentielles d'erreurs et d'imprécisions, les résultats obtenus sont satisfaisants dans la mesure où les valeurs mesurées restent homogènes entre elles ($\sigma = 0.07$) et très proches des valeurs estimées d'après Stevenson *et al.* (1995). L'erreur moyenne commise est de + 0.14 Log Pa.s. Il s'agit donc d'une surestimation systématique qui pourrait correspondre à des frottements. Cette erreur paraît acceptable si l'on considère que cette valeur est proche des erreurs typiques de mesure de viscosité par la méthode des viscosimètres à plaques parallèles. Bagdassarov et Dingwell (1992) et Schulze *et al.* (1999) obtiennent respectivement, pour leurs appareils, des reproductibilités de ± 0.07 et ± 0.08 Log Pa.s par calibration par rapport à des standards.

III.2.6. Essais de déformation à 1 bar de magma partiellement cristallisé.

Quelques essais de déformation de magmas partiellement cristallisés ont été tentés à 1 bar sur Eburru (Volet de l'étude: "Rotation de cristaux sous l'effet de contraintes différentielles).

Des essais de cristallisation à 1 bar ont montré que la cinétique de cristallisation de cette roche était très lente et que des pertes importantes en Na et en volatils (F, Cl) se produisaient; s'ajoutant ainsi à la nucléation de bulles. Par contre, des essais sous pression (150 MPa, 800°C) ont montrés que les cinétiques étaient bien plus favorables sous pression. Les cylindres de départ ont été donc obtenus, à 800°C, 150 MPa, en conditions anhydres, par la procédure des équilibres de phases (cf. § A2-2.1.). Les cinétiques lentes de cristallisation à 1 bar devaient ensuite permettre de déformer les échantillons sans provoquer de modifications de la composition modale de l'échantillon.

Plusieurs problèmes ont cependant été rencontrés. Tout d'abord, les pourcentages de cristallisation obtenus sur des cylindres de 5 mm de diamètre sont très nettement inférieurs à ceux obtenus au cours des essais préliminaires réalisés en partant de poudres ou de cylindres de 2 mm de diamètre (Table III - 2). Ces différences peuvent, pour partie, s'expliquer par des problèmes de nucléation et de différences de fO₂ mais restent pour le moins surprenantes de par leur importance.

Experience	Produit de départ	Φ (mm)	L (mm)	T (°C)	Pression (MPa)	Durée (h)	Charge cristalline estimée (Vol. %)	Cristaux
Test 1	Poudre	2.5	15	800	150	408	55	Fd /Qz
Test 2	Cylindre	2	10	800	150	159	49	Fd /Qz
PCCE 4	Cylindre	5	30	800	150	192	<3	Fd /Qz

Table III - 2: Comparaison des charges cristallines obtenues pour Eburru à 800°C, 150 MPa pour des échantillons synthétisés à partir de poudre et de cylindres de diamètres différents (La charge cristalline volumique a été estimée à partir d'images MEB; Fd = Feldspaths, Qz = Quartz).

Par ailleurs, les cylindres PCCE-4 obtenus ont été déformés à 605 et 650°C, 1 bar. Dans les deux cas, une vésiculation importante s'est produite en bordure de cylindre alors que la température de déformation est inférieure à la température de vésiculation donnée par Stevenson *et al.* (1995). En outre, les mesures de viscosité réalisées aux mêmes températures sur l'obsidienne naturelle n'avaient pas posé de problèmes.

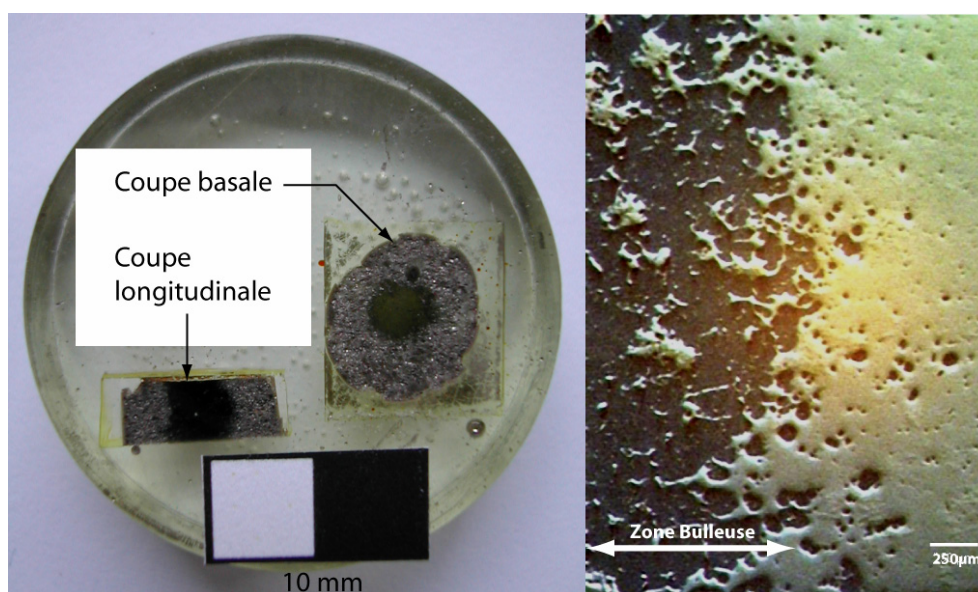


Figure III - 15: Vésiculation d'un Echantillon Eburru, synthétisé à 800°C et 150 MPa, puis déformé à 1 bar. (à gauche: vue macroscopique en section basale et longitudinale; à droite: vue en lumière réfléchie au microscope)

Ce changement de comportement peut difficilement s'expliquer par une variation de la viscosité du liquide induite par la cristallisation. En effet, cette cristallisation est trop peu abondante (3 vol. %) et ne permet pas d'expliquer une vésiculation seulement en bordure d'échantillon. Les explications sont plus certainement à rechercher au niveau de variations de la fO_2 , ce qui peut entraîner des zonations chimiques entre le cœur et les bordures de l'échantillon. Le fait de travailler en condition anhydre impose en effet des conditions très réductrices qui provoquent la formation d'un front de réduction et un enrichissement en H_2O et Na en bordure du cylindre (voir Gaillard *et al.*, 2003a pour une description complète du processus).

Finalement, les échantillons "Test 1" et "Test 2" ont montré que les textures obtenues étaient impropres à l'étude des OPF. En effet, la nucléation n'est pas homogène dans l'échantillon. La croissance des feldspaths se fait "en pelote d'aiguilles" autour de centres de nucléation, tandis que le quartz nucléé sur les feldspaths (Figure III - 16). Cette étude, ainsi que d'autres travaux menés au laboratoire, ont montrés que ces textures étaient assez caractéristiques des conditions anhydres.

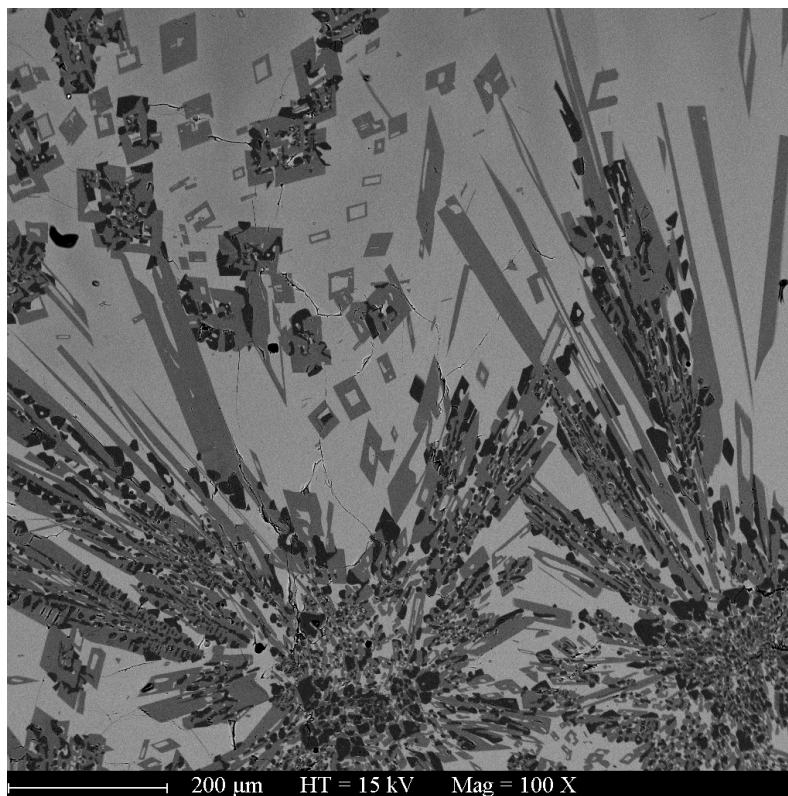


Figure III - 16: Vue au Microscope Electronique à Balayage d'une charge d'Eburru cristallisée à 800°C, 150 MPa en conditions anhydres. En gris clair: le verre; gris sombre: feldspaths; noir: quartz.

Ces constatations, et en particulier la difficulté à obtenir, en condition anhydre, des textures de départ homogènes, nous ont poussé à accélérer le passage sous pression des expériences de déformation. Il n'est en effet pas réaliste de déformer à 1 bar et à des températures magmatiques des échantillons hydratés.

III.3. ESSAIS DE DEFORMATION SOUS PRESSION.

III.3.1. Matériau de départ.

Les échantillons de départ ont été obtenus à partir de poudre de verre anhydre de Sérifos (cf. Annexe 1 - § A1-2.2) et d'eau par la méthode des équilibres de phases (cf. Annexe 2 - §A2-2.1). Les synthèses ont été réalisées en conditions hydrostatiques, à 850°C et 300 MPa sur une durée de 10 jours. Les cylindres destinés à être déformés ont été carottés dans les produits de ces synthèses.

Des essais, en conditions hydrostatiques, ont été réalisés avec des teneurs en eau sur roche totale variant de 3 à 7 % pds. Les équilibres de phases et proportions modales correspondants sont donnés Table III - 3.

	3 % H ₂ O	3.5 % H ₂ O	5% H ₂ O	7% H ₂ O
Amphibole + Oxydes	7 %	5 %	5 %	5 %
Plagioclases	23 %	19 %	11 %	4.5 %
Liquide silicaté	70 %	76 %	84 %	90.5 %

Table III - 3: Pourcentages modaux en fonction de la teneur en H₂O totale, des échantillons de Sérifos cristallisés à 850°C et 300 MPa.

En dessous de 3% de d'eau dans la roche totale, les cinétiques de cristallisation deviennent lentes et de nombreuses autres phases commencent à apparaître (biotite, quartz et feldspaths potassiques, plus de nombreuses phases accessoires). Par ailleurs, la diminution de la teneur en eau ne va pas en faveur de textures de départ se prêtant à l'étude des OPF (cf. remarque du § III.2.6 sur les conditions anhydres).

Une première série d'expériences de déformation a été entreprise sur des cylindres contenant 3, 4 et 5 % d'eau (roche totale). Plusieurs expériences ont montré que, dans les quelques

minutes qui suivent la sortie de l'autoclave, les échantillons à 4 et 5 % d'eau se fracturaient en plusieurs dizaines de fragments; rendant quasi impossible l'orientation desdits fragments par rapport à la contrainte différentielle. Cette différence de comportement entre les échantillons à 3% d'eau et ceux à 4 et 5% peut s'expliquer par le fait que tous les échantillons accumulent, au moment de la trempe, de fortes contraintes. Les échantillons les plus riches en eau étant probablement plus fragiles, ils ont plus de facilité à libérer leurs contraintes en se fracturant.

Seuls les échantillons à 3% H₂O roche totale, cristallisés à 850°C et 300 MPa, ont été retenus pour la suite de l'étude. Ils seront nommés Sérifos 3%.

III.3.2. Suivi de la déformation.

L'adaptation, sous pression, du système de mesure de la déformation en temps réel (cf. §III.2.5.2) n'a pas pu être réalisé. Cette adaptation impliquait la mise en place de la résistance linéaire variable dans l'autoclave. Des essais ont montrés que, bien que située dans la zone "froide" de l'autoclave, cette résistance subissait des dommages causés par la chaleur. De plus, ses caractéristiques intrinsèques auraient été modifiées par la pression; caractéristiques qui par ailleurs n'auraient pas été triviales à calibrer sous pression.

Cette absence de système de mesure est extrêmement préjudiciable dans la mesure où sous pression, la déformation de l'échantillon débute dès le passage de la température de transition vitreuse. En effet, à 1 bar, l'appareillage était mis en place, ressort non contraint. Ce n'est qu'une fois l'équilibre thermique atteint que la vis de fermeture était serrée et que la déformation commençait. Sous pression, il n'est pas possible de manipuler la vis de fermeture en cours d'expérience. Lorsque l'appareil est mis en place, le ressort est comprimé et l'échantillon mis sous contrainte. La déformation débute donc au cours de la montée en température, dès le passage de la transition vitreuse.

Connaissant la vitesse de montée en température et en estimant la température de transition vitreuse, il serait possible de "modéliser" la déformation de l'échantillon. Cependant, l'impossibilité de calibrer le ressort sous pression (cf. dernière remarque du §III.1.2.3.5) rend cette "modélisation" hasardeuse; d'autant qu'il faut concevoir qu'au cours de la montée en température, l'échantillon n'est pas thermiquement homogène. Comme l'échantillon est chauffé par le four qui l'entoure, il peut exister des gradients radiaux. De plus, la zone chaude du four n'est isotherme qu'une fois le régime thermique établi dans l'autoclave. Le système de

contrôle du gradient thermique par des résistances indépendantes (cf. chapitre I - § III.3.2.3.6.) permet théoriquement de réaliser une montée en température sans gradient au niveau du point chaud. Dans la pratique, ceci n'est réalisable que pour des montées en température lentes. Pour les expériences de déformations, les montées en température ont été réalisées le plus rapidement possible (environ $50^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$) afin de limiter les pertes en H_2O et d'éventuelles cristallisations. Ceci implique donc des gradients verticaux au cours de la montée en température.

III.3.3. Résultats.

La lourdeur de la procédure de fabrication des cylindres de départ et les observations faites au paragraphe précédent, nous ont conduit à limiter le nombre d'expériences. En effet, les échantillons étaient le plus souvent déformés de manière hétérogène; et lorsqu'ils l'étaient de manière homogène, il était impossible de déterminer à quelle température, et par conséquent à quelle viscosité, avait été acquise la fabrique.

Par contre, une observation intéressante a été réalisée sur des échantillons déformés de manière hétérogène. Ces échantillons prennent fréquemment la forme d'accordéon décrite au paragraphe III.2.4. Les bourrelets que forment ces échantillons apparaissent comme des extrusions en liaisons avec une zone de fort cisaillement, soulignée par des alignements cristallins et des ségrégations liquide - cristaux; le plus étonnant étant une apparente ségrégation des populations cristallines (Figure III - 17).

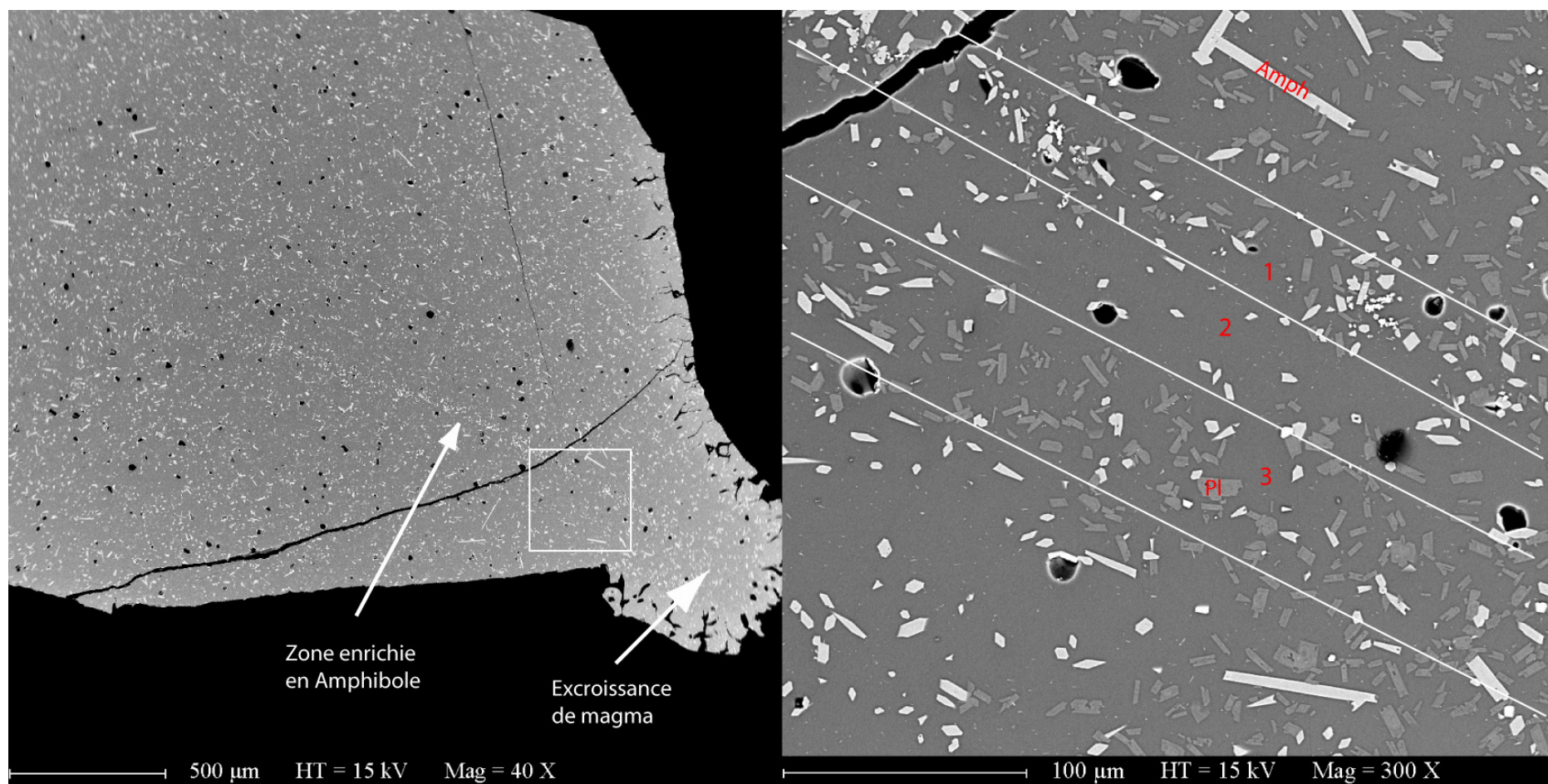


Figure III - 17: Photographies au MEB d'une extrusion de magma soulignée par une zone enrichie en amphiboles (Photo de gauche). Une vue plus détaillée (Cliché de droite) laisse apparaître des ségrégations de cristaux et de liquides silicaté.
 Pour les 2 clichés, la contrainte différentielle est verticale. L'échantillon de départ est un échantillon Sérifos à 5 % H₂O.

En effet, trois zones peuvent être distinguées: une zone numéro 1 enrichie en amphibole, une zone 2 appauvrie en cristaux et une zone 3 enrichie en plagioclases. Ces trois zones ont une orientation particulière et semblent "alimenter" l'extrusion. Par ailleurs, le coin supérieur droit de l'image semble plus riche en cristaux que le coin inférieur gauche.

L'influence de la déformation sur la ségrégation a souvent été reportée aux fortes charges cristallines et joue un rôle important dans la ségrégation des liquides magmatiques primaires ou tardifs. Il est cependant étonnant que de tels phénomènes se produisent à de si faibles charges cristallines. De plus, si la ségrégation liquide - cristaux peut s'expliquer de manière assez simple, l'explication des phénomènes de ségrégation amphibole - plagioclase est moins immédiate. Des problèmes de gradients thermiques pouvant provoquer de semblables ségrégations ont également été reportés en particulier pour des expériences en piston-cylindre (e.g. Medard, 2004).

III.4. CONCLUSIONS.

Ce premier appareil mis au point a très bien fonctionné à la pression atmosphérique. A cette pression, il n'est malheureusement pas possible de travailler sur les fabriques de forme. Les échantillons anhydres présentent des textures de départ trop hétérogènes et les échantillons hydratés, synthétisés sous pression, vésiculent au cours de l'expérience de déformation. La seule application possible de l'appareil est donc la mesure de viscosité; qui bien qu'étant un paramètre important n'est pas l'objet de notre étude.

Sous pression, il n'a pas été possible de déformer des échantillons de manière satisfaisante. Les échantillons se déforment, pour la plupart, de manière hétérogène. De plus, le système à ressort ne permet de déterminer ni le début de la déformation, ni le taux de déformation. Les fabriques observées ne peuvent donc être recalées en fonction de la viscosité du liquide silicaté et du taux de déformation.

En conséquence, un nouvel appareil a été mis au point. Il permet sous pression de connaître (et de choisir) de manière exacte le début de la déformation. Il impose de plus un taux de déformation constant au cours de l'expérience. La présentation de cet appareil et des résultats qui lui sont associés font l'objet du chapitre 4.

- Bagdassarov, N.S., and Dingwell, D.B. (1992) A rheological investigation of vesicular rhyolite. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, **50**(3), p.307-322.
- Dingwell, D.B., Bagdassarov, N.S., Bussod, G.Y., and Webb, S.L. (1993) Magma rheology. In R.W. Luth, Ed. *Mineralogical Association of Canada Short Course Handbook on Experiments at High Pressure and applications to Earth's Mantle*. Vol **21**, p.131-196.
- Fernandez, A., Febesse, J.L., and Mezure, J.F. (1983) Theoretical and experimental study of fabrics developed by different shaped markers in two-dimensional simple shear. *Bulletin de la Société Géologique de France*, **3**(7), p.319-326.
- Fontana, E.H. (1970) A versatile parallel-plate viscosimeter for glass viscosity measurements to 1000°C. *American Ceramic Society Bulletin*, **49**(6), p.594-597.
- Gaillard, F., Pichavant, M., Mackwell, S., Champallier, R., Scaillet, B., and McCammon, C. (2003) Chemical transfer during redox exchanges between H-2 and Fe-bearing silicate melts. *American Mineralogist*, **88**(2-3), p.308-315.
- Gent, A.N. (1960) Theory of the parallel plate viscosimeter. *British Journal of Applied Physics*, **11**, p.85-88.
- Jeffery, G.B. (1922) The motion of ellipsoidal particles immersed in a viscous fluid. *Proceedings of the Royal Society of London*, **102**, p.201-211.
- Lejeune, A.M., and Richet, P. (1995) Rheology of Crystal-bearing silicate melts: An experimental study at high viscosities. *Journal of Geophysical Research*, **100**, p.4215-4229.
- Macdonald, R., and Bailey, D.K. (1973) The chemistry of peralkaline oversaturated obsidians. *U.S. Geological Survey Professional Papers*, **440-N**(Part 1), p.1-37.
- Medard, E. (2004) Genèse de magmas riches en calcium dans les zones de subduction et sous les rides médio-océaniques : approche expérimentale. Sciences de la Terre. Université B. Pascal de Clermont-Ferrand, Clermont-Ferrand.
- Neuville, D.R., and Richet, P. (1991) Viscosity and mixing in molten (Ca, Mg) pyroxenes and garnets. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **55**(4), p.1011-1019.
- Roux, J., Holtz, F., Lefèvre, A., and Schulze, F. (1994) A reliable high-temperature setup for internally heated pressure vessels: Applications to silicate melt studies. *American Mineralogist*, **79**(11-12), p.1145-1149.
- Schulze, F., Behrens, H., and Hurkuck, W. (1999) Determination of the influence of pressure and dissolved water on the viscosity of highly viscous melts: Application of a new parallel-plate viscometer. *American Mineralogist*, **84**(10), p.1512-1520.
- Stevenson, R.J., Dingwell, D.B., Webb, S.L., and Bagdassarov, N.S. (1995) The equivalence of enthalpy and shear stress relaxation in rhyolitic obsidians and quantification of the liquid-glass transition in volcanic processes. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, **68**(4), p.297-306.

**CHAPITRE IV: - MISE AU POINT D'UN
APPAREIL DE DEFORMATION
COAXIALE A MASSE MOBILE.**

IV.1. PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT.

IV.1.1. Stratégie.

IV.1.1.1. Objectifs.

La réalisation de ce nouvel appareil a été entreprise pour palier trois défauts majeurs de l'appareil à ressort (cf. Chapitre III):

- la méconnaissance quasi-totale de la vitesse de déformation
- la variation de la contrainte appliquée au cours de l'expérience
- le début de la déformation avant l'atteinte de l'équilibre thermique.

IV.1.1.2. Considérations théoriques.

Pour atteindre ces objectifs, nous sommes repartis des travaux de Schulze *et al.* (1999) dont le viscosimètre ne présente aucun des défauts précités. Cependant, comme précisé au chapitre III (cf. § III.1.2.), la configuration de nos autoclaves et fours ne permet pas de travailler avec des forces appliquées (masses) aussi importantes que celles utilisées par Schulze *et al.* (1999). Au début de l'étude, l'utilisation de masses comparables nous semblait nécessaire pour travailler à des viscosités de l'ordre de 10^8 Pa.s ou supérieures. Aux viscosités inférieures, l'emploi de capsules en or, initialement préconisé, (cf. § III.2.4.) nécessitait l'emploi d'une masse minimale de 900 grammes, équivalente à la force nécessaire à déformer la capsule (estimation Lainey, 1996).

Les premières expériences sur Sérifos (cf. chapitre III) ont montré qu'il était possible de travailler sans capsules à des viscosités faibles, très proches, voir inférieures, au point de Littleton. En effet, une estimation, à partir des modèles de Shaw (1972) pour la viscosité du liquide et de l'équation d'Einstein-Roscoe pour l'influence des cristaux, donne une viscosité de $10^{5.9}$ Pa.s pour les échantillons Sérifos 3% (3% H₂O totale, cristallisés à 850°C - 300 MPa). Les paramètres du calcul de la viscosité sont donnés Table IV - 1.

Considérant, d'une part, l'abandon de l'encapsulation des échantillons et d'autre part, que les viscosités de travail sont nettement inférieures à 10^8 Pa.s, il doit être possible de travailler avec des masses beaucoup plus faibles.

	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	FeO	MgO	MnO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	Total	H ₂ O _{MSE}	H ₂ O _{Th}	Crist (vol)
Sérifos	70.32	0.30	13.30	0.87	0.27	0.09	1.82	3.32	4.16	94.44	3.96	4.28	30 %

Table IV - 1: Composition chimique du verre résiduel Sérifos 3% H₂O_i après cristallisation à 850°C - 300 MPa.

Analyses microsonde électronique réalisées sur Cameca SX-50 avec faisceau défocalisé (~10 µm), tension d'accélération de 15 kV (6 nA), temps de comptage sur pic de 10 s, 5 s sur bruit de fond.

H₂O_{MSE}: Estimation de l'eau dans le verre résiduel par différence à 100% à la microsonde électronique, méthode Scaillet et Evans (1999) modifiée après Devine *et al.* (1995).

H₂O_{Th}: Eau théorique dans le verre après cristallisation de 30% de cristaux, estimation ne tenant pas compte de l'effet de l'amphibole. Il s'agit donc d'une teneur maximale permettant de calculer une viscosité minimale.

Crist: Charge cristalline estimée par analyse d'images MEB.

IV.1.1.3. Calculs préliminaires.

La Table IV - 2 donne la masse théorique nécessaire pour déformer des échantillons de différentes viscosités, différents diamètres à des taux de déformation variables. Les calculs ont été réalisés pour des viscosités comprises entre 10^{5.5} Pa.s et 10⁹ Pa.s. La gamme de taux de déformation de 10⁻³ s⁻¹ à 10⁻⁵ s⁻¹ est représentative pour l'écoulement des andésites et des granites (Spera *et al.*, 1988). Les calculs sont présentés pour des échantillons de 5 et 10 mm de diamètre ayant des longueurs respectives de 10 mm et 20 mm. Ces dimensions sont cohérentes avec les tailles d'échantillons qu'il est possible de synthétiser et l'espace disponible dans l'autoclave, au niveau du point chaud. Elles permettent par ailleurs d'obtenir les bornes de la fenêtre de mesure.

$\varepsilon/\delta t$ (s ⁻¹)	10 ⁻³				10 ⁻⁴			10 ⁻⁵		
Log η (Pa.s)	5.5	6.0	7.0	8.0	6.0	7.0	8.0	7.0	8.0	9.0
M _p (g) si $\Phi = 5$ mm	2	6	62	619	1	6	62	1	6	62
M _r (g)	2	7	68	680	1	7	68	1	7	68
M _p (g) si $\Phi = 10$ mm	8	25	248	2477	2	25	248	2	25	248
M _r (g)	9	27	272	2720	3	27	272	3	27	272

Table IV - 2: Calcul de la masse théorique nécessaire à déformer des échantillons de différentes viscosités et différents diamètres, à différents taux de déformation (relation entre M_p et M_r donnée par l'équation IV-1).

La masse M_p (Table IV - 2) a été déterminée à partir de l'équation de Gent (1960), équation III-1. Elle représente la masse nécessaire pour déformer l'échantillon spécifié. Sous pression, en raison de la poussée d'Archimède, la densité de l'argon doit être prise en compte. Ainsi, la

masse recalculée M_r exerce sous pression une force équivalente à la masse M_p . M_r est la masse réelle à utiliser afin d'obtenir la force escomptée. La relation entre M_r et M_p est donnée par l'équation IV-1:

$$M_r = M_p \left(\frac{\rho_C}{\rho_C - \rho_{Ar}} \right) \quad (\text{Eq. IV-1})$$

avec ρ_C : la densité de la charge, ρ_{Ar} : la densité de l'argon.

La densité de la charge est la densité classique d'un acier inoxydable réfractaire, soit 7.9. La densité de l'argon à 300 MPa, 850°C a été estimée à partir des travaux de Siewert *et al.* (1998) comme étant égale à 0.7.

Ces calculs montrent qu'il est possible de déformer des magmas, dans des gammes de viscosité et de taux de déformation géologiquement significatifs, avec des masses de l'ordre de la dizaine à la centaine de grammes; compatibles avec les autoclaves à chauffage interne utilisés.

IV.1.2. Description.

Le dispositif, mis au point pour fonctionner dans des autoclaves à chauffage interne fonctionnant en position verticale, est schématisé Figure IV - 1. Il se compose d'un socle en pyrophyllite déshydratée sur lequel repose l'échantillon. Avant déshydratation, la pyrophyllite présente l'avantage d'être facilement usinable et, une fois déshydratée, d'être un bon matériau réfractaire. Le socle, une fois usiné, est soumis à 2 cycles de température: 800°C pendant 24 heures puis 1300°C pendant 3 heures, à 1 bar. La pyrophyllite ($\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$) en se déshydratant se décompose en silicate d'alumine amorphe plus mullite et/ou cristobalite (voir Wang and Zhang, 1997)

Ce socle repose sur une base en Inconel 600 maintenue par une tige fixée sur l'obturateur. La position de la base et, par conséquent celle du socle, est réglable en hauteur; c'est ce réglage qui, avec la hauteur initiale de l'échantillon, permet de déterminer la quantité de déformation finie de l'échantillon.

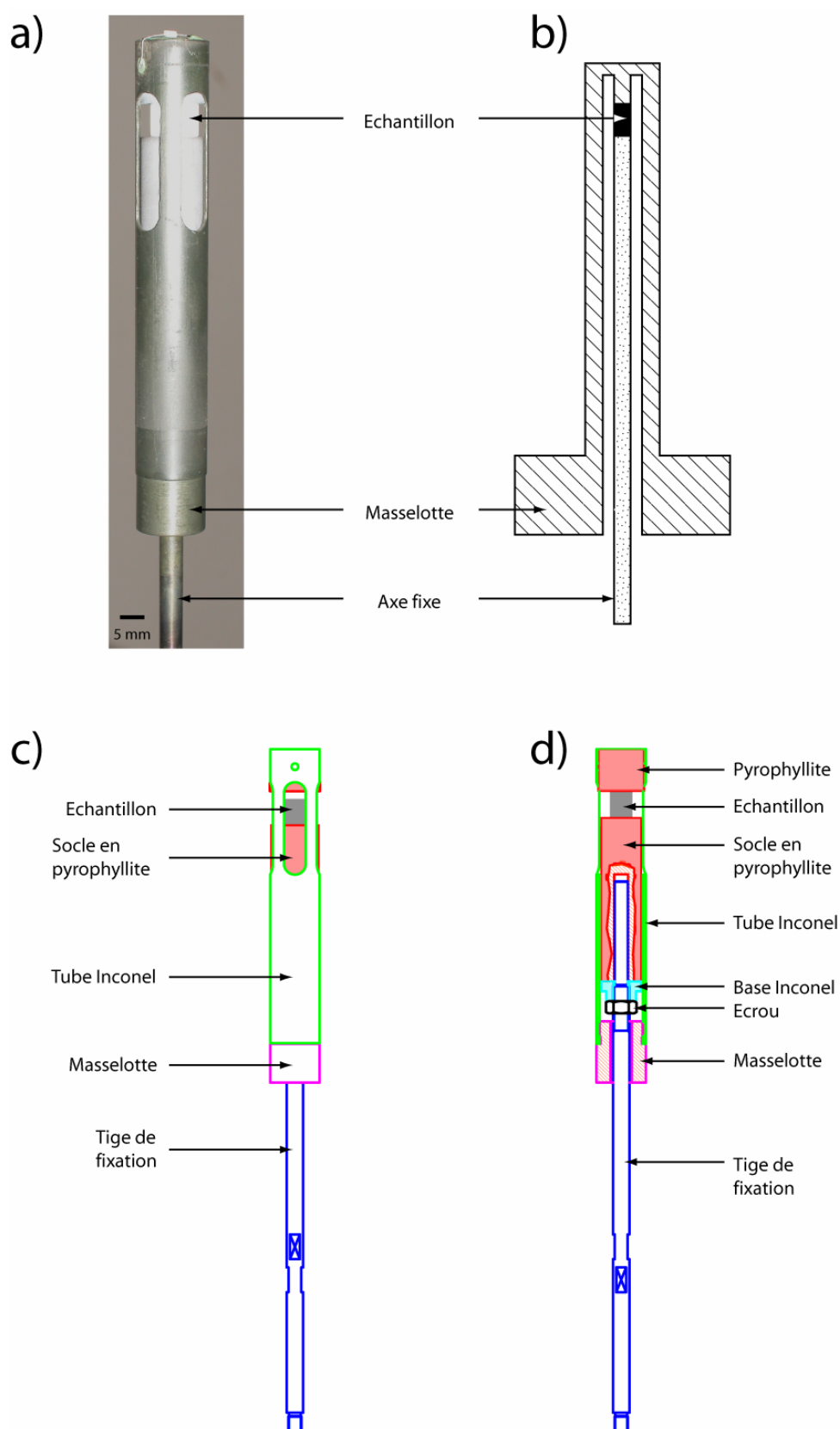


Figure IV - 1: Représentation schématique de l'appareil à déformer à masse mobile.

- a) Photographie de l'appareil
- b) Schéma de principe de fonctionnement
- c) Schéma détaillé, vue de profil
- d) Schéma détaillé, coupe longitudinale

L'échantillon est déformé par une masse mobile en forme de cloche, formée d'un tube en Inconel 600 dans lequel ont été pratiquées des lumières. Ces lumières permettent, d'une part, de contrôler le positionnement de l'échantillon avant la mise en place dans l'autoclave et d'autre part, d'alléger au maximum l'appareil, de manière à pouvoir travailler aux viscosités les plus faibles possibles. Les diamètres du tube en Inconel et du socle en pyrophyllite déshydratée sont ajustés de manière à ce que la descente de la cloche soit guidée par la pièce en pyrophyllite; tout en garantissant des frottements minimaux. Ce guidage permet d'assurer la coaxialité de la déformation.

La partie centrale supérieure de la cloche, en contact avec l'échantillon, est réalisée en pyrophyllite déshydratée. Cette pièce a pour but d'éviter les interactions chimiques à haute température entre le magma et l'Inconel. Dans une première approche, les contaminations réciproques entre l'échantillon et les pièces en pyrophyllite déshydratée ont été négligées en raison des courtes durées d'expériences.

Cette cloche de 27.5 grammes constitue la pièce principale de l'appareil. Sur la partie inférieure de cette cloche, peuvent venir se fixer différentes masselottes permettant à l'appareil d'atteindre une masse maximale de 120 grammes. Ces masselottes sont des cylindres en Inconel percés d'un trou permettant le passage de la tige reliant l'obturateur au socle "porte-échantillon". Là encore, les diamètres de la tige et du trou traversant les masselottes ont été ajustés de manière à assurer le guidage de la descente de l'appareil. Ce guidage est bien plus efficace que celui opéré par le tube Inconel sur le socle en pyrophyllite déshydratée. En effet, les masselottes se situent bien en dessous de la zone chaude de l'autoclave. Les dilatations thermiques de ces dernières et du guide sont donc moins importantes. Toutes ces pièces étant réalisées dans la même matière, la dilatation est de plus homogène. Seule la pression a donc tendance à augmenter les jeux entre les pièces. Par ailleurs, la présence des masselottes abaisse de manière significative le centre d'inertie de l'appareil; si bien que celui-ci passe en dessous de l'échantillon, facilitant ainsi grandement la coaxialité de la déformation.

Afin d'éviter les frottements et perturbations, un tube en Inconel, formé et ajouré, isole les thermocouples et cannes de trempe de la partie mobile de l'appareillage. Ce tube n'a pas de rôle de guide pour l'appareillage.

En début d'expérience et pendant toute la montée en température, la cloche de déformation est maintenue au dessus de l'échantillon par le fil de platine du système de trempe (cf. Chapitre II - § II.3.2.3.7, Roux and Lefèvre, 1992; Holloway, 1992). Une fois l'équilibre thermique atteint, le fil de platine est flashé par l'envoi d'une décharge électrique et la déformation commence.

La déformation cesse lorsque la cloche vient en appui sur une butée de hauteur réglable.

IV.2. PERFORMANCES.

IV.2.1. Performances théoriques.

Cet appareil à masse mobile permet de palier la plupart des défauts de l'appareil à ressort précédemment utilisé. La contrainte appliquée est constante tout au long de l'expérience. La déformation commence au moment choisi par l'utilisateur.

L'appareil permet de travailler à des viscosités et des taux de déformation intéressants pour notre étude et géologiquement significatifs. La gamme théorique de travail de l'appareil, en terme de viscosité - taux de déformation, est reportée Figure IV - 2. Les bornes de cette gamme ont été optimisées en jouant sur le diamètre de l'échantillon dans l'intervalle 5 mm-10mm. Il est cependant possible d'étendre le domaine de travail vers les hautes viscosités en travaillant sur des diamètres plus petits, ou à contrario, vers les basses viscosités en augmentant le diamètre. Outre l'aspect pratique, pour des raisons d'effets de bordures spécifiques à notre étude, il n'est guère envisageable de travailler sur des échantillons de diamètre inférieur à 3-4 mm. A l'opposé, l'appareil autorise un diamètre maximal d'échantillon de 12 mm, mais qui ne permet que de très faibles déformations; le diamètre interne de la cloche étant d'environ 13 mm.

Par ailleurs, le domaine d'étude a volontairement été limité à des taux de déformation compris entre 10^{-3} et 10^{-5} s^{-1} , valeurs significatives dans le cadre de notre étude. Il n'est cependant pas interdit de sortir de cette plage de taux de déformation de manière à pouvoir travailler sur une plus large gamme de viscosité.

