

ÉCOLE DOCTORALE
ENERGIE, MATERIAUX, SCIENCES DE LA TERRE ET DE L'UNIVERS

Institut des Sciences de la Terre d'Orléans

THÈSE présentée par : **Leslie Gadenne**

soutenue le : **12 mars 2015**

pour obtenir le grade de : **Docteur de l'Université d'Orléans**

Discipline/ Spécialité : Sciences de la Terre

**Processus de déformation et diagenèse dans les
zones de subduction : Impact sur les propriétés
mécaniques des roches**

Approche expérimentale

THÈSE dirigée par :

Laurent JOLIVET

Professeur, Université d'Orléans

Hugues RAIMBOURG

Maître de Conférences, Université d'Orléans

RAPPORTEURS :

Serge LALLEMAND

Directeur de Recherche CNRS, Université Montpellier

François RENARD

Professeur, Université Grenoble I

JURY :

Michel PICHAVANT

Professeur, Université d'Orléans, Président du Jury

Laurent JOLIVET

Professeur, Université d'Orléans

Hugues RAIMBOURG

Maître de Conférences, Université d'Orléans

Serge LALLEMAND

Directeur de Recherche CNRS, Université Montpellier

François RENARD

Professeur, Université Grenoble I

Eric FERRAGE

Chargé de Recherche CNRS, Université de Poitiers

Vincent FAMIN

Maître de Conférences, Université de la Réunion

REMERCIEMENTS

Mes remerciements s'adressent tout d'abord à Laurent Jolivet, mon directeur de thèse, qui m'a octroyé sa confiance et ce depuis ma première année de Master.

Je remercie également Hugues Raimbourg initiateur de ce projet de thèse, qui m'a encadrée durant toutes ces années.

Merci également à Patrick Lecomte pour la conception et la réalisation de l'oedomètre utilisé au cours de cette étude. Je le remercie également pour l'enseignement qu'il m'en a fait et pour tous les précieux conseils qu'il a su me donner.

J'adresse un immense merci à Rémi Champallier qui m'a formée sur les autoclaves et plus particulièrement sur la fameuse presse Paterson. Il a toujours été présent en cas de problèmes (et ils furent nombreux!) et m'a aidée un nombre incalculable de fois et pour cela je lui en suis infiniment reconnaissante.

Je remercie également Quentin Thibault pour son aide (mécanique, informatique) lors des expériences en Paterson.

Je tiens aussi à remercier Esteban Le Moing pour les nombreuses pièces mécaniques qu'il m'a fabriquées au cours de ma thèse (notamment les nombreuses chemises en Téflon) et à chaque fois en un temps record. Je le remercie également pour son implication et sa persévérance lors de la recherche d'un montage étanche pour les autoclaves verticaux. Cela fait plaisir de se sentir soutenue.

Je remercie également les autres membres de l'atelier mécanique et notamment Philippe Teulat qui m'a aussi beaucoup aidée au cours de ma thèse.

J'adresse ensuite mes remerciements aux personnes avec lesquelles j'ai travaillé pour réaliser les différentes analyses nécessaires pour cette thèse : merci à Fabrice Muller et Philippe Penhoud pour les analyses en DRX, merci à Olivier Rozenbaum et Laurent Arbaret pour les images réalisées au microtomographe et enfin merci à Patricia Benoist pour les analyses au spectromètre d'absorption atomique.

Je tiens à remercier toutes les personnes qui m'ont aidée au cours de ces trois années et demi passées à l'ISTO : merci donc à Nathalie Pothier pour son assistance dans la recherche bibliographique et pour les conversations agréables de la pause de l'après-midi. Merci à Olivier Gaudefroy, Virginie Lancelot et Marie-Noëlle Pailhès pour leur aide lors des démarches administratives. Merci à Marielle Haton, Sylvain Janiec, Didier Bellenoue, Yohann Brossard, Emmanuel Le Trong, Romain Augier, Lionel Mercury, Patrick Albéric,

Claude Le Milbeau, Adrien Flavigny, Nicole Le Breton et Lydie Le Forestier ma collègue de bureau.

Je remercie les rapporteurs (Serge Lallemand et François Renard), les examinateurs (Eric Ferrage et Vincent Famin) ainsi que Michel Pichavant, président du jury, de m'avoir fait l'honneur d'accepter de juger mon travail.

Je remercie également mes collègues doctorants et docteurs qui ont égayé mon passage à l'ISTO. Je pense notamment à Momo, Atallah, Nour, Flavien, Dada, Giulia, Bashar, Teddy, Adoum, Mohammed, Anaëlle, Alexandra; Merci à vous.

Je tiens particulièrement à remercier mes amis qui n'ont cessé de me soutenir durant cette thèse et sans qui je n'écrirais pas ces mots aujourd'hui: Leïla, Nolwenn, Isabelle, Gabriel, Noémie et Mélanie mon amie d'enfance. Je vous remercie infiniment, si je suis allée jusqu'au bout de ce périple c'est bien grâce à vous!

Enfin je remercie Guillaume qui m'a toujours soutenue (et supportée) ainsi que mes parents qui m'ont toujours encouragée à poursuivre des études.

Merci à tous.

SOMMAIRE

CHAPITRE I – INTRODUCTION ET PROBLEMATIQUE

- Préambule –	- 11 -
1. Structure d’une zone de subduction	- 11 -
2. Sismicité dans les zones de subduction	- 12 -
2.1. Distribution des séismes.....	- 12 -
2.1.1. Caractéristiques des séismes.....	- 14 -
2.1.2. Hypothèse sur le front sismique	- 14 -
2.2. La zone superficielle des zones de subduction est-elle asismique ?	- 15 -
2.2.1. Les séismes basses fréquences	- 15 -
2.2.2. Jusqu’où se propage la rupture cosismique ?.....	- 16 -
3. Modèles expérimentaux de séismes.....	- 18 -
4. Loi de frottement	- 20 -
4.1. Notions de frottement	- 20 -
4.2. Modèle <i>rate-and-state</i>	- 21 -
4.2.1. Protocoles expérimentaux	- 21 -
4.2.2. Formulation RSF	- 23 -
4.2.3. Stabilité du régime de glissement	- 24 -
4.2.4. Résultats d’expériences de friction.....	- 25 -
5. Résumé, énoncé de la problématique et stratégie de cette étude ...	- 32 -

CHAPITRE II - ETAT DE L'ART SUR LES PROCESSUS DIAGENETIQUES EN CONTEXTE DE SUBDUCTION

- Préambule –	- 37 -
---------------------	--------

1. Rappel sur la structure des argiles.....	- 37 -
2. Hydratation de la smectite	- 38 -
2.1. Processus d'hydratation	- 39 -
2.2. Effet du cation interfoliaire	- 39 -
2.3. Effet de la température/pression	- 40 -
2.3.1. <i>Effet de la température</i>	<i>- 40 -</i>
2.3.2. <i>Effet de la pression</i>	<i>- 41 -</i>
2.3.3. <i>Effet combiné température et pression</i>	<i>- 41 -</i>
2.4. Effet de la contrainte.....	- 43 -
3. Illitisation.....	- 44 -
3.1. Généralités	- 44 -
3.2. Cinétique de la réaction.....	- 45 -
3.2.1. <i>Effet de la température</i>	<i>- 46 -</i>
3.2.2. <i>Effet de la concentration en potassium</i>	<i>- 46 -</i>
3.2.3. <i>Effet du rapport eau/roche</i>	<i>- 46 -</i>
3.3. Résumé sur les conditions optimales d'illitisation	- 47 -
4. Autres réactions diagénétiques.....	- 47 -
4.1. La cimentation par le quartz.....	- 47 -
4.2. La transition opale → quartz	- 48 -
4.3. Cimentation par les carbonates et les argiles	- 48 -
5. Résumé et implications pour les expériences	- 48 -

CHAPITRE III - METHODES EXPERIMENTALES ET TECHNIQUES ANALYTIQUES

- Préambule –	- 53 -
1. Méthodes expérimentales.....	- 53 -

1.1 Autoclaves verticaux à chauffage externe.....	- 53 -
1.1.1. Généralités	- 53 -
1.1.2. Montage colonne-échantillon.....	- 55 -
1.2. Presse Paterson.....	- 55 -
1.2.1. Généralités	- 55 -
1.2.2. Montage colonne-échantillon.....	- 56 -
1.2.3. Géométries de la colonne	- 57 -
1.2.4. Correction de l'influence de la chemise	- 59 -
1.3. Œdomètre haute pression.....	- 60 -
2. Techniques analytiques	- 61 -
2.1. Diffraction des rayons X (DRX)	- 61 -
2.1.1. Généralités	- 61 -
2.1.2. Configurations d'analyse	- 62 -
2.1.3. Semi-quantification	- 63 -
2.2. Microtomographie X.....	- 64 -
2.3. Mesures des vitesses des ondes P	- 65 -

CHAPITRE IV - MATERIAUX DE DEPART ET PROTOCOLES EXPERIMENTAUX

1. Matériaux de départ.....	- 71 -
1.1. Choix des matériaux de départ	- 71 -
1.2. Caractérisation des échantillons naturels (GJ02)	- 73 -
1.2.1. Minéralogie	- 73 -
1.2.2. Porosité	- 74 -
1.2.3. Etat de consolidation des échantillons de départ.....	- 77 -

2. Préparation des échantillons de départ – Echange du cation interfoliaire.....	- 78 -
---	---------------

CHAPITRE V - RHEOLOGIE DES ROCHES SEDIMENTAIRES DU PRISME D'ACCRETION A TEMPERATURE AMBIANTE

- Préambule –	- 85 -
1. Rhéologie des sédiments riches en smectite.....	- 86 -
ARTICLE 1	- 86 -
ABSTRACT	- 87 -
1. INTRODUCTION.....	- 89 -
2. MATERIALS AND METHODS	- 91 -
2.1. Starting material	- 91 -
2.2 Triaxial apparatus	- 92 -
2.3. Jacket correction.....	- 94 -
2.4 Measurement of P-wave velocity	- 94 -
2.5 Computed tomography scans analysis	- 95 -
3. RESULTS	- 96 -
3.1. Triaxial tests	- 96 -
3.1.1. Porosity evolution	- 96 -
3.1.2. Macroscopic mechanical behavior	- 97 -
3.1.3. Microstructures of deformation	- 98 -
3.1.4. Elastic deformation.....	- 99 -
3.2. Velocity tests	- 99 -
4. DISCUSSION	- 101 -
4.1. Modes of deformation: localized fault vs. wide shear band.....	- 101 -
4.2. Effect of macroscopic deformation on poroelastic properties	- 103 -

4.2.1 Observed variations in physical properties.....	- 103 -
4.2.2 Microscopic process at stake: Cement breakage and increase in crack density.....	- 103 -
4.2.3. Range of efficiency of cement breakage with increasing P_{eff}	- 104 -
4.3 V_p anomalies in accretionary prisms: Evidences for fluid overpressure? ...	- 106 -
TABLE	- 108 -
Table 1. Summary of characteristics of triaxial tests.	- 108 -
Table 2. Conditions and results of P-wave measurements.....	- 109 -
5. CONCLUSION AND PERSPECTIVES	- 110 -
ACKNOWLEDGMENTS.....	- 111 -
REFERENCES.....	- 112 -
Supporting Information	- 116 -
2. Compléments à l'article	- 122 -
2.1. Effet de l'orientation de la carotte.....	- 122 -
2.1.1. Résultats des expériences triaxiales	- 122 -
2.1.2. Mesures de la vitesse des ondes P	- 124 -
2.1.3. Interprétation	- 124 -
2.1.4. Conclusion sur l'effet de l'orientation de la carotte	- 125 -
2.2. Images microtomographiques.....	- 125 -
3. Rhéologie des sédiments riches en illite	- 127 -
3.1. Echantillon de départ.....	- 128 -
3.2. Résultats expérimentaux	- 129 -
3.2.1. Rhéologie.....	- 129 -
3.2.2. Modules élastiques	- 132 -
3.3. Analyse structurale	- 132 -
3.4. Discussion des résultats	- 134 -

3.4.1. Comparaison smectite et illite	- 134 -
3.4.2. Discussion de l'hypothèse de l'illite comme responsable de la limite supérieure de la zone sismogénique.....	- 134 -
4. Conclusion du Chapitre	- 137 -

CHAPITRE VI - EFFET DE LA DIAGENESE SUR LA RHEOLOGIE DES ROCHES SEDIMENTAIRES DU PRISME

- Préambule –	- 143 -
1. Article 2.....	- 144 -
ABSTRACT	- 145 -
INTRODUCTION.....	- 147 -
1. MATERIAL AND METHODS	- 149 -
1.1 Starting materials	- 149 -
1.2 Sample preparation	- 150 -
1.2.1. Cation exchange	- 150 -
1.2.2. Pre-compaction of SWy1 and GJ02P powders.....	- 150 -
1.3 Triaxial compression	- 150 -
1.4. Computed tomography scans analyses.....	- 152 -
2. RESULTS	- 152 -
2.1. Triaxial tests	- 153 -
2.1.1 GJ02.....	- 153 -
2.1.2. SWy1	- 155 -
2.1.3. Stress drops amplitude.....	- 157 -
2.2. Structural analyses.....	- 158 -
2.2.1 GJ02.....	- 158 -
2.2.2. SWy1	- 158 -

2.3. Friction coefficient	- 160 -
3. DISCUSSION	- 161 -
3.1. Conditions for the onset of stick-slip behavior.....	- 161 -
3.2. Smectite dehydration as a weakening process?	- 162 -
3.2.1. On-going reactions and connections to mechanical instabilities.....	- 162 -
3.2.2. Kinetics of reactions and generation of slip instabilities	- 164 -
3.3. Restrengthening processes	- 165 -
3.4. Stress drops amplitude	- 166 -
3.5. Implications for the initiation of slip instabilities in subduction zones..	- 167 -
CONCLUSION	- 169 -
REFERENCES.....	- 170 -
2. Supporting information	- 175 -
3. Compléments à l'article 2	- 188 -
3.1. Evolution des modules poro-élastiques	- 188 -
3.2. Discussion sur les effets de la rigidité et de la résistance des roches sur la genèse d'instabilités de glissement	- 188 -
4. Conclusion du Chapitre VI.....	- 190 -
CONCLUSION ET PERSPECTIVES.....	- 193-
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	- 201-
ANNEXES.....	-217-
ANNEXE A	- 219 -
ANNEXE B	- 221 -
ANNEXE C.....	- 227 -

CHAPITRE I

INTRODUCTION ET PROBLÉMATIQUE

- Préambule –

Ce chapitre présente pour objectif de cerner le contexte et la problématique de cette thèse qui repose principalement sur l'identification des processus qui conduisent à la nucléation d'instabilités de glissement (i.e. analogue, à l'échelle du laboratoire, de la mécanique du séisme [Brace and Byerlee, 1966a; Ruina, 1983]) et des implications sur la rupture sismique et sa propagation dans la partie superficielle des zones de subduction (0-10 km de profondeur). Pour ce faire nous présentons dans un premier temps la structure d'une zone de subduction et les modes de déformation associés. Par la suite, nous décrivons la distribution et la spécificité des manifestations sismiques avec la profondeur. Nous exposons ensuite les mécanismes proposés dans la littérature pour expliquer la formation des séismes. Enfin par le biais de quelques exemples d'expériences de laboratoire nous montrerons que les processus à l'origine des instabilités de glissement restent encore mal compris, ce qui nous amènera à énoncer la problématique et à présenter la stratégie de cette étude.

1. Structure d'une zone de subduction

Les études d'imagerie sismique montrent que les zones de subduction sont scindées en plusieurs unités. Les zones de subduction en accréation, à l'image de Nankai au Japon, présentent un prisme d'accréation séparé de la plaque plongeante océanique par un décollement basal [e.g. Moore *et al.*, 1990]. Le prisme lui-même prend naissance à la fosse et est constitué de failles subsidiaires, en séquence, se branchant au décollement principal et delimitant une suite d'écailles imbriquées (**figure 1.1**). L'exemple du prisme de Nankai montre de plus la présence d'un chevauchement majeur, hors-séquence, se branchant sur le décollement en profondeur [e.g. Park *et al.*, 2002]. Ainsi, les chevauchements des zones de subduction constituent des zones majeures de concentration de la déformation [Moore *et al.*, 1990; Moore *et al.*, 2009]. Cependant, la convergence des plaques n'est pas uniquement accommodée le long de ces structures majeures comme le montrent les modèles qui considèrent la compaction induite par l'enfouissement des sédiments, qui conduit à une déformation très distribuée [Le Pichon *et al.*, 1990; Bekins and Dreiss, 1992]. Des études d'anisotropie de la susceptibilité magnétique réalisées, notamment, sur le paléo-prisme de Boso (Japon) montrent que ce dernier est affecté par une zone de cisaillement de plusieurs dizaines voire centaines de mètres soulignant l'importance de la déformation distribuée dans les prismes d'accréation [Yamamoto, 2006]. De même, des études de « décompaction » de carottes sédimentaires issues de campagnes de forage montrent l'importance de la compaction

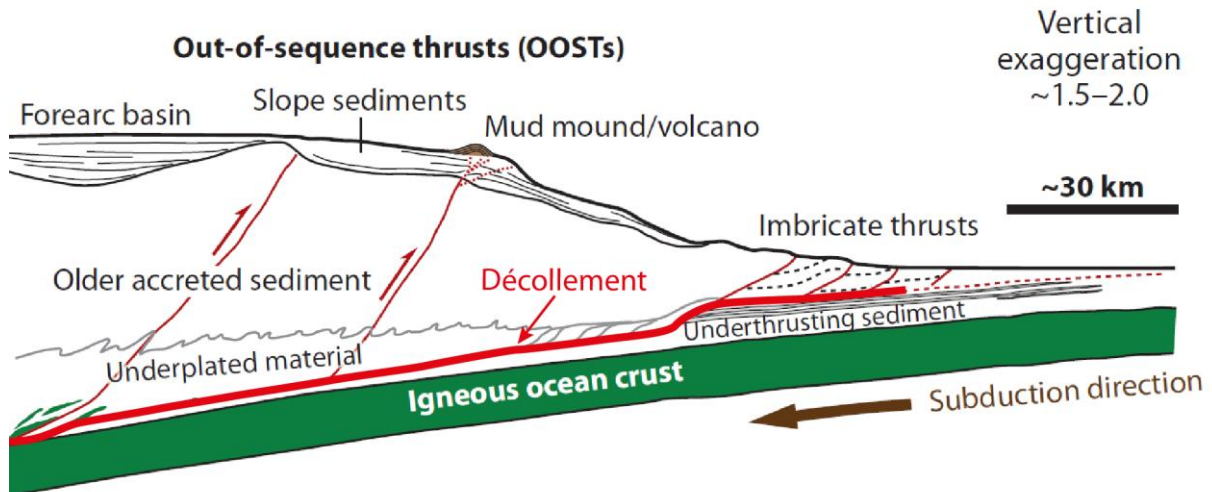


Figure 1.1 : Structure d'une zone de subduction, exemple de Nankai (figure modifiée d'après Saffer et Tobin [2011]).

dans la déformation de ces sédiments [Hunze and Wonik, 2007]. Ainsi, la convergence des plaques dans les zones de subduction est accommodée par différents modes de déformation (localisé et distribué). Ces déformations peuvent être associées à des événements sismiques ou non comme en témoignent la présence de séismes et de glissements lents dans les zones de subduction [e.g. Ito and Obara, 2006; Sugioka et al., 2012; Kitajima and Saffer, 2012; Kodaira et al., 2004]. Dans la section qui suit nous décrirons la distribution des séismes dans les zones de subduction et les hypothèses sur leur formation.

2. Sismicité dans les zones de subduction

2.1. Distribution des séismes

Dans les zones de subduction, les séismes se localisent principalement le long de l'interface des plaques et sont régis par le cycle sismique. Ce dernier est ponctué par des phases d'accumulation d'énergie élastique (période intersismique) et des phases où l'énergie accumulée est brusquement relâchée (phase cosismique) ; juste après le séisme s'en suit une phase post-sismique qui peut être associée à la formation de répliques [Scholz, 2002]. Le caractère sismique d'un matériau est défini comme sa capacité à libérer de l'énergie élastique/sismique (i.e. enregistrable par les sismomètres) lors de sa rupture et de sa propagation et lors du glissement le long d'une faille préexistante [Byrne et al., 1988].

À la fin des années 1980, Byrne et al. [1988] publient un article dans lequel ils regroupent les enregistrements des foyers des séismes lors de phases intersismiques de trois zones de subduction (arc des Aléoutiennes, Fosse du Japon, arc des Petites Antilles). Ces

enregistrements sont réalisés pour de très courtes périodes de temps à l'échelle des temps géologiques : 10 ans pour l'arc des Aléoutiennes, 4 ans pour l'arc des Petites Antilles et 2 ans pour la Fosse du Japon. Néanmoins, le regroupement des données pour chaque marge montre une lacune de sismicité le long de l'interface des plaques en partant de l'axe de la fosse jusqu'à environ 10 km de profondeur. Ceci a donc conduit les auteurs à proposer que la partie la plus superficielle des zones de subduction présentait un caractère asismique.

Ces observations, aussi peu nombreuses soit-elles, ont conduit d'autres auteurs à généraliser et subdiviser les zones de subduction en trois parties en fonction de leur caractère sismique ou asismique [Shimamoto et al., 1993; Tichelaar and Ruff, 1993; Hyndman and Wang, 1993] :

- (1) La zone superficielle (< 10 km), asismique
- (2) La zone sismogénique (entre 10 et 50 km), sismique comme son nom l'indique
- (3) La zone profonde (> 50 km), asismique (**voir figure 1.2**).

Dans cette classification, la zone sismogénique est définie comme l'unique zone où les séismes peuvent nucléer mais aussi comme la zone où la propagation de la rupture cosismique s'accompagne d'une libération d'énergie sismique/élastique, c'est à dire enregistrable par les sismomètres. La zone sismogénique est séparée de la partie superficielle, définie comme asismique, par le « front sismique » (**figure 1.2**). Cette limite virtuelle est définie comme la profondeur au-dessus de laquelle les roches ne sont pas assez rigides pour accumuler de

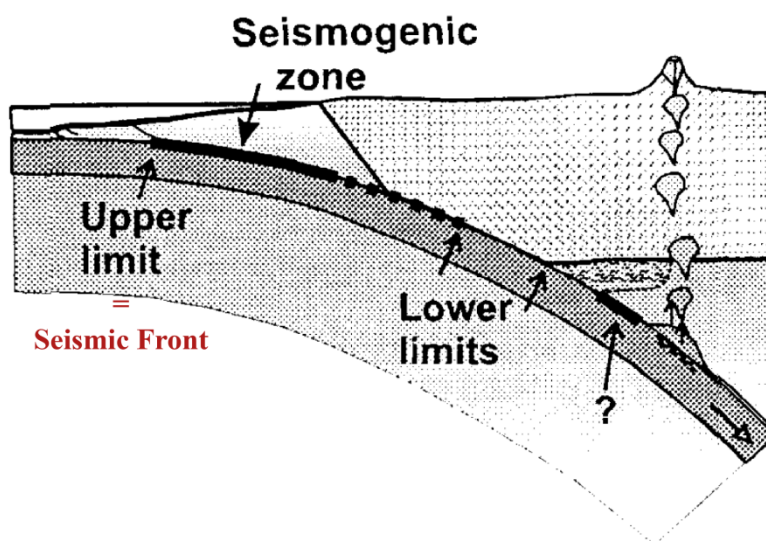


Figure 1.2 : Etendue de la zone sismogénique dans les zones de subduction. Les deux plaques glissent de manière asismique dans la portion la plus superficielle et la plus profonde (figure modifiée d'après Hyndman et al [1997]).

l'énergie élastique. Ainsi, même si la rupture cosismique peut se propager passivement dans la partie superficielle des zones de subduction, comme le souligne *Byrne et al.* [1988], la propagation de cette rupture est vite amoindrie et ne s'accompagne pas de libération d'énergie sismique.

