Université de Lille

Laboratoire Unité Matériaux Et Transformation

Ecole doctorale n°104 :
Sciences de la Matière, du rayonnement et de l'environnement

Thèse de doctorat

Spécialité : Science de la matière

Microstructures de transformation et déformation dans le manteau terrestre : application au périclase et à la wadsleyite

---

Présentée par

Estelle Ledoux

Dirigée par

Sébastien Merkel et Damien Jacob

Soutenue le 20 octobre 2021 devant le jury composé de :

Jannick Ingrin	Univ. Lille	Président de jury
Sylvie Demouchy	Univ. Montpellier II	Rapporteur
Daniele Antonangeli	Sorbonne Univ.	Rapporteur
Jonathan Amodeo	Univ. Lyon 1	Examinateur
Isabelle Daniel	Univ. Claude Bernard Lyon 1	Examinateur
Sébastien Merkel	Univ. Lille	Directeur de thèse
Damien Jacob	Univ. Lille	Co-directeur de thèse

Mai 2018 - Octobre 2021

Remerciements

Ce travail de thèse n'aurait pas été possible sans l'aide de mes encadrants, de mes collègues, de mes amis et de ma famille.

Je remercie tout d'abord le jury qui a accepté d'évaluer ma thèse. Merci à Sylvie Demouchy et Daniele Antonangeli d'avoir bien voulu être rapporteurs et à Isabelle Daniel, Jonathan Amodeo et Jannick Ingrin d'en être les examinateurs. Merci pour l'intérêt que vous portez à mon travail.

Je remercie ensuite mes directeurs de thèse, Sébastien et Damien, d'avoir proposé ce sujet de thèse et d'avoir pensé que j'étais capable de réaliser ce travail. J'aime à croire que vous avez eu raison, puisque nous arrivons au terme de ce doctorat, et j'espère avoir été à la hauteur. Merci de m'avoir appris, accompagné, corrigé, de m'avoir montré la voie, mais aussi de m'avoir fait confiance. Vous avez été disponibles quand j'avais besoin de discuter et m'avez poussé à faire plus que simplement répondre à mon sujet de thèse. Vous m'avez offert une base solide pour continuer dans la recherche et un important éventail de techniques et méthodes qui ne pourra que m'aider dans le futur. Merci pour ces trois années d'apprentissage, qui sont passées si vite !

Et un grand merci à Nadège qui m'a aiguillée vers ce sujet de thèse. Sans ton intervention, je serais peut-être passée à côté de tout ça.

Je remercie aussi mes collègues doctorants. Ceux du bureau 210, Pierre-Marie, Maroua, Shanshan qui m'ont accueilli, puis Maxime, Cuong et Vincent qui m'ont accompagné jusqu'à la fin. Jeff, Tommaso, Konstantinos, Dan et Matthias qui, même depuis l'autre bout du couloir, font partie de notre petit groupe. Et ceux avec qui on se croise moins souvent, dans les couloirs ou autour d'un verre. Thanks for these three years guys, you made them great !

Je voudrais aussi remercier l'équipe du projet TIMEleSS. Faire partie de cette équipe m'a apporté beaucoup. Merci à Carmen de m'avoir invité à mon premier temps de faisceau sur un synchrotron, merci à Sergio de m'avoir accueillie à Potsdam pour tenter

de développer un processus d'extraction d'échantillons pour la microscopie électronique, merci à Federica (et Samira) d'avoir partagé avec moi l'expérience de l'école des Houches, merci à Sébastien de nous avoir enseigné la cristallographie multigrain et merci à Tine de nous avoir expliqué la sismologie. Merci à Morvarid pour ta collaboration sur la déformation de la wadlseyite. Merci à Julien d'avoir toujours été là pour nous soutenir ou nous guider sur les manip, pour nous conseiller ou juste pour une discussion. Merci enfin à Jeff et Matthias, pour nos échanges et nos travaux communs. Merci à vous tous pour votre gentillesse, votre implication et votre écoute. Ce projet donne une vraie force à ma thèse, celle de la collaboration et de l'interdisciplinarité.

Pour l'autre partie de ma thèse, c'est une autre équipe je voudrais remercier. Lowell, Feng, Samantha et Rose, de l'université de l'Utah, qui m'ont fait confiance pour l'analyse de leurs échantillons et m'ont accueilli au laboratoire d'Argonne, près de Chicago. Merci à vous pour cette expérience ! Sans oublier Franck, de Lille, qui nous a remis sur la bonne voie pour l'interprétation des données microstructurales !

Je remercie aussi Olivier Castelnau de m'avoir expliqué la modélisation VPSC. Merci d'avoir pris un peu de ton temps pour discuter et m'aider avec le logiciel !

Je remercie l'université de Lille et le laboratoire UMET d'avoir financé et hébergé cette thèse. Sans vous, ce travail n'aurait pas été possible. Je n'oublie pas les collègues de l'UMET. Merci aux membres de l'équipe MTP, ça a été un plaisir de faire partie de cette équipe, petite mais conviviale. Merci à Ahmed et Alexandre pour leur enseignement et leur aide en microscopie électronique et pour la préparation d'échantillons. Pour nos longues discussions durant les séances de polissage ou bien en attendant la fin des cartographies EBSD. Merci à Damien de m'avoir accompagné au MET et d'avoir pris le temps de m'apprendre à l'utiliser. Merci à Anne-Marie et Damien (Creton) pour leur aide dans la préparation de mes échantillons. Merci à David Troadec (de l'IEMN) pour la préparation des lames minces pour le MET. Et merci à tous les autres que je ne peux citer ici sans étendre ces remerciements sur plusieurs pages. Mon temps passé à l'UMET restera un très bon souvenir grâce à votre accueil, votre écoute et votre gentillesse.

Je dois un remerciement particulier à Jeff qui m'a accompagné au long de ma thèse. Thanks Jeff for being my lab mate. It was nice working with you and having someone to talk during polishing or DAC loading, to discuss our loading strategy or to try to solve some script issues. You taught me so much. Thank you.

Pour finir, je voudrais remercier mes parents et mes frères et sœurs. Vous m'avez soutenu depuis le début. Simplement en étant là, derrière moi. C'est aussi grâce à vous que je suis arrivée jusqu'au doctorat. Merci.

Pour finir, j'ai beaucoup apprécié travailler avec vous tous et j'espère que nous aurons encore l'occasion de collaborer. En attendant, je vous invite à découvrir le fruit de ce travail.

En espérant que le résultat sera à la hauteur de vos attentes,

Estelle

Table des matières

Remerciements **3**

Résumé **11**

Abstract **13**

Résumé grand public **15**

Plain language summary **17**

Introduction **19**

1 L'importance des microstructures des minéraux dans notre compréhension du manteau terrestre **23**

1.1 Le manteau terrestre 23

1.1.1 Les enveloppes de la Terre 23

1.1.2 Le manteau supérieur 27

1.1.3 La zone de transition du manteau 27

1.1.4 Le manteau inférieur 29

1.1.5 Géodynamique du manteau terrestre 29

1.2 Microstructure et déformation plastique dans les polycristaux 30

1.2.1 La microstructure des polycristaux 31

1.2.2 Déformation plastique dans les cristaux 32

1.2.3 Lien entre déformation plastique et anisotropie sismique 36

1.3 Retour sur la zone de transition du manteau 37

1.3.1 Observation de l'anisotropie sismique 38

1.3.2 Origines possibles de cette anisotropie sismique 39

2 Méthodes **45**

2.1 Expériences de déformation à hautes pressions 46

2.1.1 La presse multi-enclumes D-DIA . . . 46
2.1.2 La cellule à enclumes de diamant . . . 47
2.1.3 Préparation des échantillons . . . 48
2.2 Caractérisation in-situ . . . 50
2.2.1 Radiographie en D-DIA . . . 50
2.2.2 Diffraction sur poudre en D-DIA . . . 52
2.2.3 Diffraction mutligrain en CED . . . 55
2.3 Caractérisation post-mortem . . . 58
2.3.1 Préparation des échantillons . . . 58
2.3.2 Diffraction des électrons retro-diffusés (EBSD) . . . 59
2.3.3 Microscopie électronique en transmission (MET) . . . 62
2.3.4 Carte d'orientation dans le MET . . . 65
2.3.5 Traitement des cartographies d'orientation avec MTEX . . . 67
2.4 Modélisation de la déformation plastique dans les polycristaux . . . 69

3 Effet de la pression et de la température sur les mécanismes de déformation dans le périclase MgO 71

3.1 Problématique . . . 71
3.2 Matériel et méthodes . . . 74
3.2.1 Expériences de déformation à haute pression et haute température 74
3.2.2 Caractérisation in-situ . . . 76
3.2.3 Caractérisation post-mortem . . . 76
3.3 Résultats . . . 78
3.3.1 Observations générales . . . 78
3.3.2 Comportement mécanique des échantillons pendant la déformation 79
3.3.3 Microstructures post-mortem dans les échantillons déformés à *haute température* . . . 79
3.3.4 Microstructures post-mortem dans les échantillons déformés à *moyenne température* . . . 83
3.3.5 Microstructures post-mortem dans l'échantillon déformé à *haute pression* . . . 84
3.3.6 Microstructures à l'échelle du grain . . . 84

3.3.7 Cartes d'orientation à haute résolution . . . 85
3.4 Discussion . . . 90
3.4.1 Mécanismes de déformation caractérisés par les données mécaniques 90
3.4.2 L'effet de la contrainte sur la plasticité du périclase . . . 90
3.4.3 Comparaison générale des microstructures . . . 91
3.4.4 Mécanisme de déformation du périclase à *haute température* . . 93
3.4.5 Les systèmes de glissement du périclase . . . 95
3.4.6 Plasticité du périclase à hautes pressions et hautes températures 95
3.4.7 Implications pour le manteau terrestre . . . 97
3.5 Conclusion du chapitre . . . 100

4 Transformation de l'olivine en wadsleyite aux conditions de la discontinuité à 410 km de profondeur dans le manteau 103
4.1 Problématique . . . 103
4.2 Méthodes . . . 106
4.2.1 Transformation de l'olivine en wadsleyite à haute pression et haute température . . . 106
4.2.2 Caractérisation in-situ de la microstructure . . . 111
4.2.3 Traitement des données d'orientation avec MTEX . . . 111
4.3 Résultats . . . 112
4.3.1 Transformation dans un monocristal d'olivine . . . 112
4.3.2 Transformation dans un polycristal d'olivine . . . 114
4.4 Microstructures de transformation à haute pression et haute température 117
4.4.1 Taille des grains . . . 117
4.4.2 Orientation préférentielle . . . 118
4.5 Analyse du mécanisme de transformation de l'olivine en wadsleyite à partir de l'orientation préférentielle . . . 120
4.6 Effet de la taille de grain sur le style de transformation . . . 124
4.7 Implications pour le manteau . . . 124
4.8 Conclusion du chapitre . . . 125

5 La déformation par glissement des dislocations dans la wadsleyite 127
5.1 Problématique . . . 127

5.2 Matériaux et méthodes . . . 129
5.2.1 Déformation haute pression et haute température . . . 130
5.2.2 Caractérisation in-situ de la microstructure . . . 132
5.2.3 Modélisation numérique de la déformation plastique . . . 132
5.3 Résultats expérimentaux : orientation préférentielle dans la wadsleyite déformée en compression . . . 138
5.4 Revue des textures expérimentales : nos résultats et ceux des études antérieures . . . 141
5.5 Vers une interprétation des textures expérimentales . . . 146
5.6 Plasticité de la wadsleyite à haute pression et température et implications pour le manteau . . . 150
5.7 Simulation de l'anisotropie sismique à partir de ces modèles de déformation 153
5.8 Conclusion du chapitre . . . 156

6 Simulation des signaux sismiques induits par la texture de la wadsleyite dans le manteau 158
6.1 Problématique . . . 158
6.2 Techniques de modélisation . . . 160
6.3 Modélisation de l'anisotropie sismique dans différents scenarii . . . 166
6.3.1 Exemple d'une zone de subduction . . . 166
6.3.2 Exemple d'un panache mantellique . . . 170
6.4 Implications pour le manteau . . . 174
6.4.1 Evaluation critique de nos modèles simplifiés du manteau . . . 174
6.4.2 Anisotropie sismique : modèles vs. observations . . . 176
6.5 Conclusion du chapitre . . . 179

Conclusion générale 183

Bibliographie 187

Liste des figures 204

Liste des tableaux 220

Annexe Manuscrit en cours de soumission 225

Résumé

La microstructure des roches est caractéristique des conditions de pression, de température et de déformation qu'elles subissent. Dans le manteau terrestre, les microstructures affectent la forme des signaux sismiques en générant, par exemple, de l'anisotropie sismique. L'interprétation des mesures sismiques en terme de microstructures demande, en revanche, de connaître les mécanismes de déformation plastique des minéraux qui composent le manteau.

Dans cette thèse, j'utilise des expériences en laboratoire pour étudier les microstructures qui peuvent apparaître dans les minéraux du manteau. Je me concentre sur trois cas : la déformation du périclase MgO à haute pression et haute température, la transformation de l'olivine $(Mg,Fe)_2SiO_4$ en wadsleyite aux conditions de la discontinuité à 410 km de profondeur dans le manteau, et la déformation de la wadsleyite à haute pression et haute température.

J'identifie les microstructures produites dans des polycristaux pendant les expériences de déformation / transformation à travers des analyses in-situ par diffraction des rayons-X en utilisant la diffraction sur poudre et la cristallographie multigrain, et post-mortem par microscopie électronique à balayage et en transmission. Mes résultats montrent, entre autres : i) que l'augmentation de la température implique une transition de mécanisme de déformation dans le périclase polycristallin, avec du fluage dislocation à basse température et du glissement aux joints de grain à 1270 K, ii) que dans le régime de fluage dislocation les systèmes de glissement dominants changent en fonction de la pression et la température, iii) qu'aux conditions de la discontinuité à 410 km de profondeur, la transformation de l'olivine en wadsleyite n'est pas cohérente et donc détruit les microstructures de la roche parent, et iv) que l'activité des systèmes de glissement dans la wadsleyite, et donc la texture et l'anisotropie sismique, dépend de la température et de la teneur en eau de la wadsleyite.

Pour finir, à partir des microstructures observées dans la wadsleyite déformée, je

modélise les observables sismiques dans différents scenarii, une zone de subduction et un panache mantellique, et les compare aux observations sismiques de littérature pour discuter ces résultats de minéralogie expérimentale.

Abstract

The microstructure of rocks depends on the conditions of pressure, temperature and deformation they undergo. In the Earth's mantle, microstructures affect the seismic signals, in the form of seismic anisotropy, for instance. The interpretation of seismic observations in terms of microstructures, however, requires a good knowledge of plastic deformation in mantle minerals.

In this thesis, I am using laboratory experiments to investigate the microstructures that can form in mantle's minerals. I am focusing on three cases : the deformation of periclase at high pressure and high temperature, the transformation of $(Mg,Fe)_2SiO_4$ olivine into wadsleyite at conditions relevant for the 410 km depth discontinuity, and the deformation of wadsleyite at high-pressure and high-temperature.

I identify microstructures in polycrysals resulting from deformation / transformation experiments using in-situ X-rays diffraction analysis using powder diffraction and multi-grain crystallography, and post-mortem scanning and transmission electron microscopy characterization. My results show : i) that an increase of temperature induces a transition of dominant deformation mechanism in polycrystalline periclase, with dislocation creep at low temperatures and grain boundary sliding at 1270 K, ii) that an increase of pressure and temperature induces change of dominant slip systems in periclase, iii) that at conditions of the 410 km depth discontinuity, the transformation from olivine to wadsleyite is not coherent and erases the microstructures of the parent rocks, and iv) that the activity of the slip systems in wadsleyite, and so the texture and anisotropy, depend on temperature and the water content of wadsleyite.

Finally, from the microstructures observed in the deformed wadsleyite, I simulate seismic observables in different scenarii, a subduction zone and a mantle plume, and compare the results to seismic anisotropy from the literature to discuss the predictions of the mineralogy experiments.

Résumé grand public

Seules les structures les plus externes de la Terre (<200 km de profondeur) nous sont accessibles pour un échantillonnage direct. Pour construire des modèles de la Terre interne, nous avons recours à des mesures indirectes comme la sismologie, ou bien à des expériences en laboratoire qui testent le comportement des roches aux conditions de l'intérieur de la Terre. Dans cette thèse, je détermine les microstructures, i.e. la forme, la taille et l'orientation des cristaux, envisageable dans les minéraux du manteau pour pouvoir interpréter les observations sismiques et caractériser la déformation dans le manteau. Pour cela, j'étudie la déformation de deux composants majeurs du manteau, la wadsleyite et le périclase, à travers des expériences à haute pression et température. Je caractérise les microstructures de la roche et leur évolution au cours de la déformation par diffraction des rayons-X sur ligne synchrotron. Après la déformation, certains échantillons sont analysés en microscopie électronique. Finalement, nous comparons nos observations expérimentales aux observations sismiques pour en déduire des scénarios de déformation dans le manteau terrestre.

Plain language summary

Only the shallowest structures of the Earth (<200 km depth) are accessible for direct sampling. To build geodynamical models of the Earth, indirect measurement techniques are required, such as seismology or laboratory experiments that test the behavior of the rocks at the pressure and temperature conditions of the Earth's interior. In this thesis, I characterize the microstructures, i.e. the shape, size and orientation of the crystals, that can appear in mantle minerals in order to interpret the observations from sismology and attempt to map deformation in the mantle. To this aim, I study the deformation of two of the main mantle minerals, wadsleyite and periclase, through high-pressure and high-temperature experiments. I characterize the microstructures of the rocks and their evolution during deformation using X-ray diffraction on synchrotron beamline. After deformation, some samples are recovered and analyzed using electron microscopy. Finally, we compare our experimental observations to seismic observations in order to decipher movements of matter in the Earth's mantle.

Introduction

La structure et la dynamique interne de la Terre restent un sujet d'étude et de recherche avec des conséquences sur notre vie en surface, telles que la tectonique des plaques, le champ magnétique, les séismes ou le cycle du carbone. Si nous commençons à avoir une bonne idée de la structure et de la dynamique générale de la planète, la dynamique locale et la déformation des roches associée dans le manteau, par exemple, restent encore à clarifier. Pour sonder l'intérieur de la Terre, nous utilisons la sismologie, qui étudie la propagation des ondes sismiques dans la planète entière. Cette technique est une source de données fondamentale car elle permet d'observer des régions inaccessibles à l'observation directe.

Le découpage de la Terre en plusieurs grandes enveloppes concentriques, par exemple, découle de l'observation d'importants sauts de vitesse des ondes sismiques qui traversent la planète. Couplées à nos connaissances des propriétés de roches et composés sous hautes pressions et hautes températures, ces sauts de vitesse sismiques sont interprétés comme un changement de nature des roches du manteau et des métaux du noyau. A une résolution plus fine, la sismologie mesure des discontinuités sismiques secondaires à 410, 520 et 660 km de profondeur dans le manteau. Les amplitudes plus faibles de ces sauts de vitesse sismique sont interprétées comme le produit de transformations polymorphiques des minéraux, plutôt que résultant d'un changement radical de composition comme entre le manteau et le noyau.

Des observations plus fines encore rapportent des variations d'anisotropie sismique des roches du manteau. Dans le manteau supérieur, la forte anisotropie sismique mesurée est expliquée par l'orientation préférentielle de l'olivine, son composant majeur, sous l'effet de la déformation plastique. Cependant, dans la zone de transition du manteau et dans le manteau inférieur l'interprétation des observations d'anisotropie sismique est encore débattue. En effet, l'absence d'anisotropie sismique dans le manteau inférieur n'est pas compatible avec la déformation par glissement des dislocations souvent rapportée

par la littérature. Dans la zone de transition du manteau, nous ne connaissons pas encore assez bien l'origine des microstructures de la wadsleyite, ce qui limite nos capacités d'interprétation des observations sismiques pour les lier à des processus géodynamiques.

Ainsi, il nous est nécessaire de mieux comprendre les mécanismes de transformation de phase et de déformation plastique qui produisent les microstructures dans les roches dans la zone de transition du manteau et dans le manteau inférieur pour avancer dans l'interprétation de l'anisotropie sismique. Pour cela, nous nous servons de la minéralogie expérimentale, une discipline qui permet d'étudier le comportement mécanique et l'évolution de la microstructure des roches en laboratoire, dans des conditions contrôlées permettant de reproduire celles du manteau. L'objectif de cette thèse est d'utiliser l'expérimentation en laboratoire pour décrire les microstructures que peuvent produire la transformation et la déformation plastique de deux composants majeurs du manteau, le périclase et la wadsleyite, à hautes pressions et hautes températures. Les microstructures observées dans nos expériences pourront ensuite être utilisées pour déchiffrer l'anisotropie sismique mesurée dans le manteau et comprendre la déformation des roches dans la zone de transition du manteau (où la wadsleyite est la phase majeure) et dans le manteau inférieur (où le périclase contrôle la déformation).

Le premier chapitre de la thèse présente le contexte géodynamique et les sources de microstructure potentielles dans les minéraux du manteau. J'y résume la structure interne de la Terre dans l'état actuel de nos connaissances, à travers les différentes enveloppes de la Terre et les modèles géodynamiques récents. J'y aborde les mécanismes de déformation plastique courants dans les minéraux puis les mécanismes de transformation de l'olivine en wadsleyite, ainsi que les microstructures qu'ils sont susceptibles d'induire dans le polycristal.

Au cours de cette thèse, j'ai réalisé deux travaux assez différents : une étude microstructurale post-mortem sur des échantillons de périclase déformés en presse D-DIA et une étude in-situ des microstructures de transformation et de déformation dans la wadsleyite. Ces deux études reposent sur différentes techniques de déformation et de caractérisation des échantillons. Pour l'analyses des microstructures dans le periclase déformé en D-DIA, nous utilisons principalement la microscopie électronique à balayage et la microscopie électronique en transmission. Pour l'étude des microstructures dans la wadsleyite, nous utilisons la cellule à enclume de diamant pour la déformation à

haute pression et haute température, et la technique de la cristallographie multigrain pour la caractérisation in-situ des microstructures. Enfin, pour l'interprétation des microstructures dans nos échantillons nous utilisons des simulations numériques. Toutes ces techniques sont présentées dans le chapitre 2 de la thèse, et le détail des conditions d'utilisation précisé dans chacun des chapitres.

Les chapitres 3, 4 et 5 présentent nos résultats expérimentaux : le chapitre 3 traite de l'effet de la pression et de la température sur l'évolution des microstructures dans des polycristaux de périclase déformés, le chapitre 4 présente les microstructures produites par la transformation de l'olivine en wadsleyite aux conditions de la discontinuité à 410 km de profondeur dans le manteau, et le chapitre 5 décrit les microstructures observées pendant la déformation plastique dans la wadsleyite à haute pression et haute température. L'étude de la déformation du périclase n'était pas prévue dans la thèse. L'analyse de ces échantillons devait me servir à me former sur la méthode de microscopie électronique à balayage et la technique de la diffraction des électrons retro-diffusés. Cette étude a cependant mené à des résultats très intéressants que nous avons inclus à mes travaux de thèse. Ainsi, ce chapitre sera indépendant des trois autres chapitres de résultats, qui portent sur les microstructures dans la wadsleyite aux conditions de la discontinuité à 410 km de profondeur dans le manteau. Enfin, dans le chapitre 6 je présente des modèles simples basés sur nos résultats expérimentaux et sur les modèles géodynamiques de la littérature dans l'idée de comparer l'anisotropie sismique prédite par nos résultats de minéralogie expérimentale à l'anisotropie sismique mesurée dans la Terre.

A travers ce travail, nous testons les différentes sources d'anisotropie sismique dans la MTZ et discutons de nos résultats expérimentaux via la modélisation et la comparaison avec les observations sismiques.

Chapitre 1

L'importance des microstructures des minéraux dans notre compréhension du manteau terrestre

1.1 Le manteau terrestre

1.1.1 Les enveloppes de la Terre

Seuls les premiers 200 km de l'intérieur de la Terre peuvent être directement échantillonnés. Pour connaître la structure interne de la planète, nous avons alors recours à une technique d'imagerie indirecte, la sismologie.

La sismologie étudie les propriétés (vitesse, amplitude, polarisation,..) des ondes sismiques qui ont parcouru la Terre pour en déduire les caractéristiques des roches que ces ondes ont traversées. Pour échantillonner la Terre profonde ce sont les ondes de volume P (pour 'Premières') et S (pour 'Secondes') qui sont le plus souvent utilisées. En effet, la vitesse de propagation de ces ondes est directement liée aux propriétés des roches dans lesquelles elles circulent :

$$V_p = \sqrt{\frac{4\mu/3 + K_s}{\rho}} \; et \; V_s = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}} \tag{1.1}$$

avec V_p la vitesse des ondes P, V_s la vitesse des ondes S, μ le module de cisaillement, K_s le module d'incompressibilité, et ρ la masse volumique. L'étude de la vitesse de ces ondes a permis de retracer la variation des ces paramètres (K_s, μ, ρ) dans la Terre. Le

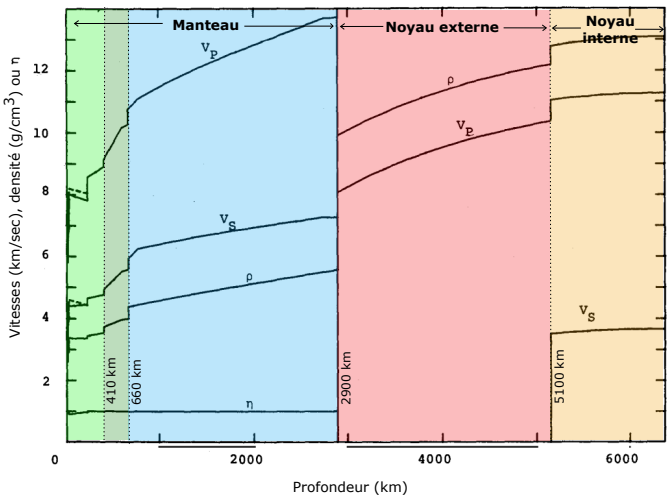

FIGURE 1.1 – Profils moyens des vitesses sismiques, de la masse volumique et du paramètre d'anisotropie η depuis la surface vers le centre de la Terre donnés par le modèle PREM (DZIEWONSKI et ANDERSON, 1981). Le diagramme est annoté avec le nom et les limites des différentes enveloppes de la Terre.

modèle PREM (DZIEWONSKI et ANDERSON (1981), voir fig. 1.1), est l'un des premiers modèles globaux de la variation moyenne radiale (verticale) de ces paramètres dans la Terre. Il suggère clairement que la Terre est divisée en plusieurs 'coquilles', ou couches, avec des compositions différentes. Les discontinuités sismiques les plus importantes délimitent quatre grands compartiments : la croûte terrestre, le manteau, le noyau externe et le noyau interne. La croûte est l'enveloppe la plus externe, froide et rigide. C'est la couche de la Terre qui est la plus facile à échantillonner, et les structures géologiques observées à sa surface commencent à être bien comprises. Le manteau est généralement caractérisé par le fluage ductile de ses roches (à l'exception de la partie supérieure du manteau supérieur), qui permet l'évacuation d'une partie de la chaleur interne de la Terre par convection. Le noyau externe est majoritairement composé de métal liquide et est responsable du champ magnétique de la Terre. Le noyau interne, au contraire, est composé de métal solide.

Le manteau est donc un compartiment très important puisqu'il assure la dissipation de la chaleur du noyau vers la surface de la planète. Ce transport de chaleur se fait en partie par convection, c'est à dire par mouvement de matière chaude vers la surface, et donc de matière froide vers le noyau. La convection du manteau est importante,

d'abord parce qu'elle participe à évacuer la chaleur interne de la Terre, mais aussi parce que les mouvements de matière dans le manteau entraînent le mouvement des plaques lithosphériques, formées par la croûte et la partie supérieure du manteau supérieur, et donne lieu à la tectonique des plaques.

Etudier les mouvements de matière dans le manteau est donc crucial pour expliquer les structures géologiques, mais aussi pour comprendre le fonctionnement global de notre planète. Dans sa conférence d'introduction à l'école d'été 'Deep Earth' (Ecole de physique des Houches, 2018), Xavier LePichon donnait son sentiment qu'avec nos avancées dans la compréhension des structures du manteau et de leur évolution, nous approchons d'une transition de l'étude de la tectonique des plaques vers une étude de la tectonique globale.

Cependant les mouvements de matière dans le manteau sont complexes. En effet, le manteau n'est pas totalement homogène, comme le montre la sismologie (Fig. 1.2), mais est subdivisé par des discontinuités sismiques plus fines à 410, 520 et 660 km de profondeur (Fig. 1.1). Ces discontinuités ne sont pas assez importantes pour être liées à des changements physiques et chimiques radicaux, comme c'est le cas entre le manteau, le noyau externe et le noyau interne. Il a donc été proposé que ces discontinuités résultent de changements minéralogiques (transformations de phase) dans un manteau qui conserve une chimie globalement constante (Birch, 1952). Cette chimie homogène des roches du manteau a été déterminée plus tard par Ringwood (1962a) et nommée 'pyrolite'. La pyrolite est une composition théorique définie à partir de la composition des magmas basaltiques et des péridotites résiduelles produites par la fusion partielle du manteau (Ringwood, 1962a). Elle serait la roche parent de ces produits de fusion partielle et sa composition correspondrait à 1/5 de basalte et 4/5 de dunite (Ringwood, 1962a). La composition pyrolitique a des propriétés comparables à ce qui est observé dans le manteau par la sismologie (température, densité, et vitesses sismiques ; (Ita et Stixrude, 1992 ; Weidner, 1985)), et est donc assez largement acceptée par la communauté comme une composition modèle pour le manteau. La minéralogie d'un manteau pyrolitique en fonction de la pression et la température a été décrite par Ringwood (1991) (Fig. 1.3).

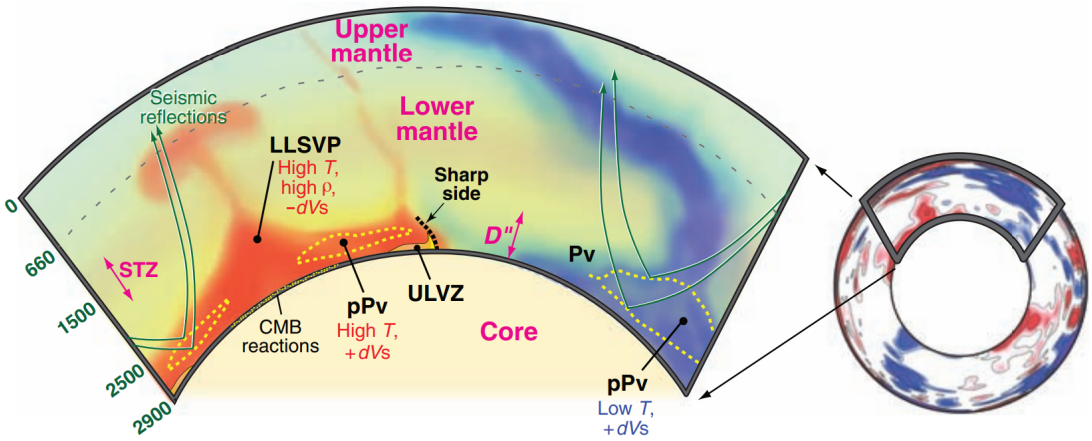

FIGURE 1.2 – Exemple d'un profil de tomographie sismique (à droite), et l'interprétation des structures mises en évidence (GARNERO et MCNAMARA, 2008). Les régions dans lesquelles les ondes sismiques sont plus rapides qu'attendu par les modèles sont représentées en bleu alors que les régions où les ondes sismiques sont plus lentes qu'attendu sont colorées en rouge, faisant apparaître différentes structures dans le manteau terrestre.

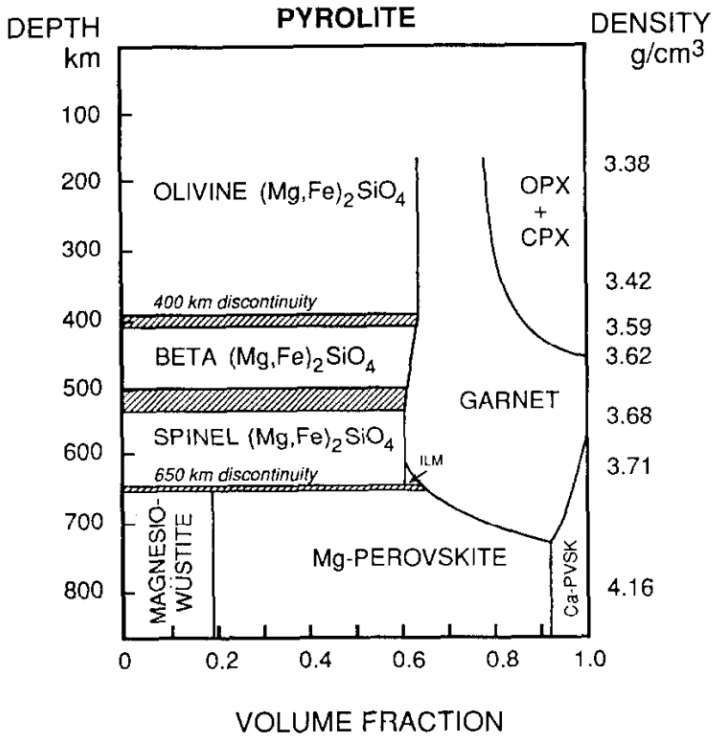

FIGURE 1.3 – Diagramme de composition de la pyrolite en fonction de la profondeur (RINGWOOD, 1991). Les changements de phase dans l'olivine marquent les discontinuités sismique à 410, 520, 660 km de profondeur.

1.1.2 Le manteau supérieur

Le manteau supérieur s'étend de la base de la croûte terrestre, autour de 30-70 km de profondeur selon les contextes géodynamiques, jusqu'à la première discontinuité majeure du manteau à 410 km de profondeur. A ces conditions de pression et température, la pyrolite est constituée à 60% du volume d'olivine, 20% du volume de grenat et 20% du volume de pyroxène (Fig. 1.3).

Cette couche est particulièrement dynamique, puisque la partie supérieure du manteau supérieur est couplée à la croûte terrestre pour former les plaques lithosphériques. En se déplaçant sur le manteau, les plaques lithosphériques induisent de la déformation plastique dans le manteau lithosphérique, mais aussi dans le manteau sous-jacent (e.g. Billen (2008), Faccenda et Capitanio (2012), Lynner et Long (2015), Menant et al. (2016) et Yoshida (2017)).

Cette déformation plastique est observée par la sismologie. En effet, à l'échelle globale, le manteau supérieur est fortement anisotrope pour les ondes sismiques et cette anisotropie est attribuée à l'orientation préférentielle des cristaux d'olivine du manteau supérieur due à la déformation plastique. L'anisotropie sismique peut alors être utilisée pour identifier l'écoulement plastique du manteau supérieur. Ainsi, les différences de vitesse entre la composante verticale et la composante horizontale des ondes S indiquent un écoulement vertical du manteau supérieur sous les rides océaniques rapides et une déformation horizontale sous les régions océaniques éloignées des dorsales (Panning et Romanowicz, 2006). Au niveau des zones de subduction, on observe un alignement de la direction de propagation rapides des ondes S avec la fosse (Huang et al., 2019).

1.1.3 La zone de transition du manteau

La zone de transition du manteau (MTZ) est une structure importante dans la dynamique du manteau puisqu'elle pourrait être une barrière physique entre le manteau supérieur et le manteau inférieur. Cet effet de barrière est mis en évidence par les panneaux lithosphériques plongeant qui stagnent parfois à 660 km de profondeur (Fukao, Widiyantoro et Obayashi, 2001). La MTZ est bornée par deux discontinuités sismiques majeures du manteau : la discontinuité à 410 km de profondeur qui est attribuée à la transformation polymorphique de l'olivine en wadsleyite (Ringwood, 1991), et la

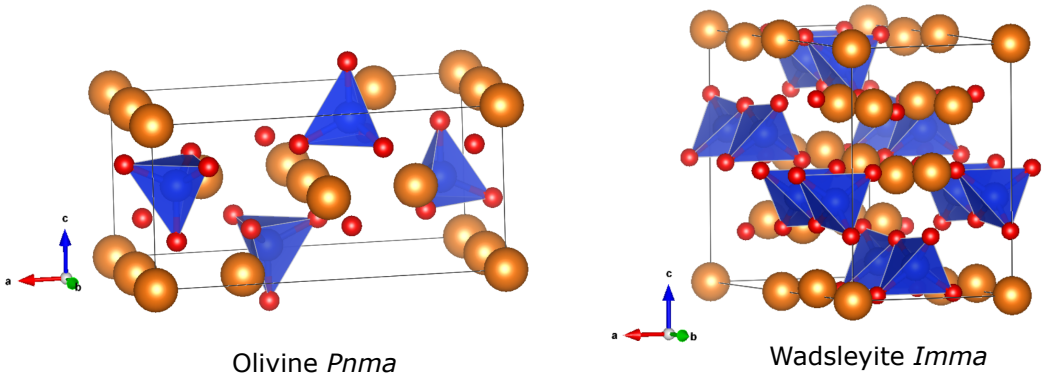

FIGURE 1.4 – Structure cristalline de l'olivine (gauche) et de la wadsleyite (droite). Les sphères oranges représentent les atomes de magnésium, les rouges les atomes d'oxygène et les atomes de silicium sont au centre des tetraèdres bleus.

discontinuité à 660 km de profondeur attribuée à la dissociation de la ringwoodite en bridgmanite et ferropériclase (RINGWOOD, 1991). Une discontinuité intermédiaire est observée à 520 km de profondeur et correspond à la transformation polymorphique de la wadsleyite en ringwoodite (RINGWOOD, 1991).

Entre 410 et 520 km de profondeur, la composition chimique reste similaire à celle du manteau supérieur avec la wadsleyite qui remplace l'olivine (voir figure 1.4 pour leurs structures cristalline). En approchant de la discontinuité à 520 km, les pyroxènes se dissocient en grenat et en dessous de la discontinuité, la minéralogie consiste en 60% du volume de ringwoodite et 40% du volume de grenat (Fig. 1.3).

L'anisotropie sismique dans la MTZ est moins prononcée que dans le manteau supérieur (PANNING et ROMANOWICZ, 2006), voir absente (FISCHER et WIENS, 1996), et sa source est encore mal connue. En fait, même si certaines études rapportent une anisotropie significative globale dans la MTZ (TRAMPERT, 2002 ; PANNING et ROMANOWICZ, 2006 ; YUAN et BEGHEIN, 2013), elle est plus souvent mesurée localement, à proximité des zones de subduction (FOLEY et LONG, 2011 ; NOWACKI et al., 2015 ; MOHIUDDIN, LONG et LYNNER, 2015 ; HUANG et al., 2019). L'anisotropie sismique dans la MTZ pourrait aussi être due, comme dans le manteau supérieur, à l'orientation préférentielle cristallographique de ses minéraux principaux, la wadsleyite et la ringwoodite.

1.1.4 Le manteau inférieur

Le manteau inférieur est limité d'une part par la dissociation de la ringwoodite en bridgmanite et ferropériclase, qui se produit autour de 660 km dans le manteau, et d'autre part par la limite entre le manteau et le noyau externe. Ses principaux composants sont la bridgmanite (70% du volume) qui est une pérovskite magnésienne, le ferropériclase (Mg,Fe)O (20% du volume) et une pérovskite calcique (10% du volume) (Fig. 1.3). Malgré l'épaisseur importante de cette couche ($\approx$ 2200 km), les profils sismiques moyens (e.g. PREM) ne rapportent aucun changement de propriétés important, ce qui implique que le manteau inférieur est globalement homogène en composition. La base du manteau, appelée couche D", est cependant très dynamique et latéralement hétérogène. La sismologie met en évidence dans cette couche des structures plus denses ou plus chaudes que le manteau environnant et qui seraient la source des panaches mantelliques. En parallèle, la couche D" est aussi la zone d'accumulation de la lithosphère en subduction. C'est donc une enveloppe de la Terre cruciale pour la convection mantellique.

Contrairement aux enveloppes supérieures, le manteau inférieur présente très peu d'anisotropie aux ondes sismiques (Meade, Silver et Kaneshima, 1995). La raison de cette absence d'anisotropie alors que les minéraux subissent de la déformation plastique est encore débattue aujourd'hui.

1.1.5 Géodynamique du manteau terrestre

En combinant les informations apportées par les différentes techniques de sismologie, la simulation numérique et la minéralogie expérimentale, nous commençons à avoir des modèles assez détaillés des structures et de la dynamique globale du manteau.

Les modèles géodynamiques les plus récents considèrent plutôt une convection mantellique globale (à une couche), comme représentée dans la figure 1.5 (Trønnes, 2010 ; Garnero, McNamara et Shim, 2016). Dans ce modèle géodynamique, les panneaux de lithosphère plongeants stagnent parfois à 660 km de profondeur (Fukao, Widiyantoro et Obayashi, 2001 ; Schaeffer et Lebedev, 2013) mais finissent par traverser cette discontinuité et descendent dans le manteau jusqu'à la limite manteau-noyau (Fukao, Widiyantoro et Obayashi, 2001 ; Schaeffer et Lebedev, 2013). A la limite entre

le manteau et le noyau, l'arrivée des matériaux froids et denses de la plaque en subduction provoque une remontée lente et diffuse de matériaux plus chauds qui étaient stockés dans des structures pérennes du manteau à la limite du noyau. Ces structures ont été identifiées par la sismologie comme des zones de grande extension où les ondes S ont une vitesse anormalement faible, caractéristique de matériaux chauds ou denses (Fig. 1.2, Garnero et McNamara (2008)). Il n'existe que deux structures de la sorte, une sous l'Afrique et l'autre sous l'océan Pacifique. De ces structures s'élèvent des panaches mantelliques qui remontent jusqu'à la lithosphère (Garnero, McNamara et Shim, 2016).

Pour affiner ce modèle géodynamique, l'anisotropie des ondes sismiques pourrait être utilisée pour mesurer l'écoulement dans le manteau, comme c'est cas dans le manteau supérieur. Cependant, l'interprétation de cette anisotropie nécessite une bonne connaissance des microstructures dans les minéraux du manteau, notamment l'orientation préférentielle cristallographique. En effet, dans le manteau supérieur, la plasticité de l'olivine (son composant dominant) est assez bien connue pour permettre l'interprétation de l'anisotropie sismique. Les microstructures dans la zone de transition du manteau et dans le manteau inférieur sont moins bien connues pour le moment, ce qui rend l'interprétation de l'anisotropie sismique difficile et sujet à débat.

Ainsi, de nouvelles données de minéralogie sont nécessaires pour interpréter plus en détail l'anisotropie sismique dans la MTZ et le manteau inférieur, et déterminer la déformation dans ces régions de la Terre.

1.2 Microstructure et déformation plastique dans les polycristaux

L'anisotropie d'un polycristal résulte de l'anisotropie du monocristal et de la microstructure (orientation des grains) du polycristal. Si l'anisotropie du monocristal est intrinsèque à la phase cristalline, la microstructure de l'agrégat dépend des conditions de pression, température et, surtout, de la déformation du polycristal. Il nous faut donc étudier et comprendre cette microstructure pour calculer l'anisotropie sismique du polycristal.

Les propriétés intrinsèques des minéraux, particulièrement l'élasticité, évoluent aussi

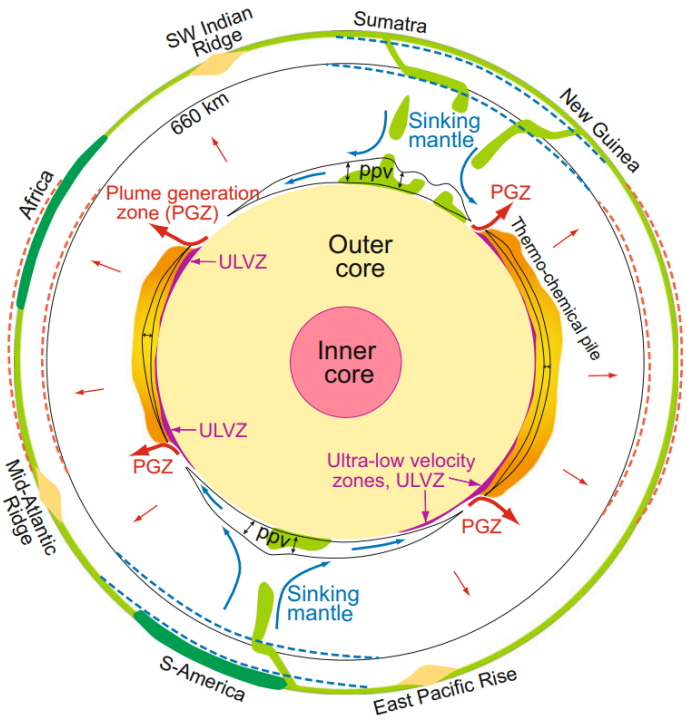

FIGURE 1.5 – Coupe schématique de la Terre au niveau de l'équateur présentant les structures internes de la planète (TRØNNES, 2010). Le schéma n'est pas tout à fait à l'échelle et les structures de la limite manteau-noyau sont exagérées pour être lisibles.

en fonction de la pression et de la température. Dans le cas de l'élasticité, cette variation est importante pour calculer l'anisotropy sismique d'un polycristal. L'évolution de l'élasticité en fonction des conditions expérimentales n'est pas l'objet de ce travail mais nous en tiendrons compte dans nos calculs d'anisotropy en utilisant les données disponibles dans la littérature.

1.2.1 La microstructure des polycristaux

La microstructure d'un polycristal correspond à l'agencement des cristaux dans l'agrégat. Elle caractérise les phases minérales présentes et leur relation spatiale, la taille des grains, la forme des grains, l'orientation préférentielle du réseau cristallin des grains, l'orientation préférentielle de forme des grains, la déformation intra-cristalline et la variation de ces caractères dans l'échantillon.

La microstructure d'un agrégat cristallin dépend des conditions que subit le polycristal, notamment la température, la pression et la déformation. Dans le manteau, la pression et la température sont comprises entre 3 GPa-1400 K et 135 GPa-3800 K,

conditions auxquelles la déformation des roches est plastique. Différents mécanismes de déformation plastique ont été documentés dans les minéraux du manteau, particulièrement le fluage dislocation, le fluage diffusion et le glissement aux joints de grain.

La microstructure de l'agrégat est un des paramètres déterminant le mécanisme de déformation. Par exemple, il est admis que pour des petites tailles de grains dans l'agrégat, la déformation est principalement dominée par de la diffusion alors que pour des grandes tailles de grains, la déformation est plutôt contrôlée par des mouvements des dislocations. En parallèle, le mécanisme de déformation transforme la microstructure (allongement des grains, croissance des grains, orientation préférentielle). Ainsi, la microstructure peut évoluer pendant, et à cause de, la déformation plastique : le glissement de dislocations produit presque systématiquement une orientation préférentielle des cristaux ; la diffusion peut conduire à une croissance de grain, orientée ou non ; la recristallisation tend à ramener l'agrégat à une structure homogène. La microstructure est donc indicative du mécanisme de déformation dominant dans le polycristal, ou du mécanisme qui pourrait dominer la déformation du polycristal.

1.2.2 Déformation plastique dans les cristaux

La déformation plastique correspond à la modification d'un matériau sous l'effet d'une contrainte, par transport irréversible de matière et sans faire intervenir la rupture. Pour les roches, en général, la déformation plastique requière des hautes températures. Le transport de matière dans les cristaux résulte du mouvement de défauts cristallins dans le réseau. Ces défauts peuvent être ponctuels (lacunes et atomes interstitiels), linéaires (dislocations) ou plans (joints de grains). En fonction de la nature des défauts, le mécanisme de déformation plastique ne sera pas le même. Dans cette section, je présente les mécanismes de déformation les plus communs : la diffusion, le mouvement des dislocations et le glissement aux joints de grain.

La diffusion : le mouvement des lacunes et atomes interstitiels

Les défauts ponctuels dans le réseau cristallin correspondent soit à une absence d'un atome à un site normal du réseau (lacune), soit à la présence d'un atome en excès qui s'intercale entre les atomes des sites normaux du réseaux (interstitiel). La diffusion est la migration des atomes (et donc aussi des lacunes) dans le cristal pour ramener le réseau

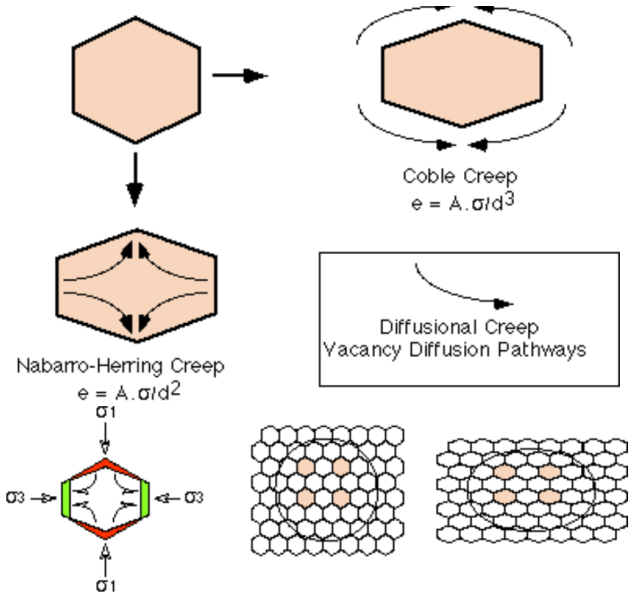

FIGURE 1.6 – Chemins de diffusion et microstructures résultant du fluage diffusion (https://www.tectonique.net/). Le flux de lacunes peut suivre les joints de grain (diffusion de Coble) ou bien traverser le réseau cristallins (diffusion de Nabarro-Herring). Dans les deux cas, le transport de matière des faces en compression vers les faces en extension, produit un changement de forme des grains qui permet d'accommoder la contrainte.

cristallin à l'équilibre (PHILIBERT et al., 2002). Les atomes et les lacunes se déplacent ainsi depuis leur source (joints de grain, dislocations) jusqu'à des puits (aussi des joints de grain ou des dislocations) où les défauts s'annihilent en sortant du cristal ou bien en se fondant dans une dislocation.

Le fluage diffusion correspond à l'accommodation de la contrainte subie par le polycristal par le mouvement des lacunes et atomes interstitiels dans les cristaux. Deux chemins de diffusion sont possibles (Fig. 1.6) : à travers le réseau cristallin, c'est la diffusion de Nabarro-Herring (HERRING, 1950), ou le long des joints de grain, c'est la diffusion de Coble (COBLE, 1963). Dans les deux cas, la diffusion produit un flux d'atomes interstitiels depuis les régions du cristal en compression vers les zones du cristal en tension, et donc un flux inverse de lacunes (depuis les zones en tension vers les zones en compression).

La vitesse de diffusion des atomes est facilitée par les hautes températures, ce qui en fait un mécanisme actif et efficace à haute température (POIRIER, 1976).

La vitesse de la diffusion des atomes, et donc l'efficacité du fluage diffusion, dépend

aussi du chemin que suivent les atomes. Ainsi, la diffusion est moins efficace pour des chemins de diffusion longs, c'est à dire pour des grandes tailles de grains, alors qu'elle est très efficace pour des chemins courts, dans des grains de petite taille. C'est donc un mécanisme qui dépend fortement de la taille de grain (Poirier, 1976).

En terme de microstructure, l'accommodation de la déformation par la diffusion ne crée généralement pas d'orientation cristalline préférentielle (Fliervoet, Drury et Chopra, 1999). Le transport de matière (d'atomes) depuis les faces en compression du cristal vers les faces en tension du cristal peut cependant produire un allongement des grains perpendiculairement à la direction de compression, i.e une orientation préférentielle de forme (Ashby et Verrall, 1973).

Le mouvement des dislocations

Les dislocations sont des défauts linéaires du réseau cristallin. Leur mouvement permet la déformation progressive du cristal, par rupture de seulement quelques liaisons atomiques à la fois, ce qui permet de diminuer l'énergie nécessaire à la déformation plastique du cristal (Taylor, 1934).

La propagation de la rupture de liaisons peut se faire de deux manières : dans une configuration 'coin' ou dans une configuration 'vis'. Cette configuration est caractérisée par l'orientation du vecteur de Burger $\vec{b}$, qui représente la déformation élémentaire du réseau cristallin produite par la dislocation par rapport à la direction de la ligne de dislocation. La dislocation coin est caractérisée par un vecteur de Burger perpendiculaire à la ligne de dislocation (Fig. 1.7.b) alors que la dislocation vis est caractérisée par un vecteur de Burger parallèle à la ligne de dislocation (Fig. 1.7.c). Les dislocations peuvent aussi être mixtes, c'est à dire avoir une composante vis et une composante coin (Fig. 1.7.d).

Le mouvement d'une dislocation est généralement restreint à un glissement sur un plan et dans une direction spécifique appelés système de glissement.

Tous les systèmes de glissement ne sont pas toujours actifs. Pour qu'un système de glissement soit actif, il faut que la contrainte de cisaillement projetée sur ce plan de glissement dépasse la valeur critique, appelée CRSS (pour critical resolved shear stress), à partir de laquelle le mouvement sur le plan de glissement est activé. Ainsi, le système de glissement avec le CRSS le plus faible, donc nécessitant la contrainte la plus faible

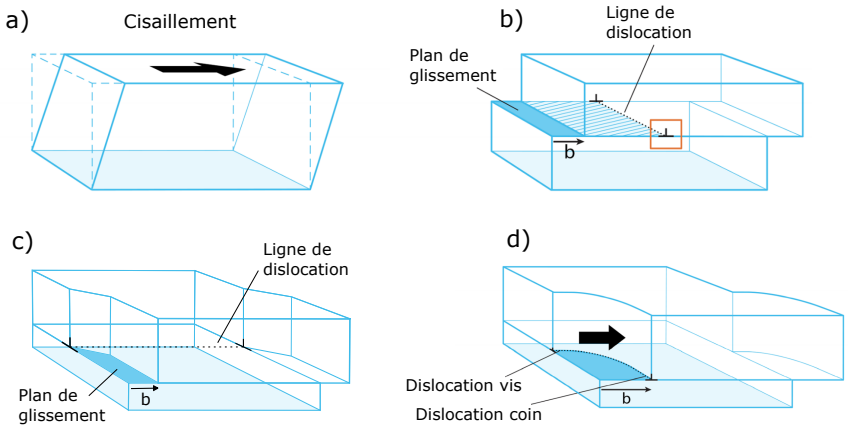

FIGURE 1.7 – Les différents types de dislocations (d'après DEMOUCHY (2021)). a) Contrainte cisaillante appliquée. b) Dislocation coin. c) Dislocation vis. d) Dislocation mixte.

pour être activé, sera actif le premier.

Quelle que soit la nature de la dislocation, c'est son mouvement dans le cristal qui permet l'accommodation par déformation plastique de la contrainte subie par l'ensemble du cristal. Le terme de 'fluage dislocation' n'est pas toujours clairement défini dans la littérature, mais dans cette thèse nous l'utiliserons pour désigner une déformation contrôlée par les mouvements des dislocations, i.e lorsque la participation des autres mécanismes de déformation (diffusion et déformation aux joints de grain) est mineure.

Le glissement des dislocations crée très souvent une orientation préférentielle du réseau cristallin dans un polycristal (FLIERVOET, DRURY et CHOPRA, 1999). L'accumulation et l'organisation des dislocations produisent aussi de la déformation du réseau cristallin, i.e. une distorsion du réseau dans le cristal.

Le glissement aux joints de grain

Dans les polycristaux, les interactions entre les différents grains de l'agrégat sont un aspect important à prendre en compte dans l'étude de la déformation plastique.

Un des mécanismes aux joints de grains majeur est le glissement aux joints de grain (GBS pour grain boundary sliding). Ce mécanisme décrit le déplacement par glissement des grains les uns par rapport aux autres quand ils sont soumis à une contrainte (ASHBY et VERRALL (1973), Fig. 1.8). Le mouvement des joints de grain est accommodé par d'autres mécanismes comme le fluage diffusion (ASHBY et VERRALL, 1973 ; GIFKINS,

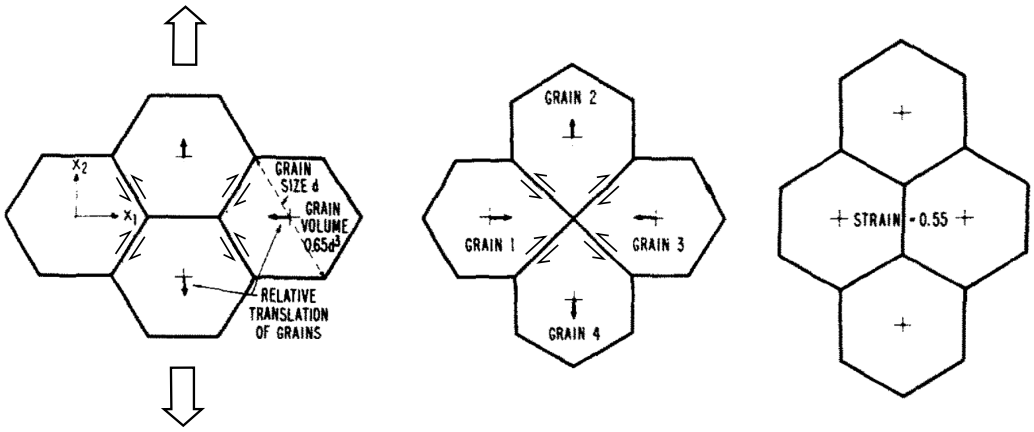

FIGURE 1.8 – Le mécanisme de glissement aux joints de grain, comme décrit par ASHBY et VERRALL (1973). Sous la contrainte, les grains glissent les uns contre les autres. Le mouvement aux joints de grains est accommodé par d'autres mécanismes (diffusion ou mouvement de dislocations). Une étape transitoire de ce mécanisme permet aux quatre grains d'être en contact. A la fin de la déformation, les grains de l'agrégat ont la même microstructure (forme, taille, allongement des grains) qu'avant la déformation.

1976) ou le fluage dislocation (HANSEN, ZIMMERMAN et KOHLSTEDT, 2011 ; GIFKINS, 1976).

La microstructure des matériaux déformés par GBS consiste en un agrégat de cristaux de petite taille, equiaxe et généralement sans orientation préférentielle (ASHBY et VERRALL, 1973), bien que des orientations préférentielles aient été observées dans le cas où le GBS est accommodé par des mouvements de dislocations dans l'olivine (HANSEN, ZIMMERMAN et KOHLSTEDT, 2011). En fait, la microstructure n'évolue pas au cours de la déformation, c'est à dire que les grains à la fin de la déformation gardent la forme qu'ils avaient au début de la déformation. Ils ont seulement changé de voisins.

1.2.3 Lien entre déformation plastique et anisotropie sismique

Nous venons donc de voir que la déformation plastique d'une roche peut modifier sa microstructure : le glissement aux joints de grains ne change pas la microstructure au cours de la déformation, alors que dans le fluage diffusion, le mouvement des atomes des faces du cristal en compression vers les faces du cristal en tension produit un changement de forme des grains. Dans le cas du fluage dislocation une orientation préférentielle du

réseau cristallin est attendue dans le polycristal. Ainsi, en fonction du mécanisme de déformation dominant dans l'échantillon, la microstructure ne sera pas la même.

L'anisotropie sismique peut être utilisée pour caractériser l'orientation préférentielle du réseau cristallin des grains dans les roches du manteau. En effet, les cristaux ont généralement une anisotropie intrinsèque qui induit que les ondes sismiques se propagent plus rapidement dans certaines directions cristallographiques. A l'échelle de l'agrégat, si l'orientation des cristaux est aléatoire, l'anisotropie individuelle des minéraux ne produit pas une anisotropie dans la roche. Au contraire, si les cristaux de l'agrégat ont leurs réseaux cristallins alignés, l'anisotropie individuelle s'additionne et donne une anisotropie à la roche. Cette anisotropie a plusieurs effets sur les ondes sismiques. Pour les ondes P, la vitesse des ondes sera différente en fonction de leur direction de propagation dans la roche. Pour les ondes S, en plus de cette variation spatiale, il est possible de mesurer la différence de vitesse de propagation de la composante verticale (S_V) et la composante horizontale (S_H) de l'onde de cisaillement.

Ainsi, l'anisotropie sismique d'une roche est une source d'informations sur sa microstructure et donc sur sa plasticité. La force et la direction de l'anisotropie sismique mesurée dans le manteau peut être comparée aux textures expérimentales pour comprendre comment sont alignés les cristaux et quel mécanisme est responsable de cette orientation préférentielle. Il est donc indispensable pour interpréter l'anisotropie sismique des roches du manteau de connaître les mécanismes de déformation possiblement à l'oeuvre dans ses minéraux et de décrire les microstructures qui leur sont associées.

1.3 Retour sur la zone de transition du manteau

La zone de transition du manteau est une structure importante du manteau terrestre. En effet, de nombreuses transitions de phase se font entre 410 et 660 km de profondeur, modifiant les propriétés mécaniques des roches. La MTZ a aussi été proposée comme un réservoir d'eau dans le manteau. Dans ce cas, l'hydratation des roches de cette région du manteau pourrait aussi affecter les propriétés des roches. Enfin, il a été observé que les panneaux lithosphériques plongeant peuvent traverser la MTZ ou bien stagner à 660 km de profondeur, impactant la dynamique globale du manteau. Cette observation suggère que la MTZ peut agir comme une couche barrière et contrôler les échanges de matière

entre le manteau supérieur et le manteau inférieur. Il est ainsi crucial de contraindre les propriétés et la dynamique de cette région.

Pour étudier les propriétés et la dynamique des roches de la zone de transition du manteau, nous nous appuierons sur les observations d'anisotropie sismique dans cette région du manteau que nous comparerons avec les microstructures observées expérimentalement dans la wadsleyite.

1.3.1 Observation de l'anisotropie sismique

Comme nous l'avons évoqué plus haut, les observations de l'anisotropie sismique dans la MTZ ne font pas consensus.

A l'échelle globale, Fischer et Wiens (1996) et Huang et al. (2019) rapportent une absence (ou une très faible) d'anisotropie dans la MTZ, alors que Panning et Romanowicz (2006), Trampert (2002) et Yuan et Beghein (2013) observent de l'anisotropie dans la MTZ. Dans l'étude de Panning et Romanowicz (2006), cette anisotropie est caractérisée par $V_{SV} > V_{SH}$ dans la MTZ près des zones de subduction. Au même endroit dans le manteau supérieur, au contraire, ils trouvent $V_{SV} < V_{SH}$.

A une échelle plus locale, il y a aussi des différences. Dans les zones de subduction, de l'anisotropie des ondes sismiques est généralement mesurée mais la direction rapide de propagation des ondes diffère en fonction de la zone de subduction étudiée (Foley et Long, 2011 ; Mohiuddin, Long et Lynner, 2015 ; Nowacki et al., 2015 ; Huang et al., 2019). Par exemple, Foley et Long (2011) observent une direction rapide des ondes S parallèle à la fosse de subduction, alors que Huang et al. (2019) rapportent une direction rapide des ondes perpendiculaire à la fosse de subduction avec jusqu'à 3% d'anisotropie dans la MTZ.

Loin des zones de subduction, sous le Pacifique nord, le Groenland et l'Atlantique central, Huang et al. (2019) ne voient pas d'anisotropie sismique dans la MTZ.

Dans les panaches mantelliques, l'anisotropie sismique n'a pas encore été mesurée avec précision. Huang et al. (2019) ont observé sous Hawaï un affinement de la MTZ avec une anisotropie sismique de 3%. L'erreur, cependant, est grande comparée à cette mesure et les auteurs indiquent que des données avec une meilleure résolution seraient nécessaires pour déterminer l'anisotropie sismique de la MTZ à cet endroit.

1.3.2 Origines possibles de cette anisotropie sismique

La section 1.2.3 présente le rôle de la microstructure dans l'anisotropie des roches. L'anisotropie sismique observée dans la MTZ devrait donc être le résultat de la microstructure de la wadsleyite (son composant principal), et plus particulièrement de l'orientation préférentielle des cristaux de l'agrégat. Le grenat, qui est la deuxième phase majeure de la MTZ, est un minéral beaucoup moins anisotrope que la wadsleyite, et serait donc moins susceptible de produire une anisotropy sismique. Dans la MTZ, deux sources d'orientation préférentielle pourraient créer une anisotropie sismique : la transformation de l'olivine en wadsleyite, qui marque la limite supérieure de la MTZ, et peut se faire par un mécanisme qui conserve certaines microstructures des cristaux parents ; et la déformation plastique de la wadsleyite dans la MTZ, notamment par glissement des dislocations.

La transformation de l'olivine en wadsleyite

A haute pression et haute température, l'olivine $(Mg,Fe)_2SiO_4$ se transforme en ses polymorphes de haute pression, la wadsleyite et la ringwoodite. Les transformations de phase dans l'olivine ont été largement étudiées, d'abord à travers des analogues (Ringwood, 1958a ; Ringwood, 1958b ; Ringwood, 1962b) puis sur l'olivine silicatée (Ringwood et Major, 1970). Akaogi, Ito et Navrotsky (1989) ont réalisé un diagramme de phase de l'olivine de composition mantellique $(Mg_{0,89}Fe_{0,11})_2SiO_4$ (Fig. 1.9). Sur ce diagramme de phase, la transformation de l'olivine en wadsleyite se fait autour de 14 GPa à 1700-1800 K, conditions qui sont attendues à 410 km de profondeur dans le manteau terrestre. A plus basse température (< 1600 K) un domaine de stabilité d'un assemblage d'olivine et de ringwoodite est observé avant la transformation en wadsleyite. Que ce soit pour la transformation en wadsleyite ou en ringwoodite, avec une diminution de la température la pression nécessaire pour déclencher la transformation de phase diminue aussi.

Le diagramme de phases de l'olivine mantellique (Fig. 1.9) montre clairement que la transformation de l'olivine en wadsleyite peut expliquer la discontinuité sismique observée à 410 km de profondeur. Cette transformation de phase concerne plus de 50% des minéraux du manteau (l'olivine) et donc affecte fortement la microstructure

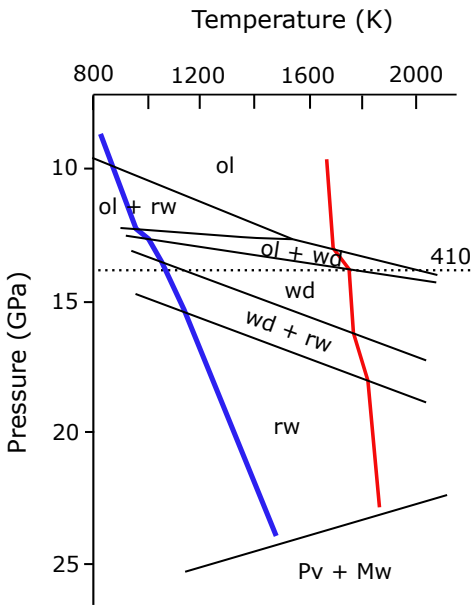

FIGURE 1.9 – Diagramme de phase de l'olivine $(Mg_{0,89}Fe_{0,11})_2SiO_4$, d'après AKAOGI, ITO et NAVROTSKY (1989). La courbe bleue représente le géotherme dans une plaque lithosphérique en subduction et la courbe rouge le géotherme dans le manteau normal (AKAOGI, ITO et NAVROTSKY, 1989).

des roches. Dans le manteau supérieur, avant la transformation, l'anisotropie sismique suggère une orientation cristalline préférentielle de l'olivine. La transformation de phase, en formant la wadsleyite, pourrait soit détruire les microstructures acquises par l'olivine, soit garder une mémoire de ces microstructures héritées.

Ces deux types de mécanismes de transformation ont été rapportés par la littérature dans l'olivine. Le terme 'martensitique' désigne une transformation de phase via un mécanisme cristallographique très particulier, pendant lequel les atomes de la phase parent se ré-organisent, sans intervention de la diffusion, pour former le réseau cristallin de la phase fille. Dans ce travail de thèse, nous nous contentons de caractériser la transformation à travers les relations d'orientation entre la phase fille et la phase parent. Nous utiliserons donc les termes 'cohérent' et incohérent' pour décrire le mécanisme de transformation.

Transformation cohérente

La transformation cohérente transforme l'olivine en wadsleyite par nucléation de la wadsleyite-fille dans les grains de l'olivine parent, en respectant une relation topotac-

tique.

Ce type de transformation a été rapporté comme un mécanisme mineur au début de la transformation par Smyth et al. (2012). Deux relations topotactiques ont été identifiée : i) avec l'axe [001] de l'olivine parallèle à l'axe [010] de la wadsleyite et les plans (100) de l'olivine parallèles aux plans (101) de la wadsleyite, ou ii) avec l'axe [001] de l'olivine parallèle à l'axe [100] de la wadsleyite et les plans (100) de l'olivine parallèles aux plans (021) de la wadsleyite.

A travers ce mécanisme de transformation, la wadsleyite nouvellement formée acquière une orientation préférentielle de réseau liée à celle de l'olivine-parent. Dans le manteau, si ce mécanisme est dominant, la wadsleyite de la zone de transition du manteau hériterait de l'orientation préférentielle de l'olivine.

Transformation incohérente

Lors d'une transformation incohérente de l'olivine en wadsleyite, les cristaux de wadsleyite nucléent sans avoir de relation cristallographique particulière avec l'olivine-parent.

Ce type de transformation a été largement observé dans les expériences de transformation de l'olivine en wadsleyite (Brearley, Rubie et Ito, 1992 ; Kerschhofer, Sharp et Rubie, 1996 ; Kerschhofer et al., 1998 ; Kubo et al., 1998a ; Kubo et al., 1998b ; Smyth et al., 2012 ; Rosa et al., 2016 ; Mohiuddin et Karato, 2018).

Les sites de nucléation de la wadsleyite-fille peuvent être les joints de grain de l'olivine mais aussi des défauts d'empilement dans l'olivine. La nucléation de la wadsleyite aux joints de grain de l'olivine est généralement observée dans les expériences de transformation (Brearley, Rubie et Ito, 1992 ; Kubo et al., 1998a ; Kubo et al., 1998b ; Kubo, Ohtani et Funakoshi, 2004 ; Mohiuddin et Karato, 2018 ; Rosa et al., 2016), et ne donne pas de microstructure particulière à la wadsleyite. De la nucléation intracristalline a été rapportée dans le cas de la transformation de cristaux d'olivine de grande taille ($\approx$500 μm)(Kerschhofer, Sharp et Rubie, 1996 ; Kerschhofer et al., 1998 ; Mohiuddin et Karato, 2018). Dans ce cas, la wadsleyite formée ne montre pas de relation de topotaxie avec l'olivine hôte, mais croit en lamelles le long des défauts d'empilements (dans les plans (010) (Kerschhofer, Sharp et Rubie, 1996) ou {101} (Kerschhofer et al., 1998)).

Ce mécanisme de transformation induit donc une perte des microstructures (particulièrement l'orientation préférentielle du réseau cristallin) de la roche parent. La nucléation intracristalline pourrait cependant donner une orientation préférentielle de forme aux grains de wadsleyite.

Le mécanisme de transformation de l'olivine en wadsleyite à 410 km de profondeur est déterminant pour la microstructure des roches dans la zone de transition du manteau. Il est donc important d'identifier lequel de ces mécanismes est dominant à ces conditions. La plupart des études antérieures, cependant, ont observé les résultats de transformation post-mortem pour déterminer le mécanisme de déformation. Les microstructures de transformation avaient alors pu être modifiées par la fin de l'expérience (déformation, descente en pression). L'étude de Rosa et al. (2016) a suivi in-situ la transformation de l'olivine en wadsleyite et ringwoodite, mais à des températures trop basses pour le manteau normal à 410 km de profondeur.

Déformation plastique de la wadsleyite

Les expériences de déformation montrent que la déformation plastique par glissement des dislocations est le mode de déformation principal de la wadsleyite. En effet, les études mécaniques rapportent des exposants de contrainte égaux ou supérieurs à 3 (Hustoft et al., 2013 ; Farla et al., 2015) et les études microstructurales observent une orientation préférentielle des cristaux dans les échantillons déformés (Sharp, Bussod et Katsura, 1994 ; Demouchy et al., 2011 ; Kawazoe et al., 2013 ; Ohuchi et al., 2014). Des mécanismes secondaires ont aussi été observés, associés au glissement des dislocations, notamment de la diffusion (Hustoft et al., 2013), de la recristallisation (Farla et al., 2015) ou de la restauration thermique et du glissement aux joints de grain (Demouchy et al., 2011). Cependant, le glissement des dislocations semble généralement être le mécanisme dominant.

Dans la wadsleyite, de nombreux systèmes de glissement ont été mis en évidence par l'observation en microscopie électronique en transmission et sur la base d'études de textures en déformation (Thurel et Cordier, 2003 ; Thurel et al., 2003 ; Ohuchi et al., 2014 ; Farla et al., 2015 ; Demouchy et al., 2011). La figure 1.10 résume ces observations. Il en ressort que les systèmes $1/2\langle 111\rangle\{101\}$, [100](010), [100](001), [100]{011}, [100]{021} et [001](010) sont les plus fréquemment observés.

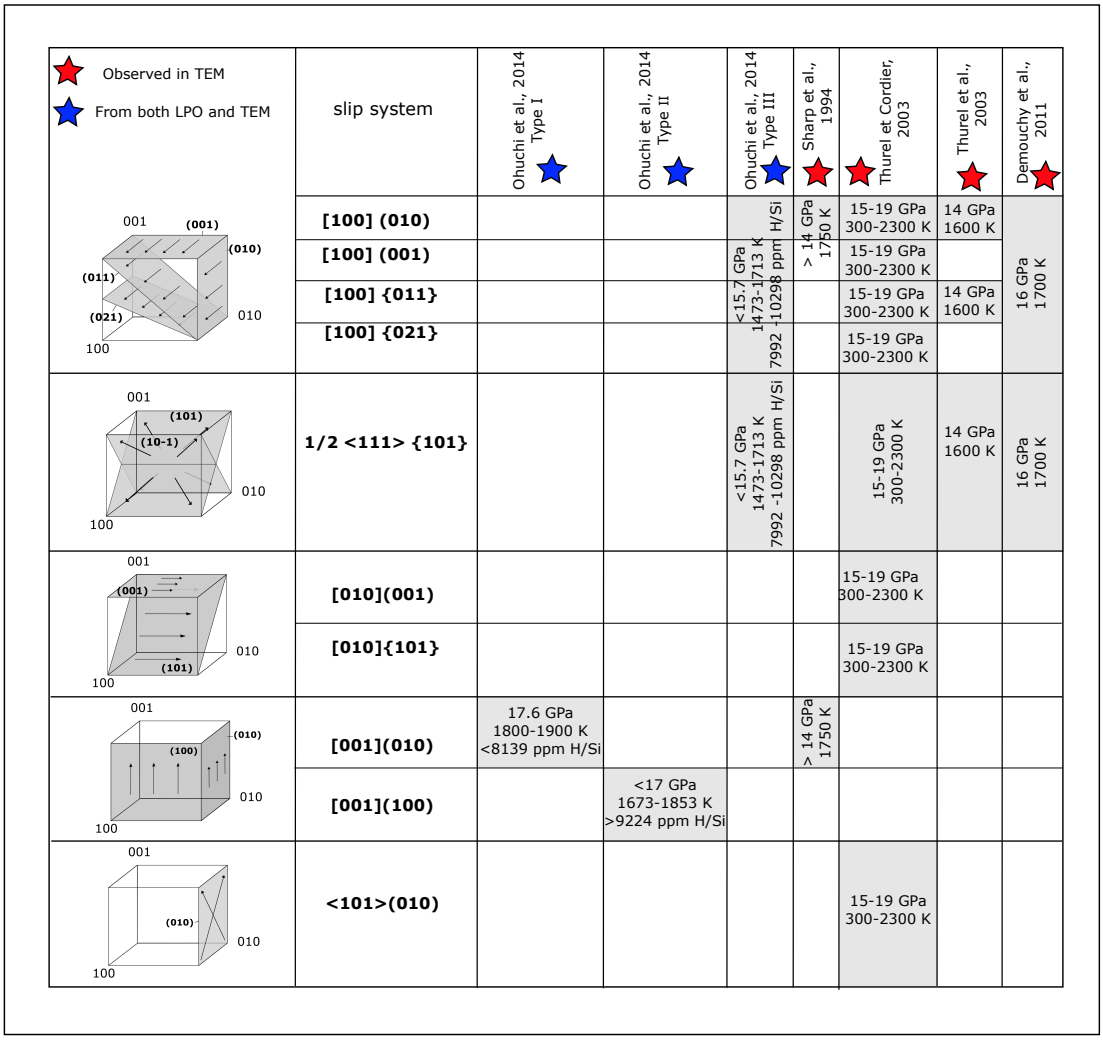

FIGURE 1.10 – Tableau récapitulatif des systèmes de glissement observés dans la wadsleyite, à partir de l'observation en MET de dislocations ou par le biais de l'orientation préférentielle des cristaux dans un échantillon polycristallin.

Deux études (TOMMASI et al., 2004 ; DEMOUCHY et al., 2011) ont déjà proposé des simulations de déformation par glissement des dislocations. Ces simulations permettent de lier des textures expérimentales à l'activité relative des systèmes de glissement. Certaines textures expérimentales, cependant, n'ont pas encore été expliquées et des liens entre ces textures et les systèmes de glissement actifs dans la wadsleyite restent à trouver.

La plasticité de la wadsleyite, et les microstructures qui en résultent, est une donnée cruciale pour l'interprétation des signaux sismiques observés dans la MTZ. L'interprétation des textures expérimentales observées dans la wadsleyite en termes de systèmes de glissement actifs permettrait de déterminer le ou les paramètres qui contrôlent la plasticité de la wadsleyite.

Chapitre 2

Méthodes

Les roches du manteau profond ne sont généralement pas accessibles à l'échantillonnage sur le terrain. Pour étudier leur minéralogie, leur comportement mécanique ou encore le signal sismique qu'elles vont produire, il nous faut donc faire des tests en laboratoire en reproduisant la déformation ou la transformation que l'on veut étudier dans des conditions similaires en termes de pression et température. Différents appareils ont été développés dans ce but et nous sommes aujourd'hui capables d'atteindre à haute température des pressions qui dépassent celles de l'intérieur de la Terre (e.g. Dewaele, 2018). Nous utiliserons ici deux de ces appareils, une presse multi-enclumes et la cellule à enclumes de diamant, pour déformer du périclase à haute pression et haute température et reproduire la transformation de l'olivine en wadsleyite puis la déformation plastique de la wadsleyite, respectivement.

Nous avons choisi de combiner la caractérisation in-situ (i.e. pendant l'expérience) et la caractérisation post-mortem (i.e. après la fin de l'expérience) pour étudier nos échantillons déformés/transformés. La caractérisation in-situ permet de suivre l'évolution de l'échantillon pendant l'expérience mais est souvent limitée à une caractérisation indirecte, par exemple par diffraction des rayons X. La caractérisation post-mortem étudie un échantillon figé dans le stade final de l'expérience mais permet une image directe de l'échantillon, par exemple par microscopie électronique. La combinaison de ces deux méthodes nous permettra d'acquérir un grand nombre d'informations sur les microstructures de nos échantillons et leurs propriétés physiques.

Enfin, des modèles sont parfois nécessaires pour interpréter certaines microstructures, notamment l'orientation préférentielle des cristaux et son lien avec la déformation plastique dans l'échantillon.

Dans ce chapitre, je détaille les méthodes expérimentales utilisées dans l'étude de la

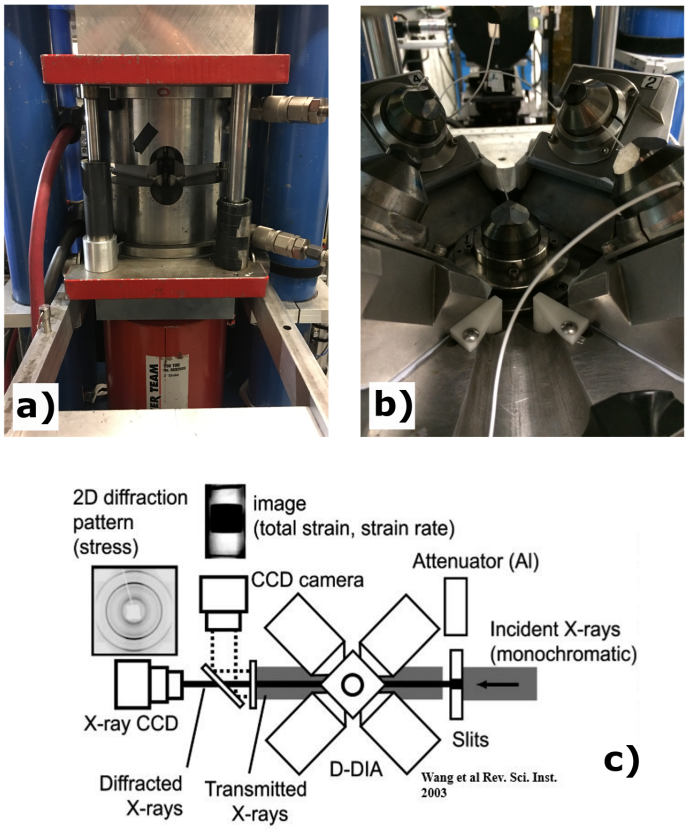

FIGURE 2.1 – La D-DIA de la ligne 13-BMD du secteur GSECARS au synchrotron *Advanced Photon Source* (Argonne National Lab, Etats-Unis). a) Image de la presse fermée. b) Image de la D-DIA ouverte avec les quatre enclumes latérales posées sur le coté de la presse. c) Schéma du montage expérimental (vue de dessus) pour une expérience de déformation avec analyse in-situ par rayons-X.

déformation du périclase à haute pression et haute température, de la transformation de l'olivine en wadsleyite et de la déformation plastique de la wadsleyite. Je commence par présenter les appareils de déformation à haute pression, puis les méthodes in-situ et post-mortem qui nous ont permis de caractériser les échantillons et enfin, je présente la méthode de modélisation de la déformation plastique que j'utilise pour interpréter ces résultats expérimentaux.

2.1 Expériences de déformation à hautes pressions

2.1.1 La presse multi-enclumes D-DIA

La Deformation-DIA (D-DIA, Fig. 2.1) est une presse dite 'gros volume' qui permet de déformer des échantillons d'une dimension de 1 à 2 mm à des pressions de confinement allant jusqu'à 15 GPa et des températures maximales de l'ordre de 2000 K. La déformation appliquée peut atteindre 30% avec des vitesses de déformation de $1{\times}10^{-3}$ à $5{\times}10^{-6}$ s^{-1} (WANG et al., 2003). La particularité de la D-DIA est la possibilité de découpler pression de confinement et contrainte différentielle.