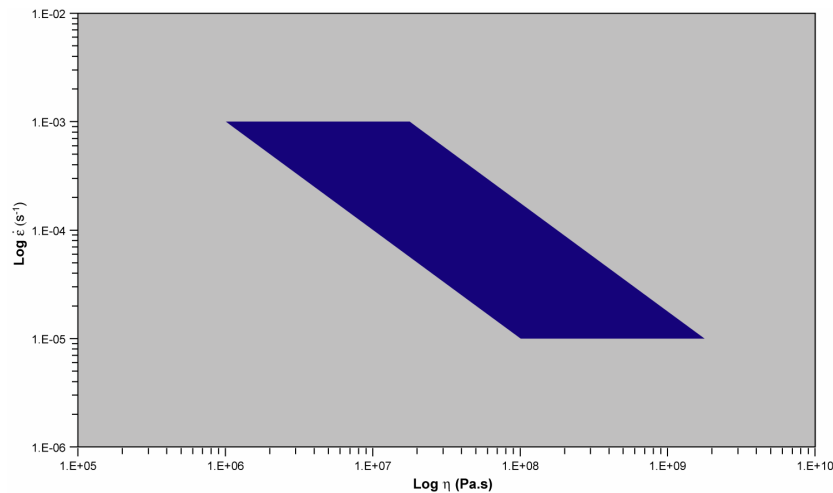


Figure IV - 2: Gamme de travail viscosité - taux de déformation de l'appareil de déformation à masse mobile.

IV.2.2. Imprécisions et limitations.

L'imprécision la plus importante concerne la densité de l'argon à prendre en compte pour la correction de la contrainte réellement appliquée. En effet, dans les paragraphes précédents, nous avons pris en considération la densité de l'argon à 850°C et 300 MPa; soient, pour nos expériences de déformation, les conditions de pression-température classiques régnants au niveau de l'échantillon. Le problème est que l'appareil ne se trouve pas entièrement dans la zone chaude. La majeure partie se situe en dessous de l'échantillon, dans un fort gradient thermique. Or la densité de l'argon est fortement dépendante de la température. Pour avoir une idée de l'erreur commise, des calculs ont été réalisés en prenant pour densité, la densité de l'argon à 300°C; soit la température estimée à la base de l'appareil lorsqu'il est dans sa configuration complète (avec toutes les masselottes). Ces calculs ont montrés que l'imprécision sur la densité de l'Argon conduisait à une surestimation maximale de la contrainte de 4.2 %.

Ces considérations nous ramènent au problème de la mesure en continu de la déformation. Comme pour l'appareillage précédant, aucun système sous pression n'a pu être mis au point. Toutefois, des essais ont été réalisés pour mettre au point un contacteur permettant de connaître la fin de la déformation. La déformation s'arrête lorsque la base de la cloche vient au contact de la butée. Ces deux pièces étant bonnes conductrices d'électricité, il est théoriquement possible de les faire jouer comme un interrupteur. Connaissant le début (déterminé par la chute de la cloche) et la fin de la déformation, il aurait été possible de

connaître la vitesse moyenne de déformation. Les tentatives de montage réalisées sont illustrés Figure IV - 3.

Le scénario envisagé était le suivant: En début d'expérience, les cannes de trempe sont utilisées pour maintenir la cloche via le fil de platine. Elles permettent l'arrivée de courant permettant de flasher ce dernier. Une fois la cloche tombée, le circuit est ouvert, il peut donc être réutilisé pour enregistrer le contact entre la cloche et la butée. La surveillance est faite par lecture de la résistance du circuit. Quand le circuit est ouvert, la résistance est infinie; quand il est fermé, le courant passe et il est possible de mesurer une résistance de quelques ohms.

Deux systèmes différents ont été testés. Dans un premier temps, afin de ne pas perturber la descente de la cloche, il a été décidé de n'y relier aucun fil. Les deux bornes du circuit électrique se situaient donc sur la butée et étaient isolées l'une de l'autre. Le contact électrique devait être réalisé par la cloche qui, lorsqu'elle venait au contact de la butée, devait réaliser un pont entre les deux bornes. Malgré de nombreuses tentatives en particulier sur les matériaux employés (peinture à l'argent, fil de platine) et le design des bornes électriques (optimisé pour qu'un contact électrique ait lieu quelles que soient la localisation et la taille du contact physique), aucun résultat satisfaisant n'a pu être obtenu (cf.: Figure IV - 3 dessins 1 et 2). Les signaux enregistrés étaient de plusieurs mégaohms.

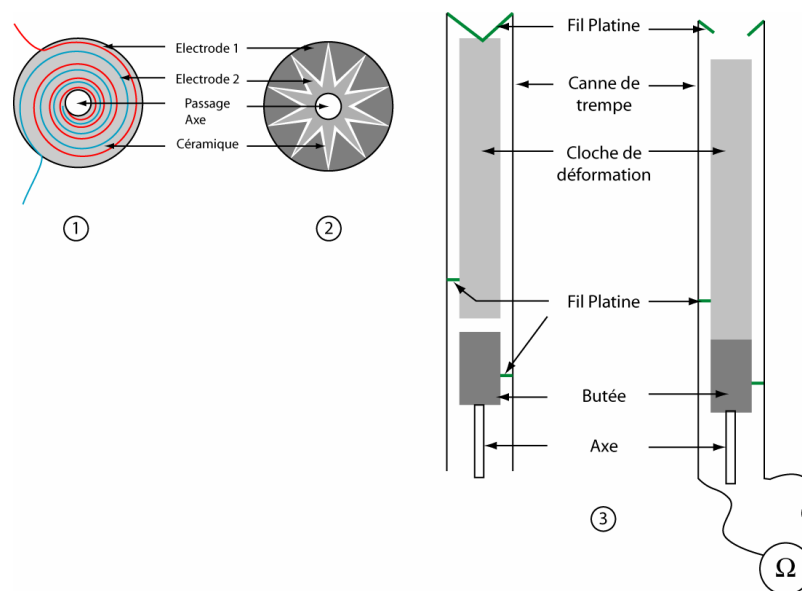


Figure IV - 3: Différents types de contacteurs testés. Les dessins 1 et 2 correspondent à des vues de dessus de la butée; dans le cas où les 2 bornes sont situées sur la butée. Dans le cas n°1, les bornes sont réalisées en fil de platine. Dans le cas n°2, elles sont en peinture à l'argent. Le dessin n°3 correspond à la deuxième configuration décrite dans le texte. Une borne est réalisée par la butée, une autre par la cloche.

Une deuxième configuration a donc été testée, cette fois en utilisant la cloche comme borne positive et la butée comme borne négative (Figure IV - 3 dessin 3). Là non plus, aucun résultat probant n'a pu être obtenu soit parce que le contact entre les deux bornes n'était pas franc (signaux de plusieurs $M\Omega$) soit parce que le fil d'alimentation d'une des bornes avait été court-circuité. De plus, la présence du fil relié à la cloche est à l'origine de plusieurs échecs de déformation. Comme pressenti, il a tendance à dévier la cloche de sa trajectoire; cette dernière ayant alors tendance à se coincer.

Les échecs de ces différents montages sont certainement à mettre sur le compte de la haute température et de la haute pression. Les surfaces de contact, initialement planes, entre la cloche et la (ou les) borne(s) se déforment certainement sous l'effet de la chaleur et de la pression. Par ailleurs, la base de la cloche, bien qu'en acier inoxydable réfractaire, a tendance, sous l'effet de la chaleur, à se recouvrir d'une couche d'oxydation. C'est cette couche de patine qui ensuite protège la pièce d'une oxydation en profondeur; mais qui nuit très certainement au contact électrique. Par ailleurs, rappelons qu'au cours des expériences de déformation, l'échantillon n'est protégé par aucune capsule. Des pertes d'éléments volatils peuvent donc avoir lieu; éléments volatils qui vont pouvoir se recondenser dans des zones plus froides de l'autoclave. La différence de propreté des différents éléments situés à l'intérieur du four est significative entre une expérience avec des échantillons encapsulés et des échantillons libres. Ainsi la présence d'une fine couche noirâtre, recouvrant les contacts du montage, a-elle été constatée. Voici autant d'éléments qui peuvent expliquer les défaillances des différents types de contacteurs testés.

La solution retenue a par conséquent été de calculer le temps nécessaire à la déformation à partir de la viscosité de l'échantillon et de la quantité de déformation qu'il devait subir au cours de l'expérience.

La dernière limitation concerne l'utilisation du système de trempe lorsque l'appareil est dans sa configuration maximale (120 g). Le fil de platine, de 0.2 mm de diamètre soutenant la cloche, cède généralement au cours de la montée en température.

IV.3. PREMIERS RESULTATS.

IV.3.1. Tests sur Eburru.

Les tests de mise au point de l'appareil ont été réalisés sur l'obsidienne provenant d'Eburru (cf.: Annexe 1 §A1-2.1. et Chapitre III §III.2.2.), à 725°C et 300 MPa. Si l'on néglige l'effet de la pression, à cette température, la viscosité estimée à partir des travaux de Stevenson (1995), est 10^7 Pa.s.

Afin de tester l'appareil sur toute la gamme de viscosité que nous souhaitions explorer, des essais ont été réalisés à 650°C et 850°C, soit respectivement $10^{8.3}$ Pa.s et $10^{5.3}$ Pa.s. Ces tests ont permis de valider le principe de fonctionnement de l'appareil sur toute la gamme de viscosité (Figure IV - 4). Toutefois, aux viscosités les plus basses ($10^{5.3}$ Pa.s), la forme de l'échantillon déformé n'est plus parfaitement symétrique. La forme de tonneau semble légèrement affaissée, indiquant que le fluage du liquide silicaté sous son propre poids est significatif à ces viscosités.



Figure IV - 4: Cylindres d'Eburru de différentes tailles déformés à 300 MPa à différentes températures durant 30 minutes.

IV.3.2. Tests sur Sérifos.

IV.3.2.1. Procédures expérimentales.

Les expériences que nous avons menées avec cet appareil avaient pour but de déterminer les éventuels effets de la déformation sur la cristallisation. La procédure employée est telle que décrite au chapitre II (cf. §II.1.1.). Plus précisément, comme matériau de départ, nous avons employé Sérifos 3% (cf.: Table IV - 1), initialement à l'équilibre thermodynamique à 850°C et 300 MPa. Les cylindres utilisés pour les expériences de déformation ont été carottés dans les échantillons obtenus en conditions hydrostatiques (850°C - 300 MPa). Les expériences consistaient à déformer ces cylindres hors équilibre, de manière à induire une cristallisation.

Deux séries d'expériences ont été réalisées (Table IV - 3). La première consistait en des déformations, à 700°C et 300 MPa, sur des durées variables; la contrainte différentielle étant identique entre les différentes expériences. Les produits devaient être comparés à leurs équivalents non déformés, i.e. échantillons Sérifos 3% "recuits" à 700°C, 300 MPa, sans capsules, pendant les mêmes durées.

La deuxième série consistait en des déformations de 2 heures, à 300 MPa et 700, 725, 750, 800 et 850°C. Là encore, l'effet de la déformation devait être caractérisé par comparaison avec des équivalents non déformés.

Etape 1			
Synthèse du produit de départ en conditions hydrostatiques			
Etape 2			
Série 1		Série 2	
725°C - "Time Series"		2 heures - "Paliers en températures"	
Déformation	Hydrostatique	Déformation	Hydrostatique
Comparaison		Comparaison	

Table IV - 3: Tableau synthétique résumant la procédure expérimentale.

IV.3.2.2. Résultats et interprétation.

Le résultat principal de ces deux séries d'expériences est le comportement rhéologique anormal des échantillons. Au cours de ces expériences, seules des déformations infinitésimales, au seuil de la limite de détection, ont été enregistrées. La comparaison entre le comportement attendu (estimé d'après Shaw (1972) et Roscoe (1952)) et les déformations

observées est illustrée Figure IV - 5 pour la série d'expériences à 700°C. La différence de plusieurs ordres de grandeur entre viscosité calculée et viscosité expérimentale ne peut s'expliquer entièrement par l'imprécision des modèles de viscosité ou d'éventuelles erreurs analytiques sur la composition chimique du verre. Notons d'ailleurs que le modèle de Hess et Dingwell (1996), combiné au modèle de Roscoe, donne des résultats très similaires. Par ailleurs, les déformations mesurées sont toujours des valeurs maximales, les extrémités des cylindres ayant tendance à s'écailler ou à adhérer à la pyrophyllite déshydratée.

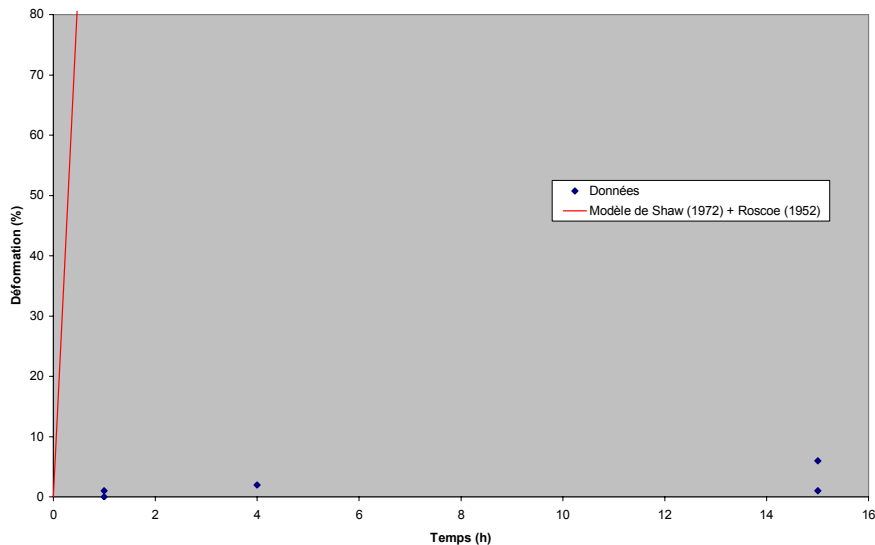


Figure IV - 5: Comparaison entre les déformations mesurées et la déformation prévue par les modèles de Shaw (1972) et Roscoe (1952).

Les images obtenues au MEB (cf. Figure IV - 6) ont permis de déterminer la source de cette anomalie. La bordure plus claire de l'échantillon signe une déshydratation. Cette perte en H₂O était bien entendu prévisible; mais les travaux de Schulze et al. (1999) permettaient de penser que cette déshydratation n'aurait que peu d'influence. Dans leur gamme de travail ($10^{8.5}$ - $10^{11.5}$ Pa.s, 495°C - 568°C et 3.8% pds H₂O), Schulze et al. (1999), utilisant un dosage FTIR avec un faisceau de 30µm, ne mettent en évidence aucune perte en H₂O en bordure d'échantillon. Ceci suggère que la déshydratation de bordure de leurs échantillons est soit inexistante, soit infime en terme de quantité d'eau perdue ou encore qu'elle n'intéresse qu'une couche très mince de quelques micromètres; si bien que cette perte n'est ni détectable ni perturbatrice pour leurs mesures.

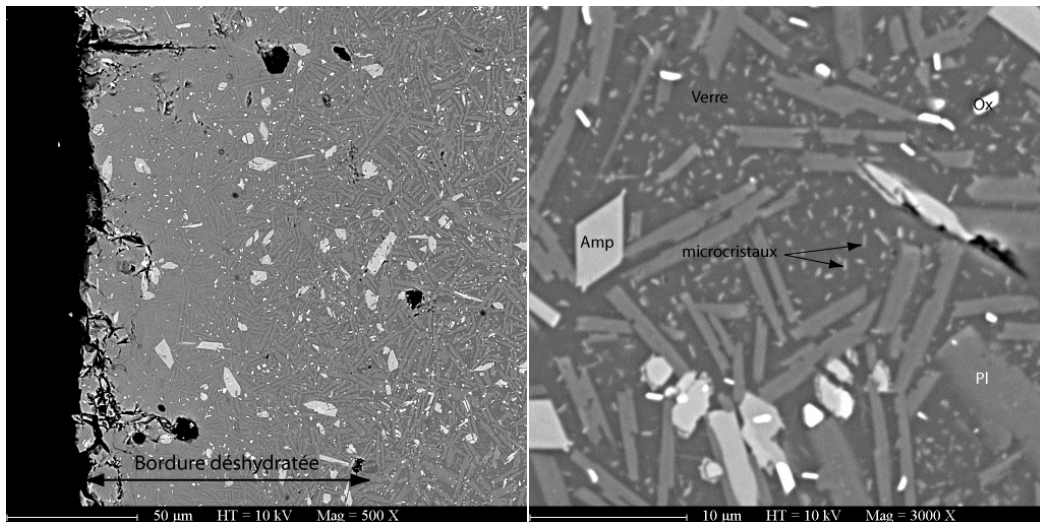


Figure IV - 6: Clichés au Microscope Electronique à Balayage montrant la bordure déshydratée d'un échantillon déformé à 700°C, 300 MPa (à gauche) et les microcristaux poussant durant l'expérience dans les plages de verre (à droite).

La perte en H₂O de nos échantillons a été estimée par analyse à la microsonde électronique selon la méthode de la différence à 100% (Scaillet and Evans, 1999; Devine *et al.*, 1995). La Figure IV - 7 illustre la perte en eau en fonction de la distance à la bordure, pour un échantillon déformé à 700°C et 300 MPa pendant une heure. Les teneurs absolues obtenues n'ont que peu de valeur car la cristallisation de microcristaux dans le verre (cf. Figure IV - 6) ne permet pas d'obtenir des analyses "propres" du verre. Néanmoins, ces analyses permettent de mettre en évidence une bordure déshydratée d'environ 150 à 200 µm. Le front de déshydratation est très prononcé sur les 50 premiers microns et la concentration en H₂O atteint une valeur minimale très basse (0.5 % environ).

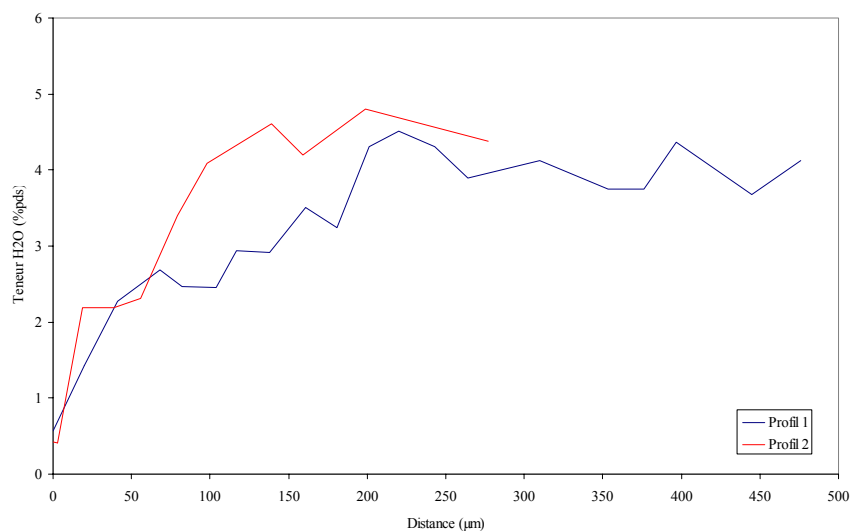


Figure IV - 7: Profil de teneur en eau de la bordure vers le centre de l'échantillon Def57 (déformé 1 heure à 700°C et 300 MPa).

Cette différence de comportement entre nos observations et les expériences de Schulze et al. (1999) s'explique probablement par le fait que nos expériences ont été menées à plus haute température (700 à 850°C), intéressaient une gamme de viscosité plus basse et une teneur en eau plus élevée; autant de facteurs qui vont effectivement dans le sens d'une déshydratation plus rapide et plus conséquente. Pour autant, étant donné la vitesse élevée de montée en température (environ 50°C.min⁻¹), permettant l'atteinte de l'équilibre thermique et le début de la déformation 20 minutes après le début de l'expérience (i.e. depuis la température ambiante), il était permis d'espérer que les effets de la déshydratation ne se feraient sentir qu'en fin d'expérience. Cette idée était renforcée par le fait que, pour ce type d'échantillon, la transition vitreuse T_g se situe au environ de 360°C (estimation sur la base de Shaw (1972) pour une transition vitreuse à 10^{12.6} Pa.s). Si on considère que l'essentielle de la déshydratation ne s'effectue qu'après le passage de la transition vitreuse, cela signifie qu'en 11 à 12 minutes (7 minutes de T_g à 700°C + 4 à 5 minutes d'équilibration), une bordure déshydratée, suffisamment importante pour empêcher toute déformation, se forme.

IV.4. SOLUTIONS TECHNIQUES.

IV.4.1. Conclusions partielles.

Les expériences sur liquide silicaté anhydre ou presque (Eburru) montrent que le système mis au point permet de déformer sous pression des magmas de faible viscosité, dans la gamme 10^{5.3} à 10^{8.3} Pa.s. Cependant, pour des raisons techniques et financières, il n'a pas été possible d'assurer la mesure en continu de la déformation, ce qui aurait permis d'accéder à la viscosité. Les expériences sur des suspensions (Sérifos 3%) montrent les limites de cet appareil. La déshydratation de la bordure de l'échantillon inhibe toute déformation. La solution la plus simple consisterait à ne travailler que sur des échantillons anhydres. Dans le cadre de notre étude, cette solution n'est pas satisfaisante dans la mesure où un aspect important est l'étude du couplage entre phénomènes physiques (déformation) et chimiques (cristallisation, nucléation, dissolution, ...). Les conditions anhydres imposent des cinétiques de réaction bien trop lentes, et pour l'étude des OPF, des textures complexes. Par ailleurs, une des spécificités de l'étude est de vouloir rester toujours au plus proche des conditions naturelles; or l'eau joue un rôle crucial à tous les stades d'évolution des roches magmatiques.

Dès lors, la solution ne peut être que technique. De manière à s'affranchir des artéfacts liés à la déshydratation des échantillons, deux aspects semblent primordiaux. Il est tout d'abord

nécessaire de savoir, en temps réel, si l'échantillon se déforme et à quelle vitesse; et en fonction de ces informations, être capable d'agir, en cours d'expérience, sur la force exercée sur l'échantillon.

Les "Paterson gas-medium HPT testing machines" (Paterson, 1990), ci-après dénommées presses Paterson, sont des appareils ayant de telles caractéristiques et ce sont donc imposées à nous comme étant une des solutions potentielles les plus prometteuses. Cependant, ces presses ont été développées et sont, à l'heure actuelle, dédiées à l'étude des roches ductiles de forte viscosité ($\eta = 10^9$ à 10^{12} Pa.s). Leur utilisation pour la déformation de magmas n'est donc pas immédiate. Nous avons donc effectué à cet égard une série de tests sur la presse Paterson de l'ETH de Zürich. La présentation de ces tests fait l'objet du chapitre suivant.

A ce stade de l'étude, il a été conclu que l'appareil de déformation à masse mobile ne représentait pas la solution adéquate à l'étude du développement des OPF. Cependant, son utilisation a perduré pour des expériences exploratoires. En effet, même si l'utilisation d'une presse Paterson permet, au moins théoriquement, de s'affranchir du problème de l'augmentation de viscosité apparente de l'échantillon, ce durcissement n'en reste pas moins un artefact expérimental qu'il faut s'appliquer à minimiser.

IV.4.2. Encapsulages spéciaux.

IV.4.2.1. Le double cylindre de verre séparé d'une feuille d'or.

En expérimentation HT-HP, l'utilisation de capsules en métaux précieux a pour but d'empêcher les pertes en fluides et en éléments volatils. Aussi, en constatant une déshydratation de bordure, est-il naturel de revenir vers ce type de solution. Pourtant, pour les raisons de géométrie de la déformation exposées au chapitre précédent (§ III.2.4.), un encapsulage classique avec des capsules à parois épaisses (0.1-0.2 mm) n'est pas envisageable. La couche de métal doit être très fine. Nous avons donc tenté d'enrober l'échantillon dans une feuille d'or de 10 μm d'épaisseur. A une épaisseur aussi faible, il n'est pas possible de souder la feuille d'or. Pour qu'elle adhère parfaitement à l'échantillon, condition sine qua non pour qu'elle joue son rôle anti-déshydratation, il est nécessaire de la maintenir en place mécaniquement. La solution retenue consistait à placer l'échantillon enrobé de la feuille d'or à l'intérieur d'un cylindre de verre anhydre de viscosité inférieure ou égale à celle de l'échantillon (cf. Figure IV - 8). Pour qu'un tel système soit efficace, les contacts

échantillon / feuille d'or et feuille d'or / verre anhydre doivent être absolument parfaits; aucun espace entre les différentes interfaces ne doit exister. La cohésion de cet assemblage a donc requis une étape supplémentaire de pressage à chaud.

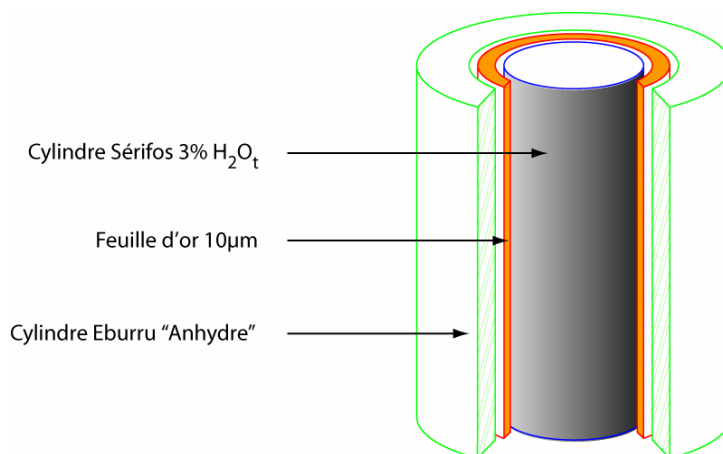


Figure IV - 8: Représentation schématique de l'encapsulation par double cylindre séparé par une feuille d'or.

La procédure que nous nous proposons d'adopter était donc la suivante. Dans une première étape, le magma partiellement cristallisé devait être obtenu par équilibre de phase à haute température et haute pression; en occurrence Sérifos 3% pds H₂O_t à 850°C et 300 MPa. Dans les échantillons ainsi obtenus, des cylindres de 7 mm de diamètre devaient être carottés puis placés, enrobés d'une feuille d'or de 10 µm d'épaisseur, dans un cylindre creux de verre d'Eburru ($\Phi_{\text{interne}} = 7 \text{ mm}$, $\Phi_{\text{externe}} = 10 \text{ mm}$). Eburru présente l'avantage d'être anhydre et d'avoir à 700°C une viscosité proche de celle de Sérifos 3% ($10^{7.4} \text{ Pa.s}$ (Stevenson et al., 1995), contre $10^{7.5} \text{ Pa.s}$ (Shaw, 1972; Roscoe, 1952)).

Le pressage à chaud constituait la seconde étape. L'ensemble formé des deux cylindres emboîtés et de la feuille d'or devait être enfermé dans une capsule en or ($\Phi_{\text{i/e}} = 10 / 10.4 \text{ mm}$), hermétiquement soudée; le pressage à chaud se déroulant à 850°C, 300 MPa, afin de ne pas déstabiliser l'assemblage minéralogique obtenu au cours de la première étape. La durée était de 30 minutes en température et pression.

Finalement, après retrait de la capsule externe en or, le double cylindre de verre isolé par une feuille d'or pouvait être déformé au cours d'une troisième et ultime étape.

Devant la lourdeur de la procédure expérimentale, des tests ont été réalisés avec des doubles cylindres d'Eburru séparés par une feuille d'or de 10 µm. Il s'est avéré qu'il a été impossible de déformer de tels assemblages; confirmant par ailleurs qu'une couche très fine de forte viscosité (Au ou liquide silicaté déshydraté) était suffisante pour inhiber la déformation.

L'idée s'est alors imposée que la feuille d'or devait être remplacée par un liquide; liquide dans lequel l'eau devait être insoluble ou très faiblement soluble. Des essais ont donc été réalisés en remplaçant la feuille d'or par une feuille de plomb et une feuille d'étain. Ces métaux ont des points de fusion très bas et sont déjà liquides aux températures d'expérience. Malheureusement, aux températures et pressions considérées, les tensions de surface de ces liquides sont telles que la couche de liquide se désagrège en une multitude de petites billes. L'idée de séparer les deux cylindres par un matériau "imperméable" à l'eau a donc été abandonnée. Les matériaux solides ne peuvent convenir car ils sont trop visqueux et aucun matériau liquide adéquat n'a été trouvé.

IV.4.2.2. Le double cylindre surhydraté.

L'idée de protéger l'échantillon par une couche de verre anhydre de viscosité inférieure ou équivalente à celle de l'échantillon est tout de même intéressante et méritait d'autres tentatives. Le double cylindre simple (échantillon / verre anhydre) est envisageable mais risquerait de ne rien apporter par rapport aux expériences avec un échantillon simple. En effet, la présence du verre anhydre ralentirait peut-être la déshydratation, mais ne l'empêcherait pas. De plus, la déshydratation commencerait dès l'étape, indispensable, de pressage à chaud. Le bénéfice du double encapsulage risquerait donc fort d'être nul voir négatif.

L'idée est donc d'utiliser l'étape de pressage à chaud pour surhydrater les bordures de l'échantillon et du cylindre de verre anhydre. Lors de cette étape, de l'eau est ajoutée dans la capsule. Comme il existe un jeu non négligeable entre les cylindres, à la mise sous pression, l'essentiel de l'eau va se retrouver entre les deux cylindres (cf. Figure IV - 9). Une fois en température, cette eau va diffuser dans les bordures de l'échantillon et du verre anhydre; créant ainsi un contact surhydraté. Avec le temps, ce déséquilibre tend à disparaître, mais cette procédure pourrait permettre de gagner suffisamment de temps sur la déshydratation pour réaliser l'expérience de déformation.

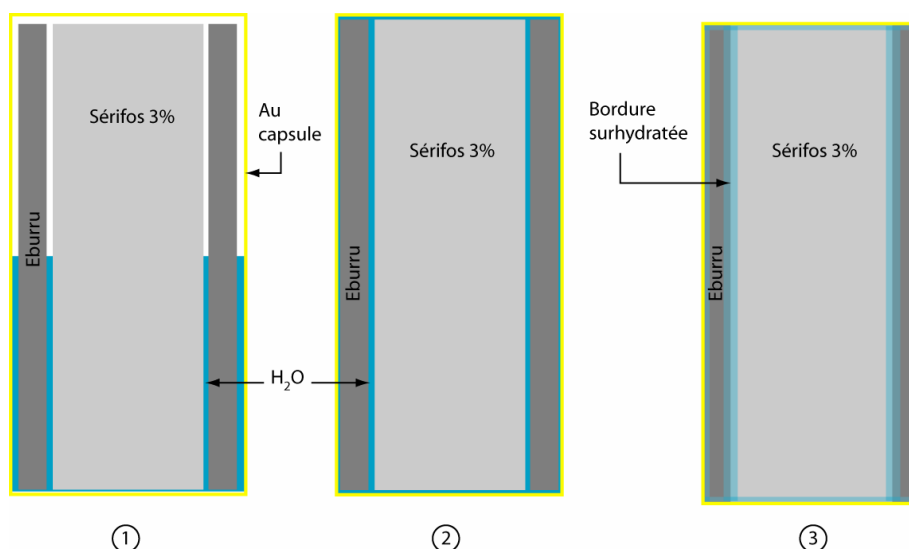


Figure IV - 9: Scénario du protocole de surhydratation des bordures des échantillons.

Etape 1: Les deux cylindres sont chargés, avec de l'eau, dans une capsule en or.

Etape 2: A la mise sous pression, l'eau se répartit sur les pourtours des cylindres et mouille l'interface cylindre Sérifos / Cylindre Eburru.

Etape 3: Une fois à P et T, l'eau diffuse sur les bordures des échantillons.

Ce protocole a été testé à 850°C avec Sérifos 3% et Eburru en cylindre externe. Malheureusement, aucune déformation n'a été réalisable. En effet, le contact entre les deux échantillons induit une cristallisation massive de la bordure du cylindre Sérifos 3% H_2O_t ; ainsi qu'une plus légère du cylindre creux d'Eburru (Figure IV - 10). Cette cristallisation est sans doute provoquée par une diffusion importante d'éléments chimiques mobiles, tel le sodium, très abondant dans Eburru. De tels phénomènes de contamination réciproque avaient bien entendu été prévus, mais il n'avait pas été envisagé que cela puisse conduire à une cristallisation massive. En effet, l'enrichissement en eau de la bordure de l'échantillon devrait entraîner une fusion des cristaux de cette bordure plutôt qu'une cristallisation.

Les tentatives d'encapsulage par double cylindre ont donc été abandonnées.

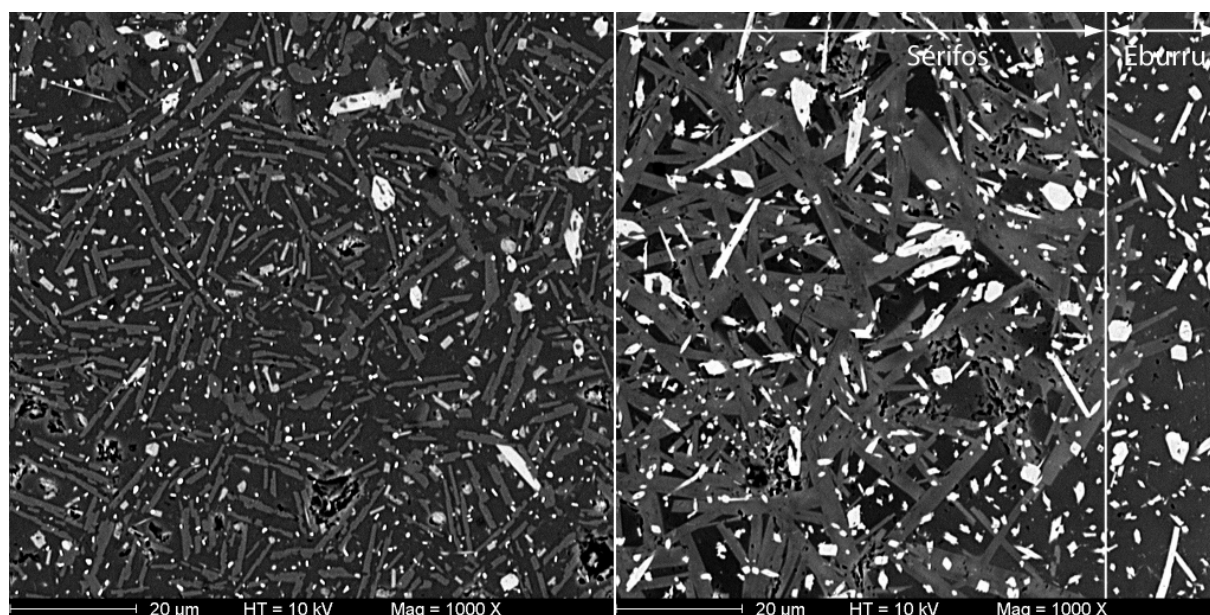


Figure IV - 10: Comparaison de l'état de cristallisation entre le cœur d'un échantillon Sérifos 3% (gauche) et sa bordure surhydratée (droite). Clichés au Microscope Electronique à Balayage.

IV.4.2.3. La modification des conditions redox.

Si on ne peut limiter la déshydratation en freinant "mécaniquement" la diffusion de l'eau dans l'argon ou dans une autre substance, une solution envisageable est de tenter de compenser chimiquement la perte. Pour ceci, il faut être capable de "produire" chimiquement de l'eau et de surcroît de manière localisée; à la bordure de l'échantillon. A priori, une telle opération ne semble pas triviale. Pourtant, à la vue des travaux de Gaillard *et al.* (2003a), il semble possible, en jouant sur les conditions redox, de créer en bordure d'échantillon un front d'hydratation. En effet, Gaillard *et al.* (2003a) montrent que sous forte pression d'hydrogène (50 bar de H_2 pur), l'incorporation d'hydrogène dans le liquide silicaté provoque la progression d'un front redox intimement lié à la progression d'un front d'hydratation (cf. Figure IV - 11).

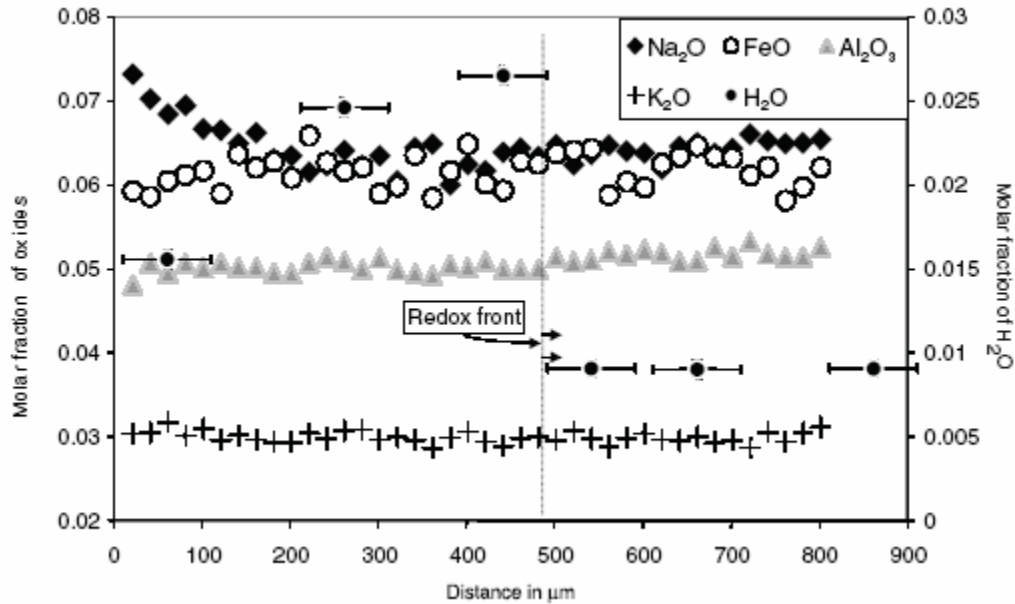


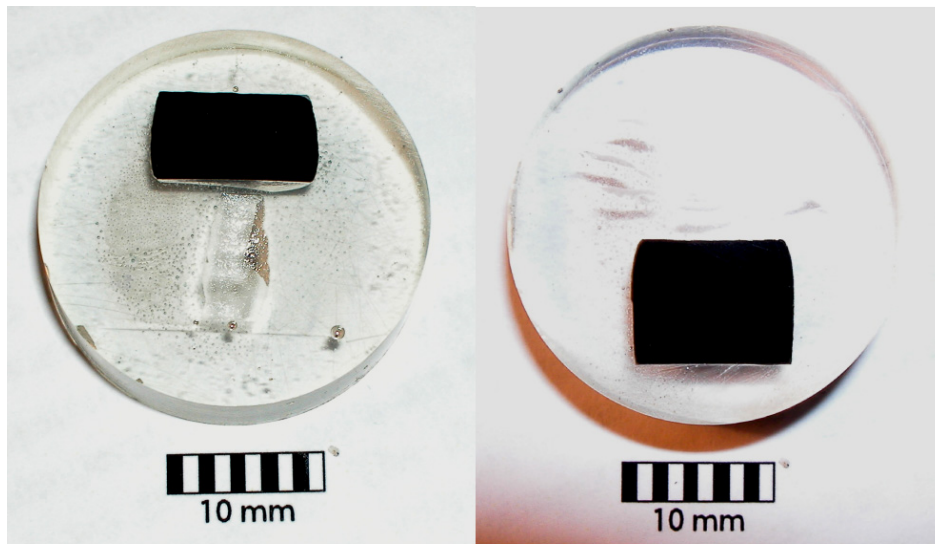
Figure IV - 11: Analyses microsonde électronique et profil FTIR dans un échantillon Eburru après expérience à 800°C sous 50 bar d'hydrogène pur. Le zéro de l'axe des abscisses correspond à l'interface gaz - liquide silicaté (dans Gaillard *et al.* (2003a) - Figure 3 - page 312).

Le processus invoqué est une solubilisation de H_2 dans le liquide silicaté, à la bordure de l'échantillon. L' H_2 va réagir avec le Fe^{3+} du liquide silicaté selon la réaction suivante:



L'expérience que nous avons tentée s'inspire des observations de Gaillard *et al.* (2003a). Les échantillons Sérifos 3% (synthétisés à 850°C - 300 MPa) sont synthétisés en conditions oxydantes. L'autoclave est pressurisé à l'argon pur, les conditions redox sont celles imposées par l'autoclave et l'argon (soit environ NNO+4). En pressurant l'autoclave avec un mélange Ar- H_2 lors de l'expérience de déformation, on modifie les conditions redox de manière à induire un processus similaire à celui décrit par Gaillard *et al.* (2003a).