2.1.1. Caractéristiques des séismes

Les séismes qui nucléent au sein de la zone sismogénique sont caractérisés par une libération brutale d'énergie élastique (en 1 ou 2 seconde(s)) [*Sugioka et al.*, 2012], et par des vitesses de glissement très importante (de l'ordre du m/s). Les séismes de subduction ont la particularité de présenter de très fortes magnitudes (méga-séismes), à l'image des séismes de Valdivia au Chili en 1960 (magnitude 9.5) (USGS), de Sumatra en 2004 (magnitude 9.1-9.3) [*Lay et al.*, 2005], ou encore de Tohoku-Oki au Japon en 2011 (magnitude 9.0) [*Ide and Aochi*, 2013]. Les dégâts humains et matériels engendrés lors de tels événements sont dramatiques et c'est pourquoi il est important d'en comprendre les mécanismes.

2.1.2. Hypothèse sur le front sismique

Une des hypothèses pour expliquer la transition asismique-sismique qui opèrerait à 10 km de profondeur, selon la classification présentée en section 2.1, est basée sur l'évolution de l'état de consolidation des sédiments au cours de l'enfouissement [*Byrne et al.*, 1988]. En particulier, les sédiments non ou semi consolidés qui constituent la partie superficielle des zones de subduction seraient incapables de se déformer de manière élastique et donc incapables d'accumuler de l'énergie sismique. En revanche, la compaction mécanique et les processus diagénétiques qui induisent une lithification des sédiments favoriseraient l'emmagasinement d'énergie élastique au cours de la déformation et expliqueraient la transition de comportement rhéologique du front sismique [*Byrne et al.*, 1988].

Par la suite, d'autres auteurs font le parallèle entre la minéralogie des matériaux constitutifs des prismes d'accrétion et leur comportement rhéologique [*Hyndman et al.*, 1997; *Oleskevich et al.*, 1999; *Moore and Saffer*, 2001]. En effet, les sédiments entrant en subduction présentent bien souvent une forte composante argileuse et plus précisément smectitique [*Vrolijk*, 1990]. Or, lors de la diagenèse, l'une des premières réactions diagénétiques qui opèrent dans des sédiments riches en smectite est la transition smectite → illite. Cette transition s'initie dès que la température excède les 60°C et est quasiment complète pour des températures de l'ordre de 150°C [*Hower et al.*, 1976; *Jennings and*

Thompson, 1986; Chamley, 1989] (**figure 1.3**). Or, dans les zones de subduction, caractérisées par un faible gradient géothermique, 150°C doit être proche de la température qui règne à 10 km de profondeur (i.e. borne supérieure de la zone sismogénique). Ainsi, comme il existe une coïncidence entre la borne supérieure de la zone sismogénique et la transition de phase smectite – illite, cette dernière reste une des hypothèses principales pour expliquer la rupture sismique et sa propagation à partir de 10 km de profondeur.

2.2. La zone superficielle des zones de subduction est-elle asismique ?

2.2.1. Les séismes basses fréquences

Au début des années 2000, la détection de séismes très basses fréquences (VLFE pour *very low frequency earthquake*) dans les prismes d'accrétion [Ito and Obara, 2006; Obara and Ito, 2005], à des profondeurs comprises entre 2 et 10 km de profondeur [Sugioka et al., 2012], remet en cause la théorie selon laquelle des sédiments non consolidés ne peuvent accumuler de l'énergie élastique et la libérer sous forme de séismes. Ces séismes ont notamment été détectés au niveau de la zone de subduction du Costa Rica [Walter et al., 2013] ou encore au niveau de la fosse de Nankai [Obara and Ito, 2005]. À Nankai ils ont été détectés près de l'axe de la fosse au sein même du prisme d'accrétion [Ito and Obara, 2006; Hirose et al., 2010]. Par ailleurs, d'autres études dévoilent la présence de VLFEs le long de l'interface entre le prisme d'accrétion et la croûte océanique subductante [Sugioka et al., 2012] (**figure 1.4**). Ces séismes diffèrent des séismes ordinaires notamment par leur faible vitesse de glissement (de l'ordre de 0.001 $\mu\text{m/s}$ à 2 mm/s) et par leur durée assez longue (de l'ordre de 30 à 100 secondes) [Ito and Obara, 2006; Sugioka et al., 2012], mais ils génèrent de l'énergie sismique qui est enregistrée par les sismomètres. Ainsi ces manifestations font

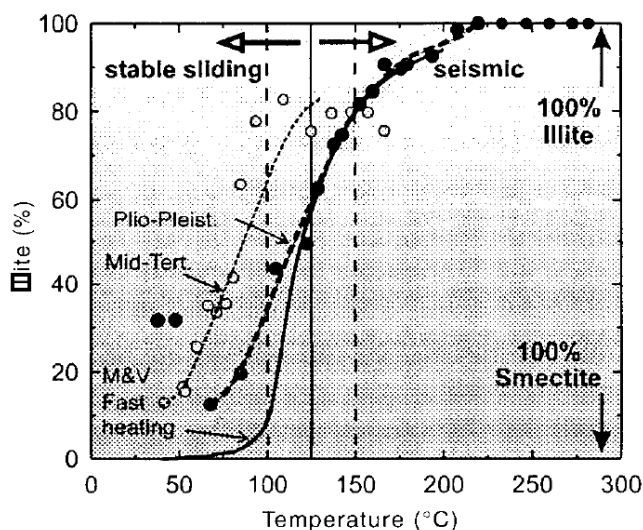


Figure 1.3 : Transformation smectite – illite en fonction de la température (figure issue de Hyndman et al. [1997]).

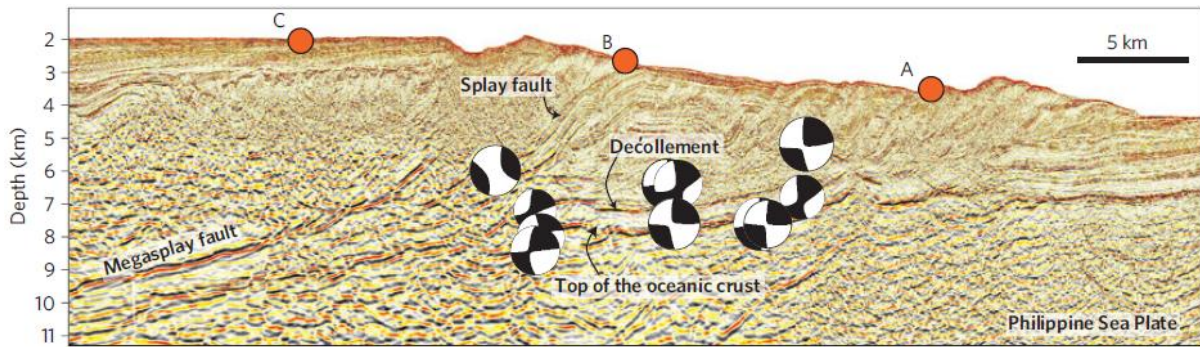


Figure 1.4 : Localisation et mécanismes des VLFs au niveau de la zone de subduction de Nankai. Les cercles orange représentent les stations de mesure. On remarque que certains VLFs nucléent au sein du prisme d'accrétion même si la majorité d'entre eux se situent à l'interface des plaques (figure issue de Sugioka et al. [2012]).

parties du spectre des séismes et certaines études leurs attribuent même un potentiel tsunamigénique [Sugioka et al., 2012].

Ces observations remettent donc en cause l'étendue de la zone sismogénique telle que décrite par Hyndman et al. (1997) et amènent à se demander :

- **Quel est le réel potentiel sismogénique de la partie superficielle des zones de subduction ?**
- **Quels sont les mécanismes et processus générateurs de sismicité et quand sont-ils actifs ?**

2.2.2. Jusqu'où se propage la rupture cosismique ?

En parallèle de la distribution de la sismicité abordée plus haut, on peut aborder la question du comportement sismique de la partie superficielle du prisme d'accrétion sous un autre angle, celui du glissement cosismique lors des « méga-séismes » de subduction. Cette question de la propagation de la rupture cosismique dans les parties les plus superficielles est centrale pour la gestion du risque de tsunami, à l'image du séisme de Tohoku-Oki au Japon en mars 2011 [Ide and Aochi, 2013].

Les estimations du glissement cosismique sont généralement obtenues par le biais de méthodes d'inversion des données GPS à terre ou des données télésismiques. Si l'on compare les estimations des déplacements cosismiques obtenues par ces différentes méthodes pour le séisme de Maule ($M_w = 8.8$ [Lin et al., 2013]) qui s'est produit au large du Chili en 2010, on s'aperçoit que les résultats sont assez contradictoires. En effet, alors que le modèle de Lay et al. [2010] (issu de données télésismiques) indique que le glissement cosismique a pu s'étendre jusqu'à la fosse, les modèles issus de données géodésiques montrent que le glissement ne s'est pas propagé à des profondeurs inférieures à 5 – 10 km [Tong et al., 2010;

Vigny et al., 2011; Moreno et al., 2012], voire même 10 à 20 km [Delouis et al., 2010; Lorito et al., 2011].

Par ailleurs, les estimations du glissement cosismique lors du séisme de Tohoku-Oki, présentent encore une fois des résultats très différents en fonction de la méthode utilisée. En effet, alors que les estimations à partir des stations GPS à terre indiquent un déplacement cosismique minimal au niveau de la fosse ([Ozawa et al., 2011], **figure 1.5a**), les estimations réalisées à partir des données télésismiques indiquent l'inverse, à savoir un glissement maximal à la fosse ([Lay, 2011], **figure 1.5b**). En parallèle, les déplacements mesurés par GPS de stations OBS (*Ocean Bottom Seismometer*) proches de la fosse [Ito et al., 2011] (**figure 1.5c**) semblent en meilleur accord avec ce dernier modèle de glissement cosismique

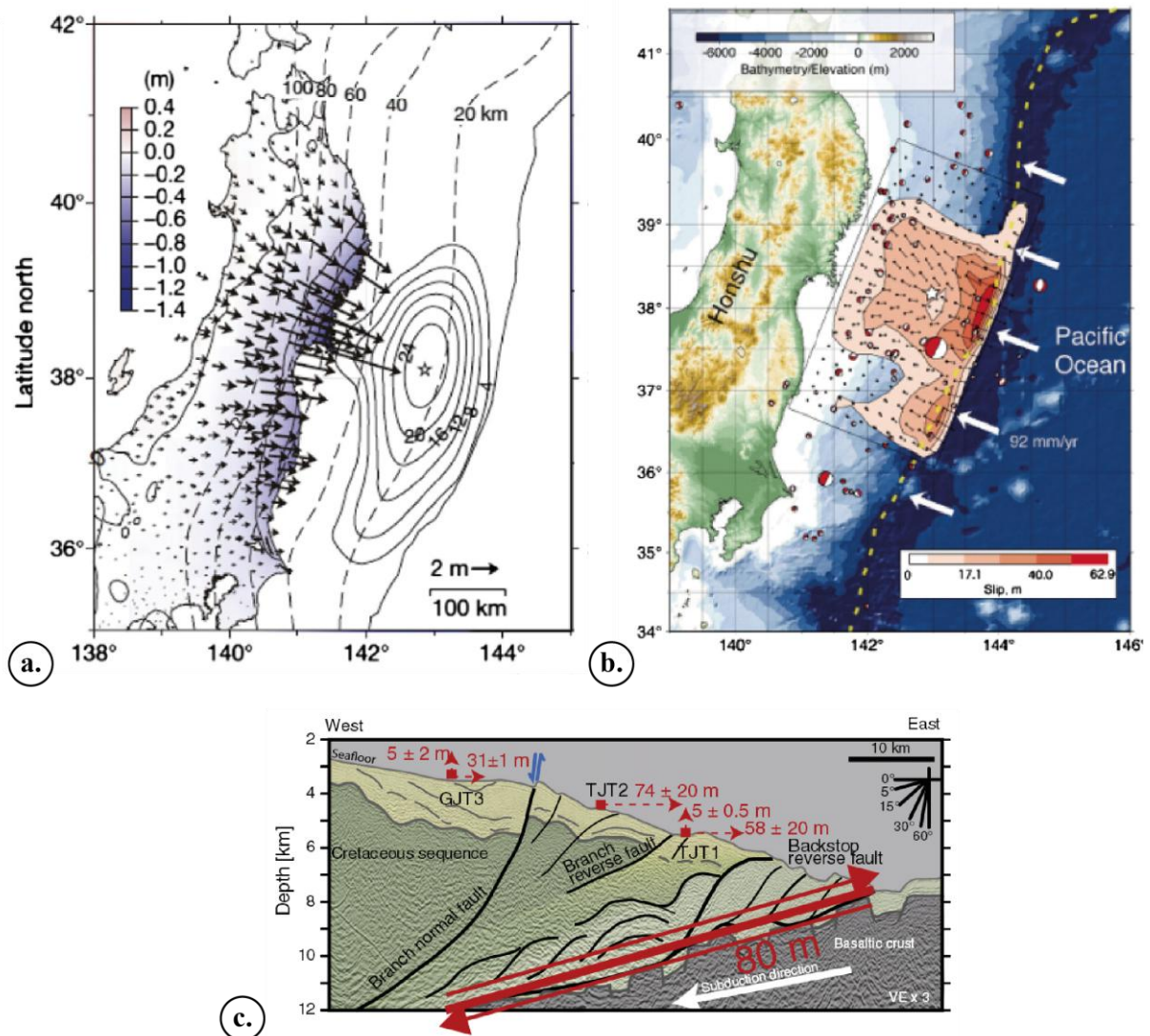


Figure 1.5 : Différents modèles de déplacement cosismique lors du séisme de Tohoku-Oki. a. Modèle issu d'inversion de données GPS (d'après Ozawa et al. [2011]). b. Modèle issu d'inversion de données télésismiques (d'après Lay et al. [2011]). c. Déplacement cosismique déduit des déplacements cosismiques enregistrés par des capteurs de déplacement ancrés sur le plancher océanique (d'après Ito et al. [2011]).

indiquant un glissement maximal très proche de la fosse, avec des déplacements de plus de 50 mètres à seulement 25 km de la fosse.

Ces observations mettent l'accent sur le fait que les glissements cosismiques de la partie superficielle des zones de subduction sont difficiles à déterminer simplement à partir des données GPS récoltées à terre, même dans des zones densément instrumentées comme le Japon. De ce fait, la manière dont se déforme cette partie superficielle lors de grands séismes reste encore très mal contrainte et il est possible qu'à l'image de Tohoku-Oki, la propagation de la rupture cosismique jusqu'à des très faibles profondeurs lors des méga-séismes soit un phénomène général. Par ailleurs, ces observations directes, par stations OBS, de larges déplacements superficiels lors du séisme de Tohoku-Oki vont à rebours du modèle de zone sismogénique et suggèrent un fort potentiel à la rupture cosismique de la partie superficielle des zones de subduction pourtant constituée de sédiments smectitiques meubles non ou mal consolidés.

Toutes ces observations nous amènent à nous demander :

- Quels sont les modes de déformation des sédiments peu profonds et peu consolidés constituant les prismes d'accrétion ?

- Qu'est ce qui contrôle la propagation de la rupture cosismique ?

Pour tenter de comprendre les observations naturelles, de nombreuses expériences en laboratoire ont été menées. Principalement, deux objectifs motivent la réalisation de ces expériences :

- (1) Comprendre et modéliser le mécanisme à l'origine de la nucléation des séismes
- (2) Tenter d'identifier les processus qui permettent la nucléation des séismes en testant notamment l'hypothèse de la transition smectite → illite.

Dans la section qui suit nous ferons donc un saut d'échelle en passant des observations naturelles aux simulations en laboratoires.

3. Modèles expérimentaux de séismes

En 1966, Brace et Byerlee réalisent des expériences de compression en laboratoire sur des granites de Westerly. Dans ces expériences ils placent un granite (intact ou pré fracturé) sous

une pression de confinement fixe et ils déforment l'échantillon en compression. Dans les deux cas ils obtiennent des résultats similaires : la contrainte augmente jusqu'à atteindre une valeur seuil puis chute brutalement. La chute de contrainte se traduit par la fracturation de la roche, dans le cas de la roche intacte, et le glissement le long du plan de fracture dans le cas de la roche pré-fracturée. Après cette première chute de contrainte, cette dernière évolue de manière cyclique avec des phases d'augmentation (phases bloquées) et des phases de chute (glissement) qui se manifestent par un glissement saccadé et donc instable le long du plan de fracture (**figure 1.6**). Les auteurs qualifient ce comportement de « *stick-slip* » en référence à un phénomène bien connu dans le domaine de l'ingénierie [Rabinowicz, 1965]. Une des particularités de ce phénomène réside dans le fait qu'un glissement rapide accompagné d'une relaxation quasi-instantanée des contraintes accumulées ne se fait que lorsque les contraintes ont atteint un seuil critique. Avant de l'atteindre, le système se trouve en équilibre, ne montrant aucun signe de sa proximité à l'état critique [Popov *et al.*, 2012]. Brace et Byerlee [1966] proposent alors, que les observations de ce phénomène de *stick-slip* en laboratoire soient analogue au mécanisme de formation des séismes. Ils proposent également que ce mécanisme soit contrôlé par des variations de la résistance frictionnelle le long de la surface du glissement.

Ainsi depuis la publication de ces travaux, les séismes sont interprétés comme étant le

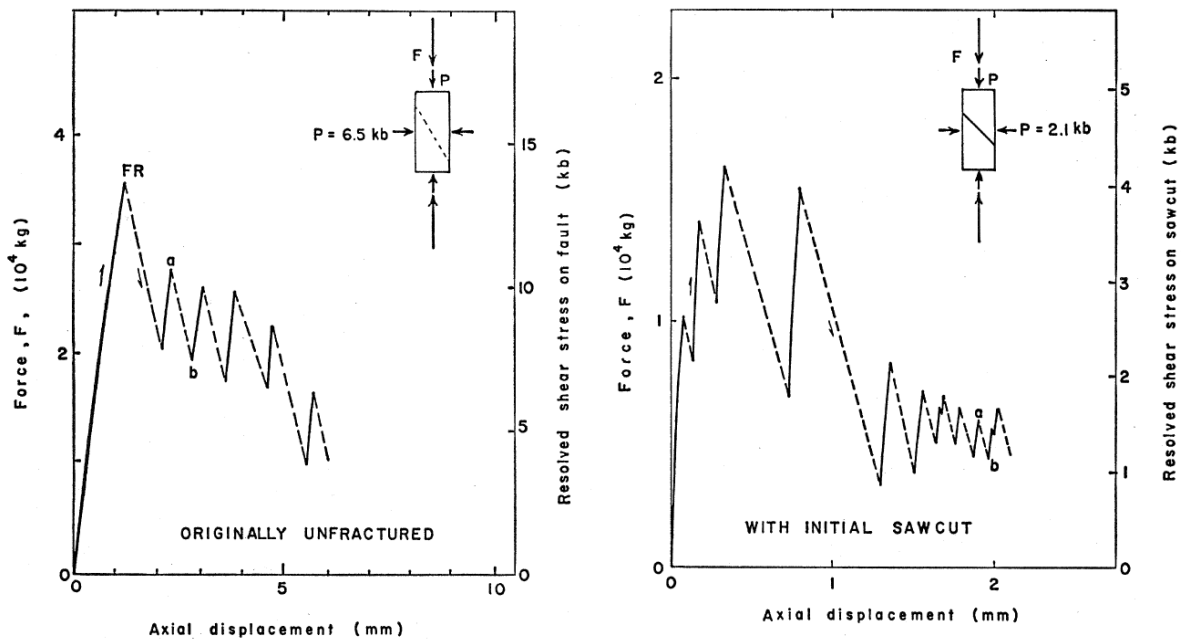


Figure 1.6 : Courbes force-déplacement axial lors d'expériences triaxiales en compression sur des granites. Les petits diagrammes en haut à droite montrent schématiquement l'application des contraintes à l'échantillon avec F la force axiale et P la pression de confinement. FR sur le diagramme de gauche indique le moment où la roche intacte subit la fracturation. L'expérience dont est issu le diagramme de droite est réalisée avec un échantillon pré-fracturé (figure issue de Brace et Byerlee [1966]).

fruit d'instabilité de glissement sous l'effet d'un adoucissement brutal aboutissant à la chute des contraintes (*stick-slip*). De ce fait, les travaux préliminaires de *Brace et Byerlee* [1966] ont été poursuivis par de nombreuses études sur le comportement frictionnel des roches afin, notamment de tenter d'identifier les processus d'adoucissement brutaux ; c'est ce qui fera l'objet de la section suivante.

4. Loi de frottement

Dans la nature, toute augmentation de contrainte est préférentiellement accommodée par le glissement le long de failles préexistantes (si l'orientation des failles par rapport aux contraintes le permet) plutôt que par la création de nouvelles failles [*Lengliné*, 2009]. Ainsi la déformation serait plutôt un phénomène régi par le frottement entre les matériaux plutôt que par leur fracturation [*Scholz*, 1998]. En outre, les expériences de *Brace et Byerlee* [1966] présentées dans la section précédente suggèrent également que les séismes peuvent être décrits non pas par des mécanismes de rupture mais par des lois de friction, dans le cadre desquelles un adoucissement brutal provoque des instabilités de glissement de type *stick-slip*. Pour creuser cette piste, de nombreuses expériences de friction en laboratoire ont été menées pour identifier les conditions et les matériaux susceptibles de présenter un adoucissement [e.g. *Rudnicki and Chen*, 1988; *Kitajima et al.*, 2011]. Ces expériences ont abouties à la formulation d'une loi qui décrit l'évolution du coefficient de frottement de l'interface entre deux matériaux en fonction de la vitesse et de la quantité de glissement mais aussi de l'état de surface de l'interface (*rate and state friction law* [*Dieterich*, 1978; *Dieterich*, 1979; *Ruina*, 1983]).

Dans cette section nous décrirons les expériences de friction qui représentent une modélisation analogique d'un glissement relatif de deux blocs, nous verrons les lois mathématiques associées qui visent à prédire le comportement (instable/stable) de ces glissements en fonction de différents paramètres (vitesse/quantité de glissement, état de l'interface). Nous verrons également les résultats d'expérience de friction sur smectites et sur illites sous différentes conditions de température et d'humidité afin de voir si ces matériaux présentent ou non un comportement de type adoucissant compatible avec la formation d'instabilités de glissement.

4.1. Notions de frottement

Le frottement entre deux solides en contact est régi par un coefficient de frottement (μ). Ce dernier est décrit comme le rapport entre la force tangentielle T et la force normale N qui s'exercent sur l'interface sujette au frottement :

$$\mu = \frac{T}{N} \quad (1.1)$$

Le coefficient de frottement est supposé dépendre de la nature des deux surfaces en contact, mais aussi de l'aire de contact entre ces deux surfaces et de la contrainte normale appliquée. Cependant, la loi empirique d'Amonton (énoncée pour la première fois en 1699), montre que dans de nombreux cas, μ est indépendant de la force normale et de l'aire de contact des surfaces. Si l'on divise les forces tangentielle et normale de l'équation (1.1) par l'aire nominale de contact on obtient alors :

$$\mu = \frac{\tau}{\sigma} \quad (1.2)$$

Avec τ , la contrainte cisailante et σ , la contrainte normale s'exerçant sur le système. À l'état de repos, le coefficient de frottement est dit « statique » et est noté μ_s . En revanche, lorsque la contrainte cisailante atteint le seuil qui permet d'initier un mouvement alors le coefficient de frottement est dit dynamique et est noté μ_d . D'après la loi de Coulomb (1785), le coefficient de frottement dynamique nécessaire au maintien du mouvement est inférieur au coefficient de frottement statique (i.e. $\mu_d < \mu_s$).