Ce découplage est possible par l'utilisation de deux vérins indépendants pour dépla-

cer les enclumes. Le vérin qui impose la pression de confinement agit de façon isotrope sur les six enclumes de la D-DIA. Un second vérin, responsable de la contrainte différentielle, n'agit que sur les deux enclumes supérieure et inférieure pour imposer une compression axiale. La contrainte dans l'échantillon est alors :

$$\sigma = \begin{bmatrix} \sigma_1 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_2 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sigma_p & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_p & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_p \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} -t/3 & 0 & 0 \\ 0 & -t/3 & 0 \\ 0 & 0 & 2t/3 \end{bmatrix} \tag{2.1}$$

où $\sigma_p = \frac{2\ \sigma_1\ +\ \sigma_3}{3}$ est la pression de confinement, et $t = \sigma_3\ -\ \sigma_1$ la contrainte différentielle.

La déformation de l'échantillon, la pression hydrostatique et la contrainte différentielle peuvent être mesurées in-situ en utilisant des rayons-X sur une ligne synchrotron. Le détail de ces mesures sera présenté dans le paragraphe 2.2.

2.1.2 La cellule à enclumes de diamant

La cellule à enclumes de diamant (CED) consiste en une paire de diamants se faisant face entre les pointes desquels on comprime un échantillon de taille micrométrique (Fig. 2.2). La pression appliquée sur la très petite surface plate à la pointe des diamants permet de générer des pressions similaires à celles qui règnent à l'intérieur de la Terre, et peuvent même atteindre 600 GPa (Dewaele, 2018).

La température peut être générée par chauffage laser ou par chauffage résistif. Un chauffage résistif de l'échantillon, par exemple via un four en graphite, est homogène mais est limité à des températures en dessous de 1900 K (Immoor et al., 2020). Pour étudier les minéraux aux conditions de la zone de transition du manteau, des températures de 1700 K et plus sont nécessaires. Nous avons donc choisi d'utiliser le chauffage laser qui peut produire des températures très élevées (Anzellini et al., 2019). Cette technique consiste à focaliser un laser de chaque côté de l'échantillon, à travers les diamants. Elle nécessite une bonne isolation entre l'échantillon et les diamants, assurée par le milieu transmetteur de pression, pour limiter au maximum la perte de chaleur. L'inconvénient de cette technique est que le chauffage de l'échantillon n'est pas homogène puisque 1) la taille du faisceau laser est généralement plus petite que l'échantillon et 2)

la forme du faisceau peut ne pas répartir la chaleur de façon équivalente (par exemple dans le cas d'un profile Gaussien). De plus, au cours de l'expérience l'échantillon peut sortir de la zone de focalisation des lasers qu'il faut alors réajuster.

Au contraire de la D-DIA, en CED la contrainte et la pression ne peuvent pas être dissociées et l'expérimentateur n'a pas de contrôle précis sur la contrainte ou la vitesse de déformation.

La pression et les propriétés cristallographiques des différentes phases peuvent être mesurées in-situ en utilisant la diffraction des rayons-X sur une ligne synchrotron, de la même façon qu'en D-DIA. Le détail de ces mesures sera présenté dans le paragraphe 2.2.1.

La portabilité de la cellule à enclumes de diamant offre la possibilité d'appliquer une rotation à la cellule pour collecter des sets d'images de diffraction '3D'. Cette technique appelée cristallographie multigrain et spécifique à l'équipe lilloise est détaillée dans le paragraphe 2.2.3.

2.1.3 Préparation des échantillons

Echantillons pour diffraction de poudre en D-DIA

Nos échantillons pour la diffraction de poudre en D-DIA sont constitués d'une poudre de MgO (commercialisées par Alfa Aesar, part #14684, 99.95% de pureté, 325 mesh, Fig. 2.3). Cette poudre a été introduite dans l'assemblage expérimental et tassée à la main. L'opération est réalisée à l'air libre mais jusqu'au moment de l'expérience l'assemblage expérimental est conservé dans un four pour éliminer autant d'eau que possible de l'échantillon. Une fois chargés dans la presse, tous les échantillons sont recuits à 1270 K pour 0,5 à 2,5 h. Un échantillon (D2028) est récupéré juste après ce recuit pour témoigner de la microstructure de nos échantillons avant la déformation. Cette microstructure est présentée dans la figure 2.3 c. L'échantillon recuit consiste en une majorité de cristaux de petite taille, environ 3 μm, équiaxes et sans orientation préférentielle. Quelques cristaux plus larges sont observés mais restent relativement rares. Nous n'avons pas mesuré la teneur en eau dans les échantillons post-mortem. En effet, le périclase est un matériau très hydrophile et peu s'hydrater simplement en étant exposé à l'air ambiant. Dans notre étude, la préparation des échantillons a fait

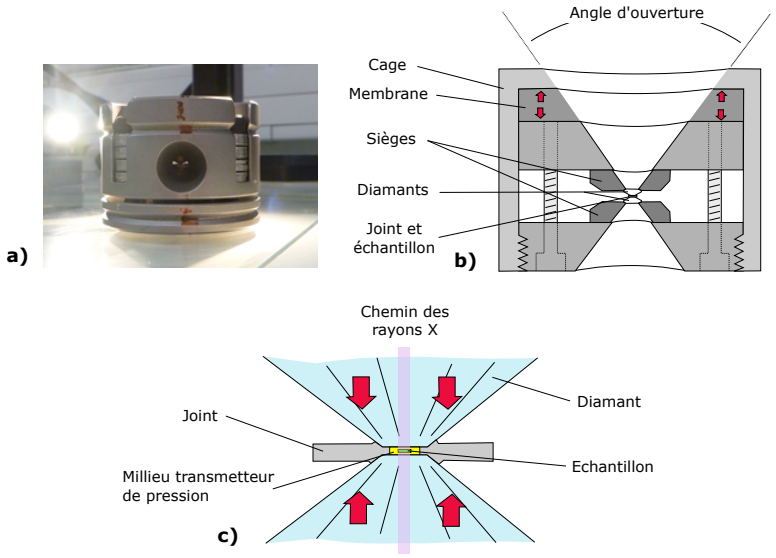

FIGURE 2.2 – La cellule à enclumes de diamant. a) Photo d'une CED fermée. b) Coupe schématique d'une CED présentant les différentes pièces de la cellule. c) Zoom sur la chambre de l'échantillon, située entre les pointes des deux diamants et délimitée latéralement par un joint. Dans la configuration que nous utilisons, l'échantillon est chargé dans un milieu transmetteur de pression. En diffraction axiale, le faisceau de rayons X traverse l'échantillon en passant à travers les diamants.

intervenir de l'eau comme lubrifiant. Une mesure d'eau dans ces échantillons serait donc biaisée par une contamination en eau due à leur préparation.

Echantillons pour cristallographie multigrain en CED

Les échantillons utilisés dans les expériences en CED proviennent de cristaux naturels d'olivine de San Carlos. Les cristaux, de taille macroscopique, ont été broyés au broyeur planétaire en une poudre fine. Cette poudre d'olivine a ensuite été chargée dans une capsule métallique pour être frittée à haute pression et haute température ($\approx$ 25 MPa et 1500 K) dans un piston-cylindre. La roche obtenue (Fig. 2.4.a et b) a été découpée en tranches fines et chacune de ces tranches a été polie jusqu'à avoir une épaisseur de 10-15 μm. Le polissage est fait d'abord avec du papier SiC (#1200 puis #2000), puis au papier diamanté (15, 6, 3, 1, 0,5 µm) et enfin à la pâte diamantée (1/4 µm) pour la finition. Une couche de platine a été déposée sur chaque face des tranches

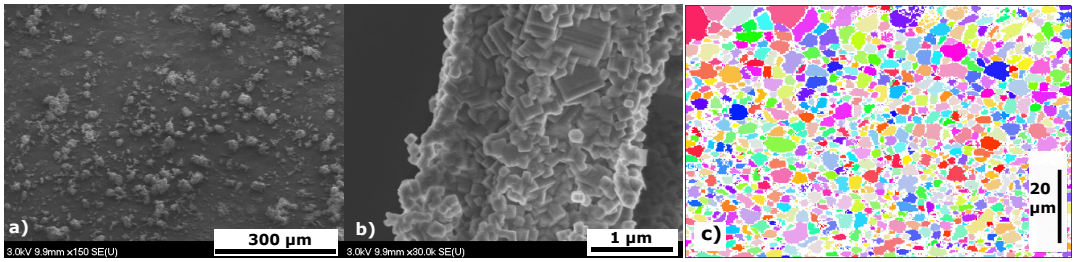

FIGURE 2.3 – Matériau de départ pour les expériences de déformation du périclase en D-DIA. a) Exemple des amas de cristaux de $\approx$ $30\mu m$ qui constituent la poudre de départ ; b) Zoom sur un de ces amas, composés de nombreux cristaux de taille submicronique ; c) Analyse par diffraction des électrons retro-diffusé (EBSD) du résultat du recuit de cette poudre sous une pression hydrostatique de $\approx$ 2 GPa dans la D-DIA (échantillon de référence D2028). La taille de grain majoritaire est de $\approx$ $3\mu m^2$ et les cristaux n'ont pas d'orientation préférentielle.

pour améliorer le couplage de l'échantillon avec le chauffage laser. Cette couche de platine est une nouveauté proposée par l'équipe lilloise pour palier à des hétérogénéités d'absorption optique des lasers par les cristaux de l'échantillon, notamment lors des changements de phase. Nos expériences ont montré que le chauffage laser est plus efficace et plus stable avec cette technique. Enfin, des disques de 20 μm de diamètre ont été découpés dans ces tranches au laser à l'IMPMC (Institut de minéralogie, de physique des matériaux et de cosmochimie) de Paris pour produire des échantillons de taille convenable pour la CED. La teneur en eau dans le polycristal d'olivine frittée a été mesurée par spectroscopie infra-rouge à transformée de Fourier (FTIR). Pour ces mesures, nous avons utilisé un microscope Bruker Hyperion 3000 FTIR couplé avec un spectromètre Vertex 70 équipé d'un détecteur MCT simple et d'un détecteur dit 'Focal Plan Array' au laboratoire LASIR, CNRS-Université de Lille. Nos résultats montrent que ces échantillons contiennent moins de 3 ppm d'eau (Fig. 2.4.c).

2.2 Caractérisation in-situ

2.2.1 Radiographie en D-DIA

La radiographie aux rayons-X consiste à projeter l'intensité d'un faisceau large (2-3 mm) sur un détecteur fluorescent après son passage à travers l'échantillon. L'image

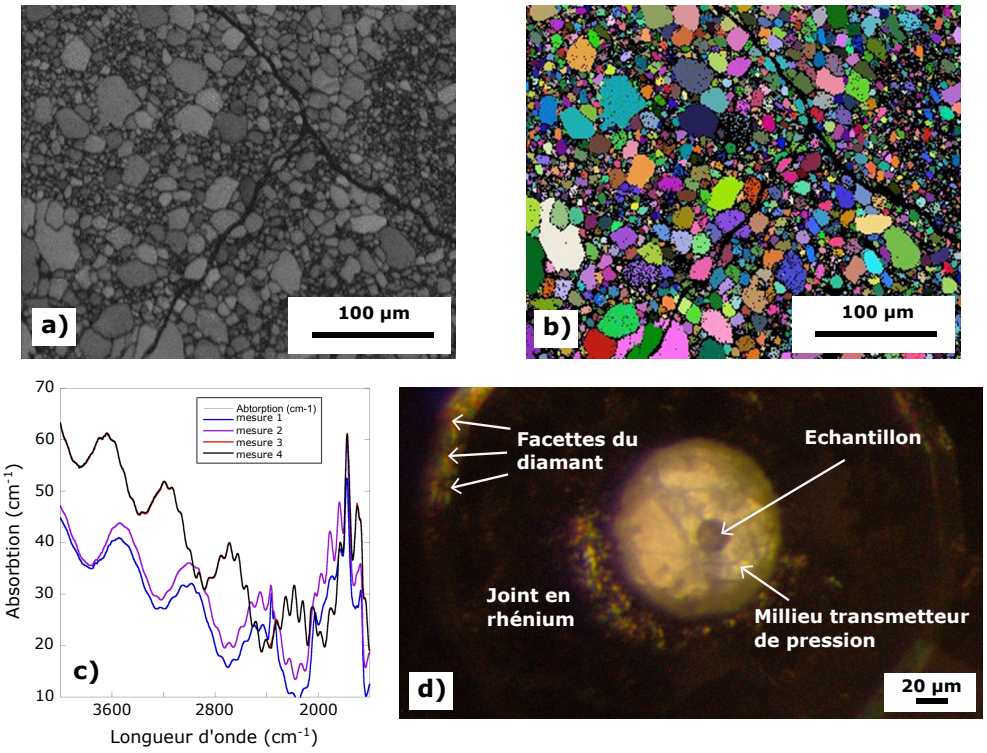

FIGURE 2.4 – Matériau de départ pour les expériences de transformation de l'olivine en wadsleyite et de déformation plastique de la wadsleyite. a) et b) Image EBSD de contraste de bandes et d'orientation de grains, respectivement, montrant la microstructure du polycristal d'olivine frittée utilisé comme matériau de départ. Chaque couleur de la carte d'orientation correspond à une orientation cristalline. c) Mesures de l'hydratation des cristaux d'olivine par FTIR. Les courbes montrent bien que les pics de l'eau, entre 3100 et 3800 cm-1 et entre 2400 et 2800 cm-1, sont absents. d) Photo d'un échantillon final chargé dans la CED.

formée sur ce détecteur est ensuite récupérée par une caméra CCD (pour charge coupled device).

Cette méthode d'imagerie est utilisée en D-DIA pour suivre l'évolution de la longueur de l'échantillon (Fig. 2.5). Pour bien distinguer les limites de l'échantillon sur les radiographies, des marqueurs métalliques (feuilles d'or) ont été disposés entre le sommet de l'échantillon et le piston d'alumine supérieur et entre la base de l'échantillon et le piston d'alumine inférieur. A partir du changement de longueur de l'échantillon, la déformation macroscopique ϵ qu'il subit peut être calculée :

$$\epsilon = \frac{L - L_0}{L_0} \tag{2.2}$$

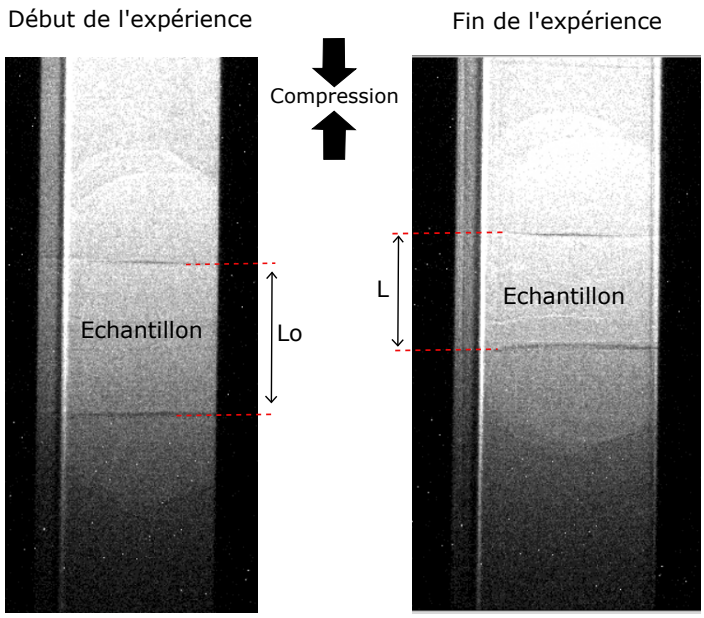

FIGURE 2.5 – Radiographies X montrant la taille de l'échantillon a) au début de la déformation et b) à la fin de la déformation. L'échantillon est la partie plus claire délimitée par les deux bandes sombres qui correspondent aux marqueurs métalliques.

où L est la longueur mesurée et L_0 est la longueur initiale de l'échantillon.

La longueur de l'échantillon est mesurée tout au long de l'expérience et accompagnée d'une mesure de temps (t). On peut alors en déduire la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ imposée à l'échantillon :

$$\dot{\epsilon} = \frac{d\epsilon}{dt} \tag{2.3}$$

2.2.2 Diffraction sur poudre en D-DIA

Les clichés de diffraction mesurés en D-DIA résultent de la diffraction des rayons X sur les plans cristallins de l'échantillon. Cette diffraction des rayons-X obéit à la loi de Bragg :

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta \tag{2.4}$$

où λ est la longueur d'onde du rayonnement, d_{hkl} est la distance inter-réticulaire de la famille de plans d'indices hkl et θ est l'angle de diffraction, aussi appelé angle de Bragg (Fig. 2.6.a). Cette relation s'exprime également par :

$$\vec{k} - \vec{k_0} = \vec{g_{hkl}} \tag{2.5}$$

où $\vec{k}$ et $\vec{k_0}$ sont les vecteurs d'ondes des rayons diffractés et incidents (de norme $1/\lambda$), respectivement, et $\vec{g_{hkl}}$ est le vecteur du réseau réciproque perpendiculaire à la famille de plans d'indice hkl et de norme $1/d_{hkl}$ (Fig. 2.6.a).

A longueur d'onde fixe, l'angle 2θ (correspondant à l'angle entre le rayon transmis et le rayon diffracté) dépend donc de la distance inter-réticulaire de la famille de plans qui

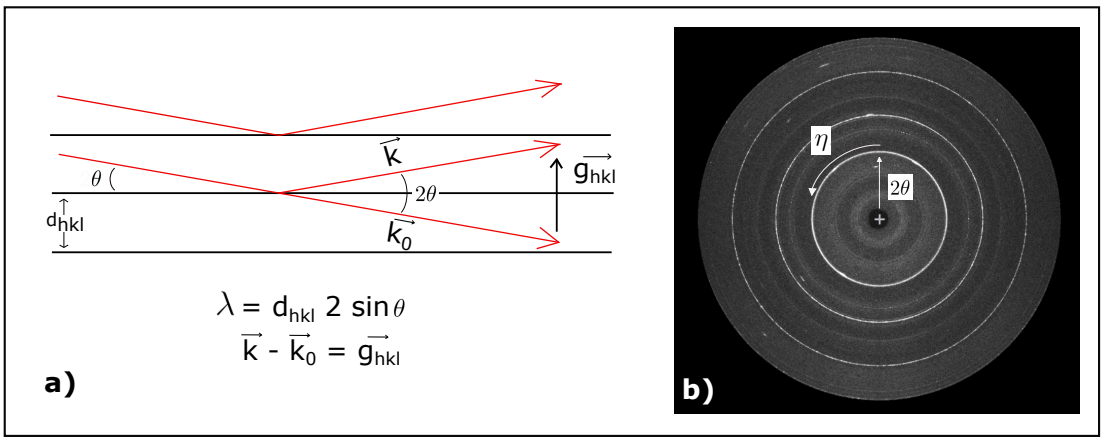

FIGURE 2.6 – Principe de la diffraction des rayons X. a) Illustration de la loi de Bragg, où θ est l'angle de diffraction, d_{hkl} est la distance inter-réticulaire de la famille de plan qui diffracte, $\vec{k}$ et $\vec{k_0}$ sont les vecteurs qui représentent le faisceau diffracté et le faisceau transmis, respectivement. $\vec{g_{hkl}}$ est la différence entre ces deux vecteurs $\vec{k}$ et $\vec{k_0}$ et la normale à la famille de plans diffractant. Finalement, il est lié à la distance inter-réticulaire par sa norme qui est de $1/d_{hkl}$. b) Exemple d'un cliché de diffraction annoté avec l'angle 2θ entre le rayon diffracté et le faisceau transmis et l'angle η qui donne la position du faisceau diffracté sur l'anneau de diffraction.

diffractent. La position du rayon diffracté dans le plan du détecteur, appelée η (Fig. 2.6), dépend uniquement de l'orientation du cristal.

Une 'poudre' est un polycristal constitué de grains nombreux et très petits comparés à la taille du faisceau. Lorsque ces grains n'ont pas d'orientation préférentielle, la poudre contient statistiquement toutes les orientations cristallines possibles et la figure de diffraction se traduit donc par des anneaux sur le détecteur (Fig. 2.6.b). Chaque anneau, de rayon proportionnel 2θ, correspond à la diffraction sur une famille de plans hkl.

La relation directe entre la figure de diffraction et les distances inter-réticulaires (éq. 2.4) permet d'identifier, à partir du cliché de diffraction, la structure cristalline des cristaux constituant l'échantillon et ses paramètres de mailles. Elle permet aussi la détermination de la pression à laquelle ils sont soumis. En effet, sous l'effet d'une pression, les paramètres de maille du réseau cristallin varient. Ainsi, une pression isostatique produit une variation homogène des paramètres de maille des cristaux dans toutes les directions de l'espace ce qui résulte en une variation de la position en 2θ de l'ensemble

d'un anneau de diffraction. Au contraire, une contrainte déviatorique (c'est à dire dans une seule direction de l'espace) produit une oscillation de la valeur de 2θ le long des anneaux de diffraction. Pour finir, des différences d'intensité le long des anneaux de diffraction indiquent une orientation préférentielle des cristaux.

Le traitement des clichés de diffraction pour en extraire la nature des phases de l'échantillon, leurs proportions relatives, leurs paramètres de mailles et la contrainte qu'elles subissent peut être fait par le biais d'affinements de type Rietveld implémentés dans le logiciel MAUD (Lutterotti, Vasin et Wenk, 2014 ; Wenk et al., 2014). Puis, à partir des paramètres de maille extraits des clichés de diffraction, la pression subie par l'échantillon est calculée avec des équations d'état. Nos échantillons ayant été déformés à haute température, nous avons utilisé des équations d'état à haute pression et haute température (Speziale et al., 2001 pour le périclase, Angel, Alvaro et Nestola, 2018 pour l'olivine et Katsura et al., 2004 pour la wadsleyite). Ces équations d'état à haute température combinent le calcul de la pression à température ambiante avec un terme donnant la pression thermique du matériau. Pour le calcul de la pression à température ambiante les trois équations d'état que nous utilisons sont basées sur une équation de type Birch-Murnaghan (Murnaghan, 1937 ; Birch, 1952) qui s'écrit :

$$P(V,300K) = \frac{3}{2}K_0\left[\left(\frac{V}{V_0}\right)^{-\frac{7}{3}} - \left(\frac{V}{V_0}\right)^{-\frac{5}{3}}\right]\left(1+\frac{3}{4}\left(K'_{0T}-4\right)\left[\left(\frac{V}{V_0}\right)^{-\frac{2}{3}}-1\right]\right) \quad (2.6)$$

où V est le volume déduit des paramètres de maille, V_0 est le volume du minéral à température et pression ambiantes, K_0 est le module d'incompressibilité à pression ambiante et K'_{0T} est sa dérivée première par rapport à la pression. La pression thermique est calculée avec l'équation de Mie-Gruneisen (Mie, 1903 ; Gruneisen, 1912) :

$$P_{Th}(V,T) = \frac{\gamma}{V}\left[E_{Th}(V,T) - E_{Th}(V,300K)\right] \quad (2.7)$$

où

$$\gamma = \gamma_0\left(\frac{V}{V_0}\right)^q \quad (2.8)$$

et

$$E_{Th}(V,T) = \left[\frac{9nRT}{\left(\frac{\Theta}{T}\right)^3}\right]\int_0^{\frac{\Theta}{T}} \frac{z^3}{(e^z-1)}dz \quad (2.9)$$

avec γ_0 la constante de Gruneisen, q une constante d'ajustement, Θ la température de Debye et n le nombre d'atomes par unité de formule chimique. Les valeurs de K_0, K'_{0T}, γ_0, V_0, Θ, q sont déterminées sur la base de mesures de variations de V avec P et T. Je me suis contentée, au cours de cette thèse, d'utiliser les paramètres de ces équations d'état proposés dans la littérature pour les phases étudiées. Ces paramètres ont été implémentés dans le logiciel EosFit (Angel, Alvaro et Gonzalez-Platas, 2014) (disponible librement en ligne à : http://www.rossangel.com/text_eosfit.htm) qui est capable, à partir de ces équations, de calculer à une température donnée la pression correspondant au volume de la maille cristalline mesurée.

La contrainte subie par l'échantillon peut être estimée à partir de l'oscillation de la valeur de 2θ le long des anneaux de diffraction. Ces calculs de contraintes déviatoriques ont été réalisés pour nos échantillons de périclase par Feng Lin de l'université de l'Utah. En effet, cette série d'expériences a été menée en collaboration avec l'université de l'Utah qui était chargée de la partie déformation et caractérisation in-situ des échantillons, alors que nous nous sommes occupés de la partie caractérisation post-mortem de ces mêmes échantillons. Ainsi, toute la partie caractérisation in-situ des échantillons de périclase est détaillée dans la thèse de Feng Lin (Lin, 2020). Je rapporterais ici les résultats de ces analyses qui permettent de comprendre et de discuter la déformation du périclase à haute pression et haute température.

2.2.3 Diffraction mutligrain en CED

Pour isoler la diffraction des plus gros grains d'un échantillon, il faut utiliser la méthode de la cristallographie multigrain en cellule à enclumes de diamant.

Cette méthode consiste à utiliser une rotation de la cellule autour de l'axe vertical pour faire varier la position des tâches de diffraction produites par les monocristaux de l'échantillon (Fig. 2.7). Le bruit de fond et le signal de diffraction de poudre (qui peut venir du milieu transmetteur de pression, du joint, etc.), ne changeront pas avec la rotation de la cellule. En prenant des clichés à différents angles de rotation et en retirant l'image médiane de la collection d'images à chacune des images de cette collection, on ne conserve que le signal des monocristaux (Fig. 2.8). A partir des tâches de diffraction des monocristaux et de la géométrie de l'expérience, il est ensuite possible de remonter à l'orientation des cristaux responsables de ces diffractions.

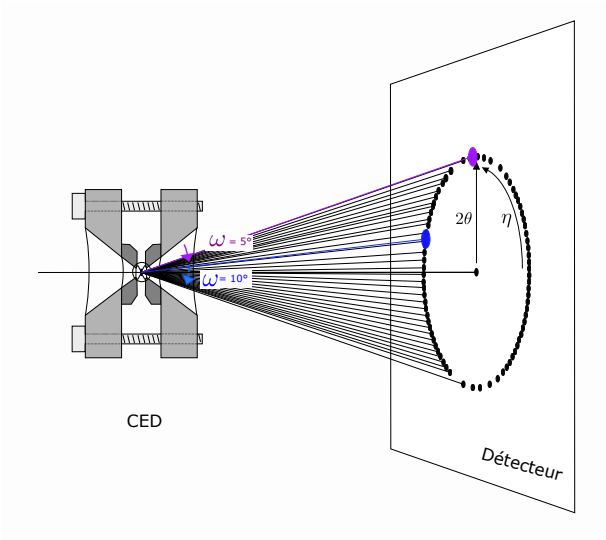

FIGURE 2.7 – Le principe de la cristallographie multigrain. Avec la rotation de la CED la tâche de diffraction vue à 5° (violet) va disparaître alors que d'autres tâches de diffraction (en bleu) vont apparaître. Au contraire, le signal de diffraction du bruit de fond et des poudres (en noir) ne vont pas changer avec la rotation de la CED.

Le post-traitement des données collectées grâce à cette méthode a déjà été décrit par ROSA et al. (2015) et mis en oeuvre dans plusieurs études (ROSA et al., 2016 ; LANGRAND, 2017 ; LANGRAND et al., 2017). Nous utiliserons le même procédé, à quelques améliorations près (Fig. 2.9), en utilisant les outils du paquet FABLE-3DXRD disponibles en ligne à l'adresse : https://github.com/FABLE-3DXRD. La première étape du post-traitement consiste à nettoyer les images des tâches de diffraction des diamants, du bruit de fond et du signal de poudre. Des outils numériques ont été développés pour ce traitement dans le cadre du projet TIMEleSS, et sont disponibles en ligne à l'adresse 'https://github.com/FABLE-3DXRD/TIMEleSS', avec un manuel en ligne dédié : http://multigrain.texture.rocks/doku.php. Une fois les tâches de diffraction isolées, elles sont repérées sur les images avec leurs angles 2θ, η et ω (l'angle de rotation de la cellule) par un script de recherche de pics (Fig. 2.8). La position des tâches est ensuite rentrée dans le logiciel ImageD11 (Wrigth, 2006) avec les conditions expérimentales (distance échantillon-détecteur, longueur d'onde, etc.). ImageD11 recalcule alors l'orientation de la famille de plans à l'origine de la tâche de diffraction considérée. Cette orientation est représentée par le vecteur de diffraction $\vec{g}_{hkl}$ qui correspond au vecteur normal à la famille de plans diffractant hkl, et de norme $g_{hkl} = 1/d_{hkl}$ (Fig. 2.6.a). Formellement, $\vec{g}_{hkl}$ est le vecteur du réseau réciproque correspondant au pic de diffraction considéré, mais il est exprimé dans un système de coordonnées associé au laboratoire.

Une étape supplémentaire par rapport au procédé décrit par ROSA et al., 2015 nous est apparue nécessaire. Dans leur traitement de données, le logiciel ImageD11 était utilisé pour calculer la position théorique des tâches de diffraction d'une phase de

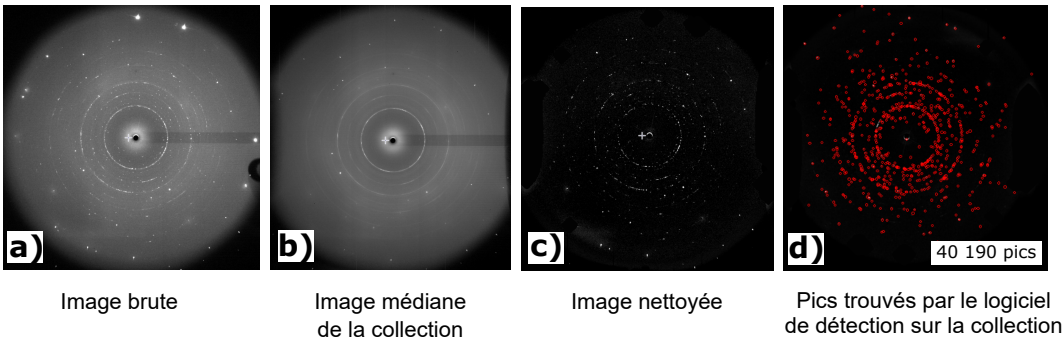

FIGURE 2.8 – Les différentes étapes du traitement d'images en cristallographie multigrain. a) Exemple d'une image brute telle qu'elles sont acquises, b) Image médiane des 100 images de la collection multigrain, c) Exemple d'une image de la collection une fois l'image médiane soustraite à l'image brute, d) Même image que c avec la position des pics de diffraction trouvés par le logiciel de détection.

l'échantillon à partir de son groupe d'espace. Nous avons préféré recalculer les positions théoriques des tâches à partir de la cristallographie complète pour chaque phase. Pour cela, nous nous basons sur un fichier de cristallographie (cif) pour le minéral considéré qui contient ses paramètres de maille, son groupe d'espace, les opérations de symétrie associées et les positions des atomes dans la maille. A partir de la structure cristalline contenue dans le fichier, le script peut calculer la distance inter-réticulaire d_{hkl} et l'intensité théorique pour chaque famille de plans hkl du cristal. Ensuite, en utilisant ces distances inter-réticulaires avec la loi de Bragg, le script calcule la position 2θ des pics de diffraction. L'intensité de ces pics est calculée en prenant en compte le facteur de structure de la réflexion hkl et la correction de Lorentz. Cette nouvelle étape diminue la possibilité d'erreur lors de l'indexation des $\vec{g}_{hkl}$ en grains dans l'étape suivante.

Le logiciel GrainSpotter (SCHMIDT, 2014) est ensuite capable d'associer les vecteurs $\vec{g}_{hkl}$ mesurés expérimentalement et qui ont des orientations compatibles pour former des grains composés de plusieurs familles de plans cristallographiques. On obtient, à la fin du processus, l'orientation de plusieurs dizaines ou centaines de monocristaux présents dans l'échantillon. Pour finir, le logiciel FitAllB (ODDERSHEDE et al., 2010) permet d'affiner les paramètres de mailles utilisés dans l'indexation en comparant les grains indexés aux tâches de diffraction extraites des images. Pour aller plus loin, FitAllB peut aussi estimer les tenseurs de contrainte et de déformation moyens dans chaque

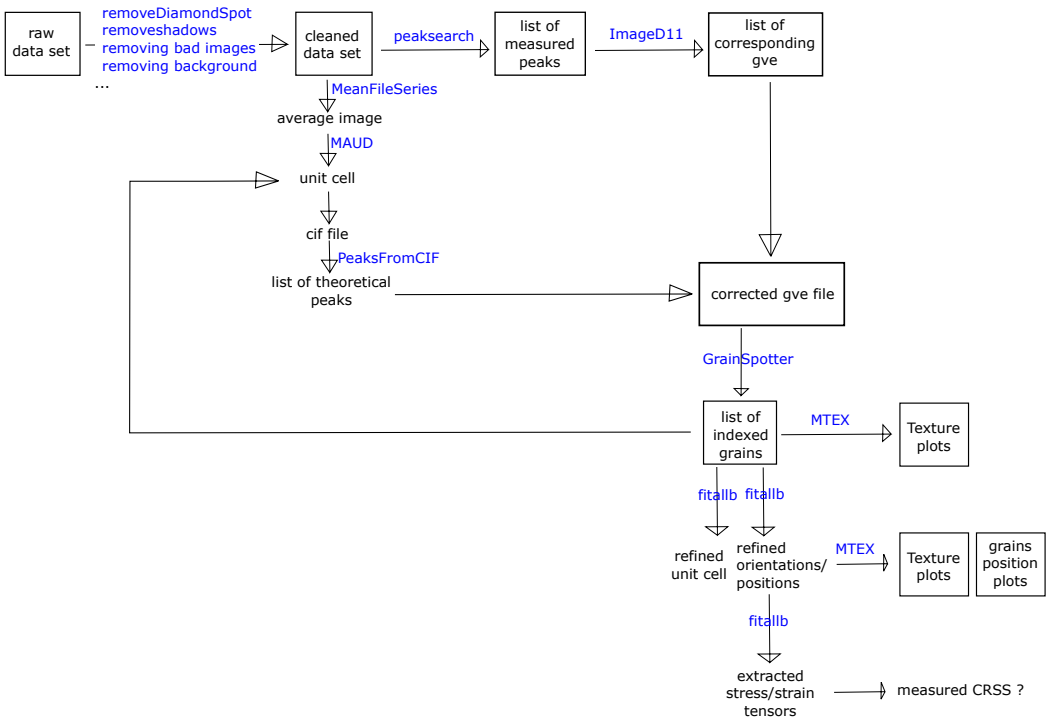

FIGURE 2.9 – Processus du traitement des données de cristallographie multigrain que nous utilisons. Le nom des logiciels utilisés pour chaque étape est précisé en bleu.

grain indexé.

2.3 Caractérisation post-mortem

2.3.1 Préparation des échantillons

Les échantillons déformés en D-DIA ont été récupérés après l'expérience de déformation pour être analysés post-mortem en microscopie électronique.

Pour faciliter la manipulation et consolider l'échantillon, l'ensemble du montage expérimental a été enduit dans de la résine. Une partie du montage expérimental a été sciée parallèlement à la direction de compression pour approcher au plus près de l'échantillon de MgO. L'échantillon est ensuite décapé par abrasion au papier SiC de taille de grains de 30-15 μm pour atteindre le centre du cylindre de MgO.

La surface a ensuite été préparée pour l'analyse au microscope électronique à balayage et plus particulièrement pour l'analyse avec la méthode de la diffusion des électron-retrodiffusés (EBSD, pour electron backscatter diffraction) qui requière une

surface avec un poli très poussé (Fig. 2.10). Nous avons donc utilisé des feuilles diamantées de taille de grains 9, 6 et 3 μm, successivement, puis le poli a été fini à la pâte diamantée, avec une taille de grain de 1 puis 1/4 de microns. Pour terminer, juste avant l'analyse, la surface de l'échantillon est nettoyée par polissage ionique, en envoyant des faisceaux d'ions d'argon avec une puissance de 5 kV et avec un angle de 5-7° sur la surface de l'échantillon en rotation. Ce dernier traitement permet de gommer les derniers reliefs de la surface, d'éliminer les pollutions des polissages précédents ou bien de décaper une surface polluée par une analyse antérieure.

Généralement, pour les analyses EBSD sur des matériaux peu conducteurs, les échantillons sont recouverts de carbone pour faciliter l'évacuation des électrons de la surface de l'échantillon. Après quelques tests nous nous sommes rendu compte que nos échantillons n'occasionnaient pas d'accumulation d'électrons excessive même sans couverture carbone, alors que cette couverture carbone diminuait le signal de l'échantillon. Nous avons donc préféré ne pas utiliser la couverture carbone.

Une fois les analyses EBSD terminées, ces mêmes échantillons ont été à nouveau métallisés avec du platine pour une extraction de lames minces prélevées au FIB (pour Focused Ion Beam) dans un microscope électronique à balayage (MEB) FEI Strata DB 235 FIB-FESEM à l'IEMN (Institut de micro et nanoélectronique, Université de Lille) par David Troadec. Les positions des lames minces dans les échantillons ont été repérées au préalable au MEB pour échantillonner les zones les plus représentatives.

2.3.2 Diffraction des électrons retro-diffusés (EBSD)

La diffraction des électrons rétro-diffusés est une technique de microscopie électronique de plus en plus utilisée qui permet d'imager la microstructure d'un échantillon (Pouchou, 2004).

Cette technique est mise en oeuvre dans un microscope électronique à balayage, utilisant un faisceau convergent d'électrons de 15-30 kV. L'interaction électrons-matière utilisée en EBSD est la diffraction des électrons retro-diffusés sur les plans cristallins de l'échantillon. Cette diffraction se fait sur les plans cristallographiques en conditions de Bragg (éq. 2.4). Les électrons rétro-diffusés sont alors diffractés sur ces plans selon deux cônes très ouverts (les angles de Bragg sont très petits) et la trace de ces cônes de diffraction sur l'écran du détecteur forme des bandes de Kikuchi (Fig. 2.11b.).

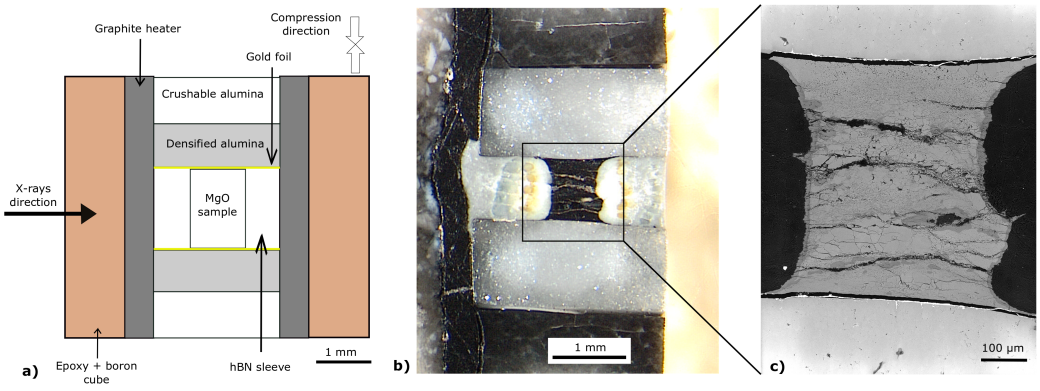

FIGURE 2.10 – Préparation des échantillons de D-DIA pour la microscopie électronique. a) Assemblage expérimental pour la D-DIA. L'échantillon est situé dans le manchon en graphite et contenu entre deux enclumes d'alumine densifiées. b) Photo au microscope optique de l'assemblage une fois préparé pour la microscopie électronique. L'échantillon est le cylindre noir au centre de l'assemblage. c) Image au MEB de l'échantillon.

L'analyse EBSD nécessite que la surface de l'échantillon soit orientée à ≈70° par rapport au faisceau d'électrons incident (Fig. 2.11 a.). Les électrons rétro-diffusés sont captés par un détecteur spécifique, constitué d'un écran fluorescent sur lequel se créé le cliché de diffraction et d'une caméra qui acquiert le cliché. Les bandes de diffraction sont ensuite automatiquement détectées par le logiciel de pilotage de l'appareil en utilisant des fonctionnalités de traitement d'image comme la transformée de Hough (Fig. 2.11. d.). Une fois les bandes repérées, le logiciel utilise la largeur de la bande, qui est proportionnelle à la distance inter-réticulaire, pour assigner ces bandes aux plans qui les ont générées (Fig. 2.11 f.). Les angles entre les différentes bandes de Kikuchi sont ensuite calculés par le logiciel puis comparés à une liste d'angles théoriques entre les plans de la ou des structures cristallines spécifiées. La meilleure solution, celle qui a la plus grande probabilité, est gardée, donnant la nature de la phase et la matrice d'orientation du cristal.

La fiabilité de l'indexation du cliché de diffraction est calculée à partir de la différence de probabilité des deux meilleures solutions (POUCHOU, 2004).

L'acquisition de clichés de bandes de Kikuchi en différents points de la surface de l'échantillon grâce au balayage du faisceau d'électrons permet de construire une cartographie de l'orientation des cristaux de l'échantillon.

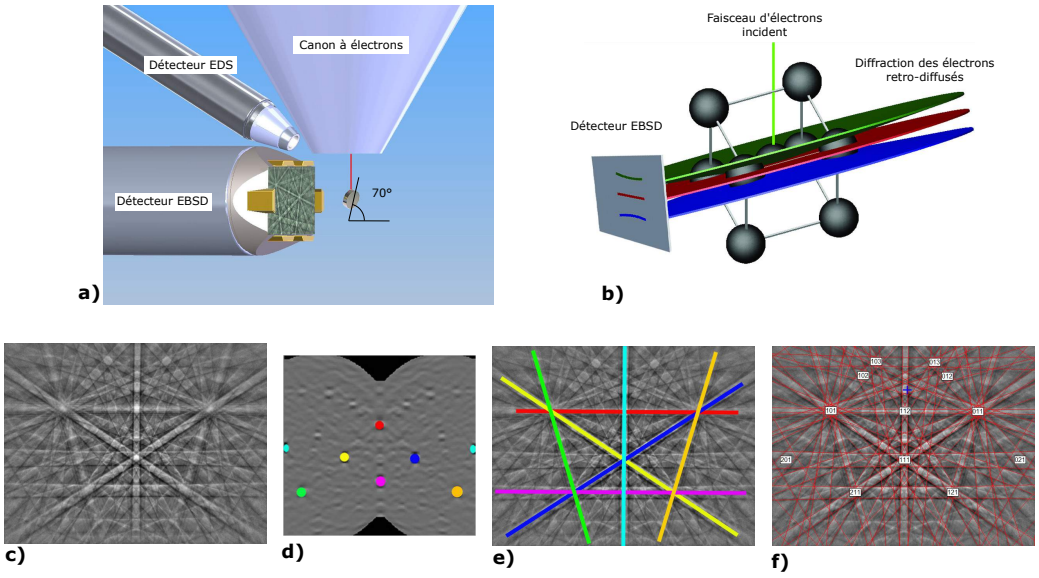

FIGURE 2.11 – Principe des mesures EBSD, d'après Oxford Instrument (https://ebsd.com) (*Oxford Instruments*). a) Montage expérimental dans le MEB pour l'EBSD. Un détecteur spécifique est utilisé et la surface de l'échantillon est inclinée à 70°. b) Schéma de la formation des bandes de Kikuchi. c) Exemple d'un cliché de diffraction collecté par le détecteur EBSD. d) Représentation des bandes de Kikuchi de l'image précédente dans l'espace de Hough. e) Report des lignes indexées correspondant aux points repérés dans l'espace de Hough de l'image d). f) Indexation finale des lignes de Kikuchi.

Ces cartographies d'orientation comportent de nombreuses informations. Tout d'abord, elles donnent une image de l'échantillon et donc de la taille, la forme et l'arrangement des grains. Ensuite, elles permettent de mettre en évidence une éventuelle orientation préférentielle des grains de l'échantillon. Enfin, la mesure d'une différence d'orientation dans un cristal caractérise une déformation du cristal. Le traitement détaillé de ces données sera présenté au paragraphe 2.3.5.

2.3.3 Microscopie électronique en transmission (MET)

Avec des tensions d'accélération de 100-300 kV, la microscopie électronique en transmission est adaptée à l'étude de la matière à l'échelle atomique dans les solides. La résolution 'idéale' d'un appareil optique dépend en effet de la longueur d'onde du faisceau incident et à une tension d'accélération de 200 kV la longueur d'onde des électrons est de l'ordre du picomètre (relation onde-corpuscule de De Broglie). Cependant, les inévitables anomalies des lentilles (aberrations sphériques) et la faiblesse des angles d'ouverture des diaphragmes (loi d'Abbé) conduisent à une résolution effective de 1,5-2 Å sur les microscopes conventionnels (non corrigés des aberrations). Cette résolution reste largement suffisante pour imager des échantillons à l'échelle submicronique et même faire apparaître les rangées d'atomes constituant les cristaux (microscopie haute résolution).

En MET, un faisceau électronique de haute énergie est envoyé à travers un échantillon très fin, d'une centaine de nanomètres d'épaisseur. Les interactions entre le faisceau électronique et la matière de l'échantillon sont illustrées sur la figure 2.12. Les électrons transmis et diffractés sont utilisés pour l'imagerie de l'échantillon et pour la réalisation des clichés de diffraction. La diffusion inélastique des électrons est utilisée pour la spectroscopie de perte d'énergie. Enfin, des rayons-X ré-émis par l'échantillon sont utilisés pour l'analyse chimique par dispersion d'énergie, appelée EDXS.

La colonne du MET comporte différentes sections correspondant à l'illumination de l'échantillon, la formation de l'image et la projection et l'agrandissement de l'image (Fig. 2.13). Les lentilles utilisées dans le MET sont des lentilles électro-magnétiques convergentes dont on peut faire varier le pouvoir de focalisation en faisant varier le courant électrique circulant dans la lentille. Leur propriétés sont similaires à celles de lentilles minces convergentes en optique photonique.

La partie illumination, située en amont de l'échantillon, conditionne la forme du faisceau

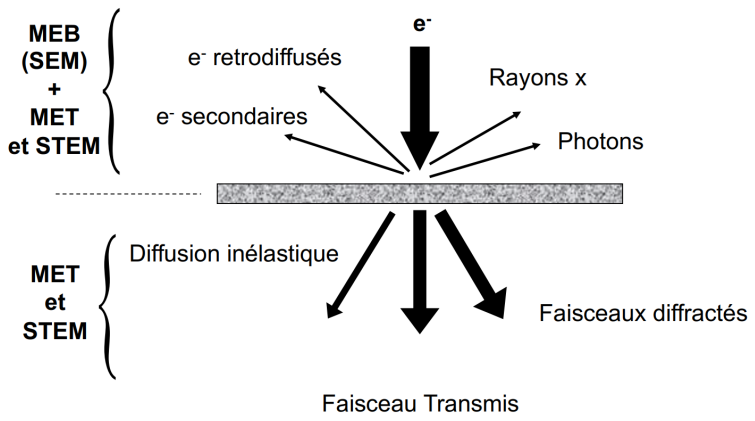

FIGURE 2.12 – Les différentes interactions entre la matière d'un échantillon et un faisceau d'électrons. Les électrons secondaires, les électrons retro-diffusés, les rayons-X et les photons sont émis du côté 'faisceau incident' de l'échantillon. Ce sont typiquement les particules analysées en MEB où le détecteur est placé de ce même côté de l'échantillon. Dans le cas du MET, ces particules peuvent être captées si le détecteur est placé de la même façon. Les électrons transmis, diffractés ou diffusés inelastiquement sont des particules qui ont pu traverser l'échantillon et sont donc captés du côté de l'échantillon opposé au faisceau incident. Ces particules sont utilisées en MET, en utilisant des échantillons très fins.

(parallèle ou convergent), la taille de sonde et le mouvement de balayage et/ou de précession du faisceau. Cette section regroupe le canon à électrons, trois lentilles (C1, C2, C3), des déflectrices et différents diaphragmes (Fig. 2.13).

La partie image comporte la lentille objectif, située après l'échantillon, qui forme la première image et le premier cliché de diffraction. L'échantillon se trouve dans le plan objet de la lentille objectif. L'image se forme dans le plan image de la lentille et le cliché de diffraction se forme dans le plan focal de la même lentille.

La partie projection/agrandissement de la colonne permet la projection de l'image agrandie ou du cliché de diffraction, formés plus haut dans la colonne, sur l'écran d'observation du MET (ou la caméra).

Comme pour les rayons-X, la diffraction des électrons sur les plans cristallins de l'échantillon obéit à la loi de Bragg. Cependant, du fait de la faiblesse de la longueur d'onde (picomètres en MET, contre angströms en rayon-X) et de la faible épaisseur de l'échantillon (quelques centaines de nanomètres) les clichés de diffraction correspondent à des coupes planes du réseau réciproque, perpendiculairement à la direction du faisceau

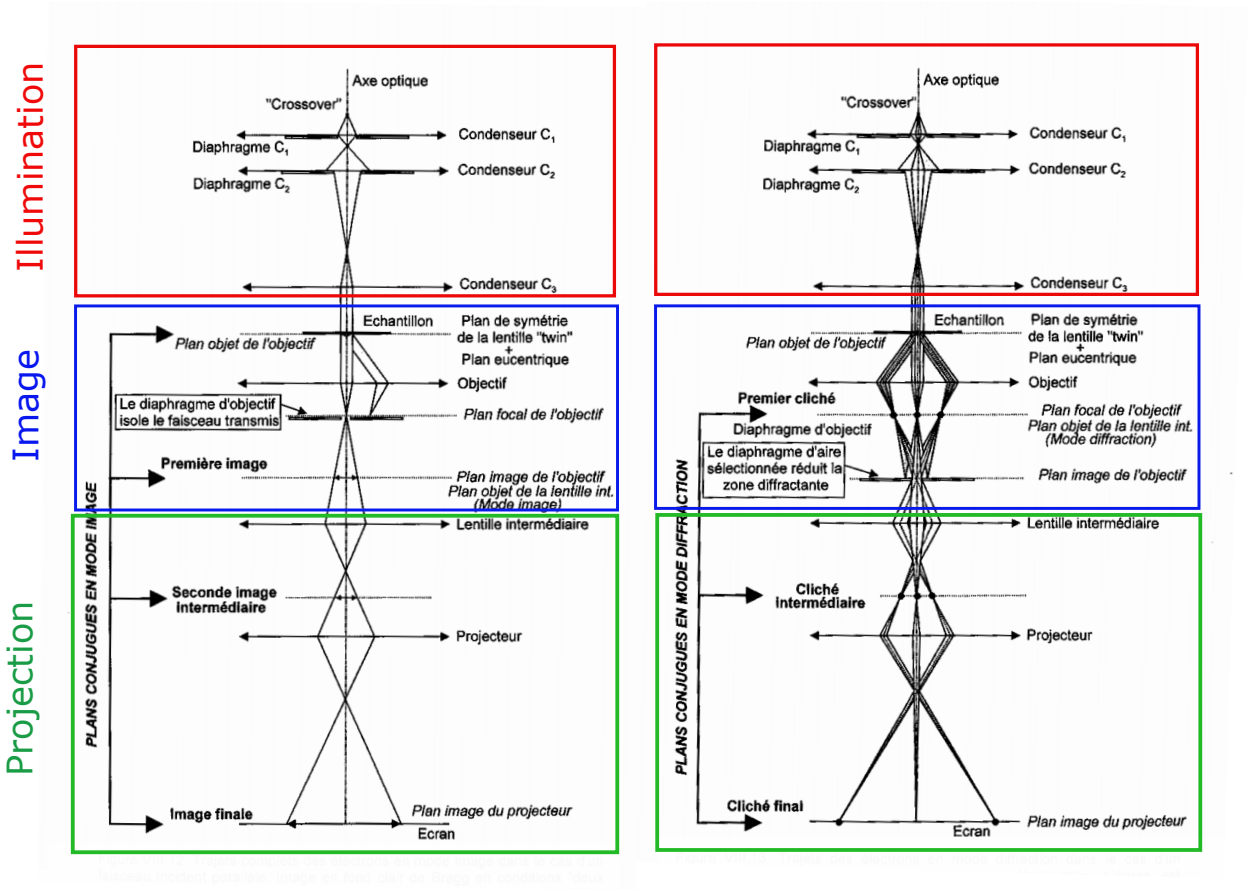

FIGURE 2.13 – Chemin optique des électrons dans le MET (MORNIROLI, 1998). a) Chemin des électrons en mode image : le plan objet de l'échantillon, le plan image de l'objectif et le plan image du projecteur sont conjugués. b) Chemin des électrons en mode diffraction : le plan focal de l'objectif et le plan image du projecteur sont conjugués. Ce changement de mode est opéré par un changement de courant électrique dans lentilles magnétiques. Les encadrés rouges, bleus et verts indiquent les sections 'illumination', 'image' et 'projection' du microscope, respectivement.

incident. Le cliché de diffraction est donc un cliché de points qui correspondent aux noeuds hkl du réseau réciproque. Dans ce réseau réciproque, la distance $|g_{hkl}|$ entre le faisceau diffracté et le faisceau transmis (central) correspond à l'inverse de la distance inter-réticulaire d_{hkl}.

Comme en diffraction des rayons X, la détermination de cette distance inter-réticulaire et la mesure des angles entre les différents $\vec{g}_{hkl}$ permet d'indexer les familles de plans qui diffractent et d'identifier la structure cristalline.

2.3.4 Carte d'orientation dans le MET

Des cartes d'orientation peuvent aussi être acquises en MET, en utilisant les clichés de tâches de diffraction au lieu des lignes de Kikuchi utilisées en EBSD. Cette méthode, appelée ACOM (Automated Crystal Orientation Mapping, ou ASTAR dans son appelation commerciale par la société NanoMEGAS), est décrite en détail par son inventeur (Rauch, 2014).

Les conditions d'acquisitions sont un peu différentes de l'imagerie MET traditionnelle (Fig. 2.14.c et d). Le faisceau est réglé en mode balayage (appelé STEM) où une sonde focalisée est déplacée sur l'échantillon selon un pas déterminé par l'expérimentateur (Fig. 2.14.a et d.). A chaque point de mesure, un cliché de diffraction est acquis (Fig. 2.14.b). Un mouvement de précession (Vincent et Midgley, 1994) peut être ajouté au faisceau incident pour améliorer le cliché en faisant apparaître plus de tâches de diffraction.

Les clichés de diffraction sont indexés par comparaison du cliché de diffraction mesuré à une base de données de clichés de diffraction simulés. Cette base de données est générée par un logiciel qui simule, pour toutes les orientations définies, la position théorique des tâches de diffraction de la phase étudiée (Fig. 2.14.e et f). Le cliché simulé le plus proche du cliché mesuré est choisi comme solution par un algorithme de reconnaissance d'image et l'orientation utilisée pour générer ce cliché simulé est alors attribuée au cliché mesuré (Fig. 2.14.h et i).

En pratique, les clichés de diffraction n'ont pas toujours assez de tâches de diffraction, le cliché de diffraction peut correspondre à plusieurs orientations du cristal ou bien plusieurs figures de diffraction peuvent se chevaucher, aux joints de grains par exemple, ce qui fait que l'indexation est parfois peu fiable. Pour déterminer la robustesse de

l'indexation, on utilise généralement deux indicateurs, la qualité de l'indexation et un indice de fiabilité. Pour le calcul de la qualité de l'indexation, le cliché de diffraction mesuré et les clichés de diffraction simulés sont représentés par des fonctions de variation spatiale de l'intensité dans l'image, comme décrit par Rauch et Dupuy, 2005. La fonction d'intensité du cliché de diffraction mesuré est ensuite comparée à celle de chacun des clichés de diffraction simulés. Chaque cliché de diffraction sera associé à une qualité d'indexation, c'est à dire un index de corrélation de cette image avec le cliché de diffraction mesuré. Le cliché de diffraction simulé qui présente la meilleure qualité d'indexation Q avec le cliché de diffraction mesuré est sélectionné et l'orientation cristallographique utilisée pour générer ce cliché est associé au cliché de diffraction mesuré. Plusieurs orientations peuvent avoir une probabilité proche. Le logiciel d'indexation choisira toujours une seule solution, mais cette ressemblance entre plusieurs orientations peut être un facteur d'erreur. C'est cette possibilité d'erreur que va évaluer l'indice de fiabilité, qui compare la différence des qualités d'indexation Q_1 et Q_2 des deux solutions les plus probables :

$$R = 100\left(1 - \frac{Q_2}{Q_1}\right) \tag{2.10}$$

Les indexations pour lesquelles les deux meilleures solutions sont très proches (faible indice de fiabilité) seront assez peu fiables alors que les indexations pour lesquelles les deux meilleures solutions sont très différentes (fort indice de fiabilité) seront plus fiables.

Les cartes d'orientation obtenues contiennent les mêmes informations que les cartes d'orientation acquises avec un système EBSD, c'est à dire les coordonnées spatiales du point de mesure, l'orientation cristallographique associée, la phase cristalline identifiée et l'index de qualité de l'indexation. Ainsi, on peut en extraire de la même façon des cartes des microstructures de l'échantillon, des graphiques de taille et d'allongement des grains et des figures de pôles montrant l'orientation préférentielle des grains. La différence majeure entre les cartes EBSD et les cartes ASTAR est la taille de la surface analysée et donc le nombre de grains qui sera contenu dans ces cartes. Les cartes EBSD ont l'avantage de permettre une bonne statistique sur les grains alors qu'en ASTAR, il sera difficile de voir une orientation préférentielle ou une distribution de taille de grain représentative de l'échantillon. Cependant, la résolution de l'EBSD limite l'observation des microstructures dans les grains de petite taille alors que l'ASTAR permet d'ima-

ger ces microstructures à plus petite échelle. Le traitement détaillé de ces données est expliqué au paragraphe 2.3.5.

2.3.5 Traitement des cartographies d'orientation avec MTEX

Que ce soient les cartographies d'orientation EBSD ou les cartographies d'orientation en MET, les fichiers de sortie après l'indexation des clichés de diffraction listent la phase cristalline et l'orientation cristallographique indexée à chaque point de mesure de la carte. On peut ainsi reconstruire la microstructure de l'échantillon en se basant sur les différences d'orientation entre deux pixels ou entre deux groupes de pixels.

L'outil MTEX développé dans MATLAB sous une licence de logiciel libre (Bachmann, Hielscher et Schaeben, 2010 ; Mainprice et al., 2015) est particulièrement intéressant pour le traitement de ces données. En effet, ce logiciel a été développé pour la cristallographie. Des fonctions spécifiques y ont été implémentées pour la reconstruction des cristaux à partir des orientations mesurées en EBSD ou en ASTAR et pour l'extraction d'informations telles que l'orientation préférentielle des cristaux, la taille des grains, l'allongement des grains ou encore la désorientation intra-cristalline, tout en laissant l'expérimentateur contrôler les paramètres du traitement de données.

L'étape clé du traitement des cartes d'orientation est la reconstruction des grains de l'échantillon. On définit un cristal par un réseau cristallographique cohérent, c'est à dire avec des défauts d'orientation de moins de 5° (ce paramètre est configurable). Le logiciel regroupe ainsi des pixels voisins ayant des orientations qui ne diffèrent pas de plus de 5°. Chacun de ces groupes de pixels devient donc un objet 'grain' dans MTEX, associé à une orientation moyenne, une taille, une forme, etc. C'est à partir de ces objets grains que l'on va pouvoir étudier la microstructure de l'échantillon.

Les informations contenues dans les données EBSD peuvent être extraites dans différents documents.

L'aspect visuel de la structure de l'échantillon est représenté dans des cartes 2D. A ces cartes, il est possible de surimposer avec un code couleur la variation spatiale de grandeurs telles que la nature de la phase cristalline, l'orientation cristallographique, l'indice de confiance de la mesure EBSD/ASTAR ou la désorientation intra-granulaire. L'orientation cristallographique des grains est représentée dans des figures de pôles directes (PF pour pole figure) ou inverses (IPF pour inverse pole figure). Les figures de

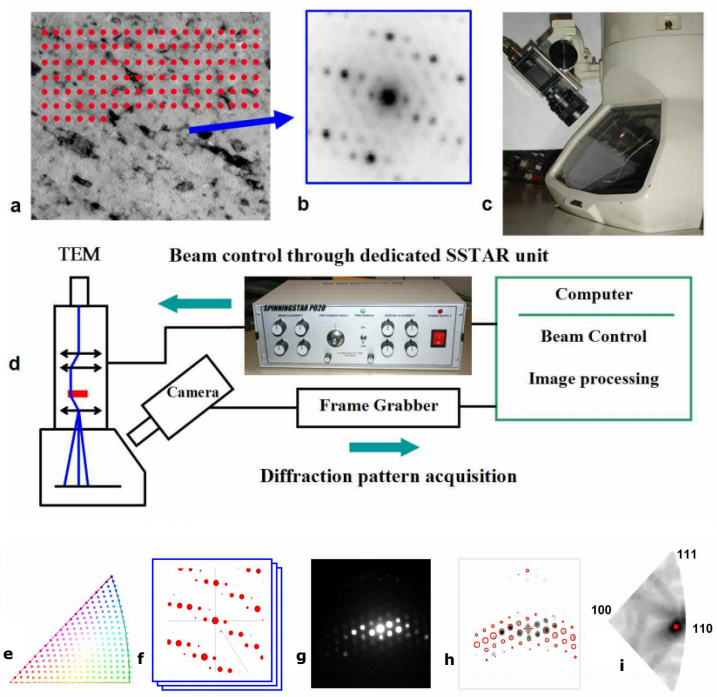

FIGURE 2.14 – Principe de la cartographie d'orientation ASTAR en MET (d'après RAUCH et al., 2008). a) Multiplication des points de mesures par balayage du faisceau sur l'échantillon. b) Exemple de cliché de diffraction acquis en un point de mesure. c) Montage expérimental nécessaire pour l'acquisition ASTAR. Une caméra externe à acquisition rapide est installée à l'extérieur du MET et enregistre les clichés de diffraction qui apparaissent sur l'écran du MET. d) Schéma de la transmission des informations dans le dispositif ASTAR. Le faisceau est contrôlé par l'unité ASTAR, la caméra acquiert le cliché de diffraction, l'envoie à l'ordinateur qui traite l'image puis agit sur l'unité ASTAR pour passer à la position du faisceau suivante. Les images e, f , g, h et i montrent les étapes d'indexation d'un cliché de diffraction en post-traitement. e) Espace représentatif du réseau cristallin montrant toutes les orientations (points colorés) du cristal qui vont être simulés par le logiciel. f) Exemple d'un cliché de point simulé, correspondant à une orientation du cristal. g) Exemple d'un cliché de diffraction mesuré. h) Indexation du cliché mesuré avec le cliché simulé qui lui ressemble le plus. i) Carte de corrélation permettant de visualiser l'orientation qui donne le meilleur accord.

pôles directes montrent la position d'un axe cristallographique dans le repère (X, Y, Z) du laboratoire. A l'inverse, la figure de pôle inverse représente l'orientation d'un axe du repère X, Y, Z (du laboratoire) par rapport aux axes cristallographiques. D'autres données comme la taille des grains ou l'allongement des grains peuvent aussi être traitées de façon statistique sous forme de graphiques de distribution. Pour caractériser la désorientation intra-cristalline, nous utiliserons deux grandeurs : le GROD et le KAM. Le GROD (Grain Reference Orientation Deviation) représente la désorientation interne d'un grain en utilisant l'orientation moyenne du grain comme référence. Le KAM (Kernel Average Misorientation) correspond à un gradient local de désorientation à l'intérieur d'un grain et compare l'orientation d'un pixel du grain à l'orientation de ses voisins de premier ordre.

2.4 Modélisation de la déformation plastique dans les polycristaux

L'effet du mouvement des dislocations dans les différents systèmes de glissement d'un cristal sur la texture d'un polycristal est souvent difficile à prévoir. Le lien entre les systèmes de glissement actifs et l'orientation préférentielle des cristaux n'est pas toujours évident. Pour interpréter les textures expérimentales, il est donc parfois nécessaire d'utiliser des modèles numériques. Nous avons eu recours à ces modélisations dans le cadre de l'étude de la déformation de la wadsleyite.

Pour déterminer l'effet de systèmes de glissement sur la texture, nous utiliserons un modèle visco-plastique autocohérent (VPSC pour visco-plastic self-consistent). Dans ce type de modèle la déformation est appliquée par petits incréments et l'évolution de l'orientation de chaque grain est calculée pour chaque incrément de déformation. Pour alléger les calculs et avoir la possibilité de traiter plusieurs milliers de grains dans l'échantillon virtuel, chaque grain est considéré comme une inclusion ellipsoïdale dans une matrice homogène (Fig. 2.15). La matrice a les propriétés mécaniques du polycristal, calculée comme la moyenne des propriétés de chacun des grains. Nous avons choisi d'utiliser la méthode de linéarisation du comportement plastique des grains la plus récente, appelée 'Fully-Optimized Second-Order' (FO-SO), proposée par Ponte Castañeda, 2015a et implémentée dans le logiciel polyvp3 développé par Olivier Cas-

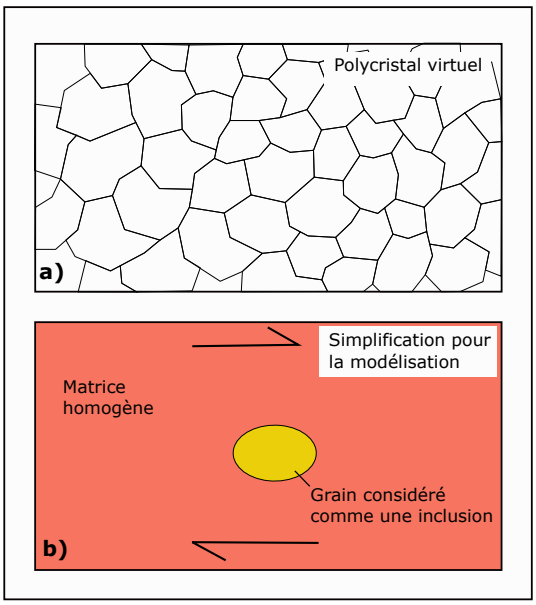

FIGURE 2.15 – Principe de la modélisation VPSC. a) Section 2D du polycristal virtuel étudié. b) Représentation d'un grain considéré comme une inclusion dans une matrice homogène pour le calcul de son comportement mécanique. Cette simplification est appliquée à chaque grain du polycristal pour chaque incrément de déformation.

telnau du laboratoire PIMM (Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux) de Paris.

Pour simuler la déformation plastique de notre échantillon de wadsleyite, nous donnons en entrée au logiciel une liste d'orientations pour chacun des 5000 grains de l'échantillon virtuel (que nous avons choisi sans orientation préférentielle) ainsi qu'un fichier décrivant la cristallographie de la wadsleyite et les systèmes de glissement considérés possibles. A chaque incrément de déformation, le logiciel actualise la liste d'orientations des grains et calcule l'activité de chaque système de glissement. Les fichiers de sortie donnés par le logiciel à la fin de la simulation nous permettent d'accéder à l'orientation des grains à différents stades de la déformation (choisis par l'expérimentateur) et l'activité des systèmes de glissement correspondantes.

Chapitre 3

Effet de la pression et de la température sur les mécanismes de déformation dans le périclase MgO

3.1 Problématique

Comprendre la déformation plastique du périclase est nécessaire pour interpréter les structures internes de la Terre profonde échantillonnées par la sismologie. En effet, dans le manteau inférieur la bridgmanite et le ferropériclase sont les minéraux dominants, représentant à eux seuls 90% du volume de cette partie de la Terre (Ringwood, 1991). Ils sont ainsi les minéraux qui accommodent la déformation et donc déterminent la plasticité du manteau inférieur. Pourtant, ces deux minéraux ne sont pas égaux en terme de viscosité : des expériences de déformation sur des agrégats de bridgmanite et ferropériclase montrent que le ferropériclase est la phase de l'agrégat la plus facile à déformer, et donc celle qui accommode la majeure partie de la déformation (Girard et al., 2016).

De nombreux auteurs ont travaillé sur la plasticité du ferropériclase et de son pôle pure magnésien, le périclase, à haute pression et haute température (Paterson et Weaver, 1970 ; Stretton et al., 2001 ; Merkel et al., 2002 ; Heidelbach et al., 2003 ; Weidner et al., 2004 ; Long et al., 2006 ; Tommaseo et al., 2006 ; Mariani et al., 2009 ; Marquardt et al., 2011 ; Amodeo, Carrez et Cordier, 2012 ; Girard, Chen et Raterron, 2012 ; Amodeo, Dancette et Delannay, 2016 ; Lin et al., 2017 ; Immoor et al., 2018 ; Lin et al., 2019). De par la structure du périclase, illustrée dans la figure 3.1, trois systèmes de glissement des dislocations sont possibles :

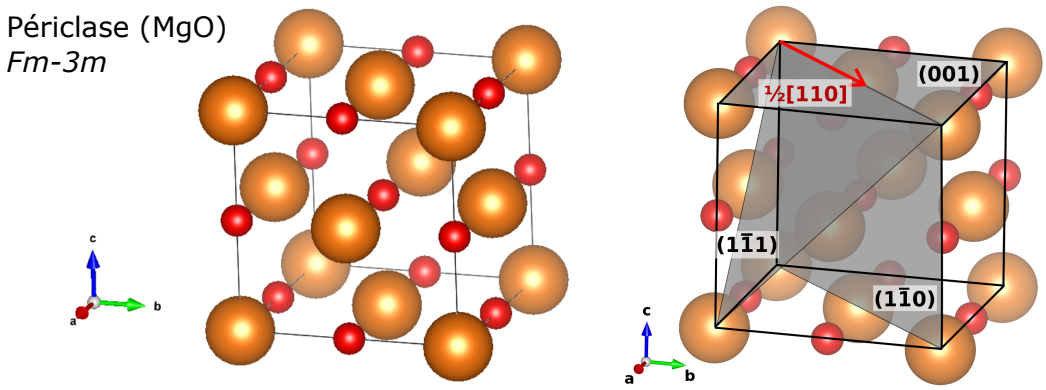

FIGURE 3.1 – Structure cristalline Fm-3m du périclase MgO (gauche) et systèmes de glissement dans le périclase (droite, http://merkel.texture.rocks). Les sphères oranges représentent les atomes de magnésium et les rouges les atomes d'oxygène. Les plans grisés sont les plans de glissement des dislocations dans le cristal et la flèche rouge indique la direction de glissement des dislocations sur ces plans.

<110>{110}, <110>{100} et <110>{111}. Cependant, d'après les études antérieures, le glissement des dislocations sur les systèmes <110>{110} et <110>{100} est dominant dans ce minéral. Des simulations numériques (CORDIER, AMODEO et CARREZ, 2012 ; AMODEO, CARREZ et CORDIER, 2012) ainsi que la déformation expérimentale de monocristaux (GIRARD, CHEN et RATERRON, 2012) montrent que l'activité de ces systèmes de glissement change avec la pression et la température et suggèrent notamment une inversion du système de glissement dominant avec l'augmentation de la pression.

Dans le cas des polycristaux, des expériences de déformation à température ambiante et à des pressions jusqu'à 47 GPa ont rapporté la dominance du système <110>{110} sur cet intervalle de pression et température (MERKEL et al., 2002 ; TOMMASEO et al., 2006 ; LIN et al., 2017). A haute température, le mouvement des dislocations se fait sur une combinaison de deux ou trois systèmes de glissement (STRETTON et al., 2001 ; HEIDELBACH et al., 2003 ; MARIANI et al., 2009). De la recristallisation par rotation des sous-grains a aussi été observée à haute température (HEIDELBACH et al., 2003). Des expériences de déformation combinant haute pression et haute température ont été réalisées par IMMOOR et al. (2018) et montrent une augmentation de l'activité du système <110>{100} au dessus de 30 GPa, ce qui est cohérent avec les prédictions de AMODEO, DANCETTE et DELANNAY (2016) qui voient une dominance du système

<110>{100} pour des pressions supérieures à 60 GPa.

Pourtant, la mesure d'une absence d'anisotropie sismique dans le manteau inférieur (Meade, Silver et Kaneshima, 1995) est contradictoire avec les études de plasticité du périclase à haute pression et/ou haute température qui, pour la plupart, rapportent une déformation plastique dominée par le mouvement des dislocations (Stretton et al., 2001 ; Heidelbach et al., 2003 ; Cordier, Amodeo et Carrez, 2012 ; Amodeo, Dancette et Delannay, 2016 ; Immoor et al., 2018 ; Merkel et al., 2002 ; Mariani et al., 2009 ; Girard, Chen et Raterron, 2012 ; Tommaseo et al., 2006 ; Lin et al., 2019 ; Lin et al., 2017 ; Amodeo, Dancette et Delannay, 2016 ; Mariani et al., 2009), donc associée à la création d'une orientation préférentielle. Cependant, une seule étude expérimentale a combiné haute pression et haute température, avec des températures maximales de 1600 K (Immoor et al., 2018).

Les expériences de déformation de monocristaux de périclase et ferropériclase (Mariani et al., 2009 ; Girard, Chen et Raterron, 2012) ainsi que des modèles numériques (Cordier, Amodeo et Carrez, 2012 ; Amodeo, Carrez et Cordier, 2012) ont montré que la pression influençait de façon significative le ou les systèmes de glissement actifs. Ces études ont ainsi permis de dresser une carte de déformation du MgO en fonction de la pression et de la température. Cependant, cette carte de déformation s'appuie sur des résultats et des calculs pour un monocristal. Dans le cas d'un polycristal, des interactions entre les grains viennent s'ajouter aux mécanismes de déformation intracistallins. Ainsi, la question de la validité de cette carte de déformation pour les polycristaux de périclase reste ouverte.

Nous cherchons donc dans cette étude à déterminer si les mécanismes de déformation vus dans les monocristaux de (Fe,Mg)O s'appliquent aussi aux polycristaux, sur les mêmes gammes de pression et de température. Dans ce but nous déformons des polycristaux de périclase à haute pression et haute température en compression axiale dans une presse D-DIA. Les échantillons sont analysés i) in-situ par diffraction des rayons-X sur ligne synchrotron et ii) post-mortem par microscopie électronique.

3.2 Matériel et méthodes

Cette série d'expériences de déformation du périclase à haute pression et haute température est menée en collaboration avec l'Université de l'Utah (USA). L'équipe de l'université de l'Utah s'est occupée de la caractérisation in-situ des échantillons par diffraction des rayons X (DRX). Ces travaux sont présentés dans la thèse de F. Lin (Lin, 2020). Je me suis occupée de la caractérisation post-mortem des microstructures des échantillons. Je rapporte ici les résultats de cette étude post-mortem, tout en m'appuyant sur des résultats de la caractérisation in-situ par DRX.

3.2.1 Expériences de déformation à haute pression et haute température

Le matériau de départ est une poudre de MgO composée de cristaux de tailles inférieures à 1 μm groupés en amas (voir section 2.1.3). L'échantillon est préparé comme indiqué dans la section 2.1.3 et déformé dans la presse mutli-enclumes décrite dans la section 2.1.1.

Les expériences de déformation sont réalisées sur la ligne 13-BMD du secteur GSE-CARS au synchroton Advenced photon source (APS) à Argonne (USA). Au début de chaque expérience, l'échantillon est fritté et relaxé dans la presse D-DIA pour générer une microstructure homogène et semblable dans tous les échantillons. Tous les échantillons sont relaxés à 20 tonnes ($\approx$ 2 GPa) et 1270 K pour une durée de 1,5 h, sauf les échantillons D2029 et D2034 qui ont été relaxés 2,5 h et 0,5 h, respectivement.

Un échantillon (D2028) est récupéré juste après la relaxation pour servir de référence pour la microstructure avant déformation. Les mesures EBSD (pour electron backscatter diffraction) montrent que l'échantillon après relaxation est principalement composé de petits grains de surface de 3 μm^2, avec des grains jusqu'à 1120 μm^2 (voir section 2.1.3).

Six expériences de déformation sont réalisées à différentes pressions et températures, dans le domaine 1,6–8,3 GPa et 875–1270 K. Après l'étape de relaxation, les conditions sont ajustées à la pression et à la température ciblées. L'échantillon est ensuite déformé en compression axiale à ces conditions. La durée totale des expériences de déformation va de 120 à 677 minutes, avec des déformations macroscopiques totales de 15% à 35% et des sauts de vitesse de déformation contrôlés (Tableau 3.1).

TABLE 3.1 – Résultats expérimentaux : température, pression hydrostatique moyenne, vitesse de déformation, contrainte, déformation macroscopique finale et exposant de contrainte (voit section 3.3.2) pour chaque condition de pression et température. Les nombres entre parenthèses sont les incertitudes sur le dernier chiffre. En D-DIA, la pression hydrostatique peut changer au cours de l'expérience et nous présentons ici la pression hydrostatique moyenne pour chaque expérience. Les contraintes rapportées dans ce tableau sont des contraintes moyennes mesurées pendant chaque plateau de la vitesse de déformation. Les erreurs sur la pression et la contrainte sont basées sur la variation de ces quantités en fonction du temps. Les incertitudes sur la vitesse de déformation sont des erreurs statistiques déterminées à partir de la régression linéaire des droites déformation vs. temps. L'erreur sur la température est basée sur l'estimation de gradients de température dans l'assemblage expérimental en D-DIA (RATERRON, MERKEL et HOLYOKE, 2013).

Sample	Temperature (K)	Pressure (GPa)	Strain rate (s^{-1})	Stress (GPa)	Macroscopic strain (percent)	n
D2028	1270(75)	0	0	0	0	
D2029	1270(75)	1.6(4)	$1.0(5) \times 10^{-5}$	0.12(1)	6	1.5
			$1.9(4) \times 10^{-5}$	0.15(3)	10	
			$3.8(2) \times 10^{-5}$	0.24(1)	22	
D2032	1270(75)	6.5(5)	$1.3(3) \times 10^{-5}$	0.09(1)	2	1.5
			$2.5(2) \times 10^{-5}$	0.15(1)	5	
			$3.3(3) \times 10^{-5}$	0.21(3)	15	
D2034	875(75)	2.7(3)	$4.5(1) \times 10^{-5}$	0.82(7)	32	
D2321	875(75)	2.5(10)	$6.5(4) \times 10^{-6}$	0.43(4)	6	5.6
			$3.7(4) \times 10^{-5}$	0.57(1)	12	
			$8.1(3) \times 10^{-5}$	0.69(3)	35	
D2324	1070(75)	1.8(7)	$5.5(5) \times 10^{-6}$	0.24(1)	4	5.3
			$2.7(1) \times 10^{-5}$	0.34(1)	12	
			$7.3(2) \times 10^{-5}$	0.40(2)	30	
D2325	1070(75)	8.3(3)	$4.3(6) \times 10^{-6}$	0.52(1)	6	5.5
			$8.3(4) \times 10^{-6}$	0.62(1)	11	
			$3.2(1) \times 10^{-5}$	0.75(1)	15	

3.2.2 Caractérisation in-situ

Pendant l'expérience, la déformation axiale de l'échantillon est mesurée par radiographie des rayons-X, comme présenté dans la section 2.2.1. Les radiographies sont acquises sur 10 s, par illumination de l'échantillon avec un faisceau large de 2–3 mm, en utilisant un scintillateur YAG (Yttrium Aluminium Grenat) et une caméra CCD (pour Charge Coupled Device) avec une résolution de 1,3 μm/pixel. Après chaque radiographie, un cliché de diffraction des rayons-X en 2-dimensions (2D) est collecté sur 300 à 450 s avec un faisceau monochromatique de rayons-X d'une longueur d'onde de 0,2066 Å. La géométrie du dispositif expérimental est calibrée avant les expériences de déformation avec un polycristal de CeO_2.

Les mesures DRX sont ensuite analysées pour extraire la pression hydrostatique, la texture et la contrainte différentielle de l'échantillon. Le traitement de données est le même que celui décrit par Lin et al. (2017) et est explicité dans la section 2.2.2. Le calcul de l'exposant de contrainte est détaillé dans la section 3.3.2.

3.2.3 Caractérisation post-mortem

Après les expériences de déformation, les échantillons déformés sont récupérés pour être analysés en microscopie électronique.

La préparation des échantillons pour la microscopie électronique en balayage (MEB) et en transmission (MET) est détaillée dans la section 2.3.1. Les analyses MEB et MET sont effectuées à la plate-forme de Microscopie Electronique de Lille (PMEL).

Pour les analyses EBSD nous avons utilisé un microscope électronique à balayage FEG JEOL JSM-7800F dans des conditions de vide partiel (30 Pa). Nous avons utilisé une distance de travail de 15 mm, une tension d'accélération de 15 kV, un courant de sonde de 10 à 20 nA et une taille de sonde de quelques nanomètres. Les mesures d'orientations sont traitées par le logiciel Aztec de Oxford Instruments. Nous avons imposé qu'une orientation soit validée par le logiciel seulement si le cliché de diffraction comporte au moins 6 bandes de Kikuchi indexées. Nous avons ainsi obtenu un angle de déviation moyen de nos mesures d'orientation de 0,65 à 0,85, en fonction des jeux de données. Les cartes d'orientations ont été acquises avec des pas de mesure de 1 μm pour imager une grande partie de l'échantillon ou des pas plus fins, jusqu'à 0,08 μm,

pour des cartes détaillées.

Pour l'observation au MET, des lames minces ont été extraites par FIB des échantillons préparés pour l'EBSD avec un FEI Strata DB 235 FIB-FESEM à l'IEMN (Institut de micro et nano électronique, Université de Lille). Les analyses MET ont été faites dans un microscope électronique à transmission LaB6 FEI Tecnai G220Twin opérant à 200 kV. Les cartes d'orientation en MET sont acquises avec un pas de mesure de 10 nm par diffraction des électrons avec précession en utilisant l'outil ASTAR de NanoMEGAS (Rauch, 2014). Pendant l'acquisition de ces cartes ASTAR, le MET est réglé en mode microbeam avec une taille de sonde de 10 nm, un temps d'exposition pour chaque cliché de 40 ms, un angle de précession de 1 ° et une longueur de caméra de 62 mm. Les clichés de points sont alors collectés avec une caméra CCD externe à acquisition rapide dirigée sur l'écran phosphorescent puis enregistrés pour un post-traitement différé. L'indexation des clichés de diffraction consiste à comparer chacun des clichés de diffraction mesurés avec une banque de clichés simulés en amont (voir section 2.3.4). Pour calculer cette banque de clichés simulés nous avons utilisé pour la structure du MgO un groupe d'espace $Fm\overline{3}m$, avec les positions atomiques $(0, 0, 0)$ pour le magnésium et $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$ pour l'oxygène.