Deux expériences de déformation à 850°C et 300MPa, pressurisées à froid avec un mélange Ar- H_2 à 2.5% d'hydrogène, ont été réalisées et ont démontré la validité de ce protocole. Des déformations significatives de 5 et 15% ont été obtenus pour des durées de déformation de 60 minutes (Figure IV - 12); alors que dans les mêmes conditions, pour une pressurisation à l'Argon pur, aucune déformation significative n'avait été obtenue auparavant.

**Def 79**

$$\Phi_i = 9.9$$

$$L_i = 6.95$$

$$L_f = 5.91$$

$$\varepsilon = 15\%$$

$$850^\circ\text{C}$$

$$300 \text{ MPa}$$

$$+ \text{H}_2$$

Def 80

$$\Phi_i = 6.86$$

$$L_i = 8.08$$

$$L_f = 7.69$$

$$\varepsilon = 5\%$$

$$850^\circ\text{C}$$

$$300 \text{ MPa}$$

$$+ \text{H}_2$$

Figure IV - 12: Section des échantillons Sérifos 3% H_2O_t déformés à 300MPa sous pression partielle d' H_2 .

Il existe cependant plusieurs limitations à la généralisation de ce protocole. Tout d'abord, son effet est limité dans le temps. Avec la progression du front d'hydratation vers le cœur de l'échantillon, la déshydratation reprend place. Par ailleurs, la modification des conditions redox perturbe l'équilibre thermodynamique et affecte en particulier la stabilité des oxydes et des phases ferromagnésiennes silicatées (Figure IV - 13). Dans ces conditions, l'étude de l'effet de la déformation sur la cristallisation n'est pas triviale.

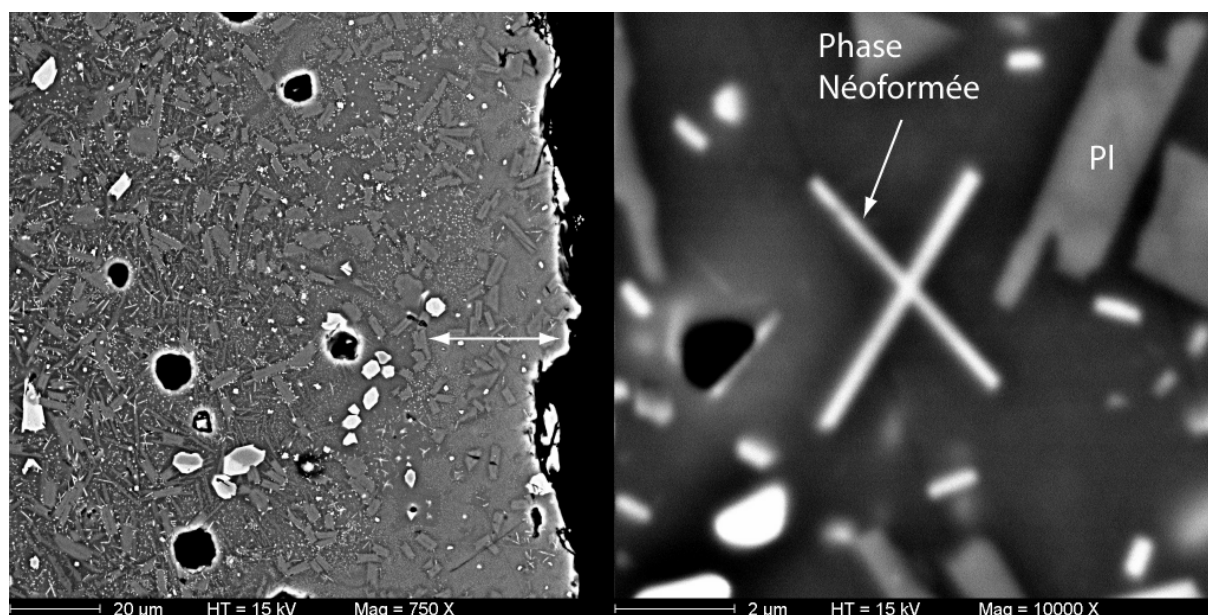


Figure IV - 13: Cliché MEB de l'échantillon Def79 déformé sous pression partielle d' H_2 . Cliché de gauche: la bordure surhydratée; Cliché de droite: phase néoformée dont la croissance est sans doute due à la modification des conditions redox.

IV.5. CONCLUSION.

La mise au point de ce nouvel appareil a permis de mettre en évidence les difficultés liées à la déformation des liquides silicatés hydratés de faible viscosité. Cette partie de l'étude a en particulier souligné la nécessité de pouvoir agir en cours d'expérience sur la contrainte appliquée à l'échantillon; ou bien, autre façon de voir le problème, de pouvoir imposer la vitesse de déformation. Ces deux contraintes vont de pair avec le besoin d'une lecture en continu de la déformation de l'échantillon.

Toutes ces caractéristiques techniques sont réunies par les presses Paterson. C'est cette partie de l'étude qui nous a convaincu de l'absolue nécessité de tester ce type d'appareillage sur des magmas.

Par ailleurs, une procédure permettant de minimiser les effets de la déshydratation de bordure des échantillons a été trouvée. Cette technique de modification de la fugacité d'hydrogène devrait permettre d'assurer dans les meilleures conditions les études concernant la rotation des cristaux. Pour ce qui est de l'étude des relations déformation - cristallisation, des solutions restent à explorer. Le principal problème réside dans la grande réactivité du fer vis-à-vis de la cristallisation (cristallisation et/ou déstabilisation d'oxydes et de phases ferrifères,...) lorsque

les conditions redox sont modifiées. Une voie à explorer pourrait être de travailler sur des compositions sans fer, mais dopées en un élément à valence multiple moins réactif que le fer. Le but est de trouver un élément qui n'entre pas dans la composition des phases qui cristallisent au cours de l'expérience; mais qui par changement de valence va permettre la production d'eau.

Les expériences menées dans cette partie de l'étude permettent également de penser qu'il est possible de travailler sur une gamme de viscosité encore plus faible que celle escomptée. En effet, les échantillons hydratés utilisés sans capsule se déshydratent en bordure, formant ainsi une gangue protectrice plus rigide. Ils sont en quelque sorte auto-encapsulants. L'intérêt est de se rapprocher de la gamme $10^{3.2}$ - $10^{6.3}$ Pa.s considérée comme la gamme de viscosité de mise en place de magma leucogranitique à tonalitique (Scaillet *et al.*, 1997; Clemens and Petford, 1999).

- Clemens, J.D., and Petford, N. (1999) Granitic melt viscosity and silicic magma dynamics in contrasting tectonic settings. *Journal of the Geological Society of London*, **156**(6), p.1057-1060.
- Devine, J.D., Gardner, J.E., Brack, H.P., Layne, G.D., and Rutherford, M.J. (1995) Comparison of microanalytical methods for estimating H₂O contents of silicic volcanic glasses. *American Mineralogist*, **80**, p.319-328.
- Gaillard, F., Pichavant, M., Mackwell, S., Champallier, R., Scaillet, B., and McCammon, C. (2003) Chemical transfer during redox exchanges between H₂ and Fe-bearing silicate melts. *American Mineralogist*, **88**(2-3), p.308-315.
- Gent, A.N. (1960) Theory of the parallel plate viscosimeter. *British Journal of Applied Physics*, **11**, p.85-88.
- Hess, K.-U., and Dingwell, D.B. (1996) Viscosities of hydrous leucogranitic melts: A non-Arrhenian model. *American Mineralogist*, **81**(9-10), p.1297-1300.
- Holloway, J.R. (1992) An internally heated, rapid-quench, high pressure vessel. *American Mineralogist*, **77**, p.643-646.
- Lainey, N. (1996) Déformation expérimentale in situ de magmas granitiques., p. 38. Université d'Orléans, Orléans.
- Paterson, M.S. (1990) Rock deformation experimentation. In A.G. Duba, W.B. Durham, J.W. Handin, and H.F. Wang, Eds. *The Brittle-Ductile Transition in Rocks.*, AGU, The Heard Volume, American Geophysical Union Geophysical Monograph, Washington, DC. Vol **56**, p.187-194.
- Roscoe, R. (1952) The viscosity of suspensions of rigid spheres. *Br. J. Appl. Phys.*, **3**, p.267-269.
- Roux, J., and Lefèvre, A. (1992) A fast-quench device for internally heated pressure vessels. *European Journal of Mineralogy*, **4**, p.279-281.
- Scaillet, B., and Evans, B. (1999) The 15 June 1991 Eruption of Mount Pinatubo. I. Phase Equilibria and Pre-eruption P-T-fO₂-fH₂O Conditions of the Dacite Magma. *Journal of Petrology*, **40**(3), p.381-411.
- Scaillet, B., Holtz, F., and Pichavant, M. (1997) Rheological properties of granitic magmas in their crystallization range. In J.L. Bouchez, D.H.W. Hutton, and W.E. Stephens, Eds. *Granite: From segregation of melt to emplacement fabrics.*, Kluwer Academic Publishers, The Netherlands. p.11-29.
- Schulze, F., Behrens, H., and Hurkuck, W. (1999) Determination of the influence of pressure and dissolved water on the viscosity of highly viscous melts: Application of a new parallel-plate viscometer. *American Mineralogist*, **84**(10), p.1512-1520.
- Shaw, H.R. (1972) Viscosities of magmatic silicate liquids: an empirical method of prediction. *American Journal of Science*, **272**, p.870-893.

- Siewert, R., Büttner, H., and Rosenhauer, M. (1998) Experimental investigation of thermodynamic melting properties in the system NaCl-KCl at pressures of up to 7000 bar. *Neues Jahrbuch für Mineralogie, Abhandlungen*, **172**(2-3), p.259-278.
- Spera, F., Borgia, A., Strimple, J., and Feigenson, M. (1988) Rheology of melts and magmatic suspensions 1. Design and calibration of concentric cylinder viscometer with application to rhyolitic magma. *Journal of Geophysical Research*, **93**(B9), p.10273–10294.
- Stevenson, R.J., Dingwell, D.B., Webb, S.L., and Bagdassarov, N.S. (1995) The equivalence of enthalpy and shear stress relaxation in rhyolitic obsidians and quantification of the liquid-glass transition in volcanic processes. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, **68**(4), p.297-306.
- Wang, L., and Zhang, Z. (1997) High temperature phases of pyrophyllite and their evolutionary characteristics. *Chinese Science Bulletin*, **42**(2), p.140-143.

CHAPITRE V: - EXPERIENCES EN TORSION EN PRESSE PATERSON

V.1. INTRODUCTION: HISTORIQUE DES PRESSES ET DE L'ETUDE.

Les presses Paterson, développées depuis le début des années 70 par M.S. Paterson, sont des autoclaves à chauffage interne, à gaz, spécialement conçues pour l'étude de la déformation des roches. L'étude de Van Der Molen et Paterson (1979) sur la déformation de granites partiellement fondus révèle ces appareils à la communauté scientifique des Sciences de la Terre. Leur utilisation reste cependant confidentielle au cours des années 80 et ce n'est qu'au début des années 90, avec le début de leur exploitation commerciale, que leur utilisation se répand (Paterson, 1990). Initialement conçues pour l'étude de la déformation coaxiale, ces presses peuvent depuis quelques années être équipées d'un module optionnel de torsion permettant l'étude de la déformation non-coaxiale (Paterson and Olgaard, 2000).

"The original aim of building this machine was to facilitate the study of the mechanics of rocks and single crystals of rock-forming minerals. The interest in these topics arises primarily from questions in the fields of structural geology and tectonics as to what are the mechanical properties of rocks under geological conditions, in situations such as mountain building, collision of tectonic plates, earthquakes, etc." (Extrait de la plaquette publicitaire des presses Paterson - Australian Scientific Instruments - Anutech).

Comme tend à le prouver cette citation, les presses Paterson ont initialement été étudiées pour l'étude du comportement de roches solides, avec une attention particulière à l'étude de la transition Ductile - Fragile, des mécanismes de déformation plastique dans les roches ou encore l'étude des contraintes de fluage. Les travaux ayant utilisés une presse Paterson et impliquant une phase liquide silicaté sont peu nombreux (Van Der Molen and Paterson, 1979; Paquet and François, 1980; Paquet *et al.*, 1981; Hirth and Kohlstedt, 1995a; Hirth and Kohlstedt, 1995b; Rutter and Neumann, 1995; Mecklenburgh and Rutter, 2003). La plupart de ces études se sont par ailleurs cantonnées à de faibles pourcentages de liquide; mis à part Rutter et Neumann (1995), puis plus récemment Mecklenburgh and Rutter (2003), qui ont poussé leurs investigations, respectivement, jusqu'à 50% et 25% de liquide.

L'utilisation d'une presse Paterson pour la déformation de magmas partiellement cristallisés n'est donc pas immédiate et a suscité de légitimes réticences. Ainsi, le premier projet (cf. Annexe 4) soumis au Bayerisches Geoinstitut dans le cadre du programme européen "European Facility for High-Pressure Research (EU "Access to Research Infrastructures"

Programme)" a-t-il été jugé trop risqué pour l'intégrité de la machine. Malgré ce refus, le dépôt de ce projet en 2001, nous vaut, aujourd'hui, d'être impliqué dans un projet du Bayerisches Geoinstitut sur les relations déformation - nucléation dans les magmas (Gaillard, Mecklenburgh, Champallier *et al.*, projet en cours, débuté en Janvier 2004).

C'est à l'initiative et en collaboration avec Laurent Arbaret (ISTO) que les premiers tests de déformation de magmas partiellement cristallisés en presse Paterson ont pu être réalisés, à l'ETH de Zurich, au sein de l'équipe du Professeur Jean-Pierre Burg, au "Rock Deformation Lab", alors sous la responsabilité de Misha Bystricky.

Ce chapitre est consacré à ces tests de faisabilité et aux premiers résultats obtenus en presse Paterson sur des magmas partiellement cristallisés.

V.2. DESCRIPTION DES PRESSES PATERSON.

V.2.1. Principe de fonctionnement.

Les presses Paterson sont des autoclaves à gaz, à chauffage interne, munies de modules de déformation et de cellules de mesures. Pour les appareils développés au cours de cette étude (cf. Chapitre III et IV), nous avons tenté de mettre en place un module de déformation (ressort ou masse mobile) à l'intérieur de l'autoclave, sous pression. Les contraintes en terme de volume du module et de type de modules utilisables sont importantes. Les performances de tels montages s'en trouvent donc réduites. Dans les presses Paterson, la différence tient à l'échantillon qui est déformé par un moteur situé à l'extérieur de l'autoclave, à pression atmosphérique. Cette particularité permet une plus grande souplesse et permet de travailler sur de larges gammes de vitesse de déformation et de contraintes appliquées. Par contre, la transmission de la contrainte de l'extérieur (0.1 MPa) à l'intérieur de l'autoclave (jusqu'à 500 MPa) est mécanique et nécessite l'existence de passages étanches dynamiques. La conception de ces passages étanches dynamiques constitue un véritable tour de force technologique.

La seconde prouesse technologique est qu'une cellule de mesure interne ("internal load cell") permet de mesurer, sous pression, en continu et avec une grande précision, la déformation et la contrainte appliquée.

V.2.2. Description générale.

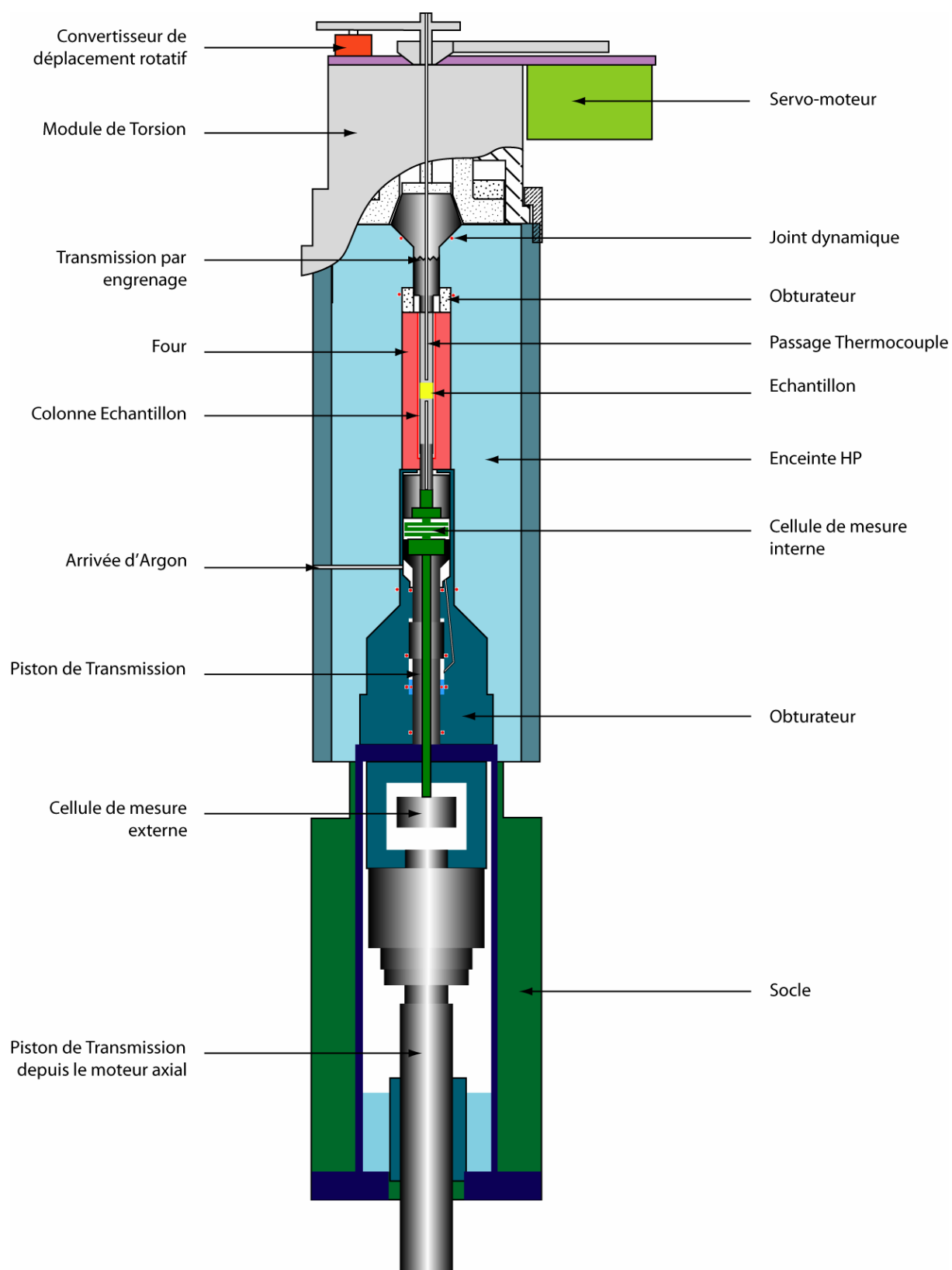


Figure V - 1: Schéma d'ensemble d'une presse Paterson (échelle 1/10).

L'agencement des différentes parties de la presse est illustré Figure V - 1. Cette presse est constituée d'une enceinte haute pression monobloc, pressurisée à l'argon. Le four est un four Molybdène à 3 enroulements. L'échantillon est monté dans une colonne porte-échantillon, constituée d'un assemblage de pistons en céramique et zircone enfermés dans une jaquette (voir détail Figure V - 2). En dessous du four, sous pression, se situe la cellule de mesure interne qui permet de lire la force axiale (N) et/ou le moment (N.m) appliqué à l'échantillon.

En déformation coaxiale, la contrainte est appliquée à l'échantillon par un moteur situé sous l'autoclave. Elle est transmise via un piston et la cellule de mesure interne. Le piston traverse l'obturateur pression; ce qui nécessite la présence d'un système de joints dynamiques (Points rouges sur la Figure V - 1). La cellule de mesure externe située également sous l'autoclave permet de mesurer le déplacement (déformation de l'échantillon) ainsi que la force appliquée par le moteur. La différence entre les forces mesurées par les deux cellules, externe et interne, correspond aux frottements au niveau des joints dynamiques. La mesure de la force externe n'a pas grand intérêt scientifique mais permet de contrôler le bon déroulement de l'expérience. Le module de torsion, contrôlé par un servomoteur, se situe au dessus de l'autoclave. Un convertisseur de déplacement rotatif permet de mesurer le déplacement angulaire de l'échantillon. La déformation est transmise à l'échantillon par la demi-colonne échantillon supérieure qui est animée d'un mouvement de rotation transmis depuis le module de torsion via un engrenage. La demi-colonne inférieure ne tourne pas, si bien que c'est l'échantillon qui doit accommoder le déplacement angulaire entre la demi-colonne supérieure et la demi colonne inférieure. Là encore, la transmission de la déformation se fait à travers l'obturateur pression, ce qui nécessite la présence d'un nouveau système de joints dynamiques.

La température est lue directement au dessus de l'échantillon, à quelques millimètres de ce dernier.

V.2.3. La colonne échantillon.

La colonne échantillon est représentée Figure V - 2. C'est cet assemblage de pistons dans une jaquette qui permet de transmettre la contrainte à l'échantillon. L'échantillon situé au centre de la colonne est encadré par deux disques d'alumine d'environ 3 mm d'épaisseur. Ensuite, de part et d'autre, viennent un piston en alumine et un piston en zircone. Ces pistons sont troués au centre, de manière à permettre le passage d'un thermocouple. Ce passage permet une lecture de la température immédiatement au contact du disque d'alumine, soit à 3 mm de l'échantillon.

Cet assemblage formé de pistons, de disques et de l'échantillon est inséré dans une jaquette. La jaquette est un tube métallique (Fe, Cu, ...) d'environ 25 cm de longueur, de diamètre 15 mm et ayant une épaisseur de paroi de 0.2 mm. Le rôle de la jaquette est double. Elle permet de maintenir en place l'assemblage pistons-échantillon et joue un rôle crucial dans l'étanchéité. En effet, l'extérieur de la jaquette est soumis à la pression d'argon tandis que le passage de thermocouple est à pression atmosphérique. En s'immisçant entre la jaquette et les pistons, puis aux interfaces entre les différents pistons et disques d'alumine, l'argon pourrait fuir. L'étanchéité est donc réalisée aux deux extrémités de la colonne, au niveau des pistons d'entraînement. Ces pistons en acier s'insèrent d'environ 20 mm dans la jaquette. Au niveau de ce recouvrement par la jaquette, ils sont dotés d'une gorge permettant de recevoir un joint torique. L'étanchéité est obtenue par la pression gazeuse externe qui écrase ces joints entre la jaquette et les pistons d'entraînement.

De même, la pression d'argon écrase la jaquette contre l'échantillon et les différents pistons. Sur la Figure V - 2, l'espace représenté entre la jaquette et les différents éléments de la colonne n'est pas réel. Il permet simplement une meilleure lecture de la figure.

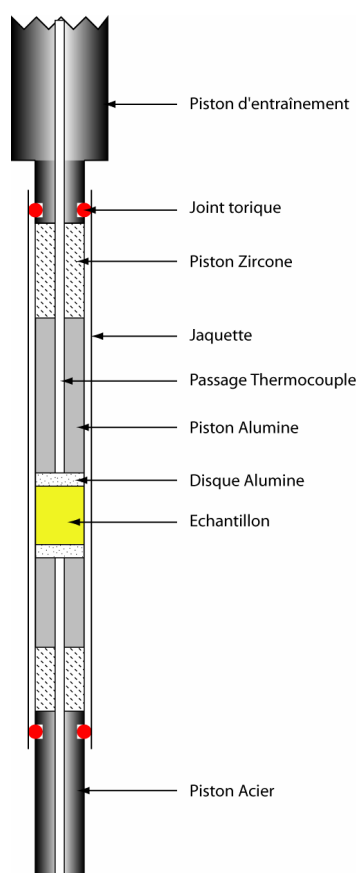


Figure V - 2: Représentation schématique de la colonne échantillon ($\Phi = 15\text{mm}$ - $L \sim 350\text{mm}$).

V.2.4. Performances.

V.2.4.1. Pression - Température - Echantillon.

Les presses Paterson sont conçues pour pouvoir travailler jusqu'à des températures de 1300°C et des pressions de 500 MPa. Les échantillons peuvent avoir des diamètres compris entre 8 et 15 mm et des longueurs allant jusqu'à 20 mm.

V.2.4.2. Déformation coaxiale.

La course maximale du module de déformation axiale est de 30 mm; soit supérieure à la taille de l'échantillon (20 mm maximum). En fait, la taille maximale de l'échantillon est dictée par la taille de la zone isotherme du four et non par une question d'encombrement. La large course du module de déformation permet en fait d'accommoder les différences de tailles entre les différentes colonnes-échantillon. En effet, cette taille peut varier car seule compte la longueur de la demi colonne supérieure qui détermine le positionnement de l'échantillon par rapport au point chaud.

La résolution en déplacement est de 1 μm .

Le module de déformation axial permet d'appliquer une force comprise entre 10^2 et 10^5 N qui peut être lue par la cellule interne de mesure avec une résolution de 10 N.

La gamme de taux de déformation qui peut être explorée en déformation coaxiale est comprise entre 10^{-2} s^{-1} et 10^{-7} s^{-1} .

En optimisant au maximum le diamètre de l'échantillon, la force appliquée et la vitesse de déformation, la gamme théorique de viscosité de travail est donc comprise entre $10^{7.3}$ et $10^{15.8}$ Pa.s. Dans la pratique, il est assez difficile de travailler dans des conditions extrêmes et la gamme de travail courante serait plutôt située entre 10^9 et 10^{14} Pa.s.

V.2.4.3. Déformation en torsion.

En torsion, il n'y a pas de limite théorique au déplacement maximum. La résolution de lecture du déplacement est de 0.001 radian. La cellule interne permet de détecter un moment compris entre 1 et 1000 N.m, avec une résolution de 0.1 N.m.

En terme de taux de déformation, en torsion, la gamme s'étend de 10^{-3} to 10^{-7} s^{-1} . Là encore, une gamme théorique de travail, comprise entre $10^{9.2}$ et $10^{23.2}$ Pa.s, peut être calculée. Mais des réserves encore plus grandes que pour la déformation coaxiale doivent être émises. Pour les hautes viscosités, lorsqu'un moment trop important est appliqué, il arrive que ce ne soit pas

l'échantillon qui se déforme, mais qu'un glissement se produise à l'interface entre deux pistons de la colonne échantillon. Pour les viscosités les plus faibles, mis à part le travail à fort taux de déformation, il n'y a pas d'obstacles techniques majeurs. Cependant lorsqu'un signal de quelques N.m est enregistré, celui-ci correspond pour une très forte proportion à la force nécessaire à la déformation de la jaquette. La viscosité globale mesurée surestime donc largement la viscosité réelle de l'échantillon. Il est cependant possible de corriger les données en soustrayant l'effet de la jaquette.

V.2.4.4. Relations mathématiques en déformation en torsion.

L'objectif de ce paragraphe est de regrouper les relations mathématiques qui ont été utilisées pour l'analyse des données et auxquelles il sera fait référence par la suite. Les développements mathématiques ayant permis d'obtenir ces relations sont donnés par Paterson et Olgaard (2000).

L'échantillon est un cylindre de diamètre d et de longueur l (Figure V - 3). On notera R le rayon de ce cylindre et r , la distance séparant un point situé sur une des faces du cylindre et le centre de cette face (r équivaut au rayon interne si on considère un cylindre creux).

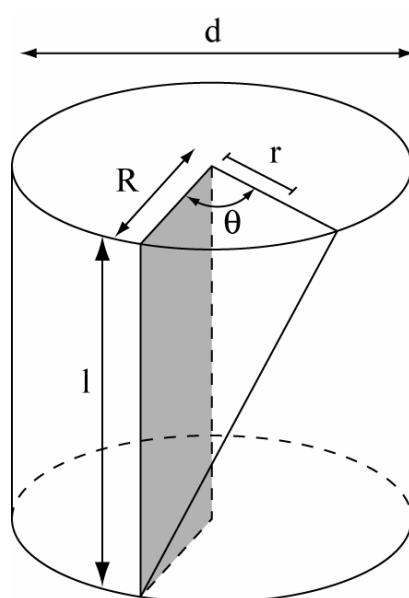


Figure V - 3: Représentation schématique d'un échantillon cylindrique ayant subi une torsion d'un angle θ .

Au cours d'une expérience, on connaît la vitesse angulaire ($\dot{\theta}$) de déformation (imposée par l'opérateur via le servo-moteur), la déformation angulaire cumulée (θ) et on mesure le moment appliqué grâce à la cellule interne de mesure.

La déformation maximale (γ) à la surface du cylindre est donnée par:

$$\gamma = \frac{R\theta}{l} \quad (\text{Eq. V - 1})$$

le taux de déformation ($\dot{\gamma}$) maximal correspondant est donné par:

$$\dot{\gamma} = \frac{R\dot{\theta}}{l} \quad (\text{Eq. V - 2})$$

En déformation en torsion, la quantité de déformation et le taux de déformation ne sont pas uniformes sur le diamètre de l'échantillon. Plus on s'éloigne du centre de l'échantillon, plus la déformation est importante. Si la déformation est homogène au sein de l'échantillon, c'est-à-dire que la déformation augmente de manière linéaire en s'éloignant de son centre, on obtient γ et $\dot{\gamma}$ en un point quelconque du cylindre en remplaçant R par r dans les équations 1 et 2; r étant la distance du point considéré au centre de l'échantillon.

Concernant la contrainte τ , elle est calculée à partir du moment (M) selon la formule:

$$\tau = \frac{M \left(3 + \frac{1}{n} \right)}{2\pi R^3} \quad (\text{Eq. V - 3})$$

où n est l'exposant de contrainte (stress exponent) pour un matériau pouvant être décrit par une loi de puissance de fluage (cf. Annexe 3).

n est généralement inconnu et est un des paramètres que l'on cherche à déterminer. Il est donné par la relation:

$$n = \frac{d \ln \dot{\theta}}{d \ln \dot{M}} \quad (\text{Eq. V - 4})$$

Dans la pratique, il est déterminé à une température donnée en réalisant sur le même échantillon, au cours de la même expérience, plusieurs paliers de vitesses de déformation; dans un diagramme $\text{Log } \dot{\theta}$ versus $\text{Log } M$, n correspond à la pente de la droite.

V.2.4.5. Correction pour l'effet de la jaquette.

Sur le moment M enregistré par la cellule interne de mesure, il faut retrancher la part du moment correspondant à la déformation de la jaquette (M_j). Cette correction est faite en utilisant la formule:

$$M_j = \frac{\pi\tau}{4(3 + \frac{1}{n})} x \frac{d_e^{(3+\frac{1}{n})} - d_i^{(3+\frac{1}{n})}}{d_e^{(\frac{1}{n})}} \quad (\text{Eq. V - 5})$$

Les paramètres n et τ correspondent aux caractéristiques du matériau composant la jaquette ("Power Law Creep" du matériau constituant la jaquette). n peut dépendre de la température et τ dépend de la température et du taux de déformation. Ils peuvent être obtenus par calibration du matériau ou dans certains cas, grâce aux lois rhéologiques du métal de la jaquette, si ces lois ont été déterminées.

d_e et d_i sont respectivement les diamètres externe et interne de la jaquette.

V.3. PROCEDURE EXPERIMENTALE.

V.3.1. Choix du type de déformation.

Au début de l'étude sur presse Paterson, il a été décidé de travailler en torsion afin de tirer le meilleur parti possible de cet appareil. La torsion présente, en effet, l'avantage de permettre des déformations très importantes, en théorie infinies, et correspond à du cisaillement simple, soit le type de déformation le plus couramment invoqué lors de l'écoulement des liquides silicatés naturels.

Ce choix constitue un changement important par rapport au reste de l'étude, mais rappelons que le choix de l'aplatissement avait principalement été dicté que par des contraintes techniques.

V.3.2. Choix de la nature des échantillons.

En raison de l'aspect novateur de ce type d'expériences en presse Paterson, il a été décidé de travailler sur un matériau aux caractéristiques modifiables à volonté et aux propriétés rhéologiques facilement estimables. La méthode des équilibres de phases ne nous semblait guère appropriée en raison de l'interdépendance des paramètres charge cristalline - viscosité du liquide résiduel - température. Par ailleurs, la présence quasi systématique de fer dans les compositions naturelles est un élément de possibles sources d'artéfacts (cf. Chapitre IV).

La procédure expérimentale utilisée par Martel *et al.* (2001) nous a paru idéale dans le cadre de notre étude. Cette technique utilise un mélange de verre synthétique et de corindon broyé (cf. Annexe 2 pour la technique de synthèse). Le liquide silicaté utilisé est de composition haplogranitique (cf. Annexe 1) proche de la composition HPG8 de Holtz *et al.* (1992a). Cette composition a été largement utilisée en expérimentation comme analogue synthétique des leucogranites; si bien que son comportement rhéologique peut être estimé sur une gamme appréciable de températures et de teneurs en eau (Hess *et al.*, 1995; Schulze *et al.*, 1996; Dingwell *et al.*, 1996; Hess *et al.*, 1996; Hess and Dingwell, 1996). La phase solide est du corindon broyé, calibré en taille (45 - 90 μm). Cette technique permet de faire varier, de manière indépendante, la charge cristalline, la teneur en eau et la température. En effet, la composition metalumineuse du verre fait qu'aucune réaction détectable (cristallisation ou fusion) entre le liquide silicaté et le corindon n'a lieu (Martel *et al.*, 2001, cette étude).

Différents échantillons de teneur en eau (2.5 à 3.5 % pds dans le verre) et de charge cristalline différentes (0 à 80 %) ont été synthétisés selon la procédure décrite en annexe 2.

L'homogénéité de la répartition des corindons a été contrôlée sur sections polies, au microscope optique, en lumière réfléchie. Ce contrôle n'a révélé aucune surconcentration ou lacune de cristaux. Par contre, pour les échantillons à forte charge cristalline (80%), il a mis en évidence la présence significative de bulles. Ces bulles sont les vestiges de l'air emprisonné dans la capsule avant la synthèse. Vu la compressibilité de l'air et la solubilité de N_2 et O_2 dans les liquides silicatés, ces bulles sont généralement rapidement résorbées avec la température et la pression. Cependant, il semblerait que pour les très fortes teneurs en cristaux, la charpente cristalline existante permette la préservation des bulles.

V.3.3. Préparation des échantillons pour les expériences de déformation.

Dans les échantillons décrits ci-dessus, des cylindres de 12 ou 15 mm de diamètre ont été carottés et sectionnés en tronçons de 5 à 12 mm de long pour être déformés en presse Paterson. Les deux faces opposées des cylindres ont été rectifiées au tour et à l'outil diamanté de manière à être rigoureusement planes et parallèles (Figure V - 4).

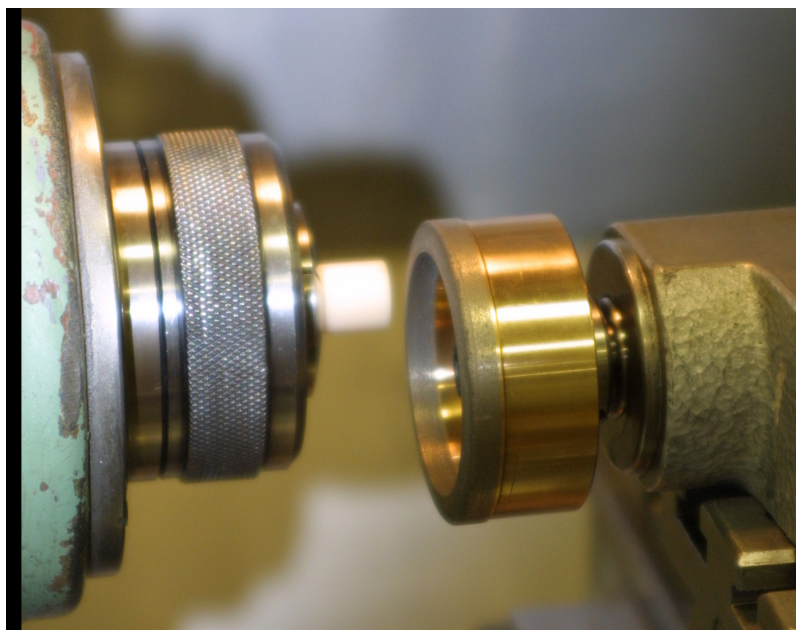


Figure V - 4: Rectification au tour des faces d'un échantillon (à gauche: le mandrin du tour; au centre, en blanc: un échantillon HPG + Corindon, à droite: l'outil diamanté rotatif).

Les cylindres obtenus ont ensuite été mis en place dans la colonne échantillon. Les premières expériences (PO376 et PO377, cf. Table V - 1) ont été réalisées avec une jaquette en fer qui s'est fortement altérée au cours de l'expérience. Par la suite, par rapport au montage classique illustré Figure V - 2, une feuille de platine de 25 μm d'épaisseur a donc été insérée entre l'échantillon et la jaquette de manière à limiter les interactions entre le liquide silicaté très corrosif et le métal de la jaquette (Figure V - 5). Cette technique s'est montrée très efficace puisque pour des expériences de plus longues durées et ayant atteint des déformations plus importantes, aucune altération comparable à celle des premières expériences ne s'est reproduite (Figure V - 1).

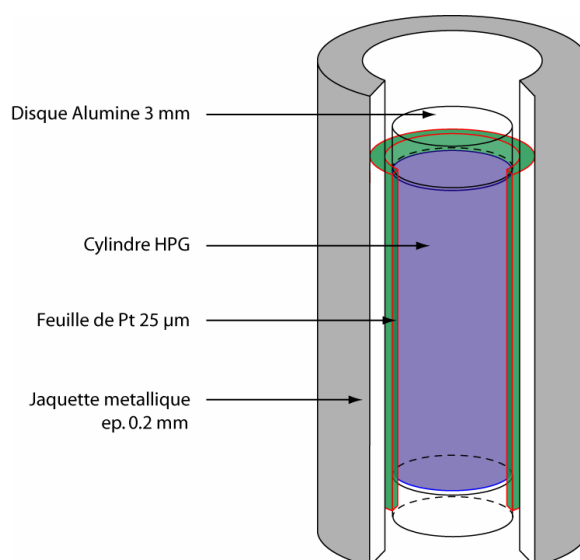


Figure V - 5: Disposition de la feuille de Platine par rapport à l'échantillon, la jaquette et les disques d'alumine.