L'objectif des lois de frottement *rate-and-state* dérivées des expériences de laboratoire est de prédire l'évolution du coefficient de frottement en fonction de différents paramètres tels que la vitesse de glissement, la quantité de glissement, ou encore l'état de l'interface [Chambon, 2003], et ce afin d'identifier les conditions favorables à un adoucissement et donc à la genèse d'instabilités de glissement. Ainsi, dans le paragraphe qui suit, nous décrirons rapidement la loi *rate and state* (RSF) afin de comprendre les conditions nécessaires pour la formation d'instabilités

4.2. Modèle *rate-and-state*

4.2.1. Protocoles expérimentaux

La formulation des lois RSF est basée sur des expériences de frictions conduites en laboratoire. Ces expériences sont le plus souvent réalisées sur des poudres [e.g. Logan and

Rauenzahn, 1987; Marone et al., 1990; Saffer et al., 2001; Mair, 2002; Saffer and Marone, 2003; Kitajima et al., 2011], mais des échantillons de roches préfracturés sont parfois choisis comme échantillons de départ [Byerlee, 1967]. Le principe est souvent le même ; l'échantillon est cisailé grâce à un dispositif expérimental particulier, et le coefficient de friction est enregistré tout au long de l'expérience. Deux protocoles expérimentaux différents sont utilisés pour décrire l'évolution du coefficient de friction :

- (1) Expériences de saut de vitesse [e.g. Biegel et al., 1986; Marone et al., 1990; Beeler et al., 1996] : Dans ce type d'essai, l'échantillon est soumis à des variations instantanées de la vitesse de glissement, et on regarde la réponse du coefficient de frottement à un tel changement (paramètre « $a - b$ » en **figure 1.7a**). Lors d'une augmentation brusque de la vitesse de glissement l'évolution du coefficient de frottement se fait en deux phases :
 - Une augmentation brutale de μ
 - Suivie d'une phase de relaxation où μ chute pour atteindre une valeur stationnaire μ_{ss} .

D'autre part, on remarque que le coefficient de frottement stationnaire est fonction de la vitesse de glissement (v). Ainsi si μ_{ss} diminue avec l'augmentation de v on parle de comportement adoucissant en vitesse (*velocity weakening*) tandis que si μ_{ss} croît avec l'augmentation de v on parle de comportement durcissant en vitesse (*velocity strengthening*) (**figure 1.7b**).

- (2) Expériences « *slip-hold-slip* » [Dieterich, 1972; Beeler et al., 1994; Marone, 1998b] : Dans ces expériences on cherche à évaluer la réponse du coefficient de frottement à un arrêt brusque du glissement ($v = 0$). On remarque qu'après une période

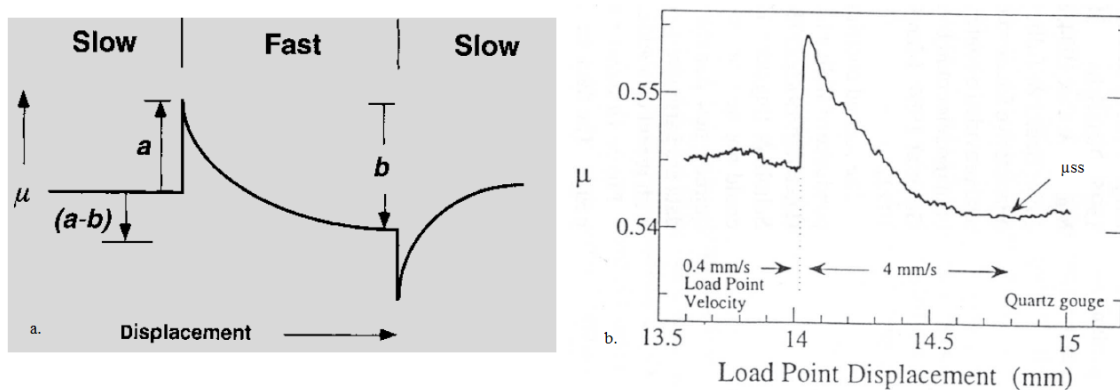


Figure 1.7 : **a.** Principe de base des expériences de friction par saut de vitesse. Le paramètre $a-b$ définit si un échantillon est « *velocity weakening* » ou « *strengthening* » (figure extraite de Scholz [1998]). **b.** Exemple de résultats d'une expérience de friction par saut de vitesse sur une gouge de quartz (figure issue de Marone [1998a]).

d'arrêt, la reprise du glissement ($v > 0$) est associée à une augmentation brutale du coefficient de frottement (**figure 1.8a**). Ce pic de résistance est cohérent avec la notion de coefficient de friction statique tel que décrit par la loi de Coulomb. De plus, ce pic de résistance est d'autant plus grand que la période d'arrêt du glissement est longue en suivant une évolution logarithmique (**figure 1.8b**).

4.2.2. Formulation RSF

Afin de modéliser les observations expérimentales, *Dieterich* [1979] et *Ruina* [1983] ont formulé une loi de frottement qui décrit l'évolution du coefficient de frottement (μ) en fonction de la vitesse de glissement (v) et des variables d'état (θ). Une formulation équivalente de la loi de frottement de Dieterich-Ruina est la suivante :

$$\mu = \mu_0 + A \ln \frac{v}{v_0} + \sum_{i=1}^n B_i \ln \frac{\theta_i}{\theta_{i_0}} \quad (1.3)$$

Avec μ_0 le coefficient de frottement pour une valeur de la vitesse de glissement v_0 , n le nombre de variables d'état prises en considération, et θ_i les différentes variables d'état. Les coefficients A et B sont généralement considérés comme constants et présentent des valeurs de l'ordre de 10^{-2} . En général, une seule variable d'état θ est considérée et elle suit la loi d'évolution suivante :

$$\frac{d\theta}{dt} = 1 - \frac{\theta_v}{d_c} \quad (1.4)$$

Avec d_c représentant une distance de glissement critique pour les variations de la variable

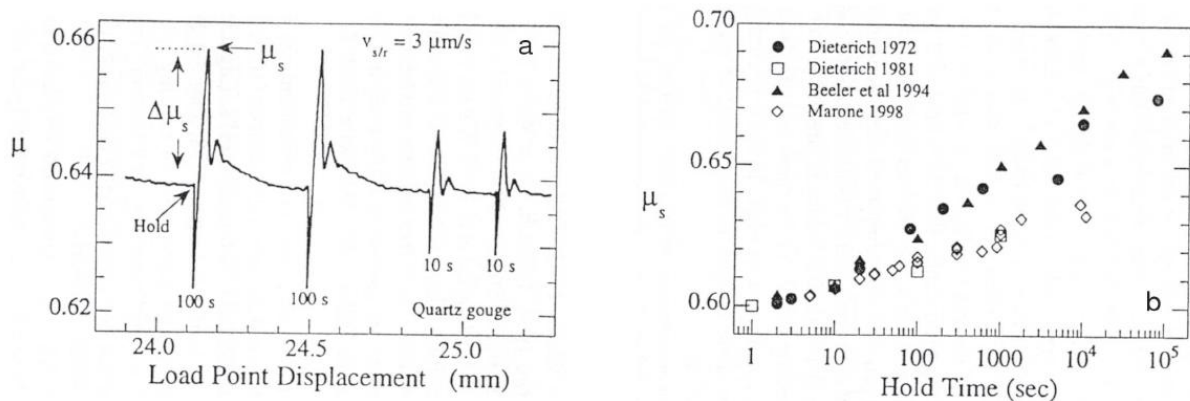


Figure 1.8 : **a.** Exemple de résultats d'une expérience de friction de type « slip-hold-slip » sur une gouge de quartz. $\Delta\mu_s$ représente la différence entre le pic de frottement μ_s après une phase d'arrêt et la valeur de μ avant l'arrêt du glissement (figure issue de Marone [1998a]). **b.** Evolution du coefficient de frottement statique μ_s en fonction de la durée de la phase d'arrêt du glissement. Les symboles fermés représentent des données issues d'expériences réalisées avec des échantillons de roches nues tandis que les symboles ouverts représentent des couches de gouge granulaire.

d'état. « d_c » est souvent interprétée comme la distance de glissement critique nécessaire pour renouveler la surface de contact et est généralement inférieure à 100 μm [Scholz, 1998; Marone, 1998a].

4.2.3. Stabilité du régime de glissement

Les travaux sur les frottements et les lois qui en découlent ont tout d'abord été menés pour tenter de comprendre les conditions de formation des instabilités de glissement (*stick-slip*) telles que décrites par *Brace* et *Byerlee* dans leurs expériences en 1966 mais aussi reproduites par *Dieterich* [1978]. Afin d'étudier les prédictions de la loi de Dieterich-Ruina sur la stabilité d'un système, l'analogie du patin ressort est souvent utilisée. Pour cela on considère le modèle simple d'un patin tracté par un ressort élastique de raideur définie K à une vitesse v (**figure 1.9**). Dans ce modèle le glissement du patin est régi par une loi de type RSF, et la stabilité du glissement dépend de la contrainte normale, de la contrainte tangentielle, de la raideur K du ressort, du paramètre frictionnel « $a - b$ » et de la distance critique d_c . Ainsi, il est démontré [Dieterich, 1979; Ruina, 1983; Rice and Ruina, 1983] que le régime de glissement ne peut être stable (continu) que si la raideur K du ressort est supérieure à une valeur critique K_{cr} définie par :

$$K_{cr} = \frac{N}{d_c} (B - A) \quad (1.5)$$

Avec N , la force normale s'exerçant sur la surface.

Le paramètre $B - A$, qui est défini dans les expériences de sauts de vitesse comme étant la variation du coefficient de frottement lors d'une augmentation de la vitesse de glissement (paramètre « $a - b$ » en **figure 1.7a**), apparaît donc être déterminant pour la stabilité du système. Ainsi, lorsque :

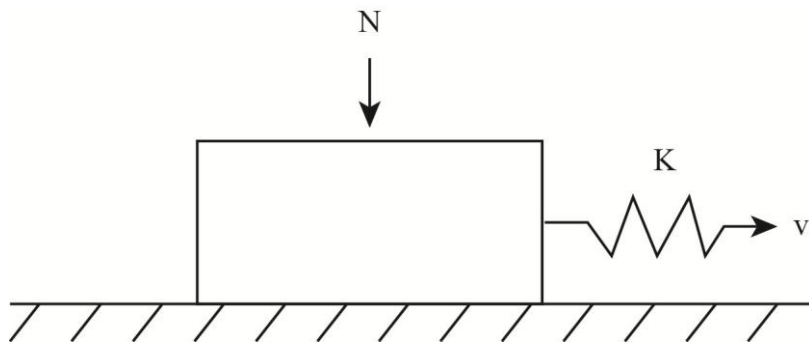


Figure 1.9 : Représentation schématique du modèle patin-ressort.

- $B - A \leq 0$, le comportement du matériau est durcissant et qualifié de « *velocity-strengthening* ». Dans ce cas, le glissement est inconditionnellement **stable** et **continu**. Ainsi un matériau présentant un tel comportement rhéologique ne peut rompre de manière sismique. En revanche, la rupture cosismique peut s'y propager mais la propagation y sera vite stoppée [Scholz, 1998].
- $B - A > 0$, le comportement du matériau est adoucissant et dit « *velocity-weakening* ». Dans ce cas, le caractère **instable** et **saccadé** du glissement est conditionné par la valeur de la contrainte normale et la vitesse du glissement (**figure 1.10**). Les séismes peuvent nucléer dans des roches présentant ce type de rhéologie (adoucissante).

Il est donc à noter qu'une valeur positive de $B - A$ (ou négative de $A - B$) est un prérequis pour la nucléation d'instabilités de glissement et la libération d'énergie sismique [Rice and Ruina, 1983]. On peut alors se demander :

- Les matériaux constitutifs de la partie superficielle des prismes d'accrétion sont-ils adoucissants ? Si oui, dans quelles conditions ?

Pour tenter de répondre à ces questions, les expériences de friction par sauts de vitesse semblent être indiquées puisqu'en nous donnant la valeur du paramètre « $a - b$ » elle nous renseigne sur le potentiel d'un matériau à pouvoir générer des instabilités de glissement.

4.2.4. Résultats d'expériences de friction

Afin d'évaluer le potentiel des matériaux à présenter un comportement de type instable dans les conditions naturelles, des expériences de friction ont été menées sur des matériaux représentatifs des zones de failles présentes dans les zones de subduction. Nous verrons en particulier le comportement frictionnel de la smectite et de l'illite afin d'évaluer la fiabilité de

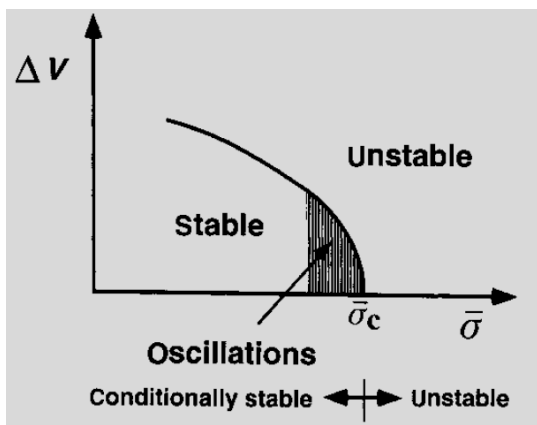


Figure 1.10 : Conditions nécessaires à l'activation d'instabilités de glissement lorsque « $a-b$ » < 0. Figure extraite de l'article de revue de Scholz [1998].

l'hypothèse émise par *Hyndman et al* (1997) discutée en 2.1.2 et qui propose que l'illite contrôlerait le caractère sismique de la partie superficielle des zones de subduction.

4.2.4.1. Comportement frictionnel de la smectite

Les minéraux argileux, et les smectites en particulier, sont des produits de l'érosion mécanique et chimique qui opère sur les continents [*Saffer et al.*, 2001]. Ainsi les smectites sont abondantes dans les zones de subduction ; par exemple, la teneur en smectite dans les fosse de Nankai et du Japon sont respectivement de 31 et 78 % [*Ujiie et al.*, 2013]. De même, les smectites sont très souvent présentes dans les gouges de faille [*Vrolijk*, 1990; *Vrolijk and van der Pluijm*, 1999]. En outre, les smectites peuvent subsister dans ces gouges jusqu'à plusieurs kilomètres de profondeur (~ 10 km) avant d'être totalement transformées en illite [*Colten-Bradley*, 1987]. Nous avons vu que dans les zones de subduction, cette gamme de profondeur (0 - 10 km) est critique en terme de sismicité avec la présence de séismes très basse fréquence, ou encore la possible propagation de la rupture sismique (séisme de Tohoku-Oki). De ce fait, de nombreuses études expérimentales se sont concentrées sur le comportement frictionnel de la smectite [e.g. *Wang et al.*, 1980; *Logan and Rauenzahn*, 1987; *Morrow et al.*, 1992; *Saffer et al.*, 2001]. Il apparaît que la smectite est caractérisée par un coefficient de frottement très faible de l'ordre de 0.08 à 0.14 [*Wang et al.*, 1980; *Logan and Rauenzahn*, 1987] en condition de saturation et de 0.22 en condition sèche [*Shimamoto and Logan*, 1981]. Par mesure de comparaison, le coefficient de frottement du quartz est compris entre 0.49 et 0.62 (en condition de saturation) [*Logan and Rauenzahn*, 1987]. Les expériences de friction par sauts de vitesse, réalisées à température ambiante, montrent par ailleurs, que le comportement frictionnel de la smectite dépend à la fois de la contrainte normale appliquée et de la vitesse de glissement imposée (**Figure 1.11a**). En effet, pour une contrainte normale supérieure à 30 MPa, la smectite présente un comportement stable de type *velocity*-

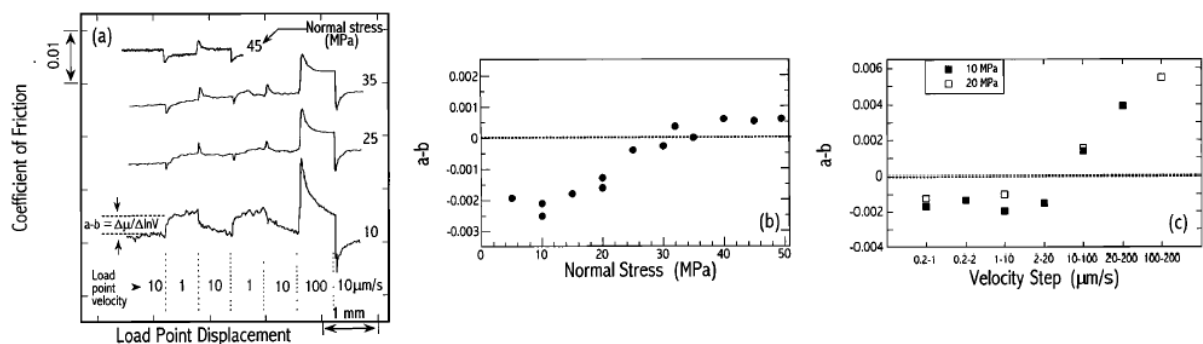


Figure 1.11 : a. expérience de friction par saut de vitesse sur smectites à différentes valeurs de contrainte normale. b. Effet de la contrainte normale sur la valeur de $a-b$ (et donc sur la stabilité du système). c. Effet de l'amplitude des sauts de vitesse sur le coefficient $a-b$ pour une contrainte normale de 10 et 20 MPa. (Figures issues de *Saffer et al.* [2001]).

strengthening, tandis qu'en dessous de 30 MPa, c'est un comportement de type *velocity-weakening* qui opère (**figure 1.11b**). D'autre part une forte amplitude dans l'augmentation de la vitesse de glissement favorise un glissement stable (i.e. des valeurs positives de « $a - b$ ») (par exemple lorsqu'on passe de 10 à 100 $\mu\text{m/s}$) (**1.11c**). Ainsi les instabilités de glissement ne peuvent être générées que pour une contrainte inférieure à 30 MPa et pour des vitesses de glissement inférieures à 20 $\mu\text{m/s}$, au-delà la smectite présente un comportement de type *velocity-strengthening* [Saffer et al., 2001]. Ces résultats sont supportés par les expériences de saut de vitesse réalisées par Saffer et Marone [2003] qui montrent également un comportement stable de type *velocity strengthening* sur une gamme de contraintes normales allant de 5 à 150 MPa pour des vitesses de glissement supérieures ou égales à 20 $\mu\text{m/s}$.

Par ailleurs, au-delà de la dépendance en vitesse de la friction, une récente étude menée par [Ikari et al., 2013] a tenté de montrer qu'une grande quantité de glissement (de l'ordre du mm) pouvait également constituer un mécanisme adoucissant dans le cas de la smectite. Leurs expériences sont également des expériences de friction par sauts de vitesse qu'ils ont réalisées sur des sédiments riches en smectites provenant de la zone de subduction de Nankai pour une contrainte normale de 25 MPa et une gamme de vitesse de glissement comprise entre 0.3 et 1 $\mu\text{m/s}$. Ils montrent que plus la quantité de glissement est importante et plus l'adoucissement est fort (ce qui se traduit par une valeur de plus en plus faible du taux d'adoucissement défini en **figure 1.12**).

Les résultats de ces différentes expériences montrent que la smectite peut être affectée par

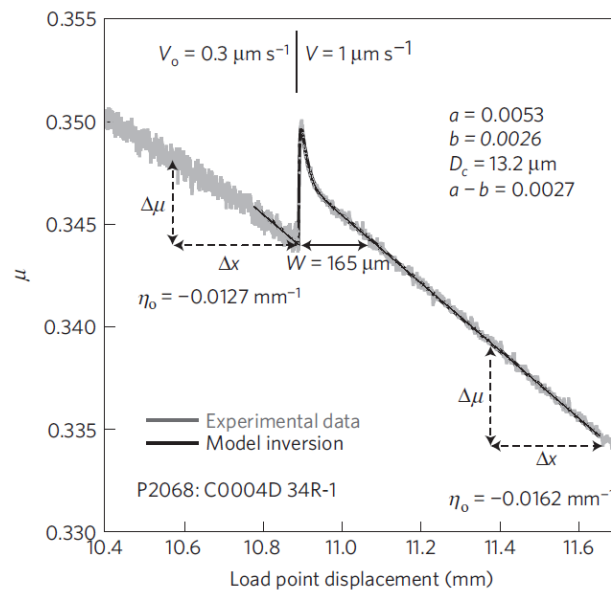


Figure 1.12 : Résultat d'une expérience de friction par saut de vitesse sur échantillon riche en smectite provenant de la zone du décollement de Nankai. Le taux d'adoucissement en glissement (η_0) est déterminé comme étant la variation de la friction ($\Delta\mu$) pour une distance de glissement donnée (Δx) (figure issue de Marone et al. [2013]).

deux processus d'adoucissement (adoucissement en vitesse ou adoucissement en glissement). Ainsi, malgré un coefficient de frottement très faible la smectite peut présenter un comportement de type instable dans certaines conditions relativement restreintes : (1) contrainte normale < 30 MPa (i.e. correspondant à 2400 m de profondeur en condition hydrostatique), (2) vitesse de glissement < 20 $\mu\text{m/s}$ et (3) forte quantité de glissement. Ces observations présentent des implications importantes en ce qui concerne la sismicité des zones de subduction. Par exemple, les zones de concentration de fortes pressions de fluide tels que les décollements présentent une contrainte normale réduite, ainsi la présence de smectite dans ces zones de faibles contraintes pourrait jouer un rôle important dans la nucléation d'instabilités de glissement [Saffer *et al.*, 2001].

4.2.4.2. Comportement frictionnel de l'illite

Si l'hypothèse de l'illite comme facteur contrôlant le caractère sismique des sédiments superficiels du prisme était correcte, alors l'illite devrait présenter un comportement frictionnel de type instable (*velocity-weakening*). Dans cette sous-section nous allons donc voir les résultats d'expériences de friction réalisées sur l'illite à température ambiante.

Tout d'abord, l'illite présente un coefficient de frottement supérieur à celui de la smectite, avec une valeur comprise entre 0.35 et 0.49 [Morrow *et al.*, 1982; Morrow *et al.*, 2000; Mitchell, 1993]. De ce fait la transformation progressive de la smectite en illite au cours de la diagenèse confère une plus grande résistance à la roche. Par ailleurs, peu d'expériences dédiées à étudier la dépendance du coefficient de frottement de l'illite à la vitesse de glissement ont été réalisées. Toutefois, Saffer *et Marone* [2003] ont réalisé des expériences de friction par sauts de vitesse sur des shales riches en illite réduits en poudre (teneur en illite ≈ 60 %) en condition sèche et à température ambiante. Les résultats de ces expériences montrent que l'illite est caractérisée par un comportement de type *velocity-strengthening* sur toute la gamme de contrainte normale (5 – 150 MPa) et de vitesse de glissement (0.1 – 200 $\mu\text{m/s}$) testée (**figure 1.13**).

Ainsi de prime abord, il semblerait que l'hypothèse de l'illite comme matériau générateur d'instabilités soit invalidée. Cependant, les expériences de friction décrites ici et dans le paragraphe 4.2.4.1. sont réalisées à température ambiante, sur des poudres, parfois en condition sèche ce qui est bien loin des conditions in-situ qui règnent dans les prismes d'accrétion et les zones de décollement en contexte de subduction. Ainsi pour mieux comprendre le rôle de la température, de la contrainte normale, de la saturation en fluide ou

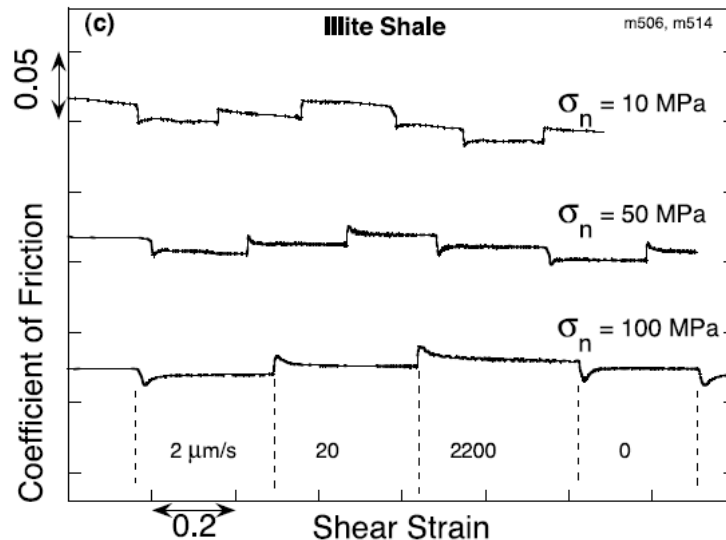


Figure 1.13 : Expérience de friction par saut de vitesse sur une poudre riche en illite pour différentes valeurs de la contrainte normale. On remarque que l'augmentation de la vitesse de glissement est systématiquement accompagnée d'une augmentation du coefficient de friction stationnaire, ainsi le paramètre $a-b$ est toujours positif ce qui implique que l'illite est « velocity-strengthening » et donc à priori incapable de générer des instabilités de glissement (figure issue de Saffer et Marone [2003]).

encore de la présence d'une structure héritée sur le comportement frictionnel des matériaux nous décrivons dans les paragraphes qui suivent quelques expériences de friction réalisées dans des conditions plus réalistes.