Les données issues des acquisitions EBSD et ASTAR étant très similaires, nous les avons traitées de la même façon, comme indiqué dans la section 2.3.5, en reconstruisant les données avec l'outil MTEX dans MATLAB. Nous en avons extrait des cartes d'orientation, la distribution de taille de grains (surface), l'allongement des grains et l'orientation préférentielle des grains. Les cartes d'orientation représentent la variation spatiale de l'orientation du réseau cristallin dans l'échantillon de périclase. Nous avons utilisé trois 'outils' différents pour caractériser cette variation d'orientation : i) les cartes IPF, qui représentent l'orientation cristalline en chaque pixel par rapport à l'axe de compression, ii) les carte de désorientation intracristalline (GOS), qui montrent la différence d'orientation cristalline de chaque pixel du cristal par rapport à l'orientation moyenne du cristal, et iii) les cartes de gradient local de désorientation (KAM), qui comparent la différence d'orientation de chaque pixel de la carte à celle de ses plus proches voisins.

3.3 Résultats

3.3.1 Observations générales

L'observation de nos échantillons déformés en microscopie optique met en évidence deux particularités : i) des fractures macroscopiques qui traversent tout l'échantillon de périclase et ii) des échantillons post-mortem de couleur plus sombre que le matériau de départ. Les fractures sont observées seulement dans l'échantillon de périclase et pas dans les matériaux alentour. Leur orientation perpendiculaire à la direction de compression indique que ce sont des fractures de décompression. La coloration noire des échantillons après les expériences est observée dans le périclase uniquement, et pas dans le manchon en cBN. Elle n'est pas localisée et affecte tous les échantillons, même l'échantillon de référence. Ce changement de couleur peut être lié à de la diffusion du carbone du four graphite dans l'échantillon de périclase (Freund, 1986 ; Lin et al., 2017).

Des analyses chimiques par EDS dans le MEB mettent en évidence un excès d'oxygène par rapport au magnésium dans nos échantillons de périclase près des fractures de décompression. Lors du polissage des échantillons pour l'observation post-mortem nous avons utilisé de l'eau comme lubrifiant. Ainsi, nous supposons que cet excès d'oxygène est en fait une hydratation post-mortem locale du périclase dans les sites de grande porosité, c'est à dire dans les fractures.

Enfin, les textures et microstructures observées en microscopie électronique dans les échantillons post-mortem indiquent qu'ils peuvent être classés en trois familles d'échantillons : i) des expériences *haute température*, réalisées à 1270 K, ii) des expériences *moyenne température* réalisées entre 875 et 1070 K, et iii) une expérience *haute pression* réalisée à 8,3 GPa et 1070 K. Les expériences *haute température* correspondent aux échantillons D2029 et D2032, déformés à 1,6 et 6,5 GPa respectivement. Les expériences *moyenne température* regroupent les échantillons D2034, D2324 et D2321, déformés à des pressions de 1,8 à 2,7 GPa. L'expérience *haute pression* correspond à l'échantillon D2325. Dans la suite de l'étude, nous décrirons nos échantillons à travers ces trois familles.

3.3.2 Comportement mécanique des échantillons pendant la déformation

Les lois rhéologiques qui décrivent le comportement mécaniques des polycristaux s'écrivent généralement sous la forme :

$$\dot{\epsilon} = A\ d^{-m}\ \sigma^{n}\ \exp\left(-\frac{E^* + PV^*}{RT}\right) \tag{3.1}$$

où $\dot{\epsilon}$ est la vitesse de déformation, A une constante, d la taille de grain, m l'exposant de taille de grain, σ la contrainte, n l'exposant de contrainte, E^* l'énergie d'activation, P la pression hydrostatique, V^* le volume d'activation, R la constante des gaz parfaits et T la température.

L'exposant de contrainte n permet de supposer du mécanisme de déformation dominant dans l'échantillon. On cherche donc à extraire cette valeur n, en considérant que la pression, la température et la taille de grains dans chaque expérience sont relativement constantes. L'équation 3.1 peut alors être simplifiée :

$$\dot{\epsilon} = B\ \sigma^{n} \tag{3.2}$$

où B est une nouvelle constante dépendant de P, T et de la taille de grains. A partir de cette relation, on peut déterminer n en mesurant la pente des droites $\ln(\dot{\epsilon})$ vs. $\ln(\sigma)$ (Fig. 3.2).

L'exposant de contrainte est de 1,5 dans les deux expériences menées à haute température (D2029 et D2032), indiquant une déformation dominée par de la diffusion. Dans les expériences à plus basse température (D2321, D2324 et D2325), l'exposant de contrainte varie entre 5,3 et 5,6, ce qui indique plutôt une déformation dominée par des mouvements de dislocations. Cette étude mécanique in-situ nous donne une première idée de la déformation dans nos expériences et met en évidence un changement de mécanisme de déformation entre 1070 K et 1270 K.

3.3.3 Microstructures post-mortem dans les échantillons déformés à *haute température*

Deux échantillons (D2029 et D2032) ont été déformés à 1270 K et 1,6-6,5 GPa. Ces échantillons présentent des microstructures post-mortem similaires et sont caractérisés par une absence d'orientation préférentielle, comme le montre la figure 3.3.

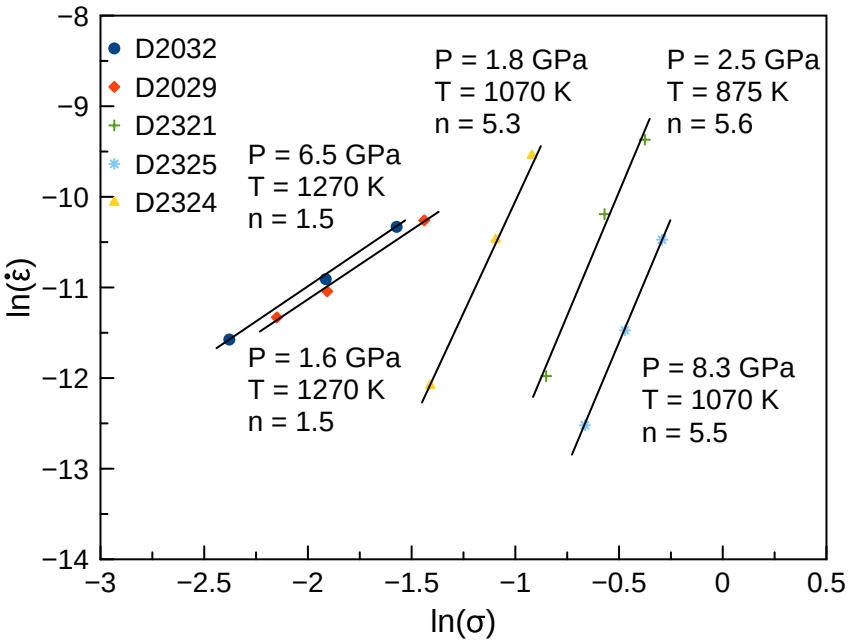

FIGURE 3.2 – Relation $\ln(\dot{\epsilon})$ vs $\ln(\sigma)$ pour chaque expérience de déformation du périclase.

La taille de grain semble bimodale dans les deux échantillons, avec une population de petits grains présentant des surfaces de 0,03 μm^2 (la limite de détection) à 50 μm^2 avec un maximum de fréquence autour de 1 μm^2, et une population de grains plus grands atteignant des tailles de 2500 μm^2 (Fig. 3.5). L'allongement des grains est faible, comme le montre le facteur de forme des grains qui reste entre 1,0 et 1,5 (Fig. 3.5).

Sur la carte d'orientation EBSD (Fig. 3.4.a), on peut voir que les gros grains ont une forme sinueuse alors que les petits grains, majoritaires, semblent plus équiaxes. Les cartes GROD et KAM (Fig. 3.4.b, c) montrent de la désorientation intra-cristalline dans les grands grains avec un GROD moyen dans ces grains-là de 3.3 °. Les petits grains semblent ne pas être affectés par cette déformation intra-cristalline, mais la résolution de la cartes EBSD n'est pas suffisante pour mesurer de la déformation dans des grains si petits.

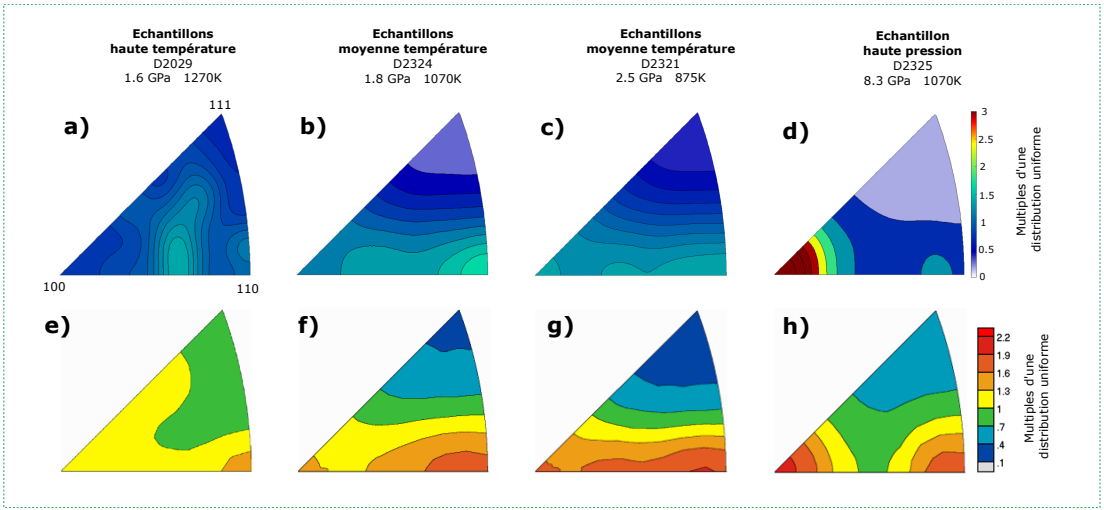

FIGURE 3.3 – Figures de pôles inverses (IPF) de la direction de compression dans les échantillons de périclase, mesurées post-mortem en EBSD (a, b, c, d) et in-situ en DRX (e, f, g, h). a) et e) Orientation cristalline aléatoire représentative des échantillons déformés à *haute température*, b), c), f) et g) orientation préférentielle avec un maximum en (110) représentative des échantillons déformés à *moyenne température*, d) et h) orientation préférentielle avec un maximum en (100) et un maximum secondaire en (110) dans l'échantillon déformé à *haute pression*

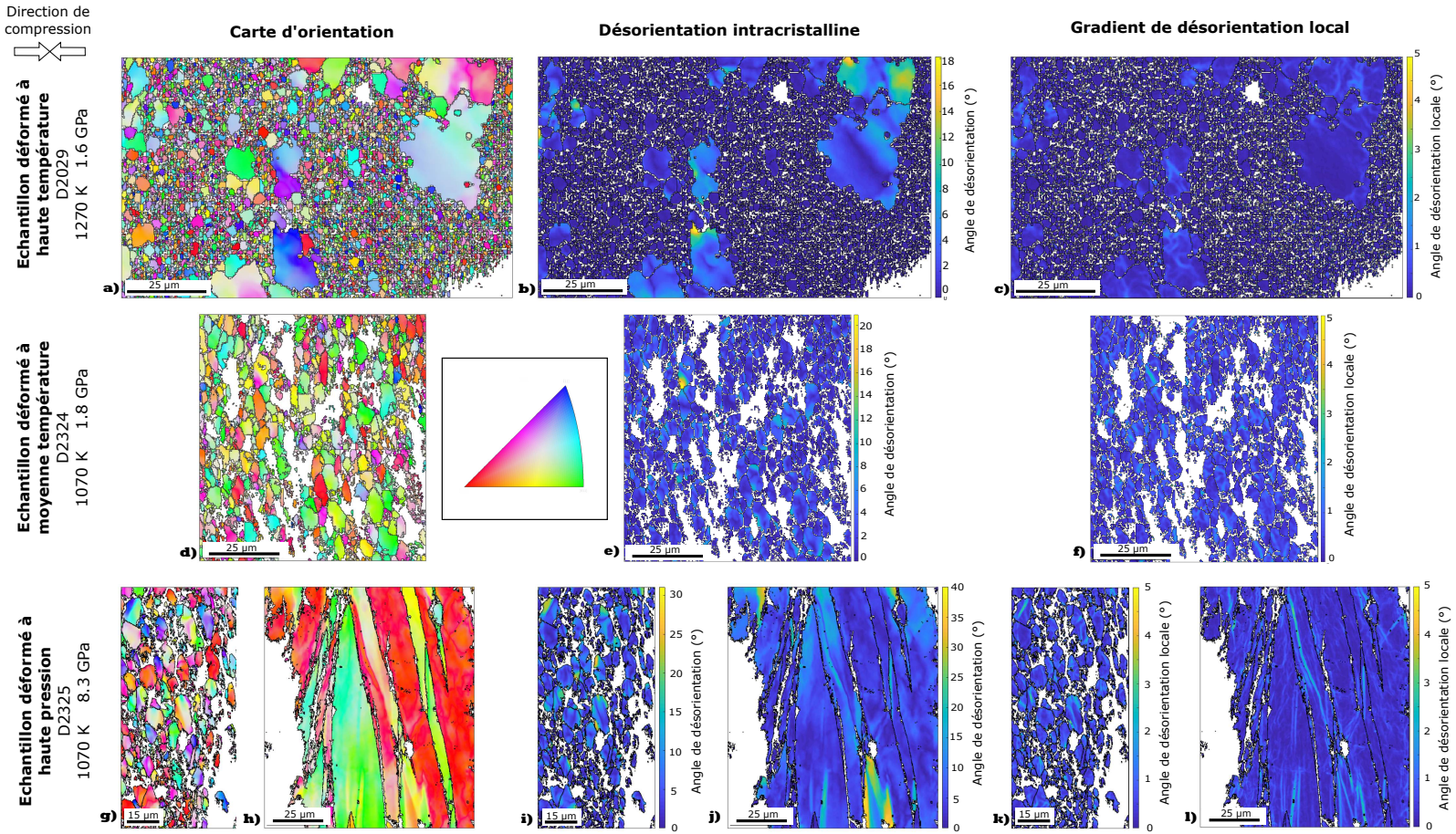

FIGURE 3.4 – Cartes EBSD montrant la microstructure des échantillons déformés à *haute température* (a, b, c), à *moyenne température* (d, e, f) et à *haute pression* (g, h, i, j, k, l). Les cartes d'orientation (a, d, g, h) représentent l'orientation cristallographique mesurée en chaque pixel en utilisant le code couleur présenté dans l'insert. Les cartes de déformation intra-cristalline (b, e, i, j) illustrent la différence d'orientation cristalline entre les pixels d'un même grain à travers le GROD. Les cartes de gradients de déformation (c, f, k, l) utilisent le KAM pour mettre en évidence les gradients de déformation à l'intérieur des grains.

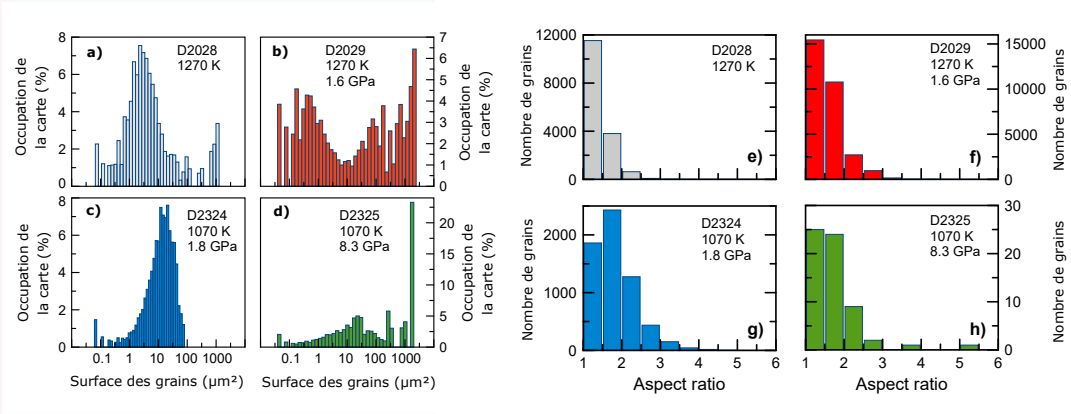

FIGURE 3.5 – Distribution de la taille de grain (a, b, c, d) et de l'allongement des grains (e, f, g, h) extraites des cartes EBSD pour l'échantillon de référence (a, e), un échantillon *haute température* (b, f), un échantillon *moyenne température* (c, g) et un échantillon *haute pression* (d, h). L'extraction de ces données a été faite sur des zones plus larges que celles présentées dans la figure 3.4.

3.3.4 Microstructures post-mortem dans les échantillons déformés à *moyenne température*

Les échantillons D2034, D2321 et D2324 sont caractérisés par un maximum autour du pôle ⟨110⟩ de l'IPF de la direction de compression (Fig. 3.3.b, c).

Dans ces trois échantillons, la taille de grain a une distribution relativement normale, s'étalant de la limite de détection (0.03 μm^2) à $\approx$ 130 μm^2, avec un maximum autour de 10–20 μm^2 (Fig. 3.5). Le facteur de forme, compris entre 1,0 et 4,0, indique un allongement des grains dans ces échantillons (Fig. 3.5). Cet allongement est visible sur les cartes EBSD et est normal à la direction de compression (Fig. 3.4.d). Les joints de grains sont globalement rectilignes.

La déformation intra-cristalline est généralisée dans ces échantillons (Fig. 3.4.e, f). La désorientation cristalline moyenne mesurée à travers le GROD varie de 1,5 ° à 7,4 ° mais peut atteindre 30 ° localement. Les cartes KAM mettent en évidence une localisation de la désorientation intra-cristalline qui traduit une localisation de la déformation, et est sûrement liée à une accumulation de défauts cristallins le long de ces lignes KAM.

3.3.5 Microstructures post-mortem dans l'échantillon déformé à *haute pression*

Dans l'échantillon déformé à haute pression, l'IPF de la direction de compression montre un fort maximum en ⟨100⟩ et un maximum secondaire en ⟨110⟩ (Fig. 3.3.d, h). L'IPF issue des mesures EBSD montre un maximum en ⟨100⟩ plus marqué que celui mesuré in-situ par DRX, alors que le maximum secondaire est plus visible dans les mesures DRX.

Deux populations de grains sont observées dans cet échantillon. La population de petits grains, localisés surtout près des enclumes d'alumine, présente une distribution de tailles de grains presque normale, avec un maximum d'occupation de la carte par des grains de ≈ 20 μm^2 de surface (Figs. 3.5, 3.4.g). Ces grains ont des contours peu sinueux et contiennent de la déformation intra-cristalline. Le GROD moyen est de 4 ° pour ces grains (Fig. 3.4.i). La carte KAM témoignent aussi de cette déformation intra-cristalline, avec des gradients de déformation jusqu'à 12 ° (Fig. 3.4.k). La population de grains plus grands, avec des aires de 300 μm^2 à 1770 μm^2, est retrouvée au centre de l'échantillon (Figs. 3.5, 3.4.h). Ces grains consistent en de grandes lattes avec des joints de grains droits et eux aussi contiennent de la déformation intra-cristalline. Le GROD moyen est de 7,5 ° et le KAM peut monter jusqu'à 18 ° (Fig. 3.4.i, l).

Contrairement aux autres échantillons, les grands grains occupent une surface importante de l'échantillon (presque 25%). Le facteur de forme des grains est significativement plus important dans cet échantillon que dans les autres, avec des valeurs atteignant 5,5 (Fig. 3.5).

3.3.6 Microstructures à l'échelle du grain

Pour compléter la caractérisation de la différence entre les échantillons déformés à *haute température* et ceux déformés à plus basse température, notamment en relevant la présence ou non de dislocations dans les échantillons, nous avons réalisé des analyses en MET. Le MET permet d'accéder à des caractéristiques microstructurales à l'échelle du grain, avec une résolution supérieure à celle de l'EBSD. Les images MET montrent une nette différence de densité de dislocations entre les échantillons déformés à *haute température* et les échantillons déformés à plus basse température.

Dans les échantillons déformés à *haute température* (Fig. 3.6.a), les grands grains et les petits grains présentent une microstructure intra-granulaire similaire, qui consiste en la présence de segments de dislocations courts et isolés. Aucun sous-joint de grain ou autre forme d'organisation des dislocations n'ont été observés. Beaucoup de ces dislocations sont courbées, indiquant un mouvement ou une interaction des dislocations.

Les échantillons déformés à 875 et 1070 K sont caractérisés par une abondance de dislocations, bien au dessus de celle observée dans les échantillons *haute température*. L'échantillon D2321 (déformé à 875 K et 2,5 GPa) présente de nombreuses dislocations (Fig. 3.6.c). Quelques unes sont isolées alors que d'autres s'alignent en sous-joints de grain. L'échantillon D2324 (déformé à 1070 K et 1,8 GPa) montre une forêt de dislocations (Fig. 3.6.b). Des sous-joints de grains sont observés, même s'ils ne sont pas aussi bien définis que dans l'échantillon D2321. L'échantillon déformé à *haute pression* possède aussi une densité de dislocations importante (Fig. 3.6.c). Les segments de dislocation dans cet échantillon sont courts et entremêlés, et quelques uns s'organisent en sous-joints de grain.

3.3.7 Cartes d'orientation à haute résolution

Les images MET montrent clairement une différence de densité et d'organisation des dislocations entre les échantillons déformés à 1270 K et les échantillons déformés à plus basses températures. Pour caractériser la microstructure des échantillons à une meilleure résolution que celle des cartes EBSD, nous avons réalisé des cartographies d'orientations dans le MET. La figure 3.7 présente les résultats pour deux échantillons caractéristiques : un échantillon déformé à *haute température* (D2029) et un échantillon déformé à 875 K (D2321), dans l'idée de comparer leurs microstructures à la résolution du MET.

L'échantillon déformé à *haute température* présente des grains avec des tailles de 0,5-2 μm et sans orientation préférentielle visible (Fig. 3.7.a). Ces grains sont généralement équiaxes et la plupart ont des joints de grains courbes permettant des points de jonction triples à l'équilibre entre les différents grains. On peut cependant remarquer quelques jonctions quadruples entre des grains équiaxes, que nous avons indiqués sur les cartes d'orientations dans la figure 3.7. La carte de désorientation intra-cristalline (Fig. 3.7.b) indique une déformation à l'intérieur des grains de moins de 2 °. La carte KAM rapporte

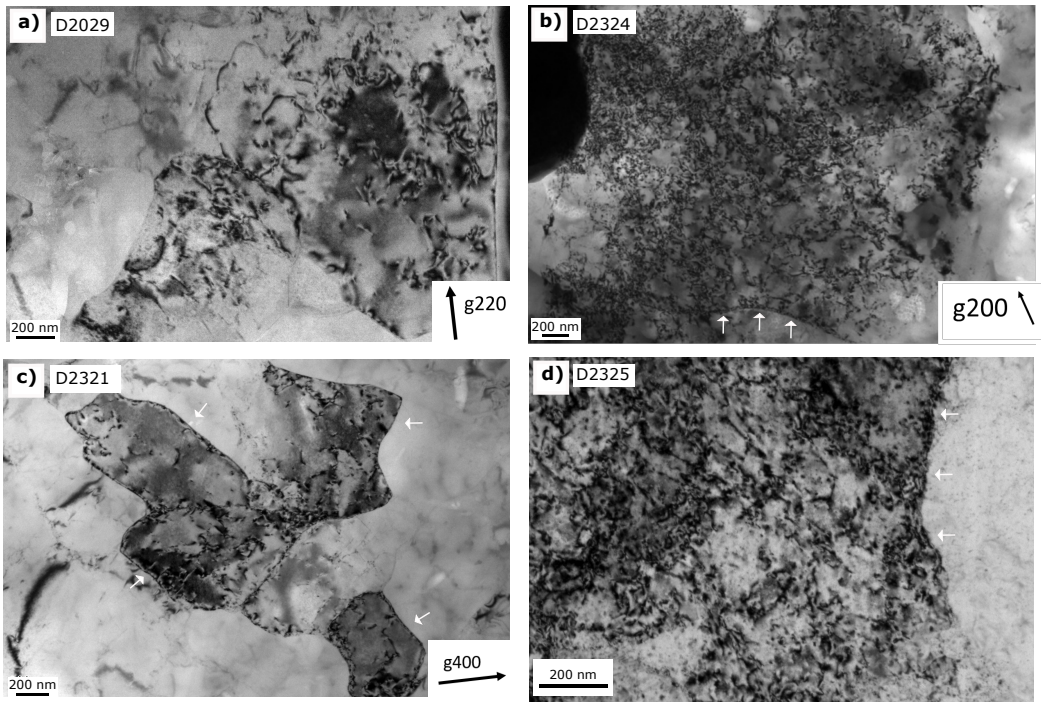

FIGURE 3.6 – Images en MET des échantillons de périclase pour a) un échantillon déformé à *haute température* (D2029), b) l'échantillon D2324 déformé à *moyenne température*, c) l'échantillon D2321 déformé à *moyenne température*, d) l'échantillon D2325 déformé à *haute pression*. Les flèches blanches indiquent des alignements de dislocations qui forment des sous-joints de grain. Les flèches noires dans les coins en bas à droite des images correspondent à l'orientation des vecteurs-g utilisés pour faire les clichés en champ clair.

de rares gradients de désorientation (Fig. 3.8.b).

La microstructure dans l'échantillon déformé à 875 K est complètement différente (Fig. 3.7.c, d). Dans cet échantillon les grains ont une taille de 4-5μm. L'orientation préférentielle des grains n'est pas évidente à cause du petit nombre de cristaux compris dans la carte, mais un allongement des grains perpendiculairement à la direction de compression est clair. Les joints de grains sont le plus souvent droits et les points triples ne font pas des angles de 120 °. L'importante déformation intra-cristalline dans les grains se devine sur la carte d'orientation et est très nette sur la carte GROD (Fig. 3.7.c, d). Les grains sont divisés en domaines faiblement désorientés avec des GROD atteignant 10 °. De plus, la carte KAM (Fig. 3.8.d) montre que ces domaines intra-cristallins sont délimités par des lignes de gradient de désorientation.

A cette échelle, il est possible de comparer les cartes de gradient de désorientation avec les images MET pour vérifier la corrélation entre les lignes KAM trouvées par le logiciel et l'accumulation de dislocations visibles en imagerie MET conventionnelle. C'est ce qui est présenté dans la figure 3.8 pour un échantillon *haute température* et un échantillon *moyenne température*. Dans l'échantillon *haute température*, l'image MET montre des dislocations isolées sans organisation, aucun sous-joint de grains n'est visible (Fig. 3.8.a). La carte KAM associée à cette même zone de l'échantillon montre qu'il y a très peu de déformation intracristalline dans les grains et une seule ligne KAM est visible (Fig. 3.8.b). Au contraire, dans l'échantillon déformé à *moyenne température* l'imagerie MET met en évidence une densité de dislocations plus importante et une organisation de ces dislocations en sous-joints de grains (Fig. 3.8.c). La carte de désorientation de la même zone montrent un découpage des grains par des lignes KAM dont la position correspond bien aux sous-joints observés sur l'image conventionnelle (Fig. 3.8.d). Nous pouvons donc avancer avec confiance que ces lignes de gradient de désorientation reflètent bien des zones d'accumulation de dislocations, c'est à dire des sous-joints de grain.

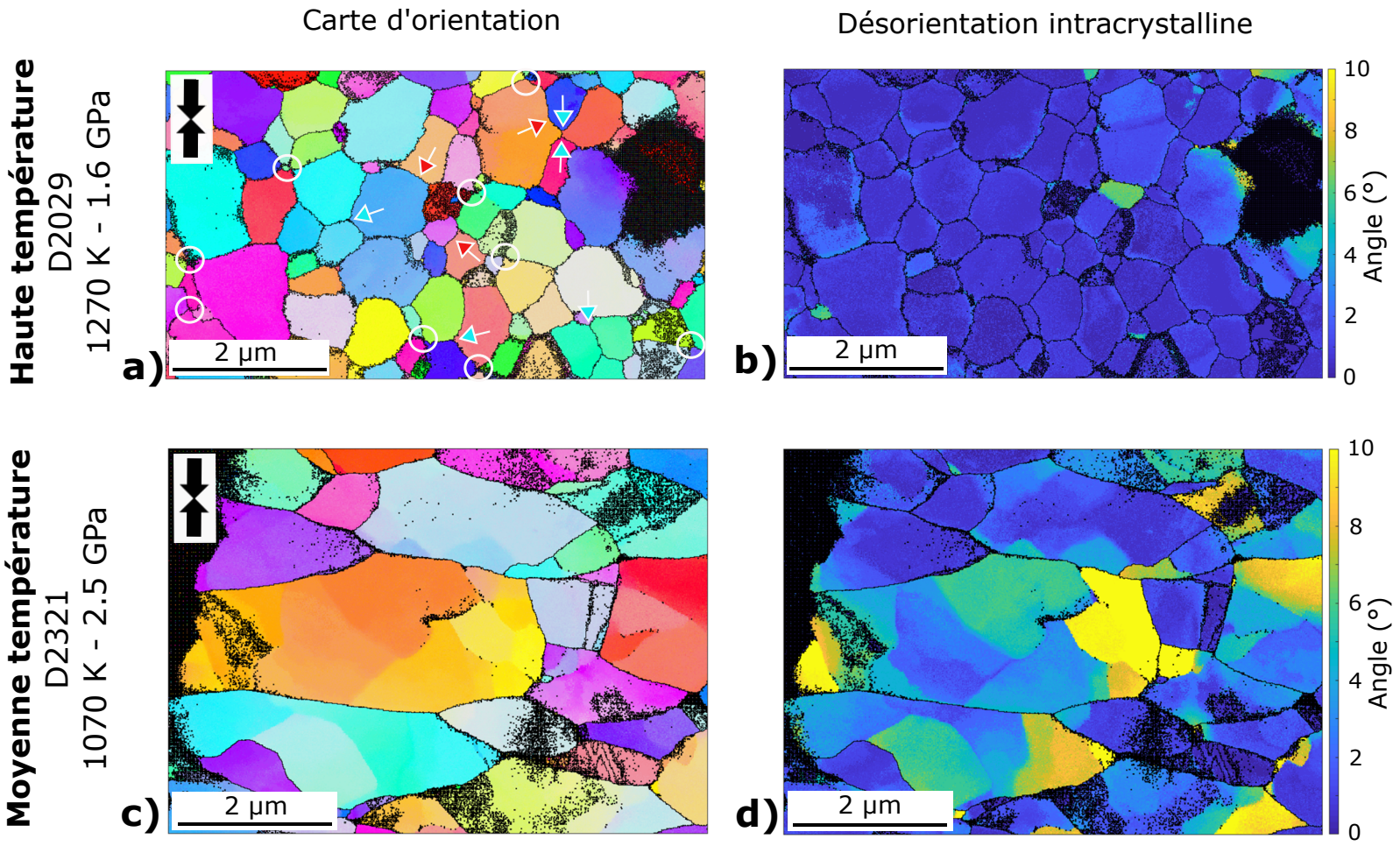

FIGURE 3.7 – Mesures d'orientation cristalline dans les échantillons MET, traitée de la même manière que les mesures EBSD. Cartes d'orientation (a, c) et désorientation intracristalline (b, d) dans un échantillon déformé à *haute température* (a, b) et dans un échantillon déformé à *moyenne température* (c, d). L'échelle de couleur pour les cartes d'orientation est la même que pour les cartes EBSD.

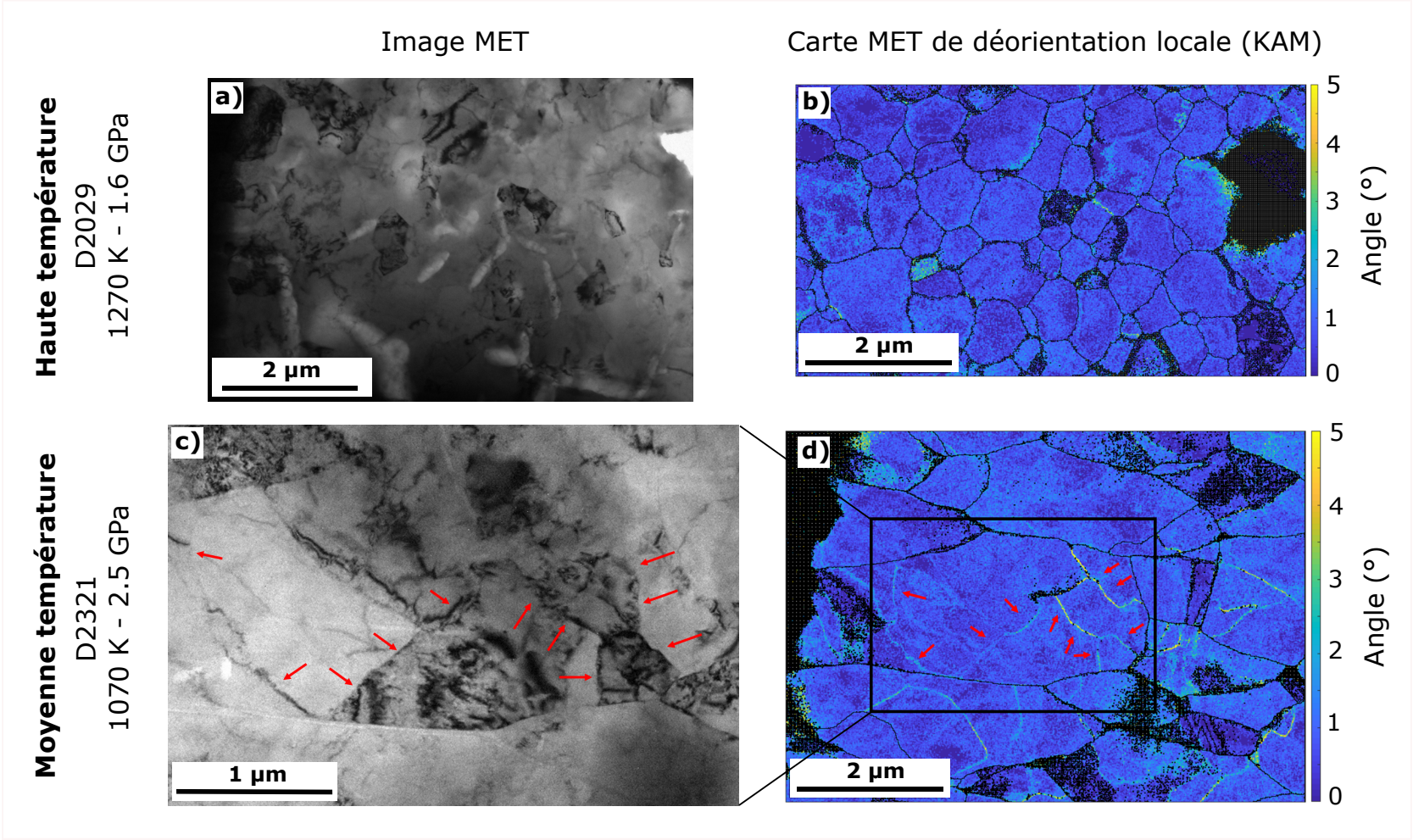

FIGURE 3.8 – Comparaison entre les images MET (a, c) et les cartes de désorientation cristalline (b, d) des échantillons de *haute température* (a, b) et *moyenne température* (c, d). Les flèches rouges indiquent les lignes KAM sur les cartes ASTAR et les sous-joints de grains sur les images MET.

3.4 Discussion

3.4.1 Mécanismes de déformation caractérisés par les données mécaniques

L'exposant de contrainte n extrait du comportement mécanique de l'échantillon permet de supposer du mécanisme de déformation dominant opérant dans cet échantillon. En général, on admet que l'exposant de contrainte est égal à 1 pour un fluage diffusion 'pur' (Poirier, 1985), i.e une déformation contrôlée par la migration des lacunes et des atomes interstitiels (voir section 1.2.2), et est égal ou supérieur à 3 pour du fluage dislocation (Poirier, 1976), i.e une déformation contrôlée par le mouvement des dislocations. Des valeurs intermédiaires, entre 1 et 3, indiquent généralement une contribution des joints de grains à la déformation, et cette contribution des joints de grains peut amener à un comportement superplastique de l'agrégat. Dans les expériences à *haute température*, l'exposant de contrainte est de 1,5 (Fig. 3.2), ce qui correspond à un mécanisme contrôlé par de la diffusion, avec une contribution probable des joints de grains (Langdon, 2006). Pour les échantillons déformés à *moyennes températures* et *haute pression* l'exposant de contrainte mesuré est d'environ 5,5 (Fig. 3.2), témoignant d'un fluage dislocation dominant. Ce changement de mécanisme de déformation entre 1070 K et 1270 K est aussi observé à travers les microstructures post-mortem des échantillons. Ces mécanismes de déformation sont détaillés plus bas, supportés par des observations microstructurales.

3.4.2 L'effet de la contrainte sur la plasticité du périclase

La contrainte est une variable importante dans la déformation plastique et le développement des microstructures (Karato, 2008), comme cela a été montré pour l'olivine (Jung et al., 2006). Il est donc légitime de se demander si nos observations microstructurales doivent être interprétées en terme d'effet de la pression et de la température ou bien en terme de contrainte. Les expériences D2321 et D2325 sont réalisées à des conditions de contrainte similaires, entre 0,43 et 0,75 GPa. Pourtant, les microstructures observées dans ces deux échantillons sont différentes, avec un maximum de l'IPF à $\langle 110 \rangle$ pour D2321 et à $\langle 100 \rangle$ pour D2325 (Fig. 3.3). Cette observation nous permet

d'attribuer la variation de microstructure à des différences de pression et de température plutôt qu'à la contrainte. A cela s'ajoute le fait que nous réalisons nos tests sur des plages de contraintes réduites qui ne nous permettent pas de séparer plus en détail l'effet de la contrainte de celui de la pression et la température sur la plasticité du périclase. Ainsi, en se basant sur l'observation des échantillons D2321 et D2325, nous projetterons nos résultats en terme de pression et température seulement. L'effet de la contrainte à chaque pression et température mériterait d'être étudié, mais nos données ne permettent pas cet approfondissement.

3.4.3 Comparaison générale des microstructures

La distribution de la taille de grains dans nos échantillons déformés dépend des conditions de déformation. En effet, pour les échantillons déformés à *haute température* la majorité des grains sont de petite taille, avec une taille moyenne de 1 μm^2, i.e un diamètre équivalent de 1,1 μm, et quelques occurrences de grains plus larges (Fig. 3.5.b). Dans les échantillons déformés à 875 et 1070 K, la taille de grain moyenne est de 10–30 μm^2, correspondant à un diamètre équivalent de 3,6–6.2 μm, au lieu d'environ 3 μm^2 (i.e un diamètre équivalent de 2,0 μm) dans l'échantillon non déformé, ce qui indique une croissance de grain pendant la déformation (Fig. 3.5.c, d). Une différence importante observée entre les échantillons déformés à *moyenne température* et à *haute pression* est la population de grands grains. Dans l'échantillon déformé à *haute pression*, des gros grains sont observés alors que dans les échantillons déformés à moyenne température aucun grain plus grand que 74 μm^2 n'est observé. Ces grands grains dans l'échantillon déformé à *haute pression* sont inattendus et sont situés spécifiquement au centre de l'échantillon. La température dans l'assemblage expérimental en D-DIA est générée par un four en graphite et nous suspectons que des gradients de température peuvent avoir été présents dans le montage expérimental. La distribution normale de la taille de grain dans les échantillons déformés à 875 et 1070 K montre que la croissance de grains est normale dans ces échantillons, contrairement aux échantillons déformés à *haute température*.

Les échantillons déformés à *haute température* montrent peu de changement dans la forme des grains, avec une majorité de grains équiaxes et à l'équilibre, similaires à ceux de l'échantillon de référence (Fig. 3.5.e, f). Cependant, les cartes EBSD montrent que

les grands grains ont des joints de grain sinueux et parfois incluent des grains plus petits (Fig. 3.4.a). Les échantillons déformés à plus basse température montrent des grains qui évoluent avec la déformation, notamment avec un allongement perpendiculairement à la direction de compression (Figs. 3.4.d, g, h, 3.5.g, h). L'allongement des grains peut atteindre 8,75 et les grains les plus allongés sont observés dans les échantillons déformés aux plus hautes pressions. Cet allongement des grains pendant la déformation à plus basse température peut être comparée aux résultats de modélisations auto-cohérentes qui ont été réalisées pour MgO et NaCl déformés dans un régime contrôlé par les dislocations. Les systèmes de glissement dans des minéraux de structures de type NaCl sont fortement symétriques et la modélisation de leur déformation en utilisant des modèles auto-cohérents montre que ce style de fluage dans ces matériaux fortement symétriques nécessite un changement de la forme de grain. Prendre en compte ce changement de forme de grain est critique pour modéliser convenablement les textures expérimentales (Wenk et al., 1989 ; Wenk et al., 2009 ; Lin et al., 2019).

Les conditions de déformation affectent aussi la désorientation intragranulaire. Les échantillons déformés à *haute température* montrent des grains généralement relaxés alors que les échantillons déformés à 875 et 1070 K montrent des grains avec de fortes désorientations intragranulaires (Figs. 3.4). Cette différence est confirmée à l'échelle du MET. Dans les échantillons déformés à haute température les images MET montrent des dislocations isolées et les cartes d'orientation présentent des grains sans déformation interne (Figs. 3.6.a, 3.7.b, c). Les images MET des échantillons déformés à plus basse température montrent une densité de dislocations importante avec des dislocations qui s'organisent en sous-joints de grain (Fig. 3.6.b, c, d). Les cartes d'orientation dans ces échantillons témoignent d'une forte désorientation intra-cristalline qui correspond à ces sous-grains (Fig. 3.7.e, f).

Toutes ces observations montrent une différence claire entre les échantillons déformés à 1270 K et les échantillons déformés à 875 et 1070 K. Comme indiqué par l'exposant de contrainte, ces différences microstructurales peuvent être imputées à un changement de mécanisme de déformation dominant. En effet, les échantillons déformés à 1270 K ont un exposant de contrainte de 1,5 et présentent des microstructures incompatibles avec une déformation contrôlée par les dislocations, alors que les échantillons déformés à 1070 K et 875 K ont un exposant de contrainte autour de 5,5 et présentent des microstructures

cohérentes avec une déformation contrôlée par les dislocations.

3.4.4 Mécanisme de déformation du périclase à *haute température*

Les données mécaniques et les microstructures de nos échantillons montrent que les échantillons déformés à 1270 K ont un comportement différent de celui des échantillons déformés à 875 et 1070 K. Ainsi, la déformation dans ces échantillons déformés à *haute température* est contrôlée par de la diffusion plutôt que par le mouvement de dislocations.

Nos échantillons déformés à *haute température* sont caractérisés par des microstructures similaires à celles observées dans l'échantillon non déformé relaxé, c'est à dire un échantillon dominé par des grains de petite taille de forme équante, avec des joints de grains courbes et des jonctions triples à l'équilibre, ne présentant pas d'orientation préférentielle mais une absence de désorientation intra-granulaire. De plus, plusieurs jonctions quadruples de grains sont observées dans les cartes ASTAR (Fig. 3.7).

Les points quadruples, lorsqu'ils sont associés à des grains équiaxes, sont une microstrcuture caractéristique du glissement aux joints de grains (GBS) comme défini par Ashby et Verrall (1973), et un élément clé pour l'identification de l'activité de ce mécanisme de déformation (Maruyama et Hiraga, 2017). En comparaison, le fluage dislocation est associé avec un allongement des grains cohérent avec la déformation macroscopique et de la déformation intracrystalline. Le fluage diffusion pur est capable de produire des points quadruples, mais ils sont alors associés à des grains allongés dans la direction de tension (Maruyama et Hiraga, 2017).

Ainsi, les microstructures observées dans nos échantillons post-mortem sont cohérentes avec une déformation dominée par du glissement aux joints de grain. L'exposant de contrainte de 1.5 mesuré in-situ supporte une accommodation du mouvement au joint de grain par de la diffusion. Ce mécanisme fait intervenir le glissement des grains les uns par rapport aux autres pour accommoder la déformation et donc ne modifie pas significativement les cristaux. Ainsi, les grains pourraient changer de position sans atteindre de 'déformation limite' et ce mécanisme ouvrirait alors la voie sur la superplasticité.

Quelques grains de plus grande taille sont observés dans ces échantillons (Fig. 3.4.a). Ils peuvent être le produit d'une croissance de grain pendant le frittage (e.g, Terwilliger, Bowen et Gordon (1970)) mais la faible fréquence de ces grains dans l'échantillon de

référence ne favorise pas cette hypothèse. Une croissance de grains anormale peut aussi être due au mécanisme de GBS, soit par mouvement du joint de grain à cause d'un excès de lacunes créé par la déformation à proximité des joints qui glissent les uns par rapport aux autres (Clark et Alden, 1973), soit par migration du joint de grain pour restaurer les dommages créés aux jonctions triples par le glissement des grains (Wilkinson et Cáceres, 1984). L'exposant de contrainte de 1,5 indique une déformation contrôlée par de la diffusion, qui est généralement plus efficace pour les petites tailles de grains. Ainsi, nous supportons l'idée que ces grands grains ne participent pas significativement à la déformation de l'échantillon.

Le GBS a déjà été rapporté dans le périclase. En particulier, de la diffusion aux joints de grain avec des occurrences de GBS dans des échantillons fortement déformés (44 %) a été observée dans du périclase polycristallin à grain fin (0.1 μm) à pression ambiante et 1173-1423 K (Crampon et Escaig, 1980). A des tailles de grains plus importantes (entre 18 et 60 μm), cependant, Terwilliger, Bowen et Gordon (1970) ont observé des mécanismes de déformation visqueuse (c.à.d. du GBS ou du glissement des dislocations) dans le périclase à des températures de 1300–1700 K, associés à des exposants de contrainte de 2,38 et 3,63. L'étude de Stretton et al. (2001) rapporte aussi du fluage dislocation dominant lors de la déformation d'échantillons de ferropériclase à des températures de 1200-1400 K et une pression de 300 MPa. Ces résultats sont en contradiction avec nos observations qui indiquent une déformation du périclase principalement par GBS à 1270 K. En fait, la taille de grain dans leurs échantillons, de l'ordre de 40 μm, est supérieure à celle de nos échantillons ($\approx$ 1 μm). Il est connu que la température de transition entre une déformation dominée par du GBS et une déformation dominée par du fluage dislocation dépend de la taille de grain. A partir des études de Terwilliger, Bowen et Gordon (1970), de Stretton et al. (2001) et de nos résultats, il semble que cette transition se produise dans le périclase pour des tailles de grain comprises entre $\approx$ 3 μm et 10-50 μm. L'effet de la pression sur cette transition, mais aussi de la teneur en fer, nécessite des études complémentaires pour être caractérisé.

3.4.5 Les systèmes de glissement du périclase

Les mécanismes de déformation contrôlés par du mouvement des dislocations sont caractérisés par la formation d'une orientation préférentielle dans le polycristal (Karato, 1998). Nos échantillons déformés à *moyenne température* et à *haute pression* ont une orientation préférentielle, ainsi qu'un exposant de contrainte de 5,5. On s'attend donc à ce que le mécanisme de déformation dominant dans ces échantillons soit contrôlé par du mouvement des dislocations.

Les orientations préférentielles observées expérimentalement peuvent être comparée à des résultats de modélisations auto-cohérentes (Lin et al., 2017) pour déduire l'activité de chacun des systèmes de glissement $\langle 110\rangle\{110\}$, $\langle 110\rangle\{100\}$ et $\langle 110\rangle\{111\}$ dans l'échantillon et l'évolution de la forme des grains (Wenk et al., 1989). Les orientations préférentielles sont ensuite associées aux systèmes de glissement les plus actifs. Les échantillons déformés à *moyenne température* montrent un maximum en $\langle 110\rangle$ dans la figure de pôle inverse de la direction de compression. Cette orientation préférentielle est associée par les modèles à une action dominante des systèmes $\langle 110\rangle\{110\}$ et $\langle 110\rangle\{100\}$ avec une activité équivalente. Pour l'échantillon déformé à *haute pression*, l'IPF de la direction de compression montre un maximum en $\langle 100\rangle$, ce qui correspond à une activité dominante du système $\langle 110\rangle\{110\}$. On observe ainsi, aux températures étudiées (875–1070 K), une transition de système de glissement dominant induite par la pression. Pour les gammes de températures étudiées ici, on retrouve alors une combinaison des systèmes $\langle 110\rangle\{110\}$ et $\langle 110\rangle\{100\}$ à basse pression (en dessous de 5 GPa) et un système $\langle 110\rangle\{110\}$ dominant à haute pression (au dessus de 5 GPa).

3.4.6 Plasticité du périclase à hautes pressions et hautes températures

A partir de nos résultats expérimentaux de déformation du périclase, combinés aux travaux précédents de Lin et al. (2017) et Immoor et al. (2018), nous pouvons résumer sa plasticité à haute pression et haute température comme suit (Fig. 3.9) :

— A basses températures et en dessous de 70 GPa, les orientations préférentielles en compression témoignent d'une déformation contrôlée par du glissement des dislocations avec une activité dominante du système $\langle 110\rangle\{110\}$ (Lin et al., 2017 ; Immoor et al., 2018) ;

— A basses pressions (moins de 5 GPa), une transition depuis ce système de glissement dominant vers une combinaison des systèmes ⟨110⟩{110} et ⟨110⟩{100}, avec des activités similaires, est observé vers 900 K. La température de transition entre ces deux régimes augmente avec la pression.

— A haute pression (au dessus de 20 GPa), la température de transition entre un glissement des dislocations dominé par une combinaison de systèmes ⟨110⟩{110} et ⟨110⟩{100} et un glissement des dislocations dominé par le système ⟨110⟩{110} semble décroître avec la pression (Immoor et al., 2018), même si cette tendance reste encore à vérifier (Lin et al., 2019) ;

— Pour finir, pour une température de 1270 K et des pressions jusqu'à 6,5 GPa, les échantillons déformés montrent une absence d'orientation préférentielle indiquant un mécanisme de déformation qui n'est pas contrôlé par des mouvements de dislocations, mais plutôt par du glissement aux joints de grain accommodé par de la diffusion.

Ce comportement plastique du périclase est cohérent avec les modélisations numériques et expériences les plus récentes de l'effet de la température et de la pression sur les CRSS (critical resolved shear stress) dans des monocristaux de périclase (Amodeo, Carrez et Cordier, 2012 ; Girard, Chen et Raterron, 2012). Ces modélisations prédisent une activité dominante du système ⟨110⟩{110} à basse température et une transition vers une combinaison des systèmes ⟨110⟩{110} et ⟨110⟩{100} à plus haute température et plus haute pression. Il y a pourtant des différences.

Tout d'abord, la température de transition entre le glissement sur ⟨110⟩{110} et le glissement sur ⟨110⟩{110} et ⟨110⟩{100} à pression ambiante est d'environ 700 K dans les expériences de déformation sur des polycristaux contre environ 1500 K d'après les modèles numériques. Cette différence peut s'expliquer par une sous-estimation de la température dans les expériences, une sous-estimation de l'effet de la température dans les modèles numériques ou, plus probablement, par des comportements plastiques différents entre les polycristaux et les monocristaux. En fait, dans les polycristaux les interactions entre les grains et l'évolution de la texture sont des facteurs importants pour le comportement mécanique des matériaux. Ainsi, le système de glissement dominant dans un polycristal n'est pas forcément celui avec le CRSS le plus faible dans un monocristal (Mainprice et al., 2008).

Ensuite, les modèles numériques prédisent une transition nette d'un glissement des dislocations dominant sur ⟨110⟩{110} à un glissement des dislocations sur les systèmes ⟨110⟩{110} et ⟨110⟩{100} avec des activités similaires autour de 40 GPa, suivi par une transition vers une activité dominante du système ⟨110⟩{100} à partir de 60 GPa. Dans ces modèles, ces deux transitions ne dépendent pas de la température. Dans les expériences de déformation de monocristaux de MgO de Girard, Chen et Raterron (2012), l'augmentation de la pression favorise le système ⟨110⟩{100}, qui deviendrait dominant à 23 GPa, c'est à dire à une pression bien plus basse que celle prévue par les modèles numériques. Cependant, les expériences de déformation de polycristaux en cellule à enclumes de diamant (CED) rapportent des textures de compression indiquant une augmentation de l'activité du système ⟨110⟩{100} à haute pression et haute température (Immoor et al., 2018) mais la transition complète de systèmes de glissement à 300 K n'est pas observée (Lin et al., 2019). Il existe des biais dans l'interprétation d'un changement de système de glissement dominant causé par la pression en CED puisque la déformation de l'échantillon est fortement impactée par l'histoire de l'échantillon (Amodeo, Dancette et Delannay, 2016). Cette observation pourrait aussi venir d'une différence de la plasticité entre les polycristaux et les monocristaux.

Enfin, les échantillons indiquent qu'à basse pression et à une température de 1270 K, le mécanisme de déformation plastique dominant dans le périclase est le glissement aux joints de grain accommodé par la diffusion, un mécanisme qui n'avait pas été pris en compte dans les études précédentes. La température de transition entre le GBS et le fluage dislocation dépend de la taille de grain et n'est pas observé en-dessous de 1400 K pour des tailles de grains de 10-50 μm (Stretton et al., 2001).

3.4.7 Implications pour le manteau terrestre

Le ferropériclase est le second minéral le plus abondant du manteau inférieur de la Terre. Les propriétés du manteau inférieur comme la vitesse de déformation ou l'anisotropie sismique, vont donc être influencées par le style de déformation de ce minéral. A partir de nos résultats expérimentaux, le mécanisme de déformation à une température de 1270 K et une taille de grain micronique est le glissement aux joints de grains accommodé par de la diffusion.

Au cours du glissement aux joints de grain accommodé par de la diffusion, les grains

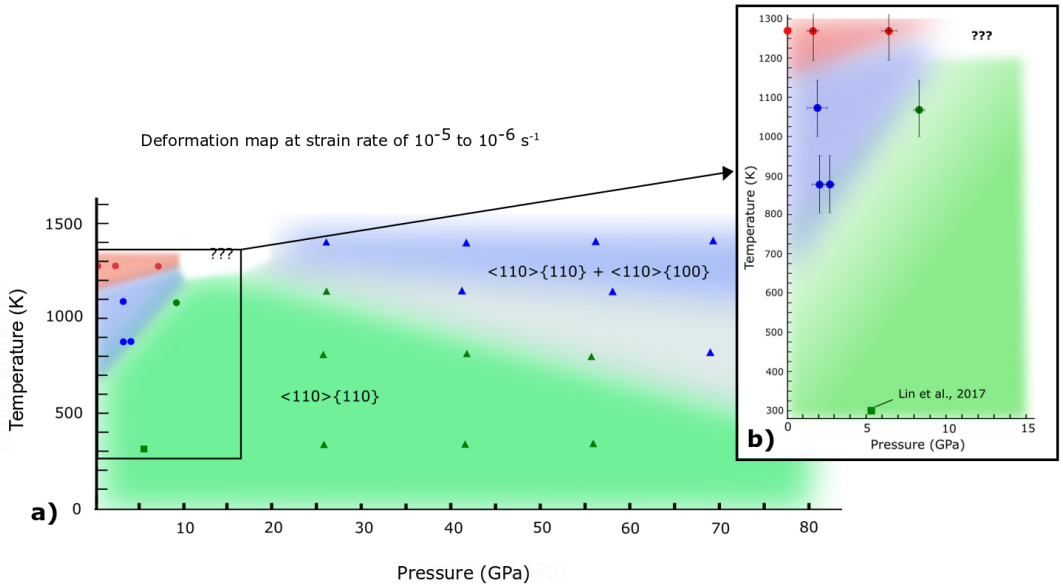

FIGURE 3.9 – Carte des mécanismes de déformation dans le périclase projetée dans l'espace P-T (pour des vitesses de déformation comprises entre 10^{-6} et 10^{-5} s^{-1} et pour des tailles de grains microniques) et basée sur des observations microstructurales. Les marqueurs rouges correspondent aux conditions de déformation dans lesquelles le GBS accommodé par de la diffusion est dominant. Les marqueurs verts et les marqueurs bleus correspondent aux conditions de déformation pour lesquelles le glissement des dislocations est dominant, avec une activité dominante du système $\langle 110 \rangle \{110\}$ ou une activité égale des systèmes $\langle 110 \rangle \{110\}$ et $\langle 110 \rangle \{100\}$, respectivement. Les zones rouges, vertes et bleues sont des guides et font ressortir les différents domaines du comportement plastique du périclase. Les marqueurs ronds correspondent aux données de notre étude, les marqueurs carrés correspondent aux données de LIN et al. (2017) et les marqueurs triangulaires correspondent aux données de IMMOOR et al. (2018). a) Résumé des mécanismes de déformation observés dans cette études et dans les travaux de LIN et al. (2017) et IMMOOR et al. (2018). b) Zoom sur les basses pressions.

de l'agrégat accommodent la déformation en changeant de voisins. La microstructure de l'agrégat est donc peu affectée par la déformation et le matériau va potentiellement avoir un comportement superplastique et accommoder une grande quantité de déformation, jusqu'à 2000% dans certains cas (Langdon, 2006). Ainsi, si le glissement aux joints de grain accommodé par de la diffusion est réellement le mécanisme de déformation dominant dans le manteau inférieur, de grandes quantités de déformation pourront être accommodées par le périclase sans produire d'orientation préférentielle. Ce résultat est compatible avec l'absence d'anisotropie sismique observée dans la majorité du manteau inférieur (Meade, Silver et Kaneshima, 1995).

La transition entre un régime de déformation contrôlé par des dislocations et un régime de déformation contrôlé par le GBS, cependant, dépend de la pression, la température, la vitesse de déformation et la taille de grain. Jusqu'à maintenant, le domaine de pressions et températures pour lequel le GBS pourrait être dominant dans le manteau inférieur n'a pas été étudié expérimentalement dans le périclase. Les températures dans le manteau inférieur sont comprises entre 1900 et 2600 K et il n'est pas sûr, pour l'instant, que ces températures soient suffisantes pour favoriser le GBS aux pressions du manteau inférieur (24–135 GPa). Nos résultats montrent tout de même que les hautes températures favorisent le GBS dans le périclase pour des tailles de grains microniques.

La taille de grains dans le manteau inférieur n'est pas bien connue. Des études rapportent une taille de grain d'environ 1 μm après la discontinuité à 660 km de profondeur (Solomatov, El-Khozondar et Tikare, 2002 ; Yamazaki et al., 1996 ; Ito et Sato, 1991) alors que d'autres proposent que, à des échelles de temps géologiques, ces grains microniques peuvent subir de la croissance de grain et atteindre des tailles de 1000 μm (Solomatov, El-Khozondar et Tikare, 2002). Cependant, la croissance de grain dans le ferropériclase du manteau inférieur pourrait être limitée par la présence en grande quantité de la bridgmanite (Yamazaki et al., 1996 ; Solomatov, El-Khozondar et Tikare, 2002). L'étude des propriétés mécaniques du manteau terrestre nécessite donc de prendre en compte que le GBS peut être dominant dans le ferropériclase à grains fins dans les régions du manteau où la taille de grains est petite, mais sera supplantée par du glissement des dislocations si la taille de grain croît. La transition entre ces deux régimes en fonction de la pression et la taille de grains reste à déterminer.

Dans les régions où la taille de grain est trop importante pour que le GBS soit efficace, le glissement des dislocations sera le mécanisme dominant. Dans ce cas, les résultats expérimentaux montrent que le glissement des dislocations sur une combinaison de systèmes $\langle 110 \rangle \{110\}$ et $\langle 110 \rangle \{100\}$ sera dominant. La question d'un glissement des dislocations avec un système $\langle 110 \rangle \{100\}$ dominant au dessus de 60 GPa, comme prédit par les modèles numériques, reste ouverte puisque cette transition n'a pas été observée expérimentalement jusque là. Si ce régime existe, il pourrait être actif dans les régions les plus profondes du manteau inférieur.

3.5 Conclusion du chapitre

A travers la caractérisation in-situ du comportement mécanique et ex-situ de la microstructure d'échantillons polycristallins de périclase déformés à hautes pressions et hautes températures, nous avons pu compléter la carte de déformation du périclase dans le domaine 875–1270 K et 1,6–8,3 GPa.

A 875 et 1070 K, les échantillons présentent une orientation préférentielle significative et des grains allongés avec une forte déformation intra-cristalline. Supportées par un exposant de contrainte compris entre 5,3 et 5,6, ces microstructures montrent que dans ces échantillons le glissement des dislocations est dominant, avec des changements de systèmes de glissement dominant suivant la pression et la température.

A 1270 K, les échantillons présentent des petits grains équiaxes, à l'équilibre, ne montrent pas d'orientation préférentielle ni de déformation intra-cristalline, mais des jonctions quadruples de grains. Ces microstructures et l'exposant de contrainte de 1,5 indiquent que le mécanisme de déformation dominant dans ces échantillons est le glissement aux joints de grains accommodé par de la diffusion.

En extrapolant ces résultats aux conditions du manteau inférieur, nous proposons que le glissement aux joints de grain accommodé par de la diffusion soit le mécanisme dominant dans les régions du manteau inférieur où la taille de grains est petite. La dominance de ce mécanisme de déformation est capable d'expliquer l'absence d'anisotropie sismique mesurée dans la majeure partie du manteau inférieur. Lorsque la taille de grain est trop importante pour que le GBS soit efficace, le glissement des dislocations pourrait devenir le mécanisme de déformation dominant, et notamment avec une combinaison

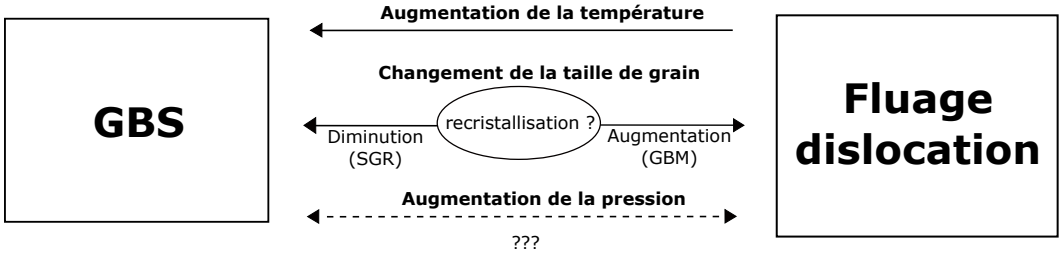

FIGURE 3.10 – Schéma de l'effet de la variation de la température, de la pression et de la taille de grain sur le style de déformation plastique dominant dans le périclase. La recristallisation pourrait être le mécanisme responsable du changement de la taille de grain, en produisant une croissance des grains si le mécanisme de migration du joint de grain (GBM pour grain boundary migration) est le processus dominant, ou une diminution de la taille de grain si la rotation des sous-grains (SGR pour sub-grain rotation) est dominant.

de systèmes de glissement $\langle 110 \rangle \{110\}$ et $\langle 110 \rangle \{100\}$.

Finalement, la pression et la température influent fortement sur les mécanismes de déformation dans le périclase. Leur effet peut être simplement de changer le(s) système(s) de glissement dominant(s), ou bien de complètement changer le mécanisme de déformation (Fig. 3.10). En plus de la pression et de la température, nous avons mis en évidence que la microstructure des roches du manteau (e.g. la taille de grain) est aussi un paramètre important pour comprendre et prédire le régime de déformation des minéraux dans le manteau inférieur.

Chapitre 4

Transformation de l'olivine en wadsleyite aux conditions de la discontinuité à 410 km de profondeur dans le manteau

4.1 Problématique

La discontinuité sismique observée autour de 410 km dans le manteau terrestre est attribuée à la transformation de l'olivine du manteau supérieur en wadsleyite (Ringwood, 1991). Cette hypothèse a d'abord été proposée par Birch (1952), pour expliquer des sauts de vitesse sismique trop faibles pour être dûs à un changement radical de chimie dans le manteau, mais trop importants pour être expliqués uniquement par la seule compression des minéraux du manteau supérieur. Il suggère alors qu'une transformation de phase des silicates du manteau supérieur se produise aux profondeurs où ces discontinuités sont observées, c'est à dire à 410, 520 et 660 km de profondeur. Cette hypothèse a ensuite été vérifiée au travers d'expériences de transformation de phases en laboratoire, d'abord sur des matériaux analogues (Ringwood, 1958a ; Ringwood, 1958b ; Ringwood, 1962b), puis sur les minéraux naturels (Ringwood et Major, 1970). Ces expériences montrent qu'à une température de 1700 K (qui est l'estimation classique de la température à 410 km dans le manteau), l'olivine se transforme en wadsleyite à 13-14 GPa, c'est à dire autour de 410 km de profondeur dans la Terre (Ringwood et Major, 1970). La transformation de l'olivine en wadsleyite peut donc expliquer le

saut de vitesse sismique à 410 km de profondeur. L'autre transformation de phase, celle des pyroxènes en grenat, en plus de concerner une proportion plus faible du manteau ($\approx 40\%$ du volume), semble se faire de façon plus progressive, sur une gamme de pressions plus large (Ringwood, 1991). Elle ne permet donc pas d'expliquer le brusque saut de vitesse sismique à 410 km de profondeur.

La transformation de l'olivine en wadsleyite est donc un processus important, qui délimite le haut de la zone de transition du manteau (MTZ), mais qui implique aussi un changement de propriétés du manteau. D'abord parce que l'olivine et la wadsleyite n'ont pas les mêmes propriétés, et ensuite parce que le mécanisme de transformation peut conserver ou remettre à zéro les microstructures de l'agrégat.

Cette transformation de phase a été largement étudiée ces dernières années (Brearley, Rubie et Ito, 1992 ; Kerschhofer, Sharp et Rubie, 1996 ; Kubo et al., 1998b ; Kubo et al., 1998a ; Kerschhofer et al., 1998 ; Kubo, Ohtani et Funakoshi, 2004 ; Demouchy et al., 2011 ; Smyth et al., 2012 ; Mohiuddin et Karato, 2018) et des diagrammes de phases de l'olivine ont été établis, en fonction de la température, de la pression mais aussi de la composition chimique de l'olivine. La figure 1.9 montre le diagramme de phase d'une olivine de composition $(Mg_{0,89}Fe_{0,11})_2SiO_4$. Il ressort aussi des études expérimentales que la transformation de l'olivine en wadsleyite peut se faire suivant deux mécanismes : un mécanisme cohérent et un mécanisme incohérent. Le mécanisme cohérent transforme l'olivine en wadsleyite en modifiant le réseau cristallin de l'olivine pour construire celui de la wadsleyite. Il conserve ainsi une mémoire de l'orientation cristallographique préférentielle de l'olivine parent (voir section 1.3.2). Le mécanisme incohérent, au contraire, fait intervenir de la diffusion pour détruire le réseau cristallin de l'olivine et construire celui de la wadsleyite sur un site de nucléation. Ainsi, la wadsleyite formée n'hérite pas de l'orientation cristallographique préférentielle de l'olivine parent (voir section 1.3.2).

Le mécanisme incohérent est fréquemment observé, soit par nucléation de la wadsleyite aux joints de grains de l'olivine (Kubo et al., 1998a ; Kubo, Ohtani et Funakoshi, 2004 ; Brearley, Rubie et Ito, 1992 ; Kubo et al., 1998b ; Mohiuddin et Karato, 2018 ; Rosa et al., 2016), soit par nucléation de la wadsleyite à l'intérieur des grains d'olivine le long de défauts (Kerschhofer et al., 1998 ; Kerschhofer, Sharp et Rubie, 1996 ; Mohiuddin et Karato, 2018), sans toutefois montrer de relation to-

potactique avec l'olivine hôte. Le mécanisme cohérent est assez rarement observé, et même quand il est observé, il n'est généralement pas le mécanisme de transformation dominant (Smyth et al., 2012).

Différentes microstructures pourraient donc apparaître dans la wadsleyite nouvellement formée, en fonction du type de transformation qui la produit. En effet, une transformation cohérente donnera une orientation préférentielle aux cristaux de wadsleyite, liée à celle de l'olivine dont ils sont issus. Au contraire, une transformation incohérente avec nucléation aux joints de grains produira des grains de wadsleyite sans orientation préférentielle spécifique. Enfin, une transformation incohérente avec nucléation intracristalline pourrait produire des grains de wadsleyite avec une orientation préférentielle de forme, puisque dans ce type de transformation la wadsleyite forme des lamelles généralement alignées dans des plans spécifiques de l'olivine (les plans (010) (Kerschhofer, Sharp et Rubie, 1996) ou {101} (Kerschhofer et al., 1998)).

Déterminer le ou les mécanismes de transformation de l'olivine effectifs aux conditions de la discontinuité à 410 km dans le manteau et caractériser les microstructures qui en résultent est d'une grande importance pour comprendre les microstructures dans la MTZ et interpréter l'anisotropie sismique observée dans cette région. Cependant, dans la plupart des études antérieures, les microstructures du résultat de la transformation olivine-wadsleyite ont été observées post-mortem. Dans cette condition, les microstructures de transformation ont pu être altérées par l'évolution post-transformation de l'échantillon, ou bien par la décompression qu'a subie l'échantillon avant d'être récupéré pour analyses en microscopie électronique. La seule étude in-situ sur le sujet (Rosa et al., 2016) a été réalisée à des températures basses pour la MTZ (1150 K), qui correspondraient plutôt à un contexte de zone de subduction. Les expériences hautes-températures à des pressions pertinentes pour le manteau sont en effet assez difficiles. En cellules à enclumes de diamant (CED), par exemple, il faut réussir à générer une température stable dans l'échantillon sans atteindre la température de fusion du milieu transmetteur de pression pour éviter qu'il fonde et que l'échantillon se déplace dans le joint. De plus, la transformation de l'olivine en wadsleyite se fait sur un domaine de pression et température restreint (voir figure 1.9), qui peut être facilement dépassé.

Nous proposons donc dans ce chapitre de caractériser in-situ les microstructures de transformation de l'olivine en wadsleyite à des conditions pertinentes pour le manteau

'normal' à 410 km de profondeur. Pour cela nous avons réalisé une série d'expériences de transformation d'olivine de San Carlos en cellule à enclumes de diamant avec chauffage laser, à des températures de 1450 à 1770 K et des pressions de 12,3-20,2 GPa. Pour le suivi in-situ de l'évolution des microstructures dans l'échantillon tout au long de l'expérience, nous avons utilisé la technique de la cristallographie multigrain.

4.2 Méthodes

4.2.1 Transformation de l'olivine en wadsleyite à haute pression et haute température

Pour l'étude de la transformation de l'olivine en wadsleyite, nous avons utilisé des échantillons d'olivine de San Carlos, car cette composition est proche de celle de l'olivine du manteau (Gaul, 2000). Nous utilisons deux types d'échantillons, des monocristaux et des polycristaux. Nos échantillons monocristallins sont des fragments de 10-15 µm d'épaisseur et d'une vingtaine de micromètres de côté (cf. section 2.1.3) de cristaux naturels d'olivine de San Carlos. Les échantillons polycristallins d'olivine sont préparés par frittage en presse piston-cylindre d'une poudre de la même olivine, comme détaillé dans la section 2.1.3. L'analyse du résultat de frittage au microscope électronique à balayage avec la technique de la diffraction des électrons retro-diffusés, montrent que les grains dans ce polycristal ont une taille de 1–50 μm et ne présentent pas d'orientation préférentielle. Des mesures par infra-rouge (FTIR) de la teneur en eau des cristaux d'olivine dans ces échantillons indiquent qu'ils contiennent moins de 3 ppm poids d'eau (section 2.1.3).

Les échantillons sont préparés pour l'expérience de transformation en CED comme indiqué dans la section 2.1.3.

Pour l'étude in-situ de ces expériences de transformation à haute pression et haute température, nous avons eu besoin de rayonnements-X sur des lignes synchrotron. Trois synchrotrons nous ont donné accès à leur ligne haute-pression, PETRA III à DESY (Hambourg, Allemagne), l'ESRF (Grenoble, France) et SOLEIL (Gif-sur-Yvette, France). A PETRA III et l'ESRF, les lignes synchrotron ont été équipées avec un chauffage laser rotatif, qui permet aux lasers de pivoter avec la CED pendant les acquisitions de cristallographie multigrain et ainsi de garder la haute température pendant les me-

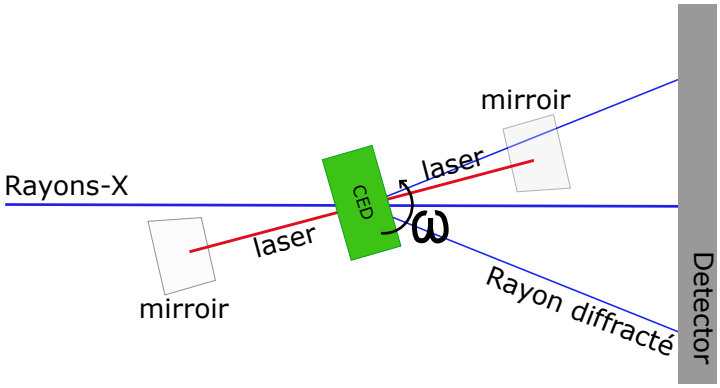

FIGURE 4.1 – Schéma du montage expérimental spécifique aux mesures de cristallographie multigrain à haute température sur ligne synchrotron, vue de dessus. Le rayonnement X synchrotron (ligne bleue) traverse la cellule à enclumes de diamant (CED, en vert) et est transmis ou diffracté par les cristaux de l'échantillon. Les rayons diffractés (en bleu) forment le cliché de diffraction sur le détecteur, comme en diffraction X classique. Pour la cristallographie multigrain, la CED pivote autour de l'axe vertical de la cellule pour acquérir une série de clichés de diffraction avec différents angles d'incidence du faisceau de rayons-X. Habituellement, cette étape nécessite l'arrêt de la chauffe du fait que les lasers sont fixes et se retrouvent donc désalignés pendant la rotation de la CED, comme c'est le cas sur la ligne PSICHE à SOLEIL. Dans un montage expérimental spécifique, mis en place sur les lignes P02.2 à PETRA III et ID27 à L'ESRF, les lasers (lignes rouges) qui assurent le chauffage de la CED sont montés sur des bras rotatifs qui permettent de faire pivoter les lasers en même temps que la CED et ainsi conserver une haute température dans l'échantillon pendant la mesure multigrain.

sures (Fig. 4.1). A SOLEIL, les lasers fixes du montage expérimental ne permettaient pas d'acquérir les mesures multigrain à haute température. Ainsi, avant chaque mesure multigrain, les lasers sont coupés, ce qui produit une trempe en température de l'échantillon, et rallumés seulement après la mesure multigrain.

Sur la ligne synchrotron P02.2 à PETRA III les rayons-X avaient une longueur d'onde de 0.2903 Å et le faisceau avait une taille de 7,6 (horizontal) sur 4,4 (vertical) μm^2. La distance entre le détecteur et l'échantillon était de 398,7 mm, d'après la calibration du standard de CeO_2. Les images de diffraction ont été collectées sur un détecteur plan de silice amorphe PerkinElmer XRD 1621. Sur la ligne synchrotron ID27 à l'ESRF, les rayons-X avaient une longueur d'onde de 0,3738 Å et le faisceau une taille de 3,2 (horizontal) sur 3,0 (vertical) μm^2. La distance échantillon-détecteur était de 245,54 mm, d'après la calibration du standard de CeO_2. Les images de diffraction ont été collectées sur un détecteur CCD MAR165. Sur la ligne synchrotron PSICHE à SOLEIL, les rayons-X avaient une longueur d'onde de 0,3738 Å et le faisceau une taille de 12 (horizontal) sur 10 (vertical) μm^2. La distance échantillon-détecteur était de 389,75 mm, d'après la calibration du standard de CeO_2. Les images de diffraction ont été collectées sur un détecteur plan PILATUS. Ce détecteur haute technologie est plus rapide pour l'acquisition des données et supporte de plus hautes intensités des tâches de diffraction, ce qui lui donne une meilleure résolution, que les détecteurs des deux autres lignes synchrotron.

Pendant l'expérience, les échantillons sont chauffés par des lasers et la température est mesurée par spectro-radiométrie, c'est à dire en analysant le spectre d'émission thermique de l'échantillon pendant la chauffe. Pour chaque mesure de température, ces spectres d'émission sont mesurés de chaque côté de l'échantillon pour diminuer l'erreur sur la température. L'erreur moyenne observée sur nos mesures de température (la différence entre la température sur chaque face de l'échantillon) est d'environ 100 K. La pression subie par l'échantillon est mesurée à partir de clichés de diffraction, en extrayant les paramètres de maille des différentes phases par affinement Rietveld dans le logiciel MAUD (Lutterotti, Vasin et Wenk, 2014 ; Wenk et al., 2014). Ces paramètres de maille sont ensuite introduits dans des équations d'état à haute température tirées de la littérature (Angel, Alvaro et Nestola (2018) pour l'olivine et Katsura et al. (2009) pour la wadsleyite), et implémentées dans le logiciel EosFit (Angel, Alvaro et

Gonzalez-Platas, 2014).

Les conditions de pression et température mesurées tout au long des expériences sont indiquées dans le tableau 4.1 et les chemins pression-température suivis par les échantillons sont présentés dans la figure 4.2.

Expérience	nom de la mesure multigrains	P (GPa)	T (K)	phase	nombre de grains	taille de grain moyenne (μm)	gve /grain	gve indexés
Olivine_01	multi1	6,3	300	olivine	1	58,4	75,0	19,9%
	multi4	16,1	300	olivine	25	5,28	31,0	16,4%
				wadsleyite	72	2,86	31,7	42,6%
LTC_05_01	s26	14,9	1400	olivine	55	4,58	37,9	23,3%
	s27	18,7	1730	wadsleyite	114	3,22	39,0	46,4%
	s28	8,9	300	wadsleyite	560	1,66	45,8	67,9%
LTC_03_02	s07	17,3	1700	olivine	180	2,66	46,9	58,7%
	s08	18,8	1700	wadsleyite	188	2,52	49,4	63,2%
	s09	18,8	1620	wadsleyite	208	2,33	49,0	64,1%
	s10	20,3	1770	wadsleyite	232	2,15	49,1	64,7%
	s12	13,1	300	wadsleyite	251	2,46	50,1	63,8%
P2_01	s06	20,2	1550	olivine	84	5,15	122,4	47,6%
	s07	13,5	1510	olivine	83	1,54	119,1	46,8%
				wadsleyite	30	3,50	123,7	17,0%
	s08	12,3	1450	wadsleyite	144	4,02	47,4	76,2%
	s09	14,0	1520	wadsleyite	136	3,97	52,7	71,1%
	s15	14,8	1510	wadsleyite	99	4,54	50,3	60,0%

TABLE 4.1 – Tableau des conditions expérimentales des expériences de transformation de l'olivine en cellules à enclumes de diamant. Quatre expériences sont présentées, LTC_05_01, LTC_03_02 et P2_01 réalisées sur des polycristaux d'olivine et Olivine_01 à partir d'un monocristal d'olivine. Pour chacune, la pression et la température associées aux différentes mesures multigrain ainsi que les résultats de l'indexation sont indiquées. Le nombre de grains indiqué dans le tableau correspond au nombre de grains d'olivine ou de wadsleyite indexés à partir de la mesure multigrain. La taille de grains moyenne présentée dans ce tableau correspond au rayon moyen des grains indexés estimé à partir de l'intensité relative des tâches de diffraction associées à chacun des grains et de la géométrie de l'expérience. 'gve/grain' représente le nombre moyen de tâches de diffraction indexées à un même grain. 'gve indexés' est le pourcentage des tâches de diffraction mesurées et potentiellement associées à la phase considérée, qui ont été indexées à des grains. A noter que parmi ces tâches de diffraction certaines peuvent être issues d'autres phases (comme le milieu transmetteur de pression) dont une ou plusieurs positions de diffraction recoupent celles de la phase étudiée.

4.2.2 Caractérisation in-situ de la microstructure

L'évolution de l'échantillon pendant la transformation est suivie in-situ par cristallographie multigrain. Cette méthode est présentée en détail dans la section 2.2.3. Nous la résumerons ici à l'acquisition de clichés de diffraction 2D à différents angles de rotation de la CED dans le but i) de séparer le signal de diffraction de poudre et le bruit de fond du signal de diffraction des grains individuels de l'échantillon, et ii) de mesurer des tâches de diffraction de ces grains individuels en 3D pour pouvoir remonter à leur orientation cristalline. A la fin du traitement de ces données multigrain, nous obtenons une liste des grains indexés et leur orientation.

Il est aussi possible d'extraire la taille des grains mesurés par cristallographie multigrain. En effet, on peut estimer la taille relative des grains de l'échantillon en fonction de l'intensité des tâches de diffraction qui leur sont associées. Puis, comme nous connaissons la taille de la zone échantillonnée (taille du faisceau vs. épaisseur de l'échantillon), le nombre de grains et leur taille relative, nous pouvons calculer leur taille 'réelle'. Ce calcul est réalisé par un script de la collection timelessTools (`https://github.com/FABLE-3DXRD/TIMEleSS`). Les tailles de grains estimées par cette méthode sont présentées dans le tableau 4.1 et exprimées en rayon équivalent (i.e. le rayon qu'aurait le grain s'il était une sphère parfaite).

4.2.3 Traitement des données d'orientation avec MTEX

Les orientations des grains obtenus par cristallographie multigrain sont ensuite représentées dans des figures de pôles (PF, pour pole figure) et des figures de pôles inverses (IPF, pour inverse pole figure) avec le logiciel MTEX dans MATLAB (Bachmann, Hielscher et Schaeben, 2010 ; Mainprice et al., 2015).

