# Liens entre comportement multiéchelle et mécanismes locaux de déformation à haute température et pression de silicates biphasés représentatifs de la croûte terrestre inférieure

#### ALEXANDRE DIMANOV, JEAN RAPHANEL

Laboratoire de Mécanique des Solides, CNRS UMR 7649, Ecole Polytechnique, 91128 Palaiseau

## **Résumé :**

Le comportement rhéologique à haute température d'agrégats silicatés bi-phasés a été étudié expérimentalement (essais triaxiaux et torsion à haute température et pression). Des observations au microscope à transmission et à balayage ont mis en évidence des microstructures liées à l'histoire locale de déformation. Par des calculs aux éléments finis à l'échelle de quelques grains nous cherchons à comprendre et valider la séquence de mécanismes actifs et leurs liens avec le comportement global.

## **Abstract :**

The rheology of two-phase silicate aggregates has been studied experimentally by triaxial and shear tests at high pressure and temperature. Scanning and transmission microscope observations have shown microstructures linked to the local history of deformation. Through finite element computations at the scale of a few grains, we aim at understanding and validating the sequence of active mechanisms and their link with the macroscopic behavior.

#### Mots clefs : rhéologie, silicates biphasés, hautes températures, cisaillement, simulations numériques

## **1** Introduction

La tectonique des plaques façonne continûment la surface terrestre, du fait des mouvements relatifs entre plaques de lithosphère (croûte et manteau supérieur lithosphèrique) et des déformations qui leurs sont associées. La modélisation des différents contextes géodynamiques associés à ce phénomène se base sur des enveloppes de résistance mécanique de la lithosphère avec la profondeur [1]. Ces enveloppes dépendent du type (structure et minéralogie) de lithosphère, du gradient géothermique et des différents mécanismes de déformation. Schématiquement, la résistance de la croûte supérieure (froide et cassante) est imposée par le glissement frictionnel de blocks rigides le long de failles préexistantes, alors que celle de la croûte profonde (chaude et ductile) est déterminée par la contrainte d'écoulement dans des zones de cisaillement à haute température (T > 500°C). Dans ces conditions et aux vitesses de déformation naturelles (env.  $10^{-14} \text{ s}^{-1}$ ) les silicates constitutifs majeurs (quartz, feldspaths, plagioclases, clinopyroxènes et amphiboles) sont plastiques. Le gradient de microstructures, depuis la périphérie vers le centre de la zone de cisaillement, met en évidence différentes étapes qui entraînent : i) la réduction de taille de grain par recristallisation dynamique, ii) le mélange des phases qui stabilise une granulométrie fine, iii) la localisation de l'essentiel de la déformation au sein de la partie centrale (ultramylonite). On y identifie plusieurs types de micro mécanismes actifs. Outre le maclage mécanique, la plasticité intra cristalline par glissement de dislocations est mise en évidence par la présence de fortes densités de dislocations, de bandes de glissement et de sous joints de grains. Ces caractéristiques indiquent de fortes contraintes d'écoulement et une rhéologie non Newtonienne. Mais, les microstructures mettent aussi en évidence le glissement aux joints de grains et interfaces, le transfert diffusif et la dissolution – précipitation. Ces mécanismes opèrent à faibles contraintes et résultent en une rhéologie Newtonienne. Il n'est pas aisé de déterminer quels sont les mécanismes qui ont prédominé, et donc, le

type de rhéologie et la contrainte d'écoulement à associer à la zone de cisaillement [2]. Pour clarifier ces positions, nous avons réalisé une étude expérimentale et numérique de la rhéologie à haute température de silicates biphasés représentatifs de la croûte profonde.