4.2.4.3. Effet de la température

Moore *et al.* [1989] ont réalisés des expériences triaxiales en compression sur des illites à différentes températures. Dans leurs expériences, une fine gouge d'illite est placée entre deux blocs de granite afin de simuler une gouge de faille. La pression effective est fixée à 100 MPa et la température, fixée en début d'expérience, varie entre 200 et 600 °C. Dans chacune des expériences un comportement de type stick-slip est observé pour des températures $\geq 400^\circ\text{C}$ (**figure 1.14**). L'analyse des échantillons post-mortem révèle différentes textures : dans certains la déformation est distribuée dans toute la gouge, tandis que dans d'autres la déformation est localisée le long de bandes de cisaillement. Les auteurs montrent que les échantillons présentant une déformation pénétrative sont associés à un comportement de type glissement stable tandis que les échantillons où la déformation est localisée présentent un comportement de type stick-slip. Ainsi il semblerait que la température joue un rôle primordial sur le mode de déformation et sur le comportement frictionnel des échantillons, pouvant conditionner ainsi la formation d'instabilités de glissement. D'autres études de friction réalisées sur des granites confirment l'influence de la température sur la stabilité du glissement [e.g. Stesky *et al.*, 1974]. En effet, entre 100 et 300°C le granite présente un

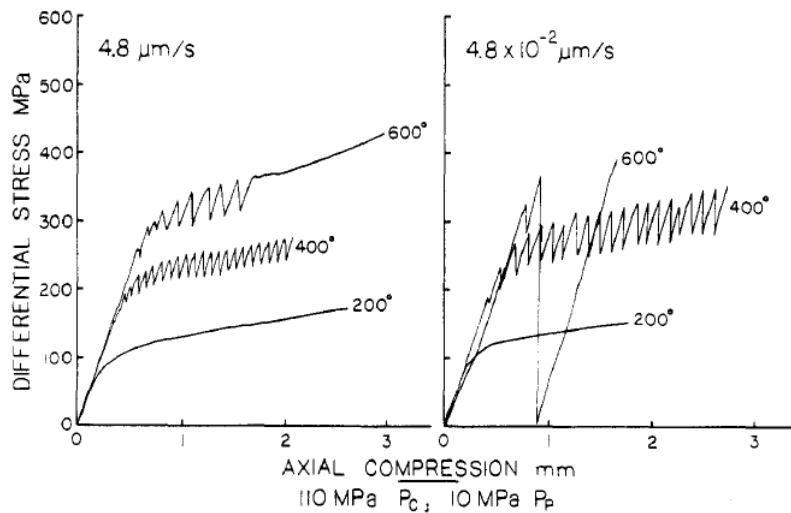


Figure 1.14 : Expériences triaxiales en compression sur une fine gouge d'illite comprise entre 2 blocs de granite. Les expériences sont réalisées à différentes températures et vitesses de compression pour une pression de confinement de 110 MPa et une pression de fluide différentielle de 10 MPa. On remarque que pour 400°C et au-delà la gouge se déforme par le biais d'instabilité de glissement, typique d'une rhéologie de type stick-slip, et ce quel que soit la vitesse de déformation (figure issue de Moore et al. [1989]).

comportement de glissement instable (*velocity-weakening*), tandis qu'au-delà le glissement devient stable (*velocity-strengthening*) (**figure 1.15**). Ceci met bien en exergue l'importance de réaliser des expériences dans des conditions proches de celle in-situ pour pouvoir extrapoler les résultats aux phénomènes naturels.

4.2.4.4. Effet de la saturation en H₂O

La saturation en H₂O dans les expériences de friction peut avoir pour effet d'induire des variations de la pression de fluide au cours de la déformation dans des échantillons peu perméables telles que les argiles. Par ailleurs, la présence d'eau est un facteur qui diminue le coefficient de frottement des smectites [Morrow et al., 2000], tandis que le comportement frictionnel des illites semble être indépendant de la présence ou non de fluide [Morrow et al.,

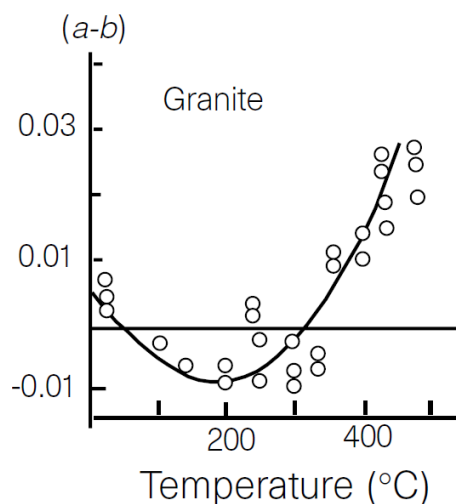


Figure 1.15 : Influence de la température sur le signe du paramètre $a-b$ pour un granite. On remarque que $a-b$ est négatif entre 75 et 300°C et devient positif au-delà de 300°C. Ceci montre bien que la friction est dépendant de la température et que l'on ne peut donc pas négliger ce paramètre lorsque l'on souhaite transposer les résultats des expériences de friction à la nature (figure extraite de Scholz [1998]).

1992; Morrow *et al.*, 2000].

4.2.4.5. Effet de la structure

Les zones de failles sont bien souvent composées de matériaux plus ou moins finement broyés en leur sein que l'on appelle gouge. Afin de comprendre le comportement frictionnel des failles dans la nature, de nombreuses études de friction ont utilisés des dispositifs simulant ces gorges de faille [e.g. Byerlee, 1967; Dieterich, 1981; Shimamoto and Logan, 1981; Biegel *et al.*, 1989]. Ces études ont montré que la formation d'une gouge pendant le glissement de deux blocs rocheux se traduit par l'augmentation de la résistance frictionnelle de l'ensemble [e.g. Byerlee, 1967; Scholz *et al.*, 1972]. De ces études, il ressort également que la présence d'une gouge de faille tend à stabiliser le glissement par rapport à une interface qui en est exempte [Marone *et al.*, 1990]. En effet, Marone *et al.* [1990] montrent que plus la gouge est épaisse et plus le glissement est stabilisé (plus grande valeur de $a - b$) (**figure 1.16**). C'est la dilatance de ces matériaux granulaires au cours de la déformation qui serait à l'origine du comportement de type glissement stable de ces gorges [Marone *et al.*, 1990; Beeler *et al.*, 1996]. C'est notamment à partir de ces expériences qu'est apparue l'hypothèse selon laquelle les sédiments constitutifs de la partie superficielle des zones de subduction ne peuvent se déformer de manière sismique puisqu'ils sont supposés être constitués de matériaux granulaires meubles. Par ailleurs, le forage d'une partie de la zone de décollement de la fosse de Nankai, à 400 mètres de profondeur (site C0007 foré lors de l'expédition IODP 316 [Kinoshita *et al.*, 2009]), révèle sa nature et montre la présence d'une zone faillée, bréchique associée à des zones de gouge pluri-centimétrique. Cette observation de l'objet naturel, couplée aux résultats d'expériences de friction, qui montrent que la présence de gouge stabilise le glissement, semble appuyer l'hypothèse formulée ci-dessus.

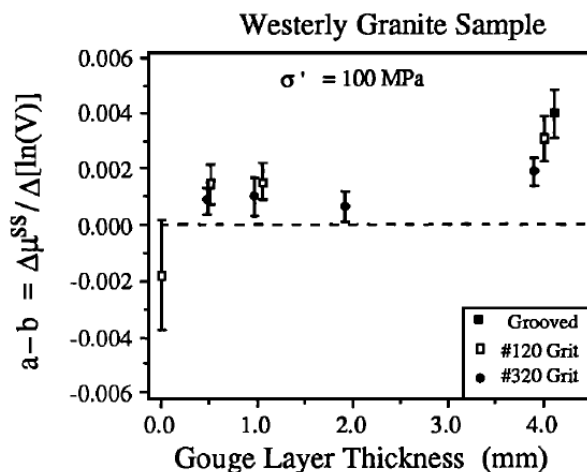


Figure 1.16 : Variation du paramètre $a-b$ en fonction de l'épaisseur de la gouge. La gouge, constituée d'une poudre de quartz saturée en eau et épaisse de 0.65 mm est bloquée entre deux blocs de granite cylindrique plus ou moins rugueux (voir légende) (figure extraite de Marone *et al.* [1990]).

5. Résumé, énoncé de la problématique et stratégie de cette étude

Alors que les séismes dit « ordinaires » présentent des profondeurs de nucléation de plus de 10 km, la présence de séismes très basses fréquences dans la partie la plus superficielle des zones de subduction ($> 2\text{km}$) traduit le potentiel sismogénique de cette zone et remet en cause la définition du front sismique tel que décrit par *Hyndman et al.* [1997]. Par ailleurs il existe une réelle incertitude sur la capacité de cette zone à propager la rupture cosismique, cette question est pourtant primordiale en ce qui concerne le risque tsunamigénique.

Les études sur la mécanique du séisme en laboratoire montrent qu'ils résultent d'instabilités de glissement liées aux variations des propriétés frictionnelles des matériaux sous l'effet de processus d'adoucissement. Ainsi un séisme est le fruit d'un adoucissement brutal de la zone de faille qui conduit à une chute brutale de la contrainte, accompagné d'un glissement sismique. Cependant, les conditions favorables à un adoucissement (température, pression, gamme de vitesse de glissement) et l'activation sous-jacente des processus adoucissants (e.g. processus diagénétiques, variations de pression de fluide) sont encore mal contraintes.

Dans les zones de subduction, les sédiments subduits et accrétés présentent une large composante smectitique (par exemple, la teneur en smectite est de 78% dans la fosse du Japon, et de 31 % dans la fosse de Nankai [*Ujiie et al.*, 2013]). Lors de l'enfouissement et de l'accrétion, ces sédiments sont peu à peu déformés et la diagenèse s'enclenche amorçant la transformation smectite $\rightarrow$ illite. Tout cela opère de concours avec une augmentation de la pression, des contraintes et de la température. Or les effets couplés de la déformation et de la diagenèse (telles qu'elles opèrent dans la nature) sur la rhéologie des roches smectitiques sont, à ce jour, inconnus puisqu'aucune expérience en laboratoire n'a réuni ces deux aspects. Ainsi plusieurs questions restent en suspens :

- 1. Quels sont les modes de déformation des sédiments riches en smectite du prisme ?**
- 2. Quels sont les effets de la diagenèse (smectite $\rightarrow$ illite) sur le comportement mécanique de ces roches ?**
- 3. Quels sont les processus qui régissent la stabilité ou l'instabilité du glissement ?**

Ce faisceau de questions constitue la problématique de notre étude et nous guidera tout au long du manuscrit. Pour tenter d'y répondre, il est primordial de se rapprocher au plus près des conditions in-situ du prisme d'accrétion et prendre le système dans son ensemble (avec contrôle de la température, pression de fluide, pression de confinement, déformation, minéralogie...).

À cet effet, nous avons opté pour une approche expérimentale qui repose principalement sur la réalisation d'expériences triaxiales en compression sous différentes conditions de pression et de température. Ainsi, nous proposons tout d'abord, dans le **chapitre II**, un état de l'art sur les principaux processus diagénétiques susceptibles d'affecter les sédiments riches en smectites qui entrent en subduction (déshydratation des smectites, transition smectite-illite). Par la suite, dans le **chapitre III**, nous détaillons les différentes méthodes expérimentales et techniques analytiques employées au cours de la thèse. Le **chapitre IV** décrit en détail les échantillons de départ (porosité, minéralogie...) et leur préparation (échanges cationiques) avant d'être utilisés dans les expériences triaxiales. Les résultats des expériences sont ensuite présentés dans les **chapitres V et VI**. Le **chapitre V** présente les résultats d'expériences conduites à température ambiante ainsi que les interprétations et les implications à l'échelle du prisme d'accrétion. Ce chapitre a pour vocation d'identifier les modes de déformation des échantillons de départ et leurs conséquences sur les propriétés mécaniques de ces derniers. Le **chapitre VI** quant à lui, a pour objectif d'identifier les effets couplés de la déformation et de la diagenèse des smectites sur les propriétés mécaniques et la stabilité des échantillons testés. À cette fin, ce chapitre regroupe les résultats de plusieurs expériences triaxiales conduites à 300°C ainsi qu'une discussion des processus mis en jeu. Enfin, la thèse est clôturée par une **conclusion générale** qui fait le bilan des résultats obtenus et qui propose des perspectives à creuser.

CHAPITRE II

ETAT DE L'ART SUR LES PROCESSUS DIAGÉNÉTIQUES EN CONTEXTE DE SUBDUCTION

- Préambule –

Les sédiments entrant en subduction dans la fosse de Nankai sont majoritairement des mudstones d'origine hémipélagique accompagnés de grès volcanoclastiques et de turbidites [Henry et al., 2012; Pickering et al., 2013; Underwood et al., 2010]. Ainsi une grande partie du matériel impliqué dans la subduction présente une importante composante argileuse essentiellement constituée de smectite, d'illite et de kaolinite/chlorite. Au cours de la subduction, la composition originelle de ces sédiments va progressivement être modifiée sous l'effet de l'augmentation de pression et de température mais également sous l'effet de la mise sous contrainte. Pour comprendre l'évolution des propriétés mécaniques des sédiments au cours de leur trajet en subduction il est tout d'abord important de caractériser les modifications minéralogiques qu'ils vont subir lors de leur enfouissement. Ainsi dans le paragraphe qui suit nous nous attacherons à rappeler la structure des minéraux argileux ainsi que les effets de la diagenèse sur ces derniers.

1. Rappel sur la structure des argiles

Les argiles (au sens structurel du terme) sont des phyllosilicates, c'est à dire des silicates disposés en feuillets. La structure de ces minéraux consiste en une répétition d'un feuillet de base, lui-même formé par l'arrangement de couches de tétraèdres [Grim, 1968] $[\text{SiO}_4]^{4-}$, liés entre eux par leurs sommets, et de couches d'octaèdres. Les octaèdres sont constitués d'un cation entouré de 6 oxygènes et sont liés les uns aux autres par leurs arêtes. L'assemblage élémentaire de ces différentes couches (tétraédrique et octaédrique) pour constituer le feuillet peut revêtir différentes configurations :

- Le feuillet 1 :1, constitué d'une couche de tétraèdres et d'une couche d'octaèdres. La kaolinite est l'exemple typique pour ce genre de configuration.
- Le feuillet 2 :1, constitué de deux couches de tétraèdres entourant une couche octaédrique. C'est le cas des smectites et des illites (**figure 2.1**).
- Le feuillet 2 :1 associé à une couche octaédrique, à l'image des chlorites.

Différentes substitutions cationiques peuvent affecter les feuillets, induisant une charge globale négative. Cette charge est compensée par l'incorporation de cations (K^+ , Na^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+}) au sein de l'espace qui sépare deux feuillets successifs appelé espace interfoliaire. Les smectites qui ont généralement une charge négative assez faible et des cations interfoliaires hydrophiles (Na^+ , Ca^{2+}), peuvent également incorporer dans l'espace interfoliaire une quantité variable d'eau ou de molécules polaires organiques [Colten-Bradley, 1987].

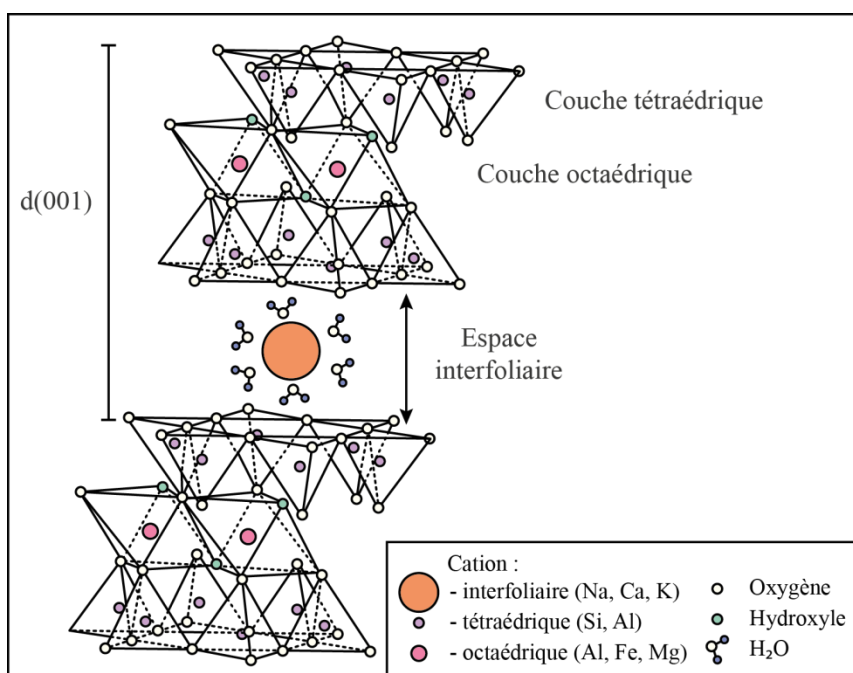


Figure 2.1 : structure des argiles 2 : 1. Le cation interfoliaire peut être hydraté ou non en fonction du type d'argile (d'après Grim [1968]).

La distance inter-réticulaire constitue l'un des critères discriminants pour l'identification des phases argileuses au sein d'un échantillon. Par exemple, l'illite présente une distance inter-réticulaire fixe de 10 Å alors que la chlorite et la kaolinite présentent toutes deux une distance inter-réticulaire fixe de 7Å. En ce qui concerne la smectite, la distance basale varie en fonction de son état d'hydratation de 10 Å (état déshydraté) à 20 Å (état totalement saturé).

2. Hydratation de la smectite

Les smectites ont la particularité de pouvoir présenter différents degrés d'hydratation en fonction des conditions dans lesquelles elles se trouvent. La quantité d'eau interfoliaire dépend de la charge du feuillet [Foster, 1953; Harward and Brindley, 1966], du type de cation interfoliaire [Posner and Quirk, 1964], de la salinité des eaux [Norrish and Quirk, 1954; Posner and Quirk, 1964], de la température [Rowland et al., 1956; Keren and Shainberg, 1980; Colten, 1985], de la pression [Colten-Bradley, 1987] mais aussi des contraintes appliquées [Colten-Bradley, 1987; Hüpers and Kopf, 2009].

Etant donné que nos échantillons contiennent une proportion importante de smectites et que nous les soumettons à la fois à des conditions croissantes de pression, température et contrainte au cours des expériences, il est important de faire un état de l'art sur ce phénomène d'hydratation/déshydratation des feuillets smectitiques afin d'évaluer son influence et ses effets potentiels sur la déformation expérimentale des échantillons.

2.1. Processus d'hydratation

En fonction des conditions du milieu, l'hydratation de l'espace interfoliaire des smectites se fait par pallier. L'eau incorporée modifie les dimensions du feuillet en provoquant un gonflement. L'espace interfoliaire varie en conséquence avec une distance inter-réticulaire allant de 10 Å pour une smectite déshydratée à 20 Å pour une smectite saturée [Nagelschmidt, 1936; Bradley *et al.*, 1937; Méring, 1946; Barshad, 1949; Mooney *et al.*, 1952; Norrish, 1954; Harward and Brindley, 1966; Harward *et al.*, 1969; Watanabe and Sato, 1988; Sato *et al.*, 1992; Cases *et al.*, 1992; Yamada *et al.*, 1994b; Tamura *et al.*, 2000]. L'hydratation se produit par l'incorporation de 0, 1, 2 ou 3 couche(s) d'eau au sein de l'espace interfoliaire avec l'augmentation de l'humidité relative (**figure 2.2**). Il est à noter que l'hydratation et le gonflement induit sont des processus réversibles sous certaines conditions (par exemple sous l'effet d'une augmentation de température, ou de contrainte. Ces effets sont décrits dans la suite du chapitre) [Huang *et al.*, 1994].

2.2. Effet du cation interfoliaire

Chaque type de cation présente un degré d'affinité spécifique vis-à-vis de l'eau. Ce degré

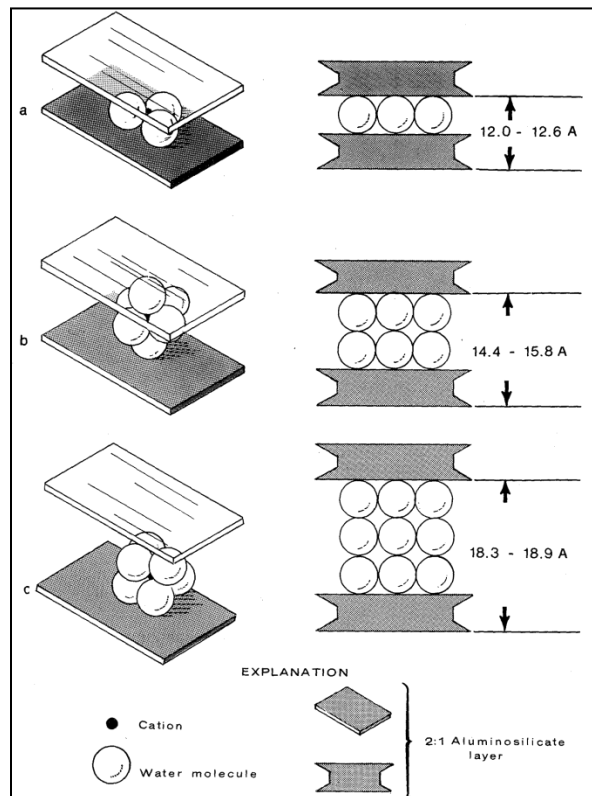


Figure 2.2 : Différents états d'hydratation de la smectite avec un contenu en H_2O jusqu'à 350 mg/g d'argile. (a) smectite à une couche d'eau, (b) smectite à deux couches d'eau et (c) smectite à trois couches d'eau (d'après Colten-Bradley [1987]).

d'affinité dépend du potentiel ionique du cation (valence/rayon ionique). Ainsi plus le potentiel ionique est élevé et plus le cation aura une capacité d'hydratation importante. Le potassium a un faible potentiel ionique par rapport au calcium ou au sodium et a tendance à s'hydrater moins facilement et donc incorporer moins d'eau au sein de l'espace interfoliaire. Ainsi, la présence de K^+ dans l'interfoliaire tend à inhiber fortement le caractère gonflant des smectites [Harward and Brindley, 1966; Mamy and Gaultier, 1979]. En conséquence, lors d'analyses minéralogiques en DRX ces feuillets smectitiques effondrés par la présence de K^+ peuvent être confondus avec ceux de l'illite et peuvent donc amener à surestimer la quantité d'illite présente dans l'assemblage. Pour pallier à cela il est nécessaire de ré-échanger le cation interfoliaire des smectites (avec Na^+) avant toute analyse en DRX [Whitney and Northrop, 1988]. Le type de cation interfoliaire influence également la température de déshydratation des smectites. Par exemple, les expériences de Wu *et al.* [1997] ont montré que les smectites, dont le cation interfoliaire est majoritairement Ca ou Mg, se déshydratent à des températures supérieures aux smectites sodiques ou potassiques. Il en est de même pour le facteur pression ; Koster Van Groos and Guggenheim [1986] ont montré que pour une température fixe les smectites sodiques commencent à se déshydrater à des pressions plus faibles que les smectites potassiques.