Pour aller plus loin dans l'interprétation de nos données, nous avons voulu simuler le résultat d'une transformation topotactique de l'olivine en wadsleyite. Pour cela nous avons utilisé MTEX qui est capable de faire des opérations sur des orientations et ainsi de calculer l'orientation d'un cristal à partir d'une orientation de départ et d'une relation cristallographique de topotaxie. Comme base de nos calculs, nous avons utilisé les grains d'olivine mesurés par cristallographie multigrain dans nos échantillons avant la transformation en wadsleyite. A chacun de ces grains, nous appliquons une trans-

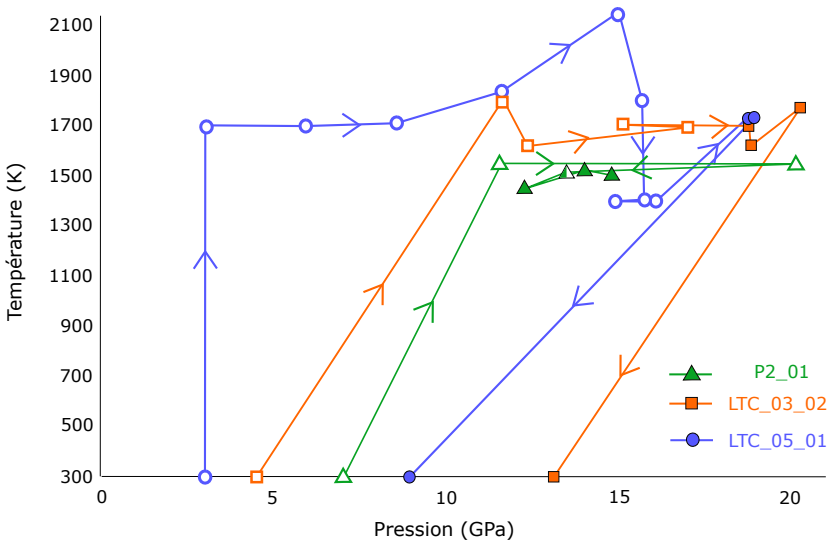

FIGURE 4.2 – Chemins pression-température des trois expériences de transformation dans des polycristaux d'olivine. Les points sont déterminés à partir de clichés de diffraction 2D et de mesures multigrain. Le remplissage des marqueurs indique la phase présente dans l'échantillon. Un marqueur vide correspond à l'olivine, un marqueur rempli à moitié correspond à un mélange olivine-wadsleyite et un marqueur plein indique la dominance de la wadsleyite.

formation de phase, c'est à dire une relation cristallographique. Deux mécanismes de transformation cohérente ont été proposés par SMYTH et al. (2012) : $[001]_{ol}$ // $[010]_{wd}$ et $(100)_{ol}$ // $(101)_{wd}$, ou $[001]_{ol}$ // $[100]_{wd}$ et $(100)_{ol}$ // $(021)_{wd}$. Ainsi, pour chaque grain d'olivine observé avant la transformation, le logiciel nous donne l'orientation du grain de wadsleyite correspondant dans le cas où la transformation se fait en suivant une relation topotactique. Les orientations de ces grains de wadsleyite simulés sont ensuite tracées dans des IPF.

4.3 Résultats

4.3.1 Transformation dans un monocristal d'olivine

La transformation dans un monocristal d'olivine a été réalisée sur la ligne synchrotron PSICHE à SOLEIL. La taille du faisceau de rayons-X, très large comparée à celles des deux autres lignes synchrotron, nous a permis d'analyser une zone conséquente de l'échantillon pendant l'expérience. Les lasers fixes ne permettaient pas de conserver la chauffe de l'échantillon pendant les mesures multigrain.

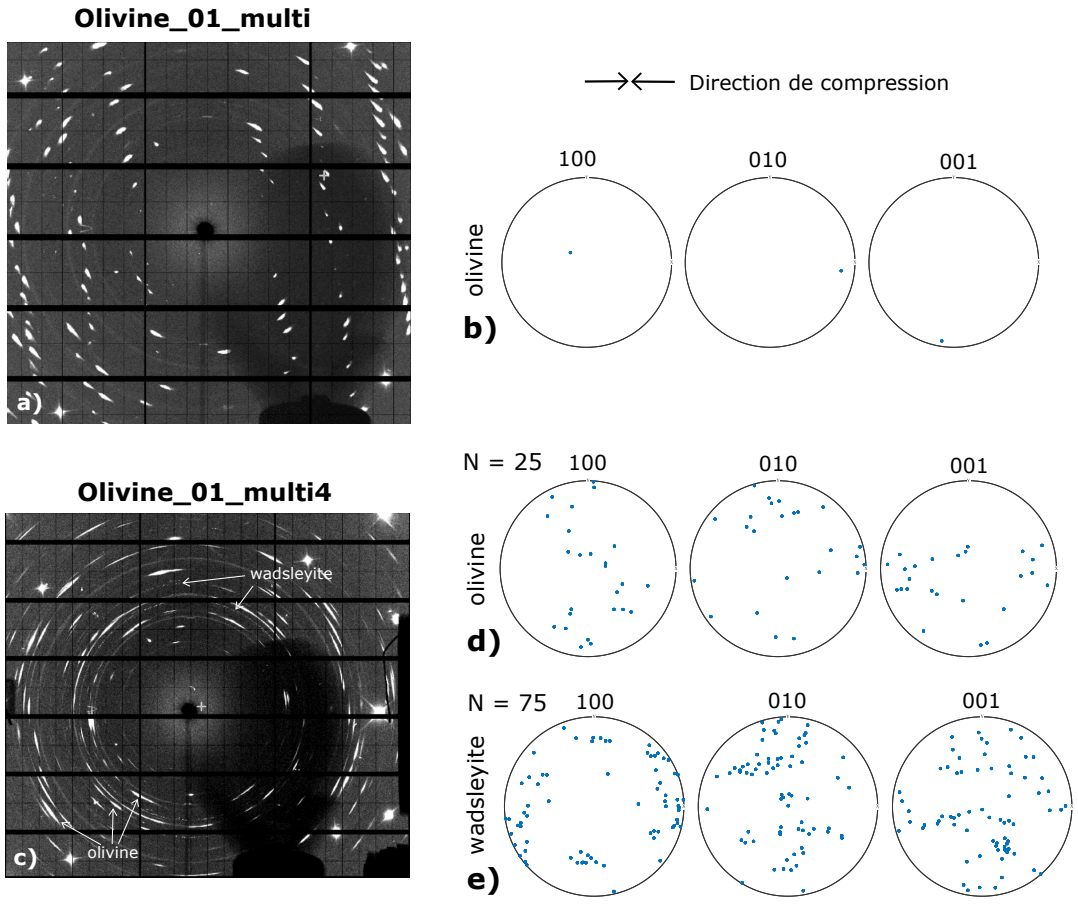

FIGURE 4.3 – Microstructures des grains dans l'échantillon au cours de la transformation. a) Image moyenne de la collection multigrain 'multi', montrant la diffraction du monocristal d'olivine de départ. b) Orientation du grain d'olivine de départ. c) Image moyenne de la collection multigrain 'multi4' montrant la diffraction de gros grains d'olivine sous contrainte et d'une multitude de petits grains de wadsleyite. d) Orientation des grains d'olivine indexés à partir de cette mesure multigrain. e) Orientation des grains de wadsleyite indexés à partir de cette mesure multigrain. N est le nombre de grains indexés.

La figure 4.3 présente deux étapes de l'expérience : le monocristal d'olivine de départ (Fig. 4.3.a, b) et l'échantillon en cours de transformation (Fig. 4.3.c, d, e). Au début de l'expérience, l'olivine est un monocristal (Fig. 4.3.a, b) d'une taille de 58,4 μm (Table 4.1). Sur le cliché de diffraction c) (Fig. 4.3) la transformation est en cours et l'olivine et la wadsleyite sont présentes dans l'échantillon. Sur ces clichés, les tâches de diffraction de l'olivine sont très intenses, ce qui indique que les grains d'olivine sont de grande taille. De plus, l'étalement des tâches de diffraction, particulièrement sur le cliché c), montre que les grains d'olivine subissent une contrainte importante. L'indexation des grains d'olivine à partir de la mesure multigrain correspondant au cliché c) (Fig. 4.3.b) indique que le monocristal d'olivine s'est divisé en 25 grains avec des orientations différentes, et une taille moyenne de 5,28 μm (Fig. 4.3.d, Table 4.1). D'après le cliché de diffraction de l'échantillon en cours de transformation (Fig. 4.3.c), les tâches de diffraction de la wadsleyite sont nombreuses et peu intenses par rapport à celles de l'olivine. Les grains de wadsleyite formés sont donc plus nombreux et de plus petite taille que les grains d'olivine reliques. En effet, l'indexation multigrain trouve 72 grains de wadsleyite avec une taille de grain moyenne de 2,86 μm (Fig. 4.3.e, Table 4.1). Les tâches de diffraction de la wadsleyite ne semblent pas avoir d'orientation préférentielle et dessinent des anneaux de diffraction bien visibles. Pourtant, la figure de pôles des orientations des grains de wadsleyite indexés montrent des clusters d'orientations (Fig. 4.3.e). En particulier, une grande partie des grains ont un axe [100] orienté à faible angle de la direction de compression.

4.3.2 Transformation dans un polycristal d'olivine

Les transformations de polycristaux d'olivine de San Carlos ont été réalisées sur les lignes synchrotron P02.2 à PETRA III et ID27 à l'ESRF. Sur ces lignes, le montage expérimental permettait d'acquérir les mesures de cristallographie multigrain en conservant la haute température.

La figure 4.4 présente les orientations des grains indexés par cristallographie multigrain tout au long de chacune des trois expériences présentées ici. Nous nous concentrons dans ce chapitre sur les microstructures produites par la transformation de phase, mais la totalité des mesures multigrain est rapportée dans cette figure pour pouvoir s'appuyer sur l'évolution de ces microstructures après la transformation. L'évolution de la

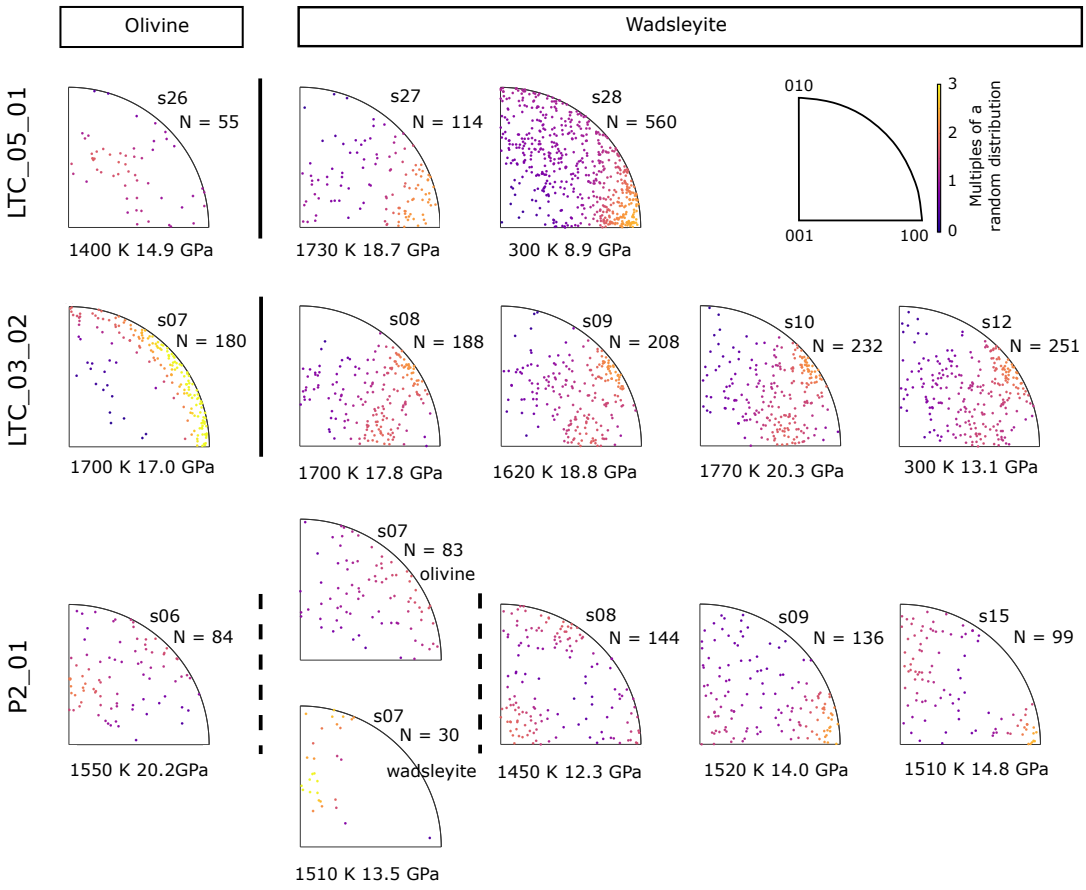

FIGURE 4.4 – Orientations des grains dans les échantillons polycristallins à différentes étapes de chacune des trois expériences de transformation LTC_05_01, LTC_03_02 et P2_01. Les orientations sont tracées dans des figures de pôles inverses de la direction de compression. L'espace élémentaire et les axes cristallographiques représentés sont indiqués dans le schéma en haut à droite. Les couleurs correspondent à la probabilité de l'orientation, exprimé en multiple d'un distribution aléatoire (m.r.d). La pression et la température subies par l'échantillon au moment de la mesure sont indiqués sous les IPF. N est le nombre de grains indexés. La mesure P2_01_s27 échantillonne le polycristal au début de la transformation, c'est à dire lorsque les premiers grains de wadsleyite sont formés. Les grains d'olivine reliques sont présentés en parallèle des grains de wadsleyite nouvellement formés.

texture dans les échantillons après la transformation sera analysée plus en détail dans le chapitre suivant.

Dans l'expérience LTC_05_01, la transformation de l'olivine en wadsleyite se fait entre 1400 K-14,9 GPa et 1730 K-18,7 GPa (Fig. 4.4). Avant la transformation (mesure s26), l'échantillon est composé de 55 grains d'olivine sans orientation préférentielle claire, et d'une taille moyenne de 4,58 μm. La première mesure acquise après la transformation (mesure s27), montre que la zone de l'échantillon qui diffracte est constituée majoritairement de wadsleyite. L'indexation donne 114 grains qui ont leur axe [100] préférentiellement alignés avec la direction de compression. La taille de grain moyenne est alors de 3,22 μm. La texture est conservée lors de la trempe en température de l'échantillon, comme le montre la mesure multigrain s28.

L'expérience LTC_03_02 témoigne d'une transformation de phase olivine-wadsleyite à 1700 K et 17,0-17,8 GPa (Fig. 4.4). La particularité de cette expérience est qu'avant la transformation, l'échantillon d'olivine montre une forte orientation préférentielle, avec l'axe [100] orienté entre 0 et 45° de la direction de compression. Le nombre de grains est aussi plus élevé que dans les deux autres expériences, avec 180 grains indexés et une taille moyenne des grains de 2,66 μm. Après la transformation, l'échantillon consiste en 188 grains de wadsleyite montrant une orientation préférentielle, quoique moins prononcée que celle de l'olivine avant la transformation. L'IPF montre une orientation préférentielle de l'axe [100] de la wadsleyite à 30 à 45° de l'axe de compression. Les mesures multigrain suivantes montrent que cette texture dans la wadsleyite est stable. La taille de grain moyenne estimée est de 2,52 μm juste après la transformation, et évolue assez peu sur la fin de l'expérience (entre 2,15 et 2,46 μm).

Dans l'expérience P2_01, la transformation se fait entre 1550 K-20,2 GPa et 1510 K-12,3 GPa. Dans cette expérience, nous avons une mesure acquise pendant la transformation, la mesure s07, lorsque l'échantillon est encore composé d'olivine et de wadsleyite. Avant la transformation, l'échantillon d'olivine est composé de 84 grains qui ne montrent pas d'orientation préférentielle. La taille de grain moyenne est alors estimée à 5,15 μm. La mesure s07 image la microstructure de l'échantillon pendant la transformation, i.e. alors que les grains de wadsleyite commencent à apparaître. Les grains d'olivine indexés dans cette mesure n'ont pas une microstructure très différente de celle des grains de la mesure précédente (s06). 83 grains d'olivine sont indexés dans s07, donc quasiment au-

tant que dans s06 et, comme dans la mesure s06, la texture ne montre pas d'orientation préférentielle. Pourtant, la taille moyenne des grains d'olivine diminue à 1,54 μm. Dans cette même mesure (s07), 30 grains de wadsleyite sont indexés. Si on ne peut pas parler de texture pour un si petit nombre de grains, la proximité de leurs orientations est claire et montre que les grains de wadsleyite nouvellement formés alignent des axes avec des directions intermédiaires entre les pôles 010 et 001 dans la direction de compression. La taille moyenne de ces grains de wadsleyite est estimée à 3,50 μm. A la fin de la transformation (mesure s08), 144 grains de wadsleyite sont mesurés par cristallographie multigrain dans l'échantillon. L'orientation préférentielle observée dans la mesure s07 a alors presque disparu. Dans les mesures suivantes, par contre, un alignement de l'axe [100] avec la direction de compression apparaît. Les grains indexés dans les mesures acquises après la transformation ont une taille moyenne estimée qui varie peu, entre 3,97 et 4,54 μm.

4.4 Microstructures de transformation à haute pression et haute température

4.4.1 Taille des grains

Différentes évolutions de la taille de grain sont observées dans nos expériences de transformation de l'olivine en wadsleyite. Dans l'expérience Olivine_01 le monocristal d'olivine se divise en plusieurs grains de taille plus petite au fur et à mesure de l'expérience. Les grains de wadsleyite formés sont de plus petite taille encore. Dans l'expérience LTC_05_01, la taille de grain moyenne dans l'échantillon est plus petite après la transformation, et diminue encore avec la trempe en température. Dans l'expérience LTC_03_02, la taille de grain moyenne ne change pas significativement tout au long de l'expérience. Dans l'expérience P2_01, on observe clairement une diminution de la taille de grain moyenne dans l'olivine lors de la transformation. La taille de grain dans la wadsleyite après la transformation reste entre 3,50 et 4,50 μm jusqu'à la fin de l'expérience.

Deux tendances sont donc observées : i) dans les expériences Olivine_01, LTC_05_01 et P2_01, la taille de grain moyenne dans l'échantillon diminue lors de la transformation

de phase ; alors que ii) dans l'expérience LTC_03_02 la taille de grain reste stable tout au long de l'expérience.

La différence entre ces deux tendances pourrait venir de la taille de grain déjà réduite (2,66 μm) dans l'olivine de départ de l'expérience LTC_03_02. En général, dans nos expériences, la taille de grain moyenne de la wadsleyite après la transformation reste au-dessus de 2,15 μm. On ne voit donc pas de diminution de la taille de grain dans l'expérience LTC_03_02 puisque les grains d'olivine avant la transformation ont déjà la taille des grains de wadsleyite après la transformation. Cette différence de taille de grain de départ dans les différentes expériences peut être une conséquence directe de la taille de grain hétérogène du matériaux de départ (2.1.3). Cela pourrait aussi venir d'une recristallisation de l'olivine à haute température (1700 K) pour restaurer les grains mis sous contrainte par la compression dans la CED. En effet, dans les expériences LTC_05_01 et P2_01 la température dans l'olivine avant la transformation est moins élevée (1400-1550 K), et ne permet peut-être pas (ou moins) cette recristallisation.

L'évolution de la taille de grain dans les expériences Olivine_01, LTC_05_01 et P2_01 est illustrée plus en détail par l'exemple de l'expérience P2_01 dans la figure 4.5. Dans cet échantillon, la taille de grain varie de 2,9 à 13,3 μm dans l'olivine avant la transformation. Pendant la transformation, la taille de grain dans l'olivine diminue fortement : les grains de plus de 3,8 μm disparaissent, et des grains de très petites tailles, jusqu'à 0,8 μm, sont observés. Les grains de wadsleyite formés par la transformation mesurent entre 1,8 et 5,7 μm, avec un maximum de distribution (MD) autour de 3,5 μm. Dans la suite de l'expérience, la gamme de taille de grain varie peu, restant comprise entre 1 et 12 μm, mais la distribution de la taille de grain s'étale.

La taille de grains dans nos expériences est donc vraiment très fine. Le rayon équivalent moyen estimé dans chacune de nos expériences (hormis dans le monocristal d'olivine de départ de Olivine_01) est largement en-dessous de 10 μm (4.1), et même dans le monocristal d'olivine, sous haute pression et haute température la taille de grains est réduite à 5,28 μm.

4.4.2 Orientation préférentielle

Dans les expériences LTC_05_01 et LTC_03_02, une texture montrant l'axe [100] orienté dans, ou à 30 à 40° de, l'axe de compression est observé juste après la transfor-

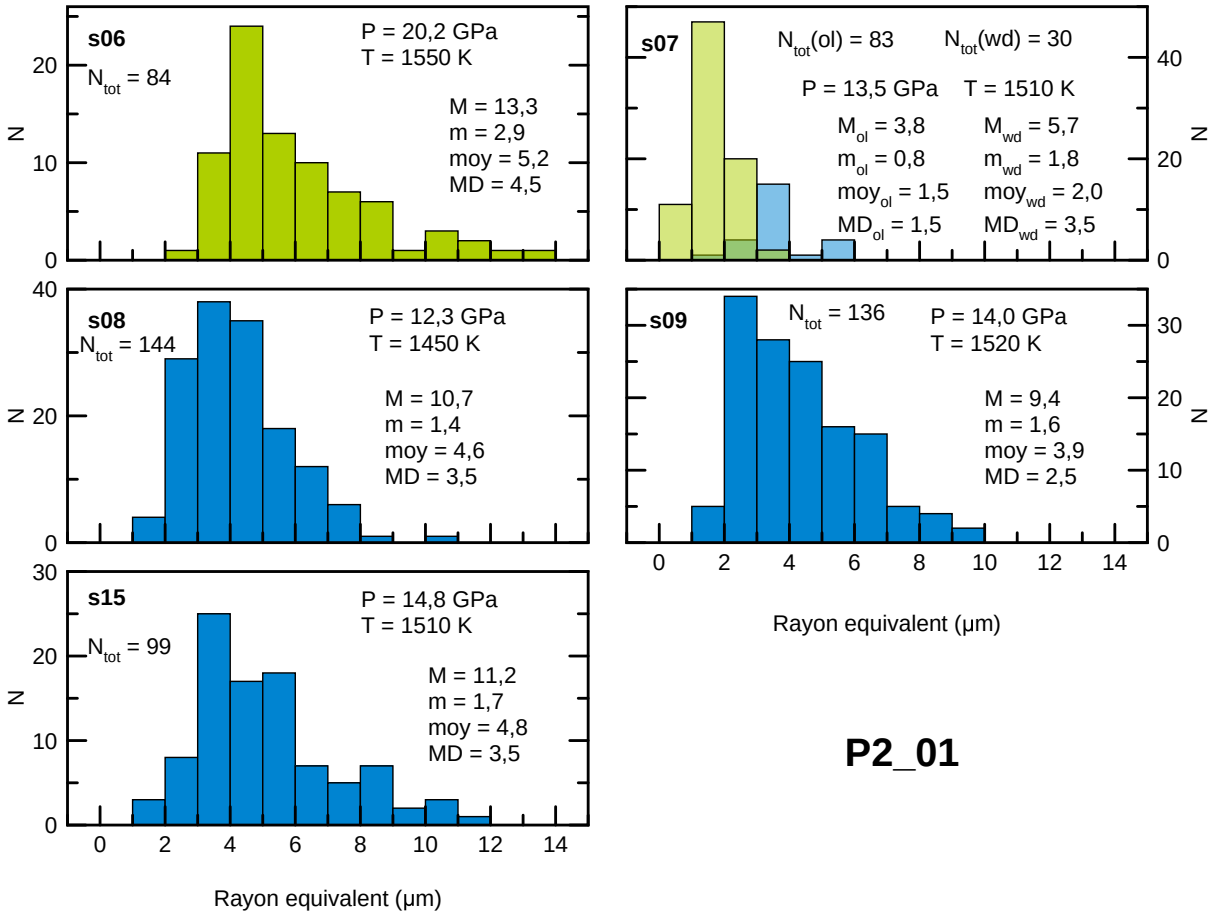

FIGURE 4.5 – Taille des grains dans les échantillons de l'expérience P2_01. Les tailles de grains sont exprimés en rayon équivalent, c'est à dire le rayon qu'aurait le grain s'il était une sphère. N est le nombre de grains dans la classe de taille de grain. Les barres en vert sont les tailles de grain dans l'olivine et celles en bleu dans la wadsleyite. M, m, moy, MD sont le maximum de la taille de grain, le minimum de la taille de grain, la moyenne de taille de grain et le maximum de distribution de la taille de grain dans l'échantillon, respectivement.

mation de l'olivine en wadsleyite. Cette orientation préférentielle n'est pas observée directement après la transformation dans l'échantillon P2_01, mais apparaît à plus haute pression. Une orientation préférentielle intermédiaire est cependant observée pendant la transformation, puis disparaît dans les mesures suivantes. Dans les trois expériences, la texture est conservée à plus haute pression. Dans le monocristal d'olivine, le faible nombre de grains ne nous permet de pas voir une orientation préférentielle claire, mais un grand nombre de ces grains de wadsleyite ont leur axe [100] orienté dans la direction de compression.

Ainsi, la transformation de l'olivine en wadsleyite semble se caractériser par l'orientation de l'axe [100] des grains de wadsleyite dans la direction de compression ou à 30 à 40° de la direction de compression, bien que l'expérience P2_01 montre que cette orientation préférentielle peut se manifester plus tard dans l'expérience.

Pour aller plus loin dans la description des microstructures, il serait intéressant de reprendre les échantillons transformés et de les observer en microscopie électronique pour caractériser les relations spatiales entre les deux phases. Cela pourrait faire l'objet d'une prochaine étude.

4.5 Analyse du mécanisme de transformation de l'olivine en wadsleyite à partir de l'orientation préférentielle

La transformation cohérente de l'olivine en wadsleyite implique que les cristaux de wadsleyite-fille nucléent avec une relation cristallographique spécifique par rapport à l'olivine-mère. Smyth et al. (2012) rapportent deux relations topotactiques observées au MET dans le produit de transformation de l'olivine en wadsleyite. Dans un cas, ils voient les plans (100) de l'olivine parallèles aux plans (101) de la wadsleyite et les axes [001] de l'olivine parallèles aux axes [010] de la wadsleyite. Dans le deuxième cas, ils voient les plans {021} de la wadsleyite parallèles aux plans (100) de l'olivine et les axes [100] de la wadsleyite parallèles aux axes [001] de l'olivine.

Pour tester si les cristaux de wadsleyite-fille dans nos échantillons pourraient être issus d'une transformation cohérente, nous avons simulé cette transformation cohérente à partir des grains d'olivine mesurés par cristallographie multigrain juste avant la transformation. Nous avons appliqué à ces grains les deux relations topotactiques rapportées

par Smyth et al. (2012) pour la transformation olivine-wadsleyite : $[001]_{ol}$ // $[010]_{wd}$ et $(100)_{ol}$ // $(101)_{wd}$ (fig. 4.6.b, .f), et $[001]_{ol}$ // $[100]_{wd}$ et $(100)_{ol}$ // $(021)_{wd}$ (fig. 4.6.d, .h).

La figure 4.6 présente ces simulations pour les expériences LTC_05_01 et LTC_03_02. Pour chacune de ces expériences, les deux relations topotactiques sont testées pour calculer l'orientation des grains de wadsleyite-fille qui devraient être produits par la transformation cohérente.

Dans le cas de LTC_05_01, l'échantillon d'olivine ne présente pas d'orientation préférentielle avant la transformation (Fig. 4.6.a). Ainsi, quelque soit la relation d'orientation utilisée pour la simulation, les grains de wadsleyite-fille simulés ne montrent pas non plus d'orientation préférentielle (Fig. 4.6.b,d). Ces transformations topotactiques ne permettent donc pas de reproduire les orientations des grains de wadsleyite de nos échantillons transformés expérimentalement, dans lesquels nous voyons une orientation préférentielle de l'axe [100] de la wadsleyite parallèle à l'axe de compression (Fig. 4.6.c).

Dans le cas de l'expérience LTC_03_02, l'échantillon d'olivine montre clairement une orientation préférentielle avant la transformation (Fig. 4.6.e). Les transformations cohérentes simulées donnent donc des grains de wadsleyite avec une orientation préférentielle. L'orientation de la direction de compression par rapport au réseau cristallin des grains de wadsleyite produits par la relation $[001]_{ol}$ // $[010]_{wd}$ et $(100)_{ol}$ // $(101)_{wd}$, forme une guirlande qui s'étend du pôle 010 de l'IPF à une orientation moyenne entre les pôles 001 et 100 (fig. 4.6.f). Dans le cas de la relation $[001]_{ol}$ // $[100]_{wd}$ et $(100)_{ol}$ // $(021)_{wd}$, l'orientation de la direction de compression est distribuée le long d'une guirlande entre le pôle 100 et une orientation proche de 001 (Fig. 4.6.h). Pourtant, aucune de ces transformations ne permet d'expliquer la texture post-transformation expérimentale dans la wadsleyite, qui montre un maximum de l'IPF à 30 à 40° du pôle 100 (Fig. 4.6.g).

Le cas de l'expérience P2_01 est plus compliqué. En effet, aucune texture n'est visible dans l'olivine avant la transformation (mesure s06) ni dans l'olivine relique qui côtoie les premiers grains de wadsleyite (s07). Comme vu dans l'expérience LTC_05_01 (Fig. 4.6.e,f,h), sans orientation préférentielle dans l'olivine avant la transformation, une transformation cohérente devrait donner des grains de wadsleyite sans orientation préférentielle. Pourtant, les grains de wadsleyite indexés dans la mesure s07 montrent une orientation préférentielle avec des axes intermédiaires aux pôles 010 et 001 dans

la direction de compression. Dans cette expérience, la transformation n'est donc pas cohérente. Pour expliquer l'apparente orientation préférentielle des grains de wadsleyite au début de la transformation, on pourrait proposer une croissance orientée des grains de wadsleyite à cause de la compression dans la CED.

L'observation des microstructures dans nos expériences écarte donc le mécanisme cohérent pour la transformation olivine-wadsleyite dans nos échantillons, qu'ils soient monocristallins ou polycristallins. En fait, les premiers stades de la transformation pourraient avoir une composante cohérente, comme proposé dans la littérature, mais cette composante ne semblerait pas être majoritaire. De plus, elle serrait assez rapidement supplantée par la composante incohérente de la transformation pour qu'on ne l'observe pas dans nos mesures. Cette possible composante cohérente n'aurait donc pas d'influence sur les microstructures du polycristal de wadsleyite obtenu.

Ainsi, la texture dans la wadsleyite obtenue après la transformation est dominée par une orientation préférentielle qui n'est pas le produit de la transformation de phase. Ce résultat indique donc que la transformation de l'olivine en wadsleyite à des conditions de pression et température compatibles avec la discontinuité sismique à 410 km de profondeur se fait via un mécanisme de transformation incohérent. Le mécanisme de transformation dominant serait donc la nucléation de nouveaux grains de wadsleyite aux joints de grains de l'olivine-parent. L'orientation préférentielle observée dans la wadsleyite serait alors le résultat soit d'une croissance orientée des grains, soit d'une déformation plastique de la wadsleyite à haute pression et haute température.

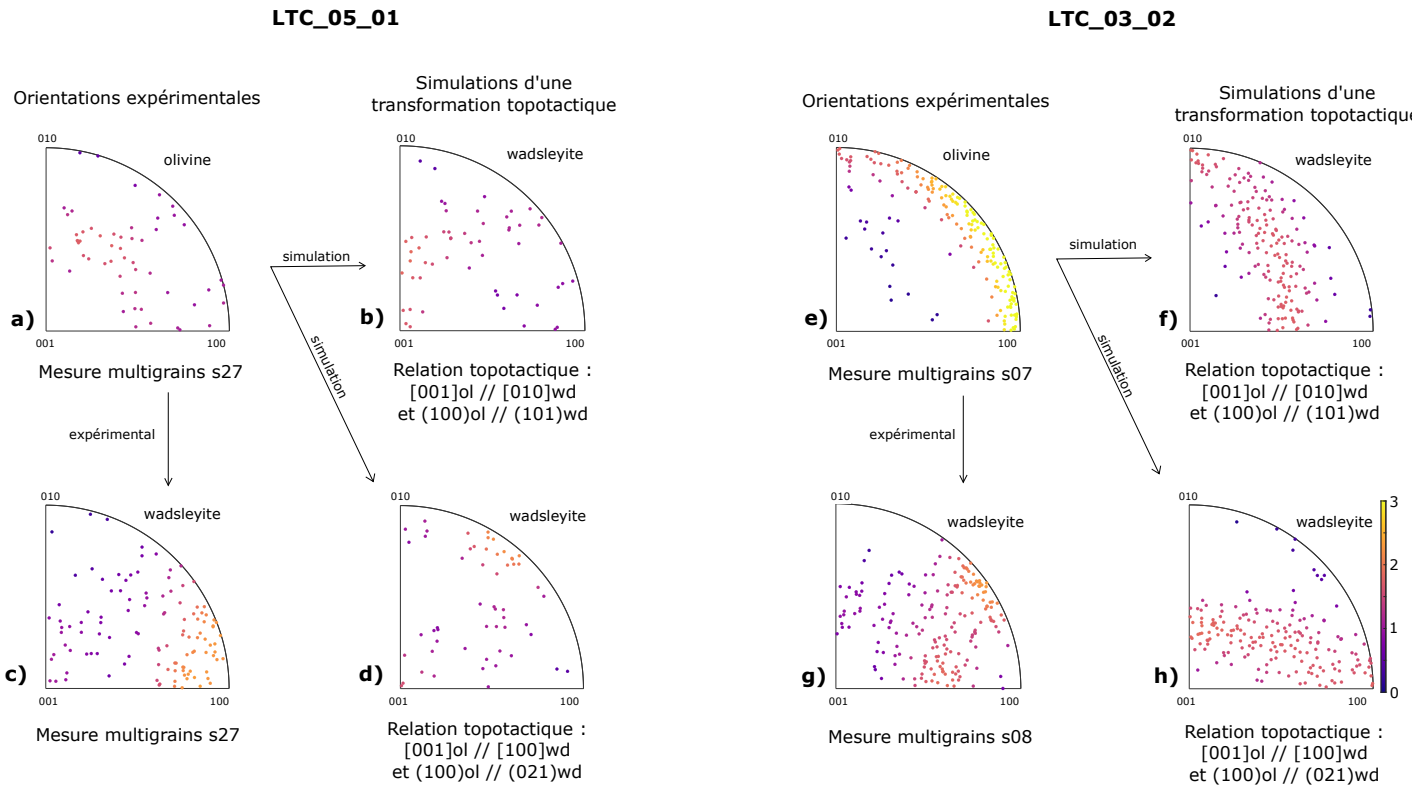

FIGURE 4.6 – Simulation d'une transformation cohérente et comparaison avec les orientation des grains de wadsleyite obtenu après la transformation expérimentale. La simulation calcule l'orientation qu'aurait un grain de wadsleyite si il était le produit de la transformation topotactique d'un des grains d'olivine observés dans notre échantillon avant la transformation. Les deux relations topotactiques rapportées par SMYTH et al. (2012) sont testées. Deux exemples de simulations sont présenté ici, i) le cas où l'olivine ne montre pas d'orientation préférentielle avant la transformation, c'est le cas dans les expériences LTC_05_01 et P2_01, et ii) le cas où l'olivine possède une orientation préférentielle avant la transformation, c'est le cas dans les expériences LTC_03_02 et Olivine_01. Les orientations sont représentées dans des figures de pôles inverses de la direction de compression. La couleur des marqueurs correspond à la probabilité de l'orientation, qui est exprimé en multiple d'une distribution aléatoire (m.r.d pour multiple of a random distribution).

4.6 Effet de la taille de grain sur le style de transformation

L'étude de Kerschhofer, Sharp et Rubie (1996) montre que la taille de grain affecte le mécanisme de transformation de l'olivine en wadsleyite.

En effet, en analysant en microscopie électronique le résultat de la transformation d'échantillons composés d'un grand cristal d'olivine dans une matrice de petits cristaux d'olivine, ils observent de la nucléation aux joints de grains et de la nucléation intracristalline de la wadsleyite. La nucléation aux joints de grain est observée pour la matrice d'olivine à grains fins (10-20 μm) mais aussi pour les cristaux larges de 500 μm de côté. Dans ces cristaux plus larges (500 μm de côté), la nucléation aux joints de grains produit une couronne de réaction autour du grain. La nucléation intracristalline est rapportée spécifiquement dans les cristaux de grande taille (ceux de 500 μm de côté) où des lamelles de wadsleyite sont observées dans le cristal d'olivine, alignées spécifiquement le long des plans (101) de l'olivine. Cependant, aucune relation cristallographique entre l'olivine-mère et la wadsleyite-fille n'est observée. Ainsi, si cette transformation (incohérente) ne produit pas d'orientation préférentielle du réseau cristallin, elle pourrait toutefois produire une orientation préférentielle de la forme des grains.

Dans nos expériences, la taille de grain reste sous la vingtaine de microns. Même le monocristal d'olivine de l'expérience Olivine_01 est subdivisé en grains plus petits lors de la montée en pression, et les grains de l'échantillon atteignent une taille moyenne de 5,28 μm de rayon équivalent pendant la transformation. La nucléation aux joints de grain devrait donc être le mécanisme de transformation dominant dans nos échantillons.

4.7 Implications pour le manteau

L'olivine et la wadsleyite sont les composants majeurs du manteau supérieur et de la MTZ, respectivement. Les microstructures dans ces deux phases influent donc grandement sur les propriétés mécaniques de ces régions du manteau. L'alignement des cristaux d'olivine dans la direction d'écoulement dans le manteau supérieur est maintenant largement accepté, et produit une orientation préférentielle de l'olivine. Cette orientation préférentielle peut se propager jusqu'à la discontinuité à 410 km de profondeur. La nature de la transformation de l'olivine en wadsleyite pourrait permettre

de transmettre une orientation préférentielle, liée à celle de l'olivine-mère, à la wadsleyite formée à 410 km de profondeur et donc impacter la microstructure de la MTZ. Nos résultats montrent au contraire que la transformation est de nature incohérente à des pressions de 12,3 à 20,2 GPa, des températures de 1450 à 1770 K, et des tailles de grains de l'ordre du micromètre ou de la dizaine de micromètres, que ce soit dans des polycristaux ou dans un monocristal.

Ainsi, la transformation de l'olivine en wadsleyite à des pressions et températures représentatives du manteau autour de 410 km de profondeur remet à zéro la microstructure dans la wadsleyite nouvellement formée. La nucléation de la wadsleyite est incohérente et se produit sûrement aux joints de grains de l'olivine. La réaction ne produit donc ni orientation préférentielle du réseau cristallin de la wadsleyite ni orientation préférentielle de forme des grains de wadsleyite. En passant la discontinuité à 410 km de profondeur, les roches du manteau perdent donc l'orientation préférentielle de leur composant majeur. Ce résultat est en bon accord avec les observations sismiques qui rapportent une diminution significative de l'anisotropie sismique dans la MTZ par rapport au manteau supérieur (e.g. Fischer et Wiens (1996), Panning et Romanowicz (2006), Foley et Long (2011), Yuan et Beghein (2013) et Huang et al. (2019)).

Finalement, après une transformation incohérente de l'olivine en wadsleyite dans le manteau, la wadsleyite nouvellement formée ne devrait pas avoir d'orientation préférentielle, et donc les roches de la MTZ ne devraient pas produire d'anisotropie sismique. Certaines études de sismologie mesurent pourtant de l'anisotropie dans la MTZ, à l'échelle globale (Panning et Romanowicz, 2006 ; Yuan et Beghein, 2013) ou localisée dans les zones de subduction (Foley et Long, 2011 ; Huang et al., 2019). Cette anisotropie sismique ne peut donc être produite que par de la déformation plastique dans les minéraux de la MTZ.

4.8 Conclusion du chapitre

Nous avons réalisé plusieurs expériences de transformation de phase dans une olivine de composition mantellique (San Carlos), à des pressions et températures pertinentes pour la discontinuité à 410 km de profondeur, où se produit cette transformation à l'état naturel. L'évolution des microstructures (orientation préférentielle et taille de

grains) a été suivie in-situ, à haute pression et haute température (excepté pour une des expériences), par cristallographie multigrain. La transformation a été testée dans un monocristal et dans des polycristaux.

Nos résultats permettent d'affirmer le caractère incohérent de la transformation de l'olivine en wadsleyite, à ces conditions.

Dans nos échantillons, la wadsleyite après la transformation de phase est constituée de nombreux grains de petite taille, entre 2,15 et 3,50 μm. Ces grains ont généralement une orientation préférentielle avec l'axe [100] dans la direction de compression ou à 3040° de la direction de compression. Cependant, les simulations de transformations cohérentes montrent que cette orientation préférentielle n'est pas le résultat de la transformation. Cette orientation préférentielle pourrait alors venir d'une déformation plastique de la wadsleyite.

L'hypothèse de la déformation plastique dans la wadsleyite comme source de l'orientation préférentielle dans nos expériences est supportée par la stabilité de la texture à des taux de déformation plus élevés. Cette possibilité mérite d'être étudiée plus en profondeur et c'est ce que nous ferons dans le chapitre suivant.

La transformation incohérente a pour conséquence de ne pas conserver l'orientation préférentielle de l'olivine du manteau supérieur lors de la transformation. Cette remise à zéro de l'orientation préférentielle après la transformation implique une absence d'anisotropie sismique dans la wadsleyite nouvellement formée. Une diminution de l'anisotropie sismique en dessous de la discontinuité à 410 km de profondeur dans le manteau est en effet observée par les études sismiques. Nos résultats indiquent donc que l'anisotropie sismique mesurée dans la MTZ ne peut donc être due qu'à une déformation plastique dans la wadsleyite.

Chapitre 5

La déformation par glissement des dislocations dans la wadsleyite

5.1 Problématique

La wadsleyite est le composant majeur (60% du volume, Ringwood (1991)) du manteau entre 410 et 520 km de profondeur, c'est à dire dans la partie supérieure de la zone de transition du manteau (MTZ, pour mantle transition zone). Elle est issue de la transformation polymorphique de l'olivine à haute pression, qui est responsable de la discontinuité sismique observée à 410 km de profondeur. Les propriétés mécaniques de la MTZ seront donc majoritairement contrôlées par celles de la wadsleyite.

La MTZ est une couche importante du manteau car c'est une zone 'tampon' entre les manteaux supérieur et inférieur. En effet, alors que dans les manteaux supérieur et inférieur la minéralogie reste plus ou moins la même, plusieurs changements de minéralogie s'opèrent sur les quelques 250 km d'épaisseur de la MTZ : d'abord la transformation de l'olivine en wadsleyite à 410 km de profondeur, puis la dissociation des pyroxènes en grenat entre 410 et 520 km de profondeur, la transformation de la wadsleyite en ringwoodite à 520 km de profondeur et enfin, la dissociation de la ringwoodite en bridgmanite et ferropericlase à 660 km de profondeur, marquant la fin de la MTZ (Ringwood, 1991). Du point de vue géodynamique, la MTZ pourrait être soit une couche à franchir pour le matériel en convection dans un modèle de convection à une couche, soit une barrière qui sépare deux systèmes de convection indépendants (Tackley, 2000), et son influence sur les matériaux en convection est très bien imagée par la stagnation de certaines plaques lithosphériques plongeantes à 660 km de profondeur (e.g. van der Hilst, Widiyantoro et Engdahl (1997) et Fukao, Widiyantoro et Obayashi

(2001)). Il est donc essentiel de mieux comprendre les propriétés de la MTZ, notamment sa plasticité, pour pouvoir compléter les modèles géodynamiques et comprendre la convection dans le manteau.

La MTZ pourrait aussi jouer un rôle crucial dans le cycle de l'eau à l'intérieur de la Terre. La wadsleyite est en effet capable de stocker une grande quantité d'eau, jusqu'à 3% poids (Ohtani, 2005), dans son réseau cristallin. C'est pourquoi la MTZ pourrait être un réservoir d'eau dans le manteau, stockant l'eau apportée en profondeur par les panneaux de lithosphère en subduction. De plus, la chimie de certains magmas implique que leur source, profonde, soit riche en eau (Xia et al., 2016). Avec ses minéraux potentiellement hydratés, la MTZ est alors un bon candidat pour être la source de ces magmas. La question de la teneur en eau dans la MTZ est encore débattue, certaines études supportant une MTZ pauvre en eau (Yoshino et al., 2008 ; Huang, Xu et Karato, 2005 ; Houser, 2016) alors que d'autres appuient une MTZ hydratée (Pearson et al., 2015 ; Fei et al., 2017), au moins localement. Cependant, la présence d'eau dans le réseau cristallin peut avoir une influence importante sur le glissement des dislocations, comme c'est le cas dans l'olivine (Jung et al., 2006) où un changement de teneur en eau produit un changement de système de glissement dominant, et donc une texture différente. Si c'est le cas aussi dans la wadsleyite, et que ce changement est assez important pour être mesuré par la sismologie, il pourrait être un indicateur de l'hydratation de la MTZ.

En effet, la wadsleyite est un minéral anisotrope et donc une source potentielle d'anisotropie sismique dans la MTZ, comme l'est l'olivine dans le manteau supérieur (Mainprice, Barruol et Ismaïl, 2000). L'existence d'anisotropie dans la MTZ est controversée (voir section 1.1.3) : certaines études de sismologie supportent une MTZ très peu anisotrope (Fischer et Wiens, 1996) alors que d'autres mesurent une anisotropie sismique dans la MTZ significative à l'échelle globale (Panning et Romanowicz, 2006 ; Yuan et Beghein, 2013), ou limitée aux zones de subduction (Huang et al., 2019 ; Chen et Brudzinski, 2003 ; Foley et Long, 2011). La déformation plastique de la wadsleyite comme source de cette anisotropie dans la MTZ a déjà été proposée et plusieurs études ont été mises en oeuvre pour comprendre la déformation plastique de la wadsleyite (Thurel et Cordier, 2003 ; Thurel et al., 2003 ; Thurel, Douin et Cordier, 2003 ; Tommasi et al., 2004 ; Demouchy et al., 2011 ; Kawazoe et al.,

2013 ; Ohuchi et al., 2014 ; Farla et al., 2015). A travers ces études, de nombreuses informations ont été amassées, particulièrement les systèmes de glissement des dislocations possibles dans la wadsleyite (Thurel et Cordier (2003), Thurel et al. (2003), Thurel, Douin et Cordier (2003), Ohuchi et al. (2014), Farla et al. (2015) et Demouchy et al. (2011) ; voir la figure 1.10 pour une synthèse) et les microstructures observées expérimentalement à différentes conditions de pression, température, teneur en eau et contraintes (Ohuchi et al., 2014 ; Kawazoe et al., 2013 ; Demouchy et al., 2011). Cependant le lien entre orientation préférentielle dans la wadsleyite et systèmes de glissement actifs, qui n'avait été que suggéré par l'observation en microscopie de dislocations en configuration de glissement, reste encore peu clair.

Dans ce chapitre, nous proposons une nouvelle série d'expériences de déformation en compression de wadsleyite polycristalline en cellules à enclumes de diamant (CED) couplées à un chauffage laser sur ligne synchrotron. Ce montage expérimental nous permet d'utiliser la technique récente de la cristallographie multigrain (voir section 2.2.3) pour caractériser in-situ la microstructure de l'échantillon pendant la déformation, à haute pression (12,3-20,3 GPa) et haute température (1450-1770 K). En nous appuyant sur les données de la littérature et des simulations VPSC (pour visco-plastic self-consistent), nous interprétons nos textures expérimentales, mais aussi celles d'études antérieures, en termes de systèmes de glissement des dislocations. L'ensemble de ces données expérimentales montrent que la texture dans la wadsleyite, et donc l'activité des systèmes de glissement, dépend i) des conditions de déformation, plus particulièrement de la température, et ii) de la teneur en eau dans la wadsleyite. Finalement, je présente une carte de déformation de la wadsleyite en fonction de la température et de la teneur en eau et discute de son implication pour les observations sismiques dans la MTZ.

5.2 Matériaux et méthodes

Nous utilisons dans ce chapitre les expériences de déformation dans les polycristaux de wadsleyite déjà présentées dans le chapitre précédent, en nous concentrant cette fois sur la partie post-transformation de l'expérience. Ainsi, les matériaux et les techniques de diffraction utilisés sont présentés en détail dans la section 4.2.2. Ici, nous rappelons brièvement les caractéristiques de nos matériaux et méthodes.

5.2.1 Déformation haute pression et haute température

Le matériel de départ est un polycristal d'olivine préparé par frittage en piston-cylindre d'une poudre d'olivine de San Carlos, comme décrit plus précisément dans la section 2.1.3. Les grains dans ce polycristal ont une taille de 1–50 μm et ne présentent pas d'orientation préférentielle. L'analyse par FTIR de la teneur en eau des cristaux d'olivine dans cet échantillon montre qu'il contient moins de 3 ppm d'eau. Les échantillons sont préparés pour la CED comme indiqué dans la section 2.1.3 et transformés en wadsleyite directement sur la ligne synchrotron (voir chapitre précédent).

Les échantillons sont ensuite déformés à haute pression et haute température en cellule à enclumes de diamants chauffée par des lasers. Le suivi in-situ de la déformation des échantillons est réalisé sur lignes synchrotron (P02.2 à PETRA III et ID27 à l'ESRF ; voir section 4.2.1 pour les détails expérimentaux) avec la technique de la cristallographie multigrain. La température dans l'échantillon au cours de l'expérience est mesurée par spectro-radiométrie et la pression est extraite des paramètres de maille de la wadsleyite mesurée dans les clichés de diffraction (voir sections 4.2.2 et 2.2.2).

Les conditions de pression et température mesurées tout au long des expériences sont indiquées dans le tableau 5.1 et les chemins pression-température suivis par les échantillons sont présentés dans la figure 4.2.

Expérience	numéro de la mesure multigrains	P (GPa)	T (K)	nombre de tâches de diffraction	nombre de grains	gve/grains	gve indexés
LTC_05_01	s27	18,7	1730	9 590	114	39,0	46,4%
(ESRF)	s28	8,9	300	37 784	560	45,8	67,9%
LTC_03_02	s08	18.8	1700	14 705	188	49,4	63,2%
	s09	18,8	1620	15 897	208	49,0	64,1%
(ESRF)	s10	20,3	1770	17 615	232	49,1	64,7%
	s12	13.1	300	19 739	251	50,1	63,8%
P2_01	s08	12,3	1450	8 959	144	47,4	76,2%
(PETRA III)	s09	14,0	1520	10 082	136	52,7	71,1%
	s15	14,8	1510	8 311	99	50,3	60,0%

TABLE 5.1 – Tableau des conditions expérimentales de déformation de la wadsleyite en cellules à enclumes de diamant. Trois expériences sont présentées, LTC_05_01, LTC_03_02 et P2_01. Pour chacune, la pression et la température associées aux différentes mesures multigrain ainsi que les résultats de l'indexation sont indiquées. Le nombre de tâches de diffraction indiqué correspond aux tâches de diffraction assignées à la wadsleyite. Le nombre de grains indiqué correspond au nombre de grains de wadsleyite indexés à partir de la mesure multigrain. 'gve/grain' représente le nombre moyen de tâches de diffraction indexées à un même grain. 'gve indexés' est le pourcentage des tâches de diffraction assignées à la wadsleyite qui ont été indexées à des grains.

5.2.2 Caractérisation in-situ de la microstructure

L'évolution de l'échantillon pendant la déformation est suivie in-situ par cristallographie multigrain. Cette méthode est présentée plus en détail dans la section 2.2.3. Nous la résumerons ici à l'acquisition de clichés de diffraction 2D à différents angles de rotation de la CED dans le but i) de séparer le signal de diffraction de poudre et le bruit de fond du signal de diffraction des grains individuels de l'échantillon, et ii) de mesurer des tâches de diffraction de ces grains individuels en 3D pour pouvoir remonter à leur orientation cristalline. A la fin du traitement, nous obtenons une liste des grains indexés et leur orientation. Ces orientations sont ensuite représentées dans des figures de pôles (PF) et figures de pôles inverses (IPF) avec le logiciel MTEX dans MATLAB (Bachmann, Hielscher et Schaeben, 2010 ; Mainprice et al., 2015).

5.2.3 Modélisation numérique de la déformation plastique

Pour simuler l'effet du glissement des dislocations dans un polycristal et interpréter nos textures expérimentales, nous utilisons la modélisation VPSC, comme décrit dans la section 2.4.

La première étape de la modélisation consiste à construire les modèles de glissement des dislocations dans la wadsleyite, c'est à dire déterminer quels systèmes de glissement sont actifs et en quelles proportions. La contrainte minimum nécessaire pour déclencher un système de glissement dans le cristal est appelée CRSS (pour critical resolved shear stress). Dans un monocristal, la contrainte projetée peut être calculée pour chacun des systèmes de glissement à partir de l'orientation du plan de glissement par rapport à la direction de la contrainte maximale. Le ou les systèmes de glissement qui verront une contrainte projetées dépassant leur valeur CRSS seront activés. Dans un polycristal, il faut tenir compte des orientations de chaque grain. Ainsi, pour associer un CRSS à chacun des systèmes de glissement que nous considérons dans la wadsleyite, nous avons testé différentes combinaisons de CRSS, par modélisation VPSC, pour les systèmes de glissement considérés. Le modèle de glissement (i.e. la combinaison de CRSS pour les systèmes de glissement considérés) est évalué par comparaison avec les textures observées expérimentalement dans nos expériences et dans la littérature (voir section 5.4). Le modèle qui permet de reproduire le plus fidèlement la texture expérimentale est choisi.

Les CRSS déterminés ainsi sont des valeurs relatives et peu précises, mais suffisent pour la simulation de textures. Les modèles retenus sont décrits dans le tableau 5.2.

Modèle	Système de glissement	⟨111⟩{101}	[100](010)	[100](001)	[100]{011}	[100]{021}	[001](010)
Modèle A*	CRSS	50	10	10	10	10	1000
	Activité (%)	54	6	10	16	14	0
Modèle B	CRSS	50	100	100	100	100	10
	Activité (%)	52	2	6	8	5	27
Modèle C	CRSS	50	1000	1000	1000	1000	10
	Activité (%)	80	0	0	0	0	20
Modèle D*	CRSS	10	30	1000	1000	1000	1000
	Activité (%)	100	0	0	0	0	0
Modèle E*	CRSS	1000	10	10	10	10	50
	Activité (%)	15	8	10	18	17	32

TABLE 5.2 – Récapitulatif des CRSS utilisés pour chacun des systèmes de glissement dans les différents modèles, et les activités correspondantes observées lors de simulations d'une déformation en cisaillement de γ=1. Le symbole * indique les modèles déjà proposés dans la littérature : le modèle A a été proposé par TOMMASI et al. (2004) (leur modèle 2), le modèle D par TOMMASI et al. (2004) (leur modèle 4) et par (CASTELNAU et al., 2020) et le modèle E par DEMOUCHY et al. (2011) avec des CRSS légèrement différents.

A partir de ces modèles, nous pouvons simuler la texture d'un polycristal de wadsleyite en cisaillement et en compression. Le matériau virtuel de départ est un polycristal composé de 5000 grains sans orientation préférentielle. Nous imposons des incréments de déformation de γ=0,05 avec une vitesse de déformation de 1.10^{-5}/s, pour une déformation finale de γ=0,5 en compression et γ=1 en cisaillement. La forme des grains est libre d'évoluer pendant la déformation. Nous utilisons l'approche Fully-Optimize Second-Order (Ponte Castañeda, 2015b) pour calculer le comportement des grains. Les systèmes de glissement des dislocations dans la wadsleyite que nous considérons sont $\langle 111 \rangle \{101\}$, [100](010), [100](001), [100]{011}, [100]{021} et [001](010).

A la fin du calcul, le programme nous donne la liste des orientations de tous les grains de l'échantillon ainsi que l'activité des systèmes de glissement tout au long de la déformation. A partir de l'orientation finale des grains nous calculons une fonction de distribution des orientations (ODF) qui est ensuite tracée dans des figures de pôles avec le logiciel MTEX dans MATLAB (Bachmann, Hielscher et Schaeben, 2010 ; Mainprice et al., 2015).

La vitesse des ondes sismiques dans un polycristal peut être calculée à partir de l'élasticité des cristaux individuels, donnée par les constantes élastiques de la phase cristalline, et l'orientation préférentielle de ces cristaux dans l'agrégat. Ainsi, à partir de l'ODF calculée précédemment et des constantes élastiques de la wadsleyite, nous pouvons simuler via le logiciel MTEX le signal sismique qui traverserait le polycristal. Les figures d'anisotropie sismique que nous présenterons pour la wadsleyite sont calculées à partir de la texture en cisaillement du polycristal (γ=1) et des constantes élastiques de la wadsleyite à haute pression et haute température. Ces constantes élastiques ont été déterminées expérimentalement pour un polycristal de wadsleyite par spectroscopie Brillouin à des pressions jusqu'à 1,6 GPa et des températures jusqu'à 700 K par W. Zhou, doctorante avec J. Zhang à l'Université du Nouveau Mexique, rencontrée lors de l'AGU en ligne de 2020. A partir de ces données expérimentales, les auteurs ont extrapolé les constantes élastiques pour la wadsleyite à 15 GPa et 1500 K, 1800 K ou 1900 K (Table 5.3 ; Zhou et al. (2020)). Les constantes élastiques proposées par W. Zhou sont assez différentes des constantes élastiques basées sur des calculs (e.g. Núñez-Valdez et al. (2013)). Cette différence a été expliquée par l'effet du fer et de l'eau contenus dans la wadsleyite de composition mantellique considérée par W. Zhou (Zhou et al., 2021).

Pour l'olivine, nous re-calculons les constantes élastiques à partir de l'équation donnée par Zhang, Bass et Schmandt (2018) (Table 5.3). Des calculs détaillés de vitesses sismiques dans différents contextes géodynamiques seront présentés dans le chapitre 6.

Phase	T (K)	Densité	C_{11}	C_{12}	C_{13}	C_{22}	C_{23}	C_{33}	C_{44}	C_{55}	C_{66}
Ol	1500	3,2071	351,90	101,51	100,10	224,61	104,12	254,21	68,99	79,20	82,42
Ol	1700	3,1803	344,05	99,81	97,74	219,32	102,17	247,69	66,96	77,01	79,49
Ol	1800	3,1666	340,12	98,95	96,57	216,68	101,20	244,43	65,94	75,91	78,03
Ol	1900	3,1527	336,20	98,10	95,40	214,03	100,23	241,17	64,92	74,81	76,56
Wad	1500	3,776	404,58	129,62	113,19	400,37	139,76	317,87	98,14	109,22	108,42
Wad	1800	3,741	397,77	128,82	107,85	390,74	137,00	308,21	92,89	106,12	105,20
Wad	1900	3,729	395,54	128,58	106,07	387,56	136,10	305,04	91,14	105,10	103,90

TABLE 5.3 – Constantes élastiques utilisées dans ce chapitre. Les constantes élastiques pour l'olivine ont été calculées à 12 GPa et différentes températures en utilisant la relation données par ZHANG, BASS et SCHMANDT (2018). Les constantes élastiques pour la wadsleyite à 15 GPa et différentes températures nous ont été fournies par W. Zhou (University of New Mexico). Ces données sont en cours de publication, mais ont déjà été présentées (ZHOU et al., 2020). T est la température considérée pour le calcul des constantes élastiques.

5.3 Résultats expérimentaux : orientation préférentielle dans la wadsleyite déformée en compression

L'orientation des cristaux dans les échantillons a été mesurée in-situ par cristallographie multigrain pendant la déformation. Ces orientations de grain mesurées tout au long des expériences sont présentées dans les figures de pôles inverses de la figure 5.1. Pour chaque expérience, la texture dominante est détaillée dans des figures de pôles dans la figure 5.2. Trois expériences sont présentées ici, LTC_05_01 et LTC_03_02 conduites à l'ESRF et P2_01 réalisée à PETRA III (DESY). Les conditions de pression et température mesurées dans chacune de ces expériences sont indiquées dans le tableau 5.1 et le chemin pression-température des échantillons au long des expériences est représenté dans la figure 4.2.

Pour l'expérience LTC_05_01 une seule mesure multigrain, la mesure s27, a été acquise à haute température (1730 K). Le réseau cristallin donne une pression de 18,7 GPa et montre une forte orientation préférentielle de l'axe [100] de la wadsleyite avec l'axe de compression (Fig. 5.1). La figure de pôles montre que les axes [010] et [001] sont alignés perpendiculairement à la direction de compression (Fig. 5.2), en une large guirlande. La seconde mesure multigrain (s28) est acquise à température ambiante et présente la microstructure à la fin de l'expérience. Le réseau cristallin donne alors une pression de 8,9 GPa. L'orientation préférentielle des axes [100] et [001] est forte, avec l'axe [100] parallèle à la direction de compression et l'axe [001] normal à la direction de compression. L'axe [010] n'a pas d'orientation préférentielle claire. Le nombre de grain indexés est de 114 dans la mesure s27 et de 560 dans la mesure s28 (Tableau 5.1). Cette augmentation du nombre de grains indexés s'accompagne d'une augmentation du nombre moyen de tâches de diffraction assignées à ces grains (39 gve/grains pour s27 contre 45,8 gve/grain pour s28) et donc d'une plus grande proportion de tâches de diffraction indexées (de 46,4% dans s27 à 67,9% dans s28). Dans ce cas précis, l'augmentation du nombre de grains indexés pourrait être un effet de la trempe en température. En effet, à basse température les tâches de diffraction sont généralement moins étalées et donc plus faciles à indexer. Avec l'arrêt des lasers, le bruit de fond peu aussi être moindre, ce qui permet de mieux distinguer les tâches de diffraction.

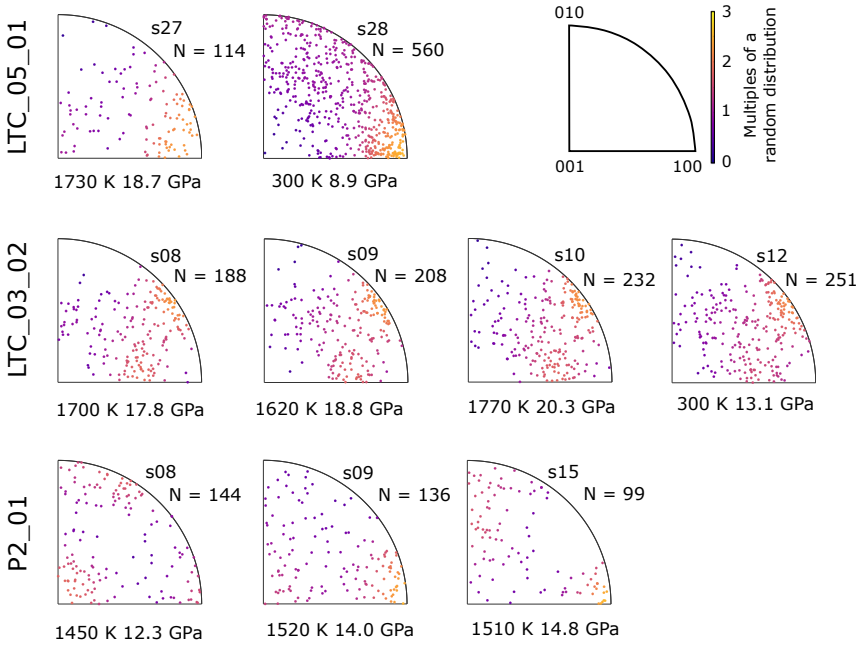

FIGURE 5.1 – Figures de pôles inverses de la direction de compression présentant les orientations des grains indexés par cristallographie multigrain dans trois expériences de déformation de polycristaux de wadsleyite en CED avec chauffage laser. L'espace élémentaire et les axes cristallographiques représentés sont indiqués par le schéma en haut à droite. Les couleurs des marqueurs correspond à la probabilité de l'orientation, exprimée en multiples d'une distribution aléatoire (m.r.d, pour multiple of a random distribution). N est le nombre de grains indexés par cristallographie multigrain. La pression et la température dans l'échantillon au moment de l'acquisition multigrain sont indiquées sous l'IPF.

L'expérience LTC_03_02 est réalisée sur une gamme de températures de 1620 à 1770 K et des pressions subies par l'échantillon de 18,8 à 20,3 GPa. La mesure multigrain s08 a été acquise à 1700 K et 18,8 GPa. Les grains ont une orientation préférentielle avec un axe [100] orienté à 30 à 40° de l'axe de compression (Fig. 5.1). La figure de pôles (Fig. 5.2) montre que les axes [010] et [001] s'orientent perpendiculairement à la direction de compression. L'orientation de l'axe [010], toutefois, s'étale sur une large bande et montre des maximum à $\approx$ 30° de la normale à la direction de compression dans le plan de compression. Les mesures suivantes, s09 et s10, acquises à 1620 K-18,8 GPa et 1770 K-20,3 GPa, respectivement, montrent une orientation préférentielle très similaire (Fig. 5.2). La mesure s12, acquise à la fin de l'expérience à température ambiante et 13,1 GPa, montre le même alignement de l'axe [100] à 30 à

40° de la direction de compression. Cette série de mesures multigrain indique que la texture est stable, même avec l'augmentation de la déformation. Le nombre de grains indexés augmente légèrement depuis la mesure s08 (188 grains) jusqu'à la mesure s12 (251 grains) (Tableau 5.1). Cependant, le nombre moyen de tâches de diffraction indexées dans les grains et la proportion du nombre de tâches de diffraction indexées sont assez constants entre les différentes mesures, même celle acquise à basse température. L'augmentation du nombre de grains indexés pourrait donc effectivement correspondre à une augmentation du nombre de grains de wadsleyite dans l'échantillon.

L'expérience P2_01 est réalisée à plus basse température que les expériences précédentes, avec une gamme de températures de 1450 à 1520 K et des pressions de 12,3 à 14,8 GPa. La mesure s08, acquise à 1450 K et 12,3 GPa, montre une texture presque aléatoire dans les grains de wadsleyite (Fig. 5.1). Cette mesure multigrain a été réalisée juste après la transformation de l'olivine en wadsleyite (voir chapitre 4), et la texture n'a pas encore eu le temps de se développer. Une texture apparaît dans la mesure s09, réalisée à 14,0 GPa et 1520 K, avec l'axe [100] aligné avec la direction de compression (Fig. 5.1). La figure de pôles (Fig. 5.2) montre que l'axe [010] est préférentiellement orienté perpendiculairement à la direction de compression. L'orientation de l'axe [001] est plus aléatoire. Une texture similaire est observée dans la mesure s15, acquise à 14,8 GPa et 1510 K (Fig. 5.1). Contrairement aux expériences précédentes, dans cette expérience le nombre de grains de wadsleyite indexés diminue légèrement au cours de la déformation (Tableau 5.1). Le nombre total de tâches de diffraction indexées diminue de la même façon, avec 76,2% de tâches indexées dans s08 contre 60,0% dans s15. Le nombre de tâches de diffraction assignées à la wadsleyite et le nombre moyen de tâches de diffraction indexées à chaque grain, cependant, n'ont pas la même évolution. Ces deux quantités augmentent dans la mesure s09 puis diminuent dans la mesure s15. Cette évolution est plus complexe que dans les expériences précédentes et ne peut pas être seulement expliquée par l'amélioration de l'indexation. Elle pourrait être liée, par contre, à une moins bonne position du faisceau sur l'échantillon, ce qui implique que moins de grains de wadsleyite diffractent et que le milieu transmetteur de pression soit relativement plus échantillonné.

En résumé, la texture générale dans ces échantillons déformés à haute température (1510-1770 K) est une orientation préférentielle de l'axe [100] de la wadsleyite aligné

dans la direction de compression ou orienté à 30 à 40 ° par rapport à la direction de compression, accompagné d'une orientation préférentielle des axes [010] et [001] autour du plan normal à la direction de compression.

5.4 Revue des textures expérimentales : nos résultats et ceux des études antérieures

Nos résultats de déformation en compression de la wadsleyite à des pressions de 14,0 à 20,3 GPa et des températures de 1510 à 1770 K montrent que la déformation plastique de la wadsleyite produit une orientation préférentielle de l'axe [100] dans la direction de compression alors que les axes [010] et [001] sont orientés sur de larges guirlandes perpendiculairement à la direction de compression. De façon générale, ces textures en compression sont assez faibles (max autour de 3 m.r.d).

Les modèles VPSC de glissement des dislocations déjà proposés dans la littérature (Tommasi et al., 2004 ; Demouchy et al., 2011) n'ont pas expliqué ce type de texture. Nous avons donc testé différentes combinaisons de CRSS pour les systèmes de glissement considérés pour reproduire par modélisation VPSC notre texture expérimentale dans la wadsleyite. Nous avons abouti à une texture simulée en compression avec l'axe [100] de la wadsleyite préférentiellement aligné avec la direction de compression, l'axe [010] formant deux guirlandes à 45° de l'axe de compression et l'axe [001] orienté dans le plan normal à la compression. Cette texture, que j'appellerais ici 'modèle B', correspond assez bien à notre texture expérimentale (particulièrement pour l'expérience LTC_03_02), et est présentée dans la figure 5.3.d.

Contrairement à l'olivine où le système de glissement dominant est directement déductible de l'orientation préférentielle (Tommasi et al., 2000 ; Jung et al., 2006), la texture produite par la déformation dans la wadsleyite est plus compliquée à interpréter. Dans le cas de l'olivine, la direction de glissement des dislocations dominante a tendance à s'aligner avec la direction de cisaillement et le plan de glissement dominant a tendance à s'aligner avec le plan de cisaillement. Cela n'est pas le cas dans la wadsleyite. Par exemple, Tommasi et al. (2004) montrent un modèle VPSC (modèle 4) où le système de glissement $\langle 111 \rangle \{101\}$ est le système actif alors que la texture associée montre un alignement de l'axe [010] dans la direction de cisaillement et des plans (100) parallèles

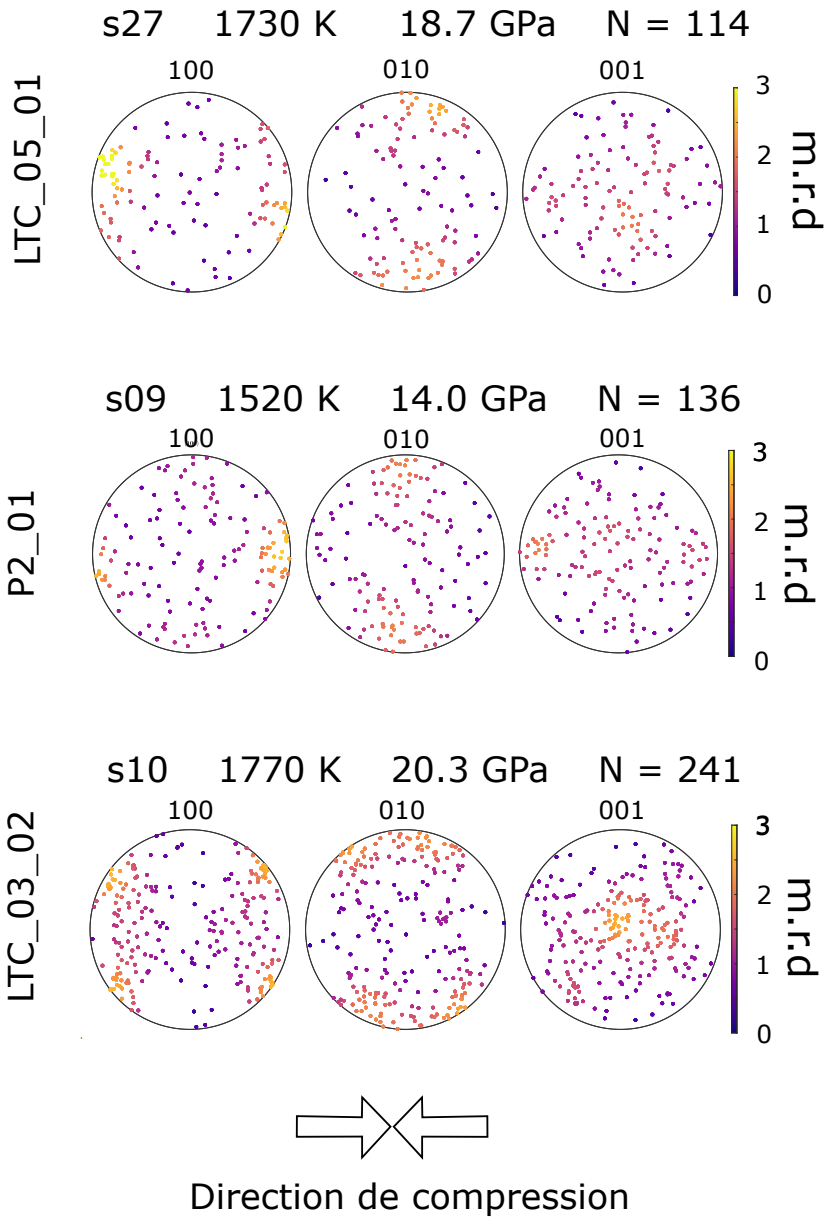

FIGURE 5.2 – Exemple des textures pour chacune des trois expériences de déformation de la wadsleyite, présentées dans des figures de pôles. Les couleurs correspondent à la probabilité de l'orientation, exprimée en multiples d'une distribution aléatoire (m.r.d, pour multiple of a random distribution). La pression et la température subies par l'échantillon au moment de la mesure sont indiquées au dessus des figures de pôles. N est le nombre de grains de wadsleyite indexés.

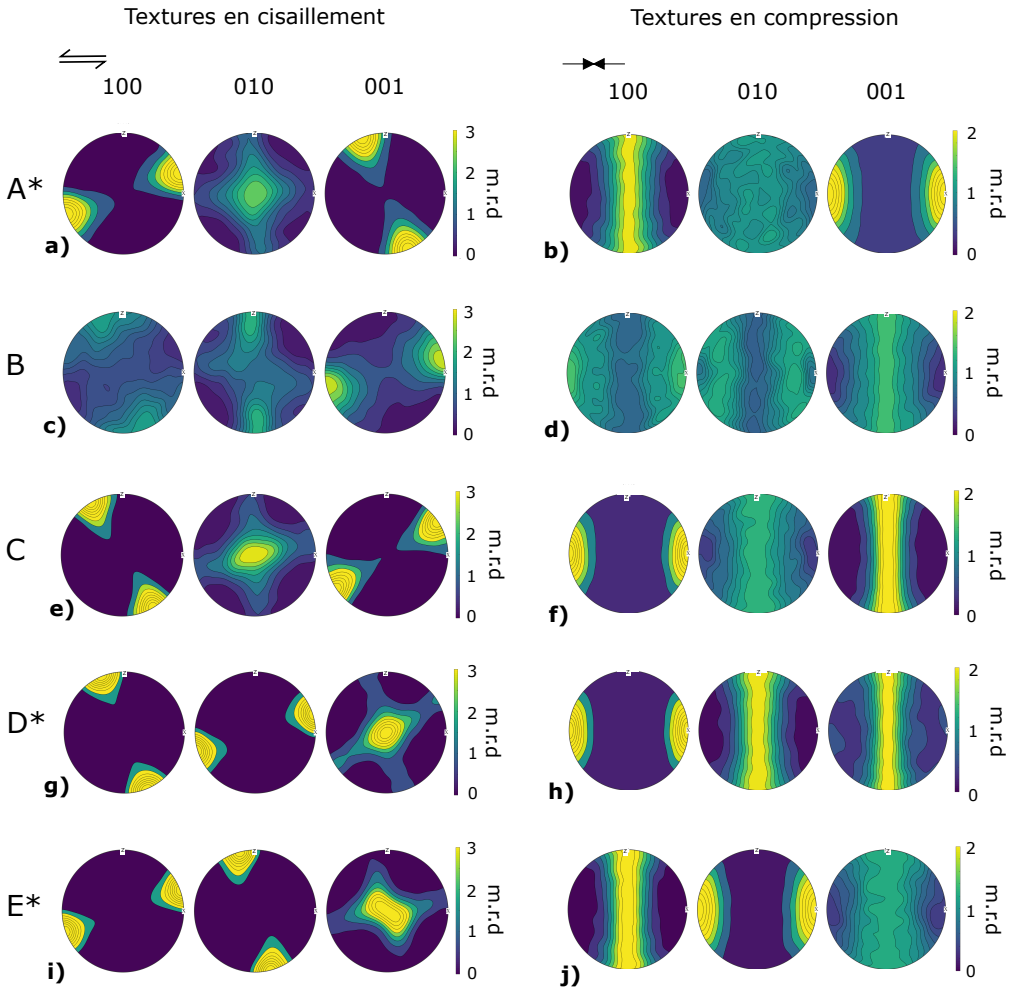

FIGURE 5.3 – Textures issues de la simulation d'une déformation plastique par glissement des dislocations en cisaillement (colonne de gauche) et en compression (colonne de droite) suivant chacun des cinq modèles de glissement A, B, C, D, E. La déformation finale est de γ=1 en cisaillement et γ=0.5 en compression. L'échelle de couleur exprime la probabilité de l'orientation, exprimée en multiples d'une distribution aléatoire (m.r.d). Le symbole * indique les modèles déjà proposés dans la littérature : le modèle A a été proposé par TOMMASI et al. (2004) (leur modèle 2), le modèle D par TOMMASI et al. (2004) (leur modèle 4) avec des CRSS légèrement différents et par CASTELNAU et al. (2020), et le modèle E par DEMOUCHY et al. (2011) avec des CRSS légèrement différents.

au plan de cisaillement. Une interprétation rapide de cette texture, comme elle serait faite dans le cas de l'olivine, donnerait un glissement sur le système (100)[010], ce qui est erroné. Comprendre la relation entre la texture et les systèmes de glissement qui en sont responsables est donc crucial pour les modélisations et calculs numériques de la plasticité de la wadsleyite, mais aussi pour interpréter les résultats d'expériences de déformation.

Les activités relatives des systèmes de glissement calculées par la simulation VPSC (Tableau 5.2) nous indiquent que dans le modèle B, la déformation est dominée par du glissement des dislocations sur le système $\langle 111 \rangle \{101\}$ et le système [001](010). Le groupe de systèmes [100](010), [100](001), [100]{011} et [100]{021} (pour simplifier l'écriture, nous utiliserons la notation $[100]\{0kl\}$ pour désigner ces quatre systèmes de glissement avec la direction de glissement [100]) est aussi actif, mais avec une activité relativement faible. Des dislocations en position de glissement sur les systèmes $\langle 111 \rangle \{101\}$ et $[100]\{0kl\}$ ont été largement observées dans la wadsleyite (Sharp, Bussod et Katsura, 1994 ; Demouchy et al., 2011 ; Ohuchi et al., 2014). Au contraire, les dislocations en mouvement sur le système [001](010) sont plus rares (Thurel et Cordier, 2003) et ont été interprétées comme résultant d'une réaction entre dislocations. D'autre études ont proposé la dissociation de ces dislocations [001] pour permettre un glissement sur [001](010) (Sharp, Bussod et Katsura, 1994 ; Demouchy et al., 2011 ; Kawazoe et al., 2013), caractérisée par l'observation de fautes d'empilement de type Shockley sur le plan (010) (Sharp, Bussod et Katsura, 1994 ; Ohuchi et al., 2014 ; Demouchy et al., 2011). Cette activité du système [001](010) est nécessaire dans nos modèles VPSC pour expliquer nos textures expérimentales en compression et les textures en cisaillement avec un axe [001] dans la direction de cisaillement.

La texture en cisaillement correspondant à ce modèle B (Fig. 5.3.c) a déjà été observée expérimentalement dans des échantillons de wadsleyite à faible teneur en eau déformés à haute température par Couvy (2005), Kawazoe et al. (2013) et Ohuchi et al. (2014). Nos textures expérimentales en compression sont donc cohérentes avec les résultats expérimentaux d'études antérieures.

D'autres textures dans la wadsleyite que le modèle B ont été rapportées dans la littérature. Ces textures (Ohuchi et al. (2014), Demouchy et al. (2011) et Kawazoe et al. (2013), Fig. 5.4), résultats de déformation en cisaillement, peuvent être regroupées

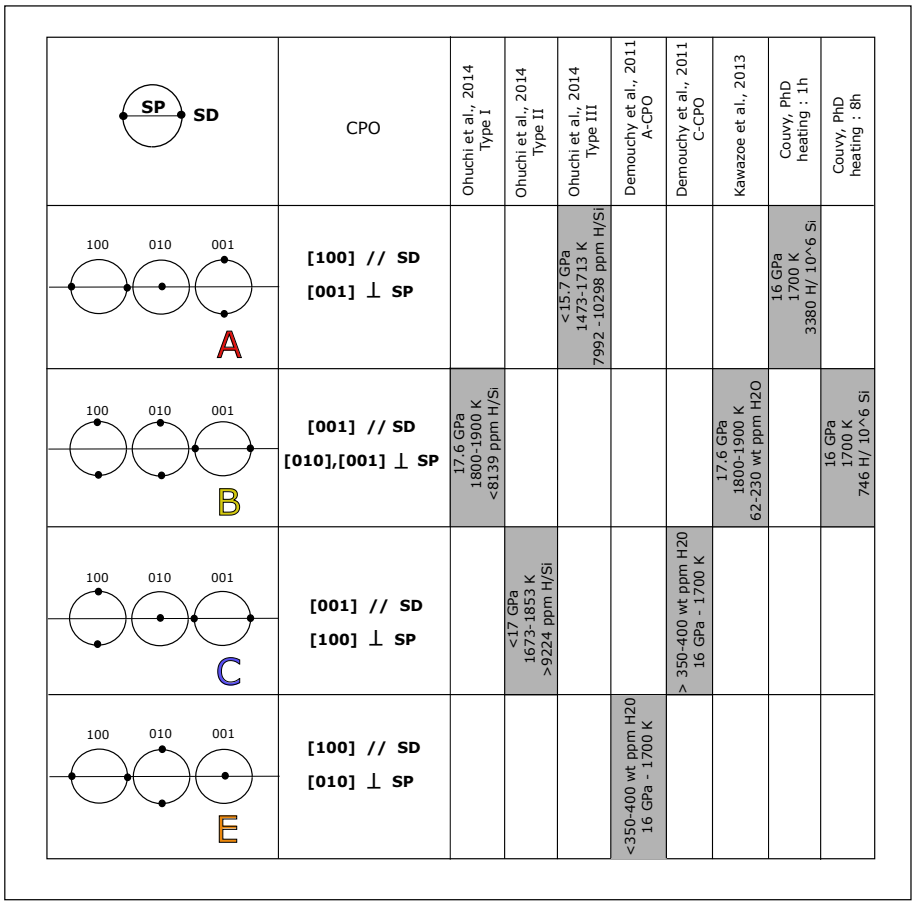

FIGURE 5.4 – Résumé des textures rapportées dans les expériences de déformation en cisaillement de la wadsleyite de la littérature. Nous les nommons A, B, C et E dans notre étude, pour homogénéiser les appellations et éviter la confusion avec les études antérieures. Ces études sont complétées par nos résultats en compression, les observations de microscopie de THUREL et CORDIER (2003) et THUREL et al. (2003) et les simulations VPSC de TOMMASI et al. (2004) et DEMOUCHY et al. (2011). Le schéma en haut à gauche donne la direction de cisaillement (SD) et le plan de cisaillement (SP).

en quatre catégories comme présenté dans la figure 5.4 :

— des textures avec l'axe [001] aligné préférentiellement dans la direction de cisaillement et les axes [100] et [010] perpendiculaires au plan de cisaillement (Kawazoe et al., 2013 ; Ohuchi et al., 2014) ;

— des textures avec l'axe [001] aligné préférentiellement dans la direction de cisaillement, l'axe [100] normal au plan de cisaillement et l'axe [010] normal à la direction de cisaillement dans le plan de cisaillement (Kawazoe et al., 2013 ; Ohuchi et al., 2014) ;

— des textures avec l'axe [100] aligné préférentiellement dans la direction de cisaillement, l'axe [001] normal au plan de cisaillement et l'axe [010] normal à la direction de cisaillement dans le plan de cisaillement (Ohuchi et al., 2014) ;

— des textures avec l'axe [100] aligné préférentiellement dans la direction de cisaillement, l'axe [010] normal au plan de cisaillement et l'axe [001] normal à la direction de cisaillement dans le plan de cisaillement (Demouchy et al., 2011) ;

Cette variation de texture dans la wadsleyite semble être liée à la température de déformation, la teneur en eau dans la wadsleyite et la contrainte subie par l'échantillon, comme proposé par Ohuchi et al. (2014).