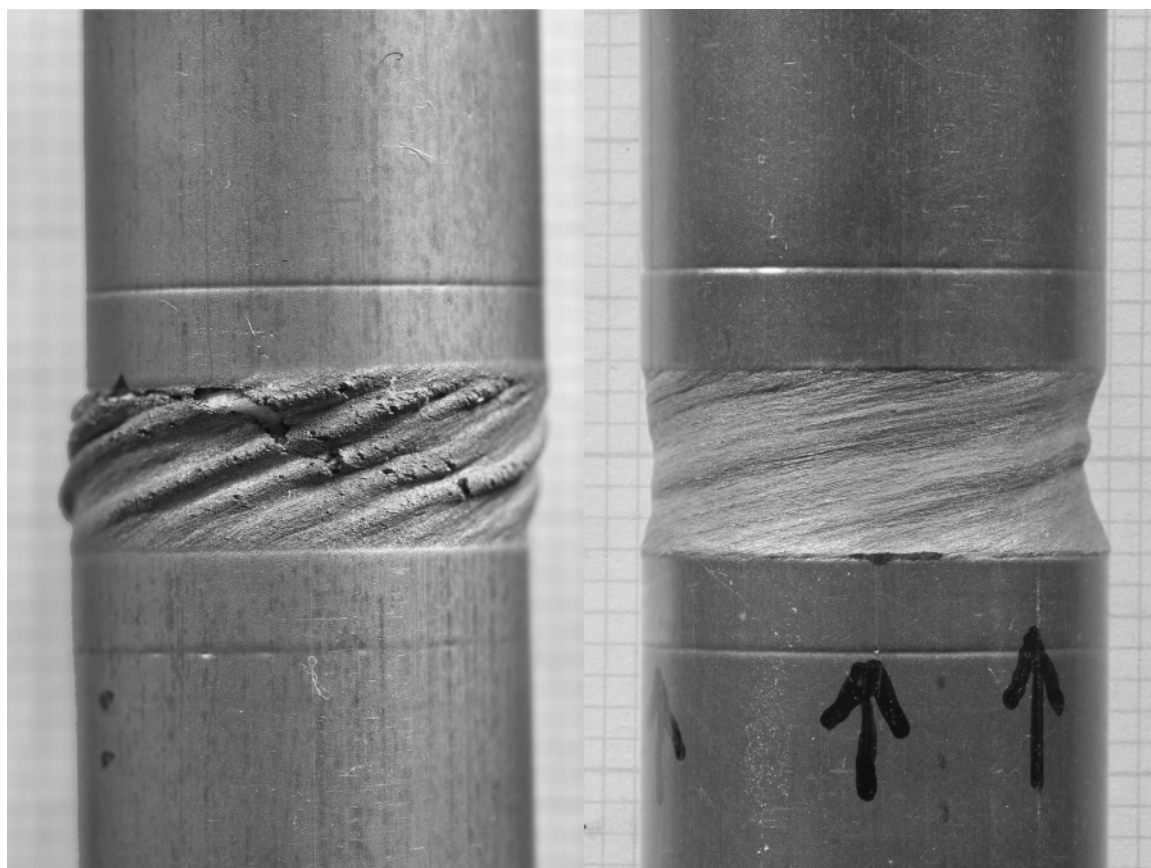


Figure V - 6: Etat de surface de la jaquette après expérience de déformation. A gauche, sans feuille de platine entre l'échantillon et la jaquette; à droite, avec feuille de platine.

V.3.4. Détermination d'une fenêtre de travail optimale.

Sept expériences tests avec des échantillons à 60% de cristaux et des teneurs en eau de 2.5 % à 3.5 % d'eau dans le liquide silicaté ont permis de déterminer les conditions optimales de travail avec nos échantillons (cf. Table V - 1).

Dès les premières expériences (PO376 et PO377), il a été démontré qu'il était possible de déformer en torsion, en presse Paterson, des échantillons à forte teneur en liquide silicaté (40%), de surcroît hydraté (3% pds H₂O dans le liquide). Même si les déformations réalisées restent modestes ($\gamma = 0.7$ et $\gamma = 3$), il s'agit d'un résultat significatif puisque aucune expérience de ce type n'avait jamais été réalisée auparavant. En effet, toutes les expériences en presse Paterson impliquant une phase liquide conséquente (>5%) ont été réalisées en déformation coaxiale (Van Der Molen and Paterson, 1979; Rutter and Neumann, 1995; Mecklenburgh and Rutter, 2003).

Cependant, pour ces deux premières expériences (PO376 et PO377) réalisées à haute température (950°C), aucun signal significatif n'a pu être obtenu. Le moment enregistré était compris entre 2 et 3 N.m. Ce faible signal correspond à la force nécessaire à déformer la jaquette en fer. Aucune information quant au comportement rhéologique de l'échantillon ne peut être extrait de ce genre d'expériences.

De plus, ce type d'expériences représente un risque important pour la presse. En effet, comme évoqué au paragraphe V.2.4.3, il peut parfois se produire un glissement à l'interface entre deux pistons en lieu et place de la déformation de l'échantillon. Un tel incident s'il se poursuit, peut entraîner la rupture de la jaquette avec décompression brutale de l'autoclave, pouvant entraîner des détériorations majeures de l'appareil. Fort heureusement, il est généralement possible de prévenir ce genre d'incident car la rupture de cohésion de l'interface est marquée par une chute brutale du moment enregistré. En effet, les forces nécessaires à la déformation de l'échantillon sont généralement beaucoup plus fortes que celles nécessaires à faire glisser une interface ayant rompue. Dans le cas des expériences PO376 et PO377, le signal enregistré est si faible qu'aucun signe de glissement à l'interface entre des pistons n'aurait pu être détecté.

Des expériences vers les plus basses températures ont donc été entreprises (expériences PO461, PO463, PO466 et PO467). La gamme de température allant de 800°C à 500°C a donc été explorée, dans le sens décroissant, par paliers de 50°C. En diminuant la température, la viscosité de l'échantillon et de la jaquette augmente; la force nécessaire à déformer le tout est

donc plus importante. Par ailleurs, pour une même température, des paliers de taux de déformation ($\dot{\gamma}$) différents ont été réalisés. Deux objectifs étaient recherchés:

- A température constante, l'augmentation du taux de déformation permet d'augmenter le signal enregistré ($\tau = \eta_a \dot{\gamma}$, avec τ : la contrainte cisailante; η_a : la viscosité apparente et $\dot{\gamma}$: le taux de déformation; cf. Annexe 3).

- Ce "stepping" en taux de déformation a permis de définir, pour ce type d'expérience, une gamme optimale située entre 10^{-3} et 10^{-4} s^{-1} .

Au cours de cette série d'expériences (PO461, PO463, PO466, PO467), des interférences électroniques intempestives se sont produites entre les systèmes de mesure de la presse Paterson et un autre appareillage du laboratoire. Ces interférences ont été révélées, à posteriori, au cours du traitement des données. Il a été conclu de ce traitement qu'aucune donnée rhéologique digne de confiance ne pouvait être obtenue sur cette série d'expérience. Par contre, une estimation des parts relatives des forces nécessaires aux déformations respectives de l'échantillon et de la jaquette, a révélé que le signal enregistré correspondait selon les cas à 50% à 90% à la déformation de la jaquette.

De manière à améliorer cet état de fait, les expériences suivantes ont été réalisées avec une jaquette en cuivre, matériau plus mou que le fer aux températures et taux de déformations considérés. L'expérience PO512 a donc permis de déterminer une gamme raisonnable de travail située entre 475°C et 550-600°C, pour des taux de déformation de $2 \cdot 10^{-3}$ à $2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. En dessous de 475°C, le matériau devient trop dur à déformer, à partir de 550-600°C, la force nécessaire à la déformation de la jaquette prend beaucoup d'importance. Concernant les limitations sur les taux de déformation, elles sont de deux ordres. Pour les plus forts taux de déformation, la limite théorique des presses Paterson est de 10^{-3} s^{-1} (cf. §V.2.4.3), or nous sommes allés jusqu'à des taux de $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, soit au-delà des limites théoriques. La limite basse pour les taux de déformation est imposée, d'une part, par le fait que le signal devient rapidement très faible et, d'autre part, par le fait que la jaquette prend là encore de l'importance. Par ailleurs notons ici que les gammes de température et de taux de déformation dans lesquelles des mesures peuvent être réalisées sont interdépendantes. Par exemple, il sera impossible de faire des mesures à 600°C au taux de déformation les plus faibles.

Les données rhéologiques obtenues à partir de cette expérience ne seront, par contre, pas reprises par la suite. Le liquide silicaté de l'échantillon avait une composition déviant sensiblement de la composition HPG8 *sensu stricto*. Ceci n'a pas d'incidence sur les plages de

mesures déterminées si dessus mais ne permet pas une comparaison aisée avec les données présentées ci-après.

Notons d'ailleurs que la plage de température déterminée peut être étendue vers les basses températures en diminuant le diamètre de l'échantillon. Ceci présente cependant peu d'intérêt car les températures invoquées sont déjà significativement éloignées des températures de mise en place pour ce type de magma.

Deformation experiment	Sample	H2O _m wt%	Solid fraction Vol%	Length (mm)	Diameter (mm)	Jacket	P (MPa)	T (°C)	Strain rate (s-1)	Finite strain (γ)	Remark
PO376	HPG1a	3	60	7.66	14.89	iron	300	950	3.00E-04	0.7	No torque Signal
PO377	HPG1b	3	60	5.73	14.88	iron	300	950	3.00E-04	3	No torque Signal
PO461	HPG3a	3.5	60	8.659	14.88	iron	300	800	1.00E-04 3.10E-04 1.00E-03 1.00E-04 750 3.10E-04 1.00E-03	10	High Jacket Signal + Artefact
PO463	HPG3b	3.5	60	6.85	14.88	iron	300	750	3.00E-03 3.00E-03 1.10E-04 1.10E-03 3.00E-03	~5?	High Jacket Signal + Artefact + Resin burn + inhomogen deformation
PO466	HPG4a	2.5	60	6.265	11.90	iron	300	750 650 600 550 500	3.00E-03	>7 ??	Artefact
PO467	HPG4b	2.5	60	6.165	11.90	iron	300	550	3.00E-03	3	Artecfact
PO512a	HPG4c	2.5	60	6.373	11.94	copper	300	550 500 450	2.10E-03	6 to 7	OK
PO512b								2.10E-04 6.30E-04 2.10E-03			

Table V - 1: Tableau récapitulatif des différentes expériences tests menées en presse Paterson.

V.4. RESULTATS.

V.4.1. Rhéologie des suspensions.

V.4.1.1. Présentation des résultats.

Dans ce premier stade de l'étude, il a été choisi d'étudier le comportement rhéologique de suspensions magmatiques à différentes charges cristallines, en faisant varier la température et la vitesse de déformation. La matrice est un liquide silicaté (HPG) hydraté à 2.5 % pds. Quatre charges cristallines différentes ont été étudiées: 0%, 20%, 60% et 80% de corindon. Les résultats obtenus sont regroupés dans la Table V - 1.

Afin de faciliter la lecture et la comparaison des résultats, les expériences ont été regroupées par teneur en cristaux, de 0 à 80% de corindon (Table V - 2, 1ère colonne). La deuxième colonne correspond au nom de l'échantillon déformé. La nomenclature des échantillons donne 3 indications, la composition (HPG), le numéro du cylindre dans lequel a été prélevé la carotte. Cette carotte ayant ensuite été tronçonnée en plusieurs échantillons, la troisième partie du nom de l'échantillon permet de différencier des échantillons issus d'un même cylindre de départ. Par exemple, les échantillons HPG6a, HPG6b et HPG6c sont différents tronçons d'une même carotte, tous issus du même échantillon initial synthétisé dans les larges capsules de 20 mm de diamètre et 40 mm de longueur (cf. Annexe 2). Il convient de noter que dans cette nomenclature, les numéros suivant le terme HPG sont donc sans rapport avec la nomenclature employée par Holtz *et al.* (1992a) dans laquelle les numéros suivants le terme HPG correspondent à des variations de compositions chimiques. Dans cette étude, la composition haplogranitique employée est invariante, il s'agit de la composition proche de l'HPG8 de Holtz *et al.* (1992a) dont la composition précise est donnée en Annexe 1.

La troisième colonne du tableau rappelle la teneur en eau du liquide silicaté. Il s'agit pour l'instant de la teneur en eau théorique correspondant au remplissage de la capsule. Etant donné les larges volumes de synthèse des échantillons de départ (représentant plus de 10 grammes de verre), l'erreur de pesée au remplissage de la capsule est infime et l'erreur possible sur la teneur en eau indiquée est très largement inférieure à 0.1% pds H₂O_m. Cependant, afin de contrôler l'homogénéité de répartition de l'eau au sein d'un même échantillon, des analyses par Titration Karl Fisher et par FTIR sur chaque échantillon déformé sont en cours. Le principal problème est que la Titration Karl Fisher (KFT) est une méthode globale dont la précision est

Solid fraction Vol%	Sample	H ₂ O _m wt%	Length (mm)	Diameter (mm)	Jacket	P (MPa)	Deformation experiment	T (°C)	Strain rate (s ⁻¹)	η_a (Pa.s)	Jacket signal (%)	Stress Exponent (n)	Step strain (γ)	Finite strain (γ)	Remark
0	HPG10a	2.5	7.84	14.87	copper	300	PO540	500	6.16E-04	10.35	24.22		1.26	8.75	
									2.03E-03	10.31	11.33	0.96	1.09		
									2.03E-04	10.28	49.27		0.25		
									6.17E-04	10.28	27.48		1.07		
								475	6.24E-04	10.87	9.56	1.10	1.27		
									2.01E-04	10.93	19.50		1.22		
									1.04E-03	10.86	6.46		1.26		
									6.24E-04	10.83	9.52		1.32		
20	HPG5a	2.5	7.064	14.91	copper	300	PO514	475	6.25E-04	10.81	12.68	1.40	1.27	2.55	
									2.04E-04	10.95	21.41		1.27		
	HPG5b	2.5	6.635	14.937	copper	300	PO519	550	6.07E-04	9.77	52.84	nd	0.30	17.49	
								500	6.20E-04	10.51	20.31	nd	17.19		
60	HPG6a	2.5	9.794	14.905	copper	300	PO516	500	2.06E-04	11.51	5.72	nd	1.27	10.82	
									2.02E-04	11.07	11.66		1.25		
								550	6.26E-04	10.75	9.55	2.23	1.24		
									2.00E-03	10.51	6.36		1.21		
								600	6.23E-04	10.43	15.41		1.28		
									2.02E-04	10.59	24.72	1.98	1.22		
									2.09E-03	10.07	13.19		3.35		
								500	6.18E-04	11.33	3.62	nd	8.76	8.76	
	HPG6c	2.5	5.013	14.90	copper	300	PO528	550	6.22E-04	10.87	3.56	nd	21.26	21.26	
80	HPG7a	2.5	11.531	14.90	iron	300	PO515	800	2.00E-04	nd	nd	nd	0	0	No deformation only slip at pistons interface
								1000	2.00E-05	nd	nd	nd	0		
							PO523	950	2.00E-05	nd	nd	nd	0		
								900	2.00E-05	nd	nd	nd	0		

Table V - 2: Données rhéologiques obtenues en presse Paterson pour des suspensions magmatiques HPG 2.5 % pds H₂O dans le liquide silicaté plus des charges de corindon de 0, 20, 60 et 80% vol (nd: non déterminé).

d'environ $\pm 0.15\%$ pds H_2O (Holtz *et al.*, 1995). Comme nos échantillons contiennent des cristaux (jusqu'à 80% vol.), toute erreur d'estimation sur le pourcentage volumique de cristaux et sur la densité de ces derniers peut augmenter de manière significative l'erreur faite sur la mesure. Or, comme les techniques de synthèse de verres hydratés sont bien maîtrisés au laboratoire, il faudrait caractériser, *a priori*, de petites hétérogénéités. Concernant le dosage par infra-rouge, deux problèmes se posent. Cette technique nécessite la réalisation d'un double poli sur un fragment d'échantillon d'une centaine de microns d'épaisseur. Ce type de réalisation est extrêmement technique sur des échantillons contenant du corindon. Des essais d'obtention de double poli sont en cours sur les échantillons à 20% de corindon. Un autre problème se pose pour les échantillons à forte charge cristalline. La technique de dosage de l'eau par infra-rouge nécessite de faire traverser l'échantillon (*i.e.* le double poli d'une centaine de microns) par un faisceau d'une vingtaine de microns de diamètre. Au-delà de 30 à 40% de cristaux, il est souvent impossible de trouver un tel volume de verre libre de cristaux. L'analyse est alors impossible par infra-rouge.

Si les dosages que nous réussissons à obtenir par KFT et FTIR ne permettent pas de conclure sur l'homogénéité en eau des échantillons, d'autres méthodes ponctuelles de type Raman ou sonde ionique seront envisagées.

Pour en revenir à la présentation des résultats et du tableau de synthèse, les colonnes 4 et 5 correspondent aux caractéristiques, longueur et diamètre, de l'échantillon déformé; la colonne 6 au type de jaquette employée, jaquette en fer ou en cuivre. La colonne 7 correspond à la pression à laquelle a été conduite l'expérience de déformation; à l'heure actuelle, toutes les expériences ont été conduites à 300 MPa. Le numéro d'expérience est reporté colonne 8, généralement, à un échantillon (colonne 2) correspond une expérience; sauf pour l'échantillon HPG7a (80% de cristaux) qui a été utilisé pour deux expériences. Au cours de la première expérience (PO515), aucune déformation n'a pu être obtenue à 800°C; à 1000°C, la contrainte est montée jusqu'à ce qu'un glissement brutal se produise à l'interface entre 2 pistons. L'expérience a donc été stoppée et la colonne-échantillon sortie de l'autoclave pour vérification de l'intégrité de la jaquette. Comme l'interface ayant lâchée a pu être repérée et que le glissement n'avait pas endommagé la jaquette, la colonne-échantillon a pu être réutilisée telle quelle pour une deuxième expérience (PO523).

Au cours d'une même expérience, différentes températures ont pu être explorées (colonne 9) et pour chaque température, des différents taux de déformation ont été réalisés (colonne 10). Pour chaque couple température-taux de déformation, la viscosité apparente (η_a) obtenue a été

calculée et reportée colonne 11. Lorsque pour une même température, la viscosité apparente a pu être déterminée pour au moins deux taux de déformation différents, il a été possible d'estimer n (colonne 13), l'exposant de contrainte de la loi de puissance de fluage (cf. Annexe 3).

Colonne 12 est reporté le pourcentage du signal total (Moment) imputable à la déformation de la jaquette; en d'autres termes, ceci correspond à la correction qui a été faite sur le signal enregistré afin d'obtenir la viscosité correspondant à l'échantillon. Cette valeur permet d'estimer la qualité de la mesure; plus elle est basse, plus le "*rapport signal sur bruit*" est faible donc meilleure est la mesure. Les corrections pour les jaquettes en cuivre ont été obtenues à partir des lois de rhéologie pour le cuivre déterminées par Frost et Ashby (1982). Les jaquettes utilisées étant issues de l'industrie, le métal contient probablement des impuretés pouvant éventuellement modifier significativement les lois données par Frost et Ashby (1982). De manière à s'assurer de la validité des lois utilisées, des calibrations ont été réalisées pour la gamme de température et de taux de déformation correspondant à nos expériences de déformation. Ces calibrations utilisaient en guise d'échantillon un liquide silicaté de viscosité extrêmement faible (composition: 70% mol SiO_2 , 30% mol Na_2O), de tel sorte que la contrainte nécessaire à déformer ce liquide silicaté était négligeable en regard de celle nécessaire à la déformation de la jaquette. Ces calibrations ont montrées que les lois rhéologiques de Frost et Ashby (1982) étaient parfaitement applicables sur les gammes de température et de taux de déformation considérés

La quantité de déformation (γ) réalisée pour chaque couple de température-taux de déformation est reportée colonne 14. La quantité de déformation totale pour chaque échantillon est reportée colonne 15. Elle correspond à la somme des déformations réalisées aux différents paliers pour un même échantillon.

V.4.1.2. Interprétation des résultats.

V.4.1.2.1. Reproductibilité des mesures.

La reproductibilité des mesures a été testée à deux niveaux. Pour un même palier de température, quand plusieurs "step" successifs à des taux de déformation différents ont été réalisés, le "step" initial a été reproduit en fin d'expérience.

Par exemple, pour l'échantillon contenant 0% de cristaux, à 475°C, des paliers de déformation ont été réalisés chronologiquement à $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et 10^{-3} s^{-1} . A la suite de ces trois paliers, une nouvelle déformation au taux initial de $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ a été réalisée. La bonne concordance des deux courbes obtenues à $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ illustre la bonne reproductibilité des mesures au sein d'une même expérience (Figure V - 7). Les viscosités apparentes correspondantes sont respectivement $10^{10.87}$ et $10^{10.83} \text{ Pa.s}$.

La même procédure a été employée à 500 °C et $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, les viscosités apparentes obtenues sont là encore extrêmement proches; $10^{10.35}$ contre $10^{10.28} \text{ Pa.s}$.

Sur des charges contenant des cristaux, cette procédure a été utilisée au cours de l'expérience PO512 (présentée Table V - 1), à 475°C et $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Pour cette expérience, l'écart de viscosité entre les deux mesures de viscosités réalisées est de 0.05 Log Pa.s.

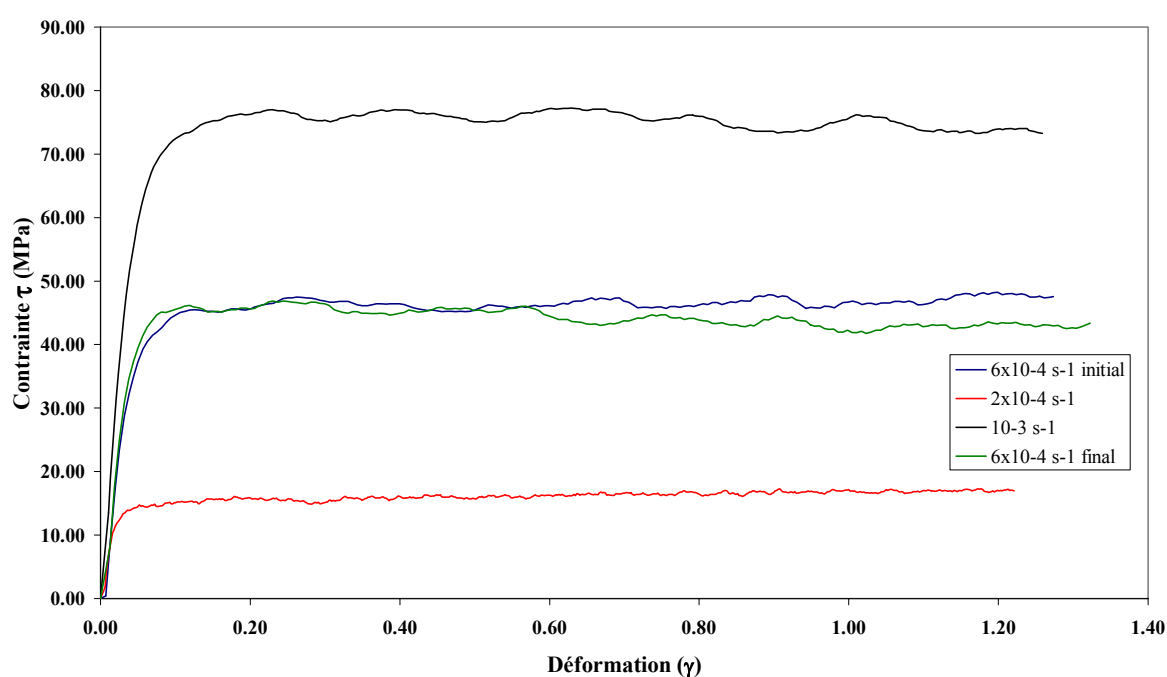


Figure V - 7: Courbes rhéologiques obtenues pour un échantillon HPG contenant 0% de cristaux, à différents taux de déformation.

Par ailleurs, la reproductibilité des mesures a pu être réalisée par comparaison entre deux expériences de déformations distinctes ayant des caractéristiques température, taux de déformation, charge cristalline identiques. L'expérience PO528 réalisée à 550°C et $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ sur une suspension à 60% de cristaux possède son équivalent au sein de l'expérience PO516.

L'écart de viscosité apparente entre ces deux expériences est de 0.12 Log Pa.s. ($10^{10.87}$ contre $10^{10.75}$ Pa.s, respectivement).

Même si les points de comparaisons manquent encore pour faire une estimation fiable de la précision des mesures, les résultats sont pour l'instant reproductibles dans une gamme de précision comparable à celle des autres travaux sur la rhéologie des liquides silicatés. Par exemple, Schulze *et al.* (1999) donnent, pour leurs mesures réalisées sous pression, une précision absolue de 0.15 Log Pa.s et une reproductibilité de la mesure au sein d'une même expérience de l'ordre de 0.05 Log Pa.s.

V.4.1.2.2. Principales sources potentielles d'erreurs.

Les sources potentielles d'erreurs sont de trois types. Tout d'abord, l'erreur potentielle la plus évidente concerne la correction de l'effet de la jaquette. C'est pourquoi un soin particulier a été apporté à sa calibration (cf. §V.4.1.1). De plus, un test simple consiste à évaluer l'effet d'une mauvaise correction sur la viscosité estimée de l'échantillon. Prenons l'expérience PO540, à 500°C et $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (1^{ère} ligne de la Table V - 2), nous avons considéré pour cette expérience une erreur de 100% sur la correction de la jaquette; c'est-à-dire que nous avons estimé la viscosité de l'échantillon, d'une part, sans faire de correction pour l'effet de la jaquette et d'autre part en faisant une correction double de celle qui a été appliquée. Les viscosités estimées sont alors respectivement de $10^{10.47}$ et $10^{10.18}$ Pa.s au lieu de $10^{10.35}$ Pa.s; soit des erreurs de +0.12 et -0.17 Log Pa.s. Ces calculs montrent que la viscosité calculée n'est pas si sensible que l'on pourrait l'imaginer à l'effet de la jaquette. Ceci est dû aux hautes viscosités de travail et à l'aspect logarithmique de la viscosité.

On peut donc considérer que les erreurs commises sur la correction de la jaquette ont peu d'impact sur la viscosité estimée des échantillons tant que la jaquette ne représente pas plus de 25% à 30% du signal enregistré. Au-delà de ces limites, les erreurs deviennent significatives et ont une ampleur exponentielle.

Une seconde source d'erreur peut être liée la non-conservation de la géométrie cylindrique aux fortes déformations (i.e. à grand γ); voir à une éventuelle localisation de la déformation. Par exemple, au cours de l'expérience PO528, l'échantillon a acquis une forme en sablier. Son diamètre initial d'environ 15.4 mm est conservé aux contacts des disques d'alumine; alors qu'au centre, il est réduit à environ 13.8 mm (Figure V - 8). De plus, une bande, apparemment plus déformée, est apparue au cours de l'expérience (bande soulignée par des flèches sur la Figure V - 8). La courbe rhéologique correspondante montre un "adoucissement" artificiel de

l'échantillon qui pourrait amener à conclure de manière abusive au caractère thixotropie du matériau (cf. Annexe 3 pour une définition de la thixotropie).



Figure V - 8: Photographie de l'échantillon HPG6c après expérience (PO528).

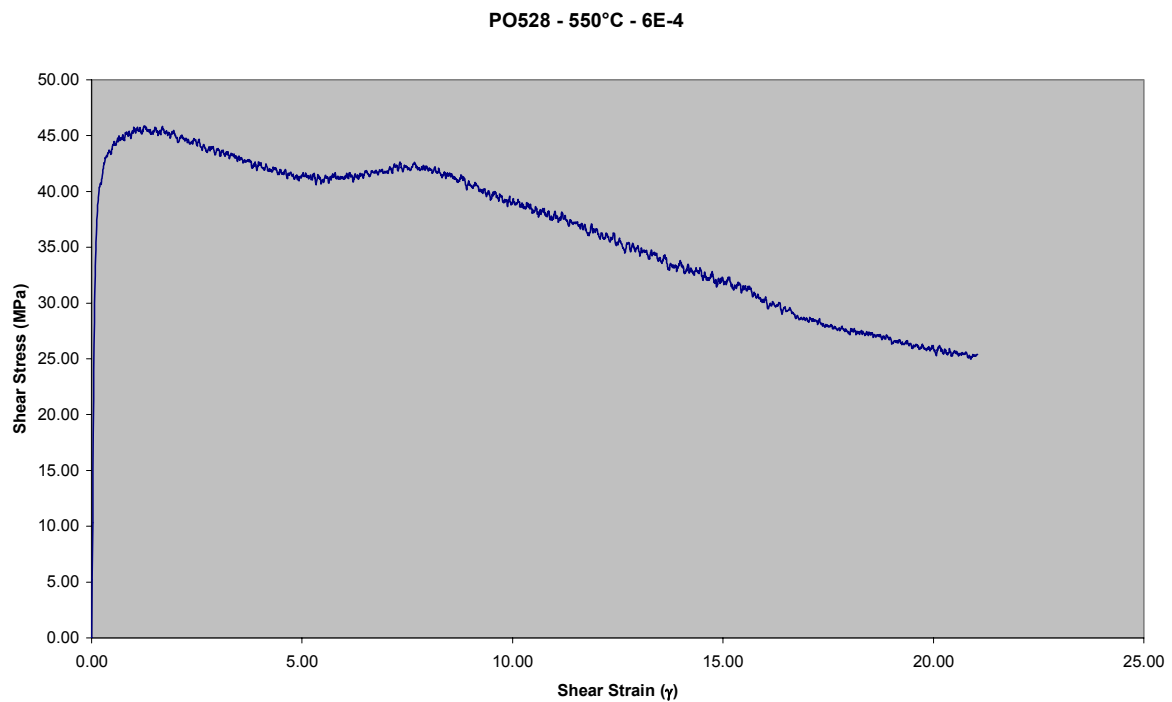


Figure V - 9: Courbe rhéologique obtenue pour l'échantillon HPG6c (expérience PO528).

La dernière source potentielle d'erreur est liée à la déshydratation de bordure de l'échantillon. Cette perte en eau a été caractérisée à la microsonde électronique par différence à 100% (Devine *et al.*, 1995) pour une expérience d'assez longue durée (PO519, environ 9 heures). La

perte constatée est de 0.5 % environ et n'affecte que les 150 premiers microns proches de la feuille de platine.

V.4.1.2.3. Comparaison avec les données de la littérature.

La seule comparaison directe qu'il est possible de faire avec les données de la littérature est la comparaison de la viscosité mesurée à 500°C sur le liquide silicaté sans cristaux (expérience PO540) avec une mesure réalisée par Dingwell *et al.* (1996) sur un liquide de même composition (HPG8) ayant une teneur en H₂O de 2.3% pds. La valeur de viscosité que nous mesurons est de $10^{10.3}$ Pa.s contre $10^{10.5}$ Pa.s pour Dingwell *et al.* (1996). L'écart de 0.2 Log Pa.s entre les deux données peut amplement être expliqué par la différence de teneur en eau de 0.2 % pds et par l'effet de pression; la mesure réalisée par Dingwell *et al.* (1996) ayant été faite à une atmosphère par micropénétration.

D'autres comparaisons peuvent être faites avec les modèles et en particulier avec le modèle proposé par Hess et Dingwell (1996) qui est valable pour des compositions metalumineuses. Les données qui ont servi à bâtir ce modèle incorpore de plus un grand nombre de mesures réalisées sur des compositions haplogranitiques HPG8. Les données de l'expérience PO540 (0% de cristaux) sont donc comparées à ce modèle (cf. Table V - 3). Les données des expériences PO514 et PO519, à 20% de cristaux, sont comparées à ce modèle couplé au modèle d'Einstein-Roscoe. Ce dernier modèle n'étant valable que pour des fractions cristallines inférieures à 40%, aucune comparaison n'est possible avec les données obtenues sur les échantillons à 60% de cristaux.

On constatera que les viscosités mesurées au cours de cette étude sont systématiquement plus basses que celles estimées à partir des modèles. L'écart entre les mesures et les modèles semble s'amenuiser quand la température augmente.

Il est, par ailleurs, difficile de se prononcer sur l'origine de cet écart qui peut être imputer soit à un effet de la pression que les modèles ne prennent pas en compte, soit à l'imprécision de ces modèles. Par exemple, le modèle de Hess et Dingwell (1996) prédit une viscosité de 10^{11} Pa.s pour un liquide à 2.3% pds d'eau et 500°C alors que ce liquide est mesuré par Dingwell *et al.* (1996) à $10^{10.5}$ Pa.s.

Etant donné le faible nombre de mesures disponibles, il est cependant difficile d'aller plus loin dans l'analyse. Notons seulement que les valeurs mesurées donnent des viscosités raisonnables en regard des modèles proposés dans la littérature.

Cristaux (% Vol.)	Température (°C)	Cette étude (η Log Pa.s)	H&D $\pm$ ER (η Log Pa.s)	Δ (Log Pa.s)
0%	475°C	10.9	11.4	-0.5
	500°C	10.3	10.8	-0.5
20%	475°C	10.9	11.8	-0.9
	500°C	10.5	11.1	-0.6
	550°C	9.8	10	-0.2

Table V - 3: Comparaison entre les données de viscosités obtenues au cours de cette étude et les données estimées à partir des modèles de Hess et Dingwell (1996) couplé au modèle d'Einstein-Roscoe.

V.4.1.2.4. Effet de la température.

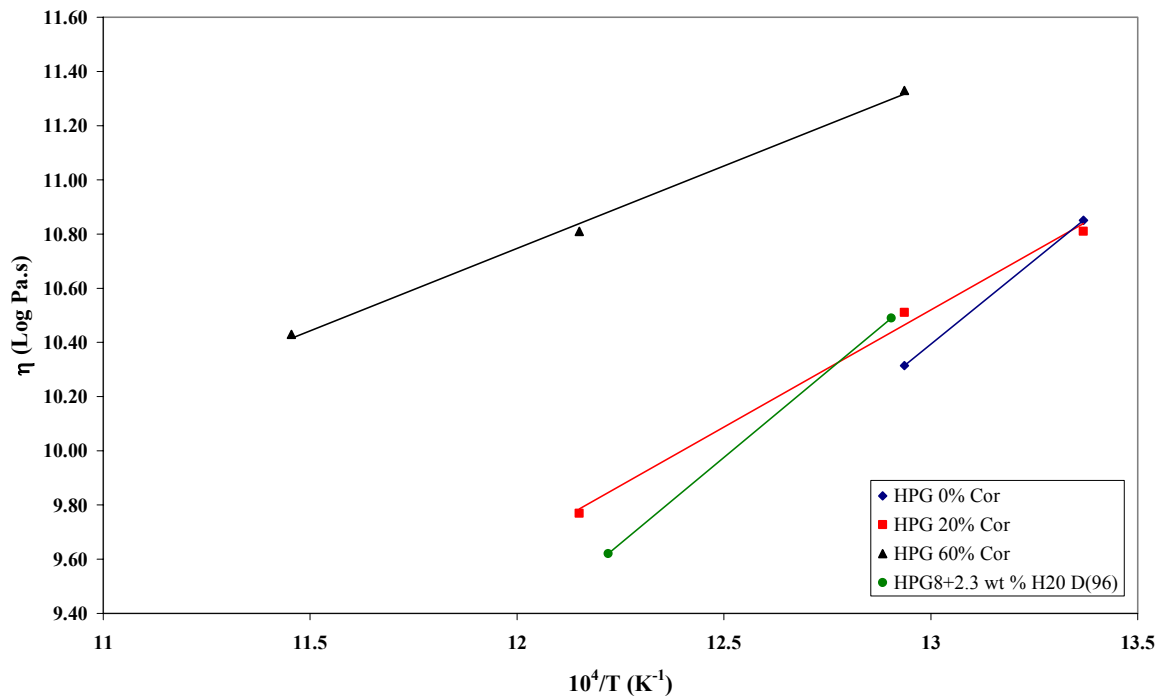


Figure V - 10: Effet de la température sur la viscosité pour des liquides magmatiques (HPG) contenant 0%, 20% et 60% de cristaux (Corindon). Les données de Dingwell *et al.* (1996) pour leur HPG8 contenant 2.3% d'eau a été reporté pour comparaison avec nos données sur HPG 0% de cristaux.

Afin de rendre compte de la dépendance de la viscosité à la température, les données ont été reportées dans un graphique de type Arrhenien:

$$\text{Log } \eta = a + \frac{b}{T} \quad (\text{Eq. V - 6})$$

Les données de viscosité reportées dans le graphique sont celles obtenues à $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Il s'agit en effet du seul taux de déformation pour lequel il a été possible de faire des mesures pour les trois teneurs en cristaux et sur trois températures différentes (sauf pour 0% de cristaux où seulement deux températures ont pu être explorées).

Les données de Dingwell *et al.* (1996) pour un liquide silicaté à 2.3% pds d'eau ont été reportées pour comparaison avec nos données à 2.5% pds d'eau et 0% de cristaux. Nous constaterons que ces données sont en bonne adéquation puisque les pentes des droites sont identiques et que le léger décalage entre les deux droites peut raisonnablement s'expliquer de diverses manières (cf. §V.4.1.2.3).

L'analyse de la Figure V - 10 montre, sur la gamme de température explorée, le comportement Arrhénien des échantillons; quelle que soit la charge cristalline. De manière à rendre compte d'un éventuel comportement non-Arrhénien, des mesures à plus basse viscosité sont nécessaires (cf. Annexe 3).

Par ailleurs, on constate que la présence des cristaux a un impact assez marqué sur l'effet de la température. Les pentes des droites pour les échantillons à 0%, 20% et 60% de cristaux sont respectivement de 1.24; 0.86 et 0.61. Ainsi, l'effet de la température sur la viscosité diminue de manière très sensible quand la charge cristalline augmente.

V.4.1.2.5. Effet de la charge cristalline sur la viscosité.

Les mesures réalisées à 500°C et $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ pour les trois charges cristallines étudiées sont reportées Figure V - 11. Comme peuvent le prédire les modèles et les travaux expérimentaux, la viscosité augmente avec la charge cristalline. On constate une augmentation moyenne de 0.25 unité Log entre 0% et 20% de cristaux. A 60% de cristaux, l'augmentation est d'une unité Log tandis qu'à 80%, il a été impossible de déformer l'échantillon, même en augmentant la température de 500°C par rapport aux autres mesures.

Entre 0% et 20% de cristaux, à 500°C , l'augmentation de viscosité est de 0.2 à 0.3 Log Pa.s; en bon accord avec le modèle d'Einstein-Roscoe qui prédit une augmentation de 0.24 Log Pa.s. Remarquons cependant qu'à 475°C , aucune différence de viscosité n'est observée entre 0% et 20% de cristaux. La différence de viscosité théorique entre les deux valeurs étant faible, elle peut se situer dans la barre d'erreur de la mesure.

Par contre, lorsque l'on passe de 0% à 60% de cristaux, l'augmentation de viscosité est plus significative puisqu'elle est d'une unité Log. Elle reste cependant largement inférieure aux estimation que peuvent donner les modèles et les travaux de Lejeune et Richet (1995).

En effet, le modèle d'Einstein-Roscoe est réputé valable jusqu'à 40% de cristaux. Il prédit déjà une augmentation de viscosité d'une unité log pour cette valeur limite de 40%.

Les mesures réalisées par Lejeune et Richet (1995) pour des charges cristallines équivalentes montrent, quant à elles, une augmentation de viscosité d'environ 5 ordres de grandeurs entre 0% et 60% de cristaux. La différence entre nos mesures et celles réalisées par Lejeune et Richet (1995) est donc très conséquente. Différentes hypothèses peuvent être avancées pour expliquer cette différence.

Tout d'abord, le mode de déformation employé n'est pas le même. Les mesures de notre étude ont été réalisées en torsion (cisaillement simple) tandis que les mesures de Lejeune et Richet (1995) ont été réalisées en compression (déformation coaxiale, cisaillement pur). Aux fortes charges cristallines, cette différence peut avoir un impact conséquent sur le développement des fabriques. Imaginons (simple hypothèse) que le cisaillement simple soit plus apte à favoriser l'apparition de fabriques permettant la localisation de la déformation dans des bandes de cisaillement, et de telles différences pourraient aisément s'expliquer.

Une autre explication possible est lié au caractère non-newtonien des suspensions magmatiques fortement concentrées (Lejeune and Richet, 1995 et cette étude, § suivant). Pour un matériau non-newtonien, la viscosité apparente dépend de la contrainte appliquée; or les contraintes appliquées au cours de cette étude sont de 1 à 2 ordres supérieurs à celles employées par Lejeune et Richet (1995).

Par ailleurs, l'étude de Lejeune et Richet (1995) a été réalisée à 1 bar (0.1 MPa) tandis que nos mesures ont été obtenues à 300 MPa; les températures et les produits étudiés sont également différents. Ce sont autant de paramètres qui peuvent expliquer pour partie les différences de comportement observées. Il convient cependant de déterminer le paramètre clef à l'origine de cette différence de comportement.