### 2. Procédures expérimentales

#### 2.1. Elaboration d'échantillons

Les matériaux naturels accessibles en surface sont souvent altérés, contiennent des phases secondaires instables aux conditions expérimentales, ou bien présentent des textures et des fabriques marquées qui les rendent inappropriés pour l'étude. Aussi, nous avons fait le choix de travailler sur des matériaux synthétiques [3] qui ont été élaborés par pressage à chaud isostatique (1150°C, 300 MPa) de poudres minérales obtenues à partir de verre synthétique (plagioclase Anorthite : CaAl<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>8</sub>) et de monocristaux gemme (clinopyroxène Diopside : CaMgSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub>). Les échantillons sont constitués à 70 % (en volume) d'une matrice ductile d'anorthite à grains fins (d = 1 - 5  $\mu$ m) et à 30 % d'une dispersion rigide (renforts) de diopside de forte granulométrie (d = 10 - 50  $\mu$ m). La spectrométrie infra rouge a permis de situer la teneur globale en eau à l'état de traces entre 0.05 – 0.1 % en poids. Ces teneurs en espèces OH et en eau moléculaire, incorporées pendant le processus de fabrication, sont comparables à celles mesurées dans les matériaux naturels préservés d'altération [2].

#### 2.1. Déformation expérimentale

Afin d'obtenir des vitesses de déformation mesurables en laboratoire (env.  $10^{-4}$  à  $10^{-7}$  s<sup>-1</sup>) les expériences de déformation ont été menées dans une presse Paterson [4] à 1100°C - 1200°C, à 400 MPa de confinement, et à des contraintes déviatoriques  $\sigma = 10 - 150$  MPa. Deux types de configuration de chargement ont été réalisés sur des échantillons cylindriques de 1 cm de diamètre: i) le fluage en compression axisymétrique (échantillons de 2 cm de hauteur), ii) la torsion à couple constant, ou à vitesse angulaire constante (échantillons de 1 cm de hauteur). Le premier type d'essais a été réalisé par paliers de contrainte successifs afin de caractériser le comportement rhéologique (dépendance de la vitesse de déformation avec la contrainte). A chaque palier le fluage stationnaire a été obtenu pour un raccourcissement  $\varepsilon < 3$  %. La déformation totale est restée modeste :  $\varepsilon < 25$  %. Le deuxième type d'essais a permis de réaliser de grandes déformations en cisaillement ( $\gamma = 0, 3 - 3$ ) et de caractériser le comportement rhéologique en fonction des évolutions de microstructure. Là aussi, nous avons appliqué des paliers successifs de couples (fluage en torsion), ou de vitesses angulaires. La rupture des éprouvettes a été constatée pour  $\gamma > 2$ . La Figure 1 montre une courbe caractéristique de chargement en torsion. Il apparaît un écrouissage modéré jusqu'à l'obtention d'un régime pseudo stationnaire (contrainte d'écoulement constante) vers  $\gamma = 0.25$ . La vitesse angulaire imposée a été variée à plusieurs reprises et à différents stades de déformation. A chaque variation nous avons attendu l'établissement d'un nouveau régime pseudo stationnaire. L'exposant de contrainte, n, ne varie pas en fonction du taux de déformation et reste proche de l'unité.

#### 3. Résultats

#### **3.1. Données mécaniques**

Les données mécaniques sont corrigées pour la résistance de la jaquette en acier. Elles sont aussi recalculées en termes de contraintes et de vitesses de déformation équivalentes (au sens de Von Mises, [4]). Toutes les données sont ajustées par une loi de comportement du type Norton – Arrhénius :

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = A\sigma^n e^{-\frac{Q}{RT}}$$
(1)



FIG. 1. Courbe de chargement en torsion à 1150°C et 400 MPa de confinement. La vitesse de déformation en cisaillement ( $d\epsilon/dt = 1.6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) a été variée à plusieurs reprises pour obtenir l'exposant de contrainte : n est proche de l'unité à différents taux de déformation. La photo en insert montre la jaquette de l'échantillon marquée par le cisaillement

La Figure 2 montre un diagramme logarithmique des vitesses de déformation en fonction de la contrainte d'écoulement pour les essais axisymétriques (symboles noirs) et pour les essais en torsion (symboles de couleur).



FIG. 2. Diagramme logarithmique de la vitesse de déformation équivalente en fonction de la contrainte équivalente. Les symboles noirs et ceux en couleur représentent les données obtenues en compression et en torsion, respectivement. Les symboles en rouge représentent les données obtenues en fluage par torsion. La ligne pointillée délimite le régime Newtonien (n = 1) du régime non-Newtonien (n = 3 - 4) de plasticité intracristalline (fluage dislocation, [3]).