Dans la suite, nous cherchons à expliquer les résultats expérimentaux grâce à des simulations VPSC de textures, pour savoir si ces changements de texture résultent de changement de systèmes de glissement actifs.

5.5 Vers une interprétation des textures expérimentales

Les modèles retenus et le résultat de nos simulations VPSC sont présentés dans la figure 5.3 et le tableau 5.2. Nous obtenons cinq modèles de glissement des dislocations. Les modèles A, B, C, E, décrivent les textures observées expérimentalement dans la wadsleyite. Le modèle D fait intervenir majoritairement le système $\langle 111 \rangle \{101\}$, bien que le glissement sur [100](010) soit possible. Ce modèle ne correspond à aucune texture expérimentale mais est utilisé dans les simulations de déformation plastique de la wadsleyite (Castelnau et al., 2020) car ces deux systèmes sont considérés comme les systèmes de glissement des dislocations favorables dans la wadsleyite.

Le modèle A permet de reproduire les textures en cisaillement avec l'axe [100] aligné

préférentiellement dans la direction de cisaillement, l'axe [001] normal au plan de cisaillement et l'axe [010] normal à la direction de cisaillement dans le plan de cisaillement (Fig. 5.3 .a, Tommasi et al. (2004)). Dans ce modèle, seuls les systèmes de glissement $\langle 111 \rangle \{101\}$ et le groupe de systèmes $[100]\{0kl\}$ sont actifs (Fig. 5.5 .a).

Le modèle B permet de reproduire les textures en cisaillement avec l'axe [001] aligné préférentiellement dans la direction de cisaillement et les axes [100] et [010] perpendiculaires au plan de cisaillement (Fig. 5.3 .c). Dans ce modèle, tous les systèmes de glissement sont actifs, avec une activité dominante du système $\langle 111 \rangle \{101\}$, une activité plus faible de [001](010) et peu d'activité du groupe de systèmes $[100]\{0kl\}$ (Fig. 5.5 .b).

Le modèle C permet de reproduire les textures en cisaillement avec l'axe [001] aligné préférentiellement dans la direction de cisaillement, l'axe [100] normal au plan de cisaillement et l'axe [010] normal à la direction de cisaillement dans le plan de cisaillement (Fig. 5.3 .e). Dans ce modèle, seuls les systèmes $\langle 111 \rangle \{101\}$ et [001](010) sont actifs, avec une activité dominante de $\langle 111 \rangle \{101\}$ (Fig. 5.5 .c).

Le modèle D considère une activité dominante du système $\langle 111 \rangle \{101\}$. Le glissement sur le système [100](010) est laissé possible mais il ne semble pas être actif du tout (Fig. 5.5 .d). Ce modèle ne reproduit aucune texture expérimentale. Il a cependant été proposé par Tommasi et al. (2004), avec des CRSS un peu différents (modèle 4), puis plus tard par Castelnau et al. (2020) pour l'étude de la déformation plastique de la wadsleyite aux conditions de la MTZ. La texture produite en cisaillement par ce modèle montre que l'axe [010] est aligné préférentiellement avec la direction de cisaillement, l'axe [100] est normal au plan de cisaillement et l'axe [001] est normal à la direction de cisaillement dans le plan de cisaillement (Fig. 5.3 .g).

Le modèle E permet de reproduire les textures en cisaillement avec l'axe [100] aligné préférentiellement dans la direction de cisaillement, l'axe [010] normal au plan de cisaillement et l'axe [001] normal à la direction de cisaillement dans le plan de cisaillement (Fig. 5.3 .i). Dans ce modèle, tous les systèmes de glissement sont actifs avec une activité dominante du groupe de systèmes $[100]\{0kl\}$, une activité plus faible du système [001](010) et une faible activité du système $\langle 111 \rangle \{101\}$ (Fig. 5.5 .e).

La simulation d'une compression dans la wadsleyite suivant le modèle A donne une texture avec un axe [001] dans la direction de compression, un axe [100] avec une forte orientation préférentielle dans le plan normal à la direction de compression et l'axe [010]

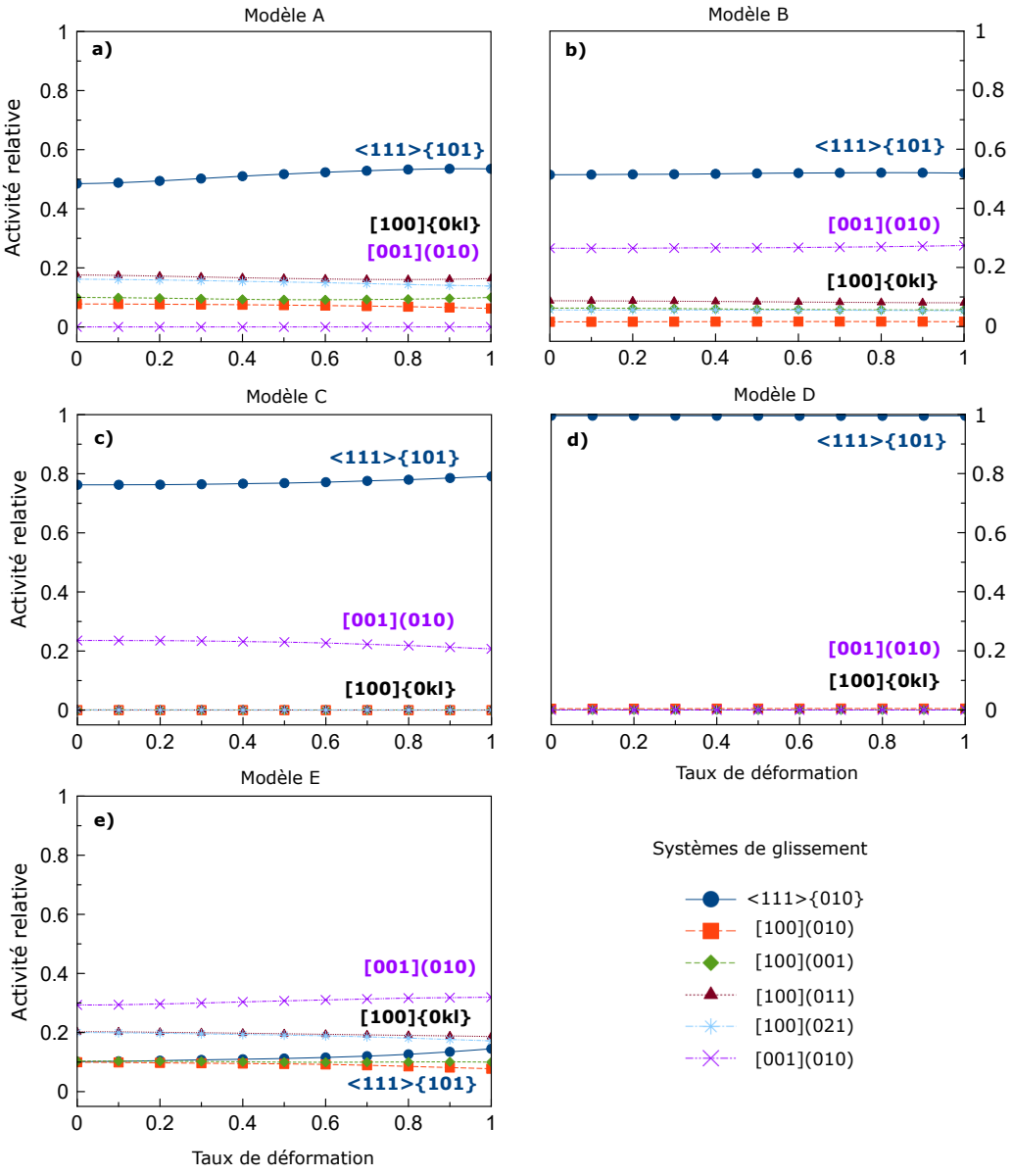

FIGURE 5.5 – Activités des systèmes de glissement dans la wadsleyite durant les simulations de déformation de cisaillement (γ=1) pour chacun des modèles A, B, C, D et E.

sans orientation préférentielle claire (Fig. 5.3 .b).

Les modèles C et D donnent des textures en compression semblables, avec un axe [100] aligné dans la direction de compression et des axes [010] et [001] orientés dans le plan normal à la direction de compression (Fig. 5.3 .f,.h). La différence se fait sur l'intensité de l'orientation préférentielle de l'axe [010]. La texture en compression du modèle B est aussi assez similaire (Fig. 5.3 .d), mais l'orientation préférentielle est cependant bien plus faible que dans les modèles C et D et l'alignement de l'axe [010] est un peu différent des modèles précédents, avec un alignement de l'axe [010] à $\approx$ 45 de la direction de compression dans le modèle B.

Enfin, le modèle E donne une texture en compression avec une orientation préférentielle de l'axe [010] dans la direction de compression. Les axes [100] et [001] sont orientés dans le plan normal à la direction de compression, avec une faible orientation préférentielle pour l'axe [001] (Fig. 5.3 .j).

Les modélisations de Tommasi et al. (2004) sont basées sur des observations en microscopie électronique de densité de dislocations dans des polycristaux de wadsleyite déformés à haute pression et haute température. Les CRSS des différents systèmes de glissement ont alors été choisi sans confrontation avec des textures expérimentales, et les données utilisées dans l'étude ne permettaient pas de trancher entre les différents modèles. Dans le travail que je présente ici, les textures expérimentales nous servent à sélectionner les combinaisons de CRSS qui correspondent le mieux aux textures observées. Ainsi, la littérature montre que la combinaison de CRSS associée au modèle 2 de Tommasi et al. (2004)(modèle A ici), au modèle 4 de Tommasi et al. (2004)(modèle D ici) et au modèle de Demouchy et al. (2011)(modèle E ici) donnent des résultats conformes aux résultats expérimentaux.

Par ces simulations VPSC, nous avons réussi à reproduire les différentes textures expérimentales observées jusqu'ici. Le tableau 5.2 et la figure 5.5 montrent clairement que l'activité des systèmes de glissement diffère d'un modèle à l'autre, indiquant que le changement de texture peut être expliqué par un changement de systèmes de glissement actifs dans la wadsleyite.

5.6 Plasticité de la wadsleyite à haute pression et température et implications pour le manteau

La figure 5.6 place les textures expérimentales (les nôtres et celles de Demouchy et al. (2011), Kawazoe et al. (2013), Ohuchi et al. (2014) et Couvy (2005)) en fonction de la teneur en eau des échantillons et de la température à laquelle ils ont été déformés. La répartition des types de textures (représentées par les couleurs) en fonction de ces deux paramètres indique une dominance des textures associées au modèle A à basse température (en dessous de 1700-1800 K) et faible teneur en eau, mais pas pour des échantillons secs. En effet, notre expérience P2_01, déformé à basse température et très faible teneur en eau (moins de 3 ppm), montre une texture B, ce qui complique la discussion dans cette zone du diagramme. A des températures plus élevées et faible teneur en eau, mais aussi jusqu'à 1500 K dans un échantillon sec, les textures associées au modèle B dominent. A haute température et forte teneur en eau, ce sont les textures associées au modèle C qui sont observées. Les textures associées au modèle E semblent être une texture intermédiaire entre le modèle A et le modèle B. La texture associée au modèle D n'ayant pas été observée expérimentalement, on ne peut donc pas la placer sur ce graphique.

La gamme de pressions dans les expériences de déformation de la wadsleyite est très faible (12,3-20,3 GPa) du fait de l'étroite fenêtre de pressions pour lesquelles la wadsleyite est stable. De plus, la pression ne semble pas être le paramètre majeur contrôlant la texture, puisque nous retrouvons les textures associées au modèle B à 14,0 GPa et 20,3 GPa. D'autres paramètres de déformation pourraient contrôler la texture des échantillons, par exemple la contrainte ou la vitesse de déformation. Dans nos expériences en CED, cependant, nous n'avons pas de moyen de déterminer la contrainte subie par nos échantillons, ni même la vitesse de déformation appliquée dans nos expériences. Nous ne pouvons donc pas conclure sur l'effet de ces deux paramètres sur les textures observées. Ohuchi et al., 2014 ont cherché le lien entre la vitesse de déformation des échantillons et les textures observées, et ont conclu que la vitesse de déformation ne semblait pas influer sur les textures qu'ils ont observées dans la wadsleyite. C'est pourquoi, dans la figure 5.6 nous présentons la variations de textures en fonction de la température et de

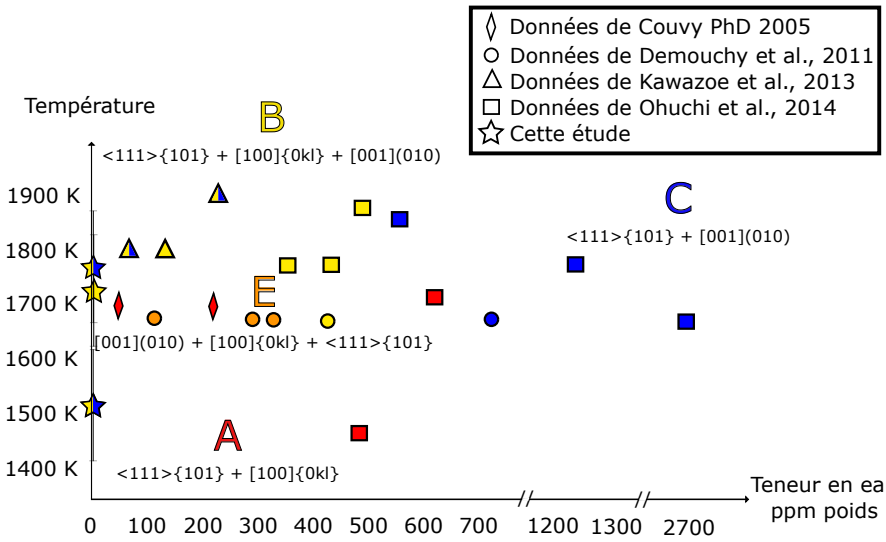

FIGURE 5.6 – Répartition des textures expérimentales dans un digramme température de déformation vs. teneur en eau. La forme des marqueurs correspond à l'étude où la texture à été rapportée. La couleur des marqueurs correspond à la texture observée : rouge pour une texture correspondant au modèle A, jaune pour une texture correspondant au modèle B, bleu pour une texture correspondant au modèle C et orange pour une texture correspondant au modèle E. Le nom du modèle est indiqué dans la zone où les textures correspondantes sont concentrées, accompagné des systèmes de glissement actifs.

la teneur en eau car ces deux paramètres semblent être les plus influents sur les textures observées dans la wadsleyite. Nos simulations de textures sont toutes réalisées à partir de la même structure de la wadsleyite (donc avec la même teneur en eau), et ne rendent compte que de l'effet des systèmes de glissement actifs. L'effet de l'eau est inféré à partir des textures expérimentales et des conditions dans lesquelles elles ont été observées.

A partir de cette figure 5.6 et des modélisations VPSC présentées plus haut, nous pouvons interpréter ces changements de texture en termes de changement de systèmes de glissement actifs dans la wadsleyite. A basse température excepté pour les échantillons secs (P2_01, <3 ppm poids d'eau), les systèmes actifs sont $\langle 111 \rangle \{101\}$ et $[100]\{0kl\}$ (modèle A). L'augmentation de la température provoque une transition progressive vers le modèle B, avec l'activation du système [001](010) en plus des deux autres. A haute température, on passe du modèle B au modèle C en augmentant la teneur en eau de l'échantillon au-dessus de 550 ppm poids. Les systèmes $[100]\{0kl\}$ sont alors inhibés et le

glissement des dislocations se fait uniquement sur les systèmes ⟨111⟩{101} et [001](010).

Dans le modèle E, observé expérimentalement à faible teneur en eau et des températures proches de 1700 K, les systèmes de glissement ⟨111⟩{101}, [100]{0kl} et [001](010) sont actifs, comme dans le modèle C. Pourtant, les activités des différents systèmes de glissement sont très différentes. En effet le modèle E est le seul modèle où le système ⟨111⟩{101} n'est pas le système le plus actif. La figure 5.5 montre que c'est le système [001](010) qui a l'activité la plus importante, puis les systèmes du groupe [100]{0kl}. Le système ⟨111⟩{101} ne supporte que 10% de l'activité, bien qu'il devienne plus actif sur la fin de la simulation. Ce modèle semble être une transition entre le modèle A, dans lequel le système [001](010) est inactif, et le modèle B où tous les systèmes de glissement considérés sont actifs. Sur la fin de la simulation, l'activité du système ⟨111⟩{101} augmente et, à de plus grands taux de déformation, ce modèle pourrait tendre vers une répartition de l'activité des systèmes de glissement similaire à celle du modèle B.

L'absence du modèle D, qui caractérise une activité pure du système ⟨111⟩{101}, dans les textures expérimentales est la preuve que le lien entre la texture et les systèmes de glissement n'est pas directement déductible dans la wadsleyite. En effet, le tableau 5.2 montre que le système ⟨111⟩{101} est toujours actif et est souvent le système de glissement dominant (modèles A, B, C, D) mais les textures exprimées sont très différentes de celle associée au modèle D. Même dans le modèle D, ce sont les directions [010] qui s'alignent avec la direction de cisaillement et non les axes ⟨111⟩. Cette caractéristique vient probablement de la famille de systèmes ⟨111⟩{101} qui comporte de nombreux équivalents de symétrie et rend complexe le mouvement des dislocations. Ce sont alors les systèmes de glissement secondaires ([100]{0kl} et/ou [001](010)) qui influencent la texture finale : l'activation des systèmes [100]{0kl} donne des textures avec les axes [100] dans la direction de cisaillement (modèle A) alors que l'activation du système [001](010) produit des textures avec les axes [001] dans la direction de cisaillement (modèle C).

A des températures supérieures à 1700-1800 K, c'est à dire représentatives du manteau 'normal' de la MTZ, deux textures sont possibles : i) la texture associée au modèle B lorsque la teneur en eau de la wadsleyite est inférieure à 550 ppm poids ou ii) la texture associée au modèle C lorsque la teneur en eau dans la wadsleyite est supérieure à 550 ppm poids. Ce changement de texture pourrait être un indicateur potentiel de l'hydratation de la MTZ. De même, le passage progressif du modèle B au modèle E,

puis au modèle A témoignerait d'une baisse de la température dans le manteau. A plus basses températures, le modèle A et le modèle B sont observés, avec le modèle B pour les échantillons secs (<3ppm poids) et le modèle A pour les échantillons un peu plus hydratés (3-700ppm poids). Cependant, avec les données expérimentales disponibles, il est difficile de se prononcer sur l'effet de la teneur en eau au dessus de 700 ppm poids sur l'activité des systèmes de glissement à basses températures. Le modèle A où le modèle C pourraient s'étendre à ces conditions, ou bien un autre type de texture pourrait apparaître. De nouvelles expériences de déformation ciblant ces conditions seraient nécessaires pour compléter la carte de déformation de la wadsleyite. De même, la transition entre le modèle A et le modèle B à basse température (<1700 K) n'est pas très claire avec les données disponibles, et une étude plus détaillée du comportement de la wadsleyite aux conditions où elle est observée pourraient permettre de la caractériser et de mieux comprendre le glissement des dislocations à ces conditions.

5.7 Simulation de l'anisotropie sismique à partir de ces modèles de déformation

Pour déterminer si la sismologie pourrait détecter ces changements de textures dans la MTZ, nous avons calculé l'anisotropie sismique associée aux textures des modèles A, B, C et E (Fig. 5.7, détail de la méthode dans la section 5.2.3).

La texture associée au modèle A, attendue dans des contextes de zones de subduction (basse température), produit une anisotropie sismique importante avec une anisotropie de vitesse des ondes P de 6% et une direction rapide pour les ondes P orientée à faible angle de la direction de cisaillement (Fig. 5.7.a). L'anisotropie des ondes S dans ce modèle est aussi importante, autour de 4%, et le maximum d'anisotropie est dans la direction normale à la direction de cisaillement dans le plan de cisaillement (Fig. 5.7.b).

Pour la texture associée au modèle B, attendue dans un manteau normal pauvre en eau ou bien dans une zone de subduction très pauvre en eau, l'anisotropie sismique est plus faible. L'anisotropie de vitesse des ondes P est de 3% et la direction rapide pour les ondes P est normale au plan de cisaillement (Fig. 5.7.c). L'anisotropie des ondes S est très faible, moins de 2%, avec un maximum de l'anisotropie dans la direction normale à la direction de cisaillement dans le plan de cisaillement (Fig. 5.7.d).

La texture associée au modèle C, attendue dans un manteau normal riche en eau, produit une anisotropie sismique importante. La direction rapide des ondes P est normale au plan de de cisaillement, comme dans le modèle B, mais l'anisotropie de vitesse des ondes P est de 7% (Fig. 5.7.e). L'anisotropie des ondes S est de 5-6% et la direction du maximum d'anisotropie est normale à la direction de cisaillement, à faible angle du plan de cisaillement (Fig. 5.7.f).

Pour finir, la texture associée au modèle E est attendue entre 1700 et 1800 K dans un manteau peu hydraté. Cette texture produit une anisotropie sismique marquée. L'anisotropie des ondes P atteint 6%, avec deux directions de propagation rapide des ondes : une direction rapide presque parallèle à la direction de cisaillement, et une autre presque normale à la direction de cisaillement (Fig. 5.7.g). L'anisotropie des ondes S aussi atteint 6%, et est maximale le long de guirlandes orientées à 45° d'un plan presque normal à la direction de cisaillement (Fig. 5.7.h). Ce modèle semble être un état transitoire entre le modèle A et le modèle B, et cette transition se retrouve dans la géométrie et l'intensité de l'anisotropie que ce modèle produit, intermédiaire entre les anisotropies calculées pour les modèles A et B. Dans le manteau, on pourrait s'attendre à le trouver dans une zone tampon entre le manteau normal (T>1800 K) et une zone de subduction, plus froide (T<1700 K).

Ainsi, l'anisotropie sismique varie en fonction des systèmes de glissement actifs, et donc en fonction de la température de déformation et de la teneur en eau de la wadsleyite. D'après nos calculs, cette variation devrait être assez importante pour être mesurée. Dans la MTZ normale et relativement chaude (i.e. hors zones de subduction), le modèle B expliquerait le mieux les observations sismiques qui rapportent une anisotropie globale de seulement 1 à 2% ou bien une absence d'anisotropie significative (Panning et Romanowicz, 2006 ; Huang et al., 2019 ; Yuan et Beghein, 2013). Cela supporterait que la MTZ est globalement pauvre en eau (moins de 550 ppm d'eau). Dans les zones de subduction, les observations sismiques (Huang et al., 2019 ; Foley et Long, 2011) mesurent une anisotropie plus importante. Nos prévisions sont compatibles avec ces observations sismiques, puisque dans ce contexte de subduction où la température est plus basse, le modèle A devrait être le modèle de déformation dominant dans la wadsleyite et donner une forte anisotropie sismique. Le modèle B pourrait aussi être cohérent avec une zone de subduction, mais la très faible hydratation à laquelle est associée ce mo-

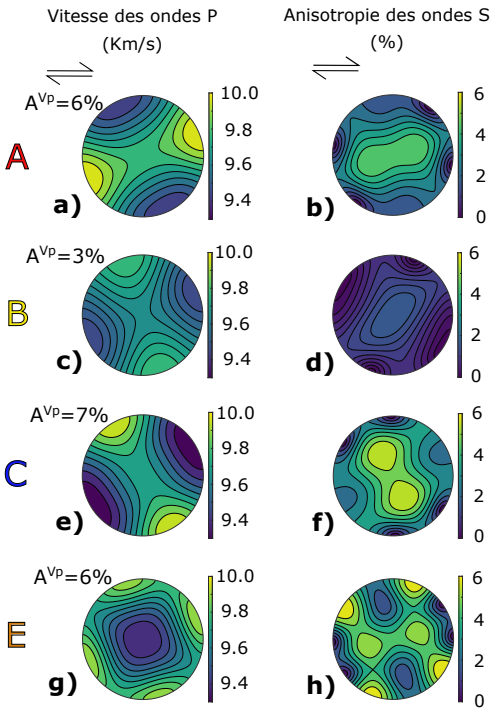

FIGURE 5.7 – Signaux sismiques associés aux textures des modèles A, B, C et E dans un agrégat de wadsleyite. Les figures de pôles présentent la dépendance de la vitesse des ondes P en fonction de la direction de propagation (a, c, e, g) et l'anisotropie de déphasage des ondes S (b, d, f, h) calculées à partir des textures en cisaillement (γ=1).

dèle à basse température semble moins compatible avec ce contexte géodynamique. Les textures associées au modèle A ont été observées dans des échantillons contenant peu d'eau (moins de 650 ppm) mais les données expérimentales disponibles concernant les textures d'échantillons riches en eau à basse température ne nous permettent pas de conclure si la dominance de ce modèle indique une MTZ pauvre en eau.

Dans une zone de la MTZ normale riche en eau, le modèle C serait dominant. La déformation plastique de la wadsleyite dans ces conditions produirait une forte anisotropie sismique, que ce soit pour les ondes P ou les ondes S. Une anisotropie aussi forte n'est pas observée par la sismologie dans la MTZ en dehors des zones de subduction. Comme proposé plus haut, cette observation va dans le sens d'une MTZ globalement pauvre en eau. Les observations d'eau dans la MTZ pourraient alors témoigner d'une hydratation locale de la MTZ (Pearson et al., 2015). Karato (2011) présente plusieurs modèles de distribution de l'eau dans le manteau et quelques uns de ces modèles proposent une MTZ pauvre en eau contenant des régions plus riches en eau. En fonction de leur taille, ces régions hydratées pourraient ne pas être détectées par la sismologie.

5.8 Conclusion du chapitre

La déformation en compression de trois échantillons de wadsleyite polycristalline en CED à chauffage laser a été analysée in-situ par cristallographie multigrain. Nos résultats montrent que la texture issue de la déformation dans ces échantillons présente un alignement préférentiel de l'axe [100] dans (ou à 30-40° de) la direction de compression, et des axes [010] et [001] dans le plan normal à la direction de compression. Des modélisations VPSC montrent que cette texture est expliquée par un glissement des dislocations sur les systèmes de glissement $\langle 111\rangle\{101\}$, [001](010) et [100]$\{0kl\}$ (modèle B). Cette combinaison de systèmes de glissement est commune dans les échantillons pauvres en eau et déformés à relativement haute température (>1700-1800 K).

Par modélisations VPSC nous avons relié les différentes textures rapportés par la littérature à des changements d'activité des systèmes de glissement $\langle 111\rangle\{101\}$, [100]$\{0kl\}$ et [001](010). Ces changements de systèmes de glissement actifs sont corrélés aux conditions de déformation, principalement la température et la teneur en eau de la wadsleyite. A basse température et faible teneur en eau, les systèmes de glissement actifs dans la

wadsleyite sont $\langle 111 \rangle \{101\}$ et $[100]\{0kl\}$ (modèle A). A haute température et faible teneur en eau ou à basse température (1500 K) et moins de 3 ppm d'eau, les systèmes de glissement actifs sont $\langle 111 \rangle \{101\}$, $[100]\{0kl\}$ et $[001](010)$ (modèle B). A haute température et forte teneur en eau, les systèmes dominants sont $\langle 111 \rangle \{101\}$ et $[001](010)$ (modèle C).

Finalement, cette variation des systèmes de glissement actifs entraîne un changement de la texture dans la wadsleyite et donc une variation de l'anisotropie sismique associée. La simulation des signaux sismiques correspondant à ces textures indique que ces changements sont assez prononcés pour être mesurables dans la MTZ et permettent qualitativement d'expliquer les mesures sismiques. Ainsi, nous proposons que la faible anisotropie sismique mesurée dans la MTZ à l'écart des zones de subduction soit associée à une MTZ globalement pauvre en eau.

Chapitre 6

Simulation des signaux sismiques induits par la texture de la wadsleyite dans le manteau

6.1 Problématique

La structure et la dynamique interne de la Terre sont explorées par la sismologie d'une part et l'expérimentation en laboratoire d'autre part. Ces deux disciplines sont complémentaires et sources d'informations l'une pour l'autre. Il est donc crucial de 'traduire' nos résultats de minéralogie expérimentale en termes d'observables sismiques, pour pouvoir les comparer avec les observations de sismologie. La modélisation est un très bon outil pour extrapoler les observations à petite échelle, tels que dans nos échantillons ($<$ 1-2mm), à l'échelle kilométrique échantillonnée par la sismologie.

Dans les chapitres précédents, nous avons vu que la déformation plastique transforme la microstructure des roches. Dans le périclase, la déformation plastique peut ne pas produire de texture lorsque le mécanisme de déformation est le glissement aux joints de grain (GBS) accommodé par de la diffusion, ou bien produire une orientation préférentielle accompagnée d'un allongement des grains dans le cas d'une déformation dominée par du glissement des dislocations. De la même façon, dans la wadsleyite où la déformation par glissement des dislocations semble dominante, l'agrégat aura une orientation préférentielle. De plus, l'orientation préférentielle produite par le glissement des dislocations dépend de l'activité relative des systèmes de glissement dans les minéraux. Dans le périclase, une augmentation de température ou une augmentation de pression provoque une transition d'un glissement des dislocations sur le système de glissement $<110>\{110\}$

à une activité égale sur les systèmes de glissement <110>{110} et <110>{100}. Dans la wadsleyite, les systèmes de glissement changent d'activité avec la température et la teneur en eau. A basse température et faible teneur en eau dans la wadsleyite, les systèmes de glissement actifs sont ⟨111⟩{101} et [100]{0kl}, ou ⟨111⟩{101}, [100]{0kl} et [001](010) pour des polycristaux très pauvres en eau. A haute température et faible teneur en eau, ce sont les systèmes ⟨111⟩{101}, [100]{0kl} et [001](010) qui sont actifs. Enfin, à haute température et forte teneur en eau, les systèmes ⟨111⟩{101} et [001](010) sont actifs. Ces changements de systèmes de glissement actifs/dominants produisent des changement d'orientation préférentielle cristallographique et donc des changements d'anisotropie sismique. Il nous reste à déterminer si ces changements d'anisotropie dûs à la déformation plastique dans les minéraux permettent d'expliquer les mesures sismiques.

Dans ce chapitre, nous prenons l'exemple du comportement de l'olivine et de la wadsleyite autour de la discontinuité à 410 km dans le manteau, en nous basant sur nos résultats de plasticité dans la wadsleyite du chapitre précédent. Ainsi, à travers le calcul de l'anisotropie sismique produite par les polycristaux déformés, nous pourrons comparer nos résultats de minéralogie avec les observations sismiques. Nous présentons des modèles d'une zone de subduction, où la sismologie rapporte une anisotropie sismique dans la zone de transition, et d'un panache mantellique, contexte pour lequel les mesures d'anisotropie sismique manquent. Dans ce dernier cas, nous proposons des observables sismiques issus de la minéralogie expérimentale, en avance des mesures sismiques, pour tenter de donner des outils d'interprétation aux études de sismologie. Nous appliquons dans ces deux modèles les paramètres de pression, température et déformation attendus autour de 410 km de profondeur à des polycristaux d'olivine et de wadsleyite via des simulations VPSC (pour visco-plastic self-consistent model). La texture dans ces polycristaux est utilisée pour calculer les observables sismiques qui sont ensuite discutés avec les observations sismiques rapportées par la littérature.

6.2 Techniques de modélisation

Modèles VPSC

Les modélisations VPSC permettent de simuler une texture dans un polycristal en fonction de l'activité relative des différents systèmes de glissement des dislocations. Une présentation détaillée de cette méthode de modélisation est donnée dans la section 2.4. Les combinaisons de systèmes de glissement observés dans la wadsleyite ont été identifiées au chapitre précédent, en fonction de la température et de la teneur en eau (cf. 5.5). Nous utilisons ici ces combinaisons pour simuler la texture, puis les observables sismiques, dans différentes conditions. Nous ajoutons à cette collection de textures dans la wadsleyite, des simulations de texture pour l'olivine. En dessous de 200 km de profondeur dans le manteau terrestre, Raterron et al. (2014) suggèrent que les systèmes de glissement dominant dans l'olivine changent, et proposent un nouveau modèle de déformation pour l'olivine entre 200 et 410 km de profondeur. Nous utilisons leur modèle pour nos simulations.

La figure 6.1 montre des simulations de texture pour l'olivine et la wadsleyite en tension, compression et cisaillement. Autour de la discontinuité à 410 km de profondeur, qui est notre zone d'étude, nous considérons une pression dans l'olivine de l'ordre de 12 GPa et de 15 GPa dans la wadsleyite. Les textures en tension et compression à 1500 K simulent les conditions à l'intérieur d'une plaque lithosphérique en subduction, où deux régimes tectoniques pourraient être observés : de la tension due à l'élongation de la plaque plongeante sous son propre poids (aussi appelé 'slab pull', Heuret (2005)), ou bien de la compression due à la résistance visqueuse du manteau environnant qui empêche la pénétration de la plaque plongeante dans le manteau inférieur (Heuret, 2005). Le cisaillement à 1500 K correspond aux conditions sur le bord de la plaque plongeante où le manteau environnant résiste au mouvement de la plaque plongeante (Heuret, 2005), et le cisaillement à haute température correspond aux conditions dans le manteau 'normal' en dessous d'une plaque en subduction ou à proximité d'un panache mantellique et dans les roches à l'intérieur du panache, là aussi dû à la résistance visqueuse du manteau ambiant.

L'effet de la température et de la teneur en eau sur les textures simulées dans la

wadsleyite s'exprime, dans ce chapitre, principalement au niveau du modèle de déformation choisi. En s'appuyant sur les résultats du chapitre 5, pour la wadsleyite, à basse température les modèles A et B sont possibles alors qu'à haute température, ce seront les modèles B et C qui seront choisis. Pour l'effet de l'eau, on choisira à haute température le modèle B à faible teneur en eau et le modèle C à forte teneur en eau. Dans le travail présenté ici nous prenons le parti de considérer un manteau pauvre en eau. Nous utiliserons donc uniquement le modèle B pour la déformation de la wadsleyite à haute température. Nous choisissons aussi d'utiliser le modèle A à basse température, car il repose sur plusieurs observations expérimentales (cf. chapitre 5) et correspond à une possible (mais faible) hydratation des minéraux dans la plaque en subduction. Une comparaison entre les modèles A et B à basse température pourra être l'objet d'un travail plus détaillé dans une publication dédiée.

Le taux de déformation utilisé pour les simulations est de γ=1 pour les déformations en cisaillement et γ=0,5 pour de la compression ou de la tension. Ces valeurs sont cohérentes pour le manteau où la déformation s'accumule sur des milliers d'années.

Les textures de la figure 6.1 sont calculées dans un repère échantillon, pour une contrainte maximale horizontale. Dans la section 6.3, ces textures sont remises dans le contexte géodynamique que nous souhaitons étudier. Pour cela, nous utilisons le logiciel MTEX dans MATLAB (Bachmann, Hielscher et Schaeben, 2010 ; Mainprice et al., 2015) pour imposer une rotation (à 45° pour la subduction, à 90° pour le panache mantellique) ou calculer une déformation plus complexe. En effet, nous considérons à l'intérieur du panache mantellique un cisaillement vertical parallèle aux bords du panache, c'est à dire, autour d'un cylindre. Avec MTEX nous calculons donc la texture en cisaillement vertical à différents angles de rotation autour de l'axe vertical. Ces textures sont ensuite additionnées pour rendre compte de la texture globale des roches à l'échelle du panache.

Calcul de l'anisotropie sismique

L'anisotropie sismique produite par les polycristaux est calculée à partir de la texture du polycristal (i.e. l'orientation préférentielle cristallographique) et des constantes élastiques pour le monocristal.

Les constantes élastiques pour le monocristal varient en fonction de la température,

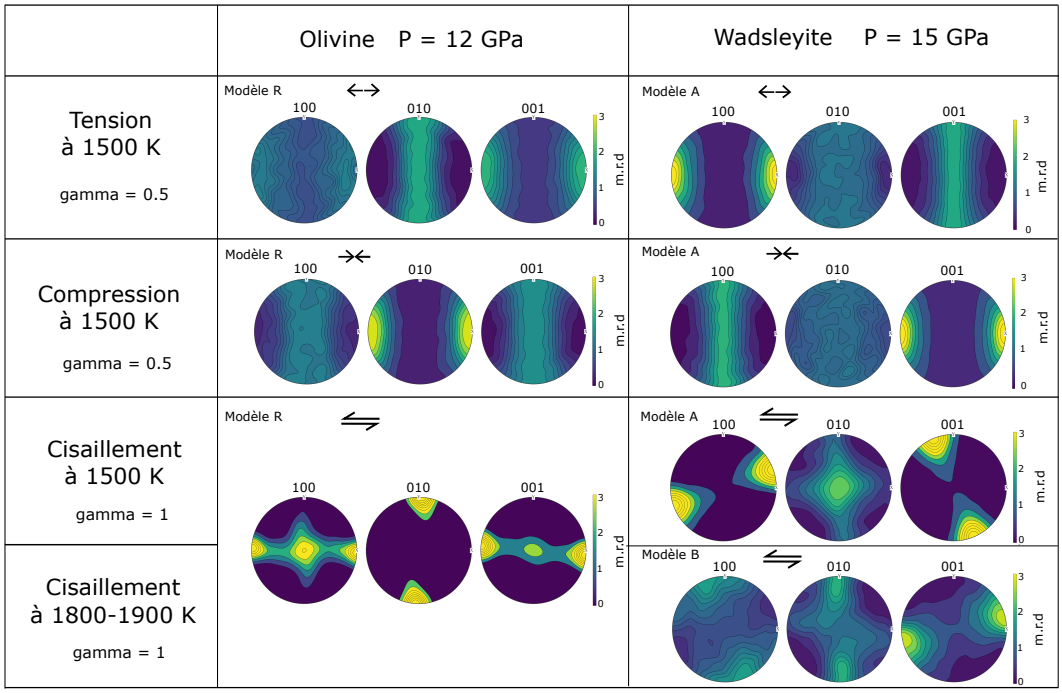

FIGURE 6.1 – Textures dans l'olivine et la wadsleyite dans différentes conditions de température et déformation. Le modèle de déformation (i.e. les combinaisons de systèmes de glissement actifs) et la nature de la déformation (compression, tension ou cisaillement) sont indiqués pour chaque texture. Les couleurs correspondent à la probabilité des orientations, exprimées en multiple d'une distribution uniforme (m.r.d. pour multiple of a random distribution)

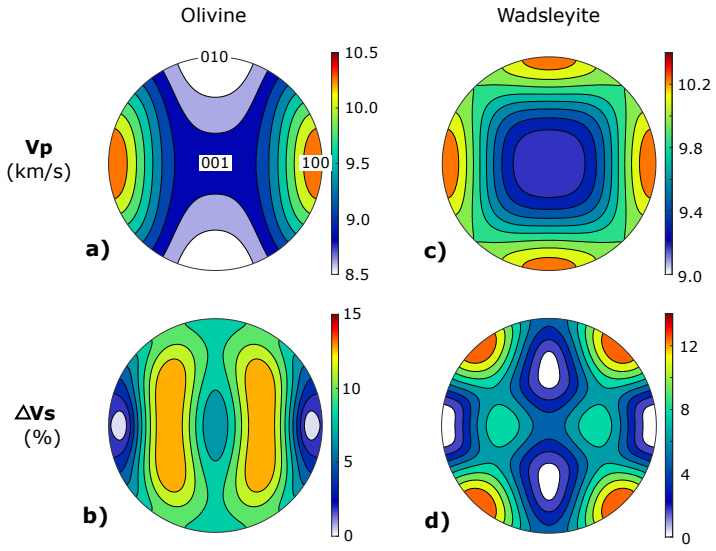

FIGURE 6.2 – Dépendance de la vitesse des ondes P (a, c) et déphasage des ondes S (b, d) dans un monocristal d'olivine (a, b) et de wadsleyite (c, d) résultant des constantes élastiques données par ZHANG, BASS et SCHMANDT (2018) pour l'olivine à 1500 K et 12 GPa et par ZHOU et al. (2020) pour la wadsleyite à 1500 K et 15 GPa.

de la pression, de la teneur en eau et de la composition des cristaux. Cette dépendance a été étudiée dans la wadsleyite par ZHOU et al. (2021). En plus de cette étude, W. Zhou nous a communiqué des constantes élastiques encore non publiées pour la wadsleyite de composition San Carlos légèrement hydratée à 15 GPa à des températures de 1500, 1700, 1800 et 1900 K, extrapolées à partir de mesures expérimentales à haute pression et haute température (ZHOU et al. (2020) ; Tableau 5.3). L'anisotropie sismique du monocristal résultant de ces constantes élastiques à 15 GPa et 1500 K est présentée dans la figure 6.2.b, c. Pour l'olivine, ZHANG, BASS et SCHMANDT (2018) ont proposé une relation simple permettant de décrire l'évolution des constantes élastiques d'un monocristal d'olivine en fonction de la pression et de la température. Nous utilisons cette relation pour calculer chacune des constantes élastiques aux conditions voulues pour nos modèles (Tableau 5.3). L'anisotropie sismique dans le monocristal résultant de ces constantes élastiques est illustrée dans la figure 6.2.a, b.

Nous utilisons ces deux sources d'information pour calculer l'anisotropie sismique produite par les polycristaux texturés à différentes températures. L'anisotropie sismique produite par les textures présentées dans la figure 6.1 sont présentées dans la figure 6.3.

Pour la tension à 1500 K, l'olivine et la wadsleyite donnent des anisotropies sismiques similaires, avec une anisotropie des ondes S atteignant 1,62% pour l'olivine et 2,60% pour la wadsleyite dans le plan normal à la direction de tension, et une anisotropie des ondes P de ≈2,5% avec une direction de propagation rapide dans la direction de tension. En compression à 1500 K, dans l'olivine et la wadsleyite l'anisotropie des ondes S est marquée (≈ 2,5%) et maximale dans le plan normal à la compression, et l'anisotropie des ondes P atteint 3-4% avec une direction de propagation rapide normale à la direction de compression. En cisaillement à 1500 K, l'olivine donne une anisotropie des ondes S atteignant 6,56%, et maximale dans le plan de cisaillement, à 45° de la direction de cisaillement, et une anisotropie des ondes P de 8,85% avec une direction de propagation rapide dans le plan de cisaillement dans la direction normale à la direction de cisaillement. L'anisotropie produite par le cisaillement de l'olivine à 1800 et 1900 K est sensiblement la même que celle observée à 1500 K, avec une légère diminution de l'intensité de l'anisotropie sismique pour les ondes P et une faible augmentation pour les ondes S lorsque la température augmente. A 1500 K, le cisaillement dans la wadsleyite donne une anisotropie des ondes S atteignant 4,89%, et maximale dans la direction normale à la direction de cisaillement, étalée dans le plan de cisaillement, et une anisotropie des ondes P de 5,84% avec une direction de propagation rapide presque parallèle à la direction de cisaillement. A plus haute température (1800 et 1900 K), le modèle de glissement des dislocations dominant dans la wadsleyite change (cf. chapitre 5), et donne une anisotropie sismique différente. En cisaillement à 1800 et 1900 K dans la wadsleyite, l'anisotropie des ondes S atteint 1,85% et est maximale dans la direction normale à la direction de cisaillement dans le plan de cisaillement. L'anisotropie des ondes P est de ≈ 3,5% avec une direction de propagation rapide normale au plan de cisaillement.

A travers ces calculs, il est clair que l'anisotropie sismique dans la wadelyite et l'olivine sont généralement différentes, et varient aussi avec le contexte. L'effet de la température est importante quand elle correspond à un changement de modèle de glissement des dislocations. Lorsqu'elle n'affecte que l'élasticité du cristal, cependant, la température ne change pas la géométrie de l'anisotropie et en change assez peu l'intensité.

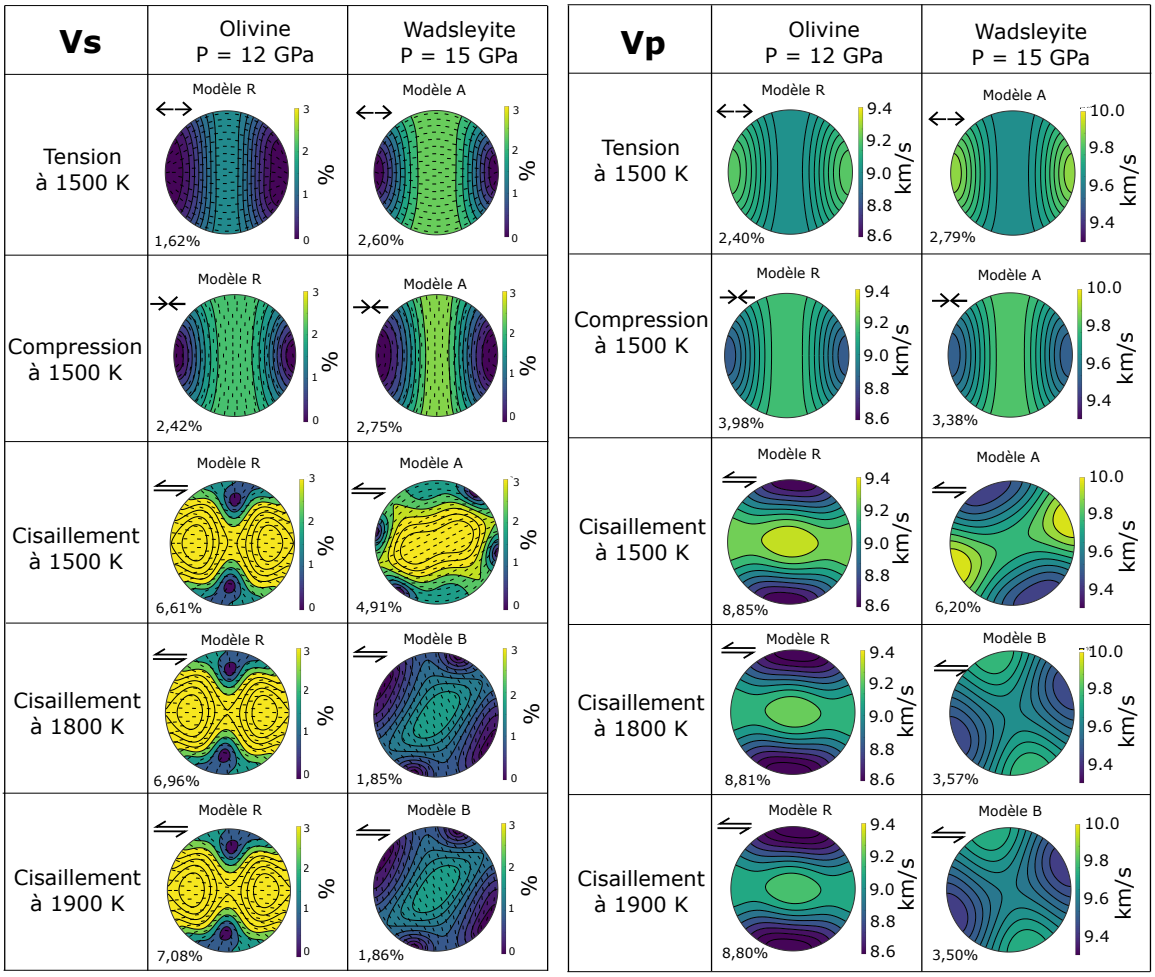

FIGURE 6.3 – Anisotropies sismiques calculées à partir des textures présentées dans la figure 6.1 en utilisant les constantes élastiques à haute température de chacune des phases (5.3). Tableau de gauche : déphasage des ondes S dans l'olivine et la wadsleyite dans différentes conditions de température et de déformation. Tableau de droite : dépendance de la vitesse des ondes P à la direction de propagation dans l'olivine et la wadsleyite dans différentes conditions de température et de déformation. Les tirets surimposés sur les figures d'anisotropies des ondes S représentent la polarisation des ondes S rapides.

6.3 Modélisation de l'anisotropie sismique dans différents scenarii

Dans cette section, je modélise le signal sismique qu'on pourrait attendre dans différentes régions du manteau, autour de la discontinuité à 410 km de profondeur, en fonction des conditions de déformation, de pression et de température subies par les roches. Pour cela, j'utilise les résultats du chapitre précédent, basés sur la minéralogie expérimentale, auxquels j'applique les conditions estimées dans le manteau.

Je présente ici deux exemples de ces simulations, i) pour une zone de subduction et ii) pour une zone autour d'un panache mantellique.

6.3.1 Exemple d'une zone de subduction

Les zones de subduction sont des structures géodynamiques complexes dans lesquels on trouve de grandes variations de température et de régime tectonique (i.e. de géométrie de déformation). Nous simplifions ici cette zone de subduction en utilisant une température de 1500 K dans la plaque lithosphérique plongeante, de 1700 K dans le manteau autour de la plaque au-dessus de 410 km et 1800 K dans le manteau autour de la plaque en-dessous de 410 km.

De nombreuses études proposent des mouvements complexes du manteau sous la plaque subduite, résultats de la dynamique de la zone de subduction et souvent spécifiques à chaque zone de subduction (Billen, 2008 ; Lynner et Long, 2015 ; Yoshida, 2017 ; Menant et al., 2016 ; Faccenda et Capitanio, 2012). Nous voulons ici rester dans un cas simple et général, c'est pourquoi nous choisissons de considérer seulement du cisaillement à proximité des bords de la plaque plongeante, correspondant à la résistance visqueuse du manteau ambiant. A l'intérieur de la plaque subduite, deux régimes tectoniques sont proposés dans la littérature : de la tension et de la compression (Spence, 1987 ; Christova et Scholz, 2003 ; Carminati et Petricca, 2010). Le régime en tension est dû à l'enfoncement de la plaque subduite sous son propre poids. C'est donc un phénomène général qui s'applique à toutes les plaques plongeantes. Le régime en compression est le résultat de la résistance du manteau environnant à la pénétration de la plaque, et la distribution de ce régime compressif dans la plaque pourrait être com-

plexe. Toujours dans l'idée de présenter un modèle simple et général, nous choisissons de nous contenter du cas où la tension est dominante dans la plaque subduite.

Dans le manteau normal sous une plaque lithosphérique en subduction

Le manteau normal en dessous de la plaque en subduction subi donc une déformation en cisaillement parallèlement aux bords de la plaque plongeante. Au-dessus de la discontinuité à 410 km, la température est d'environ 1700 K dans l'olivine. La texture simulée pour un agrégat d'olivine dans ces conditions est présentée dans la figure 6.4.a., accompagnée de l'anisotropie sismique qu'elle produit. Les axes [100] et [001] de l'olivine s'orientent alors préférentiellement dans le plan de cisaillement, c'est à dire, ici, dans un plan parallèle à la fosse de subduction penché à 45°. L'orientation préférentielle de l'axe [010] est normal à ce même plan. Cette texture de l'olivine donne une anisotropie sismique importante avec 8,82% d'anisotropie des ondes P et une direction rapide pour les ondes P normale à la direction de cisaillement, dans le plan de cisaillement (donc parallèle à la fosse de subduction). L'anisotropie des ondes S monte jusqu'à 6,84% et est maximale dans le plan de cisaillement, donc dans le plan de subduction.

Dans la même région, en dessous de la discontinuité, la température dans la partie supérieure de la MTZ est d'environ 1800 K. Le modèle de glissement des dislocations dans la wadsleyite approprié à ces conditions est le modèle B. Le résultat de la simulation de la texture à ces conditions et le signal sismique associé sont présentés dans la figure 6.4.b. Dans ces conditions, l'axe [001] de la wadsleyite s'aligne à faible angle de la direction de cisaillement et les axes [100] et [010] s'alignent, plus faiblement, dans la direction normale à la direction de cisaillement. L'anisotropie sismique produite par cette texture de la wadsleyite est nettement plus faible que celle observée dans l'olivine au-dessus de la discontinuité. L'anisotropie des ondes P est de 3,57% avec une direction rapide presque normale à la direction de cisaillement. L'anisotropie des ondes S atteint 1,85% et est maximale dans la direction normale à la direction de cisaillement, dans le plan de cisaillement.

L'anisotropie sismique change donc d'intensité d'un côté de la discontinuité à l'autre, mais c'est aussi le cas de la géométrie de l'anisotropie. On passe d'une anisotropie forte avec des maximums d'anisotropie dirigées dans le plan de subduction au-dessus de la discontinuité à une anisotropie plus faible dont la direction rapide des ondes P est

normale au plan de subduction, en dessous de la discontinuité.

Dans la plaque lithosphérique en subduction

A l'intérieur de la plaque lithosphérique plongeante, la température est plus basse que dans le manteau environnant, autour de 1500 K et en dessous. Nous choisissons de présenter ici le cas où la tension est dominante dans la plaque.

A 1500 K et dans des conditions de tension dans la plaque lithosphérique plongeante, l'olivine devrait acquérir une texture avec l'axe [001] et, plus faiblement, l'axe [100] avec une orientation préférentielle dans la direction de tension, c'est à dire dans le plan de la plaque. L'axe [010] est alors orienté dans le plan normal à la direction de tension, donc le plan normal à la plaque plongeante (Fig. 6.4.c.). Le signal sismique induit par cette texture donne une anisotropie sismique significative. L'anisotropie de vitesse des ondes P est 2,40% et le maximum de vitesse est dirigé dans la direction de tension. L'anisotropie des ondes S atteint 1,62% et la direction où cette anisotropie est maximale est distribuée dans le plan normal à la direction de tension.

A 1500 K, nous choisissons le modèle A comme modèle de glissement des dislocations dans la wadsleyite. Pour une tension dans la plaque lithosphérique avec un plongement à 45°, la wadsleyite acquière une texture avec un axe [100] préférentiellement orienté dans la direction de tension, un axe [001] orienté dans le plan normal à la direction de tension et un axe [010] avec une orientation préférentielle moins claire (Fig. 6.4.c.). Le maximum d'anisotropie de vitesse des ondes P produite par cette texture est de 2,79% et montre une direction rapide pour les ondes P orientée dans la direction de tension, c'est à dire dans la direction de déplacement de la plaque lithosphérique. L'anisotropie des ondes S atteint 2,60%, et est maximale dans un plan normal à la direction de tension.

Ainsi, à l'intérieur de la plaque lithosphérique plongeante, les anisotropies sismiques produites par la déformation plastique de l'olivine et de la wadsleyite sont donc faibles mais mesurables (2-3%), excepté l'anisotropie des ondes S dans l'olivine qui est inférieure à 2%. Cependant, la géométrie des anisotropies sismiques dans l'olivine et dans la wadsleyite sont très similaires, et il pourrait être difficile de mesurer la différence. L'anisotropie sismique ne change donc pas significativement au-dessus et en-dessous de la discontinuité pour les ondes P, mais devient plus faible en dessous de la discontinuité pour les ondes S.

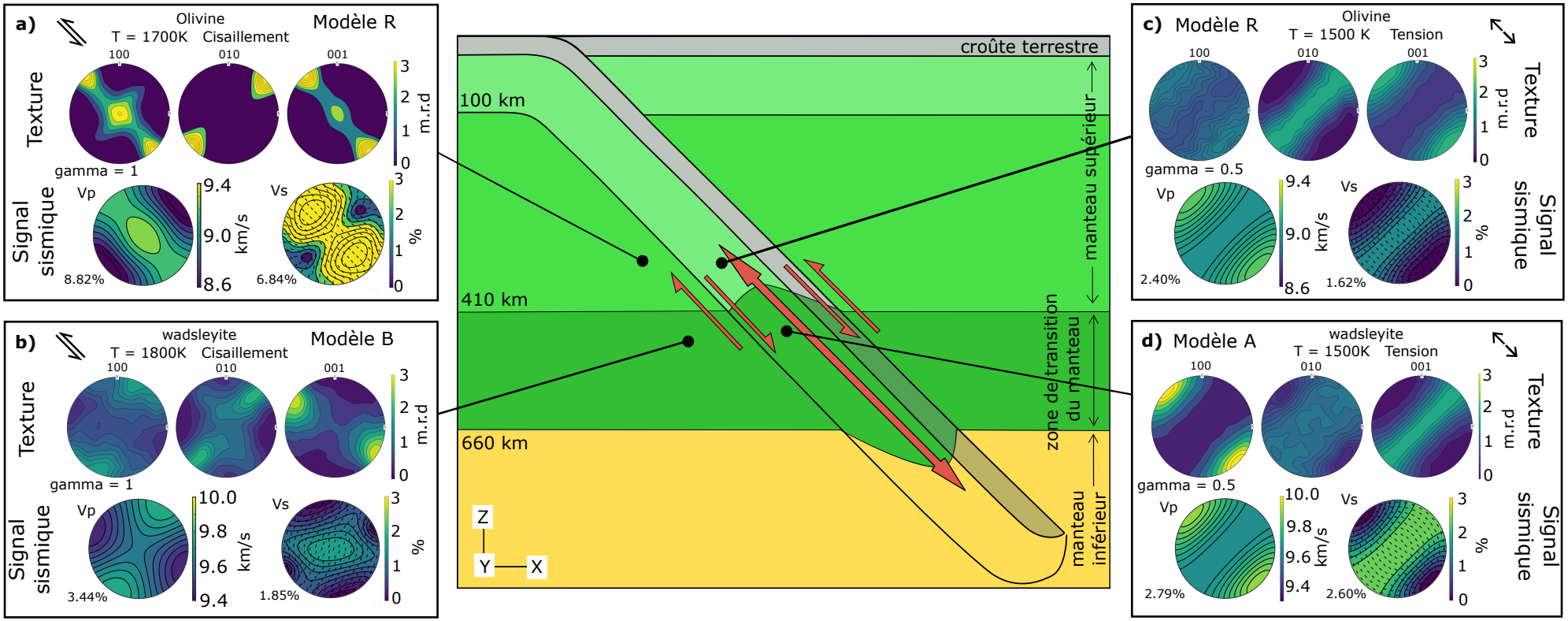

FIGURE 6.4 – Modélisation de la texture et l'anisotropie sismique attendues dans une zone de subduction, en considérant de la tension dans les roches de la plaque lithosphérique en subduction et du cisaillement sur les bords du panneau plongeant et dans le manteau environnant. 'Modèle R' correspond au modèle de déformation par glissement des dislocations dans l'olivine décrit par RATERRON et al. (2014), 'Modèles A' et 'Modèle B' correspondent aux modèles de déformation plastique par glissement des dislocations décrits au chapitre 5. Les pourcentages indiqués en bas à gauche des figures d'anisotropie sismiques sont les maximum d'anisotropie pour les ondes P et S, respectivement. Les tirets surimposés sur les figures d'anisotropie sismique des ondes S représentent la polarisation des ondes S rapides.

6.3.2 Exemple d'un panache mantellique

Un panache mantellique correspond à une remontée de matériaux chauds venant de couches profondes de la Terre. Nous considérons ici une chimie et une minéralogie dans le panache similaire à celle du manteau environnant. La température dans ce type de structures est estimée égale ou supérieure à 1900 K. Les roches dans le panache ainsi que les roches du manteau environnant subissent un cisaillement vertical du fait du mouvement ascendant des roches du panache et de la résistance des roches environnantes.

A l'intérieur du panache

Dans un panache mantellique, les roches subissent un cisaillement vertical parallèle aux bords du cylindre que forme le panache.

Au-dessus de la discontinuité à 410 km de profondeur, la texture qui résulte de ces conditions de déformation dans l'olivine montre des axes [100] et [001] préférentiellement alignés dans la direction de cisaillement, avec un second maximum pour l'axe [100] dans le plan normal à la direction de cisaillement (Fig. 6.5.a.). L'axe [010] est concentré dans le plan normal à la direction de cisaillement. Le maximum d'anisotropie des ondes P produit par cette texture est de 3,30% avec une direction rapide dans la direction de cisaillement. L'anisotropie des ondes S ne dépasse pas les 2% et est maximale dans des orientations dirigées à 45° de la direction de cisaillement.

Pour la wadsleyite à ces conditions, le modèle de glissement des dislocations dominant est le modèle B et la texture qui en résulte montre un axe [001] aligné dans la direction de cisaillement et les axes [100] et [010] orientés dans le plan normal à la direction de cisaillement (Fig. 6.5.b.). Cette texture est cependant très peu marquée, avec un maximum de 2 m.r.d. L'anisotropie sismique produite par le polycristal est donc aussi de faible intensité. L'anisotropie des ondes P est de 1,99% avec une direction rapide dans le plan normal à la direction de cisaillement. L'anisotropie des ondes S atteint 0,98% avec une géométrie similaire.

Ainsi, à l'intérieur du panache mantellique, l'anisotropie sismique sera différente au-dessus et en dessous de la discontinuité. Elle passera d'une anisotropie faible avec des directions rapides dans le plan normal à la direction de cisaillement dans la wadsleyite, à une anisotropie plus marquée pour l'olivine, avec des axes rapides parallèles ou à 45°

de la direction de cisaillement.

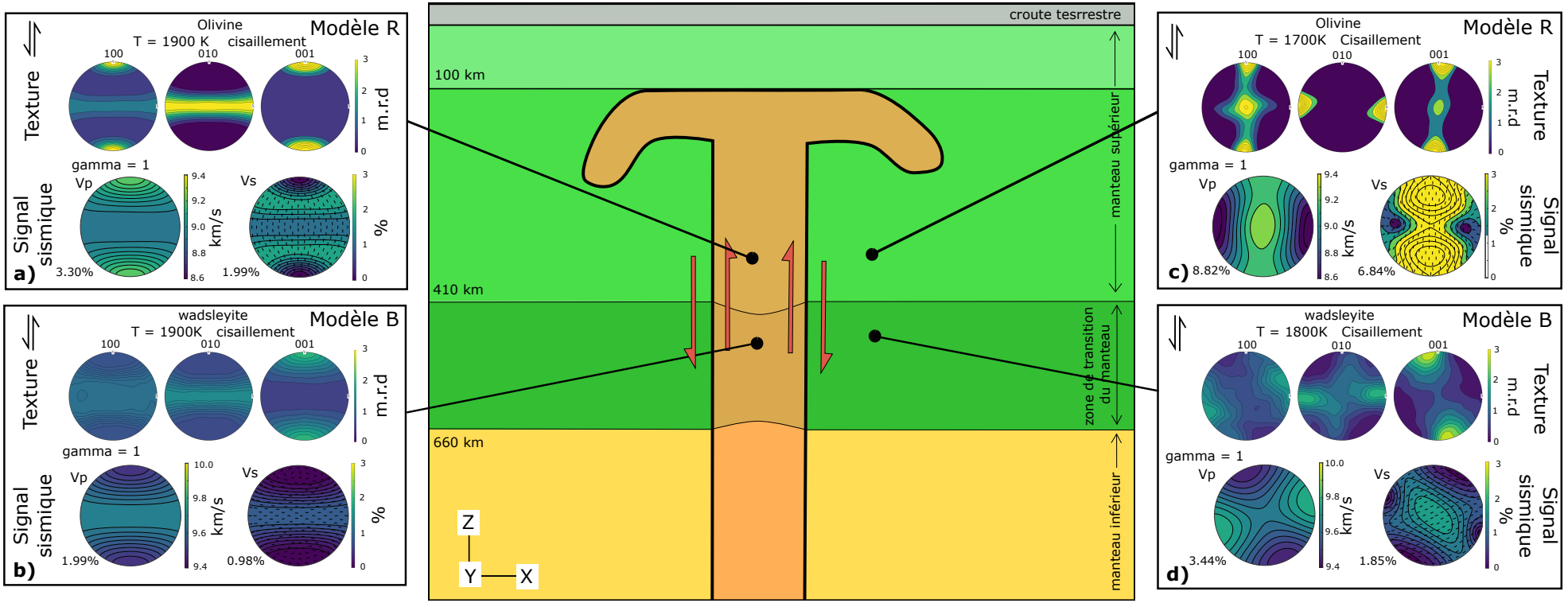

FIGURE 6.5 – Modélisation de la texture et de l'anisotropie sismique attendues dans une zone d'ascension d'un panache mantellique. La déformation se fait sous la forme d'un cisaillement vertical en 'tube' dans le panache et dans le manteau environnant. 'Modèle R' correspond au modèle de déformation par glissement des dislocations dans l'olivine décrit par RATERRON et al. (2014), 'Modèles A' et 'Modèle B' correspondent aux modèles de déformation plastique par glissement des dislocations décrits au chapitre 5. Les tirets en surimposition sur les figures d'anisotropie des ondes S représentent la polarisation des ondes S rapides.

Dans le manteau normal autour du panache

Les roches à proximité d'un panache mantellique subissent un cisaillement vertical, causé par la remontée des roches du panache.

Au-dessus de la discontinuité à 410 km de profondeur, la température avoisine les 1700 K et l'olivine acquière une texture avec les axes [100] et [001] orientés dans le plan vertical (qui est aussi le plan de cisaillement) et l'axe [010] normal à ce plan (Fig. 6.5.c.). Cette texture produit une forte anisotropie sismique. L'anisotropie des ondes P atteint les 8,82% avec une direction de propagation rapide dans le plan horizontal et un maximum normal à la direction de cisaillement. L'anisotropie des ondes S est aussi importante, atteignant 6,84%, et est maximale dans le plan vertical, à 45° du plan de cisaillement.

En dessous de 410 km de profondeur, la wadsleyite subi une température de 1800 K. La texture produite par le cisaillement vertical suivant le modèle B aligne l'axe [001] avec la direction de cisaillement, verticale, et les axes [100] et [010] perpendiculairement au plan de cisaillement. Cette texture est assez peu marquée, avec un maximum de 3 m.r.d pour l'axe [001] et 2 m.r.d ou moins pour les axes [100] et [010] (Fig. 6.5.d.). De même, l'anisotropie résultant de cette texture est moins marquée que pour l'olivine. L'anisotropie des ondes P est de 3,44% avec un maximum dans la direction normale au plan de cisaillement, et l'anisotropie des ondes S reste sous les 2%, et est maximale dans la direction normale à la direction de cisaillement, dans le plan de cisaillement.

Ainsi, dans ce contexte géodynamique, notre modèle prédit une importante différence entre la texture, et donc l'anisotropie sismique, des roches du manteau normal au-dessus et en dessous de la discontinuité à 410 km de profondeur. Nos résultats montrent que l'olivine du manteau supérieur devrait avoir une forte anisotropie, avec des maximum dirigés dans le plan vertical, alors que la wadsleyite de la MTZ aurait une anisotropie faible avec des maximums dans le plan horizontal. La sismologie devrait donc pouvoir détecter la différence d'anisotropie entre les deux couches.

6.4 Implications pour le manteau

6.4.1 Evaluation critique de nos modèles simplifiés du manteau

Les modèles géodynamiques que nous utilisons ici sont très simplifiés et peut-être ne rendent pas correctement compte de la complexité des structures du manteau.

Premièrement, les températures utilisées sont des estimations grossières de celles attendues dans les différentes zones du manteau, mais ce paramètre nous sert principalement à choisir le modèle de glissement des dislocations dans la wadsleyite (limite entre les modèles A et B entre 1700 K et 1800 K pour des échantillons légèrement hydratés) et les constantes élastiques utilisées dans le calcul de l'anisotropie sismique. Le modèle de glissement des dislocations, en effet, change fortement la texture et l'anisotropie sismique de la wadsleyite (Fig. 6.3) et il est important pour nos modélisations de déterminer le modèle de glissement pertinent. La figure 6.3 (cisaillement à 1500 K, 1800 K, 1900 K pour l'olivine et à 1800 K, 1900 K pour la wadsleyite) montre cependant que l'effet de la température au travers des constantes élastiques n'affecte pas fortement l'anisotropie sismique calculée, et que l'approximation de la température dans nos modèles ne remet pas en cause nos résultats.

Deuxièmement, nous avons choisi de présenter des modèles avec un manteau pauvre en eau, ce qui se traduit dans nos textures par l'utilisation du modèle B pour la wadsleyite à haute température. Ce choix a été motivé par les données expérimentales sur lesquelles nous avons basé nos modèles de glissement des dislocations dans le chapitre précédent. En effet, à basse température, les textures expérimentales dans la wadsleyite disponibles dans la littérature ne nous permettent pas de trancher clairement sur les systèmes de glissement actifs dans la wadsleyite riche en eau. De nouvelles données expérimentales seraient nécessaires pour mieux contraindre ce domaine de la carte de déformation de la wadsleyite. De plus, le degré d'hydratation dans le manteau est encore discuté dans la littérature, ce qui rend difficile la détermination de ce paramètre dans nos modèles.

Ensuite, dans notre modèle de la plaque lithosphérique en subduction nous avons considéré un régime tectonique de tension dominante. Les modèles géodynamiques sont assez divisés sur le régime tectonique dominant dans la plaque en subduction (Spence,

1987 ; Christova et Scholz, 2003 ; Carminati et Petricca, 2010), qui pourrait aussi dépendre des conditions de la subduction. Nous avons choisi ici de représenter le cas simple où le régime tectonique dans la plaque en subduction est dominé par la traction de la plaque plongeante par son propre poids (Heuret, 2005). De même, le régime tectonique sous la plaque en subduction dans notre modèle est simplifiée à du cisaillement des roches du manteau normal parallèlement à la surface de la plaque plongeante (Heuret, 2005). De nombreuses études proposent un fluage du manteau plus complexe (e.g. Billen (2008), Lynner et Long (2015) et Yoshida (2017)), notamment dans le cas d'un retrait de la fosse de subduction (e.g.Menant et al. (2016) et Faccenda et Capitanio (2012). Pour prendre en compte cette complexité des mouvements des roches dans le manteau, il faudrait une méthode de modélisation plus puissante et automatisée que MTEX dans MATLAB. Ce n'est pas l'objectif de cette thèse. Ici, nous cherchons à proposer des résultats de minéralogie expérimentale qui pourraient être utiles aux modélistes et à l'interprétation des observations sismiques. Ce chapitre propose seulement une première application de ces résultats aux modèles géodynamiques pour permettre une comparaison de nos données expérimentales aux observations sismiques.

De la même façon, dans le cas d'un panache mantellique, nous avons simplifié la structure à un tube de matière ascendante chaude subissant un cisaillement vertical dû à la résistance visqueuse des roches du manteau environnant. Comme nous l'avons évoqué plus tôt, les panaches mantelliques sont des structures encore assez mal résolues par la sismologie, tout comme la déformation qui leur est associée. Nous présentons ici une première estimation de l'anisotropie sismique produite par ces structures telles que nous les imaginons aujourd'hui, comme base de comparaison avec les mesures sismiques.

Enfin, dans nos modèles, nous considérons uniquement les textures et anisotropies sismiques résultant de la déformation de la phase majeure de chacune des enveloppes étudiées, l'olivine pour le manteau supérieur et la wadsleyite pour la partie supérieure de la MTZ. En effet, nos résultats de minéralogie expérimentale se concentrent sur la déformation de la wadsleyite et la transformation de l'olivine en wadsleyite autour de 410 km de profondeur. Les autres phases, qui sont principalement des pyroxènes et des grenats, semblent moins susceptibles de jouer un rôle dans l'anisotropie sismique globale. Les pyroxènes sont fortement anisotropes (Mainprice, Barruol et Ismaïl, 2000) mais ne sont présents qu'en faible quantité dans le manteau supérieur (10-15%,

voir Fig. 1.3). Les grenats, présents en plus grande quantité dans le manteau supérieur et la MTZ (Fig. 1.3), ont cependant une anisotropie plus faible que la wadsleyite et l'olivine (Mainprice, Barruol et Ismaïl, 2000). Ainsi, la prise en compte de leur contribution à l'anisotropie globale de la roche tendrait à diluer le signal.

Finalement, les modèles que je présente ici mériteraient de nombreuses améliorations pour s'approcher au mieux de la réalité, mais les paramètres géodynamiques (pression, température et déformation) sont globalement respectés. Pour cette thèse, ces modèles sont suffisants pour une première comparaison entre nos résultats de minéralogie expérimentale et les observations sismiques.

6.4.2 Anisotropie sismique : modèles vs. observations

Les modèles présentés dans la section 6.3 montrent que la déformation par glissement des dislocations dans l'olivine et la wadsleyite produit une anisotropie sismique importante (>=2%) dans la plupart des contextes géodynamiques explorés. A part dans le cas du cisaillement vertical de la wadsleyite dans un panache mantellique, l'anisotropie de vitesse des ondes P dans nos modèles (manteau supérieur et MTZ) est supérieur à 2% et devrait donc être détectable par la sismologie. L'anisotropie des ondes S est moins prononcée. Elle est généralement limitée à 2% ou moins, et dépasse les 3% seulement dans l'olivine en condition de cisaillement. Ces anisotropies sismiques généralement marquées sont aussi accompagnées de changements significatifs de géométrie de l'anisotropie sismique en fonction des conditions.

Ainsi, ces modèles prévoient une anisotropie sismique très différente entre l'olivine et la wadsleyite dans un manteau normal autour d'une plaque lithosphérique plongeante. A l'intérieur de la plaque plongeante, au contraire, les anisotropies sismiques dans l'olivine et la wadsleyite sont similaires, en intensité et par leur géométrie. Dans le cas d'un manteau normal autour d'un panache, on retrouve une forte différence entre anisotropie sismique dans la wadsleyite et dans l'olivine. A l'intérieur d'un panache, l'anisotropie sismique dans l'olivine et la wadsleyite a une géométrie similaire mais des intensités différentes.

A partir de ces modélisations, nous pouvons maintenant comparer nos résultats avec les observations de sismologie.

Dans le manteau sous-jacent à la plaque en subduction

Comme nous l'avons résumé dans la partie 1.3.1, l'anisotropie sismique dans le manteau sous-jacent à la plaque lithosphérique en subduction dans les zones de subduction est complexe et différentes intensités et géométries de l'anisotropie sont rapportées dans la littérature (Foley et Long, 2011 ; Mohiuddin, Long et Lynner, 2015 ; Nowacki et al., 2015 ; Walpole et al., 2017 ; Huang et al., 2019).

En particulier, dans la zone de subduction des Tonga, Foley et Long (2011) trouvent un déphasage des ondes S sous la plaque subduite, dans le manteau supérieur comme dans la MTZ. Cette étude mesure un maximum d'anisotropie des ondes S dirigé parallèlement ou à faible angle de la fosse de subduction, que ce soit dans le manteau supérieur ou dans la MTZ, avec une anisotropie dans la MTZ plus faible que dans le manteau supérieur. Cette observation est cohérente avec nos modèles (Fig. 6.4a, b.), ce qui suggérerait que l'anisotropie mesurée dans cette étude peut être expliquée par la déformation par glissement des dislocations dans l'olivine et la wadsleyite du manteau.

Cependant, d'autres études de sismologie utilisant le déphasage des ondes S dans le manteau sous des plaques lithosphériques en subduction (Mohiuddin, Long et Lynner, 2015 ; Nowacki et al., 2015 ; Walpole et al., 2017 ; Huang et al., 2019) montrent que l'anisotropie sismique du manteau dans la zone de transition peut être différente de celle mesurée par Foley et Long (2011), et généralement plus complexe. Ils observent systématiquement de l'anisotropie dans la zone de transition mais l'intensité et la géométrie de cette anisotropie varient entre les différentes zones de subduction (voir dans une même zone de subduction), qui ont des contextes géodynamiques parfois très différents (migration de la plaque plongeante, stagnation de la plaque plongeante à 660 km, vitesse de subduction). Des modèles géodynamiques plus précis et complets que celui que j'utilise ici seraient donc nécessaires pour interpréter ces variations dans les observations sismiques en terme de déformation plastique de la wadsleyite.

Dans la plaque en subduction

Les données de sismologie à l'intérieur de plaques lithosphériques subduites sont plus rares, à cause de la faible épaisseur des plaques lithosphériques par rapport à la résolution des ondes sismiques qui ne permet pas toujours d'isoler l'anisotropie à

l'intérieur de la plaque.

Eakin et al. (2016) ont réussi à sonder la plaque lithosphérique de Nazca entre 200 et 400 km de profondeur par déphasage des ondes S et rapportent une anisotropie atteignant 3-4%, maximale dans le plan parallèle aux faces de la plaque. Les résultats de cette étude sont très différents de nos modèles, qui prédisent une anisotropie sismique modérée dans l'olivine (2,62%) avec un maximum dans le plan normal aux faces de la plaque en subduction. Cette différence pourrait venir du modèle de déformation de l'olivine utilisé dans nos modèles ou bien du régime tectonique en tension que nous avons choisi à l'intérieur de la plaque subduite. Nous n'avons pas étudié en détail la déformation de l'olivine dans cette thèse et n'avons peut-être pas choisi le modèle de déformation de l'olivine le plus pertinent dans une plaque en subduction. Une étude bibliographique plus approfondie de la déformation de l'olivine et du régime tectonique dans la plaque subduite seraient nécessaires pour aller plus loin dans la comparaison entre nos résultats et les observations sismiques. De même, nous n'avons trouvé que l'étude de Eakin et al. (2016) pour l'anisotropie sismique dans une plaque en subduction, et d'autres études pourraient apporter des observations différentes.

Dans et autour d'un panache mantellique

A ce jour, l'anisotropie sismique dans les panaches mantelliques est assez peu contrainte. La sismologie, en effet, est encore au stade de l'identification de ces structures mantelliques par le biais des perturbations de vitesses des ondes sismiques (e.g. Keyser, Ritter et Jordan, 2002 ; Forte et al., 2010 ; Civiero et al., 2019). La difficulté à détecter les panaches mantelliques vient du faible contraste des matériaux qui les composent avec les roches du manteau. Les roches du panache mantellique pourraient avoir une composition différente de celle des roches du manteau environnant (Hauri, 1996 ; Gibson et al., 2005), mais la différence de température entre le manteau normal et le panache n'est pas assez marquée pour que ses contours soient nettement visibles par les ondes sismiques (e.g. Keyser, Ritter et Jordan (2002) et Civiero et al. (2019)). Une autre difficulté est la taille des panaches mantelliques. La zone de Fresnel, i.e. la zone qu'échantillonne les ondes sismiques, est de l'ordre de la centaine de kilomètres pour les ondes P et S (Eaton, Stewart et Harrison, 1991 ; Rümpker et Ryberg, 2000). Les structures de grande taille, par exemple les LLSVP (e.g. Garnero

et McNamara (2008)), sont donc assez bien identifiées par la sismologie alors que la résolution n'est pas suffisante pour caractériser avec précision les structures plus petites comme les panaches du manteau supérieur, qui pourraient ne pas dépasser les 100 km de diamètre (Keyser, Ritter et Jordan, 2002).

Huang et al. (2019) ont rapporté une mesure d'anisotropie sismique dans le manteau supérieur et la MTZ sous Hawaï. Ils trouvent $\approx 3\%$ d'anisotropie sismique dans la MTZ avec un maximum d'anisotropie orientée sud-ouest. Cependant la résolution de ces mesures n'est pas assez bonne et les incertitudes trop importantes pour que les mesures soient fiables. Ainsi, nous n'avons pour le moment pas de mesures d'anisotropie sismique auxquelles comparer notre modèle de panache mantellique.

Nous proposons alors notre modèle comme un outils pour les études d'anisotropie sismique dans une zone de remontée mantellique. A l'intérieur du panache, notre modèle prévoit une anisotropie faible ($<2\%$) dans la wadsleyite de la MTZ avec un maximum d'anisotropie des ondes S et une direction de propagation rapide des ondes P dans le plan horizontal, et une anisotropie plus élevée ($\approx$ 2-3%) dans l'olivine du manteau supérieur, avec une anisotropie des ondes S maximale à 45° de la verticale et une direction rapide verticale pour les ondes P. Autour du panache, notre modèle prévoit une anisotropie modérée ($\approx$ 1,5-3%) dans la wadsleyite de la MTZ avec une anisotropie des ondes S maximale et une direction de propagation rapide des ondes P dans le plan horizontal, et une anisotropie plus marquée (6-8%) dans l'olivine du manteau supérieur avec une anisotropie des ondes S maximale et une direction de propagation rapide des ondes P dans le plan vertical.

6.5 Conclusion du chapitre

Avec des techniques de modélisation simples (modèles VPSC et MTEX) nous avons pu simuler les observables sismiques attendus à 410 km de profondeur dans le manteau selon nos résultats de minéralogie expérimentale du chapitre précédent.

A l'intérieur d'une plaque en subduction, nos modèles estiment que la wadsleyite et l'olivine donneraient une anisotropie sismique similaire, de 2-3% pour les ondes P avec une propagations rapide dans la direction de plongement, et atteignant $\approx 2,6\%$ pour les ondes S, avec un maximum dans le plan normal aux faces de la plaque plon-

geante et parallèle à la fosse de subduction. Dans le manteau ambiant sous la plaque en subduction, les anisotropies dans l'olivine et la wadsleyite sont très différentes d'après nos modèles. L'olivine donne des anisotropies importantes avec des maximum dans le plan parallèle aux bords de la plaque plongeante, alors que la wadsleyite produit des anisotropies modérées avec des maximum dans un plan presque normal aux bords de la plaque plongeante. A l'intérieur d'un panache mantellique, où les roches seraient déformées par du cisaillement horizontal, les anisotropies sismiques de l'olivine et de la wadsleyite seraient aussi différentes. L'olivine donneraient une anisotropie modérée avec des maximum alignés avec la verticale ou à 45° de la verticale alors que la wadsleyite produirait une anisotropie faible avec des maximum dans le plan horizontal. Dans le manteau ambiant autour du panache, notre modèle propose à nouveau des anisotropies sismiques très différentes dans l'olivine et la wadsleyite. L'olivine produirait une anisotropie forte avec des maximum dans un plan vertical parallèle au bord du panache et la wadsleyite donnerait une anisotropie modérée avec des maximum dans le plan horizontal.

La comparaison de ces résultats de simulation avec les mesures sismiques rapportées dans la littérature permet de discuter nos résultats de minéralogie. En général, l'anisotropie sismique est moins prononcée dans la wadsleyite de la MTZ que dans l'olivine du manteau supérieur de nos modèles, ce qui est cohérent avec les observations sismiques. A l'intérieur de la plaque en subduction, au-dessus de 410 km de profondeur, l'anisotropie sismique dans l'olivine dans notre modèle est différente de celle observée par Eakin et al. (2016), qui rapportent une anisotropie des ondes atteignant 3-4% et maximale dans le plan parallèle aux faces de la plaque plongeante Dans le manteau normal sous la plaque en subduction, l'anisotropie calculée à partir de nos résultats reproduit assez bien certaines données d'anisotropie mesurées en sismologie, comme l'étude de Foley et Long (2011), mais pas toutes. D'autres études de sismologie rapportent des anisotropies très différentes d'une zone de subduction à l'autre, témoignant de la complexité de ces structures géologiques. L'anisotropie sismique dans un panache mantellique n'est pas encore clairement mesurée par la sismologie. Nous ne pouvons pour le moment que proposer notre modèle issu des résultats de minéralogie expérimentale.