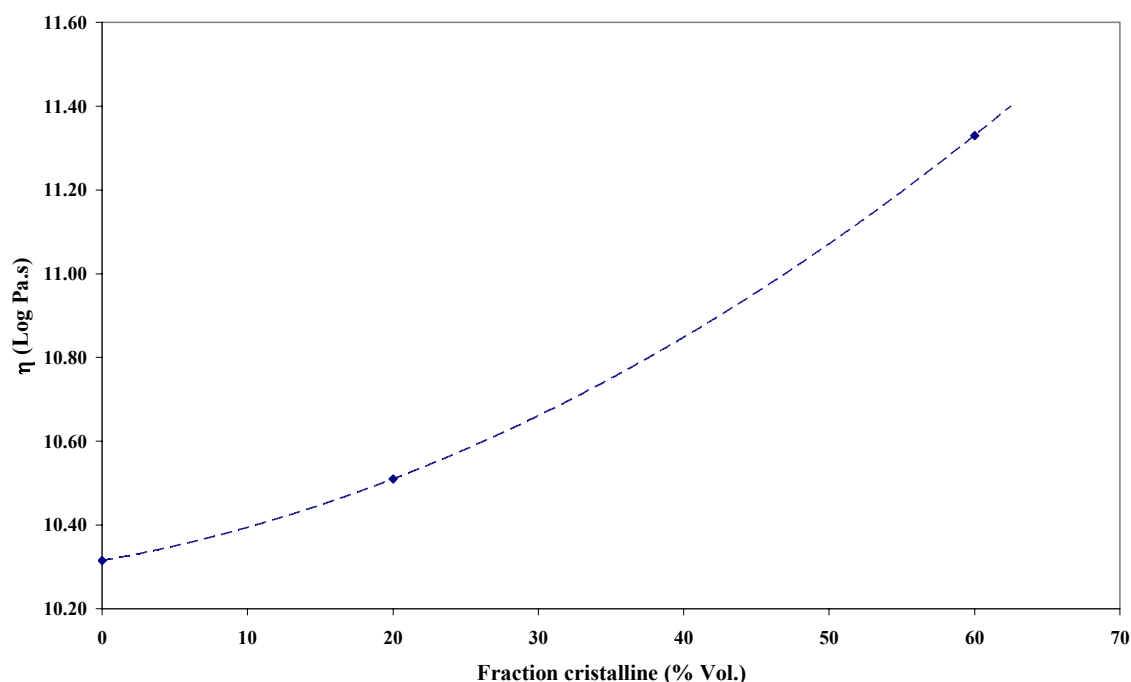


Figure V - 11: Evolution de la viscosité en fonction de la charge cristalline.

V.4.1.2.6. Effet de la charge cristalline sur le régime d'écoulement.

Les données obtenues à différents taux de déformation, différentes températures pour les échantillons de charge cristalline croissante ont été reporté Figure V - 12, dans un diagramme Log-Log de la contrainte cisailante (τ) en fonction du taux de déformation ($\dot{\gamma}$). Dans un tel diagramme, l'exposant de contrainte n de la loi de puissance de fluage est l'inverse des pentes des droites obtenues. Rappelons que n sert à décrire le caractère non-newtonien d'un écoulement (cf. Annexe 3). Si $n=1$, le fluide est newtonien; s'il est inférieur à 1, le fluide est rhéoépaississant et s'il est supérieur à 1, le fluide est rhéofluidifiant.

Le liquide silicaté hydraté à 2.5% sans cristaux fait preuve à 475°C et 500°C d'un comportement newtonien presque parfait puisque les n calculés sont de 1.1 et 1, respectivement.

A 20% de cristaux, la suspension magmatique semble quelque peu s'écarter d'un comportement newtonien idéal ($n = 1.4$). Cependant, cette estimation n'a pu être réalisée qu'à 475°C, sur la base de deux données. D'autres mesures à des taux de déformations différents sont nécessaires pour confirmer ou infirmer cette valeur.

Bien que manquant singulièrement de poids, cette valeur de 1.4, n'est pour autant pas aberrante puisqu'à 60% de cristaux, le caractère non newtonien du magma est affirmé. L'exposant de contrainte n a été calculé à 2.2 à 550°C et a une valeur de 2 pour 600°C. A 500°C, l'estimation donne $n=1.6$; mais cette valeur est, là encore, calculée sur seulement deux points expérimentaux.

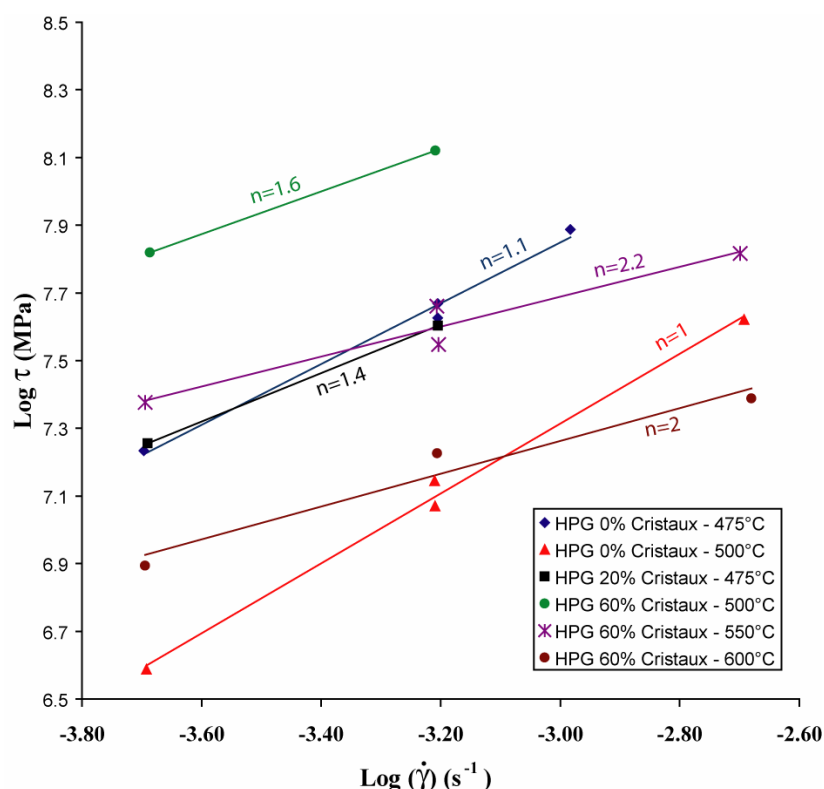


Figure V - 12: Diagramme logarithmique de la contrainte en fonction du taux de déformation. La pente de la droite donne l'inverse de l'exposant de contrainte n pour une loi de puissance de fluage ($p=1/n$).

Nous pouvons donc conclure que dans la gamme de température explorée et dans la gamme de taux de déformation 10^{-3} - 10^{-4} s^{-1} , le liquide silicaté possède un comportement newtonien qu'il perd peu à peu quand la fraction cristalline augmente. Ces observations vont dans le même sens que celles de Lejeune et Richet (1995).

Pour autant, de manière à décrire plus convenablement le comportement de ces fluides, d'autres mesures sont nécessaires. Les valeurs de n données ici ont été calculées à partir d'un nombre trop peu important de données. Plus que de multiplier les points de mesure entre 10^{-3} et 10^{-4} s^{-1} , il convient surtout d'étendre la gamme de mesure aux taux de déformation plus faibles. Ceci aura pour triple effet, de donner plus de consistance à la valeur de n calculée; de se rapprocher de valeurs de taux de déformations plus en adéquation avec les matériaux

géologiques; et enfin d'éventuellement de rendre compte de changements de mode d'écoulement en fonction du taux de déformation. En effet, si dans un graphe Log-Log du type de celui de la Figure V - 12, les points décrivent une courbe au lieu d'une droite, c'est que les caractéristiques du matériau changent en fonction du taux de déformation, on parle alors de fluide complexe (cf. Annexe 3).

Par ailleurs, il serait intéressant d'étendre la gamme de température de mesure afin de rendre compte d'une éventuelle dépendance de n à la température; dépendance qui, si on excepte la valeur obtenue à 500°C pour 60% de cristaux, semble se dessiner à la vue de nos données (n semble diminuer quand la température augmente).

V.4.2. A propos des fabriques.

Même si l'aspect rhéologie des suspensions magmatiques est extrêmement important et qu'un manque de données expérimentales dans le domaine se fait cruellement sentir, ne perdons pas de vue que l'objectif initial de ce travail portait sur l'obtention des fabriques.

La seule expérience décrite ci-dessus qui ai été traitée de manière significative du point de vue de la caractérisation des fabriques, est l'expérience PO377 (cf. Table V - 1) pour laquelle une déformation de $\gamma = 3$ a été réalisée. L'analyse a porté sur une section représentant une déformation $\gamma = 2.7$. L'analyse a été réalisée par traitement d'images. Dans une première étape, les différentes phases (ici, le verre et le corindon) ont été séparés en utilisant un logiciel de traitement d'image (NIH image). Ce travail, long et fastidieux, consiste de plus à individualiser chaque cristal de manière à ce que son orientation puisse être mesurée. Une fois ce prétraitement réalisé, les images ont été analysées grâce au logiciel SPO2002, spécialement développé pour l'analyse des fabriques de forme, par P. Launeau (Université de Nantes) et P.Y. Robin (Université de Toronto).

Les résultats obtenus sont peut convainquant car extrêmement variables au sein d'une même section. La section étudiée d'environ 4 mm de côtés a été séparée en 36 imageries. D'une image à l'autre, l'intensité de la fabrique varie entre 5 et 30% et son orientation entre 13° et 80° (à 0°, la fabrique est perpendiculaire au cisaillement, à 90°, elle lui est parallèle). Cette grande variabilité a deux sources.

Tout d'abord, le matériau utilisé se prête très mal à ce type d'étude; que ce soit l'analyse d'image ou le développement des fabriques. En effet, le rapport d'axes moyen des corindons

broyés est de 1.7; ce qui ne favorise pas le développement des fabriques et leur mise en évidence (Figure V - 13). Rappelons qu'avec un rapport d'axe de 1, il est impossible de caractériser une fabrique.

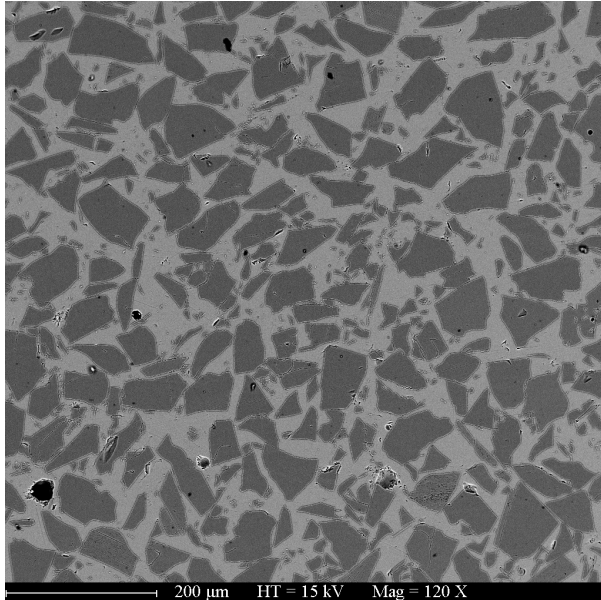


Figure V - 13: Cliché au MEB de l'expérience PO377

Par ailleurs, il est fort probable que pour cette expérience au moins, la déformation n'est pas été homogène mais se soit localisée dans des bandes de cisaillement extrêmement discrètes et difficiles à mettre en évidence (Figure V - 14).

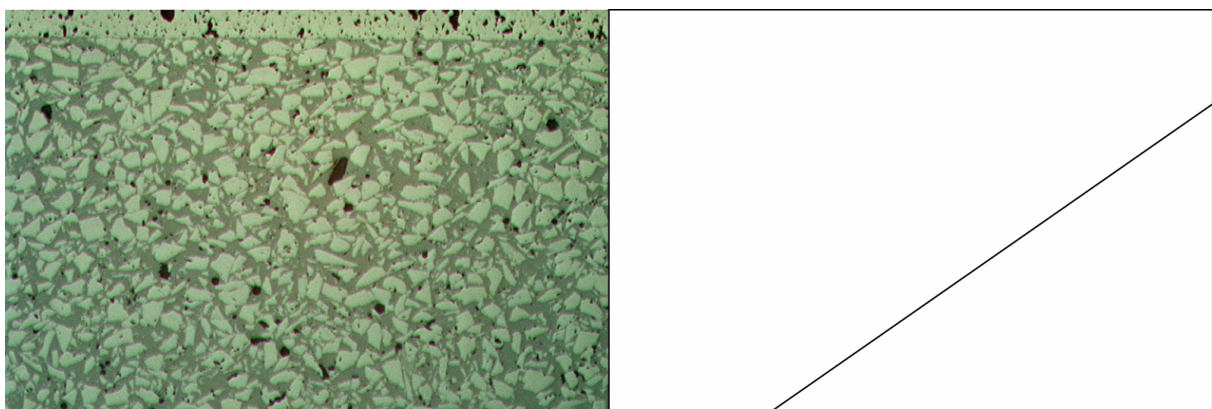


Figure V - 14: Image au microscope optique en lumière réfléchie de l'expérience PO377. A gauche, le cliché; à droite, la localisation d'une potentielle bande de cisaillement.

Le matériau, HPG + corindon, avait été choisit car il permettait de faire varier indépendamment les paramètres viscosité de bain silicaté et charge cristalline (cf. §V.3.2). Le problème est que l'emploi de corindon broyé limite les moyens analytiques des orientations préférentielles à la seule analyse d'image. En effet, le broyage du corindon a pour conséquence de détruire la relation existante entre la forme des cristaux automorphes et leur réseau cristallin. Toutes les techniques basées sur l'analyse de l'orientation préférentielle de réseau (OPR) telles l'EBSD ou la goniométrie de texture sont alors inutilisables.

Une observation détaillée de plusieurs échantillons a, par ailleurs, permis de mettre en évidence de nombreux grains de corindon ayant "explosés" au cours de l'expérience de déformation (Figure V - 15). Cette constatation est extrêmement intéressante si l'on considère que des observations de microfractures tardi-magmatiques ont déjà été constatées sur des roches naturelles plutoniques (Bouchez *et al.*, 1992). Il serait en effet possible d'apporter des précisions sur la charge cristalline, la viscosité du liquide silicaté, du magma, sur les contraintes qui conditionnent le développement de ces fractures et ainsi d'apporter des éléments à la discussion concernant l'existence et la signification des seuils rhéologiques (cf. Annexe 3). Cependant, comme les cristaux fracturés observés sont des cristaux de corindon ayant au préalable été broyé, donc fragilisés, ces observations perdent une grande part de leur intérêt.

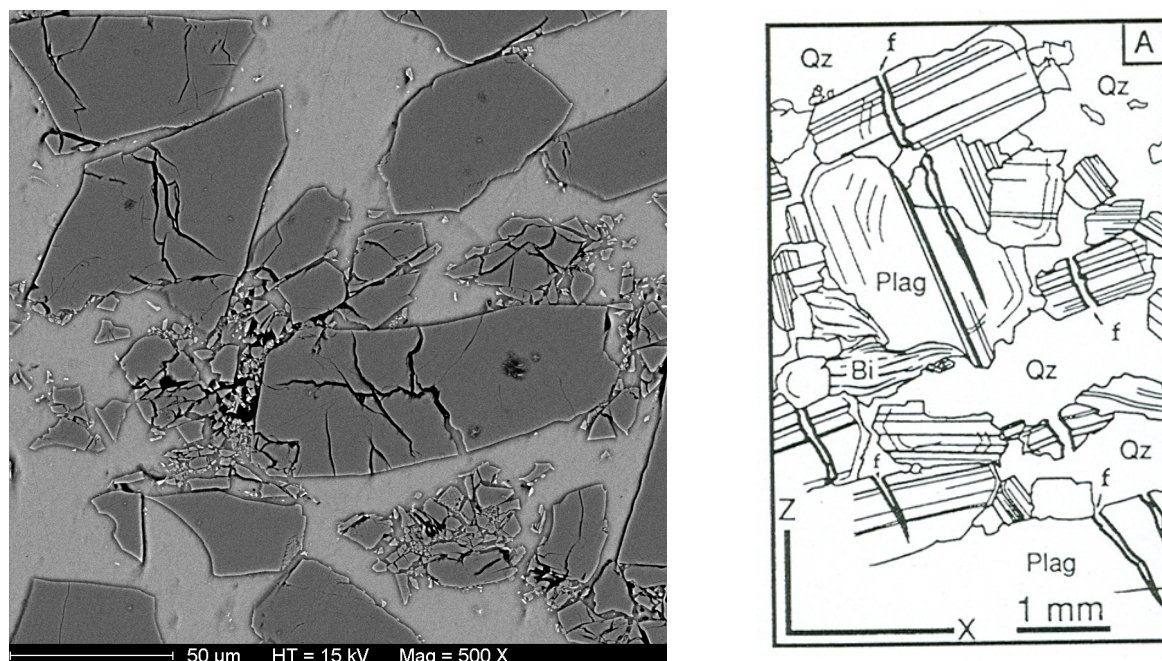


Figure V - 15: Grains de corindon fracturés au cours de PO463 (à gauche) comparés aux textures de fracturation tardi-magmatique (à droite, Bouchez *et al.*, 1992)

Il a donc été décidé assez rapidement après les premières expériences PO376 et PO377, de continuer les investigations sur les propriétés rhéologiques des suspensions magmatiques avec le mélange HPG+corindon; mais de tenter de trouver un matériau plus adéquat pour l'analyse des orientations préférentielles de forme (OPF).

De manière à avoir des cristaux automorphes permettant en plus de l'analyse d'image d'avoir recours à l'EBSD ou à la goniométrie de texture, nous sommes revenus à une méthode de synthèse des produits de départ par équilibre de phase. La composition choisie est une composition hapltonalitique, HTN (cf. Annexe 1) qui présente l'avantage de ne cristalliser que deux types de minéraux, le quartz et le plagioclase. Le plagioclase se présente généralement sous forme tabulaire, avec un rapport d'axe élevé tandis que le quartz est plus trapu mais idéal pour des analyses en goniométrie de texture par exemple. Le problème est que dans la pratique, sur cette composition, le quartz a visiblement beaucoup de mal à nucléé et il cristallise "en nid" formant des amas de quartz emprisonnant des plagioclases (Figure V - 16).

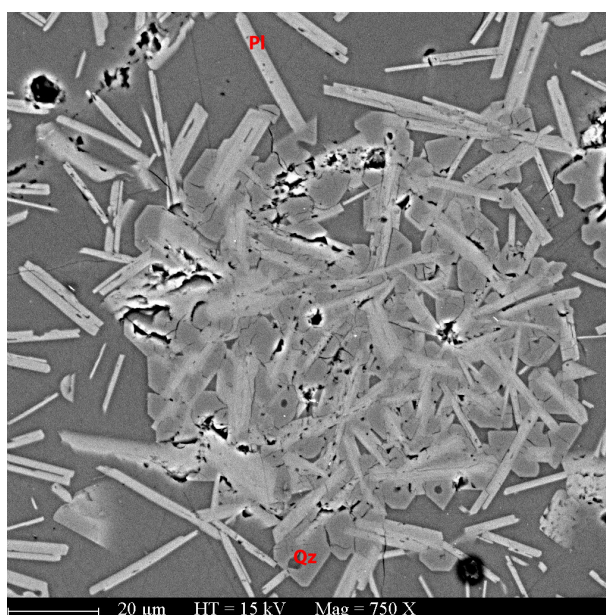


Figure V - 16: Nid de quartz dans un échantillon HTN partiellement cristallisé.

En déformation, ces amas de quartz agissent comme des nodules rigides autour desquels viennent "s'enrouler" les plagioclases (Figure V - 17). Le cliché au MEB en haut à droite de la planche est une vue générale d'un de ces amas de quartz illustrant l'enroulement de la fabrique des plagioclases autour de l'amas. Les cadre a) et b) correspondent respectivement aux agrandissements situés à gauche et en dessous de l'image principale. Notez que les fabriques des plagioclases sont très marquées mais à 90° l'une de l'autre. Les problèmes liés à la nucléation du quartz ne facilitent donc pas l'obtention des données. Bien que les expériences réalisées sur la composition HTN soient encore en cours d'analyse, nous sommes déjà à la recherche d'une composition synthétique plus favorable à l'étude du développement des OPF. De manière à conserver les avantages présentés par les plagioclases, tout en se débarrassant des problèmes liés au quartz, nous avons dans l'idée de tester une composition située sur le joint Albite-Anorthite. Une telle composition pourrait de plus présenter certains avantages liés aux études de Lofgren (1974; 1980) sur la morphologie des plagioclases.

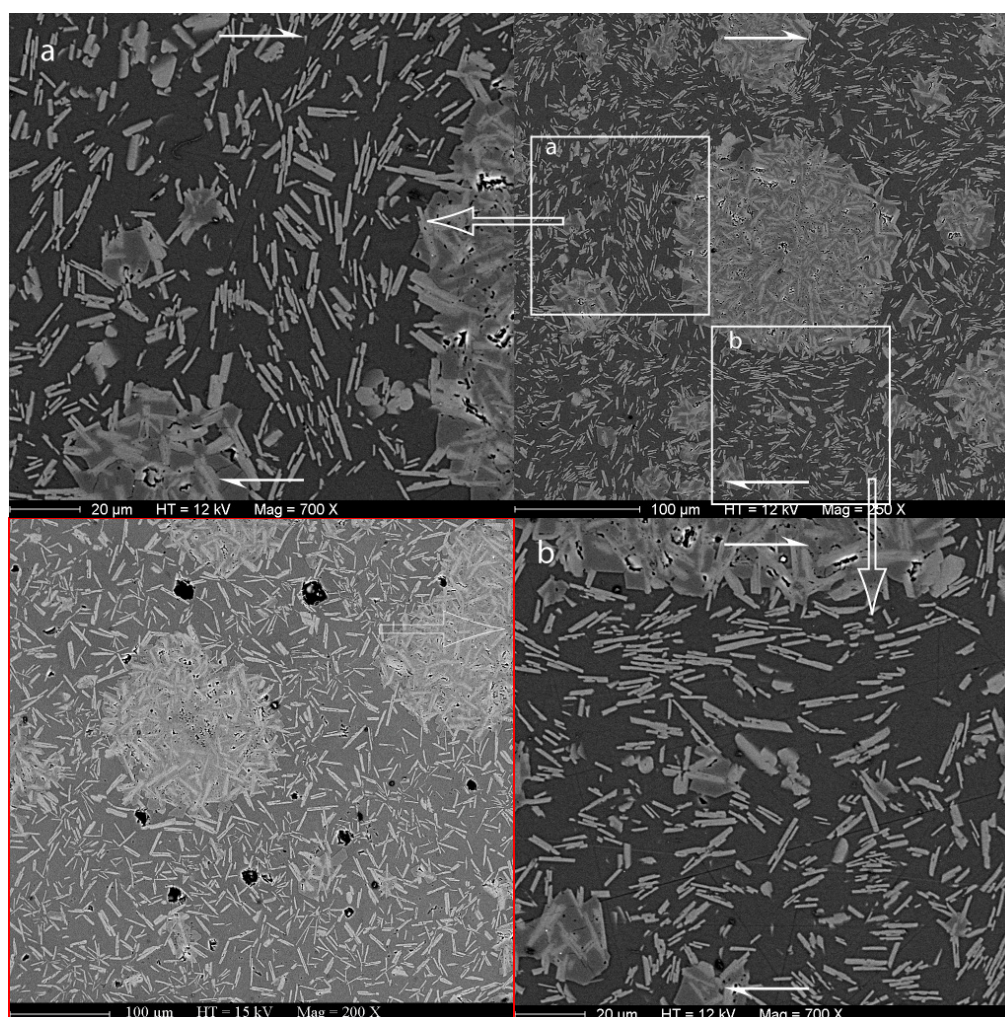


Figure V - 17: Image au MEB de l'expérience de déformation PO464 (en haut à droite) réalisée sur la composition hapltonalitique HTN. Une déformation d'environ 3.7γ a été réalisée à 775°C et 300 MPa . Les clichés *a* et *b* (en haut à gauche et en bas à droite) sont des détails illustrant l'effet d'enroulement autour des nodules de quartz. Ces deux clichés montrent des fabriques à 90° l'une de l'autre, à quelques centaines de microns de distance. En bas à gauche, dans l'encadré rouge, l'équivalent non déformé de l'expérience PO464 (en bas à gauche).

V.5. CONCLUSIONS.

Les essais de déformation, en presse Paterson, de magmas partiellement cristallisés ont été concluants. En effet, des échantillons de charges cristallines variant de 0% à 60% ont pu être déformés alors qu'au départ des réserves avaient été émises quant à la possibilité de travailler avec ce type d'appareils sur des échantillons trop riches en liquide silicaté. Ce résultat positif doit être nuancé par le fait que la majeure partie des résultats a été obtenue à relativement basse température en regard de températures magmatiques réalistes. Cet état de fait est principalement lié à la présence de la jaquette qui réduit considérablement la gamme de

mesure de viscosité. La comparaison entre la gamme théorique de mesure (cf. §V.2.4.3) et la gamme que nous avons pu explorée est sur ce point saisissante. De plus, la cellule de mesure interne actuelle des presses Paterson manque quelque peu de sensibilité pour permettre d'explorer la gamme de viscosité située entre 10^6 et 10^9 Pa.s. Par contre, si l'on parvient à s'affranchir du problème de la jaquette et à améliorer quelque peu la sensibilité du système de mesure, il n'y a plus d'obstacles à l'élargissement de la gamme de température de travail. Les premières expériences ont été réalisées avec succès à 950°C (PO376 et PO377). Elles furent suivies par de nombreuses autres, dans l'intervalle 500-800°C (PO461, PO463 et PO466).

Concernant les données obtenues, l'étude préliminaire sur le comportement rhéologique des suspensions magmatiques a montré, pour les échantillons à forte charge cristalline (60% vol.), un écart significatif entre les mesures réalisées au cours de cette étude et celles réalisées par Lejeune et Richet (1995). Outre la différence de composition chimique des liquides silicatés étudiés, cet écart peut-être attribué soit au mode de déformation utilisé (déformation coaxiale contre déformation en torsion), soit au comportement non newtonien de ce type de suspensions.

De manière à tester l'influence du type de déformation, des expériences seront réalisées en presse Paterson, en déformation coaxiale et dans les mêmes conditions que celles de notre étude; *i.e.* mêmes température, pression et matériau (HPG 2.5% pds H₂O + 60% de corindon). Le test concernant l'influence du comportement non newtonien ne pourra être finalisé que si nous réussissons à réaliser des mesures à de plus faibles taux de déformation ou si nous sommes capables d'obtenir à partir de nos données une loi rhéologique permettant de décrire le comportement du matériau.

Il est d'ores et déjà prévu d'explorer plus avant le domaine 60% à 80% de cristaux; tout d'abord en réalisant des expériences à 70% de cristaux; puis en jouant sur la viscosité de la matrice (liquide silicaté). Les expériences à 70% de cristaux devraient permettre de mieux décrire la transition entre le comportement de type "fluide visqueux" à celui du "quasi-solide". Nous souhaiterions également tester s'il est possible, à 80% de cristaux, de "débloquer" le système en diminuant la viscosité du liquide silicaté ou, à contrario, de bloquer le système en augmentant la viscosité de la matrice à 60% (ou 70%) de cristaux.

Même si cette étude préliminaire doit être complétée, elle a mis en évidence, si besoin était, un manque important de modèles fiables permettant de décrire le comportement rhéologique des suspensions magmatiques au-delà de 40% de cristaux. La modélisation de ce comportement implique nécessairement l'obtention de nouvelles données expérimentales.

Du point de vue des fabriques cristallines, de nombreuses analyses restent encore à faire sur les échantillons déjà déformés en presse Paterson et aucune conclusion ne peut être encore être tirée de notre étude. Cependant, la quête d'une composition adéquat à l'étude systématique que nous souhaitons réaliser reste, pour l'instant, une gageur d'autant plus difficile à relever que l'on s'attache à rester dans des compositions chimiques représentatives de roches magmatiques naturelles.

- Bouchez, J.L., Delas, C., Gleizes, G., and Nédélec, A. (1992) Submagmatic microfractures in granites. *Geology*, **20**, p.35-38.
- Devine, J.D., Gardner, J.E., Brack, H.P., Layne, G.D., and Rutherford, M.J. (1995) Comparison of microanalytical methods for estimating H₂O contents of silicic volcanic glasses. *American Mineralogist*, **80**, p.319-328.
- Dingwell, D.B., Romano, C., and Hess, K.-U. (1996) The effect of water on the viscosity of a haplogranitic melt under P-T-X conditions relevant to silicic volcanism. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **124**(1), p.19-28.
- Frost, H.J., and Ashby, M.F. (1982) *Deformation-mechanism maps: The plasticity and creep of metals and ceramics*. 167 pp, New York.
- Hess, K.-U., and Dingwell, D.B. (1996) Viscosities of hydrous leucogranitic melts: A non-Arrhenian model. *American Mineralogist*, **81**(9-10), p.1297-1300.
- Hess, K.-U., Dingwell, D.B., and Rossler, E. (1996) Parametrization of viscosity-temperature relations of aluminosilicate melts. *Chemical Geology*, **128**(1-4), p.155-163.
- Hess, K.-U., Dingwell, D.B., and Webb, S.L. (1995) The influence of excess alkalis on the viscosity of a haplogranitic melt. *American Mineralogist*, **80**(3-4), p.297-304.
- Hirth, G., and Kohlstedt, D.L. (1995a) Experimental constraints on the dynamics of the partially molten upper mantle 1: Deformation in the diffusion creep regime. *Journal of Geophysical Research*, **100**(B2), p.1981-2002.
- Hirth, G., and Kohlstedt, D.L. (1995b) Experimental constraints on the dynamics of the partially molten upper mantle 2: Deformation in the dislocation creep regime. *Journal of Geophysical Research*, **100**(B8), p.15,441-15,450.
- Holtz, F., Behrens, H., Dingwell, D.B., and Johannes, W. (1995) H₂O solubility in haplogranitic melts: Compositional, pressure, and temperature dependence. *American Mineralogist*, **80**(1-2), p.94-108.
- Holtz, F., Behrens, H., Dingwell, D.B., and Taylor, R.P. (1992) Water solubility in aluminosilicate melts of haplogranite composition at 2 kbar. *Chemical Geology*, **96**(3-4), p.289-302.
- Lejeune, A.M., and Richet, P. (1995) Rheology of Crystal-bearing silicate melts: An experimental study at high viscosities. *Journal of Geophysical Research*, **100**, p.4215-4229.
- Lofgren, G. (1974) An experimental study of plagioclase crystal morphology: Isothermal crystallisation. *American Journal of Science*, **274**, p.243-273.
- Lofgren, G. (1980) Experimental studies on the dynamic crystallization of silicate melts. In R.B. Hargraves, Ed. *Physics of magmatic processes*, Princeton University Press, Princeton. p.488-550.

- Martel, C., Dingwell, D.B., Spieler, O., Pichavant, M., and Wilke, M. (2001) Experimental fragmentation of crystal- and vesicle-bearing silicic melts. *Bulletin of Volcanology*, **63**(6), p.398 - 405.
- Mecklenburgh, J., and Rutter, E.H. (2003) On the rheology of partially molten synthetic granite. *Journal of Structural Geology*, **25**(10), p.1575-1585.
- Paquet, J., and François, P. (1980) Experimental deformation of partially melted granitic rocks at 600-900°C and 250MPa confining pressure. *Tectonophysics*, **68**, p.131-146.
- Paquet, J., François, P., and Nedelec, A. (1981) Effect of partial melting on rock deformation: Experimental and natural evidences on rocks of granitic compositions. *Tectonophysics*, **78**(1-4), p.545-565.
- Paterson, M., and Olgaard, D. (2000) Rock deformation tests to large shear strains in torsion. *Journal of Structural Geology*, **22**(9), p.1341-1358.
- Paterson, M.S. (1990) Rock deformation experimentation. In A.G. Duba, W.B. Durham, J.W. Handin, and H.F. Wang, Eds. *The Brittle-Ductile Transition in Rocks.*, AGU, The Heard Volume, American Geophysical Union Geophysical Monograph, Washington, DC. Vol **56**, p.187-194.
- Rutter, E.H., and Neumann, D.H.K. (1995) Experimental deformation of partially molten Westerly granite under fluid-absent conditions with implications for the extraction of granitic magmas. *Journal of Geophysical Research*, **100**(B8), p.15,697-15,716.
- Schulze, F., Behrens, H., Holtz, F., Roux, J., and Johannes, W. (1996) The influence of H₂O on the viscosity of a haplogranitic melt. *American Mineralogist*, **81**(9-10), p.1155-1165.
- Schulze, F., Behrens, H., and Hurkuck, W. (1999) Determination of the influence of pressure and dissolved water on the viscosity of highly viscous melts: Application of a new parallel-plate viscometer. *American Mineralogist*, **84**(10), p.1512-1520.
- Van Der Molen, I., and Paterson, M.S. (1979) Experimental deformation of partially-melted granite. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **70**, p.299-318.

CHAPITRE VI: CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES.

L'étude complète de l'acquisition et de l'évolution de l'Orientation Préférentielle de Forme dans les magmas doit nécessairement passer, à un moment donné, par l'expérimentation Haute Température - Haute Pression, seule capable d'intégrer tous les paramètres physico-chimiques (ou presque) qui régissent l'évolution des magmas. La modélisation analogique doit continuer à apporter des réponses sur l'influence des différents paramètres physiques mais aura toujours du mal à prendre en compte les paramètres chimiques. La modélisation numérique apporte sa pierre à l'édifice mais se doit de confronter ses modèles soit à des cas naturels soit à des données expérimentales. C'est pourquoi nous restons convaincu que la voie choisie au début de ces travaux reste prometteuse; pour autant ce mémoire est la preuve de la difficulté expérimentale que représente ce choix.

Les principaux problèmes rencontrés sont liés, d'une part, à l'appareillage de déformation HT-HP à utiliser et d'autre part aux différents artéfacts expérimentaux inhérent à ce type d'expérimentation. Si, au cours de cette étude, aucune réponse n'a pu être apportée sur le développement et l'évolution des fabriques, nous sommes cependant en mesure d'apporter des solutions aux deux types de difficultés expérimentales évoquées ci-dessus.

Premièrement, concernant l'appareillage expérimental HT-HP adéquat à l'étude de l'évolution des OPF, la presse Paterson nous paraît, moyennant quelques modifications techniques, les mieux adaptées pour répondre aux exigences de ce type d'études. Un projet d'acquisition par l'Institut des Sciences de la Terre d'Orléans d'une presse Paterson haute sensibilité, spécialement dédiée à l'étude des magmas, est d'ailleurs sur le point d'aboutir. A la demande de l'équipe "Liquides silicatés" de l'ISTO, Mervyn Paterson, concepteur des presses, a conçu une cellule de mesure interne haute sensibilité capable de détecter des forces de l'ordre 0.1 N. De plus, au cours de ces 3 dernières années, les discussions techniques engagées avec Mervyn Paterson ont permis de trouver des solutions techniques qui permettront de travailler sans jaquette; ce qui étendra les gammes de travail de manière considérable vers les basses viscosités et les faibles taux de déformation.

Dans ces conditions, l'expérience acquise au cours de ce travail dans le domaine de l'expérimentation avec des échantillons non protégés (*i.e.* sans jaquette ou capsule), sera, à n'en pas douter, d'un grand secours. Les solutions techniques trouvées pour palier la déshydratation de bordure des échantillons resserviront, sans doute, pour des expériences en presse Paterson.

Le travail effectué sur la détermination d'une composition chimique adéquat devra également être pris en considération. Il convient, en effet, de prendre garde de choisir une composition chimique se prêtant bien à l'étude du développement des fabriques de forme; tout en restant

dans des compositions chimiques réalistes pour des roches magmatiques. Force est de constater qu'une des originalités initiales de ce travail est qu'il se proposait de travailler sur des roches naturelles, avec l'objectif avoué d'une comparaison directe entre les observations de terrain et les expériences (travail sur Sérifos); mais que de manière inéluctable, nous avons été amenés à travailler sur des compositions de plus en plus simples.

Les perspectives envisagées sont donc, bien entendu, tournées vers l'acquisition des fabriques, avec, en exergue, le couplage des paramètres physico-chimiques pouvant contrôler leur évolution. Cette étude nous a également permis de prendre conscience du besoin de mieux caractériser le comportement rhéologique des suspensions magmatiques. La mesure rhéologique allant de paire avec la déformation, il convient donc de mener ces deux types d'études en parallèle; voir de recouper leurs résultats afin de déterminer l'éventuelle influence d'une fabrique sur le régime d'écoulement d'une suspension magmatique.

**ANNEXE 1: TECHNIQUES DE
FABRICATION ET COMPOSITIONS
CHIMIQUES DES VERRES ET DES
ROCHES UTILISES.**

Au cours de ce travail, différentes compositions chimiques de roches ou de verres ont été utilisées. Les justifications du choix de chacune d'entre elles et des passages d'une composition à l'autre sont abordées tout au long du manuscrit. Ces choix et ces changements ont, en effet, principalement été dictés par les résultats expérimentaux.

Quatre compositions différentes ont été utilisées; deux compositions naturelles, Eburru et Sérifos, et deux compositions synthétiques, HPG et HTN. Après description des diverses techniques d'obtention des verres de départ, une brève description des différentes compositions sera faite.

A1.1. OBTENTION DES VERRES DE DEPART.

A1.1.1. Compositions naturelles.

A1.1.1.1. Eburru.

Eburru a été choisie car il s'agit d'une obsidienne aphyrique et sans bulles (cf. Chapitre III §III.2.2). Dans la plupart des cas, elle a été utilisée sans préparation préalable. Soit sous forme de cylindre, soit sous forme de poudre.

A1.1.1.2. Sérifos.

La roche naturelle a été finement broyée en une poudre de granulométrie 20 μm environ. Deux fusions successives de 2 heures ont été réalisées à 1 bar et 1400°C. Ces fusions sont réalisées, dans des creusets en platine, sur 10 grammes de poudre. Afin d'améliorer, par mélange mécanique, l'homogénéité du verre, un broyage à 20 μm est pratiqué entre les 2 fusions.

L'absence de cristaux résiduels ou néoformés a été vérifiée au microscope optique, en montage dans liqueurs d'indices, et au microscope électronique à balayage. L'homogénéité des verres a ensuite été contrôlée à la microsonde électronique. De telles fusions peuvent induire des pertes en alcalins dues en particulier à la volatilisation du sodium (Sack *et al.*, 1980; Lange and Carmichael, 1989). Une attention particulière a donc été portée à la quantification du phénomène. Les analyses à la microsonde électronique ont montré que ces pertes ne

concernaient que les 50 premiers microns sous la surface de l'échantillon. Etant donnée la grande quantité de produit fondu, ces pertes sont négligeables.

Des pertes en Fer peuvent également avoir lieu au contact entre le liquide silicaté et le creuset en platine, par formation d'un alliage Pt/Fe. Ce phénomène est limité par l'utilisation de creusets pré-saturés en Fe et par les conditions très oxydantes de la fusion. Dans nos échantillons, aucune perte n'a été constatée car la couche concernée par l'appauvrissement est vraisemblablement très fine (environ 100 microns d'après Gaillard *et al.*, 2003b). Cette fine pellicule reste probablement entièrement collée au creuset lors du démoulage.

A1.1.2. Compositions synthétiques

Les toutes premières expériences sur la composition HPG ont été réalisées avec des verres obtenus par la méthode des gels. Par la suite, et pour la majeure partie des travaux, les expériences ont été réalisées à partir de verres, fournis par la société SCHOTT, obtenus par mélange d'oxydes.

A1.1.2.1. Méthode des gels

Les gels HPG ont été préparés à partir de carbonates de sodium et de potassium, de nitrate d'aluminium et de tétra-éthyl-orthosilicate, suivant la méthode détaillée dans Pichavant (1987). Ces gels sont, dans un premier temps, séchés, dénitrifiés et calcinés à l'air à l'aide d'un bec Bunsen; puis fondu à 1400°C, de manière à obtenir un verre.