Afin d'activer les réactions d'illitisation de la smectite (voir *Chapitre III*), dans la plupart de nos échantillons nous avons échangé les cations interfoliaires préexistants dans les feuillets smectitiques par du K^+ . Il est probable qu'une telle substitution cationique a pour effet de diminuer la quantité d'eau présente dans l'espace interfoliaire des smectites.

2.3. Effet de la température/pression

2.3.1. Effet de la température

À pression atmosphérique, une augmentation de température tend à déshydrater progressivement les feuillets smectitiques. Colten-Bradley [1987] a montré, sur la base de calculs thermodynamiques que la première couche d'eau est chassée de la structure des smectites lorsque la température atteint 58-75°C, la seconde couche d'eau est perdue entre 67 et 81°C et enfin les smectites sont totalement déshydratées lorsque la température atteint 172 à 192 °C. Ces températures de déshydratation prédites par calculs thermodynamiques sont en accord avec les études expérimentales qui portent sur le sujet [Colten, 1985; Koster Van Groos and Guggenheim, 1984; van Olphen and Fripiat, 1979].

2.3.2. Effet de la pression

Dans la nature, les sédiments sont soumis à une augmentation constante de la pression de confinement au cours de leur enfouissement en subduction. Cette augmentation de pression a pour effet d'augmenter la stabilité des smectites hydratées [Koster Van Groos and Guggenheim, 1984]. En effet, Koster Van Groos and Guggenheim [1984] montrent qu'une augmentation de la pression aussi faible qu'1 bar peut induire une augmentation de la température de déshydratation des smectites de l'ordre de 40 à 180 °C. Ainsi, dans la nature, en l'absence de potassium et donc sans la possibilité d'initier la réaction smectite-illite qui s'accompagne d'une déshydratation des smectites, les formes hydratées smectitiques peuvent subsister longtemps lors de l'enfouissement.

Par ailleurs, la pression de fluide et notamment ses écarts au gradient hydrostatique (=les surpressions de fluide) est également un facteur à prendre en considération. Les surpressions peuvent être générées par la compaction de sédiments peu perméables lors de l'enfouissement, ou encore par le biais des réactions diagénétiques qui libèrent du fluide (déshydratation de la smectite, transformation smectite → illite). Ce phénomène de surpressions est particulièrement développé dans les zones d'enfouissement rapide de sédiments saturés en eau, telles que les prismes d'accrétion comme celui de Nankai, où des études géophysiques suggèrent la présence de larges zones en surpression de fluide [Park et al., 2002]. Des études expérimentales se sont donc penchées sur les effets de la pression de fluide sur la déshydratation des smectites [Stone and Rowland, 1955; Keren and Shainberg, 1980 ; Huang et al., 1994]. Ces études s'accordent à dire que la température de déshydratation de la smectite augmente avec l'augmentation de la pression d'H₂O, c'est-à-dire la pression de fluide tend à retarder la déshydratation.

2.3.3. Effet combiné température et pression

De nombreuses études ont montré que la smectite peut exister sous forme hydratée (2 à 3 couches d'eau) sous des conditions de haute pression/haute température [Koster Van Groos and Guggenheim, 1984, 1986, 1987 ; Colten, 1985; Colten-Bradley, 1987; Huang et al., 1994]. Dans toutes ces études (souvent expérimentales), les smectites utilisées sont sodiques, calciques ou magnésiennes mais en aucun cas potassiques afin d'observer le seul processus de déshydratation de la smectite et éviter ainsi les effets dus à la réaction d'illitisation qui elle aussi libère du fluide. L'étude expérimentale (haute pression - haute température) menée par Huang et al. [1994] sur des smectites sodiques montre bien que la réaction de déshydratation se fait par palier en passant brusquement de 3 à 2 couches d'eau puis de 2 à 1 couche(s) d'eau lors de l'augmentation conjointe de la température et de la pression (**figure 2.3**). Il est à noter que ces réactions successives opèrent en l'espace de quelques minutes, ce sont donc des réactions rapides à l'échelle du laboratoire. Dans leurs expériences Huang et al. [1994] mettent également en évidence le caractère réversible de la déshydratation des smectites. En effet, lors du refroidissement, les smectites se réhydratent en suivant une courbe d'hystérésis (**figure 2.3**).

Par ailleurs, les études expérimentales menées par Koster Van Groos and Guggenheim en 1984 et 1986 sur des smectites sodiques d'une part et potassiques de l'autre établissent les conditions de stabilité des smectites en fonction de leur état d'hydratation (**figure 2.4**) et montrent que la déshydratation des smectites s'initie au-delà de la courbe liquide vapeur de

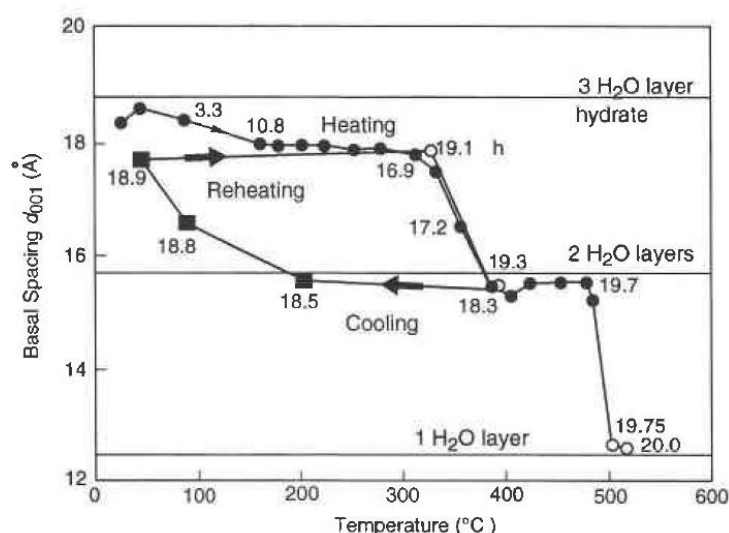


Figure 2.3 : Evolution de la distance basale des smectites pendant une expérience de déshydratation. Les nombres sur la courbe indiquent le nombre d'heures depuis le début de l'expérience. La pression augmente avec l'augmentation de la température suivant la courbe liquide vapeur. Les cercles remplis indiquent les phases de chauffe, les carrés indiquent la phase de refroidissement et les cercles ouverts indiquent une nouvelle phase de chauffe après avoir refroidi. Les flèches indiquent le chemin de chauffe et de refroidissement (d'après Huang et al., 1994).

l'eau, et ce quel que soit le cation interfoliaire. Cette étude présente des résultats compatibles avec celle de *Huang et al.* [1994] qui montrent qu'en l'absence d'ions K^+ et de pression différentielle les smectites à 3 couches d'eau peuvent subsister jusqu'à des températures de plus de 350°C. Ainsi, dans les conditions hydrostatiques la destruction ou la fusion de la smectite se produit avant la déshydratation complète du minéral.

La courbe d'équilibre liquide-vapeur de l'eau se situant à des pressions beaucoup plus faibles que les conditions typiques P et T de l'eau dans les pores de sédiments enfouis dans une zone de subduction, il est donc probable que les smectites soient encore complètement hydratées jusqu'à plus de 300 degrés. De la même façon, pour nos conditions P-T expérimentales (température ≤ 300 °C, $5 \leq P_f \leq 20$ MPa) et sous contrainte isotrope, nous ne devrions pas déshydrater les smectites de nos échantillons.

2.4. Effet de la contrainte

Il existe peu d'études qui montrent l'effet d'une pression différentielle sur la déshydratation des smectites. L'approche thermodynamique utilisée par *Colten-Bradley* [1987], montre que l'application d'une pression différentielle (i.e. pression de l'eau interfoliaire $>$ pression de l'eau présente dans les pores de la roche) tend à diminuer la température de déshydratation des smectites par rapport au cas où la pression interfoliaire et la pression porale sont identiques [*Colten-Bradley*, 1987]. Ainsi, ils montrent que les smectites

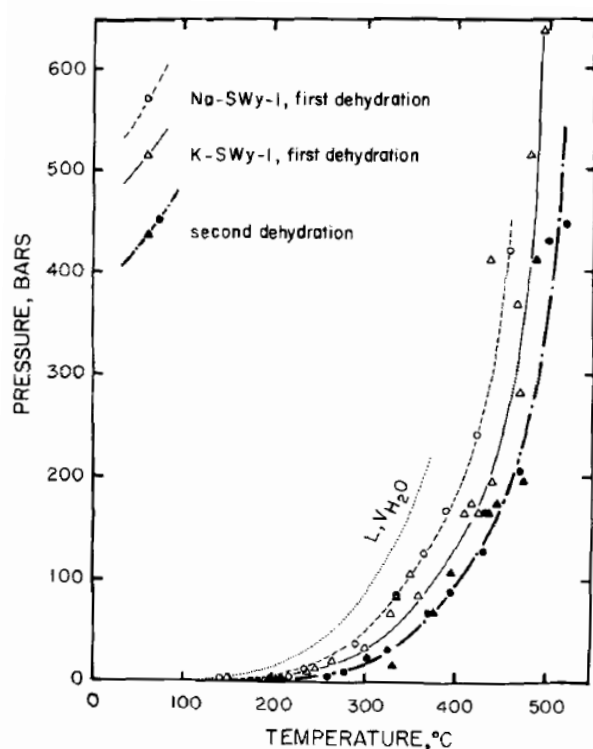


Figure 2.4 : Projection des réactions de déshydratation de la smectite (SWy1 et K-SWy-1) dans un diagramme Pression-Température. La courbe L, Vh2O représente la courbe liquide-vapeur de l'eau (d'après *Koster van Groos et Guggenheim*, 1984 et 1986)

commenceraient à se déshydrater à des températures inférieures à 60°C en expulsant une de leurs trois couches d'eau (pour une pression effective ≥ 10 MPa) [Colten-Bradley, 1987]. Toutefois, il est à noter que les propriétés thermodynamiques de l'eau interfoliaire (notamment la densité de l'eau interfoliaire) utilisées dans ce modèle sont assez mal contraintes, ainsi ces valeurs de déshydratation restent assez hypothétiques. Par ailleurs, ce modèle est basé sur une distribution présumée des pressions à l'échelle du grain, or la notion de pression (pression de fluide, lithostatique, effective) est une notion macroscopique et il est difficile de savoir comment ces différentes pressions s'organisent à l'échelle microscopique. Ainsi même si cette étude montre que la pression différentielle tend à diminuer la température de déshydratation des smectites, les valeurs de pressions différentielles nécessaires pour déshydrater restent incertaines.

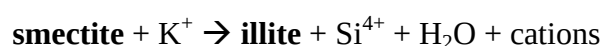
D'autre part de récentes études de compaction uniaxiale ont montré qu'une contrainte différentielle effective aussi faible que 1.3 MPa était suffisante pour initier la réaction de déshydratation de la smectite et ce indépendamment de la température (entre 20 et 100°C) [Fitts and Brown, 1999; Hüpers and Kopf, 2012]. Cependant, on ne sait pas dans quelle proportion se fait cette déshydratation, ni la valeur de contrainte nécessaire pour entièrement déshydrater les smectites.

Par ailleurs, la déshydratation de la smectite aurait tendance à augmenter la pression de fluide en condition de faible perméabilité et ainsi inhiber la déshydratation et même tendre à réhydrater les feuillets. Il y a donc compétition entre déshydratation et dissipation des pressions de fluide [Colten-Bradley, 1987].

3. Illitisation

3.1. Généralités

La réaction de transformation des smectites en illites est l'une des plus étudiées des séries diagénétiques car elle revêt une importance dans la formation des gisements de pétrole [Meunier, 2005]. Cette réaction, qui est totalement indépendante de celle de la déshydratation des smectites peut s'écrire comme suit :



[Boles and Franks, 1979]

Dans la nature ces argiles coexistent sous la forme d'interstratifiés illites/smectites (I/S) qui consistent en un empilement de feuillets smectitiques et illitiques plus ou moins ordonné en proportions différentes. Ainsi, au cours de l'enfouissement diagénétique l'illitisation opère par transformation des feuillets smectitiques en feuillets illitiques au sein des I/S. Cette réaction s'accompagne d'une augmentation du degré d'ordre d'empilement des différents feuillets. Ainsi la séquence d'illitisation peut être schématisée comme suit [Meunier, 2005] :

Smectite $\rightarrow$ I/S désordonnés ($R = 0$) $\rightarrow$ I/S désordonnés ($R = 0$) + I/S ordonnés ($R = 1$) $\rightarrow$ I/S ordonnés ($R > 1$) $\rightarrow$ illite (**figure 2.5**)

Au cours de l'enfouissement, l'illitisation, qui débute dès que la température dépasse 60 à 90 °C [Freed and Peacor, 1989b], s'accompagne donc d'une diminution de la proportion de phases expansibles (smectites) au sein des I/S au profit de l'illite et d'une augmentation du degré d'ordre d'empilement des feuillets.

3.2. Cinétique de la réaction

La cinétique de la réaction d'illitisation a fait l'objet de plusieurs études expérimentales [Whitney and Northrop, 1988; Huang et al., 1993; Ferrage et al., 2011]. Il apparaît que la température n'est pas le seul facteur favorisant la réaction ; la concentration en potassium [Huang et al., 1993], le rapport eau/roche [Whitney, 1990] ou encore le temps [Velde and Vasseur, 1992] sont autant de facteurs à prendre en compte.

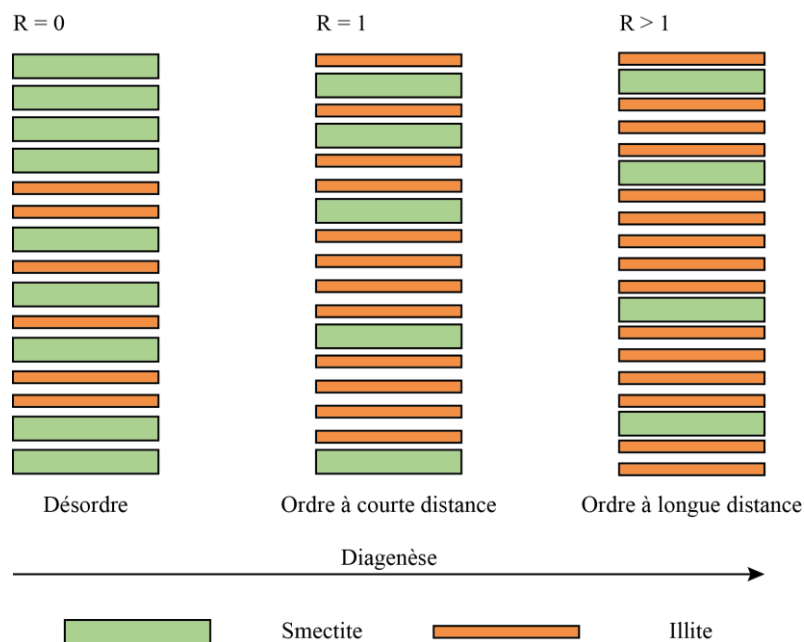


Figure 2.5 : Schéma représentant les interstratifications d'I/S désordonnées, ordonnées et régulières (modifié d'après Meunier, 2005).

3.2.1. Effet de la température

Whitney and Northrop [1988] ont mené des expériences d'illitisation HP – HT sous pression de confinement d'1 kbar sur des smectites échangées au potassium. Leurs résultats montrent que l'avancement de la réaction d'illitisation est d'autant plus important que la température est élevée. Leurs expériences montrent également le caractère asymptotique de la réaction qui atteint un palier très rapidement (sous environ 10 jours) (**figure 2.6a**). Ainsi à l'échelle du laboratoire il est possible d'illitiser des smectites dans un délai de temps raisonnable.

3.2.2. Effet de la concentration en potassium

La disponibilité du potassium est le principal facteur limitant la réaction d'illitisation. Dans la nature la source de potassium provient principalement de la dégradation des feldspaths potassiques. En laboratoire, les expériences d'illitisation sont soit réalisées à partir de smectite dont le cation interfoliaire a préalablement été échangé avec du K^+ [Whitney and Northrop, 1988], soit à partir de mélanges de poudre smectitique et d'une solution de KCl [Huang et al., 1993]. En faisant varier la concentration de la solution de KCl il a été montré que plus la concentration est élevée plus la réaction d'illitisation opère rapidement [Huang et al., 1993]. Toutefois lorsque la concentration est supérieure ou égale à 1 M peu de différences sont notables, de ce fait la concentration de la solution de KCl classiquement utilisée lors des expériences d'illitisation est fixée à 1 M (**figure 2.6b**).

3.2.3. Effet du rapport eau/roche

Le rapport eau/roche influence fortement la cinétique de la réaction d'illitisation pour des températures inférieures ou égales à 250°C. Ainsi pour cette gamme de température plus le rapport eau/roche est important et plus la réaction d'illitisation sera favorisée. En revanche, au-delà de 300°C le rapport eau/roche n'influence que peu l'illitisation des smectites [Whitney, 1990].

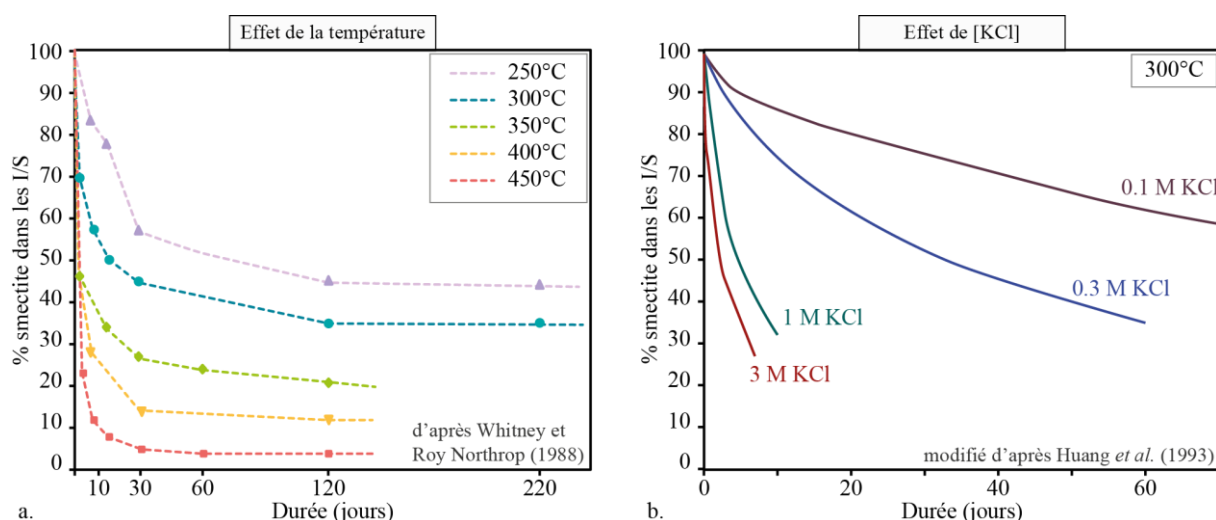


Figure 2.6 : Effet de différents paramètres sur la cinétique de la réaction d'illitisation : a. effet de la température, b. effet de la concentration en KCl.

3.3. Résumé sur les conditions optimales d'illitisation

Nous venons de voir que la réaction d'illitisation est influencée par plusieurs paramètres : la disponibilité du potassium, le rapport eau/roche ou encore la température. Pour chacun de ces paramètres des conditions optimales pour reproduire la réaction d'illitisation en laboratoire ont été définies. Ainsi pour s'assurer de la disponibilité du potassium deux possibilités peuvent être adoptées : soit le cation interfoliaire des smectites est échangé au préalable avec du potassium, soit les smectites sont baignées dans une solution de KCl qui présente une concentration d'1 M. En ce qui concerne le rapport eau/roche, il est préférable d'utiliser un rapport proche de 1 pour ne pas limiter l'illitisation des smectites. Par ailleurs, le choix de la température fixée lors des expériences en laboratoire est conditionné par plusieurs paramètres : Il faut que la réaction d'illitisation soit la plus aboutie possible dans un délai de temps relativement court (<30 jours pour les expériences en autoclave, ~1 jour en presse Paterson), ceci nécessite une température élevée par rapport aux conditions naturelles (>250°C). En revanche, il ne faut pas que la température choisie soit trop élevée et dépasse le champ de stabilité de l'illite c'est-à-dire 350°C [Rosenberg, 2002]. Ainsi la température idéale pour des expériences d'illitisation en laboratoire est de 300°C.

4. Autres réactions diagénétiques

En plus de la déshydratation des smectites et de la réaction d'illitisation, d'autres réactions diagénétiques sont susceptibles d'avoir lieu lors de l'enfouissement des sédiments en subduction. *Moore and Saffer* [2001] décrivent les réactions possibles suivantes :

4.1. La cimentation par le quartz

La cimentation par le quartz n'est pas un phénomène qui ne touche que les roches à forte composante siliceuse. En effet, des études alliant analyses minéralogiques et texturales ont mis en évidence la présence de ciment quartzique au sein de mudstones (provenant de bassins sédimentaires). Dans ces roches à forte composante argileuse le ciment quartzique est présent sous forme de plaquettes ou alors ponctuellement sous forme de microcristaux [Thyberg and Jahren, 2011]. Ces flocons et plaquettes de ciment quartzique se forment à partir d'un fluide fortement concentré en Si^{4+} à des températures comprises entre 90 et 100°C. La forte concentration en Si^{4+} dans les eaux porales est la conséquence directe de la réaction smectite → illite dont la silice est l'un des produits.

D'autres sources potentielles pour la cimentation quartzique telles que la redistribution des microcristaux de quartz authigènes ou du quartz détritique n'ont pas été détectées [Thyberg and Jahren, 2011]. Ceci montre que dans les mudstones la silice à l'origine de la cimentation par le quartz provient exclusivement de la réaction d'illitisation.

4.2. La transition opale → quartz

La transformation de l'opale A en quartz se produit à basse température et est aboutie à 100°C [Behl and Garrison, 1994 ; Spinelli et al., 2007]. Lors de cette transformation de grandes quantités d'eau peuvent être libérées au sein du prisme en fonction de la quantité d'opale présente dans les sédiments. En effet, 23% du volume originel d'opale est libérée sous forme d'eau [Moore and Vrolijk, 1992]. Ce sont les microfossiles et notamment les radiolaires et les diatomées qui constituent la source principale d'opale dans les sédiments. La proportion d'opale dans les sédiments entrant en subduction dans la section sud-ouest du Japon est faible, ainsi cette réaction ne joue que peu dans l'évolution de ces sédiments [Taira et al., 1991].

4.3. Cimentation par les carbonates et les argiles

Lorsque, au cours de l'enfouissement, les températures atteignent 75-175°C, les sédiments subissent un métamorphisme de bas grade (faciès des zéolites) [Ernst, 1990]. Ceci se traduit par la production d'un ciment calcitique ou argileux conférant ainsi un squelette solide aux sédiments.

5. Résumé et implications pour les expériences

La smectite est un minéral très commun qui se retrouve en abondance dans les sédiments qui entrent en subduction. Par ailleurs, la smectite est un des minéraux les plus réactifs en

conditions diagénétiques et de ce fait exerce un contrôle sur l'évolution de la rhéologie des sédiments au cours de l'enfouissement. L'étude de la transformation de la smectite en conditions diagénétiques est donc essentielle pour caractériser son potentiel à générer des instabilités.

On peut notamment se demander :

(1) si la smectite et l'illite revêtent des comportements rhéologiques différents, auquel cas la transition minéralogique smectite-illite serait une hypothèse valide pour expliquer la nucléation des séismes au niveau de la borne supérieure de la zone sismogénique.

(2) si, lorsqu'elle est en cours, la réaction smectite → illite présente un impact sur la rhéologie de la roche.