Nos modèles, très simples et généraux, ont cependant plusieurs limitations. Tout d'abord, les paramètres utilisés dans nos modèles (pression, température, régime tec-

tonique, teneur en eau) sont simplifiés dans cette première approche de modélisation. Particulièrement, la complexité des mouvements de matière dans le manteau ambiant sous une plaque en subduction et la spécificité de ces mouvements de matière à chaque zone de subduction ne nous a pas permis de construire un modèle précis de ce contexte géodynamique. Ensuite, les modèles de glissement des dislocations dans l'olivine n'étant pas le sujet de cette thèse, nous nous sommes appuyés sur la littérature pour choisir un des nombreux modèles proposés pour l'olivine et n'avons pas pris en compte les possibles changements de systèmes de glissement dans l'olivine en fonction de la pression et la température. Enfin, la comparaison entre nos simulations et les données de sismologie repose sur peu d'études de sismologie. Par exemple, pour l'anisotropie sismique à l'intérieur d'une plaque plongeante, nous n'avons trouvé pour le moment qu'une seule étude de sismologie. Ainsi, ces premiers essais de modélisations méritent d'être approfondis, que ce soit sur le plan de la définition des modèles ou sur celui de la recherche bibliographique pour la comparaison de nos résultats aux observables sismiques.

Les modèles présentés ici sont des résultats préliminaires, qui seront complétés par des modèles utilisant des contextes géodynamiques supplémentaires. Par exemple, nous prévoyons de proposer un modèle avec un cisaillement horizontal dans le manteau normal. Des méthodes de modélisations plus poussées pourraient aussi nous permettre d'affiner les paramètres de nos modèles.

Conclusion générale

Au cours de ce travail de thèse nous avons exploré les mécanismes de déformation dans certains des minéraux dominants du manteau et les microstructures qui leur sont associées pour interpréter l'anisotropie sismique mesurée dans le manteau terrestre. En effet, identifier les mécanismes de déformation dans les roches en fonction de paramètres comme la température, la pression, la taille de grain ou la teneur en eau nous permet d'estimer le mécanisme de déformation qui sera effectif aux conditions du manteau. La microstructure associée à ce mécanisme de déformation fait ensuite le lien avec les observations sismiques. Ainsi, au travers d'expériences de minéralogie en laboratoire nous avons mis en évidence différents types de microstructures dans des échantillons polycristallins déformés ou transformés à haute pression et haute température.

Le périclase, à des pressions de 1,6-8,3 GPa et des températures jusqu'à 1070 K, se déforme principalement par glissement des dislocations. Ce mécanisme de déformation est accompagné d'un allongement des grains perpendiculairement à la direction de compression, la présence de sous-grains et une orientation préférentielle du réseau cristallin. Cette orientation préférentielle et l'activité des systèmes de glissement des dislocations changent avec l'augmentation de la pression et de la température. A température ambiante, le glissement des dislocations est dominé par le système $\langle 110 \rangle \{110\}$. A plus haute température, le glissement se fait sur les systèmes $\langle 110 \rangle \{100\}$ et $\langle 110 \rangle \{110\}$ avec une activité similaire, la transition entre ces deux comportements dépendant de la pression. A 1270 K, cependant, la microstructure dans les échantillons est très différente. Les grains sont équiaxes, de petite taille, ont des joints de grains généralement à l'équilibre et présentent peu de déformation intracristalline. Cependant certaines jonctions entre les grains sont quadruples, reliques d'un état transitoire du processus de glissement aux joints de grains comme décrit par Ashby et Verrall (1973). Cette microstructure est donc caractéristique d'une déformation par glissement aux joints de grains accommodé par du fluage diffusion (Ashby et Verrall, 1973 ; Maruyama et Hiraga, 2017).

Ainsi, le périclase, qui est le second composant majeur du manteau inférieur et qui est susceptible d'accommoder une grande partie de la déformation dans un agrégat bridgaminite-périclase, peut changer de mécanisme de déformation en fonction de la température, et ce changement de mécanisme de déformation s'accompagne d'un changement important de la microstructure dans l'agrégat. Cette transition, cependant, n'a été observée que dans nos échantillons avec une taille de grains de l'ordre du micromètre. Les études antérieures, réalisées sur des polycristaux avec une taille de grains plus importante, rapportent un fluage dislocation dominant. La transition entre une déformation contrôlée par glissement des dislocations et une déformation dominée par du glissement aux joints de grains reste donc à déterminer plus précisément en tenant compte, par exemple, des effets de la taille des grains, de la pression et de la proportion en fer dans le ferropériclase. Néanmoins, nos résultats impliquent que pour des petites tailles de grains, ce qui pourrait être le cas dans le manteau inférieur, le glissement aux joints de grain est le mécanisme dominant à haute température. Le glissement aux joints de grain accommodé par de la diffusion ne produit pas d'orientation préférentielle, ce qui permettrait d'expliquer l'absence d'anisotropie sismique dans le manteau inférieur. De plus, il permet d'accommoder de grandes déformations sans changement fondamental de la microstructure.

La transformation de l'olivine en wadsleyite à des conditions proches de celles du manteau à 410 km de profondeur (12-20 GPa et 1400-1800 K) dans une cellule à enclumes de diamant avec chauffage laser, produit des échantillons caractérisés par une petite taille de grains (1,66-4,54 μm de rayon équivalent) et une orientation préférentielle. L'orientation préférentielle post-transformation, cependant, ne correspond pas à celle associée à une transformation cohérente, c'est à dire ne dépend pas de l'orientation cristallographique préférentielle de l'olivine parent. Ces observations impliquent que l'orientation préférentielle dans la wadsleyite de la zone de transition du manteau est uniquement le résultat d'une déformation plastique dans cette région et que la transformation de l'olivine en wadsleyite n'est pas une source d'anisotropie dans cette partie du manteau.

La déformation plastique dans la wadsleyite non hydratée dans des conditions proches de celles du manteau à 410 km de profondeur (12-20 GPa et 1400-1770 K) est caractérisée par l'orientation préférentielle de l'axe [100] des grains de wadsleyite dans la

direction de compression et les axes [010] et [001] dans le plan normal à la direction de compression. Des simulations VPSC indiquent que les systèmes de glissement responsables de cette texture sont ⟨111⟩{101}, [001](010) et [100]{0kl}. Nous avons entrepris d'autres simulations VPSC pour tester différentes combinaisons de systèmes de glissement actifs dans la wadsleyite et confronter les textures obtenues aux observations expérimentales décrites dans la littérature. En utilisant les combinaisons de systèmes de glissement qui permettent de reproduire ces textures expérimentales, nous montrons que la température et la teneur en eau changent l'activité des systèmes de glissement dans la wadsleyite. A basse température (<1700 K) et faible teneur en eau, les systèmes ⟨111⟩{101} et [100]{0kl} sont actifs. A haute température (>1800 K) et faible teneur en eau et à basse température dans un échantillon sec, les systèmes ⟨111⟩{101}, [100]{0kl} et [001](010) sont actifs. A haute température et forte teneur en eau, ce sont les systèmes ⟨111⟩{101} et [001](010) qui sont actifs. Ces changements de systèmes de glissement impliquent un changement d'orientation préférentielle dans le polycristal et donc un changement de l'anisotropie sismique de l'agrégat. Les calculs montrent que ces changements d'anisotropie sont suffisamment importants pour être mesurés par la sismologie.

A partir des résultats précédents, nous avons entrepris de calculer l'anisotropie sismique correspondant aux microstructures observées dans les expériences de déformation plastique dans la wadsleyite. En première approche, nous avons considéré deux versions simplifiées de contextes géodynamiques : une zone de subduction et un panache mantellique. Pour modéliser la déformation et l'anisotropie sismique liées à une zone de subduction, nous considérons deux régimes de déformation, une déformation en tension au centre de la plaque dans la direction de plongement, due au poids de la plaque en subduction, et une déformation en cisaillement parallèle aux bords de la plaque, due à la résistance visqueuse du manteau autour de la plaque plongeante. Pour le panache, nous considérons un cisaillement vertical autour d'un tube dans le panache, dû à la résistance visqueuse du manteau, et un cisaillement vertical simple dans le manteau environnant. Les anisotropies que nous simulons ainsi sont cohérentes avec certaines études de sismologie et montrent des différences avec d'autres. Notre analyse reste préliminaire, autant sur le plan de l'analyse de littérature que sur le plan mécanique, mais ce travail ouvre la voie à une caractérisation de la déformation dans la zone de transition par le couplage

entre mesures sismiques et études de minéralogie.

Pour conclure, nous avons déterminé les mécanismes de déformation et transformation à haute pression et haute température dans la wadsleyite et le périclase et avons discuté de l'implication géophysique de nos résultats de minéralogie expérimentale. Ce travail de thèse propose ainsi de nouvelles données de minéralogie sur lesquelles pourrait s'appuyer l'interprétation des observations de sismologie. Certaines questions demeurent, cependant. Nous avons vu que dans le périclase pur avec une petite taille de grains, le mécanisme de déformation dominant change d'un mécanisme dominé par le glissement de dislocations à un mécanisme dominé par le glissement aux joints de grains à 1270 K. Les effets de la pression, de la taille de grains mais aussi de la composition (teneur en fer) sur cette transition ne sont pas encore définis et des études complémentaires seront nécessaires pour déterminer si le glissement aux joints de grain est effectivement le mécanisme de déformation dominant dans le ferropériclase du manteau inférieur. Dans le cas de la déformation de la wadsleyite, nous avons étudié la déformation plastique dans un agrégat monophasé. Dans le manteau, la wadsleyite est dominante et est le minéral le plus anisotrope mais ne représente que 60% en volume de l'assemblage minéralogique. Les autres phases (le grenat et les pyroxènes) pourraient aussi avoir un rôle dans la déformation des roches du manteau et changer la microstructure de l'agrégat. Des études sur des échantillons polyphasés seraient donc utiles pour caractériser plus finement la déformation des roches de la zone de transition. Enfin, nous avons posé les premières pierres d'une étude conjointe de minéralogie et sismologie pour déterminer les régimes de déformation dans la zone de transition, mais ce travail mériterait d'être poursuivi et approfondi.

Bibliographie

Akaogi, M., E. Ito et A. Navrotsky (1989). « Olivine-modified spinel-spinel transitions in the system Mg_2SiO_4-Fe_2SiO_4 : Calorimetric measurements, thermochemical calculation, and geophysical application ». In : *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 94 (B11), p. 15671-15685. ISSN : 01480227. DOI : 10.1029/JB094iB11p15671.

Amodeo, J., P. Carrez et P. Cordier (2012). « Modelling the effect of pressure on the critical shear stress of MgO single crystals ». In : *Philosophical Magazine* 92.12, p. 1523-1541. ISSN : 1478-6435, 1478-6443. DOI : 10.1080/14786435.2011.652689.

Amodeo, J., S. Dancette et L. Delannay (2016). « Atomistically-informed crystal plasticity in MgO polycrystals under pressure ». In : *International Journal of Plasticity* 82, p. 177-191. ISSN : 07496419. DOI : 10.1016/j.ijplas.2016.03.004.

Angel, Ross J., Matteo Alvaro et Javier Gonzalez-Platas (2014). « EosFit7c and a Fortran module (library) for equation of state calculations ». In : *Zeitschrift fÃ¼r Kristallographie - Crystalline Materials* 229.5. ISSN : 2196-7105, 2194-4946. DOI : 10.1515/zkri-2013-1711.

Angel, Ross J., Matteo Alvaro et Fabrizio Nestola (2018). « 40 years of mineral elasticity: a critical review and a new parameterisation of equations of state for mantle olivines and diamond inclusions ». In : *Physics and Chemistry of Minerals* 45.2, p. 95-113. ISSN : 0342-1791, 1432-2021. DOI : 10.1007/s00269-017-0900-7.

Anzellini, S. et al. (2019). « In situ characterization of the high pressure â€“ high temperature melting curve of platinum ». In : *Scientific Reports* 9.1, p. 13034. ISSN : 2045-2322. DOI : 10.1038/s41598-019-49676-y.

Ashby, M.F et R.A Verrall (1973). « Diffusion-accommodated flow and superplasticity ». In : *Acta Metallurgica* 21.2, p. 149-163. ISSN : 00016160. DOI : 10.1016/0001-6160(73)90057-6.

Bachmann, F., R. Hielscher et H. Schaeben (2010). « Texture Analysis with MTEX – Free and Open Source Software Toolbox ». In : *Solid State Phenomena* 160, p. 63-68. issn : 1662-9779. doi : 10.4028/www.scientific.net/SSP.160.63.

Billen, M. I. (2008). « Modeling the Dynamics of Subducting Slabs ». In : *Annual Review of Earth and Planetary Sciences* 36.1, p. 325-356. issn : 0084-6597, 1545-4495. doi : 10.1146/annurev.earth.36.031207.124129.

Birch, F. (1952). « Elasticity and constitution of the Earth's interior ». In : *Journal of Geophysical Research* 57.2, p. 227-286. issn : 01480227. doi : 10.1029/JZ057i002p00227.

Brearley, A. J., D. C. Rubie et E. Ito (1992). « Mechanisms of the Transformations Between the α, β and γ Polymorphs of Mg_2SiO_4 at 15 GPa ». In : *Physics and Chemistry of Minerals* 18, p. 343-358. doi : 10.1007/BF00199415.

Carminati, E. et P. Petricca (2010). « State of stress in slabs as a function of large-scale plate kinematics ». In : *Geochemistry, Geophysics, Geosystems* 11.4, p. 1-18. issn : 15252027. doi : 10.1029/2009GC003003.

Castelnau, O. et al. (2020). « Multiscale modeling of the effective viscoplastic behavior of Mg_2SiO_4 wadsleyite: Bridging atomic and polycrystal scales ». In : arXiv : 2012.00823 [physics.geo-ph].

Chen, W-P. et M. R. Brudzinski (2003). « Seismic anisotropy in the mantle transition zone beneath Fiji-Tonga: seismic anisotropy in the mantle transition zone ». In : *Geophysical Research Letters* 30.13. issn : 00948276. doi : 10.1029/2002GL016330.

Christova, C. et C. H. Scholz (2003). « Stresses in the Vanuatu subducting slab: A test of two hypotheses ». In : *Geophysical Research Letters* 30.15. issn : 00948276. doi : 10.1029/2003GL017701.

Civiero, C. et al. (2019). « Thermal Nature of Mantle Upwellings Below the Ibero-Western Maghreb Region Inferred From Teleseismic Tomography ». In : *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 124.2, p. 1781-1801. issn : 2169-9313, 2169-9356. doi : 10.1029/2018JB016531.

Clark, M. A. et T. H. Alden (1973). « Deformation enhanced grain growth in a superplastic Sn-1% Bi alloy ». In : *Acta Metallurgica* 21.9, p. 1195-1206. issn : 00016160. doi : 10.1016/0001-6160(73)90160-0.

Coble, R. L. (1963). « A Model for Boundary Diffusion Controlled Creep in Polycrystalline Materials ». In : *Journal of Applied Physics* 34.6, p. 1679-1682. ISSN : 0021-8979, 1089-7550. DOI : 10.1063/1.1702656.

Cordier, P., J. Amodeo et P. Carrez (2012). « Modelling the rheology of MgO under Earth's mantle pressure, temperature and strain rates ». In : *Nature* 481.7380, p. 177-180. ISSN : 0028-0836, 1476-4687. DOI : 10.1038/nature10687.

Couvy, H. (2005). « Experimental deformation of forsterite, wadsleyite and ringwoodite: Implications for seismic anisotropy of the Earth's mantle ». Thèse de doct., p. 161. DOI : tel-00008992.

Crampon, J. et B. Escaig (1980). « Mechanical Properties of Fine-Grained Magnesium Oxide at Large Compressive Strains ». In : *Journal of the American Ceramic Society* 63.11, p. 680-686. ISSN : 0002-7820, 1551-2916. DOI : 10.1111/j.1151-2916.1980.tb09860.x.

Demouchy, S. (2021). « Defects in olivine ». In : *European Journal of Mineralogy* 33.3, p. 249-282. ISSN : 1617-4011. DOI : 10.5194/ejm-33-249-2021.

Demouchy, S. et al. (2011). « Forsterite to wadsleyite phase transformation under shear stress and consequences for the Earth's mantle transition zone ». In : *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 184.1, p. 91-104. ISSN : 00319201. DOI : 10.1016/j.pepi.2010.11.001.

Dewaele, A. (2018). « Toroidal diamond anvil cell for detailed measurements under extreme static pressures ». In : *NATURE COMMUNICATIONS* 9, p. 2913-1932.

Dziewonski, A. M. et D. L. Anderson (1981). « Preliminary reference Earth model ». In : *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 25, p. 297-356. DOI : 10.1016/0031-9201(81)90046-7.

Eakin, C. M. et al. (2016). « Internal deformation of the subducted Nazca slab inferred from seismic anisotropy ». In : *Nature Geoscience* 9.1, p. 56-59. ISSN : 1752-0894, 1752-0908. DOI : 10.1038/ngeo2592.

Eaton, D. W. S., R. R. Stewart et M. P. Harrison (1991). « The Fresnel zone for P-SV waves ». In : *Geophysics* 56.3, p. 360-364. DOI : 10.1190/1.1443050.

Faccenda, M. et F. A. Capitanio (2012). « Development of mantle seismic anisotropy during subduction-induced 3-D flow: mantle seismic anisotropy in 3-D flow ». In :

Geophysical Research Letters 39.11, p. L11305. ISSN : 00948276. DOI : 10.1029/2012GL051988.

FARLA, R. et al. (2015). « High-pressure and high-temperature deformation experiments on polycrystalline wadsleyite using the rotational Drickamer apparatus ». In : *Physics and Chemistry of Minerals* 42.7, p. 541-558. ISSN : 0342-1791, 1432-2021. DOI : 10.1007/s00269-015-0742-0.

FEI, H. et al. (2017). « A nearly water-saturated mantle transition zone inferred from mineral viscosity ». In : *Science Advances* 3.6, e1603024. ISSN : 2375-2548. DOI : 10.1126/sciadv.1603024.

FISCHER, K. M. et D. A. WIENS (1996). « The depth distribution of mantle anisotropy beneath the Tonga subduction zone ». In : *Earth and Planetary Science Letters* 142 (1-2), p. 253-260. DOI : 10.1016/0012-821X(96)00084-2.

FLIERVOET, T. F., M. R DRURY et P. N. CHOPRA (1999). « Crystallographic preferred orientations and misorientations in some olivine rocks deformed by diffusion or dislocation creep ». In : *Tectonophysics* 303.1, p. 1-27. ISSN : 00401951. DOI : 10.1016/S0040-1951(98)00250-9.

FOLEY, B. J. et M. D. LONG (2011). « Upper and mid-mantle anisotropy beneath the Tonga slab: anisotropy beneath Tonga slab ». In : *Geophysical Research Letters* 38.2, p. L02303. ISSN : 00948276. DOI : 10.1029/2010GL046021.

FORTE, A. M. et al. (2010). « Joint seismical-geodynamic-mineral physical modelling of African geodynamics: A reconciliation of deep-mantle convection with surface geophysical constraints ». In : *Earth and Planetary Science Letters* 295.3, p. 329-341. ISSN : 0012821X. DOI : 10.1016/j.epsl.2010.03.017.

FREUND, F. (1986). « Solute carbon and carbon segregation in magnesium oxide single crystals ? a secondary ion mass spectrometry study ». In : *Physics and Chemistry of Minerals* 13.4, p. 262-276. ISSN : 0342-1791, 1432-2021. DOI : 10.1007/BF00308278.

FUKAO, Y., S. WIDIYANTORO et M. OBAYASHI (2001). « Stagnant slabs in the upper and lower mantle transition region ». In : *Reviews of Geophysics* 39.3, p. 291-323. ISSN : 87551209. DOI : 10.1029/1999RG000068.

GARNERO, E. J. et A. K. MCNAMARA (2008). « Structure and Dynamics of Earth's Lower Mantle ». In : *Science* 320.5876, p. 626-628. ISSN : 0036-8075, 1095-9203. DOI : 10.1126/science.1148028.

Garnero, E. J., A. K. McNamara et S.-H. Shim (2016). « Continent-sized anomalous zones with low seismic velocity at the base of Earth's mantle ». In : *Nature Geoscience* 9.7, p. 481-489. ISSN : 1752-0894, 1752-0908. DOI : 10.1038/ngeo2733.

Gaul, O. (2000). « Mapping olivine composition in the lithospheric mantle ». In : *Earth and Planetary Science Letters* 182.3, p. 223-235. ISSN : 0012821X. DOI : 10.1016/S0012-821X(00)00243-0.

Gibson, S. A. et al. (2005). « Melt-generation processes associated with the Tristan mantle plume: Constraints on the origin of EM-1 ». In : *Earth and Planetary Science Letters* 237.3, p. 744-767. ISSN : 0012821X. DOI : 10.1016/j.epsl.2005.06.015.

Gifkins, R. C. (1976). « Grain-boundary sliding and its accommodation during creep and superplasticity ». In : *Metallurgical Transactions A* 7.8, p. 1225-1232. ISSN : 0360-2133, 1543-1940. DOI : 10.1007/BF02656607.

Girard, J., J. Chen et P. Raterron (2012). « Deformation of periclase single crystals at high pressure and temperature: Quantification of the effect of pressure on slip-system activities ». In : *Journal of Applied Physics* 111.11, p. 112607. ISSN : 0021-8979, 1089-7550. DOI : 10.1063/1.4726200.

Girard, J. et al. (2016). « Shear deformation of bridgmanite and magnesiowustite aggregates at lower mantle conditions ». In : *Science* 351.6269, p. 144-147. ISSN : 0036-8075, 1095-9203. DOI : 10.1126/science.aad3113.

Gruneisen, E. (1912). « Theorie des festen Zustandes einatomiger Elemente ». In : *Annalen der Physik* 344.12, p. 257-306. ISSN : 00033804, 15213889. DOI : 10.1002/andp.19123441202.

Hansen, L. N., M. E. Zimmerman et D. L. Kohlstedt (2011). « Grain boundary sliding in San Carlos olivine: Flow law parameters and crystallographic preferred orientation ». In : *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 116 (B8). ISSN : 2156-2202. DOI : 10.1029/2011JB008220.

Hauri, E. H. (1996). « Major-element variability in the Hawaiian mantle plume ». In : *Nature* 382.6590, p. 415-419. ISSN : 0028-0836, 1476-4687. DOI : 10.1038/382415a0.

Heidelbach, F. et al. (2003). « Fabric evolution during high shear strain deformation of magnesiowüstite ($Mg_{0.8}Fe_{0.2}O$) ». In : *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 108 (B3). ISSN : 2156-2202. DOI : 10.1029/2001JB001632.

Herring, C. (1950). « Diffusional Viscosity of a Polycrystalline Solid ». In : *Journal of Applied Physics* 21.5, p. 437-445. ISSN : 0021-8979, 1089-7550. DOI : 10.1063/1.1699681.

Heuret, A. (2005). « Dynamique des zones de subduction : étude statistique globale et approche analogique ». Thèse de doct., p. 1-237. DOI : tel-00108728.

Houser, C. (2016). « Global seismic data reveal little water in the mantle transition zone ». In : *Earth and Planetary Science Letters* 448, p. 94-101. ISSN : 0012821X. DOI : 10.1016/j.epsl.2016.04.018.

Huang, Q. et al. (2019). « Constraints on Seismic Anisotropy in the Mantle Transition Zone From Long-Period SS Precursors ». In : *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 124.7, p. 6779-6800. ISSN : 2169-9313, 2169-9356. DOI : 10.1029/2019JB017307.

Huang, X., Y. Xu et S-I. Karato (2005). « Water content in the transition zone from electrical conductivity of wadsleyite and ringwoodite ». In : *Nature* 434, p. 746-749. DOI : 10.1038/nature03426.

Hustoft, J. et al. (2013). « Plastic deformation experiments to high strain on mantle transition zone minerals wadsleyite and ringwoodite in the rotational Drickamer apparatus ». In : *Earth and Planetary Science Letters* 361, p. 7-15. ISSN : 0012821X. DOI : 10.1016/j.epsl.2012.11.028.

Immoor, J. et al. (2018). « Evidence for {100} slip in ferropericlase in Earth's lower mantle from high-pressure/high-temperature experiments ». In : *Earth and Planetary Science Letters* 489, p. 251-257. ISSN : 0012821X. DOI : 10.1016/j.epsl.2018.02.045.

Immoor, J. et al. (2020). « An improved setup for radial diffraction experiments at high pressures and high temperatures in a resistive graphite-heated diamond anvil cell ». In : *Review of Scientific Instruments* 91.4, p. 045121. ISSN : 0034-6748, 1089-7623. DOI : 10.1063/1.5143293.

Instruments, Oxford. *Oxford Instruments*. URL : https://ebsd.com. (accessed: 28.03.2021).

Ita, J. et L. Stixrude (1992). « Petrology, elasticity, and composition of the mantle transition zone ». In : *Journal of Geophysical Research* 97 (B5), p. 6849. ISSN : 0148-0227. DOI : 10.1029/92JB00068.

Ito, E. et H. Sato (1991). « Aseismicity in the lower mantle by superplasticity of the descending slab ». In : *Nature* 351.6322, p. 140-141. ISSN : 0028-0836, 1476-4687. DOI : 10.1038/351140a0.

Jung, H. et al. (2006). « Effect of water and stress on the lattice-preferred orientation of olivine ». In : *Tectonophysics* 421.1, p. 1-22. ISSN : 00401951. DOI : 10.1016/j.tecto.2006.02.011.

Karato, S-I. (1998). « Seismic Anisotropy in the Deep Mantle, Boundary Layers and the Geometry of Mantle Convection ». In : *Pure appl. geophys.* 151, p. 565-587.

Karato, S-I (2008). *Deformation of Earth Materials : An Introduction to the Rheology of Solid Earth*. Cambridge University press.

Karato, S-I. (2011). « Water distribution across the mantle transition zone and its implications for global material circulation ». In : *Earth and Planetary Science Letters* 301.3, p. 413-423. ISSN : 0012821X. DOI : 10.1016/j.epsl.2010.11.038.

Katsura, T. et al. (2009). « P - V - T relations of wadsleyite determined by in situ X-ray diffraction in a large-volume high-pressure apparatus ». In : *Geophysical Research Letters* 36.11, p. L11307. ISSN : 0094-8276. DOI : 10.1029/2009GL038107.

Katsura, Tomoo et al. (2004). « Thermal expansion of Mg2SiO4 ringwoodite at high pressures ». In : *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 109 (B12). ISSN : 2156-2202. DOI : 10.1029/2004JB003094.

Kawazoe, T. et al. (2013). « Seismic anisotropy in the mantle transition zone induced by shear deformation of wadsleyite ». In : *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 216, p. 91-98. ISSN : 0031-9201. DOI : 10.1016/j.pepi.2012.12.005.

Kerschhofer, L., T. G. Sharp et D. C. Rubie (1996). « Intracrystalline transformation of olivine to wadsleyite and ringwoodite under subduction zone conditions ». In : *Science* 274.5284, p. 79-81. ISSN : 00368075. DOI : 10.1126/science.274.5284.79.

Kerschhofer, L. et al. (1998). « Polymorphic transformations between olivine, wadsleyite and ringwoodite: mechanisms of intracrystalline nucleation and the role of elastic strain ». In : *Mineralogical Magazine* 62.5, p. 617-638. ISSN : 0026-461X, 1471-8022. DOI : 10.1180/002646198548016.

Keyser, M., J. R.R. Ritter et M. Jordan (2002). « 3D shear-wave velocity structure of the Eifel plume, Germany ». In : *Earth and Planetary Science Letters* 203.1, p. 59-82. ISSN : 0012821X. DOI : 10.1016/S0012-821X(02)00861-0.

Kubo, T., E. Ohtani et K. Funakoshi (2004). « Nucleation and growth kinetics of the α-β transformation in Mg_2SiO_4 determined by in situ synchrotron powder X-ray diffraction ». In : *American Mineralogist* 89 (2–3), p. 285-293. DOI : 10.2138/am-2004-2-305.

Kubo, T. et al. (1998a). « Effects of water on the alpha-beta transformation kinetics in San Carlos Olivine ». In : *Science* 281.5373, p. 85-87. ISSN : 00368075.

Kubo, T et al. (1998b). « Experimental investigation of the α-β transformation of San Carlos olivine single crystal ». In : *Physics ad Chemistry of Minerals* 26, p. 1-6. DOI : 10.1007/s002690050155.

Langdon, T. G. (2006). « Grain boundary sliding revisited: Developments in sliding over four decades ». In : *Journal of Materials Science* 41.3, p. 597-609. ISSN : 0022-2461, 1573-4803. DOI : 10.1007/s10853-006-6476-0.

Langrand, C. (2017). « Étude expérimentale et in situ du mécanisme de transformation perovskite / post-perovskite et de sa cinétique dans le manteau terrestre. » Thèse de doct.

Langrand, C. et al. (2017). « Reliability of multigrain indexing for orthorhombic polycrystals above 1 Mbar: application to $MgSiO_3$ post-perovskite ». In : *Journal of applied crystallography* (121), p. 1-15. DOI : 10.1107/S1600576716018057.

Lin, F. (2020). « Elasto–Viscoplastic self–consistent modeling on deformation mechanisms of B1 structured minerals under high pressure and temperature ». Thèse de doct.

Lin, F. et al. (2017). « Elasto-viscoplastic self consistent modeling of the ambient temperature plastic behavior of periclase deformed up to 5.4 GPa ». In : *Journal of Applied Physics* 122.20, p. 205902. ISSN : 0021-8979, 1089-7550. DOI : 10.1063/1.4999951.

Lin, F. et al. (2019). « Competing Deformation Mechanisms in Periclase: Implications for Lower Mantle Anisotropy ». In : *Minerals* 9.11, p. 650. ISSN : 2075-163X. DOI : 10.3390/min9110650.

Long, M. D. et al. (2006). « Lattice preferred orientation in deformed polycrystalline (Mg,Fe)O and implications for seismic anisotropy in DAC ». In : *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 156.1, p. 75-88. ISSN : 00319201. DOI : 10.1016/j.pepi.2006.02.006.

Lutterotti, L., R. Vasin et H-R. Wenk (2014). « Rietveld texture analysis from synchrotron diffraction images. I. Calibration and basic analysis ». In : *Powder Diffraction* 29.1, p. 76-84. issn : 0885-7156, 1945-7413. doi : 10.1017/S0885715613001346.

Lynner, C. et M. D. Long (2015). « Heterogeneous seismic anisotropy in the transition zone and uppermost lower mantle: evidence from South America, Izu-Bonin and Japan ». In : *Geophysical Journal International* 201.3, p. 1545-1552. issn : 1365-246X, 0956-540X. doi : 10.1093/gji/ggv099.

Mainprice, D., G. Barruol et W. B. Ismaïl (2000). « The Seismic anisotropy of the Earth's mantle: From single crystal to polycrystal ». In : t. 117. Washington, D. C. : American Geophysical Union, p. 237-264. isbn : 978-0-87590-975-2. doi : 10.1029/GM117p0237.

Mainprice, D. et al. (2008). « Predicted glide systems and crystal preferred orientations of polycrystalline silicate Mg-Perovskite at high pressure: Implications for the seismic anisotropy in the lower mantle ». In : *Earth and Planetary Science Letters* 271.1, p. 135-144. issn : 0012821X. doi : 10.1016/j.epsl.2008.03.058.

Mainprice, D. et al. (2015). « Descriptive tools for the analysis of texture projects with large datasets using MTEX : strength, symmetry and components ». In : *Geological Society, London, Special Publications* 409.1, p. 251-271. issn : 0305-8719, 2041-4927. doi : 10.1144/SP409.8.

Mariani, E. et al. (2009). « Microstructure evolution and recrystallization during creep of MgO single crystals ». In : *Acta Materialia* 57.6, p. 1886-1898. issn : 1359-6454. doi : 10.1016/j.actamat.2008.12.029.

Marquardt, H. et al. (2011). « Elastic properties of MgO nanocrystals and grain boundaries at high pressures by Brillouin scattering ». In : *Physical Review B* 84.6, p. 064131. issn : 1098-0121, 1550-235X. doi : 10.1103/PhysRevB.84.064131.

Maruyama, G. et T. Hiraga (2017). « Grain- to multiple-grain-scale deformation processes during diffusion creep of forsterite + diopside aggregate: 1. Direct observations: Deformation Processes ». In : *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 122.8, p. 5890-5915. issn : 21699313. doi : 10.1002/2017JB014254.

Meade, C., P. G. Silver et S. Kaneshima (1995). « Laboratory and seismological observations of lower mantle isotropy ». In : *Geophysical Research Letters* 22.10, p. 1293-1296. issn : 00948276. doi : 10.1029/95GL01091.

Menant, A. et al. (2016). « 3D numerical modeling of mantle flow, crustal dynamics and magma genesis associated with slab roll-back and tearing: The eastern Mediterranean case ». In : *Earth and Planetary Science Letters* 442, p. 93-107. ISSN : 0012821X. DOI : 10.1016/j.epsl.2016.03.002.

Merkel, S. et al. (2002). « Deformation of polycrystalline MgO at pressures of the lower mantle ». In : *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 107.B11, p. 2271. ISSN : 2156-2202. DOI : 10.1029/2001JB000920.

Mie, G. (1903). « Zur kinetischen Theorie der einatomigen Kärper ». In : *Annalen der Physik* 316.8, p. 657-697. ISSN : 00033804, 15213889. DOI : 10.1002/andp.19033160802.

Mohiuddin, A. et S.-I. Karato (2018). « An experimental study of grain-scale microstructure evolution during the olivine-wadsleyite phase transition under nominally 'dry' conditions ». In : *Earth and Planetary Science Letters* 501, p. 128-137. ISSN : 0012821X. DOI : 10.1016/j.epsl.2018.08.039.

Mohiuddin, A., M. D. Long et C. Lynner (2015). « Mid-mantle seismic anisotropy beneath southwestern Pacific subduction systems and implications for mid-mantle deformation ». In : *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 245, p. 1-14. ISSN : 00319201. DOI : 10.1016/j.pepi.2015.05.003.

Morniroli, J. P. (1998). *Diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle (LACBED), applications aux défauts cristallins*. Monographies de la Société Française des Microscopies. Société Française des Microscopies. ISBN : 2-901483-03-8.

Murnaghan, F. D. (1937). « Finite Deformations of an Elastic Solid ». In : *American Journal of Mathematics* 59.2, p. 235-260.

Nowacki, A. et al. (2015). « Mid-mantle anisotropy in subduction zones and deep water transport ». In : *Geochemistry, Geophysics, Geosystems* 16.3, p. 764-784. ISSN : 15252027. DOI : 10.1002/2014GC005667.

Núñez-Valdez, M. et al. (2013). « Thermal elasticity of $(Fe_x,Mg_{1-x})_2SiO_4$ olivine and wadsleyite ». In : *Geophysical Research Letters* 40.2, p. 290-294. ISSN : 00948276. DOI : 10.1002/grl.50131.

Oddershede, J. et al. (2010). « Determining grain resolved stresses in polycrystalline materials using three-dimensional X-ray diffraction ». In : *Journal of Applied Crystallography* 43.3, p. 539-549. ISSN : 0021-8898. DOI : 10.1107/S0021889810012963.

Ohtani, E. (2005). « Water in the Mantle ». In : *Elements* 1.1, p. 25-30. ISSN : 1811-5209, 1811-5217. DOI : 10.2113/gselements.1.1.25.

Ohuchi, T. et al. (2014). « Crystallographic preferred orientation of wadsleyite and ringwoodite: Effects of phase transformation and water on seismic anisotropy in the mantle transition zone ». In : *Earth and Planetary Science Letters* 397, p. 133-144. ISSN : 0012821X. DOI : 10.1016/j.epsl.2014.03.066.

Panning, M. et B. Romanowicz (2006). « A three-dimensional radially anisotropic model of shear velocity in the whole mantle ». In : *Geophysical Journal International* 167.1, p. 361-379. ISSN : 0956540X, 1365246X. DOI : 10.1111/j.1365-246X.2006.03100.x.

Paterson, M. S. et C. W. Weaver (1970). « Deformation of Polycrystalline MgO Under Pressure ». In : *Journal of the American Ceramic Society* 53.8, p. 463-471. ISSN : 0002-7820, 1551-2916. DOI : 10.1111/j.1151-2916.1970.tb12678.x.

Pearson, D G et al. (2015). « Hydrous mantle transition zone indicated by ringwoodite included within diamond ». In : *Nature* 507, p. 221-224. DOI : 10.1038/nature13080.

Philibert, J. et al. (2002). *Métallurgie : Du minerai au matériau*. Sciences sup. Dunod, p. 1-1177. ISBN : 2-10-006313-8. DOI : 10.1029/GM117p0237.

Poirier, J.-P. (1976). *Plasticité à haute température des solides cristallins*. Eyroles.

Poirier, J.P. (1985). *Creep of crystal*. Cambrigde University press. ISBN : 9780511564451. DOI : 10.1017/CBO9780511564451.

Ponte Castañeda, P (2015b). « Fully optimized second-order variational estimates for the macroscopic response and field statistics in viscoplastic crystalline composites ». In : *Proceedings Royal Society A*, p. 20. DOI : 10.1098/rspa.2015.0665.

Ponte Castañeda, P. (2015a). « Fully optimized second-order variational estimates for the macroscopic response and field statistics in viscoplastic crystalline composites ». In : *Proceedings of the Royal Society A* 471 (2184), p. 1-20. DOI : 10.1098/rspa.2015.0665.

Pouchou, J. L. (2004). *L'analyse EBSD : principes et applications*. EDP Sciences 2004. Publication du groupement national de microscopie électronique à balayage et de microanalyses.

Raterron, P., S. Merkel et C. W. Holyoke (2013). « Axial temperature gradient and stress measurements in the deformation-DIA cell using alumina pistons ». In :

Review of Scientific Instruments 84.4, p. 043906. ISSN : 0034-6748, 1089-7623. DOI : 10.1063/1.4801956.

RATERRON, P. et al. (2014). « Multiscale modeling of upper mantle plasticity: From single-crystal rheology to multiphase aggregate deformation ». In : *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 228, p. 232-243. ISSN : 00319201. DOI : 10.1016/j.pepi.2013.11.012.

RAUCH, E F (2014). « Automated crystal orientation and phase mapping in TEM ». In : *Materials Characterization* 98, p. 1-9. DOI : 10.1016/j.matchar.2014.08.010.

RAUCH, E.F. et L. DUPUY (2005). « Rapid spot diffraction patterns identification through template matching ». In : *Archives of metallurgy and materials* 50 (1), p. 87-99.

RAUCH, E.F. et al. (2008). « Automatic crystal orientation and phase mapping in TEM by precession Diffraction ». In : *Microscopy and Analysis* 22 (6), S5-S8.

RINGWOOD, A. E. (1958a). « olivine-spinel transition in fayalite ». In : *Geological Society of America Bulletin* 69.1, p. 129. ISSN : 0016-7606. DOI : 10.1130/0016-7606(1958)69[129:OTIF]2.0.CO;2.

RINGWOOD, A E (1958b). « The constitution of the mantle II : Further data on the olivine-spinel transition ». In : *Geochimica et Cosmochimica Acta* 15 (1–2), p. 18-29. DOI : 10.1016/0016-7037(58)90005-X.

RINGWOOD, A. E. (1962a). « A model for the upper mantle ». In : *Journal of Geophysical Research* 67.2, p. 857-867. ISSN : 01480227. DOI : 10.1029/JZ067i002p00857.

RINGWOOD, A E (1991). « Phase transformations and their bearing on the constitution and dynamics of the mantle ». In : *Geochimica et Cosmochimica Acta* 55.8, p. 2083-2110. ISSN : 00167037. DOI : 10.1016/0016-7037(91)90090-R.

RINGWOOD, A. E. et A. MAJOR (1970). « The system $Mg_2SiO_4 - Fe_2SiO_4$ at high pressures and temperatures ». In : *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 3, p. 89-108. DOI : 10.1016/0031-9201(70)90046-4.

RINGWOOD, A.E. (1962b). « Prediction and confirmation of olivine-spinel transformation in Ni_2SiO_4 ». In : *Geochimica et Cosmochimica Acta* 26 (4), p. 457-469. DOI : 10.1016/0016-7037(62)90090-X.

Rosa, A. D. et al. (2015). « In situ monitoring of phase transformation microstrucutres at Earth's mantle pressure and temperature using multi-grain XRD ». In : *Journal of applied crystallography* (48), p. 1-9. DOI : 10.1107/S1600576715012765.

Rosa, A. D. et al. (2016). « Evolution of grain sizes and orientations during phase transitions in hydrous Mg2SiO4 ». In : *Journal of Geophysical Research*, p. 16. DOI : 10.1002/2016JB013360.

Rümpker, G. et T. Ryberg (2000). « New Fresnel-Zone estimates for shear-wave splitting observations from finite-difference modeling ». In : *Geophysical Research Letters* 27.13, p. 2005-2008. ISSN : 00948276. DOI : 10.1029/2000GL011423.

Schaeffer, A. J. et S. Lebedev (2013). « Global shear speed structure of the upper mantle and transition zone ». In : *Geophysical Journal International* 194.1, p. 417-449. ISSN : 0956-540X, 1365-246X. DOI : 10.1093/gji/ggt095.

Schmidt, S. (2014). « *GrainSpotter* : a fast and robust polycrystalline indexing algorithm ». In : *Journal of Applied Crystallography* 47.1, p. 276-284. ISSN : 1600-5767. DOI : 10.1107/S1600576713030185.

Sharp, T. G., G. Y. A. Bussod et T. Katsura (1994). « Microstructures in β-$Mg_{1.8}Fe_{0.2}SiO_4$ experimentally deformed at transition-zone conditions ». In : *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 86, p. 69-83.

Smyth, J. R. et al. (2012). « Olivine-wadsleyite-pyroxene topotaxy: Evidence for coherent nucleation and diffusion-controlled growth at the 410-km discontinuity ». In : *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 200-201, p. 85-91. ISSN : 0031-9201. DOI : 10.1016/j.pepi.2012.04.003.

Solomatov, V.S., R. El-Khozondar et V. Tikare (2002). « Grain size in the lower mantle: constraints from numerical modeling of grain growth in two-phase systems ». In : *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 129.3, p. 265-282. ISSN : 00319201. DOI : 10.1016/S0031-9201(01)00295-3.

Spence, W. (1987). « Slab pull and the seismotectonics of subducting lithosphere ». In : *Reviews of Geophysics* 25.1, p. 55. ISSN : 8755-1209. DOI : 10.1029/RG025i001p00055.

Speziale, S. et al. (2001). « Quasi-hydrostatic compression of magnesium oxide to 52 GPa: Implications for the pressure-volume-temperature equation of state ». In : *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 106 (B1), p. 515-528. ISSN : 2156-2202. DOI : 10.1029/2000JB900318.

Stretton, I. et al. (2001). « Dislocation creep of magnesiowuüstite (Mg0.8Fe0.2O) ». In : *Earth and Planetary Science Letters* 194, p. 229-240.

Tackley, P. J. (2000). « Mantle Convection and Plate Tectonics: Toward an Integrated Physical and Chemical Theory ». In : *Science* 288.5473, p. 2002-2007. issn : 00368075, 10959203. doi : 10.1126/science.288.5473.2002.

Taylor, G. I. (1934). « The mechanism of plastic deformation of crystals. Part I.–Theoretical ». In : *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character* 145.855, p. 362-387. issn : 0950-1207, 2053-9150. doi : 10.1098/rspa.1934.0106.

Terwilliger, G. R., H. K. Bowen et R. S. Gordon (1970). « Creep of Polycrystalline MgO and MgO-Fe_2O_3 Solid Solutions at High Temperatures ». In : *Journal of the American Ceramic Society* 53.5, p. 241-251. issn : 00027820, 15512916. doi : 10.1111/j.1151-2916.1970.tb12085.x.

Thurel, E et P Cordier (2003). « Plastic deformation of wadsleyite: I. High-pressure deformation in compression ». In : *Phys Chem Minerals* 30, p. 256-266. doi : 10.1007/s00269-003-0312-8.

Thurel, E, J Douin et P Cordier (2003). « Plastic deformation of wadsleyite: III. Interpretation of dislocations and slip systems ». In : *Phys Chem Minerals* 30, p. 271-279. doi : 10.1007/s00269-003-0314-6.

Thurel, E et al. (2003). « Plastic deformation of wadsleyite: II. High-pressure deformation in shear ». In : *Phys Chem Minerals* 30, p. 167-270. doi : 10.1007/s00269-003-0313-7.

Tommaseo, C. E. et al. (2006). « Texture development and elastic stresses in magnesiowüstite at high pressure ». In : *Physics and Chemistry of Minerals* 33.2, p. 84-97. issn : 0342-1791, 1432-2021. doi : 10.1007/s00269-005-0054-x.

Tommasi, A. et al. (2000). « Viscoplastic self-consistent and equilibrium-based modeling of olivine lattice preferred orientations: Implications for the upper mantle seismic anisotropy ». In : *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 105 (B4), p. 7893-7908. issn : 01480227. doi : 10.1029/1999JB900411.

Tommasi, A. et al. (2004). « Strain-induced seismic anisotropy of wadsleyite polycrystals and flow patterns in the mantle transition zone ». In : *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 109 (B12). issn : 2156-2202. doi : 10.1029/2004JB003158.

Trampert, J. (2002). « Global Azimuthal Anisotropy in the Transition Zone ». In : *Science* 296.5571, p. 1297-1299. ISSN : 00368075, 10959203. DOI : 10.1126/science.1070264.

Trønnes, R. G. (2010). « Structure, mineralogy and dynamics of the lowermost mantle ». In : *Mineralogy and Petrology* 99.3, p. 243-261. ISSN : 0930-0708, 1438-1168. DOI : 10.1007/s00710-009-0068-z.

van der Hilst, R. D., S. Widiyantoro et E. R. Engdahl (1997). « Evidence for deep mantle circulation from global tomography ». In : *Nature* 386, p. 578-584. DOI : 10.1038/386578a0.

Vincent, R. et P.A. Midgley (1994). « Double conical beam-rocking system for measurement of integrated electron diffraction intensities ». In : *Ultramicroscopy* 53.3, p. 271-282. ISSN : 03043991. DOI : 10.1016/0304-3991(94)90039-6.

Walpole, J. et al. (2017). « Seismic anisotropy and mantle flow below subducting slabs ». In : *Earth and Planetary Science Letters* 465, p. 155-167. ISSN : 0012821X. DOI : 10.1016/j.epsl.2017.02.023.

Wang, Y. et al. (2003). « The deformation-DIA: A new apparatus for high temperature triaxial deformation to pressures up to 15 GPa ». In : *Review of Scientific Instruments* 74.6, p. 3002-3011. ISSN : 0034-6748, 1089-7623. DOI : 10.1063/1.1570948.

Weidner, D. J. (1985). « A mineral physics test of a pyrolite mantle ». In : *Geophysical Research Letters* 12.7, p. 417-420. ISSN : 00948276. DOI : 10.1029/GL012i007p00417.

Weidner, D. J. et al. (2004). « Effect of plasticity on elastic modulus measurements ». In : *Geophysical Research Letters* 31.6, p. L06621. ISSN : 00948276. DOI : 10.1029/2003GL019090.

Wenk, H.-R. et al. (1989). « Texture development in halite: Comparison of Taylor model and self-consistent theory ». In : *Acta Metallurgica* 37.7, p. 2017-2029. ISSN : 00016160. DOI : 10.1016/0001-6160(89)90086-2.

Wenk, H.-R. et al. (2009). « Large strain shearing of halite: Experimental and theoretical evidence for dynamic texture changes ». In : *Earth and Planetary Science Letters* 280.1, p. 205-210. ISSN : 0012821X. DOI : 10.1016/j.epsl.2009.01.036.

Wenk, H.-R. et al. (2014). « Rietveld texture analysis from synchrotron diffraction images. II. Complex multiphase materials and diamond anvil cell experiments ».

In : *Powder Diffraction* 29.3, p. 220-232. ISSN : 0885-7156, 1945-7413. DOI : 10.1017/S0885715614000360.

Wilkinson, D. S. et C. H. Cáceres (1984). « On the mechanism of strain-enhanced grain growth during superplastic deformation ». In : *Acta Metallurgica* 32.9, p. 1335-1345. ISSN : 00016160. DOI : 10.1016/0001-6160(84)90079-8.

Xia, Q.-K. et al. (2016). « High water content in primitive continental flood basalts ». In : *Scientific Reports* 6.1, p. 25416. ISSN : 2045-2322. DOI : 10.1038/srep25416.

Yamazaki, D. et al. (1996). « Grain Growth Rates of $MgSiO_3$ Perovskite and Periclase Under Lower Mantle Conditions ». In : 274, p. 4.

Yoshida, M. (2017). « Trench dynamics: Effects of dynamically migrating trench on subducting slab morphology and characteristics of subduction zones systems ». In : *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 268, p. 35-53. ISSN : 00319201. DOI : 10.1016/j.pepi.2017.05.004.

Yoshino, T. et al. (2008). « Dry mantle transition zone inferred from the conductivity of wadsleyite and ringwoodite ». In : *Nature* 451.7176, p. 326-329. ISSN : 0028-0836, 1476-4687. DOI : 10.1038/nature06427.

Yuan, K. et C. Beghein (2013). « Seismic anisotropy changes across upper mantle phase transitions ». In : *Earth and Planetary Science Letters* 374, p. 132-144. ISSN : 0012821X. DOI : 10.1016/j.epsl.2013.05.031.

Zhang, J. S., J. D. Bass et B. Schmandt (2018). « The Elastic Anisotropy Change Near the 410 km Discontinuity: Predictions From Single-Crystal Elasticity Measurements of Olivine and Wadsleyite ». In : *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 123.4, p. 2674-2684. ISSN : 2169-9313, 2169-9356. DOI : 10.1002/2017JB015339.

Zhou, W. Y. et al. (2020). « Anisotropy of the Upper Mantle Transition Zone constrained from the first experimentally determined high temperature-pressure single-crystal elasticity data of wadsleyite ». In : *Proceedings of AGU Fall Meeting Abstracts*, p. DI030-07.

Zhou, W.-Y. et al. (2021). « The Water-Fe-Pressure dependent single-crystal elastic properties of wadsleyite: Implications for the seismic anisotropy in the upper Mantle Transition Zone ». In : *Earth and Planetary Science Letters* 565, p. 116955. ISSN : 0012821X. DOI : 10.1016/j.epsl.2021.116955.

Table des figures

1.1 Profils moyens des vitesses sismiques, de la masse volumique et du paramètre d'anisotropie η depuis la surface vers le centre de la Terre donnés par le modèle PREM (Dziewonski et Anderson, 1981). Le diagramme est annoté avec le nom et les limites des différentes enveloppes de la Terre. 24

1.2 Exemple d'un profil de tomographie sismique (à droite), et l'interprétation des structures mises en évidence (Garnero et McNamara, 2008). Les régions dans lesquelles les ondes sismiques sont plus rapides qu'attendu par les modèles sont représentées en bleu alors que les régions où les ondes sismiques sont plus lentes qu'attendu sont colorées en rouge, faisant apparaître différentes structures dans le manteau terrestre. . . . 26

1.3 Diagramme de composition de la pyrolite en fonction de la profondeur (Ringwood, 1991). Les changements de phase dans l'olivine marquent les discontinuités sismique à 410, 520, 660 km de profondeur. 26

1.4 Structure cristalline de l'olivine (gauche) et de la wadsleyite (droite). Les sphères oranges représentent les atomes de magnésium, les rouges les atomes d'oxygène et les atomes de silicium sont au centre des tetraèdres bleus. 28

1.5 Coupe schématique de la Terre au niveau de l'équateur présentant les structures internes de la planète (Trønnes, 2010). Le schéma n'est pas tout à fait à l'échelle et les structures de la limite manteau-noyau sont exagérées pour être lisibles. 31

1.6 Chemins de diffusion et microstructures résultant du fluage diffusion (https://www.tectonique.net/). Le flux de lacunes peut suivre les joints de grain (diffusion de Coble) ou bien traverser le réseau cristallins (diffusion de Nabarro-Herring). Dans les deux cas, le transport de matière des faces en compression vers les faces en extension, produit un changement de forme des grains qui permet d'accommoder la contrainte. 33

1.7 Les différents types de dislocations (d'après Demouchy (2021)). a) Contrainte cisaillante appliquée. b) Dislocation coin. c) Dislocation vis. d) Dislocation mixte. 35

1.8 Le mécanisme de glissement aux joints de grain, comme décrit par Ashby et Verrall (1973). Sous la contrainte, les grains glissent les uns contre les autres. Le mouvement aux joints de grains est accommodé par d'autres mécanismes (diffusion ou mouvement de dislocations). Une étape transitoire de ce mécanisme permet aux quatre grains d'être en contact. A la fin de la déformation, les grains de l'agrégat ont la même microstructure (forme, taille, allongement des grains) qu'avant la déformation. 36

1.9 Diagramme de phase de l'olivine $(Mg_{0,89}Fe_{0,11})_2SiO_4$, d'après Akaogi, Ito et Navrotsky (1989). La courbe bleue représente le géotherme dans une plaque lithosphérique en subduction et la courbe rouge le géotherme dans le manteau normal (Akaogi, Ito et Navrotsky, 1989). 40

1.10 Tableau récapitulatif des systèmes de glissement observés dans la wadsleyite, à partir de l'observation en MET de dislocations ou par le biais de l'orientation préférentielle des cristaux dans un échantillon polycristallin. 43

2.1 La D-DIA de la ligne 13-BMD du secteur GSECARS au synchrotron *Advanced Photon Source* (Argonne National Lab, Etats-Unis). a) Image de la presse fermée. b) Image de la D-DIA ouverte avec les quatre enclumes latérales posées sur le coté de la presse. c) Schéma du montage expérimental (vue de dessus) pour une expérience de déformation avec analyse in-situ par rayons-X. 46

2.2 La cellule à enclumes de diamant. a) Photo d'une CED fermée. b) Coupe schématique d'une CED présentant les différentes pièces de la cellule. c) Zoom sur la chambre de l'échantillon, située entre les pointes des deux diamants et délimitée latéralement par un joint. Dans la configuration que nous utilisons, l'échantillon est chargé dans un milieu transmetteur de pression. En diffraction axiale, le faisceau de rayons X traverse l'échantillon en passant à travers les diamants. 49

2.3 Matériau de départ pour les expériences de déformation du périclase en D-DIA. a) Exemple des amas de cristaux de $\approx$ $30\mu m$ qui constituent la poudre de départ ; b) Zoom sur un de ces amas, composés de nombreux cristaux de taille submicronique ; c) Analyse par diffraction des électrons retro-diffusé (EBSD) du résultat du recuit de cette poudre sous une pression hydrostatique de $\approx$ $2\ GPa$ dans la D-DIA (échantillon de référence D2028). La taille de grain majoritaire est de $\approx$ $3\mu m^2$ et les cristaux n'ont pas d'orientation préférentielle. 50

2.4 Matériau de départ pour les expériences de transformation de l'olivine en wadsleyite et de déformation plastique de la wadsleyite. a) et b) Image EBSD de contraste de bandes et d'orientation de grains, respectivement, montrant la microstructure du polycristal d'olivine frittée utilisé comme matériau de départ. Chaque couleur de la carte d'orientation correspond à une orientation cristalline. c) Mesures de l'hydratation des cristaux d'olivine par FTIR. Les courbes montrent bien que les pics de l'eau, entre 3100 et 3800 cm-1 et entre 2400 et 2800 cm-1, sont absents. d) Photo d'un échantillon final chargé dans la CED. 51

2.5 Radiographies X montrant la taille de l'échantillon a) au début de la déformation et b) à la fin de la déformation. L'échantillon est la partie plus claire délimitée par les deux bandes sombres qui correspondent aux marqueurs métalliques. 52

2.6 Principe de la diffraction des rayons X. a) Illustration de la loi de Bragg, où θ est l'angle de diffraction, d_{hkl} est la distance inter-réticulaire de la famille de plan qui diffracte, $\vec{k}$ et $\vec{k_0}$ sont les vecteurs qui représentent le faisceau diffracté et le faisceau transmis, respectivement. $g_{\vec{hkl}}$ est la différence entre ces deux vecteurs $\vec{k}$ et $\vec{k_0}$ et la normale à la famille de plans diffractant. Finalement, il est lié à la distance inter-réticulaire par sa norme qui est de $1/d_{hkl}$. b) Exemple d'un cliché de diffraction annoté avec l'angle 2θ entre le rayon diffracté et le faisceau transmis et l'angle η qui donne la position du faisceau diffracté sur l'anneau de diffraction. . 53

2.7 Le principe de la cristallographie multigrain. Avec la rotation de la CED la tâche de diffraction vue à 5° (violet) va disparaître alors que d'autres tâches de diffraction (en bleu) vont apparaître. Au contraire, le signal de diffraction du bruit de fond et des poudres (en noir) ne vont pas changer avec la rotation de la CED. 56

2.8 Les différentes étapes du traitement d'images en cristallographie multigrain. a) Exemple d'une image brute telle qu'elles sont acquises, b) Image médiane des 100 images de la collection multigrain, c) Exemple d'une image de la collection une fois l'image médiane soustraite à l'image brute, d) Même image que c avec la position des pics de diffraction trouvés par le logiciel de détection. 57

2.9 Processus du traitement des données de cristallographie multigrain que nous utilisons. Le nom des logiciels utilisés pour chaque étape est précisé en bleu. 58

2.10 Préparation des échantillons de D-DIA pour la microscopie électronique. a) Assemblage expérimental pour la D-DIA. L'échantillon est situé dans le manchon en graphite et contenu entre deux enclumes d'alumine densifiées. b) Photo au microscope optique de l'assemblage une fois préparé pour la microscopie électronique. L'échantillon est le cylindre noir au centre de l'assemblage. c) Image au MEB de l'échantillon. 60

2.11 Principe des mesures EBSD, d'après Oxford Instrument (https://ebsd.com) (*Oxford Instruments*). a) Montage expérimental dans le MEB pour l'EBSD. Un détecteur spécifique est utilisé et la surface de l'échantillon est inclinée à 70°. b) Schéma de la formation des bandes de Kikuchi. c) Exemple d'un cliché de diffraction collecté par le détecteur EBSD. d) Représentation des bandes de Kikuchi de l'image précédente dans l'espace de Hough. e) Report des lignes indexées correspondant aux points repérés dans l'espace de Hough de l'image d). f) Indexation finale des lignes de Kikuchi. 61

2.12 Les différentes interactions entre la matière d'un échantillon et un faisceau d'électrons. Les électrons secondaires, les électrons retro-diffusés, les rayons-X et les photons sont émis du côté 'faisceau incident' de l'échantillon. Ce sont typiquement les particules analysées en MEB où le détecteur est placé de ce même côté de l'échantillon. Dans le cas du MET, ces particules peuvent être captées si le détecteur est placé de la même façon. Les électrons transmis, diffractés ou diffusés inelastiquement sont des particules qui ont pu traverser l'échantillon et sont donc captés du côté de l'échantillon opposé au faisceau incident. Ces particules sont utilisées en MET, en utilisant des échantillons très fins. 63

2.13 Chemin optique des électrons dans le MET (Morniroli, 1998). a) Chemin des électrons en mode image : le plan objet de l'échantillon, le plan image de l'objectif et le plan image du projecteur sont conjugués. b) Chemin des électrons en mode diffraction : le plan focal de l'objectif et le plan image du projecteur sont conjugués. Ce changement de mode est opéré par un changement de courant électrique dans lentilles magnétiques. Les encadrés rouges, bleus et verts indiquent les sections 'illumination', 'image' et 'projection' du microscope, respectivement. 64

2.14 Principe de la cartographie d'orientation ASTAR en MET (d'après Rauch et al., 2008). a) Multiplication des points de mesures par balayage du faisceau sur l'échantillon. b) Exemple de cliché de diffraction acquis en un point de mesure. c) Montage expérimental nécessaire pour l'acquisition ASTAR. Une caméra externe à acquisition rapide est installée à l'extérieur du MET et enregistre les clichés de diffraction qui apparaissent sur l'écran du MET. d) Schéma de la transmission des informations dans le dispositif ASTAR. Le faisceau est contrôlé par l'unité ASTAR, la caméra acquiert le cliché de diffraction, l'envoie à l'ordinateur qui traite l'image puis agit sur l'unité ASTAR pour passer à la position du faisceau suivante. Les images e, f , g, h et i montrent les étapes d'indexation d'un cliché de diffraction en post-traitement. e) Espace représentatif du réseau cristallin montrant toutes les orientations (points colorés) du cristal qui vont être simulés par le logiciel. f) Exemple d'un cliché de point simulé, correspondant à une orientation du cristal. g) Exemple d'un cliché de diffraction mesuré. h) Indexation du cliché mesuré avec le cliché simulé qui lui ressemble le plus. i) Carte de corrélation permettant de visualiser l'orientation qui donne le meilleur accord. 68

2.15 Principe de la modélisation VPSC. a) Section 2D du polycristal virtuel étudié. b) Représentation d'un grain considéré comme une inclusion dans une matrice homogène pour le calcul de son comportement mécanique. Cette simplification est appliquée à chaque grain du polycristal pour chaque incrément de déformation. 70

3.1 Structure cristalline Fm-3m du périclase MgO (gauche) et systèmes de glissement dans le périclase (droite, http://merkel.texture.rocks). Les sphères oranges représentent les atomes de magnésium et les rouges les atomes d'oxygène. Les plans grisés sont les plans de glissement des dislocations dans le cristal et la flèche rouge indique la direction de glissement des dislocations sur ces plans. 72

3.2 Relation $\ln(\dot{\epsilon})$ vs $\ln(\sigma)$ pour chaque expérience de déformation du périclase. 80

3.3 Figures de pôles inverses (IPF) de la direction de compression dans les échantillons de périclase, mesurées post-mortem en EBSD (a, b, c, d) et in-situ en DRX (e, f, g, h). a) et e) Orientation cristalline aléatoire représentative des échantillons déformés à *haute température*, b), c), f) et g) orientation préférentielle avec un maximum en (110) représentative des échantillons déformés à *moyenne température*, d) et h) orientation préférentielle avec un maximum en (100) et un maximum secondaire en (110) dans l'échantillon déformé à *haute pression* 81

3.4 Cartes EBSD montrant la microstructure des échantillons déformés à *haute température* (a, b, c), à *moyenne température* (d, e, f) et à *haute pression* (g, h, i, j, k, l). Les cartes d'orientation (a, d, g, h) représentent l'orientation cristallographique mesurée en chaque pixel en utilisant le code couleur présenté dans l'insert. Les cartes de déformation intra-cristalline (b, e, i, j) illustrent la différence d'orientation cristalline entre les pixels d'un même grain à travers le GROD. Les cartes de gradients de déformation (c, f, k, l) utilisent le KAM pour mettre en évidence les gradients de déformation à l'intérieur des grains. 82

3.5 Distribution de la taille de grain (a, b, c, d) et de l'allongement des grains (e, f, g, h) extraites des cartes EBSD pour l'échantillon de référence (a, e), un échantillon *haute température* (b, f), un échantillon *moyenne température* (c, g) et un échantillon *haute pression* (d, h). L'extraction de ces données a été faite sur des zones plus larges que celles présentées dans la figure 3.4. 83

3.6 Images en MET des échantillons de périclase pour a) un échantillon déformé à *haute température* (D2029), b) l'échantillon D2324 déformé à *moyenne température*, c) l'échantillon D2321 déformé à *moyenne température*, d) l'échantillon D2325 déformé à *haute pression*. Les flèches blanches indiquent des alignements de dislocations qui forment des sous-joints de grain. Les flèches noires dans les coins en bas à droite des images correspondent à l'orientation des vecteurs-g utilisés pour faire les clichés en champ clair. 86

3.7 Mesures d'orientation cristalline dans les échantillons MET, traitée de la même manière que les mesures EBSD. Cartes d'orientation (a, c) et désorientation intracristalline (b, d) dans un échantillon déformé à *haute température* (a, b) et dans un échantillon déformé à *moyenne température* (c, d). L'échelle de couleur pour les cartes d'orientation est la même que pour les cartes EBSD. 88

3.8 Comparaison entre les images MET (a, c) et les cartes de désorientation cristalline (b, d) des échantillons de *haute température* (a, b) et *moyenne température* (c, d). Les flèches rouges indiquent les lignes KAM sur les cartes ASTAR et les sous-joints de grains sur les images MET. 89

3.9 Carte des mécanismes de déformation dans le périclase projetée dans l'espace P-T (pour des vitesses de déformation comprises entre 10^{-6} et 10^{-5} s^{-1} et pour des tailles de grains microniques) et basée sur des observations microstructurales. Les marqueurs rouges correspondent aux conditions de déformation dans lesquelles le GBS accommodé par de la diffusion est dominant. Les marqueurs verts et les marqueurs bleus correspondent aux conditions de déformation pour lesquelles le glissement des dislocations est dominant, avec une activité dominante du système $\langle 110 \rangle \{110\}$ ou une activité égale des systèmes $\langle 110 \rangle \{110\}$ et $\langle 110 \rangle \{100\}$, respectivement. Les zones rouges, vertes et bleues sont des guides et font ressortir les différents domaines du comportement plastique du périclase. Les marqueurs ronds correspondent aux données de notre étude, les marqueurs carrés correspondent aux données de Lin et al. (2017) et les marqueurs triangulaires correspondent aux données de Immoor et al. (2018). a) Résumé des mécanismes de déformation observés dans cette études et dans les travaux de Lin et al. (2017) et Immoor et al. (2018). b) Zoom sur les basses pressions. 98

3.10 Schéma de l'effet de la variation de la température, de la pression et de la taille de grain sur le style de déformation plastique dominant dans le périclase. La recristallisation pourrait être le mécanisme responsable du changement de la taille de grain, en produisant une croissance des grains si le mécanisme de migration du joint de grain (GBM pour grain boundary migration) est le processus dominant, ou une diminution de la taille de grain si la rotation des sous-grains (SGR pour sub-grain rotation) est dominant. 101

4.1 Schéma du montage expérimental spécifique aux mesures de cristallographie multigrain à haute température sur ligne synchrotron, vue de dessus. Le rayonnement X synchrotron (ligne bleue) traverse la cellule à enclumes de diamant (CED, en vert) et est transmis ou diffracté par les cristaux de l'échantillon. Les rayons diffractés (en bleu) forment le cliché de diffraction sur le détecteur, comme en diffraction X classique. Pour la cristallographie multigrain, la CED pivote autour de l'axe vertical de la cellule pour acquérir une série de clichés de diffraction avec différents angles d'incidence du faisceau de rayons-X. Habituellement, cette étape nécessite l'arrêt de la chauffe du fait que les lasers sont fixes et se retrouvent donc désalignés pendant la rotation de la CED, comme c'est le cas sur la ligne PSICHE à SOLEIL. Dans un montage expérimental spécifique, mis en place sur les lignes P02.2 à PETRA III et ID27 à L'ESRF, les lasers (lignes rouges) qui assurent le chauffage de la CED sont montés sur des bras rotatifs qui permettent de faire pivoter les lasers en même temps que la CED et ainsi conserver une haute température dans l'échantillon pendant la mesure multigrain. 107

4.2 Chemins pression-température des trois expériences de transformation dans des polycristaux d'olivine. Les points sont déterminés à partir de clichés de diffraction 2D et de mesures multigrain. Le remplissage des marqueurs indique la phase présente dans l'échantillon. Un marqueur vide correspond à l'olivine, un marqueur rempli à moitié correspond à un mélange olivine-wadsleyite et un marqueur plein indique la dominance de la wadsleyite. 112

4.3 Microstructures des grains dans l'échantillon au cours de la transformation. a) Image moyenne de la collection multigrain 'multi', montrant la diffraction du monocristal d'olivine de départ. b) Orientation du grain d'olivine de départ. c) Image moyenne de la collection multigrain 'multi4' montrant la diffraction de gros grains d'olivine sous contrainte et d'une multitude de petits grains de wadsleyite. d) Orientation des grains d'olivine indexés à partir de cette mesure multigrain. e) Orientation des grains de wadsleyite indexés à partir de cette mesure multigrain. N est le nombre de grains indexés. 113

4.4 Orientations des grains dans les échantillons polycristallins à différentes étapes de chacune des trois expériences de transformation LTC_05_01, LTC_03_02 et P2_01. Les orientations sont tracées dans des figures de pôles inverses de la direction de compression. L'espace élémentaire et les axes cristallographiques représentés sont indiqués dans le schéma en haut à droite. Les couleurs correspondent à la probabilité de l'orientation, exprimé en multiple d'un distribution aléatoire (m.r.d). La pression et la température subies par l'échantillon au moment de la mesure sont indiqués sous les IPF. N est le nombre de grains indexés. La mesure P2_01_s27 échantillonne le polycristal au début de la transformation, c'est à dire lorsque les premiers grains de wadsleyite sont formés. Les grains d'olivine reliques sont présentés en parallèle des grains de wadsleyite nouvellement formés. 115

4.5 Taille des grains dans les échantillons de l'expérience P2_01. Les tailles de grains sont exprimés en rayon équivalent, c'est à dire le rayon qu'aurait le grain s'il était une sphère. N est le nombre de grains dans la classe de taille de grain. Les barres en vert sont les tailles de grain dans l'olivine et celles en bleu dans la wadsleyite. M, m, moy, MD sont le maximum de la taille de grain, le minimum de la taille de grain, la moyenne de taille de grain et le maximum de distribution de la taille de grain dans l'échantillon, respectivement. 119

4.6 Simulation d'une transformation cohérente et comparaison avec les orientation des grains de wadsleyite obtenu après la transformation expérimentale. La simulation calcule l'orientation qu'aurait un grain de wadsleyite si il était le produit de la transformation topotactique d'un des grains d'olivine observés dans notre échantillon avant la transformation. Les deux relations topotactiques rapportées par Smyth et al. (2012) sont testées. Deux exemples de simulations sont présenté ici, i) le cas où l'olivine ne montre pas d'orientation préférentielle avant la transformation, c'est le cas dans les expériences LTC_05_01 et P2_01, et ii) le cas où l'olivine possède une orientation préférentielle avant la transformation, c'est le cas dans les expériences LTC_03_02 et Olivine_01. Les orientations sont représentées dans des figures de pôles inverses de la direction de compression. La couleur des marqueurs correspond à la probabilité de l'orientation, qui est exprimé en multiple d'une distribution aléatoire (m.r.d pour multiple of a random distribution). 123

5.1 Figures de pôles inverses de la direction de compression présentant les orientations des grains indexés par cristallographie multigrain dans trois expériences de déformation de polycristaux de wadsleyite en CED avec chauffage laser. L'espace élémentaire et les axes cristallographiques représentés sont indiqués par le schéma en haut à droite. Les couleurs des marqueurs correspond à la probabilité de l'orientation, exprimée en multiples d'une distribution aléatoire (m.r.d, pour multiple of a random distribution). N est le nombre de grains indexés par cristallographie multigrain. La pression et la température dans l'échantillon au moment de l'acquisition multigrain sont indiquées sous l'IPF. 139

5.2 Exemple des textures pour chacune des trois expériences de déformation de la wadsleyite, présentées dans des figures de pôles. Les couleurs correspondent à la probabilité de l'orientation, exprimée en multiples d'une distribution aléatoire (m.r.d, pour multiple of a random distribution). La pression et la température subies par l'échantillon au moment de la mesure sont indiquées au dessus des figures de pôles. N est le nombre de grains de wadsleyite indexés. 142

5.3 Textures issues de la simulation d'une déformation plastique par glissement des dislocations en cisaillement (colonne de gauche) et en compression (colonne de droite) suivant chacun des cinq modèles de glissement A, B, C, D, E. La déformation finale est de γ=1 en cisaillement et γ=0.5 en compression. L'échelle de couleur exprime la probabilité de l'orientation, exprimée en multiples d'une distribution aléatoire (m.r.d). Le symbole * indique les modèles déjà proposés dans la littérature : le modèle A a été proposé par Tommasi et al. (2004) (leur modèle 2), le modèle D par Tommasi et al. (2004) (leur modèle 4) avec des CRSS légèrement différents et par Castelnau et al. (2020), et le modèle E par Demouchy et al. (2011) avec des CRSS légèrement différents. 143

5.4 Résumé des textures rapportées dans les expériences de déformation en cisaillement de la wadsleyite de la littérature. Nous les nommons A, B, C et E dans notre étude, pour homogénéiser les appellations et éviter la confusion avec les études antérieures. Ces études sont complétées par nos résultats en compression, les observations de microscopie de Thurel et Cordier (2003) et Thurel et al. (2003) et les simulations VPSC de Tommasi et al. (2004) et Demouchy et al. (2011). Le schéma en haut à gauche donne la direction de cisaillement (SD) et le plan de cisaillement (SP). 145

5.5 Activités des systèmes de glissement dans la wadsleyite durant les simulations de déformation de cisaillement (γ=1) pour chacun des modèles A, B, C, D et E. 148

5.6 Répartition des textures expérimentales dans un digramme température de déformation vs. teneur en eau. La forme des marqueurs correspond à l'étude où la texture à été rapportée. La couleur des marqueurs correspond à la texture observée : rouge pour une texture correspondant au modèle A, jaune pour une texture correspondant au modèle B, bleu pour une texture correspondant au modèle C et orange pour une texture correspondant au modèle E. Le nom du modèle est indiqué dans la zone où les textures correspondantes sont concentrées, accompagné des systèmes de glissement actifs. 151

5.7 Signaux sismiques associés aux textures des modèles A, B, C et E dans un agrégat de wadsleyite. Les figures de pôles présentent la dépendance de la vitesse des ondes P en fonction de la direction de propagation (a, c, e, g) et l'anisotropie de déphasage des ondes S (b, d, f, h) calculées à partir des textures en cisaillement (γ=1). 155

6.1 Textures dans l'olivine et la wadsleyite dans différentes conditions de température et déformation. Le modèle de déformation (i.e. les combinaisons de systèmes de glissement actifs) et la nature de la déformation (compression, tension ou cisaillement) sont indiqués pour chaque texture. Les couleurs correspondent à la probabilité des orientations, exprimées en multiple d'une distribution uniforme (m.r.d. pour multiple of a random distribution) 162

6.2 Dépendance de la vitesse des ondes P (a, c) et déphasage des ondes S (b, d) dans un monocristal d'olivine (a, b) et de wadsleyite (c, d) résultant des constantes élastiques données par Zhang, Bass et Schmandt (2018) pour l'olivine à 1500 K et 12 GPa et par Zhou et al. (2020) pour la wadsleyite à 1500 K et 15 GPa. 163

6.3 Anisotropies sismiques calculées à partir des textures présentées dans la figure 6.1 en utilisant les constantes élastiques à haute température de chacune des phases (5.3). Tableau de gauche : déphasage des ondes S dans l'olivine et la wadsleyite dans différentes conditions de température et de déformation. Tableau de droite : dépendance de la vitesse des ondes P à la direction de propagation dans l'olivine et la wadsleyite dans différentes conditions de température et de déformation. Les tirets surimposés sur les figures d'anisotropies des ondes S représentent la polarisation des ondes S rapides. 165

6.4 Modélisation de la texture et l'anisotropie sismique attendues dans une zone de subduction, en considérant de la tension dans les roches de la plaque lithosphérique en subduction et du cisaillement sur les bords du panneau plongeant et dans le manteau environnant. 'Modèle R' correspond au modèle de déformation par glissement des dislocations dans l'olivine décrit par Raterron et al. (2014), 'Modèles A' et 'Modèle B' correspondent aux modèles de déformation plastique par glissement des dislocations décrits au chapitre 5. Les pourcentages indiqués en bas à gauche des figures d'anisotropie sismiques sont les maximum d'anisotropie pour les ondes P et S, respectivement. Les tirets surimposés sur les figures d'anisotropie sismique des ondes S représentent la polarisation des ondes S rapides. 169

6.5 Modélisation de la texture et de l'anisotropie sismique attendues dans une zone d'ascension d'un panache mantellique. La déformation se fait sous la forme d'un cisaillement vertical en 'tube' dans le panache et dans le manteau environnant. 'Modèle R' correspond au modèle de déformation par glissement des dislocations dans l'olivine décrit par Raterron et al. (2014), 'Modèles A' et 'Modèle B' correspondent aux modèles de déformation plastique par glissement des dislocations décrits au chapitre 5. Les tirets en surimposition sur les figures d'anisotropie des ondes S représentent la polarisation des ondes S rapides. 172

Liste des tableaux

3.1 Résultats expérimentaux : température, pression hydrostatique moyenne, vitesse de déformation, contrainte, déformation macroscopique finale et exposant de contrainte (voit section 3.3.2) pour chaque condition de pression et température. Les nombres entre parenthèses sont les incertitudes sur le dernier chiffre. En D-DIA, la pression hydrostatique peut changer au cours de l'expérience et nous présentons ici la pression hydrostatique moyenne pour chaque expérience. Les contraintes rapportées dans ce tableau sont des contraintes moyennes mesurées pendant chaque plateau de la vitesse de déformation. Les erreurs sur la pression et la contrainte sont basées sur la variation de ces quantités en fonction du temps. Les incertitudes sur la vitesse de déformation sont des erreurs statistiques déterminées à partir de la régression linéaire des droites déformation vs. temps. L'erreur sur la température est basée sur l'estimation de gradients de température dans l'assemblage expérimental en D-DIA (Raterron, Merkel et Holyoke, 2013). 75

4.1 Tableau des conditions expérimentales des expériences de transformation de l'olivine en cellules à enclumes de diamant. Quatre expériences sont présentées, LTC_05_01, LTC_03_02 et P2_01 réalisées sur des polycristaux d'olivine et Olivine_01 à partir d'un monocristal d'olivine. Pour chacune, la pression et la température associées aux différentes mesures multigrain ainsi que les résultats de l'indexation sont indiquées. Le nombre de grains indiqué dans le tableau correspond au nombre de grains d'olivine ou de wadsleyite indexés à partir de la mesure multigrain. La taille de grains moyenne présentée dans ce tableau correspond au rayon moyen des grains indexés estimé à partir de l'intensité relative des tâches de diffraction associées à chacun des grains et de la géométrie de l'expérience. 'gve/grain' représente le nombre moyen de tâches de diffraction indexées à un même grain. 'gve indexés' est le pourcentage des tâches de diffraction mesurées et potentiellement associées à la phase considérée, qui ont été indexées à des grains. A noter que parmi ces tâches de diffraction certaines peuvent être issues d'autres phases (comme le milieu transmetteur de pression) dont une ou plusieurs positions de diffraction recoupent celles de la phase étudiée. 110

5.1 Tableau des conditions expérimentales de déformation de la wadsleyite en cellules à enclumes de diamant. Trois expériences sont présentées, LTC_05_01, LTC_03_02 et P2_01. Pour chacune, la pression et la température associées aux différentes mesures multigrain ainsi que les résultats de l'indexation sont indiquées. Le nombre de tâches de diffraction indiqué correspond aux tâches de diffraction assignées à la wadsleyite. Le nombre de grains indiqué correspond au nombre de grains de wadsleyite indexés à partir de la mesure multigrain. 'gve/grain' représente le nombre moyen de tâches de diffraction indexées à un même grain. 'gve indexés' est le pourcentage des tâches de diffraction assignées à la wadsleyite qui ont été indexées à des grains. 131

5.2 Récapitulatif des CRSS utilisés pour chacun des systèmes de glissement dans les différents modèles, et les activités correspondantes observées lors de simulations d'une déformation en cisaillement de γ=1. Le symbole * indique les modèles déjà proposés dans la littérature : le modèle A a été proposé par Tommasi et al. (2004) (leur modèle 2), le modèle D par Tommasi et al. (2004) (leur modèle 4) et par (Castelnau et al., 2020) et le modèle E par Demouchy et al. (2011) avec des CRSS légèrement différents. 134

5.3 Constantes élastiques utilisées dans ce chapitre. Les constantes élastiques pour l'olivine ont été calculées à 12 GPa et différentes températures en utilisant la relation données par Zhang, Bass et Schmandt (2018). Les constantes élastiques pour la wadsleyite à 15 GPa et différentes températures nous ont été fournies par W. Zhou (University of New Mexico). Ces données sont en cours de publication, mais ont déjà été présentées (Zhou et al., 2020). T est la température considérée pour le calcul des constantes élastiques. 137

Deformation of polycrystalline MgO up to 8.3 GPa and 1270 K: microstructures, dominant slip-systems, and transition to grain boundary sliding

E. E. Ledoux [1], **F. Lin** [2], **L. Miyagi** [2], **A. Addad** [1], **A. Fadel** [1], **D. Jacob** [1], **F. Béclin** [1], **S. Merkel** [1]

[1] *Univ. Lille, CNRS, INRAE, Centrale Lille, UMR 8207 - UMET - Unité Matériaux et Transformations, F-59000 Lille, France*

[2] *Department of Geology and Geophysics, University of Utah, Salt Lake City, Utah 84112, USA*

Correspondence*:
Estelle Ledoux
estelle.ledoux@univ-lille.fr

ABSTRACT

Ferropericlase is the second most abundant mineral in the Earth's lower mantle and its mechanical properties have a strong influence on the rheology of this region. Here, we deform polycrystalline MgO, the magnesium end-member of ferropericlase, at conditions ranging from 1.6 to 8.3 GPa and 875 to 1270 K. We analyse the flow laws and microstructures of the recovered samples using electron microscopy and compare our observations with predictions from the literature. We identify a first mechanism for samples deformed at 1270 K, attributed to a regime controlled by grain boundary sliding accommodated by diffusion, and characterized by a small grain size, an absence of texture, and no intracrystalline deformation. At 1070 K and below, the deformation regime is controlled by dislocations. The samples show a more homogeneous grain size distribution, significant texture, and intracrystalline strains. In this regime, deformation is controlled by the $\langle 110 \rangle \{110\}$ slip system and a combined $\langle 110 \rangle \{110\}$ and $\langle 110 \rangle \{100\}$ slip, depending on pressure and temperature. Based on these results, we propose an updated deformation map for polycrystalline MgO at mantle conditions. The implications for ferropericlase and seismic observations in the Earth's lower mantle are discussed.