La méthode de double fusion alternée de broyages est, là encore, utilisée de manière à favoriser l'homogénéité chimique du verre.

L'absence de cristallisations, ainsi que la composition chimique du verre, ont été contrôlées par les techniques décrites au § A1.1.1.2.

A1.1.2.2. Le mélange d'oxydes.

Le verre HTN et la majeure partie du verre HPG utilisé au cours de ce travail ont été fournis par la société SCHOTT. Ces verres ont été obtenus par mélanges d'oxydes SiO₂, Al₂O₃, Na₂O, K₂O et CaO. Le mélange d'oxydes de 3 kg a ensuite été fondu à 1750°C pendant 24 heures.

La composition chimique a été vérifiée par la société SCHOTT avant livraison, puis par nos soins à la microsonde électronique.

A1.2. COMPOSITIONS CHIMIQUES DES VERRES UTILISES.

A1.2.1. Eburru.

Eburru est une obsidienne peralcaline de composition rhyolitique. Elle provient d'une coulée du volcan Eburru, Masaii Gorge, Kenya, Rift Valley (Macdonald and Bailey, 1973). Sa composition chimique est donnée Table A1 - 1.

	Eburru (n=28)	1 σ	Stevenson <i>et al.</i> (1995)	Gaillard <i>et al.</i> (2003)
SiO ₂	70.68	± 0.58	72.5	70.13
TiO ₂	0.30	± 0.06	0.28	0.28
Al ₂ O ₃	8.18	± 0.13	8.23	8.16
FeO _t	7.38	± 0.20	7.57	6.84
MgO	0.05	± 0.03	0.01	0.02
MnO	0.21	± 0.02	0.24	0.23
NiO	0.03	± 0.01	-	0.04
CaO	0.29	± 0.04	0.29	0.21
Na ₂ O	6.46	± 0.22	6.57	6.48
K ₂ O	4.35	± 0.12	4.30	4.40
P ₂ O ₅	0.02	± 0.01	-	0.02
SO ₃	-	-	-	0.01
F	0.76	± 0.12	-	-
Cl	0.42	± 0.06	-	-
Total	99.14		98.98	96.81
FeO	5.73		5.48	5.31
Fe ₂ O ₃	1.83		2.09	1.70
H ₂ O	0.25		0.21	0.25

Table A1 - 1: Composition chimique en % poids d'Eburru déterminée par analyse à la microsonde électronique. Les analyses de Stevenson *et al.* (1995) et Gaillard *et al.* (2003a) sont reportées pour comparaison.

Les analyses à la microsonde électronique ont été réalisées sur une Cameca SX-50 avec un faisceau défocalisé (~10 μ m), une tension d'accélération de 15 kV (6 nA), un temps de comptage sur pic de 10 secondes et de 5 secondes sur le bruit de fond.

Le dosage Fe²⁺/Fe³⁺ a été réalisé par voie humide. La teneur en eau a été déterminée par titration Karl Fisher.

A1.2.2. Sérifos.

Sérifos est une grano-diorite provenant des Cyclades, Grèce. La composition de cette roche est donnée Table A1 - 1. La structure interne du pluton qu'elle forme a été étudiée en détail par Lucas (1999). Les relations de phases de cette roche ont été étudiées par N. Lebreton et B. Scaillet et sont en cours de publication. L'étude de ces relations a permis de déterminer des conditions de mise en place de 850°C et 3 kbar (N. Lebreton, communication personnelle).

	Sérifos (n=41)	1 σ
SiO ₂	66.95	± 0.78
TiO ₂	0.58	± 0.06
Al ₂ O ₃	15.92	± 0.24
FeO _t	2.47	± 0.16
MgO	1.31	± 0.07
MnO	0.04	± 0.05
NiO	0.02	± 0.03
CaO	3.87	± 0.13
Na ₂ O	3.76	± 0.16
K ₂ O	3.39	± 0.10
Total	98.33	

Table A1 - 2: Composition chimique en % poids de Sérifos déterminée par analyse à la microsonde électronique.

Les analyses à la microsonde électronique ont été réalisées sur une Cameca SX-50 avec un faisceau défocalisé (~10 μ m), une tension d'accélération de 15 kV (6 nA), un temps de comptage sur pic de 10 secondes et 5 secondes sur le bruit de fond.

A1.2.3. HPG.

La composition HPG utilisée est une composition haplogranitique proche du minimum thermique à 200 MPa (Holtz *et al.*, 1992b). Il s'agit d'une composition très proche de la composition HPG8 décrite par Holtz *et al.* (1992a).

	HPG (n=10)	1 σ
SiO ₂	79.23	± 0.33
Al ₂ O ₃	12.44	± 0.24
Na ₂ O	4.43	± 0.17
K ₂ O	3.90	± 0.17
Total	100.00	

Table A1 - 3: Composition chimique en % poids de HPG déterminée par analyse à la microsonde électronique et normalisée à 100%.

Les analyses à la microsonde électronique ont été réalisées sur une Cameca SX-50 avec un faisceau défocalisé (~10 μ m), une tension d'accélération de 15 kV (6 nA), un temps de comptage sur pic de 10 secondes et 5 secondes sur le bruit de fond.

A1.2.4. HTN.

HTN est une composition haplotonalitique (Qz-Ab-An) dont la composition est donnée Table A1 - 4

	HTN (n=13)	1 σ
SiO ₂	76.69	± 0.25
Al ₂ O ₃	14.61	± 0.20
Na ₂ O	6.04	± 0.21
CaO	2.66	± 0.15
Total	100.00	

Table A1 - 4: Composition chimique en % poids de HTN déterminée par analyse à la microsonde électronique et normalisée à 100%.

Les analyses à la microsonde électronique ont été réalisées sur une Cameca SX-50 avec un faisceau défocalisé (~10 μ m), une tension d'accélération de 15 kV (6 nA), un temps de comptage sur pic de 10 secondes et 5 secondes sur le bruit de fond.

- Gaillard, F., Pichavant, M., Mackwell, S., Champallier, R., Scaillet, B., and McCammon, C. (2003a) Chemical transfer during redox exchanges between H₂ and Fe-bearing silicate melts. *American Mineralogist*, **88**(2-3), p.308-315.
- Gaillard, F., Pichavant, M., and Scaillet, B. (2003b) Experimental determination of activities of FeO and Fe₂O₃ components in hydrous silicic melts under oxidizing conditions. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **67**(22), p.4389-4409.
- Holtz, F., Behrens, H., Dingwell, D.B., and Taylor, R.P. (1992a) Water solubility in aluminosilicate melts of haplogranite composition at 2 kbar. *Chemical Geology*, **96**(3-4), p.289-302.
- Holtz, F., Pichavant, M., Barbey, P., and Johannes, W. (1992b) Effects of H₂O on liquidus phase relations in the haplogranite system at 2 and 5 kbar. *American Mineralogist*, **77**(11-12), p.1223-1241.
- Lange, R.A., and Carmichael, I.S.E. (1989) Ferric-ferrous equilibria in Na₂O-FeO-Fe₂O₃-SiO₂ melts: Effects of analytical techniques on derived partial molar volumes. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **53**(9), p.2195-2204.
- Lucas, I. (1999) Le pluton de Mykonos-Delos-Rhénée (Cyclades, Grèce): Un exemple de mise en place synchrone de l'extension crustale. Sciences de la Terre, p. 407. Université d'Orléans, Orléans.
- Macdonald, R., and Bailey, D.K. (1973) The chemistry of peralkaline oversaturated obsidians. *U.S. Geological Survey Professional Papers*, **440-N**(Part 1), p.1-37.
- Pichavant, M. (1987) Effects of B and H₂O on liquidus phase relations in the haplogranite system at 1 kbar. *American Mineralogist*, **72**(11-12), p.1056-1070.
- Sack, R.O., Carmichael, I.E.S., Rivers, M., and Ghiorso, M.S. (1980) Ferric-ferrous equilibria in natural silicate liquids at 1 bar. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **75**, p.369-376.
- Stevenson, R.J., Dingwell, D.B., Webb, S.L., and Bagdassarov, N.S. (1995) The equivalence of enthalpy and shear stress relaxation in rhyolitic obsidians and quantification of the liquid-glass transition in volcanic processes. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, **68**(4), p.297-306.

ANNEXE 2: PROCEDURE DE SYNTHESE DES PRODUITS DE DEPART:

- Equilibre de phases
- HPG + Corindon

A2.1. PREPARATION DES CAPSULES.

A2.1.1. Remplissage.

De l'eau, déminéralisée et déionisée, est tout d'abord chargée dans la capsule à l'aide d'une microseringue. La charge silicatée, verre ou HPG + corindon, est ensuite ajoutée dans la capsule. Le verre, obtenu suivant une des méthodes décrite en annexe 1, aura au préalable été finement broyé dans un mortier en agate en une poudre de granulométrie inférieure à 20 μ m. La préparation du mélange HPG + Corindon est décrite ci-dessous (cf. §A2.2.2).

La capsule ainsi remplie est ensuite refermée et soudée à l'arc de manière étanche. Afin d'éviter les pertes en eau, la capsule est congelée dans l'azote liquide avant soudure. De plus, chaque étape de la confection est contrôlée par pesée sur balance de précision (± 0.1 mg), de manière à détecter les éventuelles pertes en eau.

Après soudure, l'étanchéité de la capsule est contrôlée dans un bain d'huile de paraffine à 90°C. L'expansion thermique de l'air contenu dans la capsule crée une surpression. Si la capsule n'est pas étanche, l'air s'échappe et forme un chapelet de bulles dans le bain d'huile; permettant de localiser la fuite. La soudure peut alors être reprise.

De manière à homogénéiser la distribution de l'eau dans la capsule, celle-ci est placée pendant 12 heures minimum dans une étuve à 120°C. Un contrôle de la masse à la sortie de l'étuve donne une indication supplémentaire sur l'étanchéité des soudures.

A2.1.2. Taille et forme des capsules.

Toutes les synthèses, équilibres de phases ou HPG + Corindon, ont été réalisées dans des capsules en or de forme cylindrique. Cependant, la taille et le type de soudures ont évolué au cours de ce travail. Le but de ces synthèses est de fournir le matériau de départ pour les expériences de déformation, lesquelles nécessitent des échantillons cylindriques de grande taille (5 mm de diamètre minimum).

Les premières synthèses ont été réalisées dans des capsules de 5 mm de diamètre. Le remplissage était optimisé en tassant au maximum la poudre de silicate. Après synthèse à haute température et haute pression, la forme de l'échantillon était malgré tout irrégulière. Afin d'améliorer la cylindricité de l'échantillon, les soudures à plat, réalisées à chaque

extrémité de la capsule, ont ensuite été remplacées par des soudures en croix (Figure A2 - 1). La régularité de l'échantillon n'en a été qu'insuffisamment améliorée. Le volume, occupé par l'air emprisonné dans la capsule avant la synthèse, est important. Dès la mise sous pression de la capsule, ce volume diminue et la capsule se déforme. A haute température et haute pression, l'air se solubilise dans le liquide silicaté, le volume laissé libre augmente encore et la capsule continue de se déformer. Il en a été conclu qu'il n'était pas possible, par cette méthode, d'obtenir des échantillons directement réutilisables.

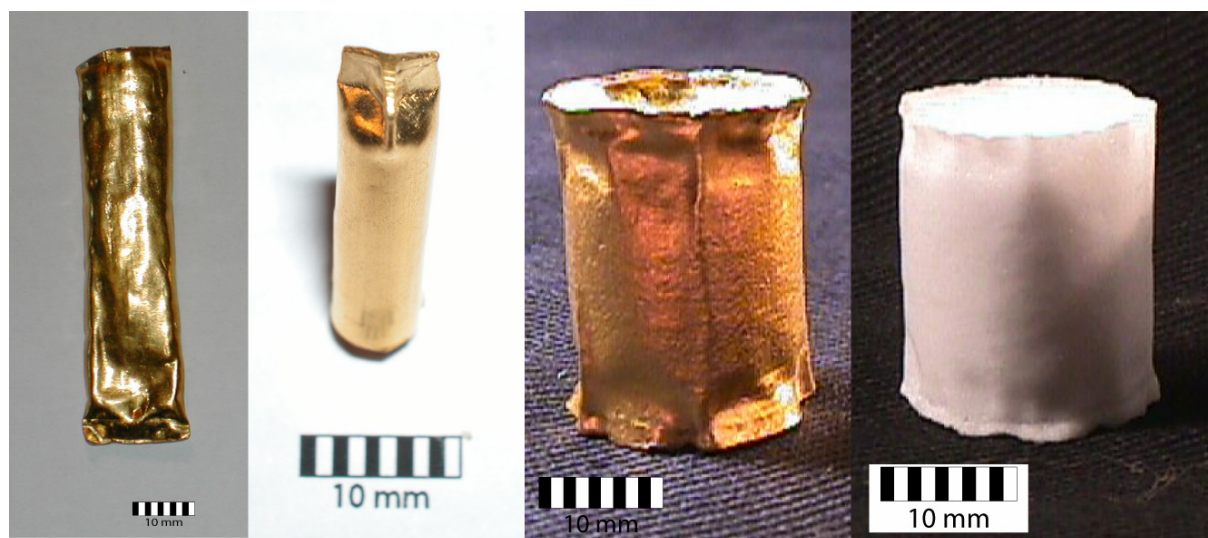


Figure A2 - 1: Illustration des différents types de soudure. De gauche à droite:
 Soudure plate sur capsule de 10 mm de diamètre
 Soudure en croix sur capsule de 5 mm de diamètre
 Soudure circulaire "en boîte de conserve" sur capsule de 20 mm de diamètre
 Un échantillon HPG + Corindon ($\Phi = 20$ mm) après synthèse, sorti de sa capsule.

Par la suite, les synthèses ont donc été réalisées sur des capsules de diamètre 10 mm. Les échantillons ainsi obtenus ont ensuite été carottés de manière à obtenir des cylindres de 5 mm de diamètre.

Dans certains cas et en particulier pour les expériences en presse Paterson (cf. Chapitre V), il a paru nécessaire de réaliser les expériences de déformation sur des échantillons allant jusqu'à 15 mm de diamètre. La capsule alors utilisée pour les synthèses a un diamètre de 20 mm.

A partir d'un diamètre de 10 mm, il n'est plus raisonnable de réaliser des soudures à plat ou même en croix. Les soudures à plat provoquent une trop grande perte de cylindricité. Pour les soudures en croix, cette perte est moins importante mais ce type de soudure consomme de grandes longueurs de tube en or et sont donc très onéreuses. Le meilleur résultat du point de vue cylindricité de l'échantillon et coût financier est obtenu avec des soudures circulaires dites

"en boîte de conserve" (Figure A2 - 1), le seul inconvénient étant la haute technicité de réalisation de telles soudures.

De manière à minimiser le coût des expériences, les synthèses ont été réalisées dans des capsules aussi grandes que le permet la zone isotherme du four des autoclaves; soit des capsules de 40 mm de longueur pour une zone isotherme de 50 mm (+ 5 mm de marge de sécurité).

A2.2. LES SYNTHÈSES.

A2.2.1. Les équilibres de phases.

A2.2.1.1. Généralités.

Les équilibres de phases ont été réalisés dans les autoclaves à chauffage interne verticaux, "Gros Bleu" et "Gros Vert", décrits au paragraphe II.3.2. La capsule est portée à la température et la pression désirées pendant une durée suffisamment longue pour que l'équilibre thermodynamique soit atteint et les éventuelles bulles d'air résorbées. Les conditions précises de pression, température et durée de synthèse sont données, au cas par cas, dans le corps du manuscrit.

A2.2.1.2. Contrôle de la teneur en eau.

En pétrologie expérimentale, les études d'équilibre de phases utilisent souvent la méthode du mélange CO_2 - H_2O pour contrôler l'activité en eau d'une charge expérimentale, méthode qui permet de faire varier la teneur en eau du liquide à proportion de fluides constante (Holloway, 1973). Dans notre cas, travailler à teneur en fluide totale constante n'apportait rien à l'étude. Par ailleurs, à des pressions inférieures à 500 MPa, la solubilité du CO_2 est faible dans les liquides silicatés riches en SiO_2 tels que ceux utilisés au cours de ce travail. Ainsi la technique précitée engendre rapidement la présence de bulles indésirables pour notre étude. Dans nos expériences d'équilibres de phases, la teneur en eau du liquide silicaté était donc directement contrainte par le rapport verre - H_2O initialement introduit dans la capsule.

A2.2.1.3. Trempe.

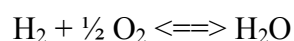
En fin d'expérience, de manière à éviter l'apparition de cristaux de trempe (cristaux poussant durant le refroidissement de l'échantillon) et l'exsolution d'eau, un refroidissement aussi rapide que possible de l'échantillon est souhaitable. Des systèmes de trempe rapide, spécialement adaptés aux autoclaves à chauffage interne ont été mis au point (Roux and Lefèvre, 1992; Holloway, 1992). Cependant, le très large volume des synthèses que nous avons réalisées ne nous a pas permis d'utiliser de tels systèmes.

La réalisation de trempes isobares a permis de résoudre en grande partie le problème de l'exsolution d'eau. Hormis la présence marginale de rares bulles d'air non résorbée, les observations au microscope électronique à balayage n'ont jamais révélé la présence de microbulles de trempe.

En ce qui concerne les cristaux de trempe, le caractère très silicique des compositions choisies, induit des cinétiques de cristallisations très lentes; si bien qu'aucun problème de croissance de cristaux de trempes n'a été rencontré. Cette affirmation repose sur des comparaisons effectuées entre les produits des synthèses "non-trempées" et des expériences tests réalisées dans les mêmes conditions, dans des petites capsules ($\varnothing = 2.5$ mm, $L = 15$ mm) avec un système de trempe rapide.

A2.2.1.4. Contrôle de la fugacité d'Oxygène.

En expérimentation HT-HP, la fugacité d'oxygène peut être maîtrisée en utilisant comme vecteur de pression un mélange Ar-H₂. Cette technique est basée sur le fait que les métaux nobles utilisés comme capsule sont, à haute température, semi-perméable à l'hydrogène. L'addition de H₂ à l'argon modifie donc l'équilibre chimique de la réaction:



dans le sens de la formation d'eau et par conséquent, diminue la pression partielle d' O₂ (donc la f_{O_2}).

Pour nos synthèses, aucun contrôle de la fugacité d'oxygène n'a été pratiqué. La fO_2 est celle imposée par l'autoclave et le gaz vecteur utilisé. Ceci n'est pas un problème pour la composition HTN qui ne contient pas de fer. Par contre, pour la composition Sérifos, de légères différences d'équilibres de phases ont pu être observée entre des expériences réalisées dans les mêmes conditions de températures, de pression et de durée. Ces différences concernent principalement les oxydes et la présence ou l'absence de fines baguettes de biotite.

A2.2.1.5. Contrôle de la charge cristalline et de la viscosité de la matrice.

Pour les expériences de réorientation de cristaux sous l'effet de contraintes différentielles, les paramètres à prendre en compte sont décrits au chapitre II (§ II.1.2). Deux de ces paramètres intéressent directement l'échantillon; la charge cristalline et la viscosité du liquide silicaté. De prime abord, la synthèse d'échantillons de magma partiellement cristallisé ne permet pas de faire varier, de manière simple, ces deux paramètres indépendamment. A une température, une pression et une teneur en eau, correspond un assemblage de phases et une charge cristalline donnés. La modification d'un de ces paramètres va entraîner la modification simultanée de la charge cristalline et de la viscosité de la matrice.

La solution que nous envisagions était de jouer simultanément sur deux paramètres. Par exemple, à une pression donnée, si on néglige les changements de viscosité du liquide silicaté induit par sa variation de composition chimique, on peut dire que si l'on diminue la température, la charge cristalline et la viscosité de la matrice augmentent. Par contre, si dans le même temps, on augmente la teneur en H_2O , la charge cristalline et la viscosité diminuent. Dans un diagramme Température versus H_2O , il est donc possible de tracer des courbes d' "isocristallinité" et d' "isoviscosité". A condition que ces courbes ne se superposent pas exactement, il est donc possible de faire varier "indépendamment" les deux paramètres. Le degré de liberté qu'offre cette technique, est bien entendu moindre que si les deux paramètres étaient totalement indépendants (voir système HPG + Corindon). Cependant, le travail sur des compositions naturelles offre l'avantage que les gammes de travail explorables correspondent à des situations géologiquement réalistes.

A2.2.2. Synthèse des échantillons HPG + Corindon.

Les charges ont été préparées à partir de verre HPG Schott broyé (cf. A1-1.2.2) mélangé à des proportions variables de corindon broyé (poudre d'isolation thermique Friatec AG, Allemagne) selon la technique décrite par Martel *et al.* (2001). Cette technique permet de faire varier de manière totalement indépendante les paramètres viscosité du liquide silicaté et charge cristalline.

La viscosité de la matrice peut être contrôlée par la teneur en eau du liquide silicaté et peut même être modifiée en cours d'expérience par changement de la température. En effet, les cinétiques lentes de cristallisation de la composition HPG et de dissolution du corindon permettent de travailler sur de larges gammes de température et de durée, avant l'apparition des premiers cristaux ou la modification de la chimie du bain résiduel.

Cette technique permet également de faire varier la granulométrie de la charge cristalline. Le corindon broyé a été tamisé et ainsi séparé en plusieurs fractions. Pour cette étude, seule la fraction 60-90 μm a été utilisée.

Le mélange verre-cristaux a été chargé dans des capsules en or de 20 mm de diamètre avec différentes quantités d'eau (2.5 à 3.5% poids). Les synthèses ont été réalisées dans un autoclave à chauffage interne horizontal de très large volume (Autoclave "Nancy") à 1000 °C, 1000 bar pendant 1 mois. Cette synthèse permet d'hydrater le verre et de résorber les bulles d'air.

- Holloway, J.R. (1973) The system pargasite-H₂O-CO₂: a model for melting of a hydrous mineral with a mixed-volatile fluid--I. Experimental results to 8 kbar. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **37**(3), p.651-666.
- Holloway, J.R. (1992) An internally heated, rapid-quench, high pressure vessel. *American Mineralogist*, **77**, p.643-646.
- Martel, C., Dingwell, D.B., Spieler, O., Pichavant, M., and Wilke, M. (2001) Experimental fragmentation of crystal- and vesicle-bearing silicic melts. *Bulletin of Volcanology*, **63**(6), p.398 - 405.
- Roux, J., and Lefèvre, A. (1992) A fast-quench device for internally heated pressure vessels. *European Journal of Mineralogy*, **4**, p.279-281.

ANNEXE 3:

NOTIONS DE RHEOLOGIE

-

COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE

DES VERRES

ET LIQUIDES SILICATES

A3.1. NOTIONS DE RHEOLOGIE.

Les définitions constituant le paragraphe suivant ont principalement été reprises (parfois in extenso) et adaptées à partir de 3 références (Zarzycki, 1982; Couarraze and Grossiord, 1991; Midoux, 1993) auxquelles le lecteur pourra se reporter pour de plus amples détails.

A3.1.1. Généralités.

La rhéologie est la science qui étudie les déformations d'un corps en réponse à une contrainte appliquée. Le but est de définir des lois (équations d'état rhéologique) permettant de décrire mathématiquement le comportement d'un corps en réponse à une contrainte. Ces lois pourront alors être utilisées en mécanique des fluides afin de décrire les écoulements.

La déformation d'un solide sous l'action d'une force est dite *élastique* si elle est complètement réversible, c'est-à-dire si le solide retrouve sa forme primitive lorsque l'action de la force extérieure disparaît; dans le cas contraire on dit qu'il y a eu déformation *plastique* ou *fluage* qui laisse une déformation permanente. Analytiquement, la *déformation* est définie comme la variation relative de la dimension, elle dépend de la force appliquée par unité de surface ou *contrainte*.

A3.1.2. Le solide élastique idéal: Solide de Hooke.

Tant que les déformations restent faibles, la loi de *Hooke* admet la proportionnalité des déformations aux contraintes.

Le rapport contrainte/déformation est appelé *module élastique*; dans le cas d'un solide isotrope, on définit différents modules en fonction du mode d'application des contraintes.

A3.1.2.1. Contraintes coaxiales: Module d'Young.

Un solide parallélépipédique ou cylindrique de longueur l_0 soumis à une contrainte axiale σ subit une déformation:

$$\varepsilon = \Delta \ell / \ell_0 \quad (\text{Eq. A3 - 1})$$

Le *module d'Young* E est défini par la relation:

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (\text{Eq. A3 - 2})$$

Les faces latérales du solide sont supposées libres; dans ce cas, le solide subit simultanément une variation de sa largeur (ou diamètre): Δd . Le rapport:

$$\mu = \frac{\Delta d}{d_0} \bigg/ \frac{\Delta \ell}{\ell_0} \quad (\text{Eq. A3 - 3})$$

est appelé *nombre de poisson*.

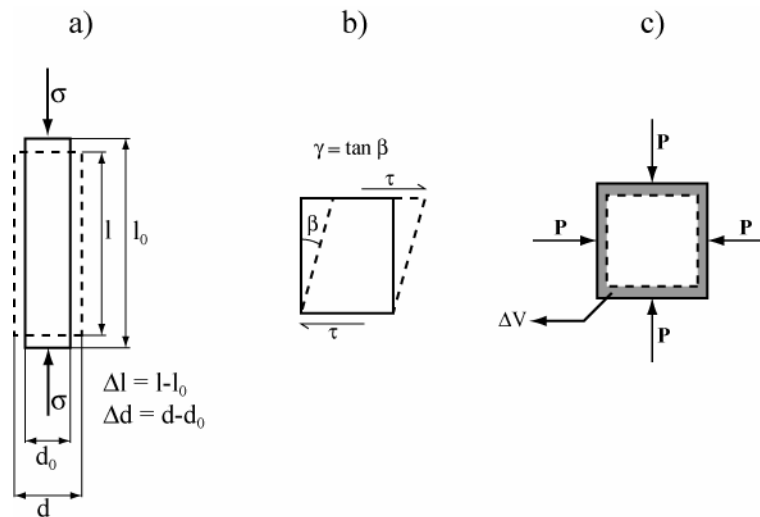


Figure A3 - 1: Définition des modules élastiques. a) contrainte coaxiale, b) contrainte tangentielle, c) pression isotrope.

A3.1.2.2. Contraintes tangentielles: Module de cisaillement.

Sous l'action d'une contrainte tangentielle τ , le solide subit une déformation γ proportionnelle à τ . Le *module de cisaillement* (ou de torsion) G est défini par la relation:

$$G = \frac{\tau}{\gamma} \quad (\text{Eq. A3 - 4})$$

A3.1.2.3. Pression isotrope: Module volumique.

Sous l'action d'une variation de pression isotrope ΔP , le solide subit une variation de volume ΔV . Le *module volumique* K est défini par la relation:

$$K = -V \left(\frac{\Delta P}{\Delta V} \right) \quad (\text{Eq. A3 - 5})$$

A3.1.2.4. Relations entre les différents modules.

Pour un même corps, les différents modules définis ci-dessus sont liés entre eux par les relations suivantes:

$$E = 2(1+\mu)G \quad (\text{Eq. A3 - 6})$$

$$E = 3(1-2\mu)K \quad (\text{Eq. A3 - 7})$$

Ainsi la connaissance de deux de ces paramètres suffit à caractériser le comportement d'un solide isotrope.

Nota: E , G et K sont exprimés en Pa, μ est un nombre sans dimensions.

Les dénominations anglo-saxonnes de E , G et K sont respectivement *Young Modulus*, *Shear Modulus* et *Bulk Modulus*.

A3.1.3. Le fluide visqueux idéal: Le fluide Newtonien.

La résistance qu'oppose un fluide à l'action d'une force qui tend à le mettre en mouvement caractérise sa *viscosité*.

A3.1.3.1. Comportement en cisaillement.

En rhéologie et en mécanique des fluides, le mode de déformation qui prévaut est le cisaillement (simple) car c'est celui qui correspond aux écoulements. Ainsi la viscosité d'un fluide est-elle définie en cisaillement simple. Les anglo-saxons parlent de *Shear Viscosity*.

Elle est définie comme suit:

En réponse à une contrainte de cisaillement τ , un fluide va se déformer à une vitesse angulaire $\dot{\gamma}$ ($\dot{\gamma} = \gamma/dt$, déformation angulaire en fonction du temps, Figure A3 - 1, élément a) telle que:

$$\tau = \eta \dot{\gamma} \quad (\text{Eq. A3 - 8})$$

avec τ en Pa, $\dot{\gamma}$ en s^{-1} et η en Pa.s.

Cette relation linéaire caractérise un fluide idéal dit *fluide newtonien*. Dans un rhéogramme, représentation graphique du taux de déformation en fonction de la contrainte, un fluide newtonien décrit une droite dont la pente représente la viscosité (Figure A3 - 2).

A3.1.3.2. Comportement en tension.

Par définition, la viscosité d'un fluide est définie en cisaillement (cf. paragraphe précédent). Dans la pratique, il est cependant souvent plus facile d'appliquer et de mesurer des contraintes coaxiales. On détermine ainsi une viscosité linéaire (η_l):

$$\eta_l = \frac{\sigma}{\dot{\epsilon}} \quad (\text{Eq. A3 - 9})$$

Il convient alors de déterminer la relation entre viscosité (η_s pour shear viscosity) et viscosité linéaire (η_l). Cette détermination est possible grâce au parallélisme qui existe entre *fluide newtonien* et *solide de Hooke*.

Le coefficient de viscosité η_s joue en écoulement visqueux un rôle analogue à celui du module de cisaillement G défini précédemment pour la déformation élastique du solide Hookéen. Dans le cas où le milieu est sollicité longitudinalement (déformation coaxiale), pour trouver l'équivalent du module d'Young E , on peut supposer que l'écoulement visqueux s'effectue à *volume constant*. Dans ces conditions, il est possible de démontrer que $\mu = 0.5$ (Zarzycki, 1982). D'après l'équation A3 - 6, on tire $E = 3G$.

Par analogie entre module d'Young E et viscosité linéaire η_l et entre module de cisaillement G et viscosité de cisaillement η_s , on tire:

$$\eta_l = 3 \eta_s \quad (\text{Eq. A3 - 10})$$

A3.1.4. Les fluides non-newtoniens.

Les fluides qui ne présentent pas une relation linéaire entre la contrainte appliquée et le taux de déformation sont dits non-newtoniens. On distingue principalement (Figure A3 - 2):

- Les fluides à contrainte critique τ_c avec:
 - Les fluides plastiques de type Bingham
 - Les fluides de type corps de Casson
- Les fluides sans contrainte critique de type Ostwald - De Waele avec:
 - Les fluides pseudo-plastiques ou rhéofluidifiants
 - Les fluides rhéoépaississants

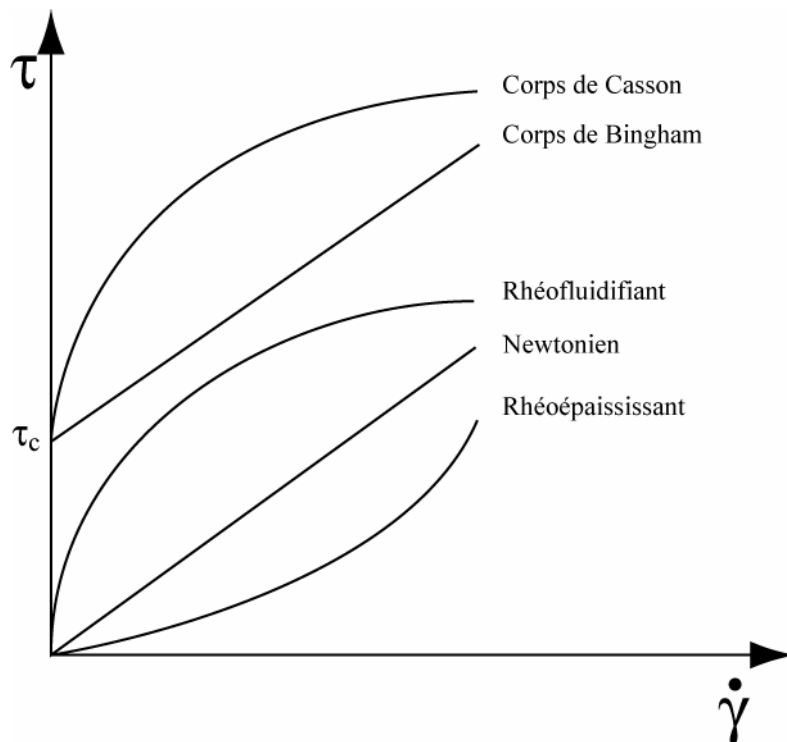


Figure A3 - 2: Rhéogramme général présentant la classification des fluides.

Les corps de Bingham et de Casson combinent en fait des propriétés élastiques et visqueuses. En effet, en dessous d'une contrainte critique τ_c , ils se comportent comme un solide élastique. Au dessus de τ_c , ils se déforment (linéairement ou non, respectivement) à la manière d'un fluide.

Pour les fluides sans contrainte critique (rhéofluidifiant ou rhéoépaississants), le facteur de proportionnalité entre la contrainte et le taux de déformation $\tau/\dot{\gamma} = \eta_a$ est une valeur dépendant de $\dot{\gamma}$, appelée *viscosité apparente*. C'est une grandeur *locale*.

Le comportement de ce type de fluides peut-être décrit par une loi de puissance dite d'Ostwald - De Waele ayant la forme:

$$\tau = \eta_a \dot{\gamma}^n \quad (\text{Eq. A3 - 11})$$

si $n < 1$, ils sont rhéofluidifiants et si $n > 1$, ils sont rhéoépaississants.

A3.1.5. Cas des fluides complexes.

Les cas présentés ci-dessus sont des cas idéaux. Bien souvent les fluides réels exhibent un comportement complexe; c'est-à-dire qu'ils ont un comportement donné sur une certaine gamme de taux de déformation et un comportement différent sur une autre gamme de taux de déformation.

Par exemple, les liquides silicatés sont le plus souvent des fluides newtoniens aux faibles taux de déformation et deviennent rhéofluidifiants sous de trop fortes contraintes (Webb and Dingwell, 1990).

Par ailleurs, seuls les fluides ayant un comportement indépendant de la durée de déformation ont été présentés; mais certains fluides présentent des variations de viscosité apparente au cours de la déformation. A vitesse de déformation constante, si la viscosité apparente diminue avec le temps, le fluide est qualifié de *thixotrope*; si elle augmente avec le temps de déformation, le fluide est qualifié de *rhéopexe*.

A3.1.6. "Power Law Creep".

En géologie, la déformation des matériaux ductiles est souvent décrite en utilisant souvent une loi de puissance dénommée "Power Law Creep" (Loi de Puissance de Fluage). Cette loi de puissance a la forme suivante:

$$\dot{\gamma} = C \tau^n \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (\text{Eq. A3 - 12})$$

avec $\dot{\gamma}$: le taux de déformation en s^{-1} , C: une constante d'échelle, τ : la contrainte en Pa, n : l'exposant de contrainte (Stress Exponent), Q: l'énergie d'activation en J.mol^{-1} , R: la constante des gaz parfaits ($8.3144 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$) et T: la température en degrés Kelvin.

Q correspond, par exemple, à l'énergie d'activation requise pour déplacer les dislocations dans un cristal.

n correspond au fait que dans les roches ductiles, le taux de déformation augmente plus rapidement que la contrainte; en d'autres termes, que le matériau n'est pas newtonien.

On remarquera ainsi que si $Q = 0$ (i.e. si aucune énergie n'est nécessaire pour déformer des cristaux) et $n = 1$, on revient à un fluide parfaitement newtonien et l'équation devient:

$$\dot{\gamma} = C \tau \quad (\text{Eq. A3 - 13})$$

En comparant cette équation avec l'équation Eq. A3 - 8:

$$\tau = \eta \dot{\gamma}$$

qui décrit le comportement des fluides newtonien en cisaillement simple, on constate que C correspond en fait à l'inverse de la viscosité:

$$C = \frac{1}{\eta} \quad (\text{Eq. A3 - 14})$$

Ainsi, pour des suspensions non-newtoniennes, n'impliquant pas de déformations cristallines ($Q = 0$), la loi de puissance de fluage peut-être écrite:

$$\dot{\gamma} = C \tau^n = \frac{\tau^n}{\eta_a} \quad (\text{Eq. A3 - 15})$$

où η_a est la viscosité apparente. Le parallélisme entre cette formulation et la loi de puissance d'Ostwald - De Waele (Eq. A3 - 11): $\tau = \eta_a \dot{\gamma}^n$ est évident. Les exposants n utilisés dans ces deux lois sont simplement l'inverse l'un de l'autre; ce qui n'est pas sans prêter à confusion. Dans l'étude présentée ici, de manière à garder une base commune avec les spécialistes de la déformation ductile des roches, nous nous référerons toujours au "*Stress exponent*" (exposant

de contrainte) de la "*Power Law Creep*" pour rendre compte d'un comportement non-newtonien (cf. Chapitre V).

A3.2. DEFINITIONS GENERALES SUR LES VERRES ET LES LIQUIDES SILICATES.

Exception faite des carbonatites, les magmas sont des liquides silicatés contenant, ou non, des cristaux et de bulles. L'observation et l'étude des liquides silicatés étant difficile à réaliser dans leurs conditions naturelles de température et de pression; les verres, leurs équivalents basse température, sont souvent étudiés en leurs lieux et places. Les définitions qui suivent permettent de définir les relations entre verre et liquide silicaté. Par ailleurs, les définitions concernant la structure des verres sont directement transposables aux liquides silicatés.

Toutes les définitions ci-après sont adaptées de Zarzycki (1982).

A3.2.1. Définition d'un verre.

Les verres sont des solides non cristallins principalement obtenus par la trempe de liquides surfondus. Leur étude a conduit à la définition d'un *état vitreux*. Le mot verre faisant alors référence à un *état physique de la matière*, il n'est plus possible de définir les verres par rapport à leur seul mode de préparation et de restreindre la notion de verres aux seuls solides non cristallins obtenus par trempes rapides de liquides surfondus. En effet, un solide non cristallin peut-être obtenu par des voies différentes:

- en conservant le désordre structural d'une phase liquide,
- en profitant du caractère désordonné d'une phase gazeuse,
- en désorganisant une phase cristalline.

Les termes de *verre*, *solide non cristallin*, et *solide amorphe* deviennent alors synonymes, ce qui n'est plus satisfaisant car si le verre est bien un solide non cristallin, la réciproque n'est pas toujours vraie (exemple: un gel).

Il est donc nécessaire de restreindre la définition précédente en ajoutant une condition sur la stabilité interne du matériau. En effet, les solides non cristallins contiennent tous un *excédent*

d'énergie incorporée soit par trempe, soit par action d'un potentiel chimique, de radiation ou mécanique. Ils correspondent donc à des **états métastables**, voir **hors d'équilibre**, de la matière.

Le retour à un état stable peut se faire de manière plus ou moins brutale. Par exemple, le chauffage des dépôts amorphes conduit, soit à leur cristallisation rapide, soit à leur décomposition avant que le point de fusion ne soit atteint. Au contraire, ce qui caractérise les verres "classiques", n'est pas seulement l'absence de cristallinité mais surtout leur faculté de passer progressivement et réversiblement à un état de plus en plus fluide lorsque l'on élève la température. Au cours de ce passage, on assiste à une modification des propriétés qui traduisent ce que l'on appelle la transition vitreuse. C'est pourquoi Zarzycki (1982) propose la définition suivante d'un verre:

*"Le verre est un **solide non cristallin** présentant le phénomène de **transition vitreuse**, l'état physique correspondant étant appelé **état vitreux**."*

A3.2.2. La transition vitreuse.

La manière la plus classique de produire un verre est de refroidir un liquide suffisamment rapidement pour que ce dernier ne cristallise pas. Au cours du refroidissement, l'augmentation continue de la viscosité résulte en un figeage progressif du liquide jusqu'à sa solidification finale.