Pour tenter de répondre à la première interrogation, et ainsi voir l'effet de la minéralogie sur la rhéologie de roches sédimentaires, nous avons procédé à des tests en compression en presse triaxial à température ambiante et à différentes pressions de confinement (de 50 à 200 MPa), sur des matériaux riches en smectite d'une part, et des matériaux riches en illite d'autre part (voir Chapitre V). Par ailleurs, pour répondre à la deuxième interrogation nous avons réalisés des tests triaxiaux en compression, sous différentes pressions de confinement (de 50 à 200 MPa), sur des matériaux riches en smectite, et ce à 300°C afin d'initier les réactions diagénétiques (et notamment la transformation smectite → illite) (voir Chapitre VI).

On remarquera que dans les conditions initiales des expériences (avant l'initiation de la compression axiale), c'est-à-dire pour une température allant de 20 à 300 °C et des pressions de confinement de l'ordre de 50 à 200 MPa, les smectites sont supposées être dans un état d'hydratation totale. Ainsi au cours de la compression et de la diagenèse (pour les expériences conduites à 300°C) il est tout à fait possible de déshydrater les smectites.

Avant de voir les résultats d'expériences, nous proposons tout d'abord une explication détaillée des dispositifs expérimentaux et des protocoles suivis en **chapitre III**, ainsi que la caractérisation des échantillons de départ pour les expériences dans le **chapitre IV**.

CHAPITRE III

MÉTHODES EXPÉRIMENTALES ET TECHNIQUES ANALYTIQUES

- Préambule –

Dans ce chapitre sont présentés les différents dispositifs expérimentaux utilisés au cours de cette thèse, ainsi que les techniques analytiques employées.

1. Méthodes expérimentales

1.1 Autoclaves verticaux à chauffage externe

1.1.1. Généralités

Les autoclaves verticaux à chauffage externe ont été utilisés afin d'illitiser expérimentalement nos matériaux de départ. Ce type d'équipement consiste en une enceinte en acier dans laquelle est placé le montage qui contient l'échantillon. Le tout est coiffé par un four qui peut atteindre une température d'environ 500°C (**figure 3.1**). Ces autoclaves sont également conçus pour résister à des pressions de l'ordre de 500 MPa. Néanmoins pour le bon déroulement de la réaction d'illitisation une température de 300°C, une pression de confinement de 100 MPa ainsi qu'une pression de fluide de 50 MPa ont été appliquées.

Le montage réalisé en amont de l'autoclave ne présente que deux entrées, l'une pour la

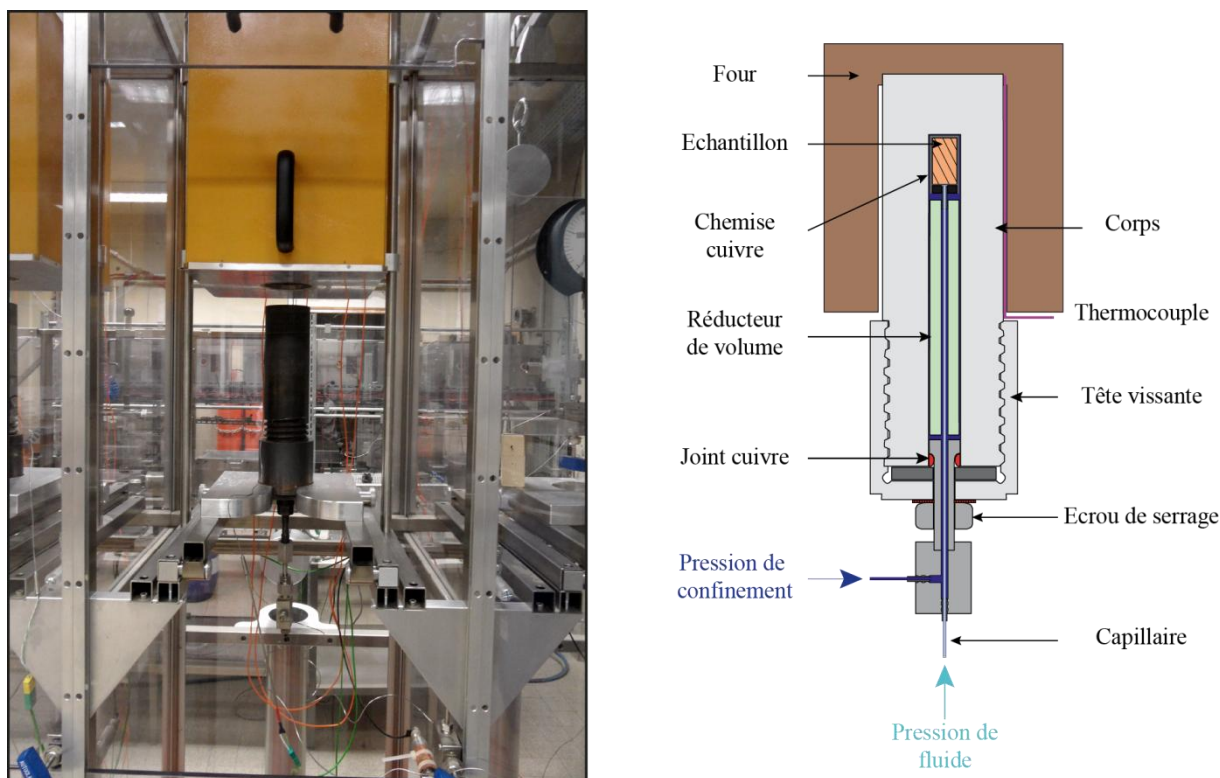


Figure 3.1: Photo et schéma de principe des autoclaves verticaux à chauffage externe utilisés pour les expériences d'illitisation.

pression de confinement et l'autre pour l'insertion d'un thermocouple. Cependant, comme nos expériences sont faites sous pression effective nous avons réemployé l'entrée classiquement dédiée au thermocouple pour insérer un capillaire par lequel passe la pression de fluide (**figure 3.1**). Ainsi, pour contrôler la température au cours des expériences, et pour des raisons techniques évidentes, le thermocouple est placé à l'extérieur de l'autoclave, entre la tête de ce dernier et le four. Une calibration a été faite au préalable pour s'assurer de la relation entre cette température externe et la température réelle à laquelle est soumis notre échantillon à l'intérieur de la bombe. Au cours de cette calibration nous avons pu évaluer le gradient de température entre deux points distants de 5 cm grâce à un thermocouple à deux points de lecture ; ce gradient est d'environ 5°C (**figure 3.2**). Cette valeur se situe dans la gamme de précision des thermocouples utilisés à savoir $\pm 5^\circ\text{C}$.

La mise sous pression de confinement et de fluide de notre échantillon se fait par le biais d'une seule et même pompe qui comprime de l'eau. L'eau sous pression est tout d'abord envoyée dans le circuit de confinement, séparé de celui de la pression de fluide par un Té et une série de vannes. Une fois la pression désirée on isole le circuit de confinement de la pompe, on connecte alors la pompe au circuit d'alimentation de pression de fluide pour atteindre la pression désirée.

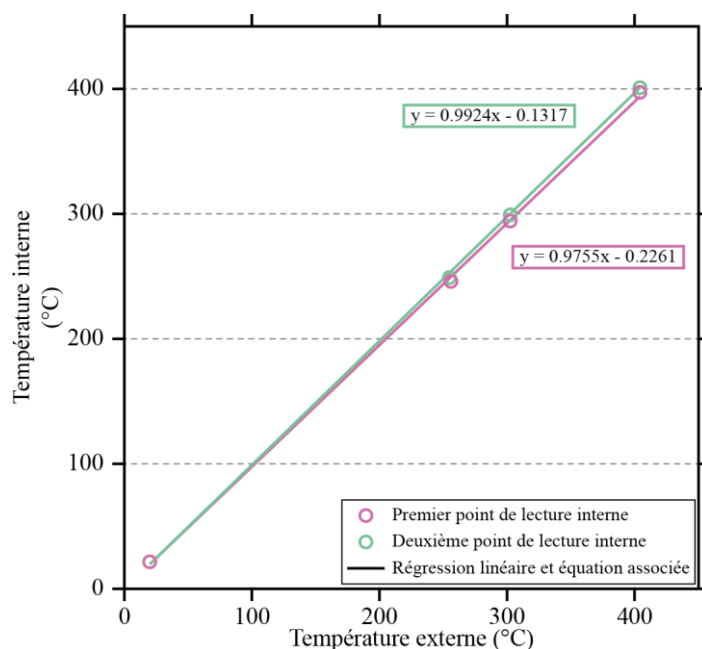


Figure 3.2 : Relation entre les températures lues par les thermocouples interne et externe au cours d'une calibration. Comme indiqué sur le graphique le thermocouple interne possède deux points de lecture pour évaluer le gradient de température auquel les échantillons seront soumis au sein de l'autoclave.

1.1.2. Montage colonne-échantillon

Un montage spécifique colonne-échantillon a été élaboré afin de permettre l'application simultanée d'une pression de confinement combinée à une pression de fluide différente (**figure 3.3**). Ce montage s'inspire fortement du montage colonne-échantillon de type Paterson. L'échantillon, surmonté d'un disque en céramique poreuse (porosité d'environ 15 %), est placé dans une chemise en cuivre. Ce disque de céramique sert d'une part, à répartir uniformément le fluide sur toute la surface de l'échantillon et d'autre part, à éviter l'obstruction du capillaire par l'infiltration de particules argileuses issues de l'échantillon. À l'une des extrémités du montage se trouve une pièce percée en inox dans laquelle un capillaire pour le passage du fluide est brasé. De l'autre côté, on trouve la même pièce, cette fois pleine afin de servir de « bouchon ». Ces deux pièces sont creusées d'une gorge qui permet d'accueillir un joint torique afin de faire étanchéité et d'isoler ainsi le circuit « fluide » du circuit pression de confinement qui s'applique tout autour de ce montage. Les joints utilisés sont des joints capables de résister à des températures de plus de 300°C (joints ISOLAST® de dimension 12.42x1.78 mm). Le tout est enfin inséré dans le fond de l'autoclave, au niveau de la zone chaude du four. Les échantillons ont des dimensions spécifiques (limitées par les dimensions propres à l'autoclave lui-même) avec un diamètre initial d'environ 15 mm et une longueur d'environ 30 mm.

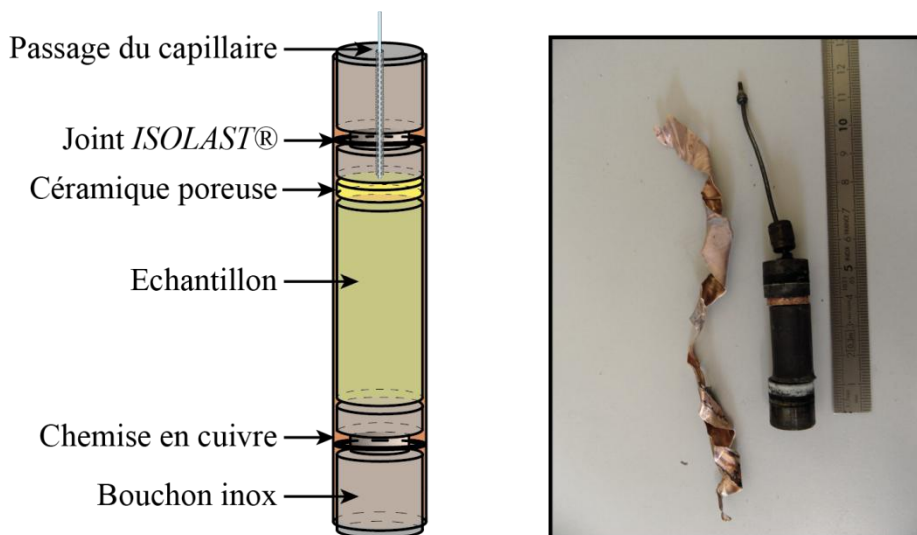


Figure 3.3 : Schéma et photo du montage colonne-échantillon pour les manipes réalisées en autoclave.

1.2. Presse Paterson

1.2.1. Généralités

La presse triaxiale de type Paterson a été utilisée pour les expériences de déformation. Cette presse consiste en un autoclave cylindrique à chauffage interne pressurisé à l'argon et pouvant atteindre des pressions de l'ordre de 500 MPa. La montée en température est assurée soit par un four en molybdène à trois enroulements qui permet d'atteindre une température maximale de 1400°C, soit par un four en kanthal qui permet de monter à des températures moindres, de l'ordre de 700°C. Par ailleurs, cette presse est équipée de nombreux capteurs qui permettent de contrôler divers paramètres au cours des expériences (vitesse de déformation, force appliquée, raccourcissement, pression de fluides...).

La presse Paterson utilisée à Orléans est dotée de deux modules de déformation permettant soit une déformation en torsion, soit une déformation coaxiale. La déformation en torsion permet un cisaillement simple de l'échantillon, tandis que la déformation coaxiale permet une compression de l'échantillon [Paterson, 1990]. Au cours de cette thèse, seul le module de déformation coaxiale a été utilisé, de ce fait les méthodes concernant la déformation en torsion ne seront pas abordées dans cette étude.

L'avantage de la presse Paterson pour nos expériences demeure en la présence d'un volumomètre. Cet équipement consiste en un réservoir équipé d'une seringue contrôlée par un moteur. En fonction de l'information envoyée au moteur la seringue peut soit se rétracter et donc recueillir du fluide ou alors pousser pour injecter du fluide (argon ou eau). Classiquement, la seringue est utilisée en poussée afin d'effectuer des mesures de perméabilité. Cependant au cours de nos expériences nous avons majoritairement utilisé la capacité de la seringue à se rétracter afin de recueillir les fluides expulsés des échantillons sous l'effet de la compression. Nous pouvons ainsi suivre l'évolution de la porosité des échantillons au cours des expériences.

1.2.2. Montage colonne-échantillon

De la même façon que pour les autoclaves à chauffage externe, la presse Paterson nécessite un montage spécifique de l'échantillon au sein d'une colonne servant de porte-échantillon. Cette colonne est constituée de l'échantillon et de divers pistons assemblés dans une chemise métallique d'un diamètre interne de 15 mm. Classiquement deux types de chemises sont utilisés en fonction des conditions expérimentales appliquées : en cuivre ou en fer. Le cuivre est couramment utilisé dans les expériences de basses températures (< 850°C). L'avantage de ce métal par rapport au fer réside en sa faible résistance à la déformation. Ceci permet de s'assurer que la chemise n'oppose pas de résistance à la déformation de

l'échantillon. Etant donné les températures utilisées au cours de nos expériences ($\leq 300^{\circ}\text{C}$), toutes les colonnes ont été réalisées avec une chemise en cuivre. L'influence de cette dernière sur le signal rhéologique est discutée dans la section suivante.

Les pistons placés de part et d'autre de l'échantillon sont tous forés en leur centre, permettant non seulement l'insertion d'un thermocouple pour le contrôle de la température, mais aussi l'expulsion des fluides sous l'effet de la compaction. Au contact de l'échantillon sont placés des petits disques de céramiques poreuses. Tout comme dans le cas de notre montage en autoclave à chauffage externe, ces disques permettent la bonne répartition du fluide sur la surface de l'échantillon et prémunissent le circuit d'une éventuelle obstruction par des particules argileuses provenant de l'échantillon. Les pistons, les disques poreux ainsi que l'échantillon (tous d'un diamètre de 15 mm) sont soigneusement rectifiés au tour afin que leurs faces soit parfaitement planes et parallèles entre elles et orthogonales à l'axe de la colonne. Dans ces conditions, les pistons, bien plus résistants que l'échantillon, transmettent les contraintes à ce dernier sans accommoder de déformation. Le tout est enfin inséré dans la chemise en cuivre qui permet le maintien ainsi que le bon alignement des diverses pièces et qui assure l'étanchéité entre pression de confinement et pression de fluide au sein de l'autoclave.

1.2.3. Géométries de la colonne

En fonction des conditions pressions-température ainsi qu'en fonction du type d'échantillon nous avons dû adapter le montage et la géométrie de la colonne porte-échantillon. Les différents montages utilisés au cours des expériences sont expliqués dans cette section.

1.2.3.1. Géométrie à température ambiante

Des expériences à température ambiante ont été réalisées sur deux types d'échantillons différents : des échantillons naturels et des échantillons préalablement illitisés expérimentalement au laboratoire par le biais des autoclaves verticaux à chauffage externe décrits précédemment. En ce qui concerne les échantillons naturels le montage est comme décrit dans la section 1.2.2. (**figure 3.4a**). En revanche, les échantillons illitisés expérimentalement font l'objet d'un montage différent. En effet, lors de la phase d'illitisation en autoclave vertical, les échantillons sont soumis à une pression effective de 500 bars, ce qui induit une compaction de l'échantillon et une réduction de son diamètre initiale de 15 mm. La

surface de l'échantillon à l'issue de ces expériences est aussi très déformée et a tendance à former des bourrelets (**figure 3.5**). Hors pour des soucis d'étanchéité il est important d'avoir la surface la plus lisse possible. Pour cela nous ré-échantillonons des carottes de 10 mm de diamètre à partir de ces échantillons déformés. Ce diamètre de 10 mm est inférieur à celui des chemises en cuivre utilisées pour le montage de la colonne (15 mm). Pour pallier à cela une géométrie de la colonne dite en « os de chien » a été utilisée. Dans ce but la chemise en cuivre est travaillée au tour et moulée sur un ersatz d'échantillon au diamètre équivalent à celui de l'échantillon réel. Enfin les différentes pièces et pistons sont insérés dans la chemise ainsi modifiée (**figure 3.4b**).

1.2.3.2. Géométrie à 300°C

Lors des premières expériences conduites à 300°C sur des échantillons naturels de

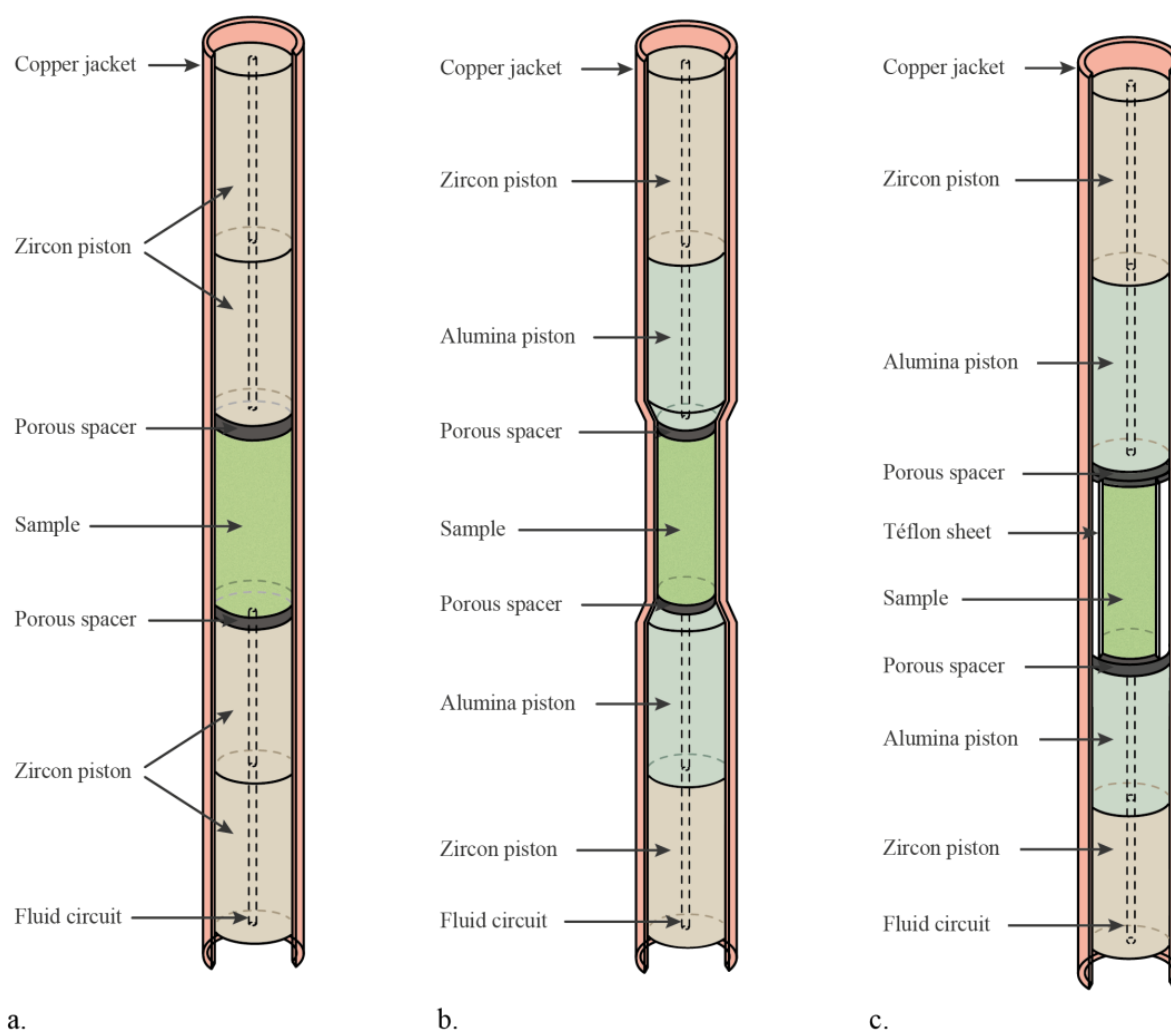


Figure 3.4 : Présentation des différents types de montage « colonne-échantillon » utilisés au cours des expériences en presse Paterson. a. montage utilisé avec les échantillons naturels. b. montage utilisé avec les échantillons illités. c. montage utilisé pour les expériences à haute température.

diamètre 15, nous nous sommes heurtés au problème de la grande malléabilité du cuivre dans ces conditions. En effet, à 300°C la chemise en cuivre se déforme très facilement et s'invagine dans la moindre aspérité présente sur la surface de l'échantillon provoquant sa perforation et donc la perte d'étanchéité du système. Pour remédier à ce problème nous avons une nouvelle fois adapté le montage. Pour cela nous avons légèrement réduit le diamètre de l'échantillon (de 15 à 14 mm) afin de l'envelopper d'une fine couche de Téflon qui permet d'amortir les effets des aspérités surfaciques de l'échantillon et de prévenir ainsi tout risque de perforation de la chemise en cuivre (**figure 3.4c**).



Figure 3.5 : Photo montrant les aspérités de surface des échantillons après illitisation en autoclave.

1.2.4. Correction de l'influence de la chemise

Pour évaluer la part de contribution de la déformation de la chemise en cuivre sur le signal rhéologique, des tests de calibration ont été menés. Ces tests consistent à enregistrer le signal rhéologique pur issu de la déformation de la chemise en cuivre. Pour ce faire une colonne a été montée dans les mêmes conditions que dans les expériences sauf que l'échantillon est remplacé par deux demi cylindres en acier inoxydable accolés à une fine lamelle de Téflon. De par ce montage toute la déformation est accommodée par le cuivre et nous avons ainsi directement accès au signal rhéologique de ce dernier (**figure 3.6**). La **figure 3.7** montre d'ailleurs la courbe contrainte-déformation obtenue lors de cette expérience de calibration. On remarque que la contrainte atteint très rapidement un seuil qui se trouve aux alentours de 28 MPa. Cette contribution reste négligeable en comparaison des contraintes obtenues lors des manipes triaxiales qui seront décrites dans les chapitres suivants.