Les données mécaniques en compression (faibles déformations) et en torsion (grandes déformations) indiquent une rhéologie comparable, de type Newtonien, avec une dépendance linéaire de la vitesse de déformation avec la contrainte (n = 1) en dessous de 100 MPa. Au-delà, la rhéologie est non-Newtonienne, avec n = 3 - 4 [3]. En régime Newtonien, les contraintes d'écoulement sont faibles (2,5 – 50 MPa). Mis à part le modéré et progressif durcissement du matériau avec la déformation (écrouissage observé en torsion,

Fig.1), il y a une bonne correspondance entre les données obtenues en compression et en torsion. D'après les travaux précédents ([3], [5], [6]) en régime Newtonien la déformation serait essentiellement accommodée dans la matrice, par du glissement aux joints de grains, contrôlé par transfert diffusif de matière.

## 3.2. Identification de micromécanismes

L'observation en microscopie électronique à balayage (MEB) confirme que le glissement aux joints de grains dans la matrice est le mécanisme prédominant de la déformation plastique. En particulier, comme pour de nombreuses céramiques et alliages [7], aux grandes déformations ce mécanisme résulte en la formation de cavités inter granulaires (cavitation), dont la coalescence entraîne la microfissuration (endommagement ductile), et enfin la fracturation macroscopique (FIG.3.a). Néanmoins, les inclusions rigides montrent des bandes de glissement et des microstructures de recristallisation dynamique qui révèlent l'opération locale, mais intense, de mécanismes de déformation plastique intracristalline par glissement et montée de dislocations (FIG.3.b). Le maclage mécanique a aussi été observé. Ces mécanismes nécessitent des contraintes nettement plus élevées (> 100 - 150 MPa, [3]) que celles de l'écoulement macroscopique de nos échantillons. Enfin, les renforts les plus larges présentent parfois de la fracturation (FIG.3.a), mais sans que celle-ci se soit propagée à la matrice ductile, qui contrôle le comportement macroscopique.



FIG. 3 – (a) Microscopie électronique à balayage en mode d'électrons rétrodiffusés. La surface d'observation se situe sur un méplat de 2 mm, réalisé à la surface extérieure de l'échantillon cylindrique. Le cisaillement est dextre. On voit la structure matrice-inclusions et la formation de cavités (en noir) à l'échelle des grains de matrice. La coalescence des cavités entraîne la formation de bandes de cavités et de fissuration, inclinées à environs  $30^{\circ}$  par rapport à la direction de contrainte compressive maximale et à environs  $15^{\circ}$  par rapport au plan de cisaillement.

(b) Microscopie électronique à balayage en mode d'électrons secondaires. L'attaque thermique de la surface exposée a révélé les joints de grains de la matrice d'anorthite et les sous grains formés dans le renfort de diopside. L'inclusion rigide et la matrice ductile environnante ont subi une recristallisation dynamique importante du fait du glissement de dislocations et de la restauration par montée.

Ces observations suggèrent que les renforts rigides induisent et subissent des concentrations locales de contrainte. Ce phénomène, bien connu dans les matériaux composites, résulte d'un transfert de charge de la matrice ductile. L'intensité des concentrations locales de contrainte dépend de la géométrie du chargement, de la proportion, de la forme et de la distribution des renforts, mais surtout du contraste rhéologiques des phases.

## **3.3. Simulations numériques**

Afin de quantifier les champs de contraintes apparaissant autour des inclusions de diopside, nous avons réalisé une étude numérique de déformation en cisaillement par éléments finis d'un élément de volume inclusion – matrice. Nous avons considéré les caractéristiques élastiques des phases constituantes (modules de Young de 70 GPa et 170 GPa pour l'anorthite et le diopside, respectivement). En premier lieu, nous n'avons considéré que les propriétés plastiques en régime Newtonien. Aux mêmes conditions de température et de contrainte le contraste rhéologique des phases constituantes est de 60 [3]. Nous avons négligé