Si l'on suit l'évolution d'une variable thermodynamique, telle que le volume spécifique V , en fonction de la température (Figure A3 - 3), on constate que l'abaissement de température provoque d'abord une contraction. Au passage du point de solidification (ou point de fusion, T_f), soit le liquide cristallise, provoquant un brusque changement de volume (ΔV_f), soit la vitesse de refroidissement est trop rapide et la cristallisation est évitée. Le liquide passe à l'état surfondu. Tout se passe alors comme si le système ignorait le point de fusion. La contraction du liquide surfondu se poursuit avec une pente identique à celle du liquide surfondu, sans discontinuité. Puis à partir d'une certaine température T_g , la pente de la courbe diminue pour devenir voisine de celle du liquide cristallin qui lui correspond. Cette inflexion de la courbe de refroidissement, marquant le passage du liquide surfondu au verre, est nommée transition vitreuse. Elle est caractérisée par une température, la température de transition vitreuse T_g .

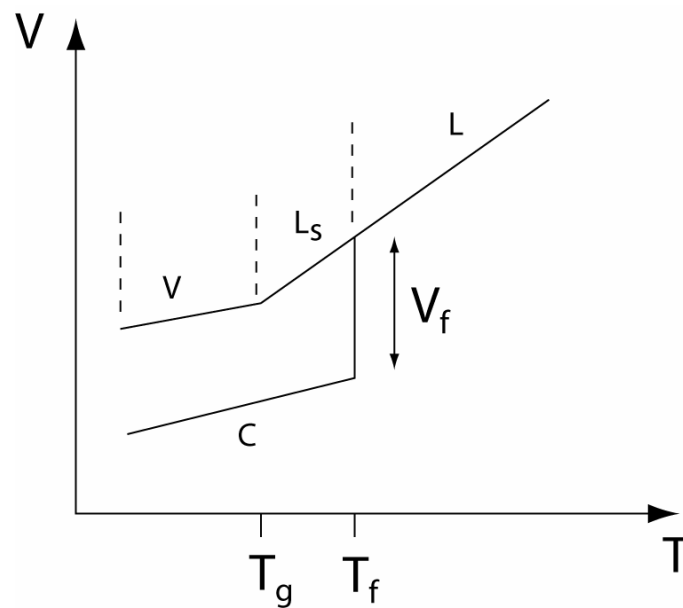


Figure A3 - 3: Variation du volume spécifique V avec la température: Définition de la température de transition vitreuse T_g (L: Liquide, L_s : Liquide Surfondu, V: Verre, C: Cristal).

A3.2.3. Intervalle de transition.

La température de transition vitreuse n'est pas une valeur absolue car elle varie en fonction de la vitesse de refroidissement. Un refroidissement rapide déplace T_g vers des températures plus élevées, alors qu'un refroidissement lent déplace T_g vers des températures plus basses (Figure A3 - 4). En fonction des vitesses de refroidissement les plus rapides et les plus lentes d'obtention du verre, il est donc possible de définir un intervalle de transition vitreuse.

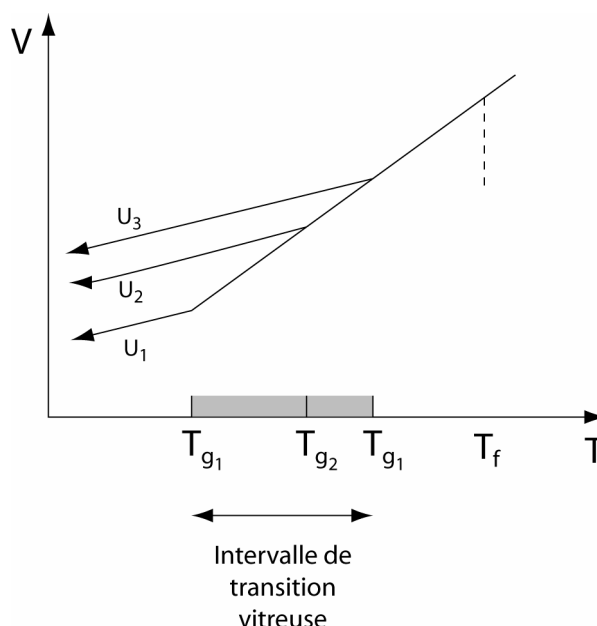


Figure A3 - 4: Influence de la vitesse de refroidissement U sur la position de T_g ($U_1 < U_2 < U_3$).

Cette notion est peu utilisée car un morceau de verre donné est caractérisé par sa composition chimique et sa température de transition vitreuse (qui dépend de la vitesse de refroidissement à laquelle il a été obtenu). Il est cependant primordial d'avoir à l'esprit que la température de transition vitreuse n'est pas une valeur absolue. Une des conséquences de ceci est qu'il est impossible de donner une valeur précise de la viscosité d'un verre à T_g . Cette valeur peut-être estimée à partir de l'équation de Scherer (1984):

$$\text{Log } \eta_{T_g} = 11.3 - \text{Log } |q| \quad (\text{Eq. A3 - 16})$$

avec η_{T_g} la viscosité à T_g (en Pa.s) et q la vitesse de refroidissement (en $^{\circ}\text{C.s}^{-1}$).

A3.2.4. Définition des points fixes.

Concernant le travail du verre, certains intervalles de viscosités ont une importance particulière. Les verriers ont donc définis un certain nombre de points fixes correspondant à des viscosités données. Un verre peut alors être caractérisé par les températures de ces points fixes. La Table A3 - 1 regroupe les définitions usuelles de ces points fixes.

<i>Désignation</i>	<i>Equivalent anglo-saxon</i>	$\eta(Pa.s)$
température de fusion	melting point	10^1
température de travail	working point	10^3
température d'enfoncement	sink point	$10^{3,22}$
température d'écoulement	flow point	10^4
température de ramollissement (point de Littleton)	softening point (Littleton's point)	$10^{6,6}$
température de ramollissement dilatométrique	dilatometric point	$10^{10,3}$
température de cuisson	annealing point	10^{12}
température de transition	transition point	10^{12} à $10^{12,6}$
température de tension	strain point	$10^{13,5}$

Table A3 - 1: Définition des points fixes d'un verre (modifiée après Zarzycki, 1982).

A3.2.5. Structure des verres et liquides silicatés.

Pour décrire les matériaux vitreux, il est nécessaire de faire appel aux notions d'ordre à courte, moyenne et longue distance.

- *L'ordre à courte distance* décrit les premiers voisins de chaque atome considéré. Dans les verres silicatés, le tétraèdre SiO_4 est à la base de l'arrangement structural.
- *L'ordre à moyenne distance* prend en compte l'arrangement des tétraèdres et la distribution en taille des cycles de tétraèdres.
- Enfin, *l'ordre à grande distance* doit considérer la possibilité d'un arrangement cristallin reproductible. Les verres en tant que structure amorphe en sont dépourvus.

Nous ne nous intéresserons ici qu'à l'ordre à courte distance. La structure d'un verre implique schématiquement trois types de cations:

- les *éléments formateurs de réseau*: Ils possèdent des liaisons métal-oxydes très covalentes, donc directionnelles, et sont le plus souvent en coordinence tétraédrique. Ils peuvent former des polymères à une dimension (chaîne limitée ou infinie, éventuellement en

cycles), deux dimensions (pseudo-feuillets) ou tridimensionnelle (en charpente). Dans cette catégorie se trouvent essentiellement le silicium, et l'aluminium avec lequel il peut copolymériser.

- les *éléments modificateurs de réseau*: Ils ont au contraire une action dépolymérisante. Il s'agit principalement d'alcalins et d'alcalino-terreux dont les liaisons ioniques vont «casser» le réseau de tétraèdre SiO_4 (Figure A3 - 5). Il faut cependant souligner qu'ils jouent, dans les compositions alumino-silicatées, un rôle différent en relation avec les processus de compensation électrostatique liée au déficit de charge de l'aluminium par rapport au silicium.

- les *éléments intermédiaires*: Ce sont des éléments qui peuvent fonctionner soit comme *formateurs* soit comme *modificateurs* de réseau suivant leur abondance dans le verre et leur état de valence. Par exemple, l'aluminium tel qu'il a été décrit précédemment peut apparaître comme un élément formateur de réseau. Cependant, si la quantité d'alcalins et d'alcalino-terreux n'est pas suffisante pour satisfaire pleinement la compensation de charge, l'excédent d'aluminium va intervenir comme un modificateur de réseau. Un autre exemple est donné par le fer. Le fer ferreux (Fe^{2+}) agit comme un modificateur de réseau tandis que le fer ferrique (Fe^{3+}) peut agir, au même titre que l'aluminium et avec les mêmes restrictions concernant la compensation des charges, comme un formateur de réseau.

Enfin, concernant les anions, l'oxygène est pratiquement le seul quantitativement important dans les liquides silicatés. Il occupe différents types de situation:

- les *oxygènes pontants* qui lient des tétraèdres entre eux.
- les *oxygènes non pontants* (NBO = Non Bridging Oxygen) qui sont associés à un seul tétraèdre et qui possèdent de ce fait encore une certaine charge résiduelle (Figure A3 - 5).
- les *oxygènes libres* qui ne sont associés à aucun tétraèdre.

Un indice de caractérisation de l'état de polymérisation d'un verre est le nombre d'oxygènes non-pontants par tétraèdres (NBO/T). NBO/T peut varier de zéro, pour un verre totalement polymérisé (e.g. verre de silice pur), à 4 pour un verre totalement dépolymérisé.

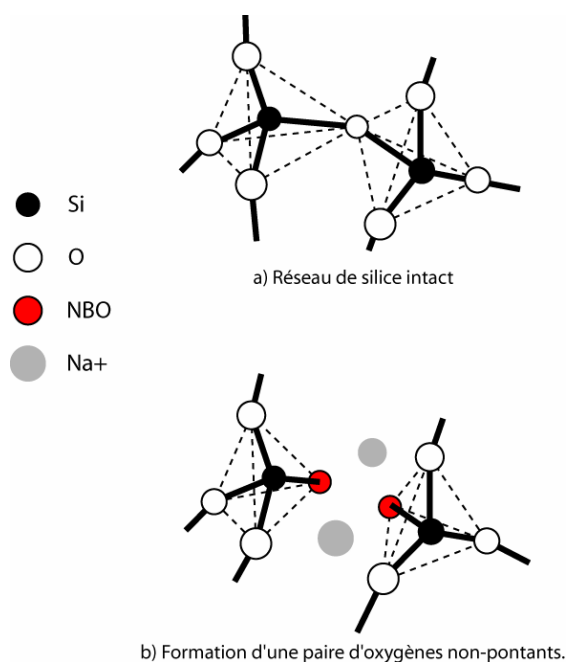


Figure A3 - 5: Rupture d'un pont Si-O-Si par un élément modificateur (Na), formation d'oxygènes non-pontants.

A3.3. PARAMETRES PHYSICO-CHIMIQUES CONTROLANT LA RHEOLOGIE DES MAGMAS.

A3.3.1. Paramètres externes.

A3.3.1.1. Température.

La température a un effet important sur la viscosité des magmas. Une augmentation de température de 100°C provoque une baisse de viscosité d'environ un ordre de grandeur. Cette variation est dépendante du verre et de la gamme de viscosité.

Pour les liquides silicatés et les verres, la théorie prédit une dépendance *Arrhénienne* de la viscosité η à la température:

$$\text{Log } \eta = A + \frac{B}{T} \quad (\text{Eq. A3 - 17})$$

avec A et B des constantes et T, la température.

Comme A et B sont des constantes dépendantes du verre (composition chimie, mode d'obtention, ...). La détermination expérimentale de la viscosité à deux températures est

théoriquement suffisante pour déterminer les paramètres A et B et modéliser le comportement rhéologique d'un verre en fonction de la température.

Cependant, si cette loi d'Arrhenius fonctionne très bien sur de petits intervalles de température, sur de plus larges gammes de températures, le graphe $\text{Log } \eta$ *versus* $1/T$ montre souvent une courbure significative (voir par exemple le cas du basalte Figure A3 - 6). Une formule à trois paramètres A, B, T_0 , dite de Vogel-Fulcher-Tammann rend alors mieux compte de la réalité:

$$\text{Log } \eta = A + \frac{B}{(T - T_0)} \quad (\text{Eq. A3 - 18})$$

Ainsi, en Sciences de la Terre, durant de nombreuses années, les études rhéologiques des liquides silicatés ont-elles utilisées des modèles arrheniens; suffisants pour rendre compte du comportement d'un liquide silicaté sur la gamme de température d'intérêt de l'étude. Ce n'est que récemment que des modèles à vocation plus généraliste ont utilisé des équations de type Vogel-Fucher-Tammann (e.g. Hess and Dingwell, 1996; Giordano and Dingwell, 2003; Giordano and Dingwell, 2004)

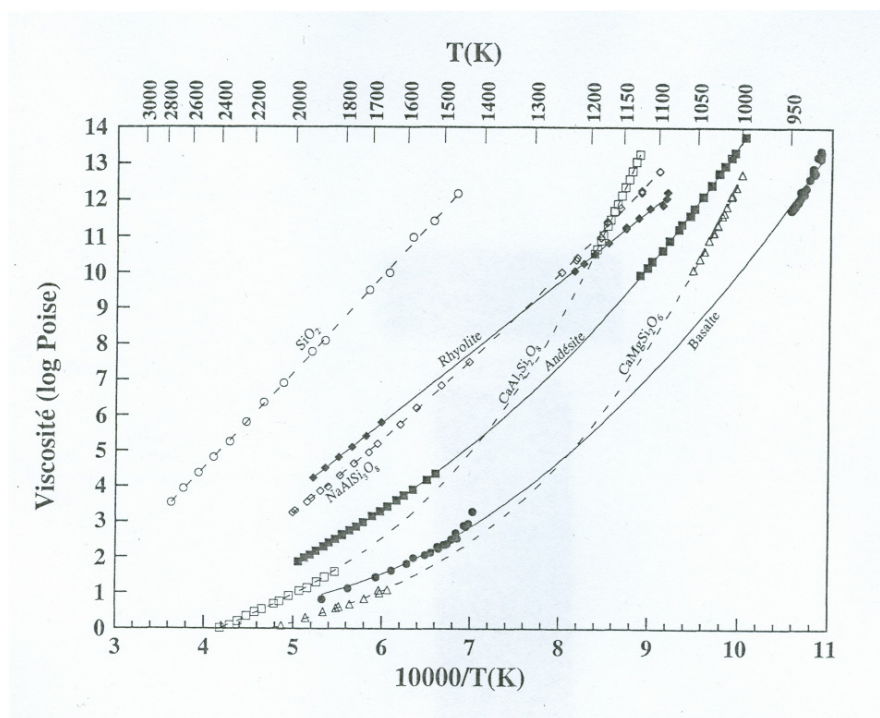


Figure A3 - 6: Viscosité en fonction de la température de magmas et de liquides silicatés anhydres d'intérêt géologique (Levesque, 1999).

A3.3.1.2. Pression.

L'influence de la pression sur la viscosité des liquides silicatés est nettement moins importante que ne l'est celle de la température (de l'ordre de quelques dixièmes d'unités log par kbar, cf. Figure A3 - 7). Le rôle de la pression dépend principalement du degré de polymérisation du liquide (e.g. Scarfe *et al.*, 1987; Bottinga and Richet, 1995). Caractérisant le degré de polymérisation d'un verre par NBO/T (cf. définition § A3.2.5), Brearley *et al.* (1986) et Scarfe *et al.* (1987) ont montré que, pour des pressions modérées (i.e. < 12 kbar), la viscosité diminuait avec la pression pour les liquides fortement polymérisés (NBO/T < 1) tandis qu'elle augmentait avec la pression pour des liquides dont NBO/T est supérieur à 1.

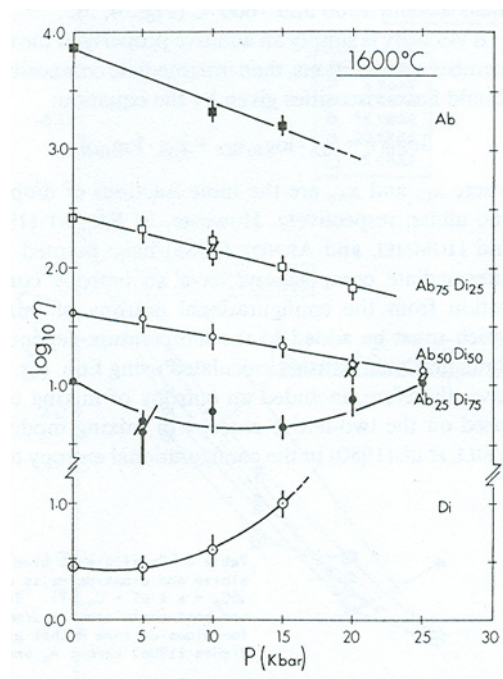


Figure A3 - 7: Influence de la pression sur la viscosité de liquides de composition Ab-Di (Brearley *et al.*, 1986).

A3.3.2. Paramètres intrinsèques.

A3.3.2.1. Composition chimique.

L'effet de la composition chimique sur la viscosité des liquides silicatés d'intérêt géologique est important. A température et teneur en eau identiques, il existe par exemple cinq ordres de grandeur de différence entre les viscosités respectives d'un basalte et d'une rhyolite (Figure A3 - 6).

Cet effet est essentiellement dû au degré de polymérisation du liquide silicaté. La viscosité, exprimant la résistance de la matière à la déformation, est très élevée dans les liquides riches en silice, fortement polymérisés (NBO/T faible). La déformation de liquides fortement polymérisés (e.g. SiO_2 pur) implique la rupture de liaisons fortes Si-O-Si, de type covalentes, tandis que la déformation des liquides dépolymérisés peut se faire pour partie par rupture de liaisons plus faibles, de type O-Modificateur-O.

A3.3.2.2. Effet de l'eau.

L'eau possède un effet général fluidifiant sur la viscosité des liquides silicatés. Cet effet est directement lié à son effet dépolymérisateur. Cependant, comme les mécanismes de solubilité de l'eau dans les magmas impliquent deux formes de groupements atomiques (OH^- et H_2O), l'effet de l'eau sur la viscosité des magmas est "à double détente" (Figure A3 - 8). L'effet est drastique aux faibles teneurs car l'eau est alors principalement incorporée sous forme de groupements OH^- aux effets hautement dépolymérisateurs. Au delà de quelques pourcents (2 à 4%), l'eau est incorporée de manière plus significative sous sa forme moléculaire H_2O . Son interaction avec les liaisons covalentes est alors moins importante et son effet sur la viscosité plus modéré.

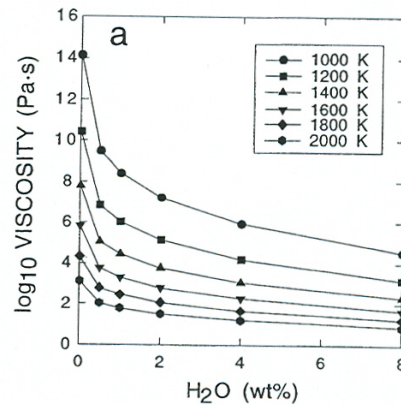


Figure A3 - 8: Influence de l'eau sur la viscosité des liquides silicatés (Hess and Dingwell, 1996).

A3.3.2.3. Les bulles.

L'effet des bulles sur la viscosité des magmas est encore ambigu. Il est, d'une part, encore assez mal connu car peu nombreuses sont les études sur le sujet (Spera *et al.*, 1988; Stein and Spera, 1992; Bagdassarov and Dingwell, 1992; Pinkerton and Norton, 1995; Lejeune *et al.*, 1999). D'autre part, il semble dépendre du nombre capillaire Ca , défini comme le rapport entre le rapport qui déforme une bulle et sa tension de surface qui tend à maintenir sa forme sphérique (Spera *et al.*, 1988; Bagdassarov and Dingwell, 1992):

$$C_a = \frac{\eta \dot{\epsilon} r}{\gamma} \quad (\text{Eq. A3 -20})$$

avec η : la viscosité du liquide homogène, $\dot{\epsilon}$: la vitesse de déformation, r : le rayon moyen des bulles et γ : la tension de surface entre le liquide et la bulle gazeuse.

Ainsi, à faible viscosité et vitesse de déformation modérées ($Ca < 1$), les bulles augmentent la viscosité d'un magma car elles interfèrent avec l'écoulement du liquide; alors que pour des vitesses de déformation très grandes, ou à forte viscosité ($Ca > 1$), les bulles se déforment et s'alignent le long de l'écoulement et diminuent donc la viscosité relative de la suspension. En fait, dans le premier cas, les bulles peuvent être considérées comme des particules rigides semblables à des cristaux tandis que dans le second cas, elles agissent comme des particules déformables de viscosité inférieure à celle du liquide silicaté.

A3.3.2.4. La fraction cristalline.

L'augmentation de la fraction cristalline dans un magma tend invariablement à en augmenter la viscosité (). Cependant, l'influence de la fraction cristalline sur la rhéologie des magmas est encore mal décrite car les études sont peu nombreuses; les principales étant celles de Lejeune et Richet (1995), et plus récemment, celle de Levesque (1999). Les relations générales, basées sur le modèle d'Einstein (1906) et Roscoe (1952), servant à décrire le comportement de suspensions de sphères rigides dans des liquides newtoniens sont donc encore à la base des modèles actuels. L'équation d'Einstein-Roscoe:

$$\eta = \eta_0 \left(1 - \frac{\Phi}{\Phi_m} \right)^{-n} \quad (\text{Eq. A3 - 19})$$

avec η : la viscosité de la suspension, η_0 : la viscosité du liquide, Φ : la fraction cristalline et Φ_m et n des paramètres ajustables selon la suspension.

a initialement été introduite par Roscoe (1952) avec $n = 2.5$ et $\Phi_m = 0.74$ pour décrire la viscosité de suspensions de sphères dures monodispersées, sur une vaste gamme de concentration en particules. Φ_m représente la compacité maximale et peut varier pour des sphères monodispersées entre 0.52 pour un empilement cubique et 0.74 pour un empilement hexagonal. Pour un empilement aléatoire, la valeur de 0.62 est souvent retenue (Chong *et al.*, 1971; Jefferey and Acrivos, 1976). Bien que la valeur de n puisse être ajustée (Lejeune and Richet, 1995), elle est souvent fixée à 2.5 en référence aux suspensions de sphères.

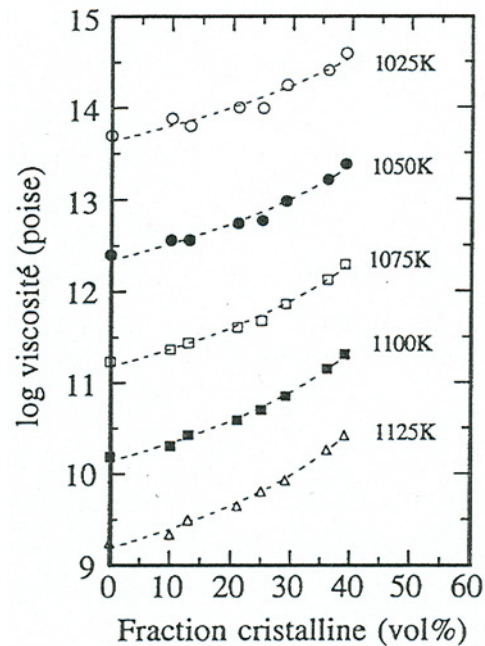


Figure A3 - 9: Influence de la fraction cristalline sur la viscosité des magmas (Lejeune and Richet, 1995).

A3.3.2.5. Notion de seuils rhéologiques.

La variation du comportement rhéologique du magma au cours de la cristallisation a amené certains auteurs à dresser un diagramme de comportement rhéologique. Ils définissent trois domaines séparés par des "seuils critiques" (Figure A3 - 10). Chaque domaine est caractérisé par un type de comportement:

- *Stade I:* Il s'agit du stade purement newtonien qui s'étend jusqu'à 40% de cristaux. Ce stade correspond au domaine de la ségrégation gravitaire qui favorise l'apparition des structures de stratification et de chute des enclaves.

- *Stade II:* A partir d'une fraction cristalline critique Φ_c (40%), appelé premier seuil rhéologique, la cohésion interne du magma est suffisante pour stopper les phénomènes gravitaires. Le magma adopte un comportement de type fluide de Bingham. Selon le modèle théorique de rotation des particules de Jeffery (1922), il s'agit du stade majeur du développement de l'orientation préférentielle de forme des cristaux.

- *Stade III:* Lorsque la proportion de cristaux dépasse 60% (second seuil critique Φ_{max}), on passe à un comportement de solide cristallin. C'est le stade de fracturation tardive magmatique.

Cependant, ce schéma est à l'heure actuelle fortement contesté et de nombreux auteurs rediscutent ces notions de seuil rhéologique (Rutter and Neumann, 1995; Renner *et al.*, 2000; Rosenberg, 2001; Burg and Vigneresse, 2002; Takeda and Obata, 2003; Vigneresse and Burg, 2004).

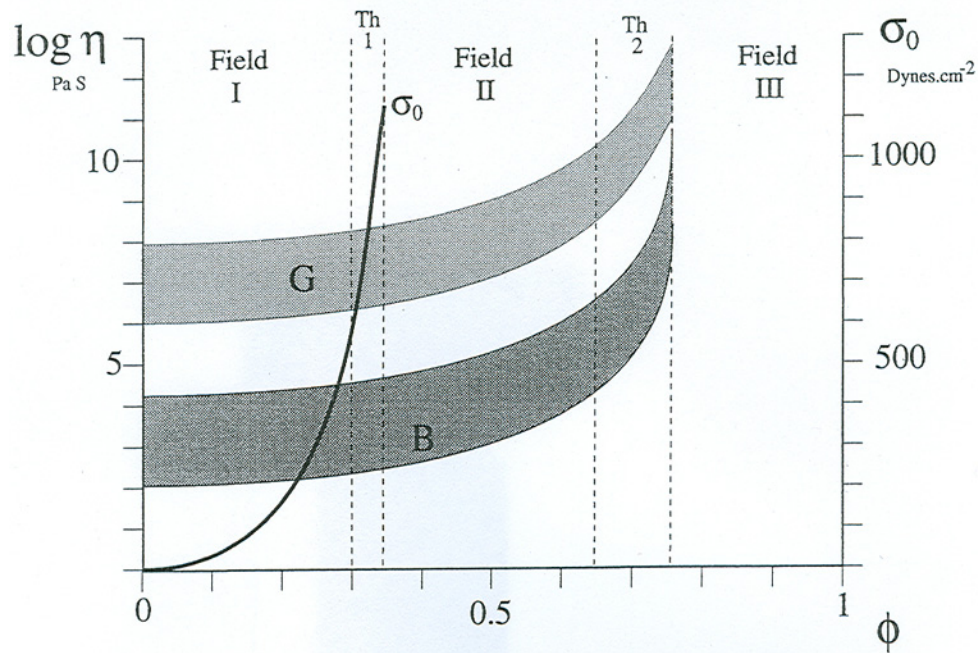


Figure A3 - 10: Diagramme de comportement rhéologique (Fernandez, 1984).

- Champ I: Comportement Newtonien
- Champ II: Comportement de Bingham
- Champ III: Comportement solide

Φ : la fraction cristallisée -B: Basalte - G: Granite - Th_1 : Premier seuil rhéologique - Th_2 : Deuxième seuil rhéologique

- Bagdassarov, N.S., and Dingwell, D.B. (1992) A rheological investigation of vesicular rhyolite. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, **50**(3), p.307-322.
- Bottinga, Y., and Richet, P. (1995) Silicate melts: The "anomalous" pressure dependence of the viscosity. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **59**(13), p.2725-2731.
- Brearley, M., Dickinson, J., James E., and Scarfe, C.M. (1986) Pressure dependence of melt viscosities on the join diopside-albite. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **50**(12), p.2563-2570.
- Burg, J.-P., and Vigneresse, J.-L. (2002) Non-linear feedback loops in the rheology of cooling-crystallizing felsic magma and heating-melting felsic rock. In S.D. Meier, M.R. Drury, J.H.P.D. Bresser, and G.M. Pennock, Eds. *Deformation Mechanisms, Rheology and Tectonics: Current Status and Future Perspectives*, Geological Society, Special Publications, London. Vol **200**, p.275-292.
- Chong, J.S., Christiansen, E.B., and Baer, A.D. (1971) Rheology of concentrated suspensions. *J. Appl. Polymer Sci.*, **15**, p.2007-2021.
- Couarraze, G., and Grossiord, J.L. (1991) *Initiation à la rhéologie*. 272 pp. Lavoisier, Tech & Doc, Paris.
- Einstein, A. (1906) Eine neue bestimmung der molekül-dimensionen. *Annales de Physique*, **19**, p.65-72.
- Fernandez, A. (1984) Etude théorique et expérimentale du développement de la fabrique dans les roches magmatiques. Application à l'étude structurale des granitoïdes, p. 238. University of Clermont-Ferrand.
- Giordano, D., and Dingwell, D.B. (2003) Non-Arrhenian multicomponent melt viscosity: a model. *Earth and Planetary Science Letters*, **208**(3-4), p.337-349.
- Giordano, D., and Dingwell, D.B. (2004) Erratum to 'Non Arrhenian multicomponent melt viscosity: a model': [Earth Planet. Sci. Lett. 208 (2003) 337-349]. *Earth and Planetary Science Letters*, **221**(1-4), p.449.
- Hess, K.-U., and Dingwell, D.B. (1996) Viscosities of hydrous leucogranitic melts: A non-Arrhenian model. *American Mineralogist*, **81**(9-10), p.1297-1300.
- Jeffery, D.J., and Acrivos, A. (1976) The rheological properties of suspensions of rigid particles. *AIChE J.*, **22**, p.417-432.
- Jeffery, G.B. (1922) The motion of ellipsoidal particles immersed in a viscous fluid. *Proceedings of the Royal Society of London*, **102**, p.201-211.
- Lejeune, A.M., Bottinga, Y., Trull, T.W., and Richet, P. (1999) Rheology of bubble-bearing magmas. *Earth and Planetary Science Letters*, **166**(1-2), p.71-84.
- Lejeune, A.M., and Richet, P. (1995) Rheology of Crystal-bearing silicate melts: An experimental study at high viscosities. *Journal of Geophysical Research*, **100**, p.4215-4229.

- Levesque, S. (1999) Rhéologie de silicates fondus et de laves partiellement cristallisés. *Physique des géomatériaux*, p. 157. Marne-la-Vallée, Institut de Physique du Globe de Paris.
- Midoux. (1993) *Mécanique et rhéologie des fluides en génie chimique*. 513 pp. Lavoisier, Tech & Doc.
- Pinkerton, H., and Norton, G. (1995) Rheological properties of basaltic lavas at sub-liquidus temperatures: laboratory and field measurements on lavas from Mount Etna. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, **68**(4), p.307-323.
- Renner, J., Evans, B., and Hirth, G. (2000) On the rheologically critical melt fraction. *Earth and Planetary Science Letters*, **181**(4), p.585-594.
- Roscoe, R. (1952) The viscosity of suspensions of rigid spheres. *Br. J. Appl. Phys.*, **3**, p.267-269.
- Rosenberg, C.L. (2001) Deformation of partially molten granite: a review and comparison of experimental and natural case studies. *International Journal of Earth Sciences*, **90**(1), p.60 -76.
- Rutter, E.H., and Neumann, D.H.K. (1995) Experimental deformation of partially molten Westerly granite under fluid-absent conditions with implications for the extraction of granitic magmas. *Journal of Geophysical Research*, **100**(B8), p.15,697-15,716.
- Scarfe, C.M., Mysen, B.O., and Virgo, D. (1987) Pressure dependance of the viscosity of silicate melts. In B.O. Mysen, Ed. *Magmatic Processes: Physicochemical principles.*, Geochemical Society, Special Publications. Vol **1**, p.59-67.
- Scherer, G.W. (1984) Use of Adam-Gibbs equation in the analysis of structural relaxation. *Journal of the American Ceramic Society*, **67**(7), p.504-511.
- Spera, F., Borgia, A., Strimple, J., and Feigenson, M. (1988) Rheology of melts and magmatic suspensions 1. Design and calibration of concentric cylinder viscometer with application to rhyolitic magma. *Journal of Geophysical Research*, **93**(B9), p.10273–10294.
- Stein, D.J., and Spera, F.J. (1992) Rheology and microstructure of magmatic emulsions: theory and experiments. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, **49**(1-2), p.157-174.
- Takeda, Y.-T., and Obata, M. (2003) Some comments on the rheologically critical melt percentage. *Journal of Structural Geology*, **25**(5), p.813-818.
- Vigneresse, J.-L., and Burg, J.-P. (2004) Strain-rate-dependant rheology of partially molten rocks. In J. Grocott, B. Tikoff, K.J.W. McCaffrey, and G. Taylor, Eds. *Vertical Coupling and Decoupling in the Lithosphere*, Geological Society, Special Publications, London. Vol **227**, p.327-336.
- Webb, S.L., and Dingwell, D.B. (1990) Non-Newtonian rheology of igneous melts at high stresses and strain rates: experimental results for rhyolite, andesite, basalt and nephelinite. *Journal of Geophysical Research*, **95**(B10), p.15695-15701.

Zarzycki, J. (1982) *Les verres et l'état vitreux*. 391 pp. Masson, Paris.

ANNEXE 4:
EXPERIMENTAL DEFORMATION OF
PARTIALLY CRYSTALLISED MAGMAS
AND CRYSTALLISATION UNDER
COAXIAL STRESS.

Experimental deformation of partially crystallised magmas and crystallisation under coaxial stress.

R. Champallier, B. Scaillet, J. Pons and M. Pichavant.

Magmatic fabrics are common in volcanic and plutonic rocks. In the latter, these textures are often used as markers of regional deformation patterns. However, the origin of such fabrics is still not well understood. The most commonly accepted hypothesis is that these textures originate by a magmatic flow mechanism. Another, still controversial view, is that the strong fabrics are the result of crystallisation under stress. In order to bring constraints on these mechanisms, different types of deformation experiments need to be carried out.

Previous work at Orleans, over the last two years, has concentrated on deforming partially crystallised magmas; first as an attempt to simulate the mechanism of magmatic flow. For this, a new apparatus has been designed (Champallier *et al.*, 2001). However, our apparatus works at relatively high strain rates (10^{-3} to 10^{-5} s⁻¹) and the strain rate can not be controlled independently of the experimental temperature. The duration of our deformation experiments is typically 2 hours at 800°C increasing to 4 days at 500°C. Since crystallisation kinetics become slower at low temperatures, it has not been possible so far, with our apparatus, to crystallise partially our samples in presence of an applied stress. For this reason, we propose to perform deformation experiments at “high” temperatures (700°C) and low strain rates in the Paterson press.

We propose a two-step experimental program comprising:

- First step (Orléans): Synthesis of partially crystallised glass cylinders in IHPV.
- Second step (Bayreuth): Deformation of these cylinders in the Paterson press at a temperature below the synthesis one.

The effect of deformation will be specified by comparing deformed and undeformed charges produced at the same temperature from the same starting materials (see Tab 1 for summary of experiments).

We propose to use, as starting material, a peralkaline rhyolitic obsidian glass from Eburru (Kenya). This is the material we have been using since the beginning of our study, and for which we have determined the phase relations at 1.5 kbar (fig.1). For the first step (static crystallisation in IHPV), partially crystallised samples will be synthesised at 800°C, 1.5 kbar, and various water contents (0 to 2 wt %) (step 1, fig1) and to subsequently deform it in the Paterson press at 1.5 kbar, 700°C (or lower temperature) (step 2, fig1), for strain rates between 10^{-6} to 10^{-7} s⁻¹. Test experiments will be conducted under static conditions at 700°C in order to determine the minimum time needed to allow crystal nucleation and good characterisation of the textures. These time series experiments will thus constrain precisely the duration of the deformation experiments and will allow us to set more precisely the experimental deformation parameters.

We propose to begin the series of deformation experiments with a dry sample for which the bulk viscosity is higher than 10^{10} Pa.s and, in subsequent experiments, to progressively increase the water content by steps of 0.5 wt % up to 2% (Experiments 1 to 5, fig 1) in order to cross the quartz-feldspar cotectic (Experiments 4 and 5, fig1).

This procedure presents the following practical and geological advantages:

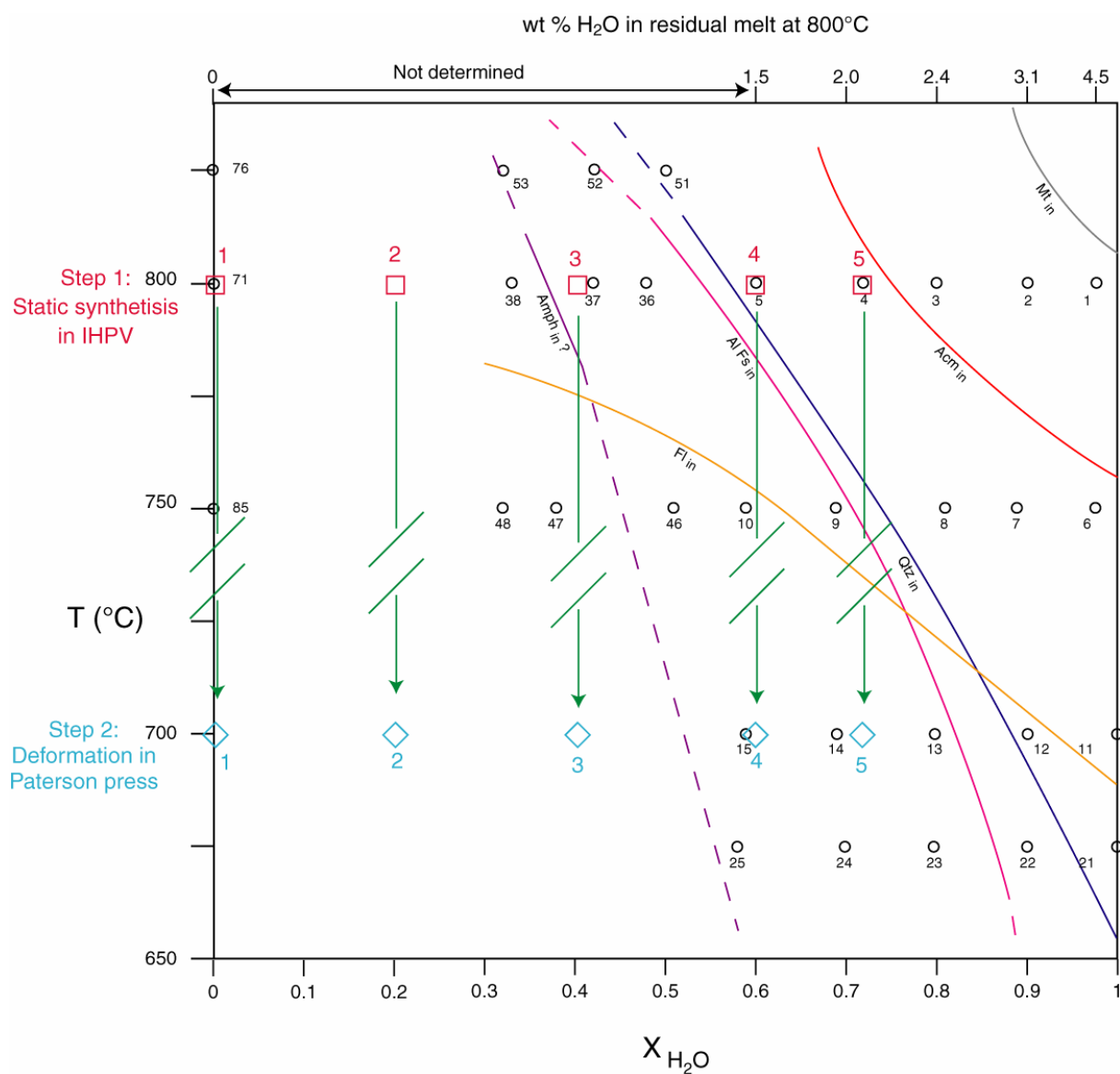
- it allows to start the deformation experiments with a sample of relatively high viscosity, whose behaviour is expected to be “normal” during the deformation experiments (which is not necessarily the case for H₂O-rich near-liquidus melts).
- In experiments 4 and 5, it will permit to compare directly the fabrics of acmite (mineral crystallising during the first step) and the fabrics of quartz and feldspar (minerals crystallising during the deformation, second step).
- it is geologically meaningful because in most granite (for example), phases who show strong fabrics are often the solidus and not the liquidus ones.
- It may allow to investigate the effect and the behaviour of H₂O during deformation.