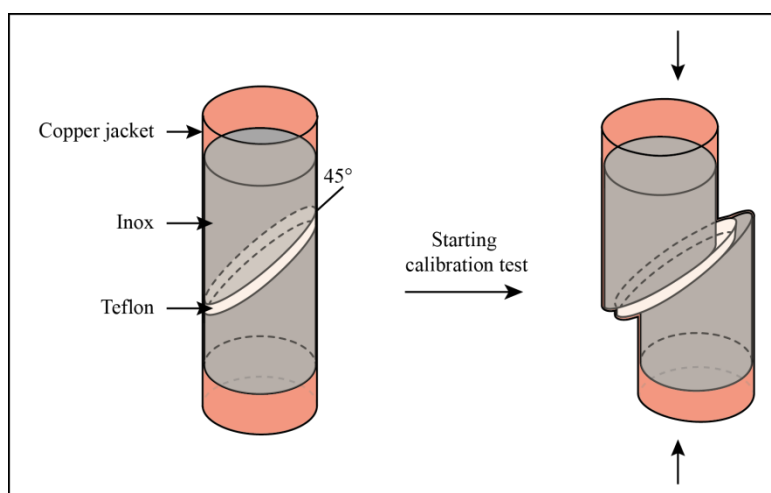


Figure 3.6 : Montage servant à remplacer l'échantillon afin d'évaluer la contribution de la chemise en cuivre sur le signal rhéologique obtenu au cours de nos expériences triaxiales.

1.3. Œdomètre haute pression

L'œdomètre est un appareil conçu pour réaliser des tests de compressibilité sur des éprouvettes de sols ou de roches cylindriques jusqu'à des contraintes de 50 MPa (**figure 3.8**). Il est composé d'une enceinte cylindrique indéformable d'environ 50 mm de longueur et 15 mm de diamètre (dans laquelle on place l'échantillon) coiffée d'un chapeau. À la base de l'enceinte se trouve une série de deux pistons (de diamètre 15 et 30 mm) reliés par une rotule, le piston se trouvant à la base de l'œdomètre ayant un diamètre plus important. L'intérêt de ce montage avec deux pistons de diamètre différent étant de démultiplier la force appliquée à l'échantillon grâce au rapport des sections. Le système de mise sous pression se fait à la base du piston mobile par un système de pompe hydraulique. Afin de réaliser des tests drainés ou encore d'appliquer une contre pression au cours des essais, deux orifices ont été forés, l'un dans le chapeau et l'autre à la base du petit piston. Généralement, les tests sont réalisés en conditions drainées, de ce fait, l'un des deux orifices est laissé ouvert et est raccordé à une burette afin de mesurer la quantité de fluide expulsée au cours de la compaction. L'œdomètre est également équipé d'un capteur de déplacement qui se déplace de manière solidaire aux pistons. Ainsi au cours des tests de compaction, on a directement accès au raccourcissement subi par l'échantillon.

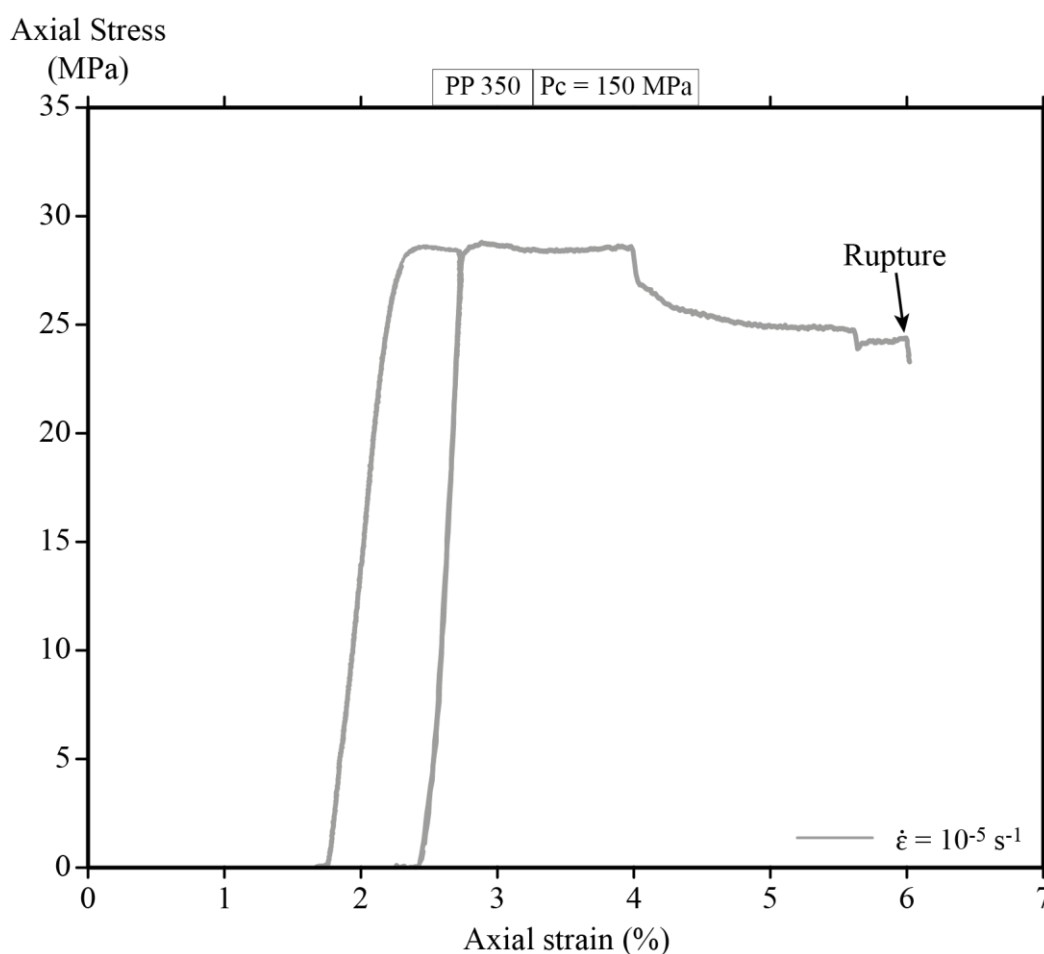


Figure 3.7 : Courbe rhéologique issue de la manipe de calibration de la chemise en cuivre. La contrainte seuil est relativement faible d'une valeur de 28 MPa.

2. Techniques analytiques

2.1. Diffraction des rayons X (DRX)

2.1.1. Généralités

Toutes les analyses minéralogiques par DRX ont été effectuées à l'ISTO. L'analyse des fractions totale et inférieure à 2 μ m (voir **annexe A** pour le protocole d'extraction de cette fraction) nécessitant deux configurations de préparation différentes (capillaire ou lame orientée), deux diffractomètres différents ont ainsi été utilisés.

Les analyses de la fraction totale ont été effectuées sur un diffractomètre Inell en géométrie Debye-Scherrer. L'appareil est équipé d'un détecteur sensible en position courbe (INEL CPS120). Une anticathode en cobalt est utilisée et le rayonnement $\text{Co}_{K\alpha}$ ($\lambda_{\text{Co}_{K\alpha}} = 1.78897 \text{ \AA}$) est filtré par un monochromateur à 35 kV et 35 mA avec une résolution de 0.03°.

Les échantillons sont scannés en mode continu à une vitesse de $0.2^\circ 2\theta$ par minute dans la gamme de 3 à $120^\circ 2\theta$.

Pour la fraction argileuse les diffractogrammes ont été obtenus avec un diffractomètre ARL'XTRA en mode Bragg-Brentano (θ - θ). Ce diffractomètre est équipé d'un détecteur solide Si(Li) filtrant le rayonnement $\text{Cu}_{K\alpha}$ ($\lambda_{\text{Cu}_{K\alpha}} = 1,5418 \text{ \AA}$) à 40kV et 40mA. Les échantillons sont scannés à une vitesse de $0.3^\circ 2\theta$ par minute par pas de $0.05^\circ 2\theta$ dans la gamme de 0.8 à $24^\circ 2\theta$.

2.1.2. Configurations d'analyse

L'analyse de la fraction totale se fait sur poudre désorientée que l'on place dans un capillaire de verre de diamètre 0.3 mm. Ici les effets d'orientation préférentielle des minéraux argileux sont minimisés.

En revanche l'analyse de la fraction argileuse ($< 2\mu\text{m}$) se fait à partir de lames orientées. Cela consiste à placer 1 mL d'une suspension contenant un mélange d'eau distillée et de poudre avec une concentration d'environ 10g.L^{-1} sur une lame de verre (voir **annexe A** pour la procédure détaillée). La lame est ensuite séchée à l'air libre permettant ainsi le dépôt des plaquettes d'argile parallèlement à la surface de la lame. Trois lames sont ainsi préparées :

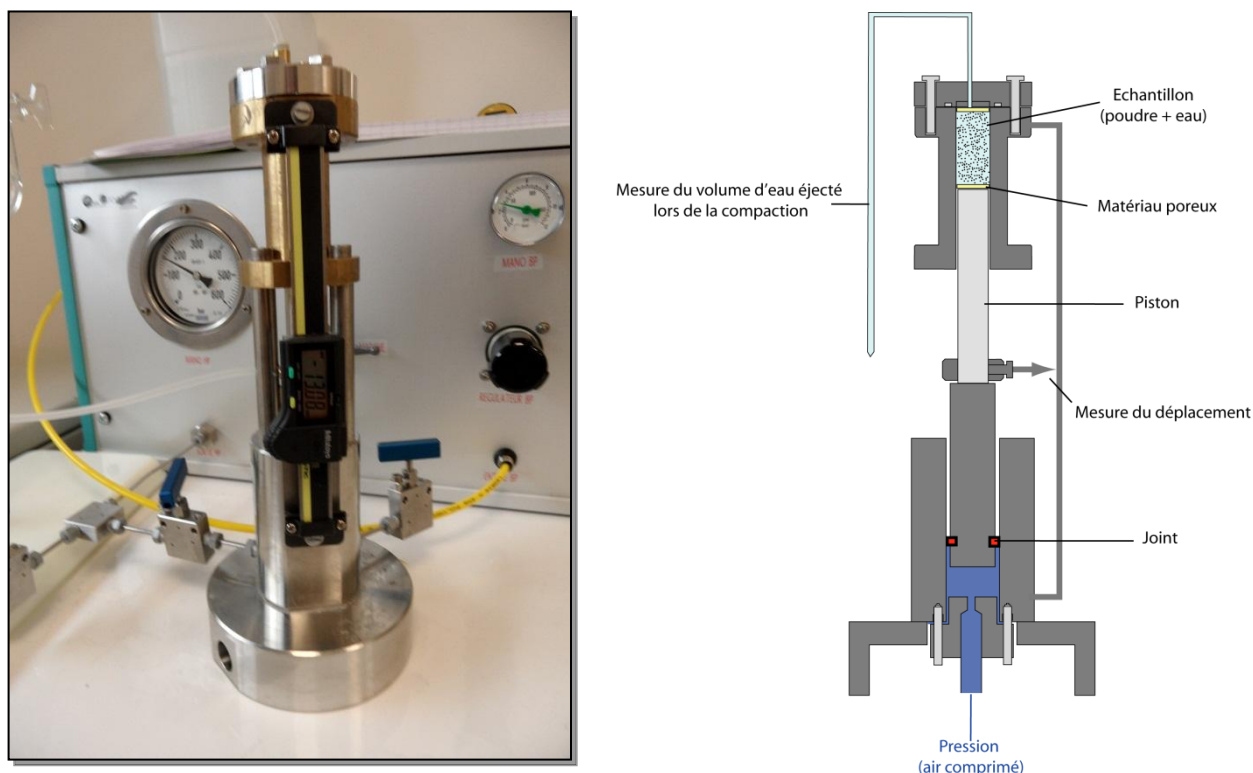


Figure 3.8 : Photo et schéma de principe de l'œdomètre utilisé au cours de cette étude.

l'une est analysée telle quelle (lame témoin), la deuxième est chauffée à 520°C et la troisième est saturée à l'éthylène glycol pendant une nuit. Ces deux traitements spécifiques (chauffe et saturation en éthylène glycol) présentent des intérêts bien précis :

- La chauffe à 520 °C permet de distinguer la kaolinite de la chlorite classiquement identifiées par leur raie de diffraction à 7 Å. Lorsque la kaolinite est chauffée à 520°C sa structure est détruite, ainsi son pic de diffraction présent initialement à 7 Å disparaît. En revanche pour la chlorite le pic de diffraction à 7 Å demeure après un tel traitement puisque ce dernier n'affecte pas sa structure.

- La saturation à l'éthylène glycol permet de s'assurer de la présence ou non d'argiles gonflantes. Pour cela on compare le diffractogramme acquis dans les conditions de saturation à l'éthylène glycol avec le diffractogramme témoin. Si on observe une migration des pics de diffraction vers les petits angles, alors l'assemblage minéralogique contient des argiles gonflantes.

2.1.3. Semi-quantification

La simple lecture des diffractogrammes permet d'identifier de manière qualitative les différentes phases minéralogiques présentes dans l'échantillon analysé. Pour aller plus loin, plusieurs équipes de recherche ont mis au point des méthodes plus ou moins précises pour évaluer les proportions de ces différentes phases [Biscaye, 1965; Lanson and Besson, 1992; Fisher and Underwood, 1995; Underwood et al., 2003]. Certaines méthodes consistent à modéliser/simuler le diffractogramme obtenu expérimentalement. Pour cela le diffractogramme est décomposé (en Gaussienne ou Lorentzienne) afin d'identifier la contribution de chaque phase minérale au signal DRX total [Lanson and Besson, 1992; Reynolds and Hower, 1970]. Ce genre de méthode donne des estimations fiables mais il s'agit d'une méthode longue à mettre en place car elle nécessite une parfaite connaissance de la structure des minéraux (informations obtenues au microscope électronique à transmission au préalable nécessaires). D'autres méthodes, en revanche se basent sur les rapports de surface de pic pour établir des semi-quantifications. Elles reposent sur l'hypothèse que la surface du pic caractéristique d'un minéral est fonction de son abondance absolue mais aussi de l'abondance de toutes les autres phases. En d'autres termes, la surface d'un pic de diffraction est influencée par la proportion relative de toutes les phases minérales présentes dans l'assemblage (**figure 3.9**). Ainsi plusieurs sets de facteurs de normalisation ont été proposés dans la littérature [Biscaye, 1965; Fisher and Underwood, 1995; Underwood et al., 2003].

$$\begin{aligned}
 S_{Q1}F_{QQ} + S_{P1}F_{PQ} + S_{C1}F_{CQ} &= A_{Q1}, \\
 S_{Q2}F_{QQ} + S_{P2}F_{PQ} + S_{C2}F_{CQ} &= A_{Q2}, \\
 S_{Q3}F_{QQ} + S_{P3}F_{PQ} + S_{C3}F_{CQ} &= A_{Q3}, \\
 S_{Q4}F_{QQ} + S_{P4}F_{PQ} + S_{C4}F_{CQ} &= A_{Q4}.
 \end{aligned}
 \Rightarrow
 \begin{bmatrix}
 S & & & & & \\
 & S & & & & \\
 & & S & & & \\
 & & & S & & \\
 & & & & S & \\
 S & S & S & S & S & S
 \end{bmatrix}
 \begin{bmatrix}
 F_Q \\
 F_P \\
 F_C \\
 F_S \\
 F_I \\
 F_K \\
 U
 \end{bmatrix}
 =
 \begin{bmatrix}
 A_Q \\
 A_P \\
 A_C \\
 A_S \\
 A_I \\
 A_K
 \end{bmatrix}$$

Figure 3.9 : Méthode de calcul matriciel utilisée pour le calcul de l'abondance relative des minéraux d'un assemblage (selon Fisher et Underwood [1995]).

Cette méthode présente une marge d'erreur d'environ 15% mais est beaucoup plus accessible que celle se basant sur la simulation de diffractogramme, c'est donc cette méthode que nous avons choisi d'appliquer au cours de cette thèse. Pour cela nous nous sommes servis des facteurs de normalisation établis par *Underwood et al.* [2003] car ils ont été mis au point pour des assemblages minéralogiques semblables à nos échantillons (**figure 3.10**). Pour le calcul de la surface des pics, nous avons utilisé le logiciel *Peakfit*.

2.2. Microtomographie X

La microtomographie X est une technique de micro-imagerie 3D non destructrice. Elle consiste à réaliser au sein d'un échantillon une série de radiographies 2D sous différents angles. Grâce à un algorithme de reconstruction, ces images 2D sont assemblées pour recréer le volume de l'objet étudié. L'algorithme utilisé se base sur le calcul du coefficient d'atténuation du matériau en tout point. Ce coefficient relie l'intensité des rayons X transmis à

Random bulk powders		Affected mineral in standard mixture			
		Total clay	Quartz	Plagioclase	Calcite
Influencing mineral:	Total clay	2.0718E-02	-3.6067E-04	2.4613E-04	-1.3475E-03
	Quartz	-3.8644E-05	1.2340E-03	-2.1509E-05	-6.8407E-05
	Plagioclase	6.6736E-04	-1.2044E-04	2.5357E-03	5.1954E-05
	Calcite	1.1920E-05	1.9068E-05	1.1882E-04	2.7128E-03
<2 µm fraction		Affected mineral in standard mixture			
		Smectite	Illite	Chlorite	Quartz
Influencing mineral:	Smectite	1.0890E-03	-1.5328E-04	-2.4315E-04	-2.1743E-04
	Illite	4.5487E-04	2.9373E-03	-3.3780E-04	9.7609E-06
	Chlorite	1.9984E-05	2.9901E-04	2.2389E-03	2.3975E-04
	Quartz	6.6121E-03	3.3672E-03	3.5400E-03	1.0007E-02

Figure 3.10 : Facteurs de normalisation pour l'analyse en DRX de poudre contenant argiles (smectite, illite, chlorite et quartz), quartz, plagioclase et calcite pour la fraction totale et la fraction inférieure à 2 µm. D'après *Underwood et al.* [2003].

la densité du matériau traversé [Attix and Roesch, 1968]. Ainsi la représentation 3D finale reflète les variations de densité au sein de l'échantillon.

Les analyses par microtomographie X ont été réalisées sur un appareil de type Nanotom 180 NF disponible à l'ISTO. Les images brutes ont été acquises grâce à une caméra CCD (Charge-Coupled Device) de résolution 1024*1024 pixels, puis corrigées en réduisant le bruit, la dureté du rayon (beam hardening) et les artéfacts circulaires. Au cours de l'acquisition, la résolution des images mesurée en voxel (qui représente la taille du plus petit cube élémentaire) est comprise entre 23 et 36 μm^3 en fonction de la taille initiale de l'échantillon.

2.3. Mesures des vitesses des ondes P

La mesure de la vitesse des ondes P est réalisée en laboratoire avant et après expérience. À cette fin, un appareil a été spécialement conçu à l'ISTO au cours de cette thèse. Cet appareil consiste en un tube cylindrique d'un diamètre de 15 mm coiffé d'un chapeau amovible d'un côté et d'un piston mobile de l'autre dans lesquels sont nichés les capteurs acoustiques. Le piston est contrôlé par un système de type « vis-écrou » couplé à un capteur de force. L'échantillon est placé dans le cylindre indéformable et une certaine force lui est appliquée grâce au piston mobile afin de refermer d'éventuelles microfissures (**figure 3.11**). Les échantillons sont cylindriques et sont préparés de sorte que leur hauteur soit inférieure à leur diamètre (qui a une valeur de 10 ou 15 mm en fonction du type d'échantillon testé). Lors des mesures, les échantillons présentant un diamètre inférieur à celui de la cellule œdométrique, soit 15 mm, sont entourés par une gaine de Téflon dont le diamètre interne s'ajuste à celui de l'échantillon et le diamètre externe s'adapte à celui de la cellule œdométrique. Ce système prévient ainsi tout risque de déformation horizontale de l'échantillon lors de la mise sous contrainte qui précède la mesure. Dans tous les cas, lors de la mesure, les échantillons sont surmontés d'une céramique poreuse (porosité ouverte $\sim 14\%$; diamètre ~ 15 mm ; longueur ~ 4.2 mm) afin d'éviter la naissance de surpression dans les échantillons et s'assurer que la contrainte appliquée correspond bien à la contrainte effective.

Afin de déterminer la vitesse des ondes P traversant les échantillons, la méthode de transmission par impulsion a été choisie. Pour cela, nous avons utilisé des céramiques piézoélectriques positionnées dans le chapeau et le piston comme un couple « source-récepteur » pour la propagation des ondes. Le capteur situé dans le piston joue le rôle d'émetteur, l'émission étant contrôlée par un logiciel dédié nommé *Wavegen*. Les ondes ainsi émises traversent le dispositif contenant l'échantillon et sont recueillies par le capteur présent

dans le chapeau, le signal recueilli est envoyé au PC et traité par l'application *AEwin* (**figure 3.11**).

Au cours de l'acquisition, la fréquence de polarisation de l'onde est fixée à 2 MHz. Les formes d'ondes sont enregistrées sur une durée de 30s (i.e. acquisition d'environ 160 formes d'onde pour chaque échantillon) et moyennées dans le but de lisser le bruit de fond grâce à une routine élaborée sur le logiciel *Scilab*. L'incertitude sur la détermination du temps de traversée de l'onde est de $\pm 0.2 \mu\text{s}$. Ainsi pour un échantillon d'une longueur de 9.6 mm et une vitesse de 2140m.s^{-1} , l'erreur estimée est d'environ $\pm 95\text{m.s}^{-1}$.

Il est à noter que la vitesse de propagation finale obtenue est la somme du temps de traversée de l'onde dans le piston, l'échantillon, la céramique poreuse et le chapeau. Afin d'obtenir le temps de traversée de l'onde dans l'échantillon seul et ainsi connaître la vitesse de propagation propre à chaque échantillon il faut retrancher le temps de traversée de l'onde dans le piston, le chapeau et la céramique poreuse au signal total. Pour ce faire, le temps caractéristique de traversée de l'onde dans chacune de ces pièces a été mesuré. Le temps de traversée de l'onde dans chacune de ces pièces est ensuite déduit du signal total lorsque le test est réalisé en présence d'un échantillon (**figure 3.12**).

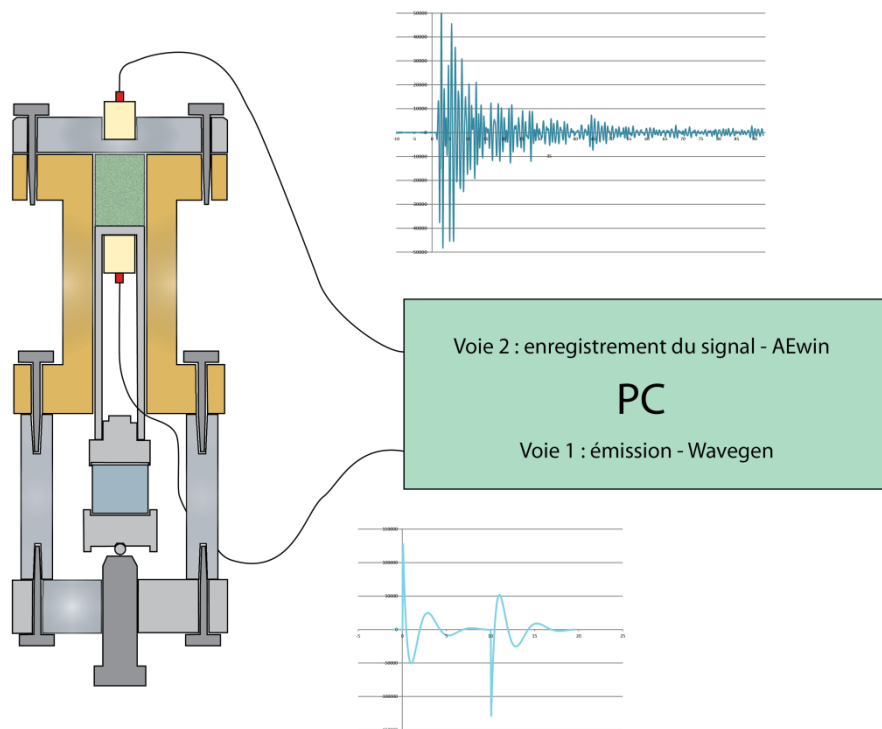


Figure 3.11 : Schéma de principe de l'appareil dédié aux mesures acoustiques élaboré à l'ISTO.