Keywords: keyword, keyword, keyword, keyword, keyword, keyword, keyword, keyword

1 INTRODUCTION

Periclase is the magnesium end-member of (Mg,Fe)O ferropericlase, the second most abundant mineral in the Earth's lower mantle (Ringwood, 1991). At mantle conditions, ferropericlase is believed to be substantially weaker than bridgmanite (Girard et al., 2016) and hence accommodate large amount of deformation (Nzogang et al., 2018). As such the mechanical properties of ferropericlase and its MgO end-member are very relevant for our understanding of the Earth deep mantle. MgO is also an ionic ceramic which is mainly used for its refractory properties in furnaces (Pole et al., 1946) and flame retardants (Dong et al., 2012) as well as a compound for some technical ceramics for the construction industry. Finally, MgO is a model material for the investigation of plastic deformation and dislocation mobility in ionic ceramics due to its simple rocksalt crystal structure (Amodeo et al., 2018). As such, MgO has been the topic of advanced studies regarding the effects of pressure, temperature, and strain on its plasticity both using experiment (Paterson and Weaver, 1970; Merkel et al., 2002; Weidner et al., 2004; Lin et al., 2017) and numerical models (Amodeo et al., 2012; Cordier et al., 2012; Amodeo et al., 2016), recently reviewed in Amodeo et al. (2018).

Although the upper mantle is known to be anisotropic, the lower mantle is isotropic for body waves from 1000 km to 2700 km depth (Meade et al., 1995). There are two classes of anisotropic structures that could cause seismic anisotropy in the Earth′s mantle (Karato, 1998). One is the lattice preferred orientation (LPO) of anisotropic minerals and the other is the shape preferred orientation (SPO) of secondary phases. Understanding LPO in minerals requires understanding plasticity induced by deformation. Deformation controlled by dislocations or twinning will result in LPO and hence anisotropy. On the contrary, if deformation is controlled by diffusion or other homogeneous processes, it will most often not result in LPO, although there are reports of strong LPO development in the diffusion creep regime in olivine (Miyazaki et al., 2013). Numerous studies have investigated plasticity of periclase and ferropericlase under pressure and temperature (Paterson and Weaver, 1970; Stretton et al., 2001; Merkel et al., 2002; Heidelbach et al., 2003; Weidner et al., 2004; Long et al., 2006; Tommaseo et al., 2006; Mariani et al., 2009; Marquardt et al., 2011; Amodeo et al., 2012; Girard et al., 2012; Amodeo et al., 2016; Lin et al., 2017; Immoor et al., 2018; Lin et al., 2019). From these studies, it has been inferred that the $\langle 110 \rangle \{110\}$ and $\langle 110 \rangle \{100\}$ slip systems dominate in these minerals. Both numerical simulations (Cordier et al., 2012; Amodeo et al., 2012) and single crystal deformation experiments (Girard et al., 2012) suggest a pressure induced inversion in dominant slip system. Experiments on polycrystals at room temperature and pressures up to 47 GPa report the dominance of $\langle 110 \rangle \{110\}$ slip system with no evidence for slip system transition (Merkel et al., 2002; Tommaseo et al., 2006; Lin et al., 2017). At high temperature, the deformation of polycrystals results of a combination of two or three slip systems (Stretton et al., 2001; Heidelbach et al., 2003; Mariani et al., 2009). Recrystallization by subgrain rotation is also sometimes observed (Heidelbach et al., 2003). Immoor et al. (2018) deformed polycrystals at both high pressures and high temperatures and see an increased activity of $\langle 110 \rangle \{100\}$ above 30 GPa consistent with predictions of Amodeo et al. (2016) of dominant $\langle 110 \rangle \{100\}$ slip above 60 GPa. However, the transition between

dominant $\langle 110 \rangle \{110\}$ slip to a comparable activity of $\langle 110 \rangle \{110\}$ and $\langle 110 \rangle \{100\}$ slip can be difficult to characterize in polycrystals. Both numerical (Amodeo et al., 2016) and experimental (Immoor et al., 2018) studies show a continuous change in the induced microstructures rather than a sharp transition.

Questions also arise when addressing the relative behavior of single- vs. polycrystals. Grain-to-grain or grain boundary interactions are present in polycrystals but not in single crystals. Moreover, the history of sample deformation can affect microstructures measured in samples deformed over a broad range of conditions. To address these issues, we deform polycrystalline periclase at temperatures and pressures ranging from 875 to 1270 K and from 1.6 to 8.3 GPa and strain rates between 10^{-6} and 10^{-4} s^{-1}. We then characterize flow laws with in-situ X-ray diffraction and the recovered samples with electron microscopy. Based on our observations we quantify the sample's microstructural features. We then construct a map for dominant deformation regimes and active slip systems in polycrystalline MgO as a function of pressure and temperature and discuss the implications of these results for the Earth's lower mantle.

2 METHODS

2.1 High pressure / high temperature deformation experiment

The starting material was a commercial MgO powder from Alfa Aesar (part #14684, 99.95% purity, 325 mesh). Scanning electron microscope (SEM) analysis indicates that this material is made of clusters of crystallites with a typical crystallite size below 1 μm (Fig. 1).

The powder was hand-pressed into a cubic multi-anvil cell assembly for D-DIA experiments (Lin et al., 2017) with a sample dimension of 1×1 mm, for all experiments. We used the D-DIA deformation apparatus (Wang et al., 2010) available at the 13-BMD beam line of the GSECARS sector at the advanced photon source (APS). At the beginning of each run, the sample was sintered and annealed inside the D-DIA in order to generate a homogeneous microstructure. All samples were annealed at a 20 tons load ($\approx$ 2 GPa) and 1270 K for duration of 1.5 h, except for D2029 and D2034 which were annealed for 2.5 h and 0.5 h, respectively. One sample was recovered after annealing to serve as a reference for microstructures. The microstrcutures of this reference sample are presented in figure 1c and d. Based on EBSD measurements (see below), the maximum map occupancy is for grain areas of $\approx$ 3 μm^2 in the sintered material with grains of up to 1120 μm^2.

We performed 6 deformation runs at different pressure and temperature conditions between 1.6 and 8.3 GPa and 875 and 1270 K (Table 1). After the annealing step, the conditions were adjusted to the target pressure and temperature. The sample was then deformed in axial compression at fixed strain rates by advancing the vertical anvils toward the sample while retracting the horizontal anvils. The overall duration of the deformation experiments ranged between 120 min and 677 min to total strains ranging between 15 and 35% with varying strain rates (Table 1). Figure 2 shows a typical example of a sample recovered after the experiment.

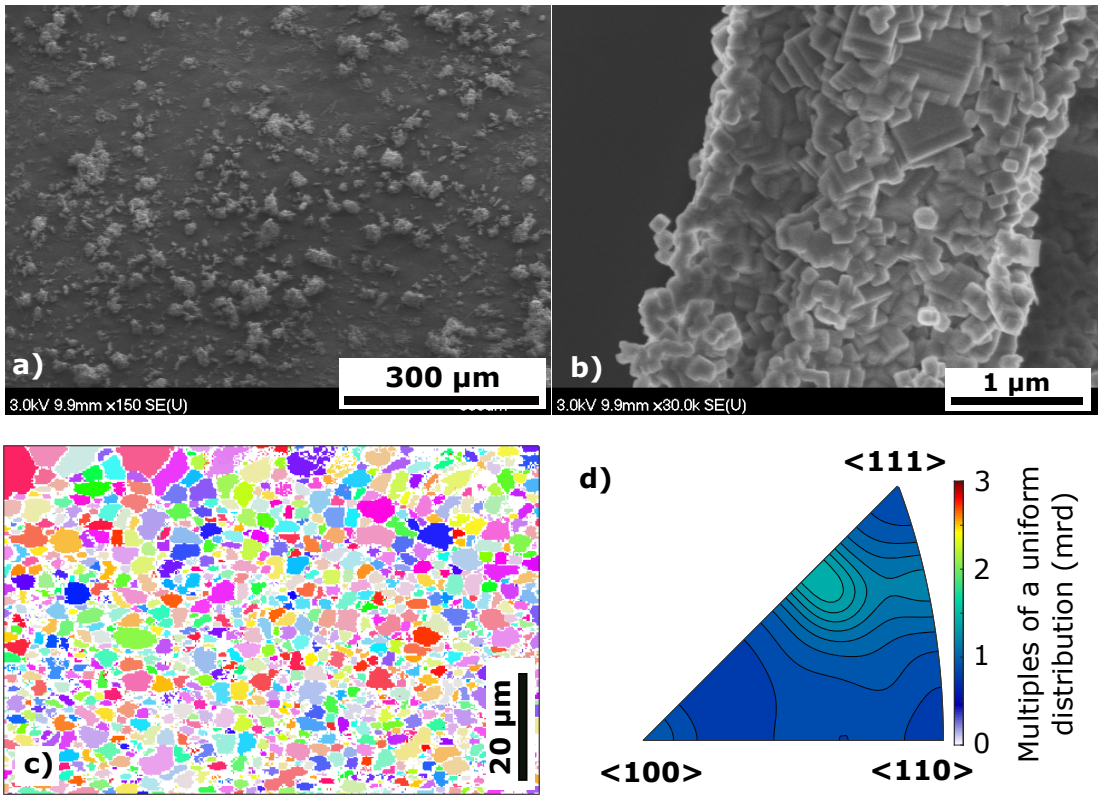

Figure 1. Electron microscopy imaging of MgO starting material. a) 325 mesh clusters of the original powder. b) Zoom on one of these clusters. The clusters are made of several smaller crystallites. c) EBSD orientation mapping of the sample recovered after sintering and annealing at $\approx$ 2 GPa of hydrostatic pressure and 1270 K in the D-DIA. The sample is dominated by grains with areas around 3 μm^2. d) Inverse pole figure of the compression direction for the reference undeformed sample (D2028).

2.2 In situ X-ray measurements

During deformation, sample axial strains were measured using x-ray radiography with a large monochromatic beam (2 to 3 mm). Radiographs were acquired over 10 s using a YAG scintillator and a charge coupled device (CCD, resolution 1.3 μm/pixel). The sample length was defined by the shadows of the two Au foils at its top and bottom.

After each x-ray radiograph, a 2-dimensional (2D) x-ray diffraction (XRD) pattern was collected over 300 to 450 s with an X-ray beam tuned to a monochromatic wavelength of 0.2066 Å. The experimental layout and detector geometry were refined according to a calibration with a CeO_2 polycrystal standard prior to the experiment. The XRD measurements were then processed to assess hydrostatic pressure, texture and deviatoric stress in the deforming sample using the procedure described in Lin et al. (2017).

Diffraction data was analyzed using the 2D Rietveld method as implemented in the Materials Analysis Using Diffraction (MAUD) software package (Lutterotti et al., 2014; Wenk et al., 2014) and used to

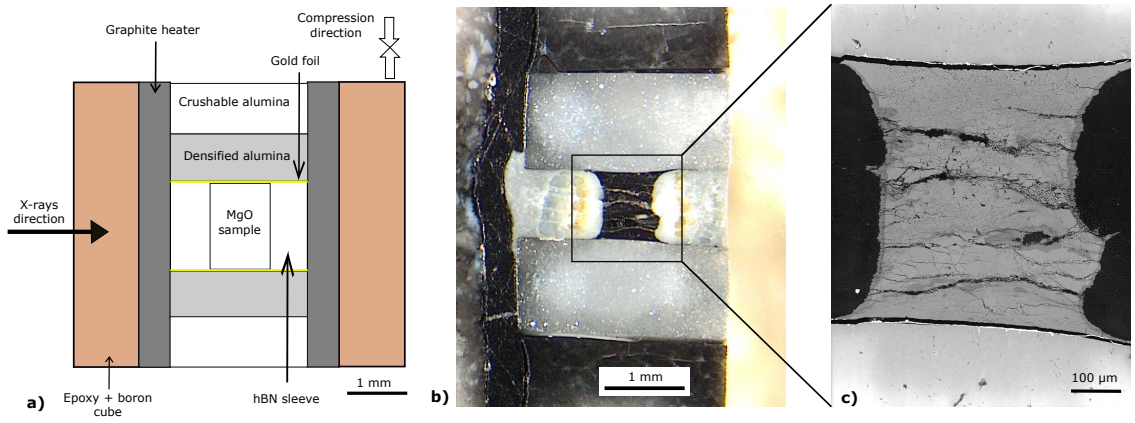

Figure 2. Recovered samples. a) Sketch of the D-DIA experimental assembly; b) Optical image of sample D2032 after recovery and preparation for electron microscopy. The right part of the assembly was cut for sample preparation; c) SEM image of the same sample.

extract hydrostatic unit cell parameters, lattice strain parameters for the (111), (200), and (220) diffraction lines, and texture for the MgO sample. Hydrostatic unit cell parameters were then used to calculate the hydrostatic pressure at each measured point using the hydrostatic equation of state for MgO (Speziale et al., 2001). Textures were fit using the Extented-Williams-Imhof-Matthies-Vinel (E-WIMV) method assuming axial compression around the compression axis. Stress was evaluated from the measured lattice strain parameters and elasto-visco-plastic-self-consistent calculations (Lin, 2020). The obtained stress-strain curves for all experiments are shown in figure 3 and stress values are given in Table 1. Stress exponents have been extracted using these values of stress and strain rate, and are presented in figure 4.

2.3 Post-mortem electron microscopy

The recovered samples were prepared for electron microscopy investigations, including Scanning Electron Microscopy (SEM), Electron Backscatter Diffraction (EBSD) and Transmission Electron Microscopy (TEM). SEM, EBSD, and TEM analysis were performed in the Lille Electron Microscopy Platform (PMEL).

The sample preparation for SEM and EBSD consisted of conventional mechanical polishing, with diamond paper from 30 to 1 μm grain size completed with diamond paste polishing down to 1/4 μm, and followed by ion polishing using a 1061 SEM Mill from Fischione Instruments. We noticed that carbon coating did not improve and sometimes decreased the quality of the EBSD indexing. Hence, unlike classical electron microscopy sample preparation, we did not coat the samples with carbon in order to avoid a pollution of the EBSD signal.

We did not measure water content of the samples. MgO is a very hydrophyllic material and the samples left in air incorporate water. In addition, we used water as a lubricant for cutting and polishing the

Table 1. Experimental results: temperature, average hydrostatic pressure, strain rate, stress and final macroscopic strain at each deformation step. The table also shows the extracted stress exponent for each pressure and temperature conditions (see text for details). Numbers in parenthesis are uncertainties on the last digit. In D-DIA experiments, hydrostatic pressure changes during the experiments and we report the mean hydrostatic pressure for each experiment. Reported stresses are mean stresses measured during each steady state step. Full stress-strain curves for all experiments can be seen in Fig. 3. The reported errors in pressure and stress are based on the variations of these quantities over time. Uncertainties on strain rates are statistical errors determined from the linear regression of strain vs. time curves. Error on temperatures are based on estimates of temperature gradients in the D-DIA cell assembly (Raterron et al., 2013).

Sample	Temperature (K)	Pressure (GPa)	Strain rate (s^{-1})	Stress (GPa)	Macroscopic strain (percent)	n
D2028	1270(75)	0	0	0	0	
D2029	1270(75)	1.6(4)	$1.2(1) \times 10^{-5}$	0.12(1)	6	1.5
			$1.6(1) \times 10^{-5}$	0.15(3)	10	
			$3.5(2) \times 10^{-5}$	0.24(1)	22	
D2032	1270(75)	6.5(5)	$1.0(1) \times 10^{-5}$	0.09(1)	2	1.5
			$1.8(2) \times 10^{-5}$	0.15(1)	5	
			$3.4(2) \times 10^{-5}$	0.21(3)	15	
D2034	875(75)	2.7(1)	$4.7(1) \times 10^{-5}$	0.82(7)	32	
D2321	875(75)	2.5(10)	$6.3(2) \times 10^{-6}$	0.43(4)	6	5.6
			$3.7(3) \times 10^{-5}$	0.57(1)	12	
			$8.1(3) \times 10^{-5}$	0.69(3)	35	
D2324	1070(75)	1.8(7)	$5.7(2) \times 10^{-6}$	0.24(1)	4	5.3
			$2.8(1) \times 10^{-5}$	0.34(1)	12	
			$7.4(1) \times 10^{-5}$	0.40(2)	30	
D2325	1070(75)	8.3(3)	$3.7(2) \times 10^{-6}$	0.52(1)	6	5.5
			$1.0(1) \times 10^{-5}$	0.62(1)	11	
			$2.8(1) \times 10^{-5}$	0.75(1)	15	

samples. Water content measured in the post-mortem samples will then be biased by a highly possible water contamination from the sample preparation.

SEM and EBSD analysis were performed with a FEG JEOL JSM-7800F scanning electron microscope. The SEM was used in a low vacuum of 30 Pa, at a working distance of 15 mm, an acceleration voltage of 15 kV, a current between 10 and 20 nA and a spot size of few nanometers. For EBSD, the sample was tilted at 70°. The step size for EBSD map acquisitions ranged from 1 μm, for maps of the overall samples (up to 0.45 mm wide), to 0.08 μm, for specific sample characterization. EBSD data were acquired via the

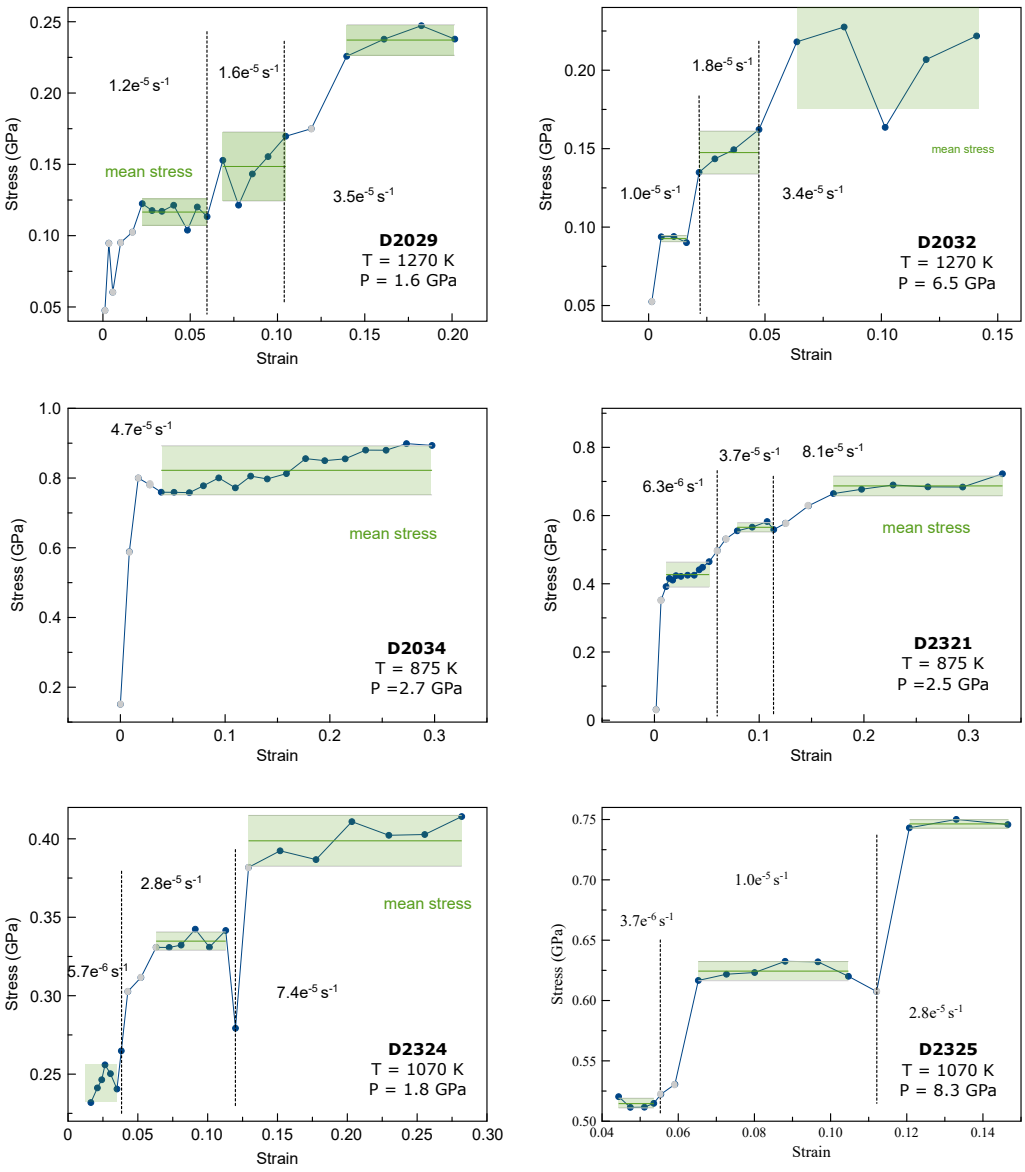

Figure 3. Stress vs. strain curves for all experiments. Grey data points indicate transient state before reaching steady state. Solid points are identified as ”steady state” deformation and used for a computation of a mean stress (solid green line). Error bars in Table 1 were evaluated based on stress changes during steady-state, indicated by the green shading.

Aztec software from Oxford Instruments using 6 to 8 bands to validate an indexing, leading to mean angle deviations of 0.65 to 0.85.

For the TEM investigation, sample foils were cut using a focused ion beam (FIB) technique (FEI Strata DB 235 FIB-FESEM) at IEMN (Institute of Micro and Nano Electronics, Université de Lille).

TEM investigations were performed in the Lille Electron Microscopy Platform with a LaB_6 FEI Tecnai $G^2$20Twin microscope operating at 200 kV.

Orientation maps in the TEM were acquired with a step size of 10 nm using scanning precession electron diffraction with the ASTAR^{TM} tool from NanoMEGAS (Rauch, 2014). The TEM was set in the microbeam mode with a spot size of about 10 nm, exposure time of 40 ms and precession angle of 1°. Camera length was of 62 mm. In the ASTAR configuration, spot patterns are collected with a fast external CCD camera pointing on the TEM phosphorous screen and stored for further indexing and post-processing. As in previous studies (Nzogang et al., 2018), indexing for MgO is achieved by comparing individual patterns via cross-correlation matching techniques with ones precalculated based on an input structural model {space group $Fm\bar{3}m$, with Mg at (0,0,0) and O at ($\frac{1}{2}$,$\frac{1}{2}$,$\frac{1}{2}$)}.

2.4 Microstructures reconstruction

Both SEM EBSD and TEM ASTAR data were then post-processed using the open-source MTEX toolbox for MATLAB (Bachmann et al., 2010; Mainprice et al., 2015) to image the sample microstructures and extract information such as lattice preferred orientation (Fig. 5), grain size distributions (Fig. 6), grain shapes (Fig. 7), and the intracrystalline misorientations (Figs. 8, 10). The use of EBSD characterization quantities to treat ASTAR maps have already been proposed in the study of Nzogang et al. (2018).

Using MTEX, we first reconstruct grains as assigned to regions of similar orientation with a threshold of 5° misorientation at grain boundaries (a 10° misorientation threshold was also tested and led to very similar results). Then, isolated non indexed pixels within grains are replaced by new pixels with an orientation in agreement with the neighboring pixels.

To compare LPO between different samples and conditions, we show inverse pole figures (IPF) of the compression direction (Fig. 5). Several IPF calculations are possible, using either one average orientation per grain or one point at each measured pixel. For a proper comparison to results deduced from X-Ray data, which are not spatially resolved and sensitive to grain volumes, the EBSD IPF presented here are based on measurements at all points rather than one average orientation per grain.

Detailed microstructures are documented by 2D maps showing the grains boundaries and orientations (Figs. 8, 10). Intracrystalline misorientation results are presented using two quantities: GROD and KAM. The GROD (for Grain Reference Orientation Deviation) represents the internal misorientation in a grain using the mean grain orientation as a reference. The KAM (for Kernel Average misorientation) corresponds to a local gradient of internal grain misorientation and compares the orientation in one pixel with the orientations of its first order nearest neighbours.

Finally, MTEX and custom python scripts are used to evaluate the grain size and grain elongation statistics. From the individual grain sizes estimated in MTEX, we evaluate the distribution of relative map occupancy vs. grain area (in logarithmic scale, Fig. 6). From the MTEX results, we also compute histograms of the grain aspect ratios (Fig. 7).

3 RESULTS

3.1 Mechanical data

Rheological laws are typically expressed as

$$\dot{\epsilon} = A\, d^{-m}\, \sigma^{n}\, \exp\left(-\frac{E^* + PV^*}{RT}\right) \quad (1)$$

where $\dot{\epsilon}$ is the strain rate, A is a constant, d is the grain size, m is the grain size exponent, σ is the stress, n is the stress exponent, E^* the activation energy, P is the hydrostatic pressure, V^* the activation volume, R is the gas constant and T is the temperature. The strain rate sensitivity of flow, which is given by n, is indicative of the mechanism responsible for deformation. Here, we attempt to extract n for each experiment for which P, T, and grains sizes are relatively constant. The rheological law then becomes

$$\dot{\epsilon} = B\, \sigma^{n} \quad (2)$$

where B is a new constant that depends on P, T and grain size. From this relation, n is the slope of the $\log_{10}(\dot{\epsilon})$ vs. $\log_{10}(\sigma)$ curve (Fig. 4, Table 1).

The D2029 and D2032 runs, performed at 1270 K, show stress exponents of about 1.5, indicative of deformation controlled by diffusion. The D2321, D2324 and D2325 runs, performed at lower temperatures, have stress exponents ranging between 5.3 and 5.6, indicative of deformation dominated by dislocations. Based on these measurements of stress exponents, we hence anticipate a transition from dislocation-dominated to diffusion-dominated plasticity between 1070 and 1270 K. Details of these mechanisms will be discussed below with the addition of microstructural observations.

3.2 General features of the samples

The observation of the recovered samples using optical microscopy reveals two main features: *i)* macroscopic cracks that run through the overall MgO sample and *ii)* darker samples than the starting material (Fig. 2). Cracks are only observed in the MgO samples and not in the surrounding materials. They are oriented normal to the compression direction, which correspond to disking cracks in the sample due to decompression. The dark color is seen in MgO and not in the cBN sleeve. It is probably related to carbon diffusion from the graphite heater (Freund, 1986; Lin et al., 2017), is not localized, and can be seen in all samples, including the undeformed reference specimen.

Chemical analysis using Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS) in the SEM reveals an excess of O relative to Mg in specific locations of the samples, mostly along sample fractures formed during decompression. Sample polishing for electron microscopy involved water as lubricant. We hence assign this excess of oxygen to the polishing procedure and especially so in fractures and sites of porosity.

The observed textures and microstructures indicate that the samples can be assigned to three distinct families : 1) *high temperature* experiments, i.e., at 1270 K , 2) *average temperature* experiments, i.e. between 875 and 1070 K and 3) *high pressure* experiment, for run D2325 performed at 1070 K and

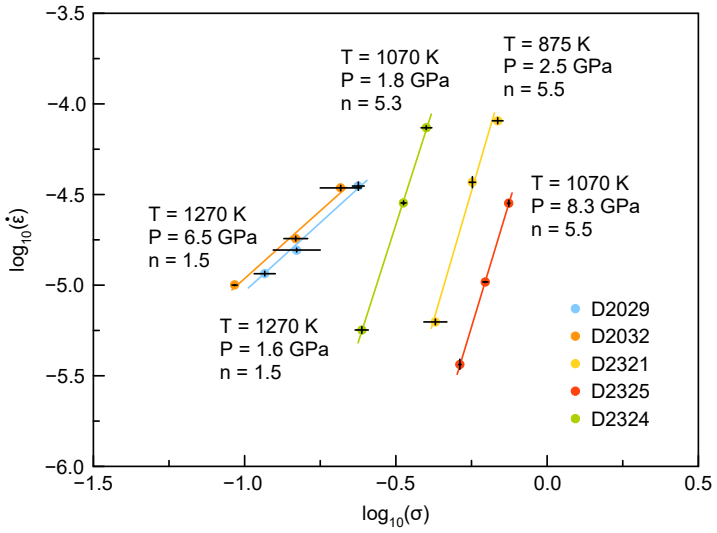

Figure 4. Fit of stress exponents for experiments D2029, D2032, D2321, D2324, D2325. For each experiment, the slope of the $\log_{10}(\dot{\epsilon})$ vs $\log_{10}(\sigma)$ curve is the stress exponent n. Units are GPa for σ and s^{-1} for $\dot{\epsilon}$

8.3 GPa. *High temperature* experiments include samples from run D2029 and D2032 at 1.6 and 6.5 GPa, respectively. *Average temperature* experiments include samples D2034, D2324, and D2321 deformed at pressure ranging from 1.8 to 2.7 GPa and temperature in the 875-1070 K range. The rest of this section will present our observations for these three sample families. Strain vs stress curves are presented in figure 3. Grain sizes for the full set of samples are provided in figure S1 of supplementary material.

3.3 Microstructures for samples deformed at 1270 K and pressures of 1.6 and 6.5 GPa

Two experiments were performed at high temperature, i.e. 1270 K, at 1.6 and 6.5 GPa. The corresponding samples generally show the same features. They are characterized by IPFs that show no crystallographic preferred orientation (Figs. 5a, e).

The grain size distribution is bimodal for the two *high temperature* samples. For the sample deformed at 1.6 GPa (D2029, Fig. 6b), the small grain population shows areas ranging from the detection limit (0.03 μm^2) to $\approx$ 10 μm^2 and the large grain population has areas ranging from $\approx$ 10 μm^2 to 2130 μm^2. For the sample deformed at 6.5 GPa (D2032, Fig. 6c), the small grain population shows areas ranging from the detection limit (0.03 μm^2) to $\approx$ 50 μm^2 and the large grain population has areas ranging from $\approx$ 50 μm^2 to 2500 μm^2.

The aspect ratio distribution shows a maximum between 1.0 and 1.5 and then decreases as values increase up to 3.0 (e.g. Fig. 7b). The EBSD maps also show this bimodal distribution of small and large grains (e.g. Fig. 8a). At this resolution, small grains seems to contain no or little internal deformation (e.g Figs. 8b, c). The mean GROD for these grains are less than 1°. Larger grains can have serrated boundaries

and sometimes include smaller grains. Most of the large grains have internal deformation with a mean GROD of 3.3°. Some grains show a local gradient of orientation with a KAM of up to 2° while others show a smooth change in grain orientation (Figs. 8b, c).

3.4 Microstructures for samples deformed between 875 and 1070 K and for pressures between 1.8 and 2.7 GPa

Exact grain sizes and aspect ratios vary for samples D2321, D2324, and D2034 but the general sample features remain similar.

EBSD maps reveal a fairly homogeneous microstructure (e.g. Fig. 8d). Grains boundaries are mostly straight. The IPF of the compression direction show a LPO with maximum at $\langle 110 \rangle$, deduced both from EBSD and in-situ XRD (e.g. Figs. 5b, c, f, g).

These samples show an almost normal grain size distribution. The sample presented here (D2324) has grain sizes ranging from detection limit to 74 μm^2 with a maximum map occupancy by grains with areas of 10-30 μm^2 (e.g. Fig. 6c). The aspect ratio in these samples ranges from 1.0 to 4.0, with a normal distribution and a maximum between 1.5 and 2.0 (Fig. 7c).

The mean intracrystalline misorientation measured using GROD ranges between 1.5 and 7.4° for grains in this sample family. However, locally GROD can reach values of up to 30° (Fig 8e). Local misorientation gradients (KAM) range between 0 and 2.5° (Fig. 8f). KAM maps show local concentrations of misorientation gradients concentrated as lines across some grains, indicative of a concentration of deformation and probably defects at these locations.

3.5 Microstructures for the sample deformed at 1070 K and 8.3 GPa

In this sample deformed at high pressure, the IPF of the compression direction shows a strong preferred orientation with a maximum at $\langle 100 \rangle$ and a secondary maximum along $\langle 110 \rangle$ (Figs. 5d, h). The IPF from EBSD shows a stronger maximum at $\langle 100 \rangle$ that of in-situ XRD for which the secondary maximum at $\langle 110 \rangle$ is more visible.

EBSD maps and grain size distribution plots indicate that grains split into two distinct categories : a population of smaller grains, for which grain size distribution is a near normal distribution with a maximum map occupancy by grains with areas of $\approx$ 20 μm^2, and a larger grain population ranging from 300 μm^2 to 1770 μm^2 (Fig. 6d, Fig. 8g, h). Unlike other samples, larger grains occupy a significant portion of the map (almost 25 $\%$). The aspect ratio is significantly larger than that for other samples, with a significant number of grains with values of up to 5.5 (Fig. 7d).

The large grains, located mostly in the center of the sample, have a lamellae shape, with straight boundaries. They show an important heterogeneous deformation, with a mean GROD of 7.5° (Fig. 8j). The deformation gradient is high, with a KAM of up to 18° (Fig. 8l).

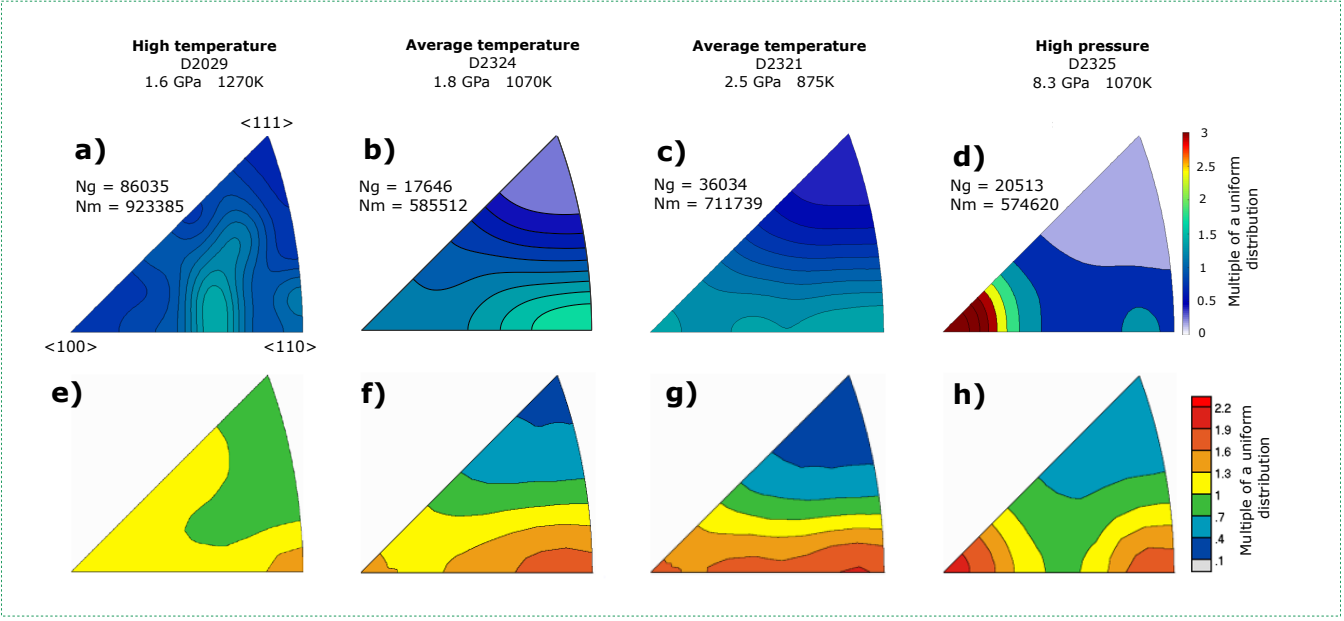

Figure 5. Representative inverse pole figures (IPF) of the compression direction from SEM-EBSD (a, b, c, d) and in-situ XRD measurements at the maximum strain (e, f, g, h). a) and e): Random texture for sample deformed at *high temperature* (1270 K). b), f) and c), g): $\langle 110 \rangle$ maximum for samples deformed at *average temperature* (875 to 1070 K). d) and h): $\langle 100 \rangle$ maximum with a secondary maximum at $\langle 110 \rangle$ for the sample deformed at 8.3 GPa and 1070 K. Ng is the number of grains in the EBSD map from which the orientation distribution was computed and Nm is the number of measure points used to compute the IPF. Note that these textures were extracted over a broader area than that shown in Fig. 8.

Smaller grains, located mostly towards the edge of the sample, show relatively straight boundaries. The mean GROD is of 4° (e.g. Fig. 8i) although some of the grains show little evidence for deformation. KAM maps show that there are strong gradients of deformation of up to 12 ° (e.g. Fig. 8k).

3.6 Microstructures at the grain scale

To confirm or invalidate the dominating deformation mechanisms as well as the presence or absence of dislocations, some samples were analysed in the TEM. TEM provides access to microstructural features at the grain-scale, below that of EBSD. The TEM images show a clear difference of dislocation density between the *average* and *high pressure* samples and the *high temperature* samples.

In the *high temperature* samples, the large grains and the small grains show the same intragranular microstructure, which consists in the presence of short and isolated dislocation segments. Dislocation density, however, is relatively low and no subgrain boundaries or other form of dislocation organization were observed. Most of the dislocations are curved, indicating movement or interaction.

Average temperature and *high pressure* samples are characterized by the abundance of dislocations, with a dislocations density well above that of the *high temperature* sample. Sample D2324 (deformed

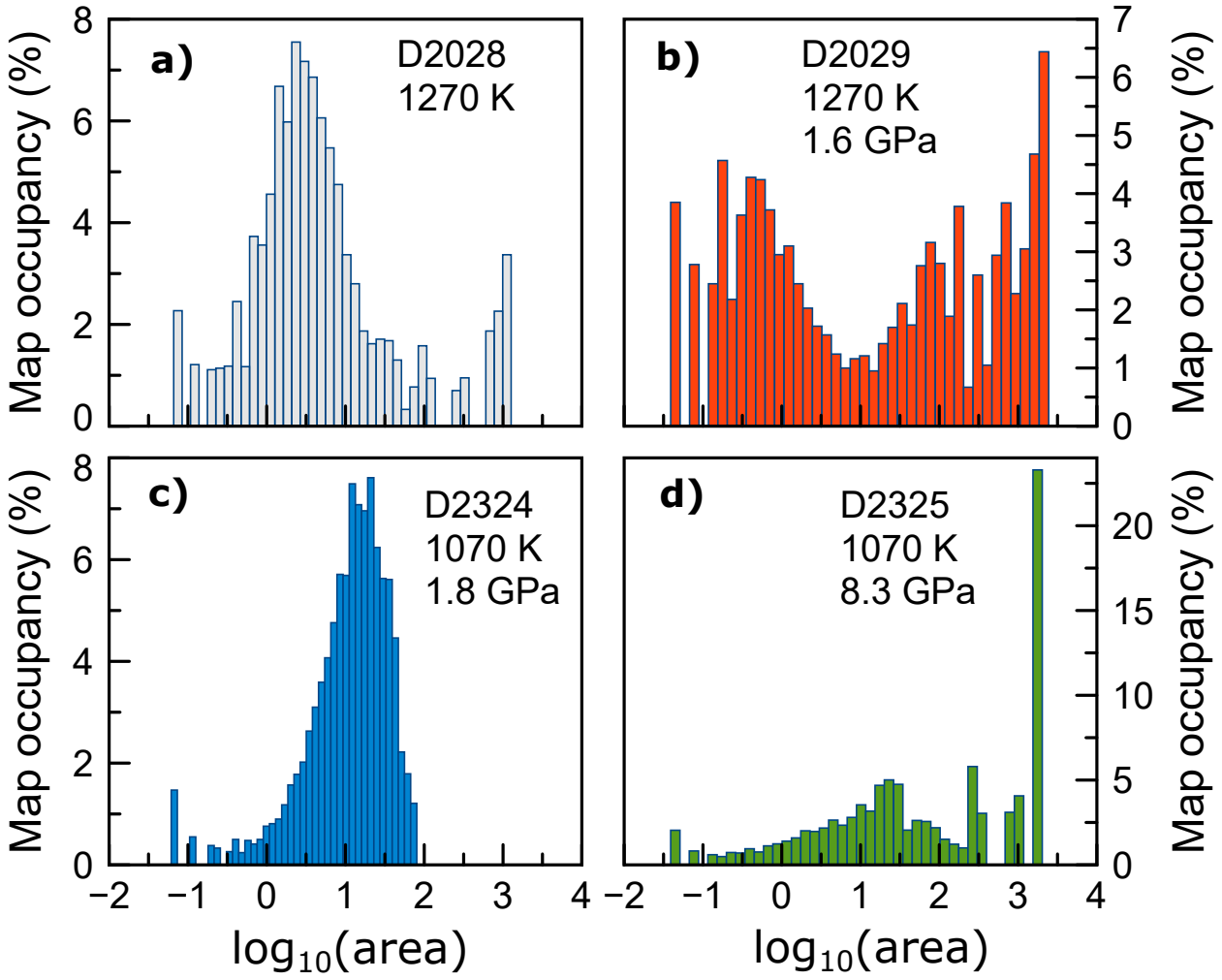

Figure 6. Map occupancy vs. grains area. a) Non deformed sample annealed at high temperature. b) Samples deformed at high temperature. c) Samples deformed at average temperature. d) Sample deformed at high pressure. Note that these distributions were extracted over a broader area than that shown in Fig. 8.

at 1070 K and 1.8 GPa) shows forests of dislocations (Fig. 9b), i.e a multitude of small dislocations segments tangled together. Some subgrain boundaries are observed. Sample D2321 (deformed at 875 K and 2.5 GPa) also shows numerous dislocations (Fig. 9c). Few are isolated while others are aligned to form well organized subgrain boundaries. The *high pressure* sample shows a high density of dislocations (Fig. 9d). The dislocation segments are small and difficult to observe as individuals. Some align in subgrain boundaries.

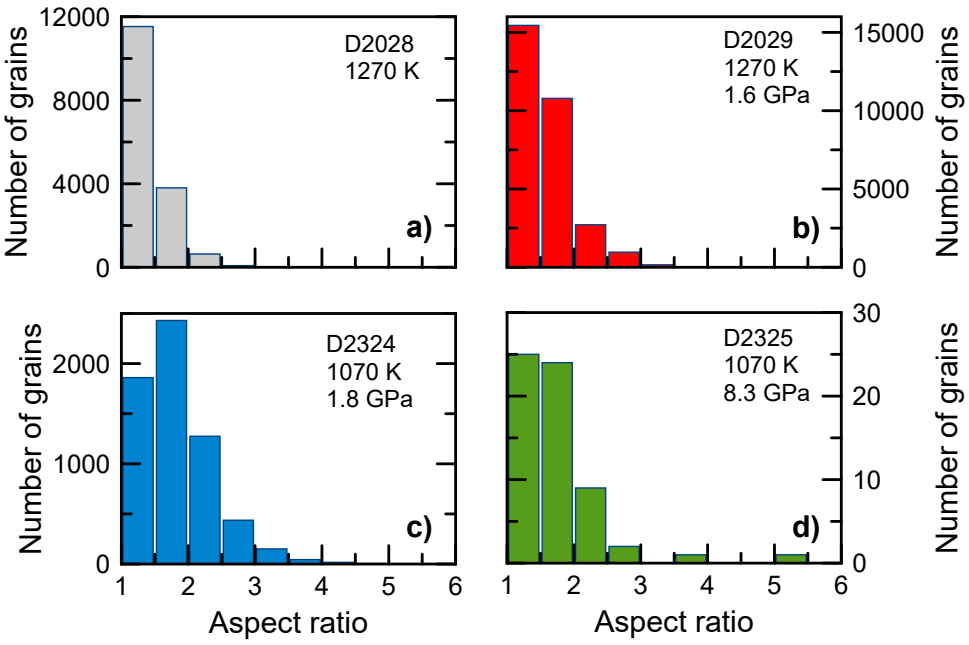

Figure 7. Aspect ratio distributions. a) Non deformed sample annealed at high temperature. b) Samples deformed at high temperature. c) Samples deformed under average temperature. d) Sample deformed at high pressure. Note that these distributions were extracted over a broader area than that shown in Fig. 8.

3.7 High resolution orientation maps

From TEM imaging it is clear that dislocations density and organization in the *high temperature* sample are different than in the *average temperature* and *high pressure* samples. To characterize the microstructures at a better resolution than that achieved in the SEM-EBSD maps, we performed orientation mapping of our samples in the TEM. Results are presented in Fig. 10 for two characteristic samples, a *high temperature* sample (D2029) and an *average temperature* sample (D2321), with the idea to compare their microstructures at the TEM scale. The link between the ASTAR maps and the classical TEM images is illustrated in the Fig. 11, and support the ability of the KAM lines to detect zones of concentration of dislocations.

The *high temperature* sample shows grains with size between 0.5 to 2 μm and no visible preferred orientation (Fig. 10a). These grains have rather equiaxed shapes and smoothly curved boundaries permitting triple junctions at equilibrium. However, some quadruple junctions between grains can

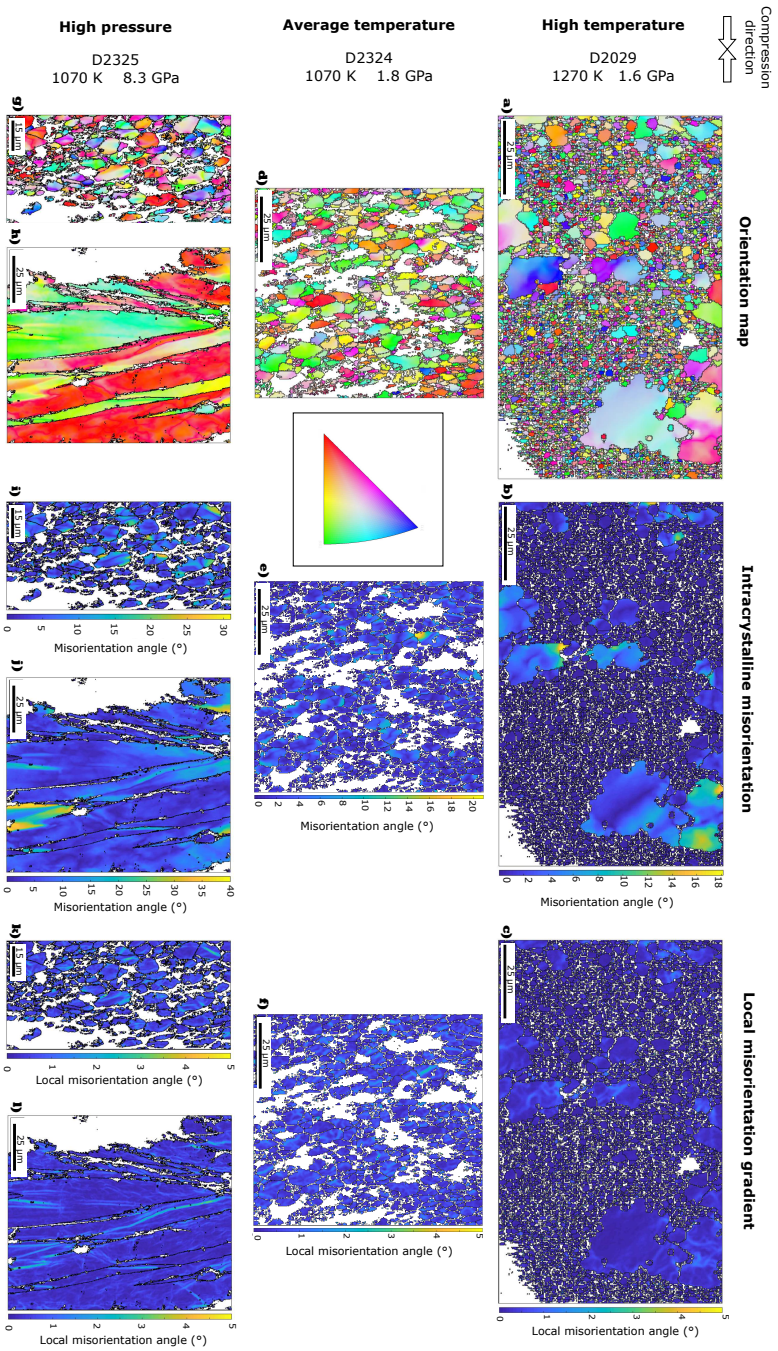

Figure 8. EBSD samples features. Representative orientation maps (a,d,g,h), intracrystalline misorientation (b,e,i,j), and local misorientation gradient (c,f,k,l) for samples D2029 (a,b,c), D2324 (d,e,f), and D2325 (g,h,i,j,k,l). Orientation maps are colored according to grain orientation relative to the compression direction (inset). Intracrystalline misorientation is represented by GROD maps showing the internal deformation in each grain relative to the mean orientation of the grain. Local misorientation gradient maps are KAM maps showing the internal deformation gradient in each grain. High resolution maps of these figures are available in the Supplementary Materials (Figs. S2 to S10).

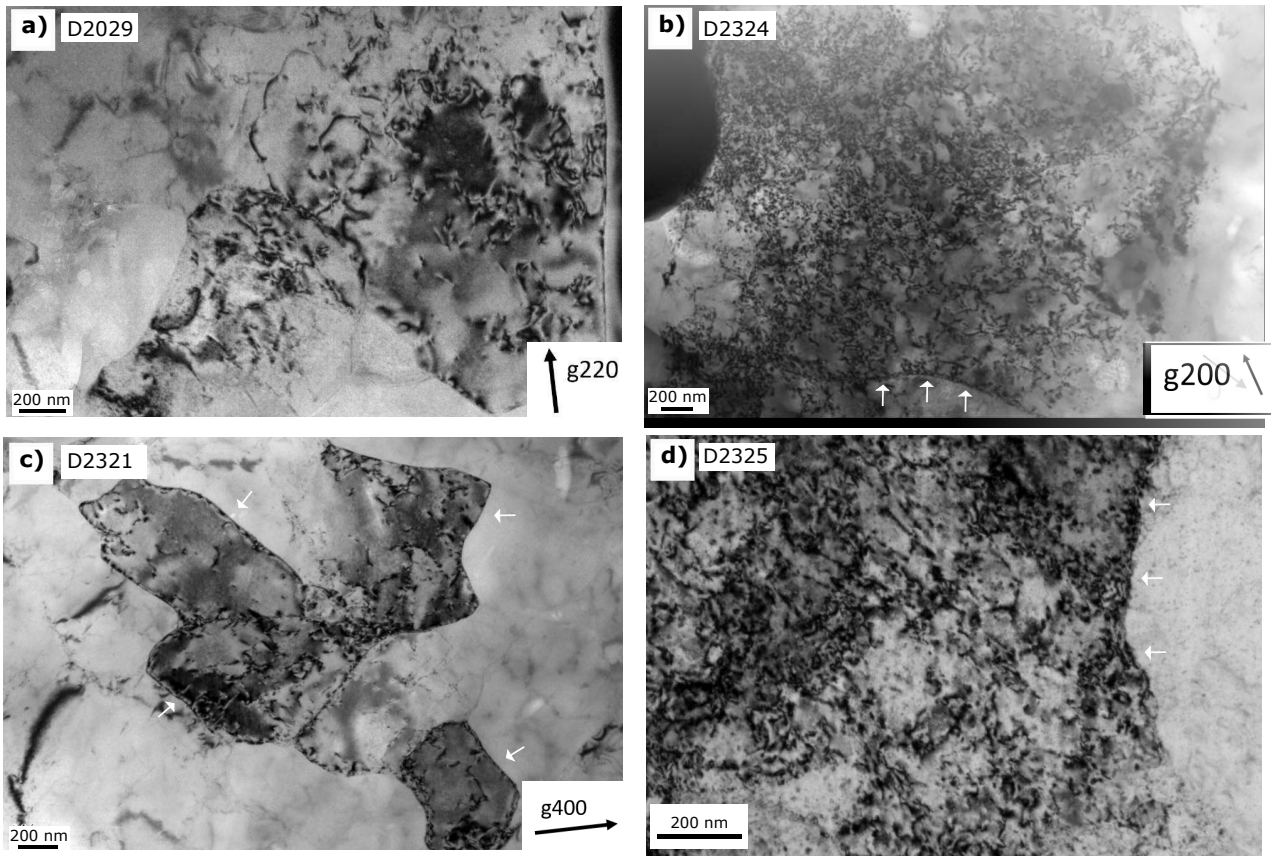

Figure 9. TEM images illustrating dislocation microstructures at different conditions. a) *High temperature* sample deformed at 1.6 GPa and 1270 K; b) *Average temperature* sample deformed at 1070 K and 1.8 GPa showing a forest of dislocations; c) *Average temperature* sample deformed at 875 K and 2.5 GPa showing numerous dislocations arranged in subgrain boundaries; d) *High pressure* sample deformed at 1070 K and 8.3 GPa showing a high dislocation density, image taken in multibeam conditions. The white arrows indicate examples of subgrain boundaries. The black arrows in the bottom-right corner indicate the g-vectors used for the bright field images and their orientation.

be observed in the ASTAR map, as indicated by the white circles in figure 10. The intracrystalline misorientation map indicates deformation inside the grains of generally less than 2° (Fig. 10b). Accordingly, the KAM map rarely show local misorientation gradients (Fig. 10c).

The microstructure in the *average temperature* sample is completely different. In this sample the grains vary sizes from less than 1 μm to 4-5 μm (Fig. 10 d). The preferred orientation is not obvious because of the low number of grains in the map, but an elongation of these grains normal to the compression direction is clear. The grain boundaries are mostly straight and triple junctions are generally not at equilibrium. The high internal deformation of the grains is already observable on the orientation map and is really well shown by the GROD map. Most of the grains appears divided into slightly misoriented domains with GROD up to 10° (Fig. 10e). Moreover, the KAM map indicates that these intracrystalline domains are

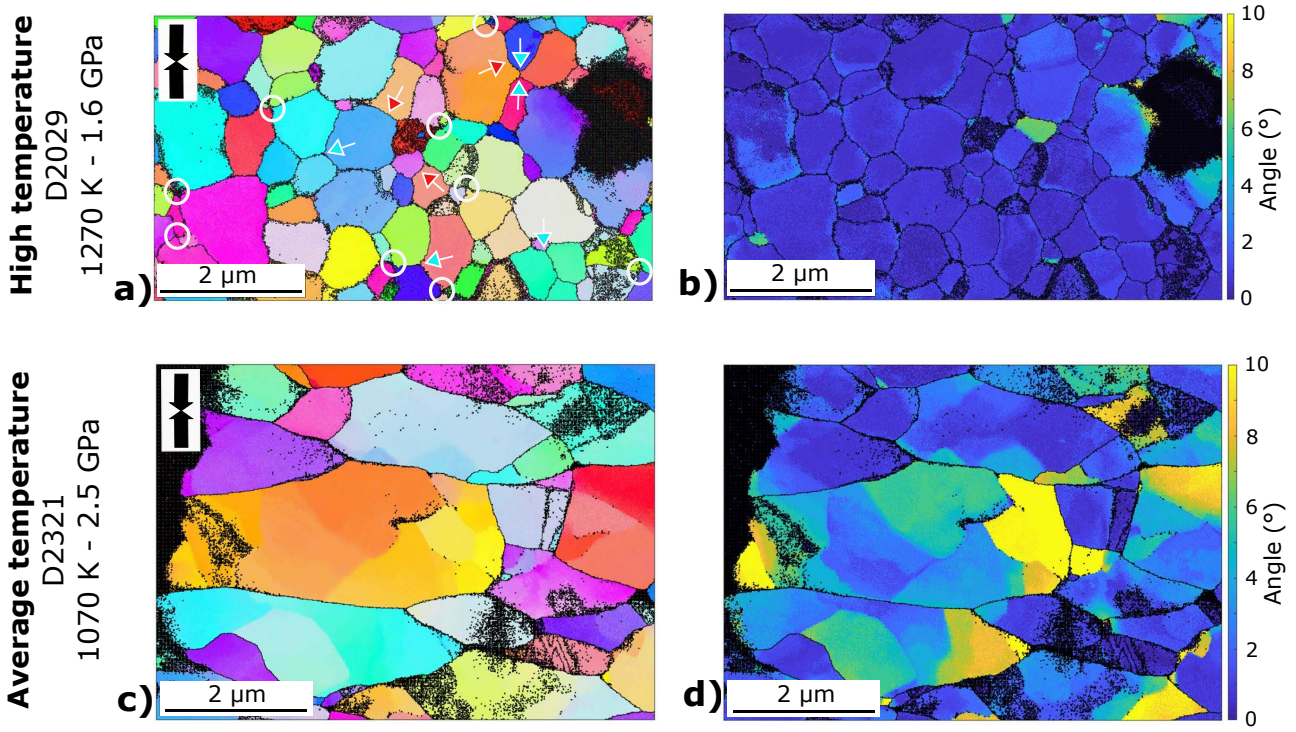

Figure 10. Samples features at the TEM scale. ASTAR maps for *high* (a, b) and *average* (c, d) temperature samples, showing the orientations of the grains (a, c) and the intracrystalline misorientation (b, d). Orientation maps are colored according to grain orientation relative to the compression direction (see inset in Fig. 8). Intracrystalline misorientation is represented by GROD maps showing the internal deformation in each grain relative to the mean orientation of the grain. Corresponding local misorientation gradient maps (KAM maps showing the internal deformation gradient in each grain), are shown in figure 11. In the *high temperature* sample orientation map, blue-filled arrows indicate examples of triple junctions at equilibrium, red-filled arrows indicate examples of curved grain boundaries and white rings indicate examples of quadruple junctions between grains. Full size ASTAR maps are shown in figures S11-S16 of supplementary material.

delimited by misorientation gradient lines (Fig. 10f). Comparing with the microstructure observed in conventional TEM (Fig. 11), we can say with confidence that these misorientation gradient lines are in fact zones of accumulation of dislocations, i.e. subgrain boundaries.

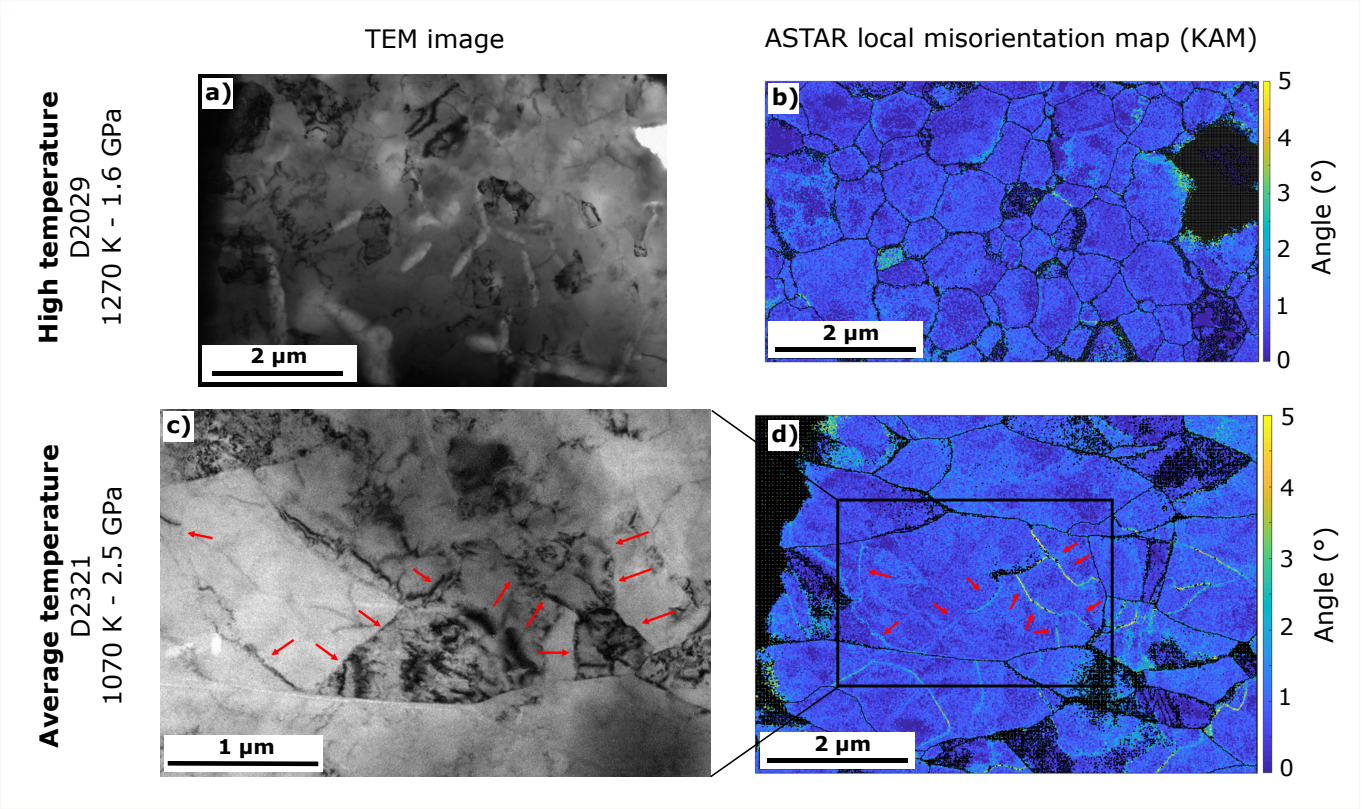

Figure 11. Comparison of misorientation maps acquired in the TEM (b,d) with classical TEM images (a,c) of the same sample region. Figures a and b illustrate a section of sample D2029 using classical TEM imaging and ASTAR local misorientation gradients (KAM) mapping, respectively. Figures c and d illustrate the same area of sample D2321, by classical TEM imaging and ASTAR local misorientation gradients (KAM) mapping, respectively. Red arrows indicate accumulation of dislocations in the classical TEM image and the corresponding KAM lines of the TEM orientation map. Full size ASTAR maps are shown in figures S13 and S16 of supplementary materials.

4 DISCUSSION

4.1 Deformation mechanisms from mechanical behavior

The stress exponent extracted from the mechanical data is indicative of the dominant deformation mechanism operating in a sample. Generally, it is assumed that $n = 1$ for a true diffusion creep, and $n \geq 3$ for dislocation creep (Poirier, 1976, 1985).

In experiments at 1270 K, the stress exponent is 1.5, indicative of a deformation regime controlled by diffusion. At 1070 K and 875 K, the measured stress exponents of 5.3-5.6 indicate dislocation-dominated plasticity. This change in dominant deformation mechanism between 1070 and 1270 K is also observed through the samples post-mortem microstructures. Details of these mechanisms will be further discussed below based on microstructural observations.

4.2 Effect of stress on MgO plasticity

Stress plays a critical role in the plastic deformation and the development of microstructures (Karato, 2008), as highlighted by the vast literature on olivine plasticity, for instance e.g. (Jung et al., 2006; Hirth and Kohlstedt, 2015). Questions hence arise whether our microstructural observations should be interpreted in terms of differences in pressure and temperature or stress.

Experiments D2321 and D2325, for instance, are performed at similar stress conditions, i.e. between 0.43 and 0.75 GPa. The measured microstructures, however, are different with an IPF maximum at $\langle 110 \rangle$ for D2321 and at $\langle 100 \rangle$ for D2325 (Fig. 5). We can hence safely assign this change of microstructures to an effect of pressure and/or temperature and not stress.

Our experiments are performed over a limited range of stress and strain rates and do not allow us to precisely separate the relative effects of stress, pressure, or temperature on MgO plasticity. We hence project our observations in terms of pressure and temperature only. The effect of stress at each pressure and temperature adds an additional parameter that will have to be investigated in further studies. As highlighted by results on runs D2321 and D2325, however, stress can not be the sole explanation for conflicting results between experiments.

4.3 Microstructures of polycrystalline MgO deformed at high pressure and high temperature

Grain size distribution depends on the deformation conditions. For samples deformed at 1270 K, the majority of the grains are small with sizes between 0.03 and 10 μm^2. Some larger grains are present as in the reference sample.

In samples deformed at 1070 K and below, the maximum map occupancy shifts to 10-30 μm^2, instead of around 3 μm^2 for the undeformed sample. This is indicative of some grain growth activity during deformation. An important difference between *average temperature* samples and *high pressure* sample is the large grain populations. In the *average temperature* samples, grains with areas larger than 74 μm^2 are absent, while in the *high pressure* sample, a population of large grains is present. The presence of these large grains is unexpected and they are specifically located at the center of the sample. Temperature in the D-DIA experiment is provided by a graphite cylinder and we suspect that temperature gradients may have been present in this assembly. In addition, the unimodal shape of the grain size distribution indicates that grain growth is normal, in opposition to the *high temperature* samples.

Samples deformed at 1270 K show little change in grain shape with a grain aspect ratio distribution similar to that of the starting material (Fig. 7). This feature is highlighted by the ASTAR map that shows equiaxed grains at equilibrium (Fig. 10). However, EBSD maps show that large grains have serrated boundaries and include smaller grains (Fig. 8). For other samples, the grain aspect ratio evolves with deformation, with grains becoming more elongated perpendicular to the compression direction (Figs. 7, 8 and 10). Larger aspect ratios reach 5.5 and are observed in the sample deformed at the highest pressure.

Grain elongation in MgO deformed at 1070 and 875 K can be related to results of self-consistent calculations on both MgO and NaCl deformed in dislocation-controlled regimes (Wenk et al., 1989, 2009; Lin et al., 2017). Slip systems in NaCl-structured minerals are highly symmetric and the modeling of the deformation of such material in dislocation creep using self-consistent models induces a change in grain shape. Accounting for this change in grain shape is critical for a successful self-consistent modeling of the experimental textures (Lin et al., 2017).

Deformation conditions also affect intragranular misorientations. Samples deformed at 1270 K are fairly relaxed whereas samples deformed at lower temperatures show high internal deformations (Fig. 8). The TEM analysis confirm this difference. At high temperature, sample imaging shows few isolated dislocations (Fig. 9), and ASTAR orientation map show mostly undeformed grains (Fig. 10). At average temperature the sample grains contain a higher dislocations density and dislocations organize in subgrain boundaries. Orientation map for an *average temperature* sample shows high intragranular misorientation corresponding to these subgrains (Fig. 10).

Overall, microstructural observations show a clear difference between samples deformed at 1270 K and samples deformed at lower temperature. As indicated by the stress exponents, this difference of microstructures can be related to a change in deformation mechanism. Indeed, samples deformed at 1270 K have stress exponents of 1.5 and show microstructures that are not consistent with a dislocations-controlled mechanism while samples deformed at 875 K and 1070 K have stress exponents of about 5.5 and show microstructures indicative of deformation controlled by dislocations motion.

4.4 Deformation mechanism at 1270 K

Both mechanical data and microstructures of our samples deformed at 1270 K show a different behavior than that of the samples deformed at lower temperatures, with a dominant deformation mechanism that is controlled by diffusion rather than by dislocations.

Our high temperature samples are characterized by a microstructure similar to that of the non-deformed annealed sample showing a majority of small equiaxed grains with a few large grains, no LPO, and the absence of intracrystalline deformation. In addition, triple junctions at equilibrium and curved grain boundaries are generally observed. Few grains, however, show quadruple junctions in these samples.

Quadruple junctions associated to equiaxed grains is a characteristic microstructure of GBS as defined by Ashby and Verrall (1973) and is a key in the identification of this deformation mechanism (Maruyama and Hiraga, 2017). In comparison, dislocation creep is typically associated with grain elongation coherent with the macroscopic strain and intragranular deformation, while diffusion creep can produce quadruple junctions, but associated to grains elongated in the tensile axis (Maruyama and Hiraga, 2017).

Hence, the microstructures observed in our post-mortem samples are consistent with a deformation dominated by GBS, and the stress exponent of 1.5 given by the in-situ analysis point toward a diffusion-accommodated boundary sliding. Such mechanism may allow for large deformation and lead to a superplastic behavior.

There are a few larger grains in these samples. They can result from abnormal grain growth during the sintering (Terwilliger et al., 1970) but the small number of such grains in the reference sample tend to invalidate this hypothesis. Abnormal grain growth can also results from the GBS, either due to movement of grain boundaries caused by an excess of vacancies near sliding boundaries created by deformation (Clark and Alden, 1973) or by grain boundary migration to recover the damage created at triple junctions by the grain sliding (Wilkinson and Cáceres, 1984). The stress exponent of 1.5, however, indicates a deformation controlled by diffusion, which is more efficient in the smaller grains. We hence believe that these large grains do not contribute significantly to the deformation of the sample.

GBS was already reported for MgO. In particular, grain boundary sliding have been reported as a dominant deformation mechanism in polycrystalline MgO with grains size below 10 μm at 1500 K and ambient pressure (Dokko and Pask, 1979), and grain boundary diffusion with occurrences of GBS at large strains (44 %) has been observed in fine grained (0.1 μm) polycrystalline MgO at ambient pressure and 1173 to 1423 K (Crampon and Escaig, 1980). At larger grain sizes, however, between 18 and 60 μm, Terwilliger et al. (1970) reported non-viscous (dislocations) mechanisms in MgO at temperatures of 1300 to 1700 K, associated with stress exponents of 2.38 and 3.63. Similarly, Langdon and Pask (1970) proposed dislocation-controlled deformation in polycrystalline MgO at 1500 K, ambient pressure and a grain size between 12 and 25 μm. The study of Stretton et al. (2001) also report dislocation creep as the dominant deformation mechanism in ferropericlase samples deformed at temperatures of 1200-1400 K and 300 MPa, in contradiction with our results indicating GBS at 1270 K. Their grain size, however, are on the order of 40 μm, an order of magnitude larger than reported here. The transition between GBS and power-law creep is known to be grain size dependent and, based on our results and those of Dokko and Pask (1979), Terwilliger et al. (1970) and Stretton et al. (2001), occurs for grain sizes between $\approx 3\mu$m and 10-50 μm. The effect of pressure, and of iron content, on the transition between GBS and power-law creep is probably important but can not be addressed with current data and should be investigated in future studies.

4.5 Slip systems for MgO at high pressure and high temperature

The most characteristic feature of dislocation controlled mechanisms is the presence of LPO. *High pressure* and *average temperature* samples do show significant LPO and stress exponents of about 5.5, and are thus expected to deform with dislocation motion as the dominant deformation mechanism.

The observed LPO can be compared with results of self-consistent calculations (Lin et al., 2017), including the effects of the $\langle 110\rangle\{110\}$, $\langle 110\rangle\{100\}$, $\langle 110\rangle\{111\}$ slip systems and changes in grain shape (Wenk et al., 1989). In some cases, the activation of secondary slip systems or changes in grain shape are

required to fulfill the Von-Mises compatibility criterion. Nevertheless, we will focus here on reporting the most-active slip system to characterize each measured texture. LPO are then assigned to a combination of most-active slip systems. The *average temperature* samples show a maximum at $\langle 110 \rangle$ in the IPF of the compression direction (Fig. 5 b). This is consistent with a comparable activity of the $\langle 110 \rangle \{110\}$ and $\langle 110 \rangle \{100\}$ slip systems. The *high pressure* sample shows a maximum at $\langle 110 \rangle$ in the IPF of the compression direction (Fig. 5 c), consistent with a dominant activity of the $\langle 110 \rangle \{110\}$ slip system. At the temperatures investigated here (875 and 1070 K), we hence observe a pressure-induced transition in the dominant slip system activity from a comparable activity of $\langle 110 \rangle \{110\}$ and $\langle 110 \rangle \{100\}$ at lower pressure (i.e. below 5 GPa) to a dominant activity of $\langle 110 \rangle \{110\}$ slip system above 5 GPa (Fig. 12 b).

Observations in polycrystals at high pressure and 300 K lead to a dominant activity of $\langle 110 \rangle \{110\}$ slip system in MgO up to 50 GPa (Merkel et al., 2002; Lin et al., 2017). The increase activity of the $\langle 110 \rangle \{100\}$ slip with increasing temperature was previously inferred based on deformation experiments at 300 MPa on (Mg,Fe)O (Stretton et al., 2001; Long et al., 2006). Recently, a transition between a dominant activity of $\langle 110 \rangle \{110\}$ and a comparable activity of $\langle 110 \rangle \{110\}$ and $\langle 110 \rangle \{100\}$ was also inferred at higher pressure (i.e. above 30 GPa) (Immoor et al., 2018).

4.6 Plasticity of MgO at high pressure and high temperature

Based on experimental evidences, the following behavior can be deduced regarding the plasticity of μm grain size polycrystalline MgO and (Mg,Fe)O at high pressure and high temperature (Fig. 12):

- At low temperature and below 70 GPa, the observed compression textures are consistent with a dominant activity of the $\langle 110 \rangle \{110\}$ slip system.
- At low pressure (i.e. between 4.7 and 8.3 GPa), a transition to a comparable activity of $\langle 110 \rangle \{110\}$ and $\langle 110 \rangle \{100\}$ is observed at ≈ 900 K. The transition temperature between both regimes increases with pressure.
- At high pressure (i.e. above 20 GPa), the transition temperature between a dominant activity of $\langle 110 \rangle \{110\}$ slip and a comparable activity of $\langle 110 \rangle \{110\}$ and $\langle 110 \rangle \{100\}$ slip decreases with pressure, although this remains to be clarified (Immoor et al., 2018; Lin et al., 2019).
- Finally, for temperatures of 1270 K and pressures up to 6.5 GPa, the deformed samples show no LPO and a stress exponent of 1.5, consistent with a change of deformation mechanism to one controlled by diffusion and identified as grain boundary sliding.

Our result in the dislocation-dominated regime is qualitatively consistent with the most recent modeling of the effects of pressure and temperature on the critical shear stress in single crystal MgO (Amodeo et al., 2012), with a dominant activity of $\langle 110 \rangle \{110\}$ slip at low temperature and a transition towards comparable activity of $\langle 110 \rangle \{110\}$ and $\langle 110 \rangle \{100\}$ slip at both higher temperatures and pressures. There are differences, however.

First, the temperature of transition between $\langle 110 \rangle \{110\}$ and combined $\langle 110 \rangle \{110\}$ and $\langle 110 \rangle \{100\}$ slip at room pressure is at $\approx$ 700 K in polycrystal experiments and $\approx$ 1500 K in numerical models. This could be attributed to an under-estimation of temperature in experiments, an under-estimation of the effect of temperature in numerical models or, most probably, differences between polycrystals and single-crystals. In fact, in polycrystals, grain interactions and texture evolution are important factors controlling the material behavior. The dominant slip system in a polycrystal is not necessarily the one with lowest critical resolved shear stress measured or calculated from single-crystals (Mainprice et al., 2008).

Second, numerical models predict a sharp transition from dominant activity of $\langle 110 \rangle \{110\}$ slip and comparable activity of $\langle 110 \rangle \{110\}$ and $\langle 110 \rangle \{100\}$ slip starting at 40 GPa followed by a dominant activity of $\langle 110 \rangle \{100\}$ slip above 60 GPa. In the calculations, this transition is not temperature dependent. In experiments on polycrystals in the diamond anvil cell (DAC), compression textures do indicate an increase activity of $\langle 110 \rangle \{100\}$ slip at combined high pressures and temperatures (Immoor et al., 2018) but such transition is not clearly observed at 300 K (Lin et al., 2019). There are issues on interpreting a change of deformation mechanism with pressure based on compression in diamond anvil cells as the sample properties are heavily affected by the sample compression history (Amodeo et al., 2016). There may be also, differences between single-crystal and polycrystal behavior. This issue will have to be resolved in future studies.

Finally, experiments indicate that, at low pressure and at 1270 K, the plastic deformation mechanism of μm grain size polycrystalline MgO is grain boundary sliding accommodated by diffusion, a mechanism that was overlooked in previous studies. The transition temperature between grain boundary sliding and dislocation creep is dependent on grain sizes and is not observed up to 1400 K for $10 - 50$ μm grain sizes (Stretton et al., 2001).

4.7 Implications for the Earth's mantle

Ferropericlase is the second abundant mineral in the Earth's lower mantle. The properties of the lower mantle, such as creep rate or seismic anisotropy, will hence be influenced by the deformation mechanism in this mineral. Based on Fig. 12, the dominant deformation mechanism at 1270 K at low pressure and for μm grains is grain boundary sliding accommodated by diffusion. Such mechanism does not significantly affect microstructures and ferropericlase could hence accommodate a large amount of strain, leading to a superplastic behavior. Hence if such mechanism is in fact dominant in the lower mantle, large amount of strain could be accommodated by ferropericlase without any generation of LPO. This result is consistent with the lack of seismic anisotropy in most of the lower mantle (Meade et al., 1995).

The transition from a potential superplastic regime to dislocation-controlled plasticity in ferropericlase, however, depends on pressure, temperature, strain rates and grain size. Temperatures in the Earth's lower mantle range from 1900 to 2600 K in the 24-135 GPa pressure range. Our measurements show that such temperatures could favor superplasticity in (Mg,Fe)O at the micron grain size. Little is known about grain size in the lower mantle, however, with studies reporting $\approx$ 1 μm after the 660 km depth discontinuity

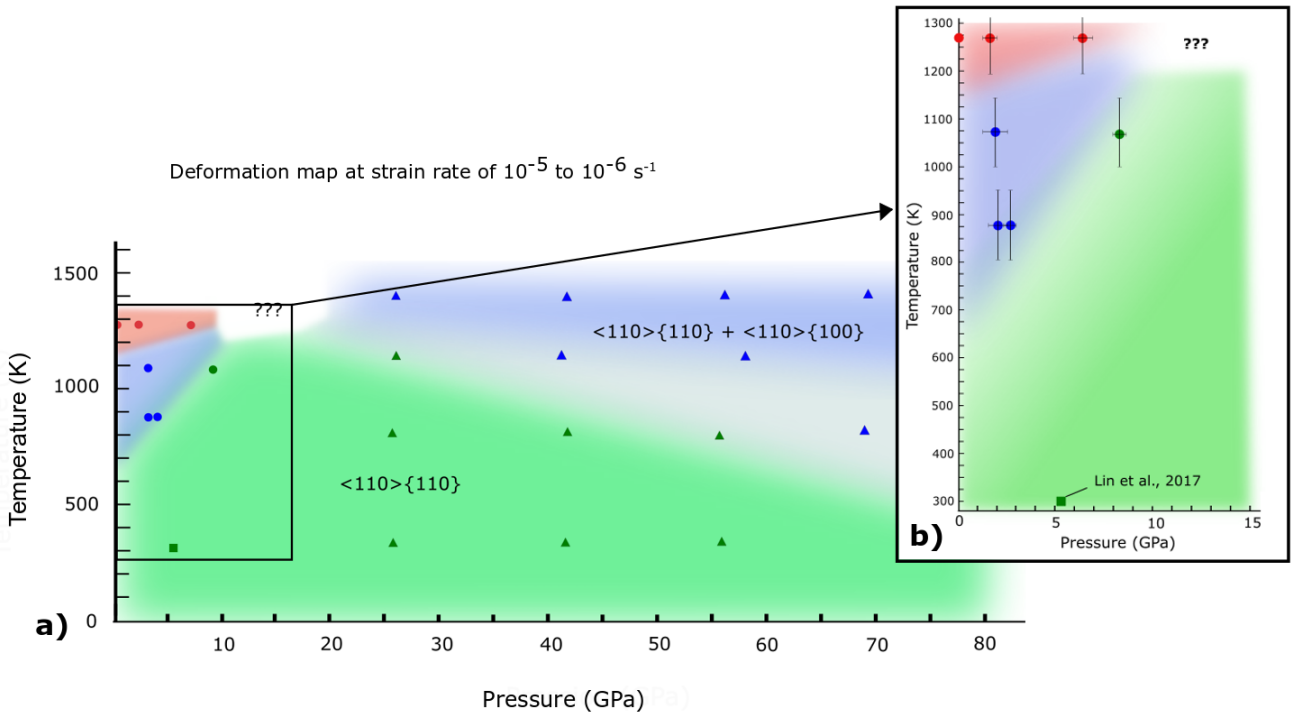

Figure 12. Projection of a deformation map based on microstructural observations for MgO in pressure and temperature space (for strain rates between 10^{-6} and 10^{-5} s^{-1} and μm grain sizes). Red markers indicate deformation conditions with dominant grain boundary sliding. Green markers and blue markers correspond to deformation conditions at which textures are consistent with dislocation glide with a dominant activity of $\langle 110 \rangle \{110\}$ and comparable activity of $\langle 110 \rangle \{110\}$ and $\langle 110 \rangle \{100\}$ slip systems, respectively. Red, blue, and green area are guides to eye highlighting the different domains for MgO plastic behavior. Circles are data from this study, the square is data from Lin et al. (2017), triangles are data from Immoor et al. (2018). a) Summary of deformation mechanisms observed in this study and in studies of Lin et al. (2017) and Immoor et al. (2018). b) Focus on pressures below 15 GPa.

(Ito and Sato, 1991; Yamazaki et al., 1996; Solomatov et al., 2002) and others arguing that, on geological time scale, they can grow up to 1000 μm (Solomatov et al., 2002). Note, however, that grain growth in ferropericlase in the lower mantle could be limited by the presence of the more abundant bridgmanite phase (Yamazaki et al., 1996; Solomatov et al., 2002). Studies on the Earth's mantle mechanical properties should hence account for the fact that diffusion, and potentially superplasticity, could be dominant in fine-grained (Mg,Fe)O in lower mantle but will be overcome by dislocation-based plasticity as grain size increases. The transition between both regimes as a function of pressure and grain size remains to be determined.

For regions where grain sizes are too large for diffusion to be efficient, deformation will be dominated by dislocation-based plasticity. In this case, figure 12 indicates that dislocation slip on both the $\langle 110 \rangle \{110\}$

and $\langle 110 \rangle \{100\}$ slip systems will be dominant. Questions remain regarding a dominant pure $\langle 110 \rangle \{100\}$ slip above 60 GPa as predicted by numerical models (Amodeo et al., 2012) which has not yet been observed experimentally and could occur in the deepest portions of the Earth's mantle.

5 CONCLUSION

This paper present experimental results on deformed periclase polycrystals in the Deformation-DIA press at pressures and temperatures ranging from 1.6 to 8.3 GPa and 875 to 1270 K and for micrometer grain sizes. For each deformation condition, the samples are recovered and analyzed using electron microscopy. The results indicate that at temperatures of 1270 K the dominant deformation mechanism is grain boundary sliding accommodated by diffusion (Diff-GBS), which could lead to a superplastic behavior at high strain. At lower temperatures, dislocations-based plasticity is the dominant mechanism, primarily on the $\langle 110 \rangle \{110\}$ slip system at low temperature and/or high pressure, with a transition to combined activity of the $\langle 110 \rangle \{110\}$ and $\langle 110 \rangle \{100\}$ slip systems toward the higher temperatures.

In the Diff-GBS regime, the samples show small equiaxed grains with no preferred orientation, little or no intracrystalline deformation and presence of quadruple junctions between some grains. In the dislocation-based plasticity regime, samples show larger, elongated grains with a significant LPO and an important intracrystalline misorentation. Local misorientation gradients are concentrated as lines across some grains, indicative of localized deformation and high defects density at these locations, as confirmed by TEM.