All textures will be analysed by SEM image analyses and possibly by EBSD.

Schedule: We would like to perform a first series of five experiments, each inferior at 4 days, during 1 month. Depending on the results obtained, a second series of experiments (1 additional month) could be needed. Thus, a total of 2 months access to the Paterson press is asked for. At the same time, access to SEM is needed and possibly to EBSD.

		Static Experiments				Dynamic experiments			
		Starting material	T (°C)	Deformation	Duration	Starting material	T (°C)	Deformation	Duration
Step 1	1	Eburru dry	800	No	7 days				
	2	Eburru + 0.5 wt % H ₂ O	800	No	7 days				
	3	Eburru + 1.0 wt % H ₂ O	800	No	7 days				
	4	Eburru + 1.5 wt % H ₂ O	800	No	7 days				
	5	Eburru + 2.0 wt % H ₂ O	800	No	7 days				
Step 2	1	Step 1-1	700	No	< 4 days	Step 1-1	700	Yes	< 4 days
	2	Step 1-2	700	No	< 4 days	Step 1-2	700	Yes	< 4 days
	3	Step 1-3	700	No	< 4 days	Step 1-3	700	Yes	< 4 days
	4	Step 1-4	700	No	< 4 days	Step 1-4	700	Yes	< 4 days
	5	Step 1-5	700	No	< 4 days	Step 1-5	700	Yes	< 4 days

Tab 1: Summary table of experiments. Red, experiments performed at Orléans. Blue deformation experiments in Paterson press at Bayreuth. Yellow, estimated run duration (see text).



- Experiments that has been driven to determine the phase relations.
- Synthesis of partially crystallised glass.
- ◇ Deformation experiments in Paterson press.

Références

- Arbaret, L., Diot, H., and Bouchez, J.-L. (1996) Shape fabrics of particles in low concentration suspensions: 2D analogue experiments and application to tiling in magma. *Journal of Structural Geology*, **18**, p.941-950.
- Arbaret, L., Mancktelow, N.S., and Burg, J.-P. (2001) Effect of shape and orientation on rigid particle rotation and matrix deformation in simple shear flow. *Journal of Structural Geology*, **23**(1), p.113-125.
- Arzi, A.A. (1978) Critical phenomena in the rheology of partially melted rocks. *Tectonophysics*, **44**(1-4), p.173-184.
- Bagdassarov, N.S., and Dingwell, D.B. (1992) A rheological investigation of vesicular rhyolite. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, **50**(3), p.307-322.
- Benn, K., Paterson, S.R., Lund, S.P., Pignotta, G.S., and Kruse, S. (2001) Magmatic fabrics in batholiths as markers of regional strains and plate kinematics: example of the Cretaceous Mt. Stuart batholith. *Physics and Chemistry of the Earth, Part A: Solid Earth and Geodesy*, **26**(4-5), p.343-354.
- Bottinga, Y., and Richet, P. (1995) Silicate melts: The "anomalous" pressure dependence of the viscosity. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **59**(13), p.2725-2731.
- Bouchez, J.L., Delas, C., Gleizes, G., and Nédélec, A. (1992) Submagmatic microfractures in granites. *Geology*, **20**, p.35-38.
- Brearley, M., Dickinson, J., James E., and Scarfe, C.M. (1986) Pressure dependence of melt viscosities on the join diopside-albite. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **50**(12), p.2563-2570.
- Bridgman, P.W. (1949) *The physics of high pressure*. 445 pp, London.
- Buisson, C., and Merle, O. (2004) Numerical simulation of strain within lava domes. *Journal of Structural Geology*, **26**(5), p.847-853.
- Burg, J.-P., and Vigneresse, J.-L. (2002) Non-linear feedback loops in the rheology of cooling-crystallizing felsic magma and heating-melting felsic rock. In S.D. Meier, M.R. Drury, J.H.P.D. Bresser, and G.M. Pennock, Eds. *Deformation Mechanisms, Rheology and Tectonics: Current Status and Future Perspectives*, Geological Society, Special Publications, London. Vol **200**, p.275-292.
- Castro, J., Manga, M., and Cashman, K. (2002) Dynamics of obsidian flows inferred from microstructures: insights from microlite preferred orientations. *Earth and Planetary Science Letters*, **199**(1-2), p.211-226.
- Champallier, R., Scaillet, B., Pichavant, M., Pons, J., Peilleron, L., Bellenoue, D., and Lefèvre, A. (2001) Preliminary results on experimental deformation of partially crystallised magmas. 26th General Assembly of the European Geophysical Society, p. 258, Nice.
- Chong, J.S., Christiansen, E.B., and Baer, A.D. (1971) Rheology of concentrated suspensions. *J. Appl. Polymer Sci.*, **15**, p.2007-2021.
- Clemens, J.D., and Petford, N. (1999) Granitic melt viscosity and silicic magma dynamics in contrasting tectonic settings. *Journal of the Geological Society of London*, **156**(6), p.1057-1060.
- Couarraze, G., and Grossiord, J.L. (1991) *Initiation à la rhéologie*. 272 pp. Lavoisier, Tech & Doc, Paris.

- Dell'Angelo, L., and Tullis, J. (1988) Experimental deformation of partially melted granitic aggregates. *Journal of Metamorphic Geology*, **6**, p.495-515.
- Devine, J.D., Gardner, J.E., Brack, H.P., Layne, G.D., and Rutherford, M.J. (1995) Comparison of microanalytical methods for estimating H₂O contents of silicic volcanic glasses. *American Mineralogist*, **80**, p.319-328.
- Dingwell, D.B., Bagdassarov, N.S., Bussod, G.Y., and Webb, S.L. (1993) Magma rheology. In R.W. Luth, Ed. *Mineralogical Association of Canada Short Course Handbook on Experiments at High Pressure and applications to Earth's Mantle*. Vol **21**, p.131-196.
- Dingwell, D.B., Romano, C., and Hess, K.-U. (1996) The effect of water on the viscosity of a haplogranitic melt under P-T-X conditions relevant to silicic volcanism. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **124**(1), p.19-28.
- Einstein, A. (1906) Eine neue bestimmung der molekül-dimensionen. *Annales de Physique*, **19**, p.65-72.
- Fernandez, A. (1984) Etude théorique et expérimentale du développement de la fabrique dans les roches magmatiques. Application à l'étude structurale des granitoïdes, p. 238. University of Clermont-Ferrand.
- Fernandez, A. (1988) Strain analysis from shape preferred orientation of magmatic rocks. In C.J. Talbot, Ed. *Geological Kinematics and Dynamics (in honour of the 70th birthday of Hans Ramberg)*, Bulletin of the Geological Institute, University of Uppsala. Vol **14**.
- Fernandez, A., Febesse, J.L., and Mezure, J.F. (1983) Theoretical and experimental study of fabrics developed by different shaped markers in two-dimensional simple shear. *Bulletin de la Société Géologique de France*, **3**(7), p.319-326.
- Fontana, E.H. (1970) A versatile parallel-plate viscosimeter for glass viscosity measurements to 1000°C. *American Ceramic Society Bulletin*, **49**(6), p.594-597.
- Frost, H.J., and Ashby, M.F. (1982) *Deformation-mechanism maps: The plasticity and creep of metals and ceramics*. 167 pp, New York.
- Gaillard, F., Pichavant, M., Mackwell, S., Champallier, R., Scaillet, B., and McCammon, C. (2003a) Chemical transfer during redox exchanges between H₂ and Fe-bearing silicate melts. *American Mineralogist*, **88**(2-3), p.308-315.
- Gaillard, F., Pichavant, M., and Scaillet, B. (2003b) Experimental determination of activities of FeO and Fe₂O₃ components in hydrous silicic melts under oxidizing conditions. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **67**(22), p.4389-4409.
- Gay, N.C. (1968) The motion of rigid particles embedded in a viscous fluid during pure shear deformation of the fluid. *Tectonophysics*, **5**, p.81-88.
- Gent, A.N. (1960) Theory of the parallel plate viscosimeter. *British Journal of Applied Physics*, **11**, p.85-88.
- Giordano, D., and Dingwell, D.B. (2003) Non-Arrhenian multicomponent melt viscosity: a model. *Earth and Planetary Science Letters*, **208**(3-4), p.337-349.
- Giordano, D., and Dingwell, D.B. (2004) Erratum to 'Non Arrhenian multicomponent melt viscosity: a model': [Earth Planet. Sci. Lett. 208 (2003) 337-349]. *Earth and Planetary Science Letters*, **221**(1-4), p.449.
- Gleizes, G., Leblanc, D., and Bouchez, J.L. (1997) Variscan granites of the Pyrenees revisited: their role as syntectonic markers of the orogen. *Terra Nova*, **9**(1), p.38-41.
- Hess, K.-U., and Dingwell, D.B. (1996) Viscosities of hydrous leucogranitic melts: A non-Arrhenian model. *American Mineralogist*, **81**(9-10), p.1297-1300.
- Hess, K.-U., Dingwell, D.B., and Rossler, E. (1996) Parametrization of viscosity-temperature relations of aluminosilicate melts. *Chemical Geology*, **128**(1-4), p.155-163.
- Hess, K.-U., Dingwell, D.B., and Webb, S.L. (1995) The influence of excess alkalis on the viscosity of a haplogranitic melt. *American Mineralogist*, **80**(3-4), p.297-304.

- Hirth, G., and Kohlstedt, D.L. (1995a) Experimental constraints on the dynamics of the partially molten upper mantle 1: Deformation in the diffusion creep regime. *Journal of Geophysical Research*, **100**(B2), p.1981–2002.
- Hirth, G., and Kohlstedt, D.L. (1995b) Experimental constraints on the dynamics of the partially molten upper mantle 2: Deformation in the dislocation creep regime. *Journal of Geophysical Research*, **100**(B8), p.15,441–15,450.
- Holloway, J.R. (1971) Internally Heated Pressure Vessels. In G.C. Ulmer, Ed. *Research techniques for high pressure and high temperature.*, Springer-Verlag, New-York. p.217–258.
- Holloway, J.R. (1973) The system pargasite-H₂O-CO₂: a model for melting of a hydrous mineral with a mixed-volatile fluid--I. Experimental results to 8 kbar. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **37**(3), p.651–666.
- Holloway, J.R. (1992) An internally heated, rapid-quench, high pressure vessel. *American Mineralogist*, **77**, p.643–646.
- Holtz, F., Behrens, H., Dingwell, D.B., and Johannes, W. (1995) H₂O solubility in haplogranitic melts: Compositional, pressure, and temperature dependence. *American Mineralogist*, **80**(1-2), p.94–108.
- Holtz, F., Behrens, H., Dingwell, D.B., and Taylor, R.P. (1992a) Water solubility in aluminosilicate melts of haplogranite composition at 2 kbar. *Chemical Geology*, **96**(3-4), p.289–302.
- Holtz, F., and Johannes, W. (1994) Maximum and minimum water contents of granitic melts: implications for chemical and physical properties of ascending magmas. *Lithos*, **32**(1-2), p.149–159.
- Holtz, F., Johannes, W., Tamic, N., and Behrens, H. (2001) Maximum and minimum water contents of granitic melts generated in the crust: a reevaluation and implications. *Lithos*, **56**(1), p.1–14.
- Holtz, F., Pichavant, M., Barbey, P., and Johannes, W. (1992b) Effects of H₂O on liquidus phase relations in the haplogranite system at 2 and 5 kbar. *American Mineralogist*, **77**(11-12), p.1223–1241.
- Iezzi, G., and Ventura, G. (2002) Crystal fabric evolution in lava flows: results from numerical simulations. *Earth and Planetary Science Letters*, **200**(1-2), p.33–46.
- Ildefonse, B., Launeau, P., Bouchez, J.L., and Fernandez, A. (1992a) Effect of mechanical interactions on the development of shape preferred orientations: a two dimensional experimental approach. *Journal of Structural Geology*, **14**(1), p.73–83.
- Ildefonse, B., and Mancktelow, N.S. (1993) Deformation around rigid particles: the influence of slip at the particle/matrix interface. *Tectonophysics*, **221**(3-4), p.345–359.
- Ildefonse, B., Sokoutis, D., and Mancktelow, N.S. (1992b) Mechanical interactions between rigid particles in a deforming ductile matrix. Analogue experiments in simple shear flow. *Journal of Structural Geology*, **14**(10), p.1253–1266.
- Jeffery, D.J., and Acrivos, A. (1976) The rheological properties of suspensions of rigid particles. *AIChE J.*, **22**, p.417–432.
- Jeffery, G.B. (1922) The motion of ellipsoidal particles immersed in a viscous fluid. *Proceedings of the Royal Society of London*, **102**, p.201–211.
- Jezek, J., Schulmann, K., and Segeth, K. (1996) Fabric evolution of rigid inclusions during mixed coaxial and simple shear flows. *Tectonophysics*, **257**, p.203–221.
- Knoche, R., Dingwell, D.B., and Webb, S.L. (1995) Melt densities for leucogranites and granitic pegmatites: Partial molar volumes for SiO₂, Al₂O₃, Na₂O, K₂O, Li₂O, Rb₂O, Cs₂O, MgO, CaO, SrO, BaO, B₂O₃, P₂O₅, F₂O-1, TiO₂, Nb₂O₅, Ta₂O₅, and WO₃. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **59**(22), p.4645–4652.

- Kouchi, A., Tsuchiyama, A., and Sunagawa, I. (1986) Effect of stirring on crystallization kinetics of basalt: texture and element partitioning. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **93**, p.429-438.
- Lainey, N. (1996) Déformation expérimentale in situ de magmas granitiques., p. 38. Université d'Orléans, Orléans.
- Lange, R.A., and Carmichael, I.S.E. (1989) Ferric-ferrous equilibria in Na₂O-FeO-Fe₂O₃-SiO₂ melts: Effects of analytical techniques on derived partial molar volumes. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **53**(9), p.2195-2204.
- Lejeune, A.M., Bottinga, Y., Trull, T.W., and Richet, P. (1999) Rheology of bubble-bearing magmas. *Earth and Planetary Science Letters*, **166**(1-2), p.71-84.
- Lejeune, A.M., and Richet, P. (1995) Rheology of Crystal-bearing silicate melts: An experimental study at high viscosities. *Journal of Geophysical Research*, **100**, p.4215-4229.
- Levesque, S. (1999) Rhéologie de silicates fondus et de laves partiellement cristallisés. Physique des géomatériaux, p. 157. Marne-la-Vallée, Institut de Physique du Globe de Paris.
- Lofgren, G. (1974) An experimental study of plagioclase crystal morphology: Isothermal crystallisation. *American Journal of Science*, **274**, p.243-273.
- Lofgren, G. (1980) Experimental studies on the dynamic crystallization of silicate melts. In R.B. Hargraves, Ed. *Physics of magmatic processes*, Princeton University Press, Princeton. p.488-550.
- Lucas, I. (1999) Le pluton de Mykonos-Delos-Rhénée (Cyclades, Grèce): Un exemple de mise en place synchrone de l'extension crustale. Sciences de la Terre, p. 407. Université d'Orléans, Orléans.
- Macdonald, R., and Bailey, D.K. (1973) The chemistry of peralkaline oversaturated obsidians. *U.S. Geological Survey Professional Papers*, **440-N**(Part 1), p.1-37.
- Martel, C., Dingwell, D.B., Spieler, O., Pichavant, M., and Wilke, M. (2001) Experimental fragmentation of crystal- and vesicle-bearing silicic melts. *Bulletin of Volcanology*, **63**(6), p.398 - 405.
- Mecklenburgh, J., and Rutter, E.H. (2003) On the rheology of partially molten synthetic granite. *Journal of Structural Geology*, **25**(10), p.1575-1585.
- Medard, E. (2004) Genèse de magmas riches en calcium dans les zones de subduction et sous les rides médio-océaniques : approche expérimentale. Sciences de la Terre. Université B. Pascal de Clermont-Ferrand, Clermont-Ferrand.
- Merle, O. (1998) Internal strain within lava flows from analogue modelling. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, **81**(3-4), p.189-206.
- Midoux. (1993) *Mécanique et rhéologie des fluides en génie chimique*. 513 pp. Lavoisier, Tech & Doc.
- Neuville, D.R., and Richet, P. (1991) Viscosity and mixing in molten (Ca, Mg) pyroxenes and garnets. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **55**(4), p.1011-1019.
- Nowak, M., and Behrens, H. (1995) The speciation of water in haplogranitic glasses and melts determined by in situ near-infrared spectroscopy. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **59**(16), p.3445-3450.
- Paquet, J., and François, P. (1980) Experimental deformation of partially melted granitic rocks at 600-900°C and 250MPa confining pressure. *Tectonophysics*, **68**, p.131-146.
- Paquet, J., François, P., and Nedelec, A. (1981) Effect of partial melting on rock deformation: Experimental and natural evidences on rocks of granitic compositions. *Tectonophysics*, **78**(1-4), p.545-565.
- Paterson, M., and Olgaard, D. (2000) Rock deformation tests to large shear strains in torsion. *Journal of Structural Geology*, **22**(9), p.1341-1358.

- Paterson, M.S. (1990) Rock deformation experimentation. In A.G. Duba, W.B. Durham, J.W. Handin, and H.F. Wang, Eds. *The Brittle-Ductile Transition in Rocks.*, AGU, The Heard Volume, American Geophysical Union Geophysical Monograph, Washington, DC. Vol **56**, p.187-194.
- Pichavant, M. (1987) Effects of B and H₂O on liquidus phase relations in the haplogranite system at 1 kbar. *American Mineralogist*, **72**(11-12), p.1056-1070.
- Pinkerton, H., and Norton, G. (1995) Rheological properties of basaltic lavas at sub-liquidus temperatures: laboratory and field measurements on lavas from Mount Etna. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, **68**(4), p.307-323.
- Ramsay, J.G. (1967) *Folding and fracturing of rocks*. 568 pp, New-York.
- Rees, A.I. (1968) The production of preferred orientation in a concentrated dispersion of elongated and flattened grains. *Journal of Geology*, **76**, p.457-465.
- Renner, J., Evans, B., and Hirth, G. (2000) On the rheologically critical melt fraction. *Earth and Planetary Science Letters*, **181**(4), p.585-594.
- Roscoe, R. (1952) The viscosity of suspensions of rigid spheres. *Br. J. Appl. Phys.*, **3**, p.267-269.
- Rosenberg, C.L. (2001) Deformation of partially molten granite: a review and comparison of experimental and natural case studies. *International Journal of Earth Sciences*, **90**(1), p.60 -76.
- Roux, J., Holtz, F., Lefèvre, A., and Schulze, F. (1994) A reliable high-temperature setup for internally heated pressure vessels: Applications to silicate melt studies. *American Mineralogist*, **79**(11-12), p.1145-1149.
- Roux, J., and Lefèvre, A. (1992) A fast-quench device for internally heated pressure vessels. *European Journal of Mineralogy*, **4**, p.279-281.
- Rutter, E.H., and Neumann, D.H.K. (1995) Experimental deformation of partially molten Westerly granite under fluid-absent conditions with implications for the extraction of granitic magmas. *Journal of Geophysical Research*, **100**(B8), p.15,697-15,716.
- Sack, R.O., Carmichael, I.E.S., Rivers, M., and Ghiorso, M.S. (1980) Ferric-ferrous equilibria in natural silicate liquids at 1 bar. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **75**, p.369-376.
- Scaillet, B., and Evans, B. (1999) The 15 June 1991 Eruption of Mount Pinatubo. I. Phase Equilibria and Pre-eruption P-T-fO₂-fH₂O Conditions of the Dacite Magma. *Journal of Petrology*, **40**(3), p.381-411.
- Scaillet, B., Holtz, F., and Pichavant, M. (1997) Rheological properties of granitic magmas in their crystallization range. In J.L. Bouchez, D.H.W. Hutton, and W.E. Stephens, Eds. *Granite: From segregation of melt to emplacement fabrics.*, Kluwer Academic Publishers, The Netherlands. p.11-29.
- Scaillet, B., Pêcher, A., Rochette, P., and Champenois, M. (1995) The Gangotri granite (Garhwal Himalaya): Laccolithic emplacement in an extending collisional belt. *Journal of Geophysical Research*, **100**(B1), p.585-607.
- Scarfe, C.M., Mysen, B.O., and Virgo, D. (1987) Pressure dependance of the viscosity of silicate melts. In B.O. Mysen, Ed. *Magmatic Processes: Physicochemical principles.*, Geochemical Society, Special Publications. Vol **1**, p.59-67.
- Scherer, G.W. (1984) Use of Adam-Gibbs equation in the analysis of structural relaxation. *Journal of the American Ceramic Society*, **67**(7), p.504-511.
- Schmidt, B.C., Riemer, T., Kohn, S.C., Holtz, F., and Dupree, R. (2001) Structural implications of water dissolution in haplogranitic glasses from NMR spectroscopy: influence of total water content and mixed alkali effect. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **65**(17), p.2949-2964.

- Schulze, F., Behrens, H., Holtz, F., Roux, J., and Johannes, W. (1996) The influence of H₂O on the viscosity of a haplogranitic melt. *American Mineralogist*, **81**(9-10), p.1155-1165.
- Schulze, F., Behrens, H., and Hurkuck, W. (1999) Determination of the influence of pressure and dissolved water on the viscosity of highly viscous melts: Application of a new parallel-plate viscometer. *American Mineralogist*, **84**(10), p.1512–1520.
- Shaw, H.R. (1972) Viscosities of magmatic silicate liquids: an empirical method of prediction. *American Journal of Science*, **272**, p.870-893.
- Siewert, R., Büttner, H., and Rosenhauer, M. (1998) Experimental investigation of thermodynamic melting properties in the system NaCl-KCl at pressures of up to 7000 bar. *Neues Jahrbuch für Mineralogie, Abhandlungen*, **172**(2-3), p.259-278.
- Spera, F., Borgia, A., Strimple, J., and Feigenson, M. (1988) Rheology of melts and magmatic suspensions 1. Design and calibration of concentric cylinder viscometer with application to rhyolitic magma. *Journal of Geophysical Research*, **93**(B9), p.10273–10294.
- Stein, D.J., and Spera, F.J. (1992) Rheology and microstructure of magmatic emulsions: theory and experiments. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, **49**(1-2), p.157-174.
- Stevenson, R.J., Dingwell, D.B., Webb, S.L., and Bagdassarov, N.S. (1995) The equivalence of enthalpy and shear stress relaxation in rhyolitic obsidians and quantification of the liquid-glass transition in volcanic processes. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, **68**(4), p.297-306.
- Takeda, Y.-T., and Obata, M. (2003) Some comments on the rheologically critical melt percentage. *Journal of Structural Geology*, **25**(5), p.813-818.
- Toplis, M.J., Gottsmann, J., Knoche, R., and Dingwell, D.B. (2001) Heat capacities of haplogranitic glasses and liquids. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **65**(12), p.1985-1994.
- Van Der Molen, I., and Paterson, M.S. (1979) Experimental deformation of partially-melted granite. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **70**, p.299-318.
- Vigneresse, J.-L., and Burg, J.-P. (2004) Strain-rate-dependant rheology of partially molten rocks. In J. Grocott, B. Tikoff, K.J.W. McCaffrey, and G. Taylor, Eds. *Vertical Coupling and Decoupling in the Lithosphere*, Geological Society, Special Publications, London. Vol **227**, p.327-336.
- Wang, L., and Zhang, Z. (1997) High temperature phases of pyrophyllite and their evolutionary characteristics. *Chinese Science Bulletin*, **42**(2), p.140-143.
- Webb, S.L., and Dingwell, D.B. (1990) Non-Newtonian rheology of igneous melts at high stresses and strain rates: experimental results for rhyolite, andesite, basalt and nephelinite. *Journal of Geophysical Research*, **95**(B10), p.15695-15701.
- Zarzycki, J. (1982) *Les verres et l'état vitreux*. 391 pp. Masson, Paris.

Liste des Figures

Chapitre II:

Figure II - 1: <i>Représentation du cisaillement pur</i> (le cercle de rayon unitaire r est transformé en ellipse d'axes a et b).....	26
Figure II - 2	27
Figure II - 3	28
Figure II - 4: <i>Représentation schématique d'un ensemble HP pour Autoclave à Chauffage Interne</i> (a: Bouteille de gaz; b: Pompe à air comprimé 500 bars; c: Multiplicateur hydraulique 2000 bars; d: Multiplicateur hydraulique 10000 bars; e: Autoclave; V1 à V6: Vannes; f: Jauge de pression; g: Régulateur de température).....	31
Figure II - 5: <i>Vue d'ensemble d'un autoclave</i> . (En bleu, l'enceinte HP, en rouge: le four, en vert: les obturateurs, en jaune: les bouchons).	33
Figure II - 6: <i>Coupe longitudinale de l'enceinte Haute Pression</i> . (En rouge: le cylindre externe, en bleu: le cylindre interne, en noir: le circuit de refroidissement).....	35
Figure II - 7: <i>Représentation schématique d'un obturateur</i> . (a: Coupe transversale, b: Détails des passages étanches thermocouple/pression et électriques, c: Vue de dessus de l'obturateur).	36
Figure II - 8: <i>Vue en éclaté du four (1^{ère} génération) pour autoclave à chauffage interne</i>	38
Figure II - 9: <i>Vue en éclaté du four (2^{ème} génération) pour autoclave à chauffage interne</i>	40
Figure II - 10: <i>Schéma électrique simplifié de la régulation de température utilisé sur les Autoclaves à chauffage interne</i> (Rég: Régulateur Eurotherm, Tc: Thermocouple, Var: Variateur de puissance, Rp: Résistance principale du four, Ra: Résistance auxiliaire du four).	42
Figure II - 11: <i>Schémas de montage des thermocouples</i> . (a: Représentation schématique d'un thermocouple double, b: Disposition des thermocouples par rapport à la zone isotherme du four).....	43
Figure II - 12: <i>Principe de fonctionnement du système de trempe</i> (Les thermocouples ne sont pas figurés).	44

Chapitre III:

Figure III - 1: Schéma du "parallel-plate viscosimeter" de Fontana (1970).	49
Figure III - 2: Schéma du viscosimètre à plaques parallèles de Schulze <i>et al.</i> (1999).	51
Figure III - 3: Vue éclatée de l'appareil de déformation à ressort.	51
Figure III - 4: Représentation schématique du positionnement de l'appareil par rapport à l'obturateur de l'autoclave, des thermocouples, des zones chaudes et froides.	52
Figure III - 5: Exemple de courbes de calibrage de ressorts (<i>en x, le raccourcissement du ressort; en y, la masse supportée par le ressort</i>).	53
Figure III - 6: Représentation schématique du dispositif utilisé pour le calibrage des ressorts.	53
Figure III - 7: Expression de l'homogénéité (cliché de gauche) ou hétérogénéité (cliché de droite) de la déformation en déformation coaxiale.	59
Figure III - 8: Illustration du principe de fonctionnement des LVDT (nota: Fonctionne de même en position verticale).	61
Figure III - 9: Courbe d'étalonnage de la position du curseur (d) en fonction de la tension U.	62
Figure III - 10: Exemple de courbe de déformation d'un échantillon en fonction du temps (expérience Def 19). En bleu, les données expérimentales; en rouge, les valeurs calculées par ajustement de l'équation III - 11.	64
Figure III - 11: Mesures de viscosité réalisées à 1 bar sur Eburru. Diagramme $\text{Log}_{10} \eta_s = f(10^4/T)$	65
Figure III - 12: Comparaison entre les viscosités théoriques calculées d'après Stevenson <i>et al.</i> (1995) et les viscosités mesurées.	66
Figure III - 13: Expérience de déformation Def 13. Essai de mesure de viscosité d'Eburru à 1 bar - 657°C. L'ajustement 1 correspond à une viscosité de $10^{8.3}$ Pa.s, il ajuste au mieux la première partie de la courbe ($T < 500\text{s}$). L'ajustement 2 correspond à une viscosité de $10^{8.6}$ Pa.s, il ajuste au mieux la deuxième partie de la courbe ($T > 2000\text{s}$). Aucun des 2 ajustements ne donne satisfaction. A cette température, la viscosité d'après Stevenson <i>et al.</i> (1995) est de $10^{8.04}$ Pa.s.	66
Figure III - 14: Vérification de la stabilité dans le temps du système de mesure en temps réel de la déformation. Enregistrement sur 48 heures.	67
Figure III - 15: Vésiculation d'un Echantillon Eburru, synthétisé à 800°C et 150 MPa, puis déformé à 1 bar. (à gauche: vue macroscopique en section basale et longitudinale; à droite: vue en lumière réfléchie au microscope)	69
Figure III - 16: Vue au Microscope Electronique à Balayage d'une charge d'Eburru cristallisée à 800°C, 150 MPa en conditions anhydres. En gris clair: le verre; gris sombre: feldspaths; noir: quartz.	70
Figure III - 17: Photographies au MEB d'une extrusion de magma soulignée par une zone enrichie en amphiboles (Photo de gauche). Une vue plus détaillée (Cliché de droite) laisse apparaître des ségrégations de cristaux et de liquides silicaté.	74

Table III - 1: Table récapitulative des essais de mesures de viscosité réalisés à 1 bar sur Eburru. La viscosité théorique est calculée d'après Stevenson et al. (1995).	64
Table III - 2: Comparaison des charges cristallines obtenues pour Eburru à 800°C, 150 MPa pour des échantillons synthétisés à partir de poudre et de cylindres de diamètres différents (La charge cristalline volumique a été estimée à partir d'images MEB; Fd = Feldspaths, Qz = Quartz).	69
Table III - 3: Pourcentages modaux en fonction de la teneur en H ₂ O totale, des échantillons de Sérifos cristallisés à 850°C et 300 MPa.	71

Chapitre IV:

Figure IV - 1: Représentation schématique de l'appareil à déformer à masse mobile.....	82
Figure IV - 2: Gamme de travail viscosité - taux de déformation de l'appareil de déformation à masse mobile.....	85
Figure IV - 3: Différents types de contacteurs testés. Les dessins 1 et 2 correspondent à des vues de dessus de la butée; dans le cas où les 2 bornes sont situées sur la butée. Dans le cas n°1, les bornes sont réalisées en fil de platine. Dans le cas n°2, elles sont en peinture à l'argent. Le dessin n°3 correspond à la deuxième configuration décrite dans le texte. Une borne est réalisée par la butée, une autre par la cloche.	86
Figure IV - 4: Cylindres d'Eburru de différentes tailles déformés à 300 MPa à différentes températures durant 30 minutes.	88
Figure IV - 5: Comparaison entre les déformations mesurées et la déformation prévue par les modèles de Shaw (1972) et Roscoe (1952).	90
Figure IV - 6: Clichés au Microscope Electronique à Balayage montrant la bordure déshydratée d'un échantillon déformé à 700°C, 300 MPa (à gauche) et les microcristaux poussant durant l'expérience dans les plages de verre (à droite).	91
Figure IV - 7: Profil de teneur en eau de la bordure vers le centre de l'échantillon Def57 (déformé 1 heure à 700°C et 300 MPa).	91
Figure IV - 8: Représentation schématique de l'encapsulage par double cylindre séparé par une feuille d'or.....	94
Figure IV - 9: Scénario du protocole de surhydratation des bordures des échantillons.....	96
Figure IV - 10: Comparaison de l'état de cristallisation entre le cœur d'un échantillon Sérifos 3% (gauche) et sa bordure surhydratée (droite). Clichés au Microscope Electronique à Balayage.	97
Figure IV - 11: Analyses microsonde électronique et profil FTIR dans un échantillon Eburru après expérience à 800°C sous 50 bar d'hydrogène pur. Le zéro de l'axe des abscisses correspond à l'interface gaz - liquide silicaté (dans Gaillard <i>et al.</i> (2003a) - Figure 3 - page 312).	98
Figure IV - 12: Section des échantillons Sérifos 3% H ₂ O _t déformés à 300MPa sous pression partielle d'H ₂	99
Figure IV - 13: Cliché MEB de l'échantillon Def79 déformé sous pression partielle d'H ₂ . Cliché de gauche: la bordure surhydratée; Cliché de droite: phase néoformée dont la croissance est sans doute due à la modification des conditions redox.	100
Table IV - 1: Composition chimique du verre résiduel Sérifos 3% H ₂ O _t après cristallisation à 850°C - 300 MPa.	80
Table IV - 2: Calcul de la masse théorique nécessaire à déformer des échantillons de différentes viscosités et différents diamètres, à différents taux de déformation (relation entre M _p et M _r donnée par l'équation IV-1).	80
Table IV - 3: Tableau synthétique résumant la procédure expérimentale.....	89

Chapitre V:

Figure V - 1: Schéma d'ensemble d'une presse Paterson (échelle 1/10).	109
Figure V - 2: Représentation schématique de la colonne échantillon ($\Phi = 15\text{mm}$ - $L \sim 350\text{mm}$).	111
Figure V - 3: Représentation schématique d'un échantillon cylindrique ayant subi une torsion d'un angle θ .	113
Figure V - 4: Rectification au tour des faces d'un échantillon (à gauche: le mandrin du tour; au centre, en blanc: un échantillon HPG + Corindon, à droite: l'outil diamanté rotatif).	117
Figure V - 5: Disposition de la feuille de Platine par rapport à l'échantillon, la jaquette et les disques d'alumine.	118
Figure V - 6: Etat de surface de la jaquette après expérience de déformation. A gauche, sans feuille de platine entre l'échantillon et la jaquette; à droite, avec feuille de platine.	118
Figure V - 7: Courbes rhéologiques obtenues pour un échantillon HPG contenant 0% de cristaux, à différents taux de déformation.	127
Figure V - 8: Photographie de l'échantillon HPG6c après expérience (PO528).	129
Figure V - 9: Courbe rhéologique obtenue pour l'échantillon HPG6c (expérience PO528).	129
Figure V - 10: Effet de la température sur la viscosité pour des liquides magmatiques (HPG) contenant 0%, 20% et 60% de cristaux (Corindon). Les données de Dingwell <i>et al.</i> (1996) pour leur HPG8 contenant 2.3% d'eau a été reporté pour comparaison avec nos données sur HPG 0% de cristaux.	131
Figure V - 11: Evolution de la viscosité en fonction de la charge cristalline.	134
Figure V - 12: Diagramme logarithmique de la contrainte en fonction du taux de déformation. La pente de la droite donne l'inverse de l'exposant de contrainte n pour une loi de puissance de fluage ($p=1/n$).	135
Figure V - 13: Cliché au MEB de l'expérience PO377	137
Figure V - 14: Image au microscope optique en lumière réfléchie de l'expérience PO377. A gauche, le cliché; à droite, la localisation d'une potentielle bande de cisaillement.	137
Figure V - 15: Grains de corindon fracturés au cours de PO463 (à gauche) comparés aux textures de fracturation tardi-magmatique (à droite, Bouchez <i>et al.</i> , 1992).	139
Figure V - 16: Nid de quartz dans un échantillon HTN partiellement cristallisé.	140
Figure V - 17: Image au MEB de l'expérience de déformation PO464 (en haut à droite) réalisée sur la composition haplotonalitique HTN. Une déformation d'environ 3.7γ a été réalisée à 775°C et 300 MPa. Les clichés <i>a</i> et <i>b</i> (en haut à gauche et en bas à droite) sont des détails illustrant l'effet d'enroulement autour des nodules de quartz. Ces deux clichés montrent des fabriques à 90° l'une de l'autre, à quelques centaines de microns de distance. En bas à gauche, dans l'encadré rouge, l'équivalent non déformé de l'expérience PO464 (en bas à gauche).	141

Table V - 1: Tableau récapitulatif des différentes expériences tests menées en presse Paterson.	122
Table V - 2: Données rhéologiques obtenues en presse Paterson pour des suspensions magmatiques HPG 2.5 % pds H ₂ O dans le liquide silicaté plus des charges de corindon de 0, 20, 60 et 80% vol (nd: non déterminé).....	124
Table V - 3: Comparaison entre les données de viscosités obtenues au cours de cette étude et les données estimées à partir des modèles de Hess et Dingwell (1996) couplé au modèle d'Einstein-Roscoe.	131

Annexes:

Table A1 - 1: Composition chimique en % poids d'Eburru déterminée par analyse à la microsonde électronique. Les analyses de Stevenson <i>et al.</i> (1995) et Gaillard <i>et al.</i> (2003a) sont reportées pour comparaison.	155
Table A1 - 2: Composition chimique en % poids de Sérifos déterminée par analyse à la microsonde électronique.....	156
Table A1 - 3: Composition chimique en % poids de HPG déterminée par analyse à la microsonde électronique et normalisée à 100%.	157
Table A1 - 4: Composition chimique en % poids de HTN déterminée par analyse à la microsonde électronique et normalisée à 100%.	157
Figure A2 - 1: Illustration des différents types de soudure. De gauche à droite:.....	162
Figure A3 - 1: Définition des modules élastiques. a) contrainte coaxiale, b) contrainte tangentielle, c) pression isotrope.	172
Figure A3 - 2: Rhéogramme général présentant la classification des fluides.	175
Figure A3 - 3: Variation du volume spécifique V avec la température: Définition de la température de transition vitreuse T_g (L: Liquide, L_S : Liquide Surfondu, V: Verre, C: Cristal).	180
Figure A3 - 4: Influence de la vitesse de refroidissement U sur la position de T_g ($U_1 < U_2 < U_3$).	181
Figure A3 - 5: Rupture d'un pont Si-O-Si par un élément modificateur (Na), formation d'oxygènes non-pontants.	184
Figure A3 - 6: Viscosité en fonction de la température de magmas et de liquides silicatés anhydres d'intérêt géologique (Levesque, 1999).	185
Figure A3 - 7: Influence de la pression sur la viscosité de liquides de composition Ab-Di (Brearley <i>et al.</i> , 1986).	186
Figure A3 - 8: Influence de l'eau sur la viscosité des liquides silicatés (Hess and Dingwell, 1996).	188
Figure A3 - 9: Influence de la fraction cristalline sur la viscosité des magmas (Lejeune and Richet, 1995).	190
Figure A3 - 10: Diagramme de comportement rhéologique (Fernandez, 1984).	191
Table A3 - 1: Définition des points fixes d'un verre (modifiée après Zarzycki, 1982).	182

Résumé

Le développement des Orientations Préférentielles de Forme (OPF) dans les roches magmatiques est souvent considéré comme résultant de la rotation des cristaux sous l'effet de contraintes anisotropes. Ce mécanisme a été étudié tant du point de vue théorique qu'expérimental. Cependant, les travaux expérimentaux sur le sujet, notamment ceux analogiques ont rarement considéré la cristallisation sous l'effet de contraintes différentielles.

Les travaux entrepris à haute température - haute pression (HT-HP) se proposaient d'étudier ce phénomène ainsi que la rotation des cristaux. Une telle étude nécessite de disposer d'un appareil de déformation des magmas fonctionnant à HT-HP. Ce mémoire présente les tests de deux appareils développés dans cette optique ainsi que ceux réalisés en presse Paterson. Une large place est également consacrée aux artefacts expérimentaux rencontrés et aux moyens mis en œuvre pour les résoudre.

Abstract

The development of shape-preferred orientation in magmas is often attributed to crystal rotation under anisotropic stresses. This mechanism has been investigated on a theoretical and experimental point of view. Previous experimental studies, however, barely consider the crystallisation mechanism under differential stresses.

Experiments performed at high pressure and high temperature (HP-HT) aimed at investigating this process, as well as crystal rotation. Such studies, however, require a device capable of magma deformation at HP-HT. This manuscript presents the tests of two devices specifically developed and the results of some runs performed in a Paterson Press. Most of the discussion is devoted to the experimental artefacts encountered and to the means to solve them.