l'écrouissage et le glissement à l'interface n'est pas autorisé. L'inclusion est globalement pseudo sphérique, mais comporte des arrêtes anguleuses qui rendent compte de la géométrie des particules de renfort obtenues par broyage. Les simulations en cisaillement d'un élément de volume en 2D été réalisée avec le code SARPP, développé au LMS. La Figure 4 montre les résultats d'une simulation de cisaillement de  $\gamma = 0,1$ . La figure 4(a) montre la distribution de la contrainte de cisaillement. La figure 4(b) montre la distribution de la contrainte verticale. On peut y noter au niveau de l'interface matrice - inclusion de très fortes contraintes compressives et extensives. De façon globale, la matrice supporte des contraintes de quelques dizaines de MPa. Par rapport à la valeur moyenne dans la matrice, et suivant la composante considérée, on voit au niveau de l'inclusion des concentrations locales de contraintes variant entre un facteur 2 et 15.



FIG. 4(a) Contrainte de cisaillement  $\sigma_{12}$ : L'inclusion entraîne une intensification locale de la contrainte d'un facteur d'environ 2 par rapport à la matrice. Fig. 4(b) Contrainte compressive verticale : L'inclusion entraîne une intensification locale de la contrainte d'un facteur d'environs 6 à 15 par rapport à la matrice.

Cette étude démontre que tout en conservant une rhéologie macroscopique Newtonienne, avec une faible contrainte d'écoulement, le matériau composite, hétérogène et contrasté, verra très rapidement apparaître des localisations de contraintes suffisantes pour déclencher des mécanismes de déformation locaux, comme ceux que nous observons : plasticité intracristalline, fracturation, décohésion et probablement du glissement à l'interface. Ces mécanismes fortement non-Newtoniens permettront tout aussi rapidement de relaxer l'état de contraintes locales, sans affecter le comportement macroscopique, qui lui resterait Newtoniens.

## Conclusions

Nous avons étudié la rhéologie à haute température de silicates bi-phasés représentatifs de la croûte profonde, constitués à 70 % d'une matrice ductile d'anorthite et à 30 % d'une dispersion rigide de diopside. Les expériences de déformation indiquent : i) une rhéologie de type Newtonien (dépendance linéaire de la vitesse de déformation avec la contrainte), ii) des contraintes d'écoulement faibles (< 50 MPa), iii) un écrouissage modéré, iiii) la fracturation aux grandes déformations en cisaillement ( $\gamma > 2$ ). L'observation en MEB montre que pour l'essentiel la déformation est accommodée par glissement aux joints de grains de la matrice. Aux grandes déformations ce mécanisme résulte en la formation de cavités intergranulaires (cavitation), dont la coalescence entraîne la fissuration (endommagement ductile), puis la fracturation macroscopique. Néanmoins, les inclusions rigides montrent des macles, des bandes de glissement et des microstructures de recristallisation qui révèlent l'opération locale de mécanismes d'écoulement macroscopique. Une étude numérique aux éléments finis montre que l'hétérogénéité de la microstructure, les effets de forme des renforts et les contraistes de propriétés mécaniques entre phases entraînent des localisations de contraintes suffisantes pour déclencher de tels mécanismes.

## Références

[1]Bürgmann, R.; Dresen, G.. Rheology of the lower crust and upper mantle: evidences from rock mechanics, geodesy, and field observations. *Annu. Rev. Earth Planet. Sci.* 36, 531-567 (2008).

[2]Kenkmann, T.; Dresen, G. Dislocation microstructure and phase distribution in a lower crust shear zone: an example from the Ivrea-Zone, Italy. *Int. J. Earth Sci.* 91, 3, 445-458 (2002).

[3]Dimanov, A. and Dresen, G. Rheology of synthetic anorthite-diopside aggregates: Implications for ductile shear zones. *J. Geophys. Res.* 110, B7, B07203 (2005).

[4]Paterson, M.S.; Olgaard, D. Rock deformation tests to large shear strains in torsion. J. Struct. Geol. 22, 1341-1358 (2000).

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

[6]Dimanov, A.; Lavie, M. P.; Dresen, G.; Ingrin, J.; Jaoul, O.: Creep of polycrystalline anorthite and diopside, *J. Geophys. Res.* 108, B1, (2003).

[7]Bae, D.H; Ghosh, A.K. Cavity growth during superplastic flow in Al-Mg alloy: I. Experimental study. *Acta. Mat.* 50, 993-1009 (2002).