Our results in the 1.6-8.3 GPa pressure range confirm the predictions of Amodeo et al. (2012) and previous observations of Stretton et al. (2001) for the transition between dominant activity of $\langle 110 \rangle \{110\}$ slip and comparable activity of $\langle 110 \rangle \{110\}$-$\langle 110 \rangle \{100\}$ slip at high temperature albeit with a transition between domains 500 to 700 K lower in the experiments than in the numerical model. The effect of slip on $\langle 110 \rangle \{111\}$ as inferred in previous experiments (Yamazaki and Karato, 2002; Heidelbach et al., 2003) is not observed on the LPO. In addition, the transition to a pure $\langle 110 \rangle \{100\}$ slip above 60 GPa predicted by numerical model remains to be observed in experiments. Recent DAC experiments at 300 K find an increasing activity of $\langle 110 \rangle \{110\}$ at ≈ 50 GPa (Lin et al., 2019). This can be related to experimental issues such as sample history, the effect of polycrystal vs. single crystal plasticity, or a different physics than predicted in the model. The pressure and temperatures of transitions suggested by Amodeo et al. (2012) would hence need to be confirmed by further experiments, especially in the highest pressure range.

Our experiments predict Diff-GBS as dominant deformation mechanism at 1270 K. Such mechanism, however, will not be efficient at larger grain sizes (Stretton et al., 2001; Terwilliger et al., 1970). Grain size variations in the lower mantle, hence, will change the dominant deformation mechanism in (Mg,Fe)O in the Earth's mantle. The absence of anisotropy in the lower mantle, however, is more consistent with Diff-GBS deformation rather than deformation by dislocation creep.

Finally, the role of time scales on plastic deformation in the Earth's mantle is difficult to evaluate based on our experimental data. Here, numerical models of the relative efficiency of diffusion vs. that of dislocation creep and the grain growth in (Mg,Fe)O on large time scales would be of great interest.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors wish to thank N. Hilairet for assistance with sample preparation and Y. Wang for assistance during the synchrotron experiments. We also wish to thank D. Troadec, IEMN, CNRS, Université de Lille, for the focused ion beam sample preparation and S. Demouchy for helpfull discussion.

FUNDINGS

The study was financed the bilateral ANR-DFG TIMEleSS project (ANR-17-CE31-0025; TH 1530/18-1; SA 2585/3-1; SP1216/8-1) and the bilateral PROCOPE-PPP program (PHC 40555PC; DAAD 57390184).

The authors also acknowledge the Chevreul Institute and the Lille electron microscopy platform in the development of this work through the ARCHI-CM project supported by the "Ministère de l'Enseignement Supérieur de la Recherche et de l'Innovation", the region "Hauts-de-France", the ERDF program of the European Union and the "Métropole Européenne de Lille".

Lowell Miyagi acknowledges support from the National Science Foundation through EAR-1654687.

Parts of this research were performed at GeoSoilEnviroCARS (The University of Chicago, Sector 13), Advanced Photon Source (APS), Argonne National Laboratory. GeoSoilEnviroCARS is supported by the National Science Foundation – Earth Sciences (EAR – 1634415) and Department of Energy- GeoSciences (DE-FG02-94ER14466). This research used resources of the Advanced Photon Source, a U.S. Department of Energy (DOE) Office of Science User Facility operated for the DOE Office of Science by Argonne National Laboratory under Contract No. DE-AC02-06CH11357.

DATA AVAILABILITY STATEMENT

Datasets for this research include raw EBSD maps for samples D2028, D2029, D2032, D2034, D2321, D2324, and D2325, and TEM images for Figure 9. They are available for reviewers in the temporary online repository:
`https://nextcloud.univ-lille.fr/index.php/s/coEsm3GbNNStyRF`
It will be moved to a permanent deposit on Zenodo with the following doi 10.5281/zenodo.4073384 under a Creative Common Licence and available to anyone after acceptance of the manuscript.

This paper is submitted together with a supplementary material file, showing grain size distribution for all samples and higher resolution EBSD and ASTAR maps.

REFERENCES

Amodeo, J., Carrez, P., and Cordier, P. (2012). Modelling the effect of pressure on the critical shear stress of MgO single crystals. *Philosophical Magazine* 92, 1523–1541. doi:10.1080/14786435.2011.652689

Amodeo, J., Dancette, S., and Delannay, L. (2016). Atomistically-informed crystal plasticity in MgO polycrystals under pressure. *International Journal of Plasticity* 82, 177–191. doi:10.1016/j.ijplas.2016.03.004

Amodeo, J., Merkel, S., Tromas, C., Carrez, P., Korte-Kerzel, S., Cordier, P., et al. (2018). Dislocations and plastic deformation in MgO crystals: A review. *Crystals* 8, 240. doi:10.3390/cryst8060240

Ashby, M. and Verrall, R. (1973). Diffusion-accommodated flow and superplasticity. *Acta Metallurgica* 21, 149–163. doi:10.1016/0001-6160(73)90057-6

Bachmann, F., Hielscher, R., and Schaeben, H. (2010). Texture analysis with MTEX – free and open source software toolbox. *Solid State Phenomena* 160, 63–68. doi:10.4028/www.scientific.net/SSP.160.63

Clark, M. and Alden, T. (1973). Deformation enhanced grain growth in a superplastic Sn-1% Bi alloy. *Acta Metallurgica* 21, 1195–1206. doi:10.1016/0001-6160(73)90160-0

Cordier, P., Amodeo, J., and Carrez, P. (2012). Modelling the rheology of MgO under Earth's mantle pressure, temperature and strain rates. *Nature* 481, 177–180. doi:10.1038/nature10687

Crampon, J. and Escaig, B. (1980). Mechanical properties of fine-grained magnesium oxide at large compressive strains. *Journal of the American Ceramic Society* 63, 680–686. doi:10.1111/j.1151-2916.1980.tb09860.x

Dokko, P. C. and Pask, J. A. (1979). High-temperature stress-strain behavior of MgO in compression. *Journal of the American Ceramic Society* 62, 433–439. doi:10.1111/j.1151-2916.1979.tb19099.x

Dong, Q., Gao, C., Ding, Y., Wang, F., Wen, B., Zhang, S., et al. (2012). A polycarbonate/magnesium oxide nanocomposite with high flame retardancy. *Journal of Applied Polymer Science* 123, 1085–1093. doi:10.1002/app.34574

Freund, F. (1986). Solute carbon and carbon segregation in magnesium oxide single crystals ? A secondary ion mass spectrometry study. *Physics and Chemistry of Minerals* 13, 262–276. doi:10.1007/BF00308278

Girard, J., Amulele, G., Farla, R., Mohiuddin, A., and Karato, S.-I. (2016). Shear deformation of bridgmanite and magnesiowustite aggregates at lower mantle conditions. *Science* 351, 144–147. doi:10.1126/science.aad3113

Girard, J., Chen, J., and Raterron, P. (2012). Deformation of periclase single crystals at high pressure and temperature: Quantification of the effect of pressure on slip-system activities. *Journal of Applied Physics* 111, 112607. doi:10.1063/1.4726200

Heidelbach, F., Stretton, I., Langenhorst, F., and Mackwell, S. (2003). Fabric evolution during high shear strain deformation of magnesiowüstite ($Mg_{0.8}Fe_{0.2}O$). *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 108. doi:10.1029/2001JB001632

Hirth, G. and Kohlstedt, D. (2015). The stress dependence of olivine creep rate: Implications for extrapolation of lab data and interpretation of recrystallized grain size. *Earth and Planetary Science Letters* 418, 20–26. doi:https://doi.org/10.1016/j.epsl.2015.02.013

Immoor, J., Marquardt, H., Miyagi, L., Lin, F., Speziale, S., Merkel, S., et al. (2018). Evidence for {100} slip in ferropericlase in earth's lower mantle from high-pressure/high-temperature experiments. *Earth and Planetary Science Letters* 489, 251–257. doi:10.1016/j.epsl.2018.02.045

Ito, E. and Sato, H. (1991). Aseismicity in the lower mantle by superplasticity of the descending slab. *Nature* 351, 140–141. doi:10.1038/351140a0

Jung, H., Katayama, I., Jiang, Z., Hiraga, T., and Karato, S. (2006). Effect of water and stress on the lattice-preferred orientation of olivine. *Tectonophysics* 421, 1–22. doi:10.1016/j.tecto.2006.02.011

Karato (1998). Seismic anisotropy in the deep mantle, boundary layers and the geometry of mantle convection. *Pure appl. geophys.* 151, 23

Karato, S.-I. (2008). *Deformation of Earth Materials : An Introduction to the Rheology of Solid Earth* (Cambridge University press)

Langdon, T. G. and Pask, J. A. (1970). The mechanism of creep in polycrystalline magnesium oxide. *Acta Metallurgica* 17, 505–510

Lin, F. (2020). *ELASTO-VISCOPLASTIC SELF-CONSISTENT MODELING ON DEFORMATION MECHANISMS OF B1 STRUCTURED MINERALS UNDER HIGH PRESSURE AND TEMPERATURE*. Ph.D. thesis

Lin, F., Couper, S., Jugle, M., and Miyagi, L. (2019). Competing deformation mechanisms in periclase: Implications for lower mantle anisotropy. *Minerals* 9, 650. doi:10.3390/min9110650

Lin, F., Hilairet, N., Raterron, P., Addad, A., Immoor, J., Marquardt, H., et al. (2017). Elasto-viscoplastic self consistent modeling of the ambient temperature plastic behavior of periclase deformed up to 5.4 GPa. *Journal of Applied Physics* 122, 205902. doi:10.1063/1.4999951

Long, M. D., Xiao, X., Jiang, Z., Evans, B., and Karato, S.-i. (2006). Lattice preferred orientation in deformed polycrystalline (Mg,Fe)O and implications for seismic anisotropy in D". *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 156, 75–88. doi:10.1016/j.pepi.2006.02.006

Lutterotti, L., Vasin, R., and Wenk, H.-R. (2014). Rietveld texture analysis from synchrotron diffraction images. i. calibration and basic analysis. *Powder Diffraction* 29, 76–84. doi:10.1017/S0885715613001346

Mainprice, D., Bachmann, F., Hielscher, R., and Schaeben, H. (2015). Descriptive tools for the analysis of texture projects with large datasets using MTEX : strength, symmetry and components. *Geological Society, London, Special Publications* 409, 251–271. doi:10.1144/SP409.8

Mainprice, D., Tommasi, A., Ferré, D., Carrez, P., and Cordier, P. (2008). Predicted glide systems and crystal preferred orientations of polycrystalline silicate mg-perovskite at high pressure: Implications for the seismic anisotropy in the lower mantle. *Earth and Planetary Science Letters* 271, 135–144. doi:10.1016/j.epsl.2008.03.058

Mariani, E., Mecklenburgh, J., Wheeler, J., Prior, D. J., and Heidelbach, F. (2009). Microstructure evolution and recrystallization during creep of MgO single crystals. *Acta Materialia* 57, 1886–1898. doi:10.1016/j.actamat.2008.12.029

Marquardt, H., Gleason, A., Marquardt, K., Speziale, S., Miyagi, L., Neusser, G., et al. (2011). Elastic properties of MgO nanocrystals and grain boundaries at high pressures by brillouin scattering. *Physical Review B* 84, 064131. doi:10.1103/PhysRevB.84.064131

Maruyama, G. and Hiraga, T. (2017). Grain- to multiple-grain-scale deformation processes during diffusion creep of forsterite + diopside aggregate: 1. direct observations: Deformation processes. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 122, 5890–5915. doi:10.1002/2017JB014254

Meade, C., Silver, P. G., and Kaneshima, S. (1995). Laboratory and seismological observations of lower mantle isotropy. *Geophysical Research Letters* 22, 1293–1296. doi:10.1029/95GL01091

Merkel, S., Wenk, H. R., Shu, J., Shen, G., Gillet, P., Mao, H.-k., et al. (2002). Deformation of polycrystalline MgO at pressures of the lower mantle. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 107, 2271. doi:10.1029/2001JB000920

Miyazaki, T., Sueyoshi, K., and Hiraga, T. (2013). Olivine crystals align during diffusion creep of earth's upper mantle. *Nature* 502, 321–326. doi:10.1038/nature12570

Nzogang, B. C., Bouquerel, J., Cordier, P., Mussi, A., Girard, J., and Karato, S. (2018). Characterization by scanning precession electron diffraction of an aggregate of bridgmanite and ferropericlase deformed at HP-HT. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems* 19, 582–594. doi:10.1002/2017GC007244

Paterson, M. S. and Weaver, C. W. (1970). Deformation of polycrystalline MgO under pressure. *Journal of the American Ceramic Society* 53, 463–471. doi:10.1111/j.1151-2916.1970.tb12678.x

Poirier, J.-P. (1976). *Plasticité à haute température des solides cristallins* (Eyroles)

Poirier, J.-P. (1985). *Creep of crystal* (Cambrigde University Press). doi:10.1017/CBO9780511564451

Pole, G. R., Beinlich, A. W., and Gilbert, N. (1946). Physical properties of some high-temperature refractory compositions. *Journal of the American Ceramic Society* 29, 208–228. doi:10.1111/j.1151-2916.1946.tb11585.x

Raterron, P., Merkel, S., and Holyoke, C. W. (2013). Axial temperature gradient and stress measurements in the deformation-dia cell using alumina pistons. *Review of Scientific Instruments* 84, 043906. doi:10.1063/1.4801956

Rauch, E. F. (2014). Automated crystal orientation and phase mapping in TEM. *Materials Characterization* , 9

Ringwood, A. (1991). Phase transformations and their bearing on the constitution and dynamics of the mantle. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 55, 2083–2110. doi:10.1016/0016-7037(91)90090-R

Solomatov, V., El-Khozondar, R., and Tikare, V. (2002). Grain size in the lower mantle: constraints from numerical modeling of grain growth in two-phase systems. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 129, 265–282. doi:10.1016/S0031-9201(01)00295-3

Speziale, S., Zha, C.-S., Duffy, T. S., Hemley, R. J., and Mao, H.-k. (2001). Quasi-hydrostatic compression of magnesium oxide to 52 GPa: Implications for the pressure-volume-temperature

equation of state. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 106, 515–528. doi:10.1029/2000JB900318

Stretton, I., Heidelbach, F., Mackwell, S., and Langenhorst, F. (2001). Dislocation creep of magnesiowüstite ($Mg_{0.8}Fe_{0.2}O$). *Earth and Planetary Science Letters* 194, 229–240

Terwilliger, G. R., Bowen, H. K., and Gordon, R. S. (1970). Creep of polycrystalline MgO and MgO-Fe_2O_3 solid solutions at high temperatures. *Journal of the American Ceramic Society* 53, 241–251. doi:10.1111/j.1151-2916.1970.tb12085.x

Tommaseo, C. E., Devine, J., Merkel, S., Speziale, S., and Wenk, H.-R. (2006). Texture development and elastic stresses in magnesiowűstite at high pressure. *Physics and Chemistry of Minerals* 33, 84–97. doi:10.1007/s00269-005-0054-x

Wang, Y., Hilairet, N., and Dera, P. (2010). Recent advances in high pressure and temperature rheological studies. *Journal of Earth Science* 21, 495–516. doi:10.1007/s12583-010-0124-y

Weidner, D. J., Li, L., Davis, M., and Chen, J. (2004). Effect of plasticity on elastic modulus measurements: Effect of plasticity on elastic modulus measurements. *Geophysical Research Letters* 31, L06621. doi:10.1029/2003GL019090

Wenk, H., Armann, M., Burlini, L., Kunze, K., and Bortolotti, M. (2009). Large strain shearing of halite: Experimental and theoretical evidence for dynamic texture changes. *Earth and Planetary Science Letters* 280, 205–210. doi:10.1016/j.epsl.2009.01.036

Wenk, H., Canova, G., Molinari, A., and Mecking, H. (1989). Texture development in halite: Comparison of taylor model and self-consistent theory. *Acta Metallurgica* 37, 2017–2029. doi:10.1016/0001-6160(89)90086-2

Wenk, H., Lutterotti, L., Kaercher, P., Kanitpanyacharoen, W., Miyagi, L., and Vasin, R. (2014). Rietveld texture analysis from synchrotron diffraction images. II. complex multiphase materials and diamond anvil cell experiments. *Powder Diffraction* 29, 220–232. doi:10.1017/S0885715614000360

Wilkinson, D. and Cáceres, C. (1984). On the mechanism of strain-enhanced grain growth during superplastic deformation. *Acta Metallurgica* 32, 1335–1345. doi:10.1016/0001-6160(84)90079-8

Yamazaki, D. and Karato, S.-I. (2002). Fabric development in (Mg,Fe)O during large strain, shear deformation: implications for seismic anisotropy in earth's lower mantle. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 131, 251–267. doi:10.1016/S0031-9201(02)00037-7

Yamazaki, D., Kato, T., Ohtani, E., and Toriumi, M. (1996). Grain growth rates of $MgSiO_3$ perovskite and periclase under lower mantle conditions. *Science* 274, 2052–2054. doi:10.1126/science.274.5295.2052

Supplementary Material

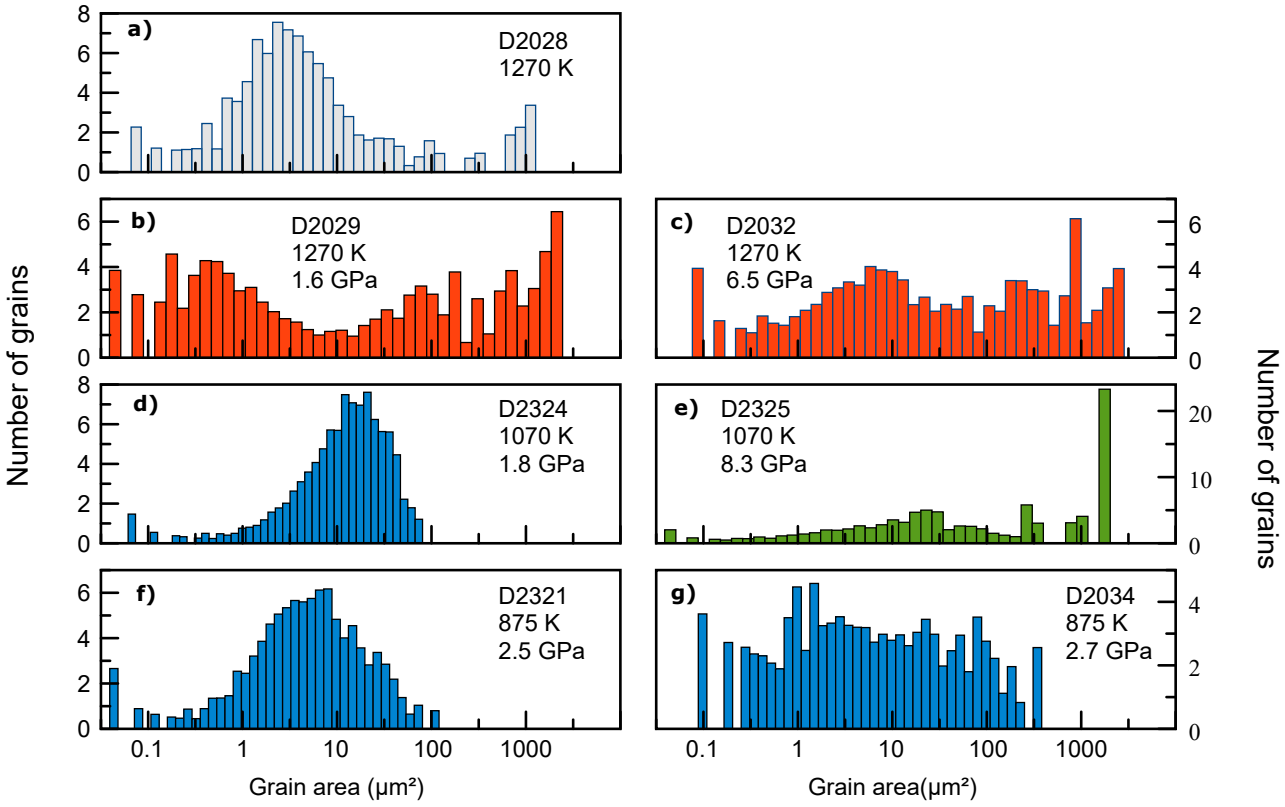

Figure S1. Grain size distribution for each MgO sample, including the reference sample (a).

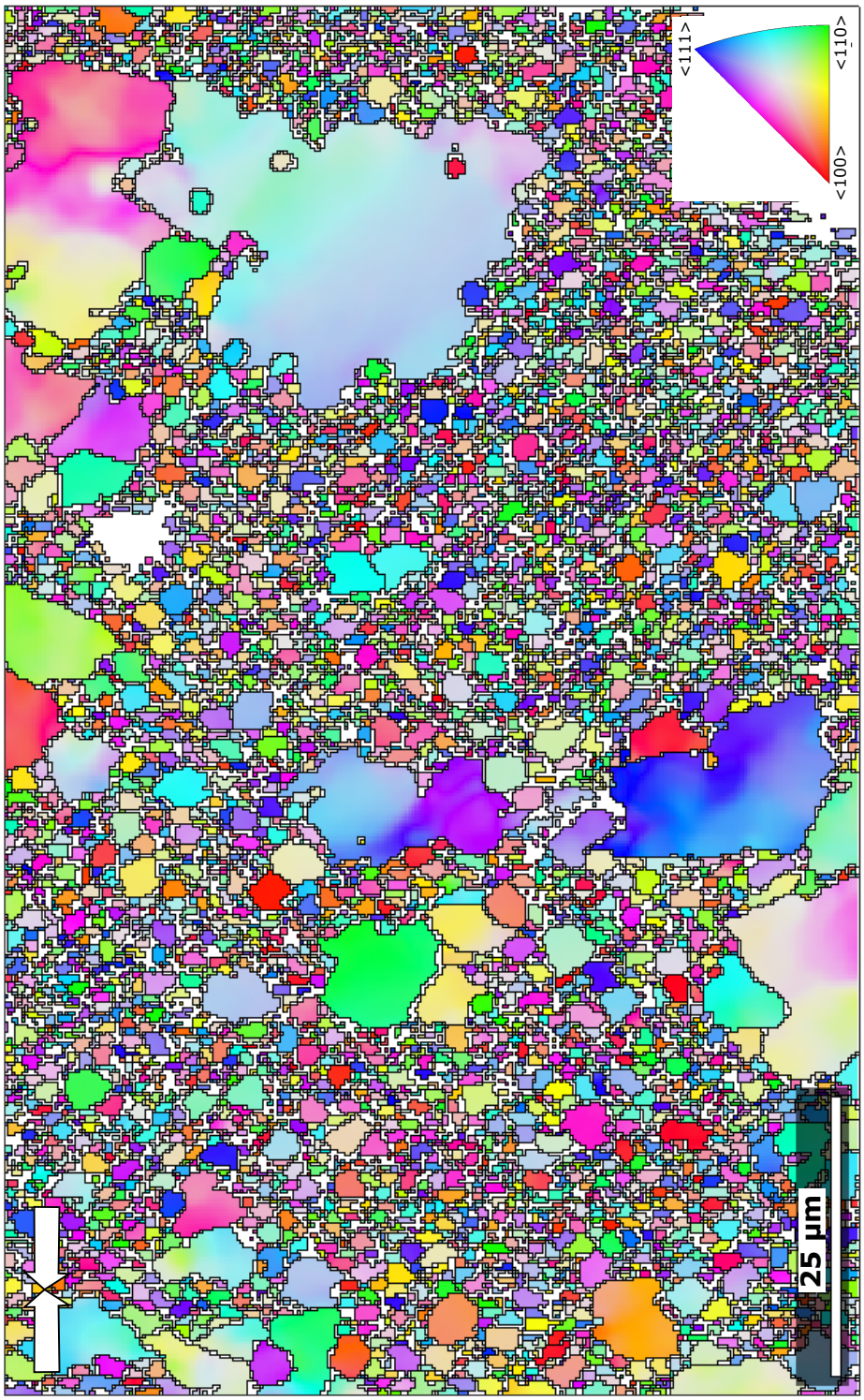

Figure S2. EBSD orientation map for sample D2029 deformed at 1270 K and 1.6 GPa, in full size. Colored after the inverse pole figure of the compression direction shown in the bottom right corner. The compression direction is indicated by the white arrows.

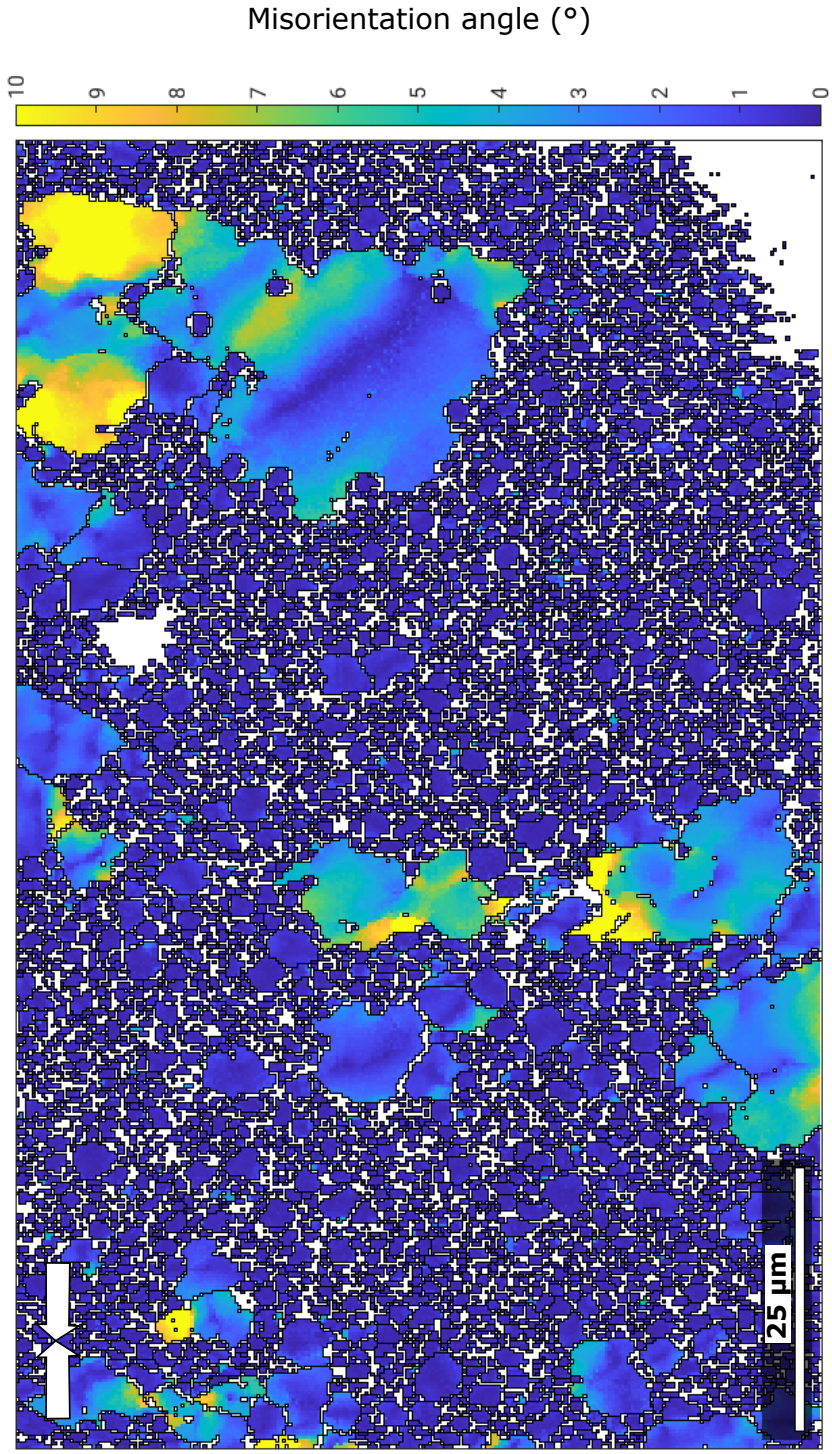

Figure S3. EBSD intracrystalline misorientation map (GROD) for sample D2029 deformed at 1270 K and 1.6 GPa, in full size. The compression direction is indicated by the white arrows.

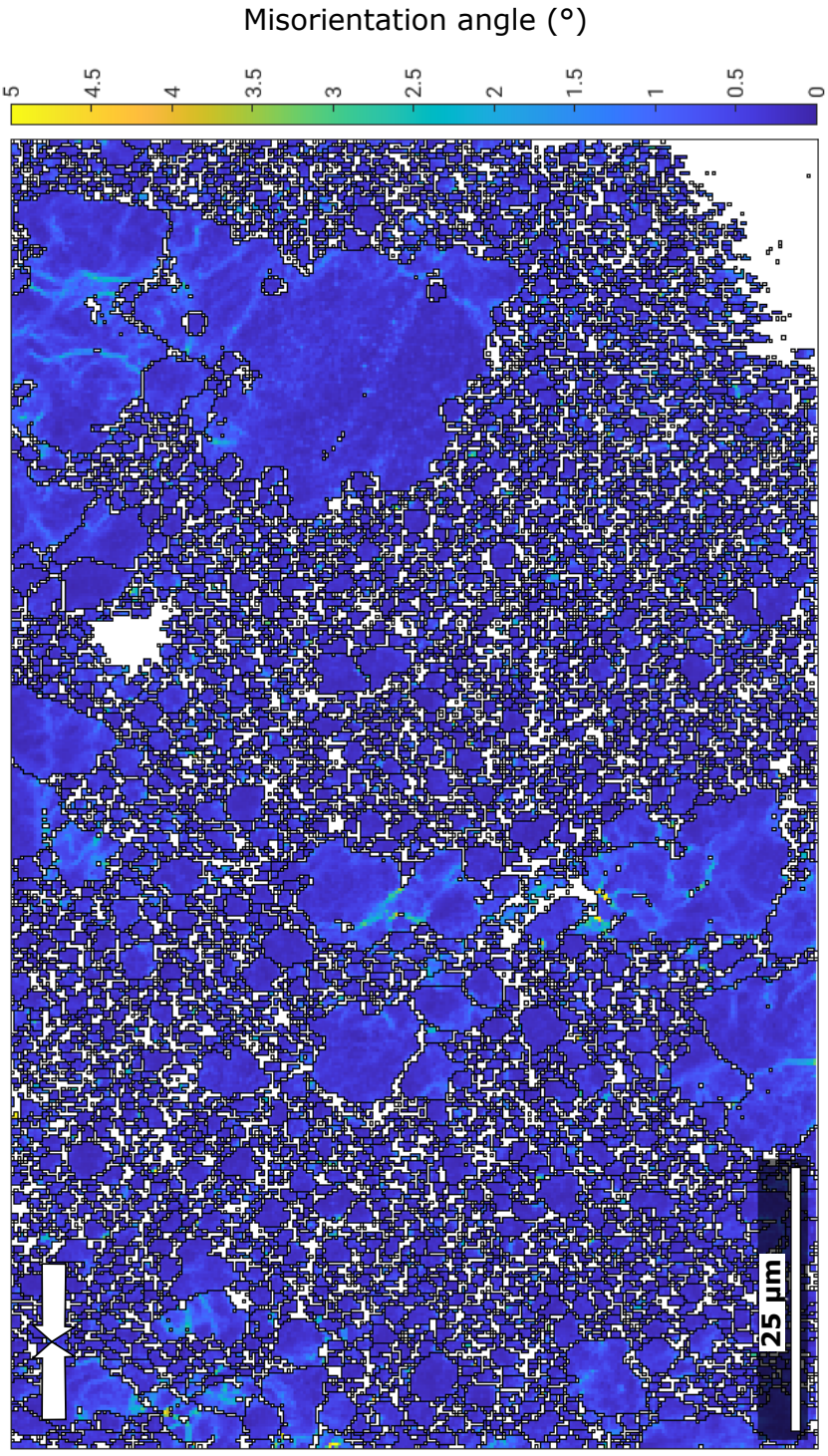

Figure S4. Local misorientation gradient (KAM) map for sample D2029 deformed at 1270 K and 1.6 GPa, in full size. The compression direction is indicated by the white arrows.

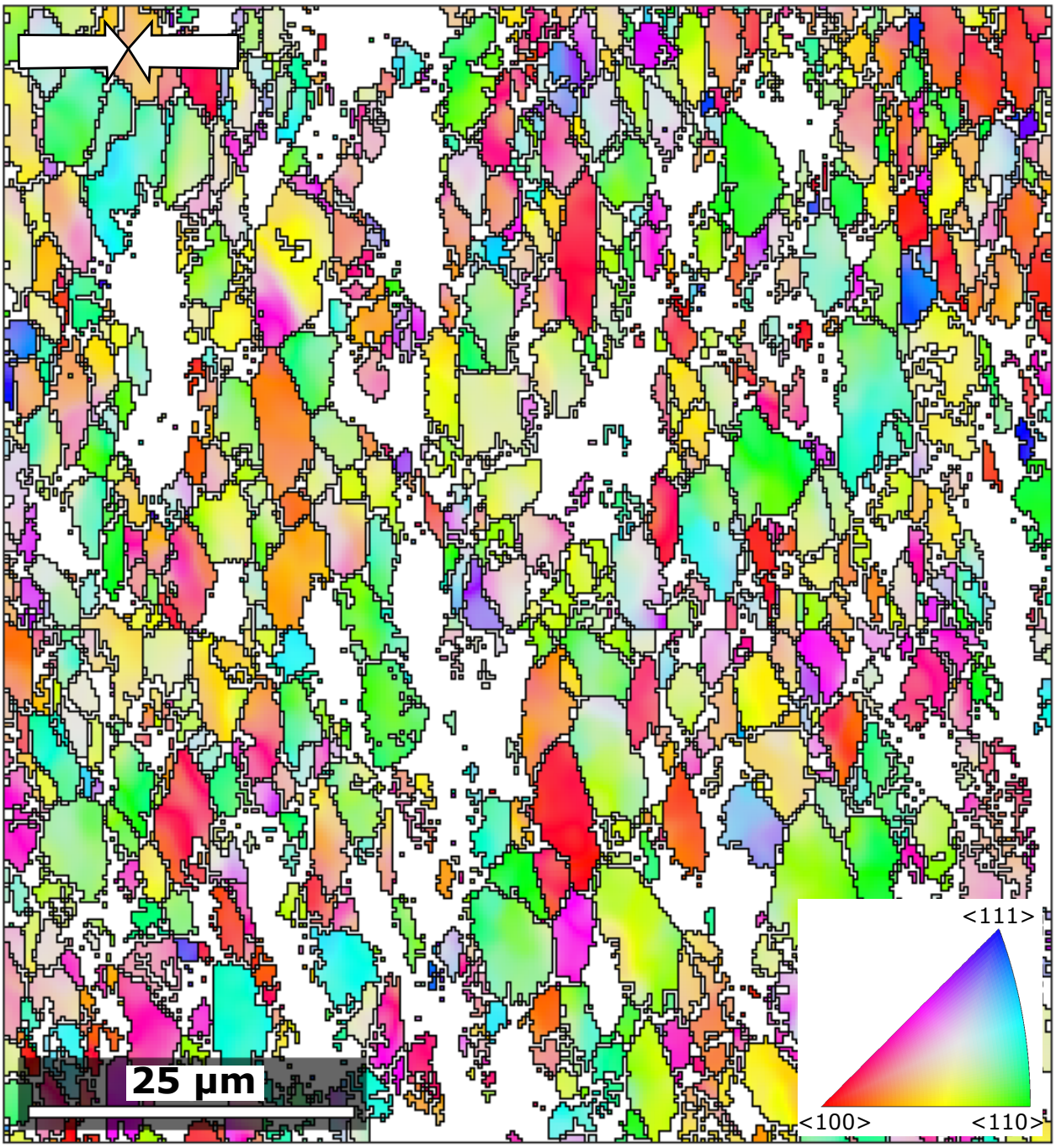

Figure S5. EBSD orientation map for sample D2324 deformed at 1070 K and 1.8 GPa, in full size. Colored after the inverse pole figure of the compression direction shown in the bottom right corner. The compression direction is indicated by the white arrows.

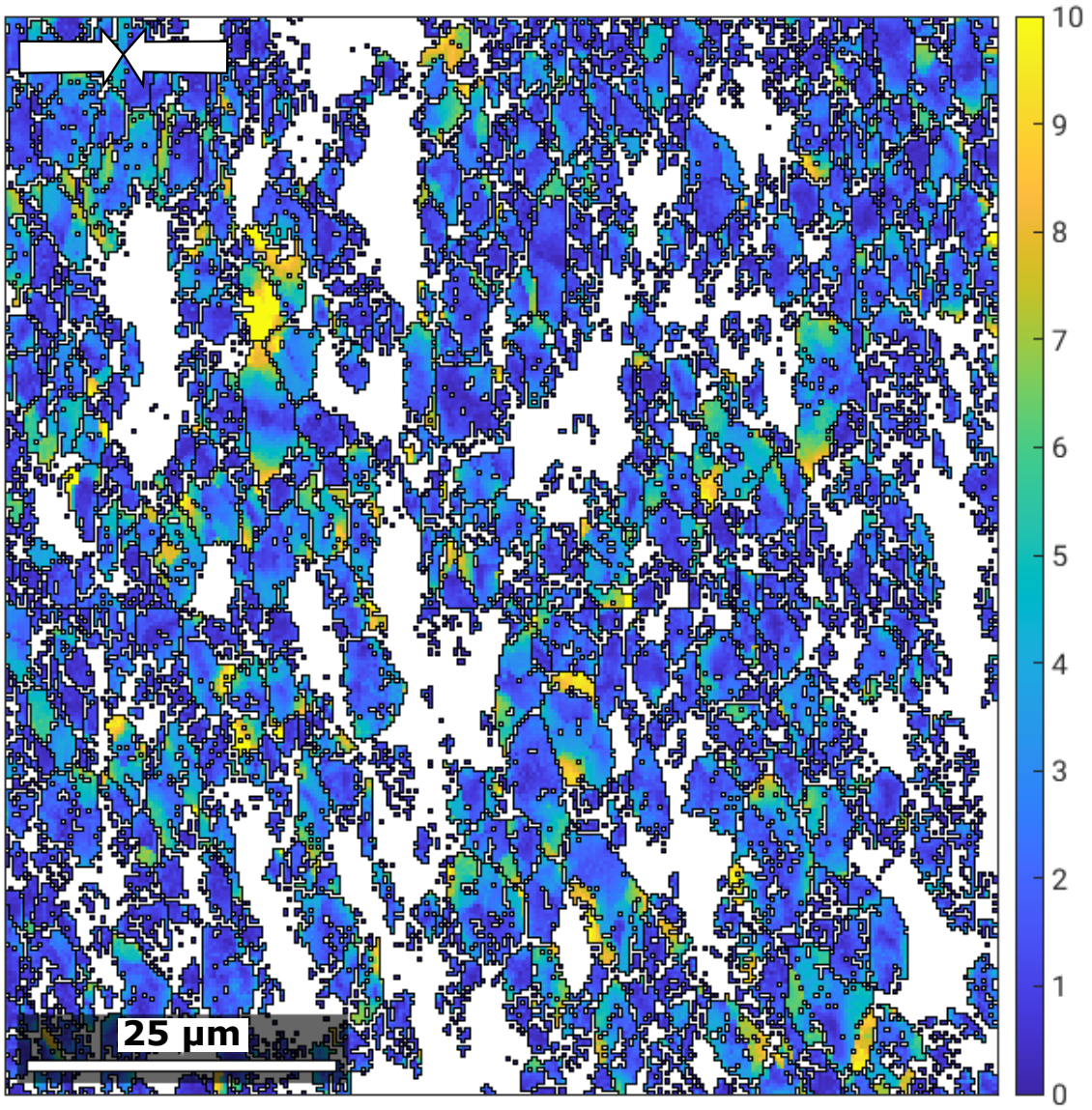

Figure S6. EBSD intracrystalline misorientation map (GROD) for sample D2324 deformed at 1070 K and 1.8 GPa, in full size. The compression direction is indicated by the white arrows.

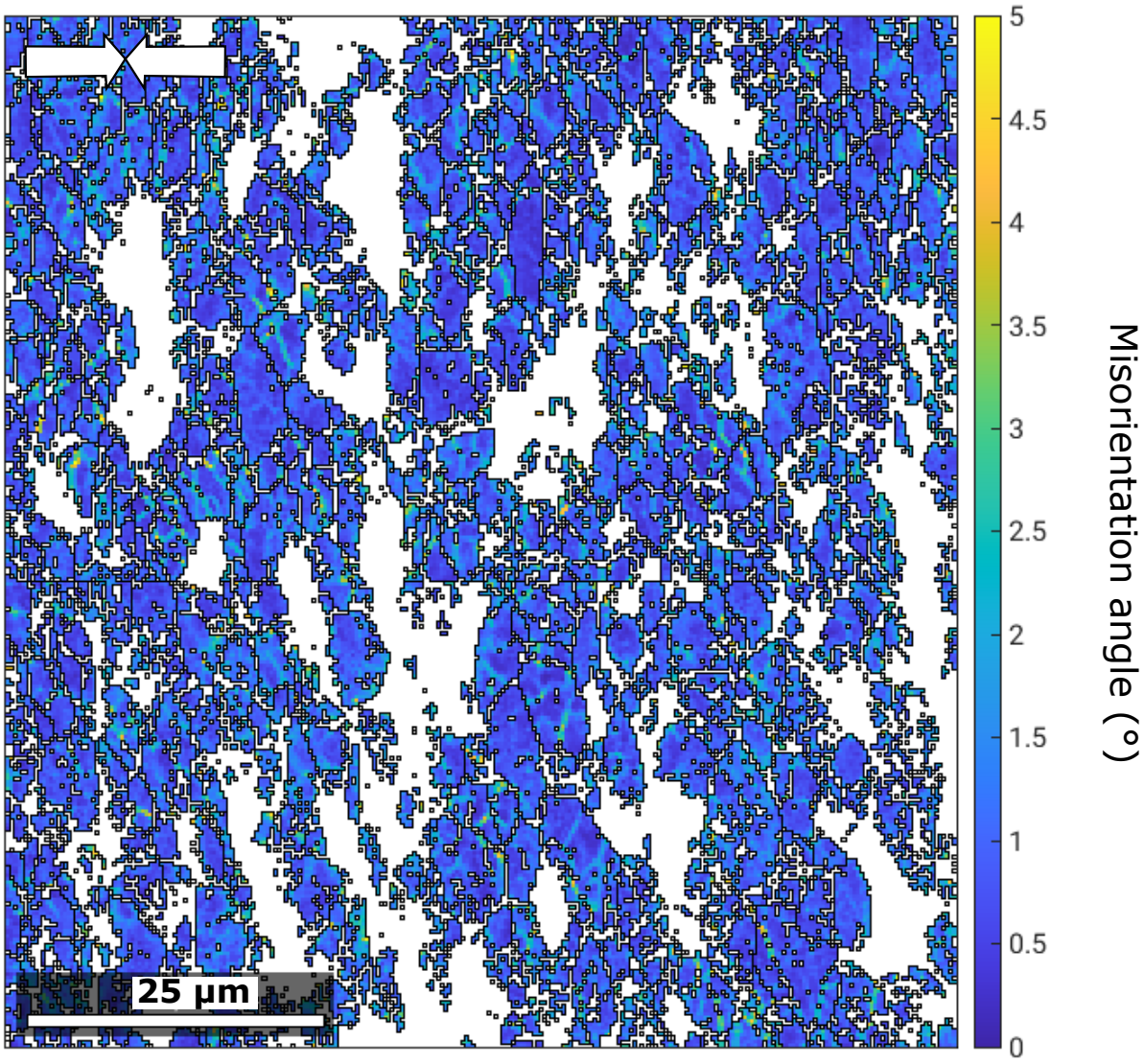

Figure S7. Local misorientation gradient (KAM) map for sample D2324 deformed at 1070 K and 1.8 GPa, in full size. The compression direction is indicated by the white arrows.

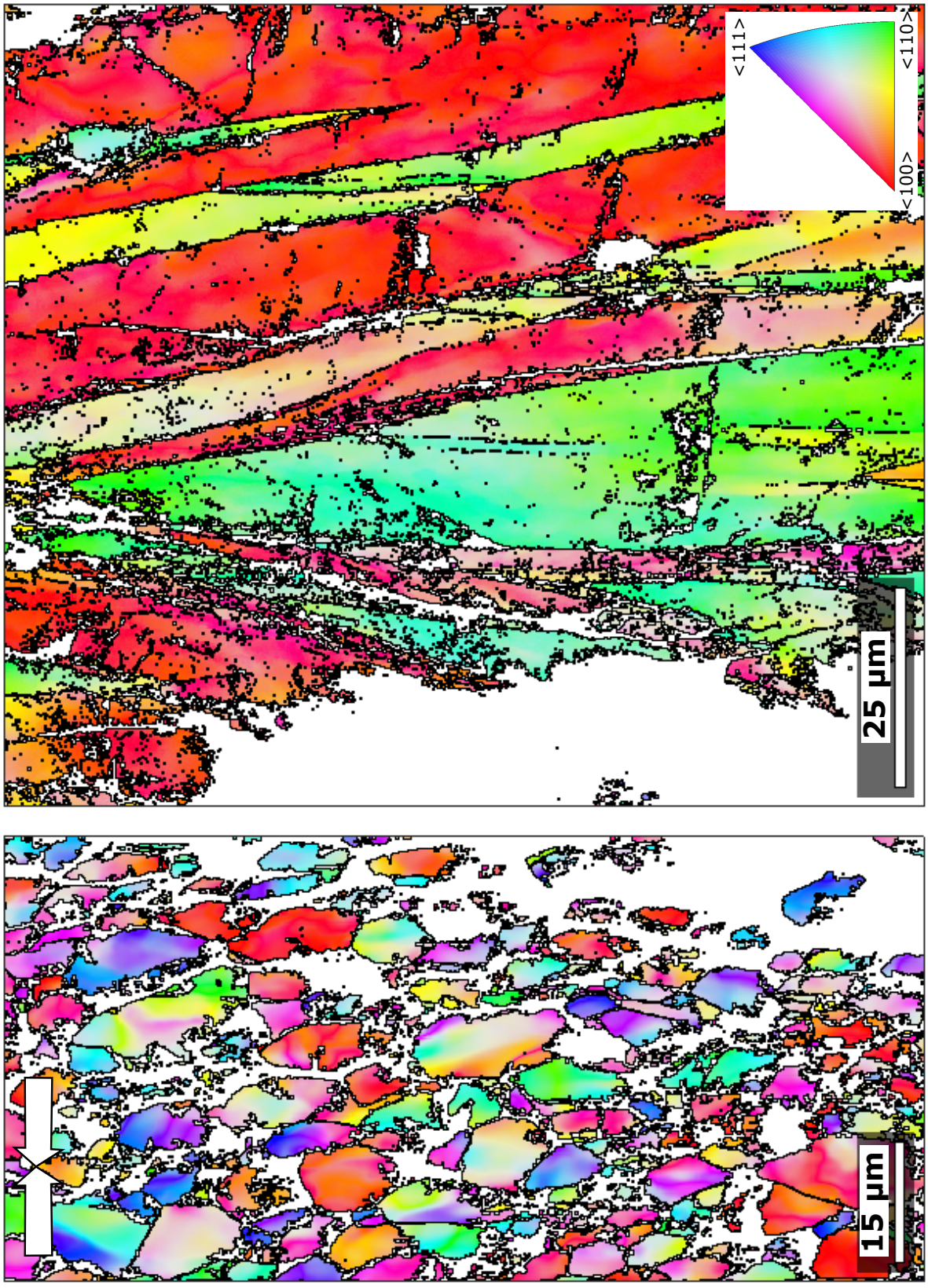

Figure S8. EBSD orientation map for sample D2325, deformed at 1070 K and 8.3 GPa, in full size. Colored after the inverse pole figure of the compression direction shown in the bottom right corner. The compression direction is indicated by the white arrows.

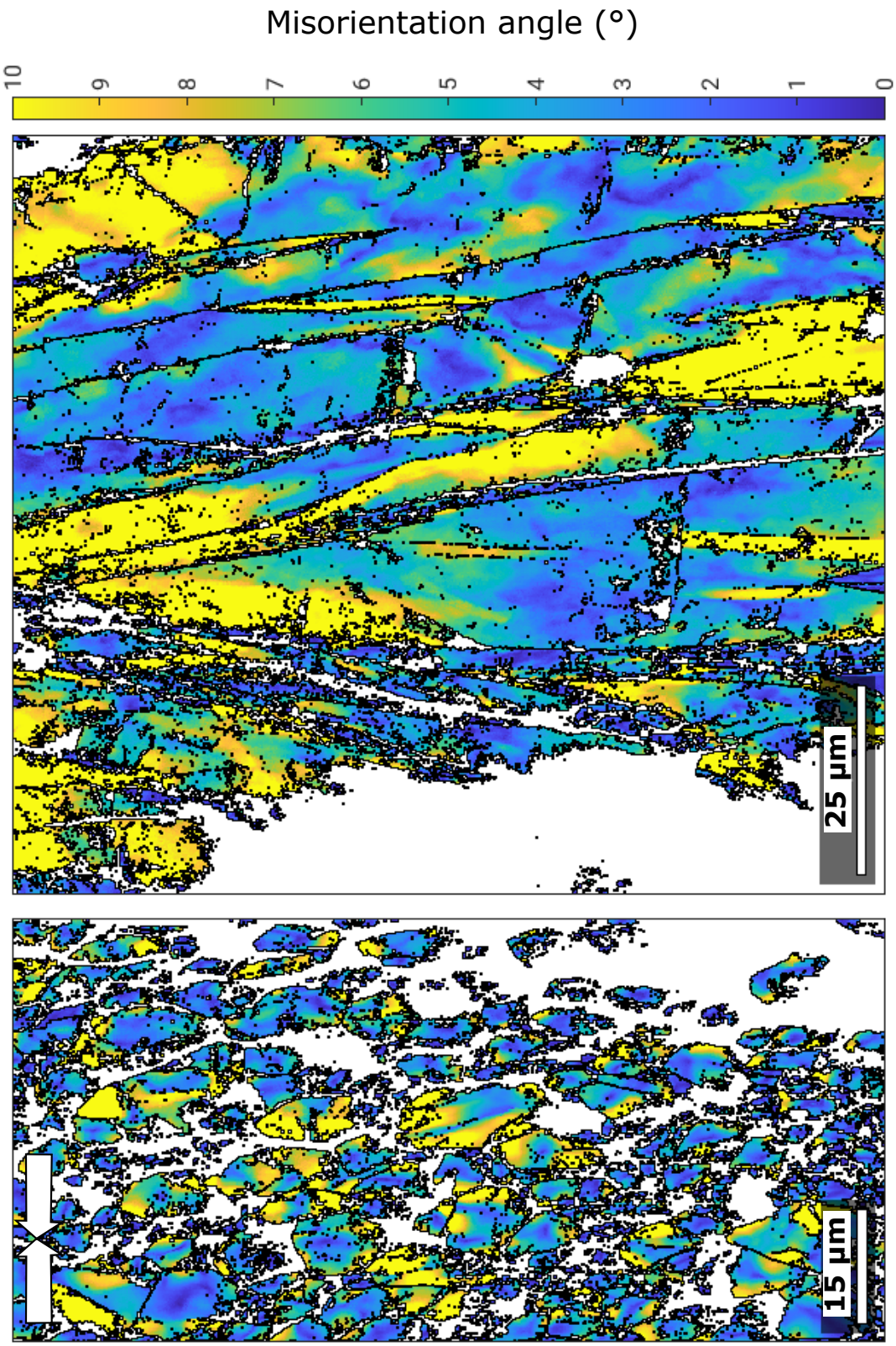

Figure S9. EBSD intracrystalline misorientation map (GROD) for sample D2325, deformed at 1070 K and 8.3 GPa, in full size. The compression direction is indicated by the white arrows.

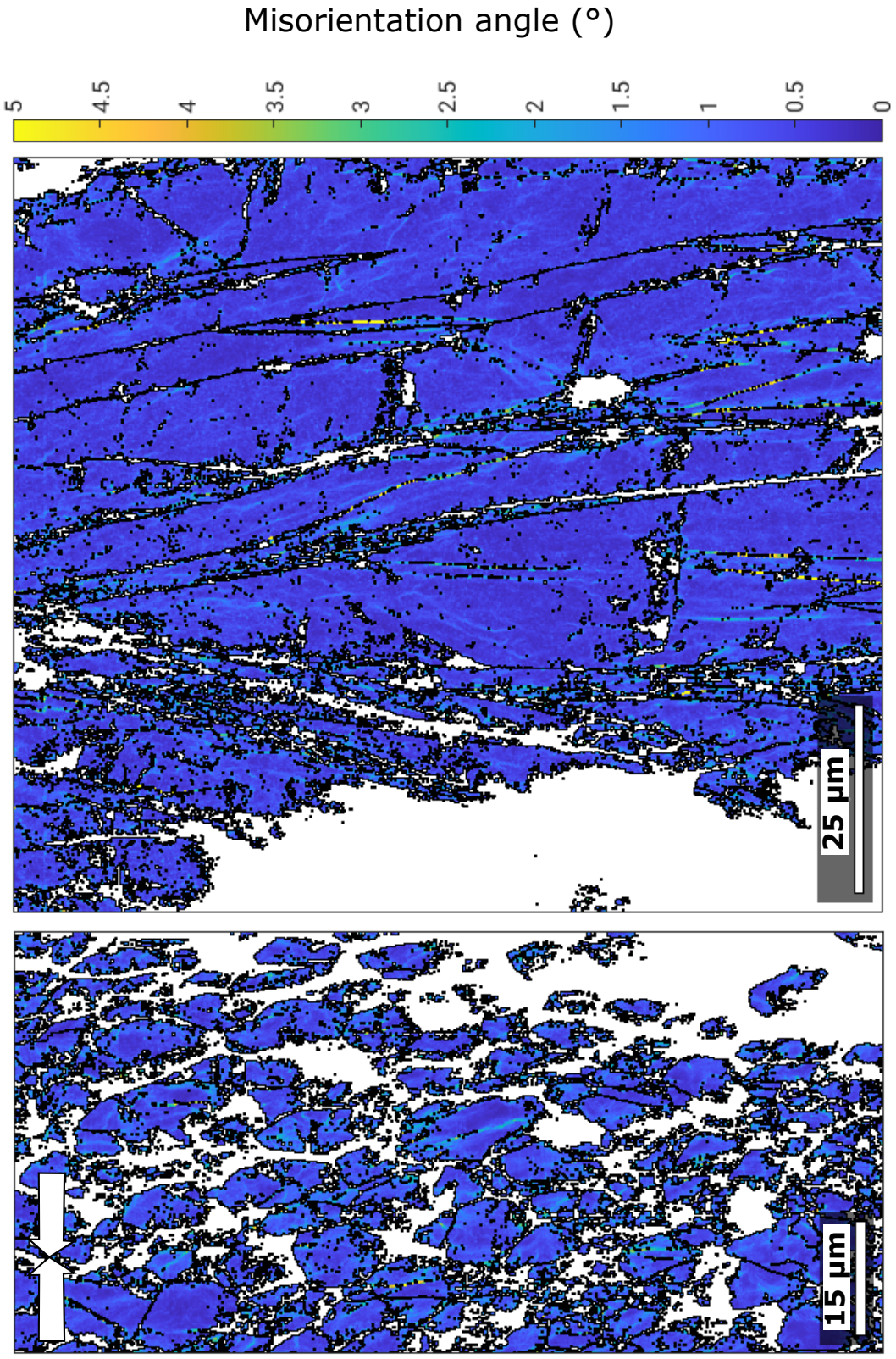

Figure S10. Local misorientation gradient (KAM) map for sample D2325, deformed at 1070 K and 8.3 GPa, in full size. The compression direction is indicated by the white arrows.

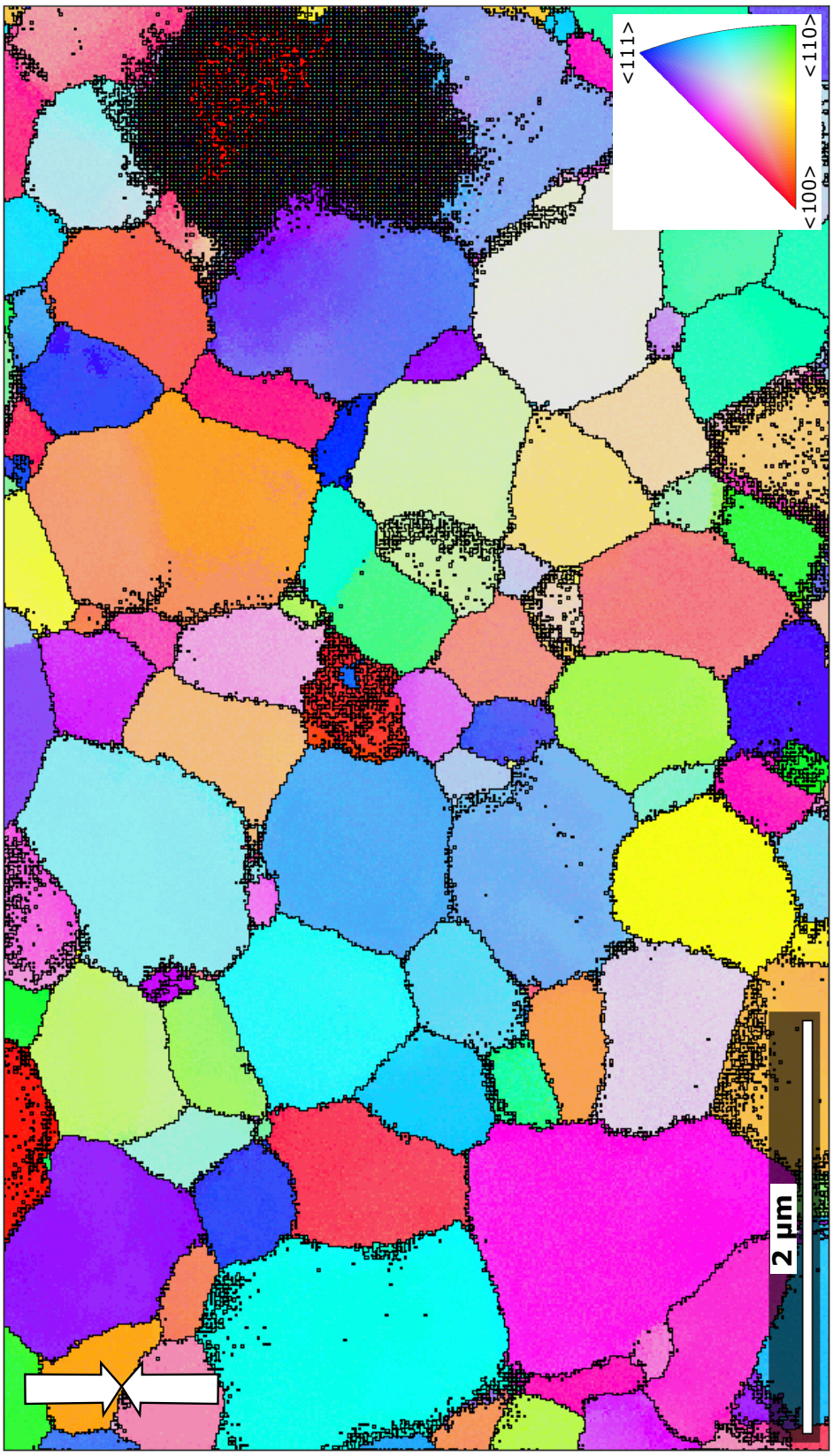

Figure S11. ASTAR orientation map for sample D2029, deformed at 1270 K and 1.6 GPa, in full size. Colored after the inverse pole figure of the compression direction shown in the bottom right corner. The compression direction is indicated by the white arrows.

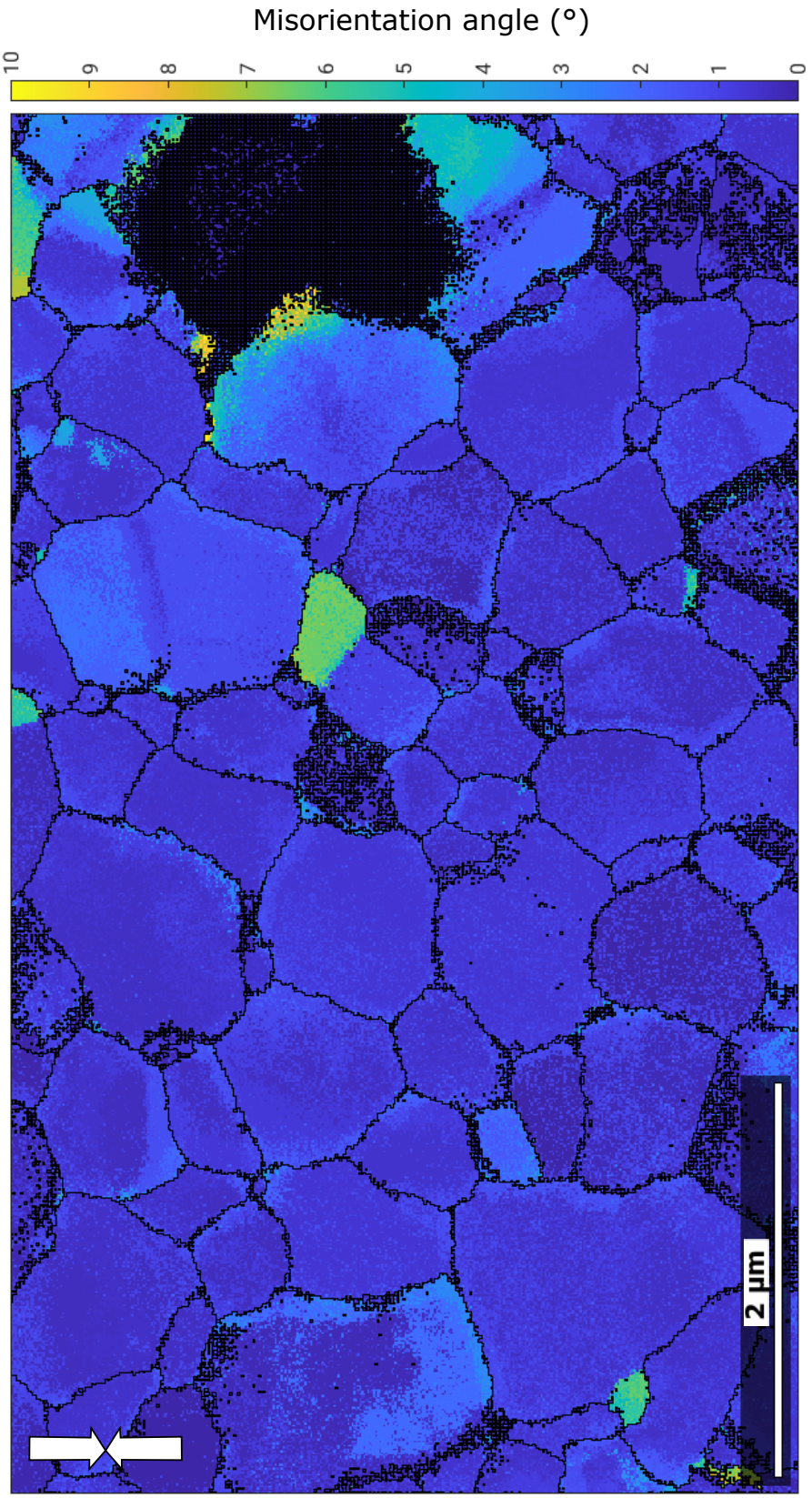

Figure S12. ASTAR intracrystalline misorientation map (GROD) for sample D2029 deformed at 1270 K and 1.6 GPa, in full size. The compression direction is indicated by the white arrows.

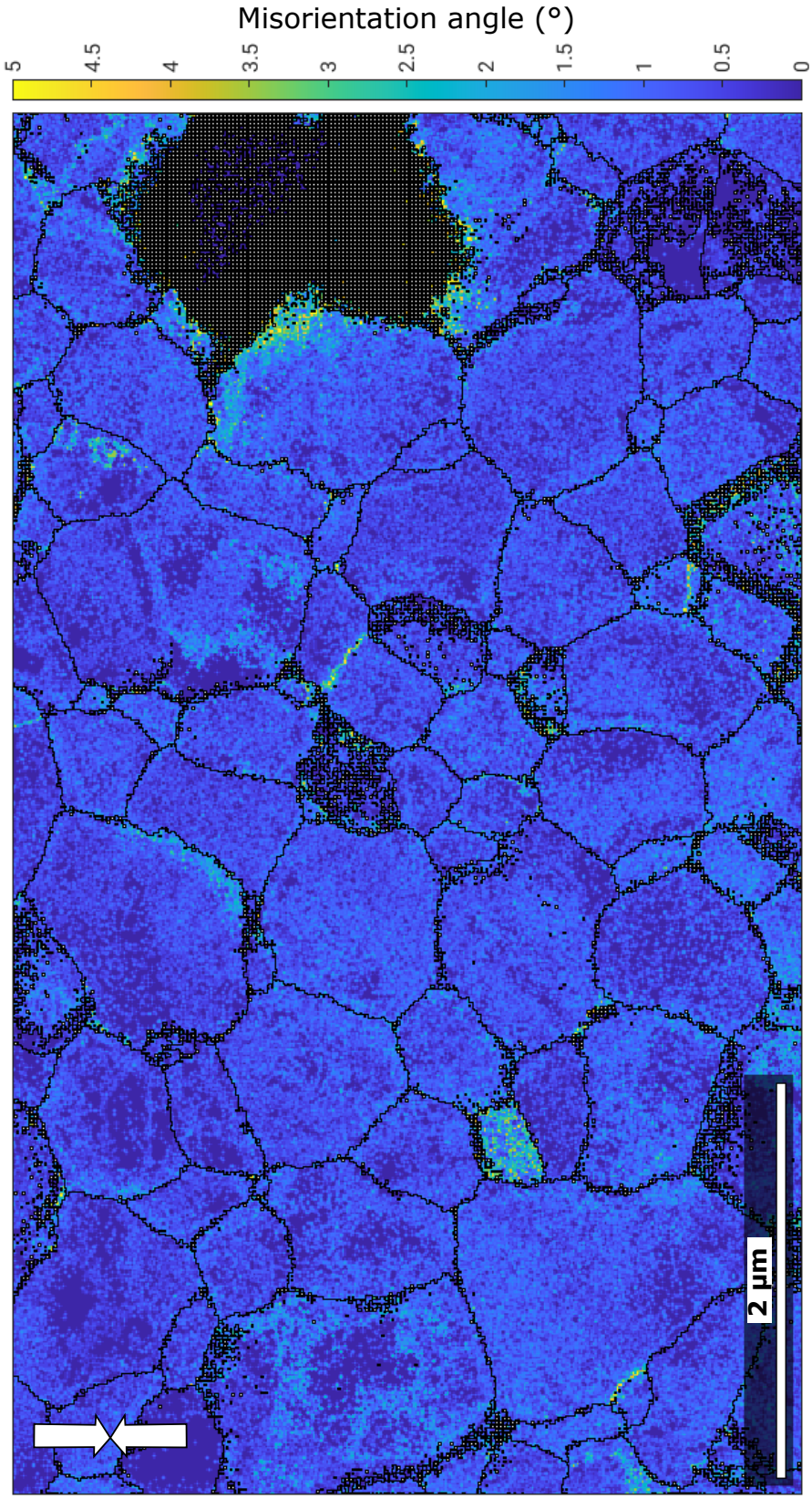

Figure S13. ASTAR local misorientation gradient (KAM) map for sample D2029, deformed at 1270 K and 1.6 GPa, in full size. The compression direction is indicated by the white arrows.

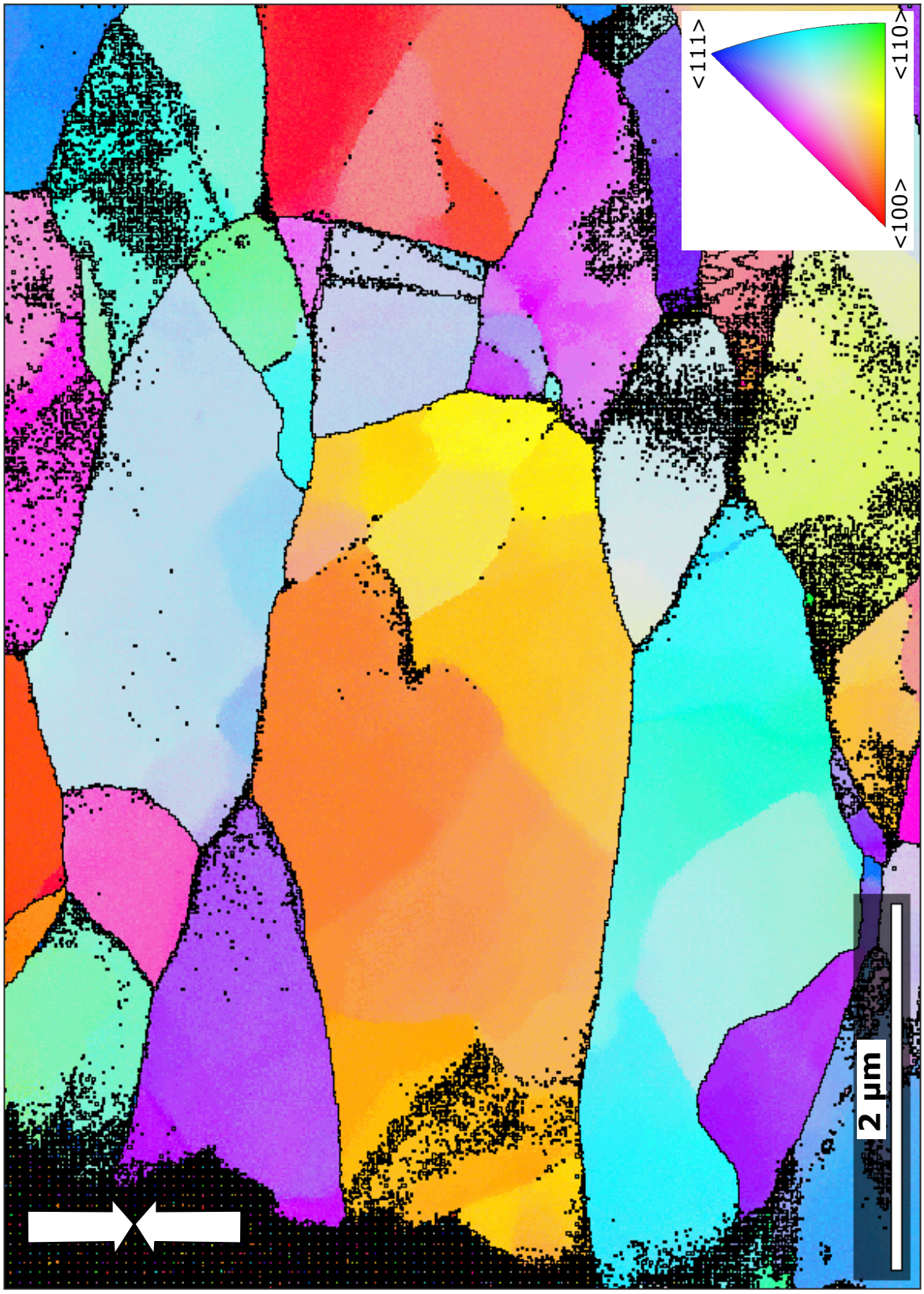

Figure S14. ASTAR orientation map for sample D2321, deformed at 1070 K and 2.5 GPa, in full size. Colored after the inverse pole figure of the compression direction shown in the bottom right corner. The compression direction is indicated by the white arrows.

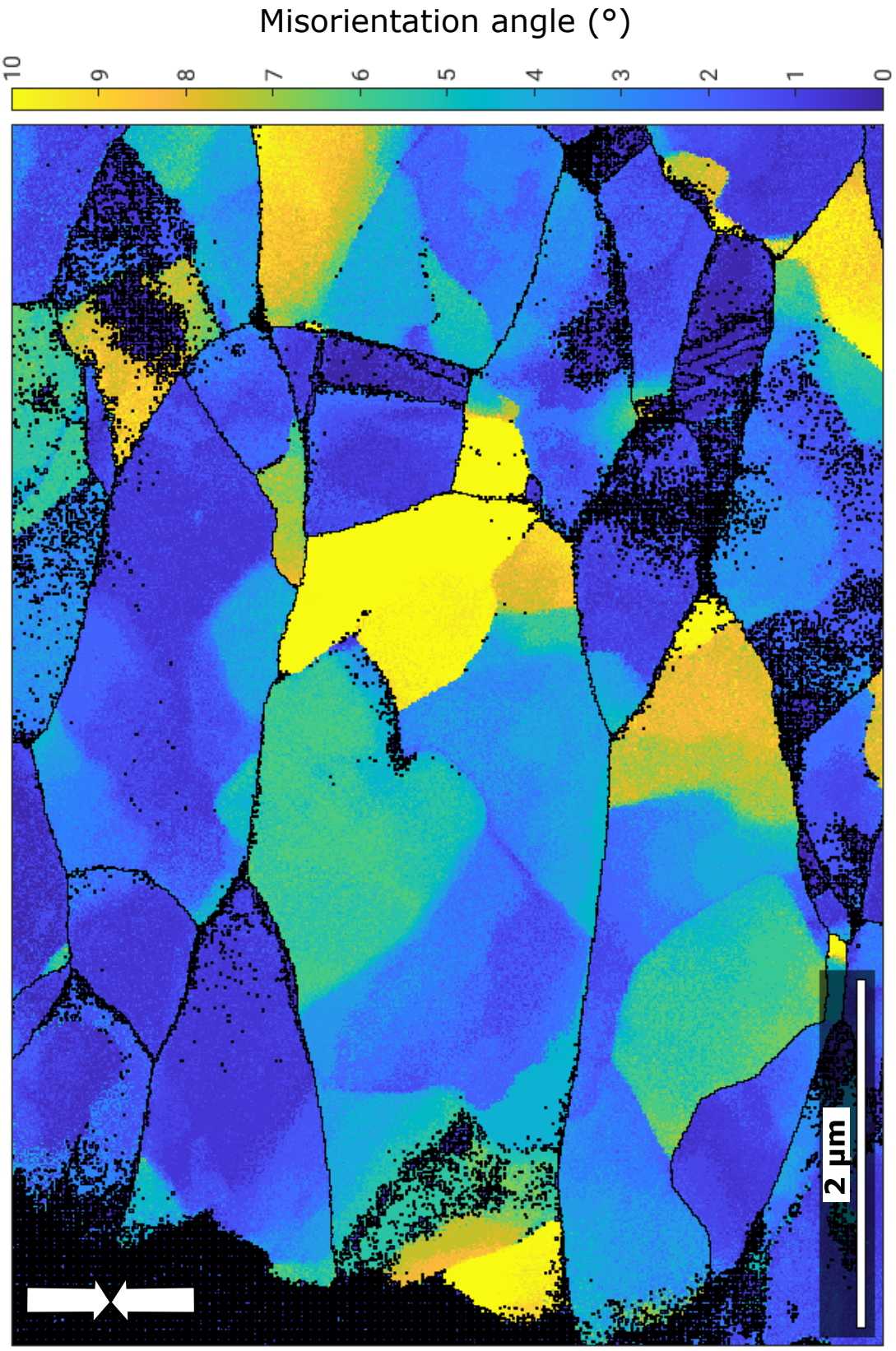

Figure S15. ASTAR intracrystalline misorientation map (GROD) for sample D2321, deformed at 1070 K and 2.5 GPa, in full size. The compression direction is indicated by the white arrows.

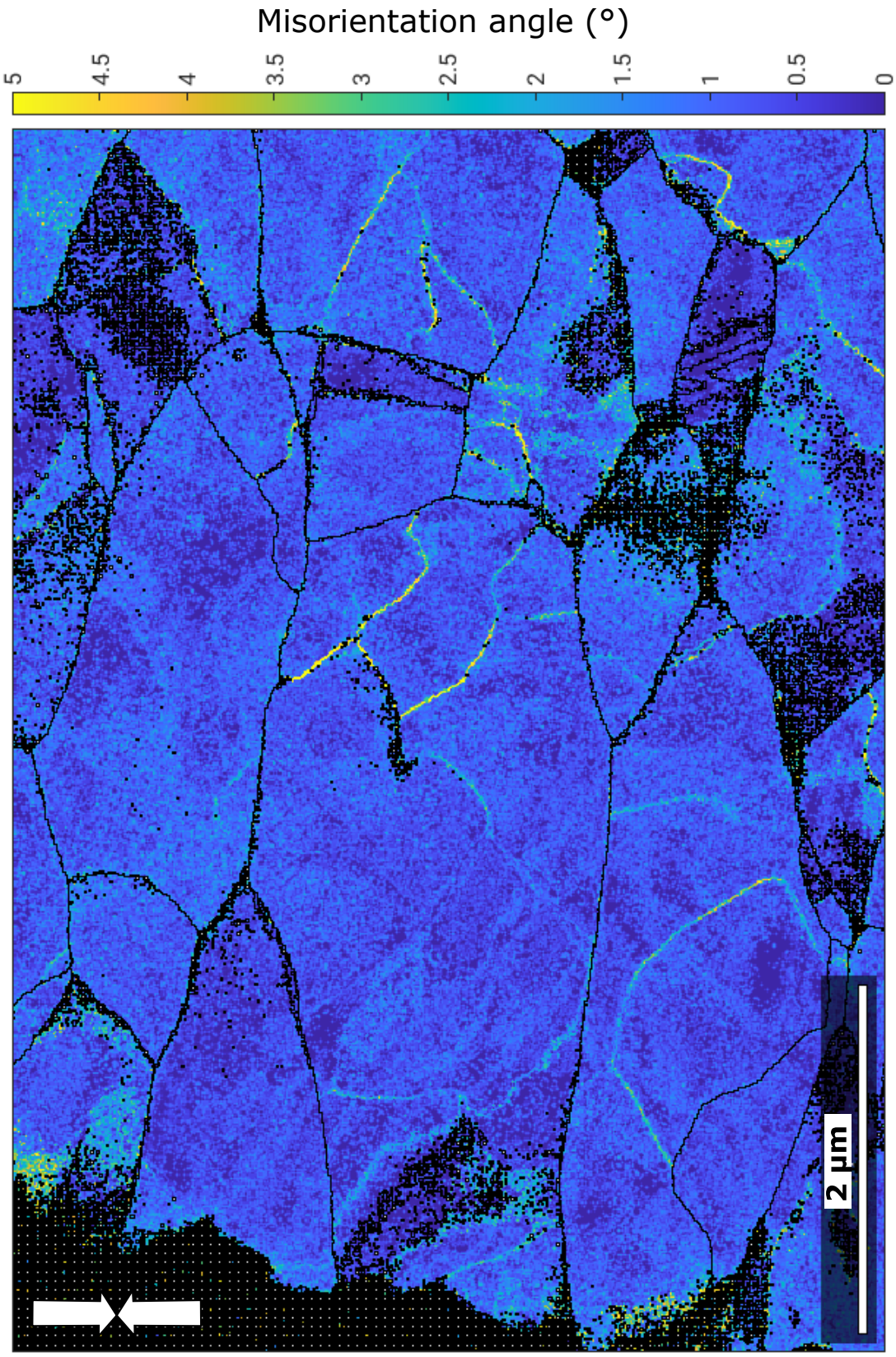

Figure S16. ASTAR local misorientation gradient (KAM) map for sample D2321, deformed at 1070 K and 2.5 GPa, in full size. The compression direction is indicated by the white arrows.

Microstructures de transformation et déformation dans le manteau terrestre : application au périclase et à la wadsleyite

La microstructure des roches est caractéristique des conditions de pression, de température et de déformation qu'elles subissent. Dans le manteau terrestre, les microstructures affectent la forme des signaux sismiques en générant, par exemple, de l'anisotropie sismique. L'interprétation des mesures sismiques en terme de microstructures demande, en revanche, de connaître les mécanismes de déformation plastique des minéraux qui composent le manteau.

Dans cette thèse, j'utilise des expériences en laboratoire pour étudier les microstructures qui peuvent apparaître dans les minéraux du manteau. Je me concentre sur trois cas : la déformation du périclase MgO à haute pression et haute température, la transformation de l'olivine $(Mg,Fe)_2SiO_4$ en wadsleyite aux conditions de la discontinuité à 410 km de profondeur dans le manteau, et la déformation de la wadsleyite à haute pression et haute température.

J'identifie les microstructures produites dans des polycristaux pendant les expériences de déformation / transformation à travers des analyses in-situ par diffraction des rayons-X en utilisant la diffraction sur poudre et la cristallographie multigrain, et post-mortem par microscopie électronique à balayage et en transmission. Mes résultats montrent, entre autres : i) que l'augmentation de la température implique une transition de mécanisme de déformation dans le périclase polycristallin, avec du fluage dislocation à basse température et du glissement aux joints de grain à 1270 K, ii) que dans le régime de fluage dislocation les systèmes de glissement dominants changent en fonction de la pression et la température, iii) qu'aux conditions de la discontinuité à 410 km de profondeur, la transformation de l'olivine en wadsleyite est incohérente et donc détruit les microstructures de la roche parent, et iv) que l'activité des systèmes de glissement dans la wadsleyite, et donc la texture et l'anisotropie sismique, dépend de la température et de la teneur en eau de la wadsleyite.

Pour finir, à partir des microstructures observées dans la wadsleyite déformée, je modélise les observables sismiques dans différents scenarii, une zone de subduction et un panache mantellique, et les compare aux observations sismiques de littérature pour discuter ces résultats de minéralogie expérimentale.

Transformation and deformation microstructures in mantle's minerals : application to periclase and wadsleyite

The microstructure of rocks depends on the conditions of pressure, temperature and deformation they undergo. In the Earth's mantle, microstructures affect the seismic signals, in the form of seismic anisotropy, for instance. The interpretation of seismic observations in terms of microstructures, however, requires a good knowledge of plastic deformation in mantle minerals.

In this thesis, I am using laboratory experiments to investigate the microstructures that can form in mantle's minerals. I am focusing on three cases : the deformation of periclase at high pressure and high temperature, the transformation of $(Mg,Fe)_2SiO_4$ olivine in wadsleyite at conditions relevant for the 410 km depth discontinuity in the mantle, and the deformation of wadsleyite at high-pressure and high-temperature.

I identify microstructures in polycrysals resulting from deformation / transformation experiments using in-situ X-rays diffraction analysis using powder diffraction and multigrain crystallography, and post-mortem scanning and transmission electron microscopy characterization. My results show : i) that an increase of temperature induces a transition of dominant deformation mechanism in polycrystalline periclase, with dislocation creep at low temperatures and grain boundary sliding at 1270 K, ii) that an increase of pressure and temperature induces change of dominant slip systems in periclase, iii) that at conditions of the 410 km depth discontinuity, the transformation from olivine to wadsleyite is incoherent and then erases the microstructures of the parent rocks, and iv) that the activity of the slip systems in wadsleyite, and so the texture and anisotropy, depend on the temperature and the water content of wadsleyite.

Finally, from the microstructures observed in the deformed wadsleyite, I simulate seismic observables in different scenarii, a subduction zone and a mantle plume, and compare the results to seismic anisotropy from the literature to discuss the predictions of the mineralogy experiments.