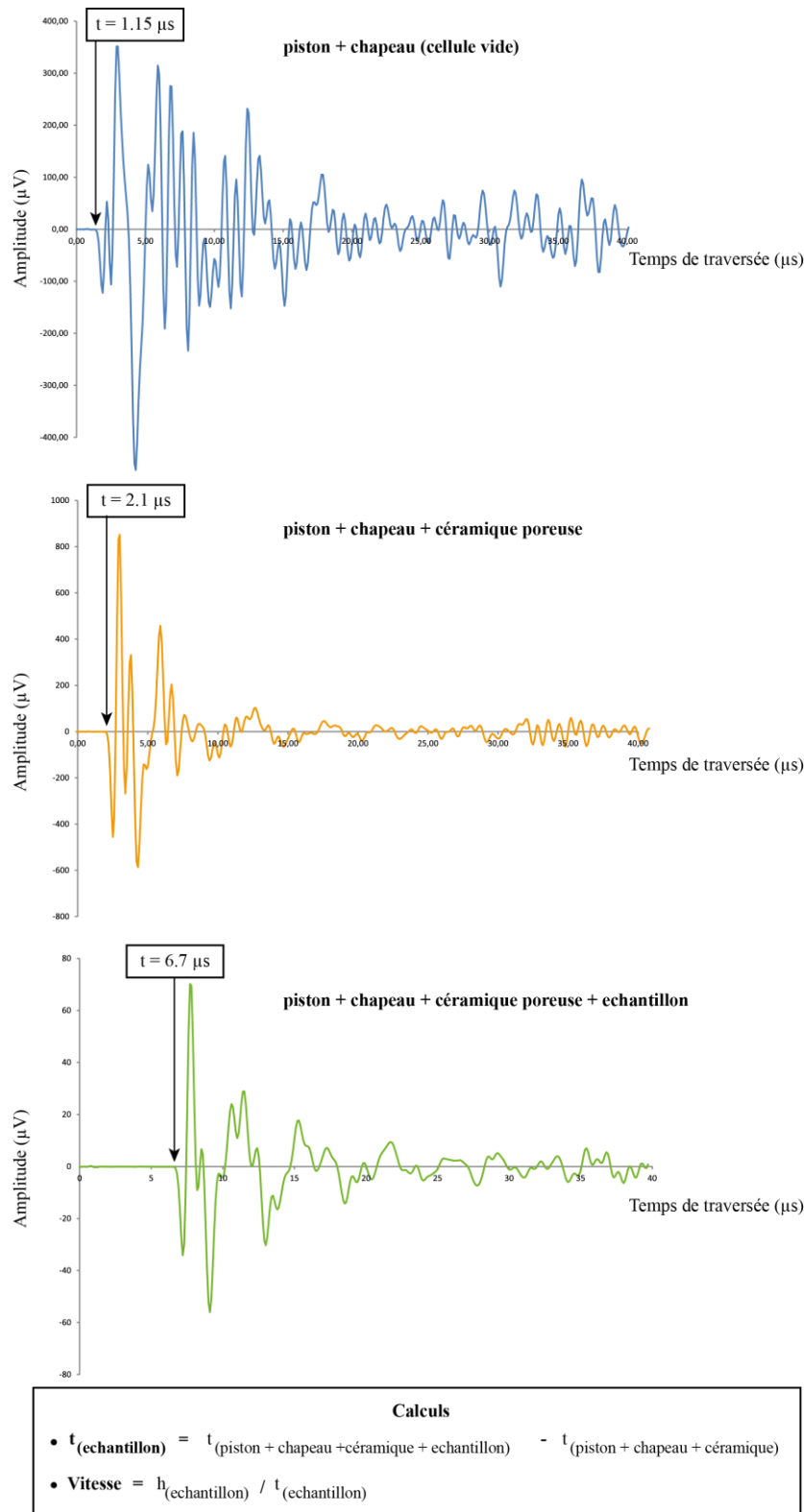


Figure 3.12 : Démarche pour la mesure de la vitesse des ondes P dans les échantillons. Tout d'abord, le temps de traversée de l'onde (t) dans le dispositif à vide est mesuré (ici $t = 1.15 \mu\text{s}$) ensuite le temps de traversée de l'onde dans la céramique poreuse utilisée lors des mesures est calculé. Pour cela la céramique poreuse est placée dans l'appareil de mesure. Le temps de traversée de l'onde dans le dispositif contenant la céramique poreuse est de $2.1 \mu\text{s}$, ce qui signifie que le temps de traversée dans cette dernière est de $0.95 \mu\text{s}$ ($2.1 - 1.15$). Enfin lors des mesures réalisées sur les échantillons, on déduit cette valeur de $2.1 \mu\text{s}$ au temps de traversée total de l'onde dans le dispositif, ici $6.7 - 2.1 = 4.6 \mu\text{s}$. Ainsi l'échantillon est traversé par l'onde en $4.6 \mu\text{s}$. Enfin, pour connaître la vitesse de propagation de l'onde dans l'échantillon on divise simplement la longueur de l'échantillon (ici $h = 9.41 \text{ mm}$) par le temps de traversée de l'onde (ici $4.6 \mu\text{s}$), ce qui donne dans ce cas une vitesse de 2045 m/s .

CHAPITRE IV

MATÉRIAUX DE DÉPART ET PROTOCOLES EXPÉRIMENTAUX

1. Matériaux de départ

1.1. Choix des matériaux de départ

Le but de cette thèse étant de caractériser la rhéologie et les propriétés mécaniques des roches et sédiments qui entrent en subduction, nous avons donc choisi dans un premier temps de travailler avec des échantillons naturels provenant d'un paléo-prisme d'accrétion : le paléo-prisme de Miura-Boso (**figure 4.1a**) qui constitue les deux péninsules fermant la baie de Tokyo au Japon. Il est composé de deux formations géologiques relativement jeunes : la formation de Misaki (9.9 Ma) et la formation de Nishizaki (6.8 Ma) [Kawakami, 2001 ; Yamamoto and Kawakami, 2005]. Nos échantillons proviennent de la formation de Nishizaki exposée sur Boso (**figure 4.1b**). Cette formation est composée majoritairement de couches de siltstones riches en minéraux argileux en alternance avec (1) de rares lits de grès scoriacés accompagnés de tuffs vitreux dans les horizons supérieur et moyen et (2) d'épaisses couches

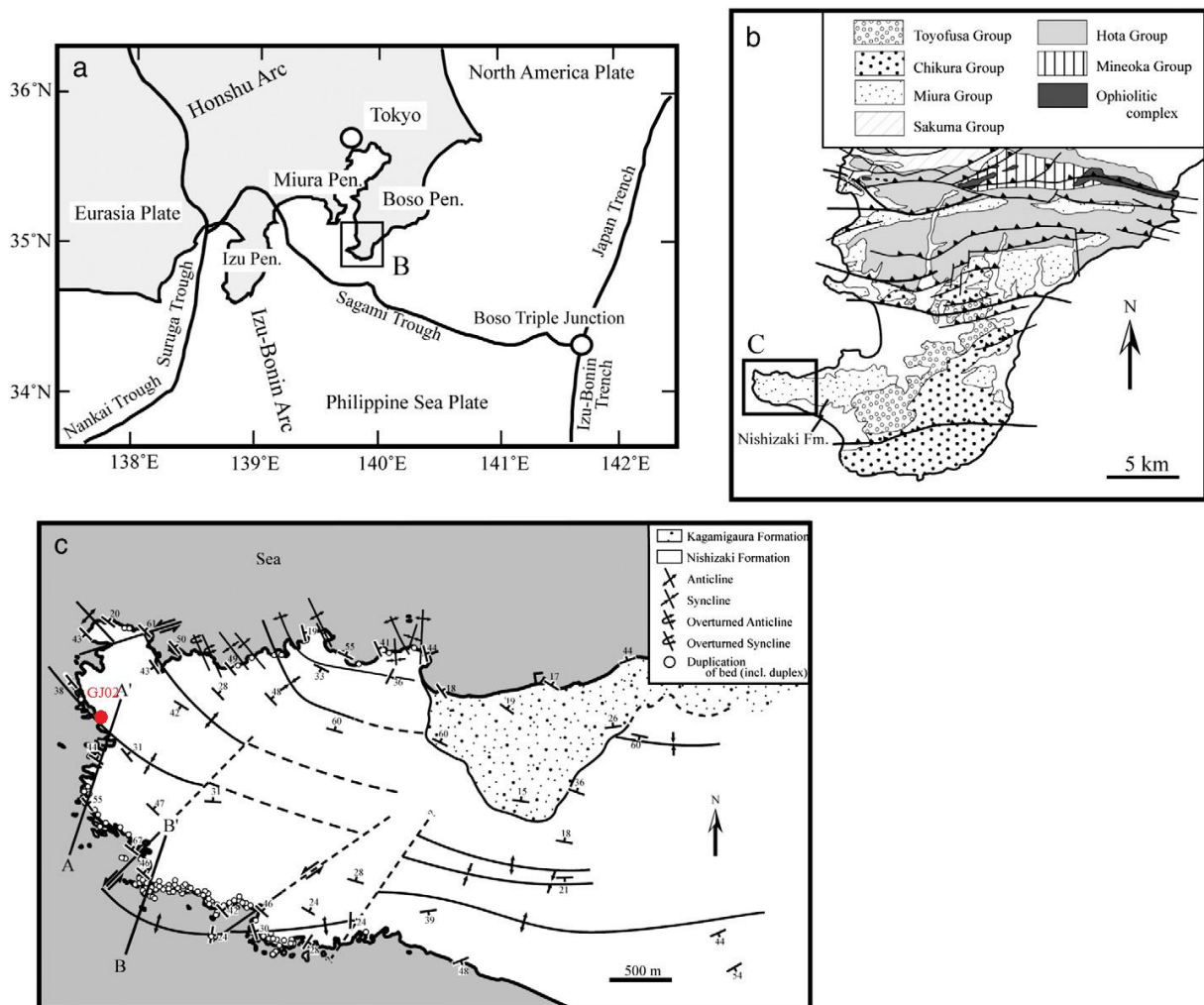


Figure 4.1 : a. localisation de la Péninsule de Boso Miura. b. carte géologique des lieux. c. zoom sur l'endroit spécifique d'échantillonnage. Figure issue de Yamamoto et al., [2005].

de conglomérats riches en scories et en ponces, dans l'horizon inférieur [Kameda *et al.*, 2010].

La structure globale du paléo-prisme se scinde en trois unités, du bas vers le haut [Yamamoto *et al.*, 2005].

- Le chevauchement basal, qui se branche sur un ancien décollement, caractérisé par une gouge de faille centimétrique entourée par une brèche au toit et une zone fortement concentrée en bandes de cisaillement au mur.
- L'unité chevauchante juste au-dessus du décollement, caractérisée par la présence de nombreuses failles et par des structures en duplex.
- L'unité supérieure cohérente qui est en partie composée de couches cohérentes de sédiments.

L'unité supérieure est celle où l'intensité de la déformation est la plus basse, c'est donc au sein de cette unité que nous avons échantillonné nos matériaux de départ (coordonnées GPS : 34°58.249'N ; 139°45.309'E (**figure 4.1.c**)). Nous avons prélevé des blocs de siltstones présentant une texture homogène et exempts de toute structure tectonique apparente (**figure 4.2**). Ainsi, dans les blocs prélevés, seule la stratification primaire est parfois visible par la présence de lits plus riches en quartz. Ces siltstones n'ont à priori pas encore subi la transformation smectite → illite puisque les paléo-températures maximales atteintes au sein du paléo-prisme de Miura Boso n'excèdent pas les 50°C [Yamamoto, 2003]. De plus ces roches conservent une porosité importante, de l'ordre de 35 à 50 % en raison de leur faible profondeur d'enfouissement (< 1000 m). Ainsi ces échantillons constituent des échantillons de départs idéaux pour nos expériences. Dans la suite du manuscrit, ces échantillons porteront la référence GJ02.



Figure 4.2 : Bloc de siltstone (GJ02) prélevé sur le terrain. La flèche indique la direction perpendiculaire à la stratification.

Par ailleurs, pour revenir à un système simplifié, dans certaines expériences nous avons utilisé des poudres de smectite. La poudre utilisée est la poudre smectitique de référence SWy1 provenant de la « Clay Minerals Society ».

1.2. Caractérisation des échantillons naturels (GJ02)

1.2.1. Minéralogie

Les diffractogrammes obtenus par diffractions des rayons X montrent que les échantillons naturels (GJ02) sont composés d'un assemblage minéralogique assez simple : quartz, feldspaths, smectite sous forme de feuillets interstratifiés aléatoirement avec de l'illite (I-S), illite et kaolinite (**figures 4.3a** et **4.3b**). La semi-quantification réalisée à partir de l'aire sous chacun des pics concernés (voir chapitre précédent pour détails) montre que les échantillons présentent une forte composante argileuse avec une abondance relative de 56 %. Le quartz représente 25 % de l'assemblage et les feldspaths 19% (**figure 4.3c**). L'analyse de la fraction inférieure à 2 μm indique que la phase argileuse prépondérante est l'interstratifié I-S (67 % de la fraction inférieure à 2 μm). L'illite est présente à hauteur de 22 %, la kaolinite représente 4% de la fraction argileuse et le quartz 7 %. Ainsi la fraction totale est composée de 37 % d'I-S, 29 % de quartz, 19 % de feldspaths, 12 % d'illite et 3 % de kaolinite. Enfin la proportion de feuillets smectitiques au sein même des interstratifiés est estimée à environ 57 % ce qui amène à 21 % la proportion de la smectite au sein de la fraction totale de la roche. Ces estimations sont en bon accord avec les analyses et calculs réalisés par *Kameda et al.* [2010] sur la même unité (Nishizaki).

D'autre part, l'assemblage minéralogique et les proportions des différentes phases sont relativement proches des sédiments entrant en subduction dans la fosse de Nankai. En effet, si l'on regarde les analyses minéralogiques réalisées sur des sédiments de fosse et des sédiments hémipélagiques/pélagiques forés au site 1174 (Section de Muroto), on s'aperçoit que l'assemblage minéralogique est le même. En ce qui concerne les proportions des différentes phases (pour la fraction inférieure à 2 μm), les valeurs sont fluctuantes sur le log IODP (**figure 4.4**) (entre 20 et 60 % de smectite, entre 30 et 40 % d'illite, entre 0 et 20 % de kaolinite et entre 0 et 20 % de quartz) mais restent globalement dans le même ordre de grandeur que pour nos échantillons.

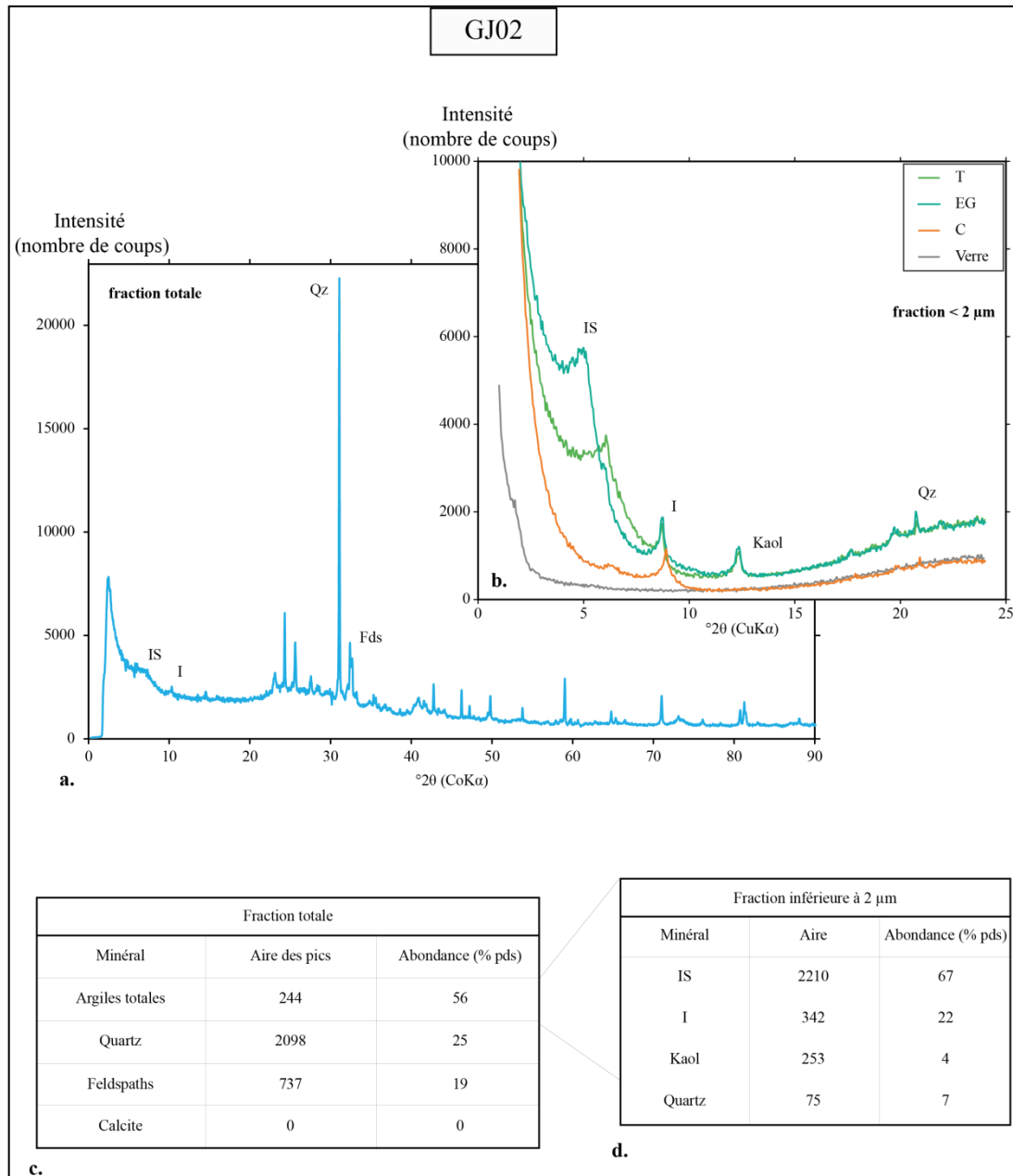


Figure 4.3 : Caractérisation minéralogique de GJ02. **a.** diffractogramme obtenu pour la fraction totale. **b.** diffractogramme obtenu pour la fraction inférieure à 2μm sans traitement (T), saturé à l'éthylène glycol (EG) et chauffée à 520°C (C). **c.** résultats de la semi-quantification pour la fraction totale. **d.** résultats de la semi-quantification pour la fraction argileuse.

1.2.2. Porosité

1.2.2.1. Porosité brute

La porosité des échantillons naturels a été déterminée sur des échantillons carottés en utilisant la technique d'immersion. La procédure est la suivante :

Etape 1 : une carotte est prélevée du bloc rocheux.

Etape 2 : la carotte est plongée dans un récipient rempli d'eau. Des pesées régulières sont effectuées (tous les jours) jusqu'à stabilisation. La carotte totalement hydratée est de nouveau pesée afin d'obtenir la masse à saturation de la carotte (m_w).

Etape 3 : cette carotte est ensuite séchée dans une étuve dont la température est portée à 105°C. Des pesées régulières sont effectuées jusqu'à ce que la carotte ne perde plus d'eau. La carotte ainsi déshydratée est pesée ce qui nous donne sa masse sèche (m_d).

La porosité (Φ) est ensuite calculée en utilisant la formule suivante :

$$\Phi = \frac{m_w - m_d}{V} \quad (4.1)$$

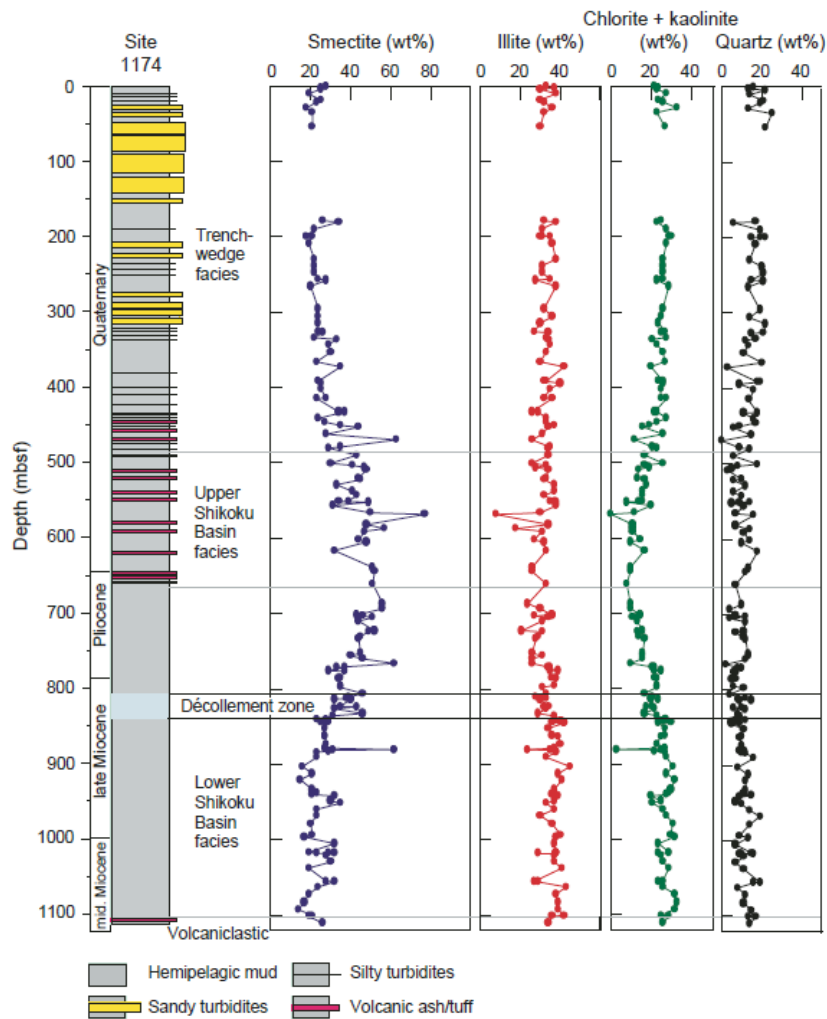


Figure 4.4 : colonne stratigraphique du site 1174 et évolution de la proportion des différentes phases minéralogiques de la fraction inférieure à $2\mu\text{m}$ avec la profondeur d'après Steurer et Underwood [2003].

Avec V le volume total de la carotte (estimé d'après ses dimensions).

La procédure a été répétée sur plusieurs carottes ; les résultats présents en **figure 4.5** montrent que les échantillons conservent une porosité brute moyenne de 43 %. Cependant cette valeur est surestimée par la déshydratation des smectites lors de la phase de chauffe. La valeur brute de porosité a donc besoin d'être corrigée de la quantité d'eau présente dans les smectites afin d'avoir la porosité intergranulaire réelle.

1.2.2.2. Correction

Pour corriger la porosité brute de l'influence des smectites nous avons appliqué le facteur de correction suivant, mis au point par *Kameda et al.* [2010] :

$$\Phi - \Phi_{\text{true}} = \Phi \frac{A\alpha}{(1 - \alpha)W_c} \quad (4.2)$$

Avec Φ_{true} la porosité corrigée, A la fraction pondérale de smectite dans la roche totale (ici $A = 0.23$), α la fraction massique d'eau interfoliaire présente dans la smectite hydratée et W_c la teneur en eau de la roche. La valeur de 0.2, correspondant à la teneur en eau d'une smectite ayant un espace interfoliaire de 15.5 Å [*Brown and Ransom*, 1996], a été utilisée pour α . Ainsi l'équation précédente se simplifie comme suit :

$$\Phi - \Phi_{\text{true}} = \frac{0.0575\Phi}{W_c} \quad (4.3)$$

Après application de la correction, les valeurs de la porosité chutent d'environ 10 % amenant la porosité réelle moyenne de nos échantillons de départ à 34 % (**figure 4.5**). Ces résultats sont en parfait accord avec les résultats obtenus par *Kameda et al.* [2010], pour la formation de Nishizaki.

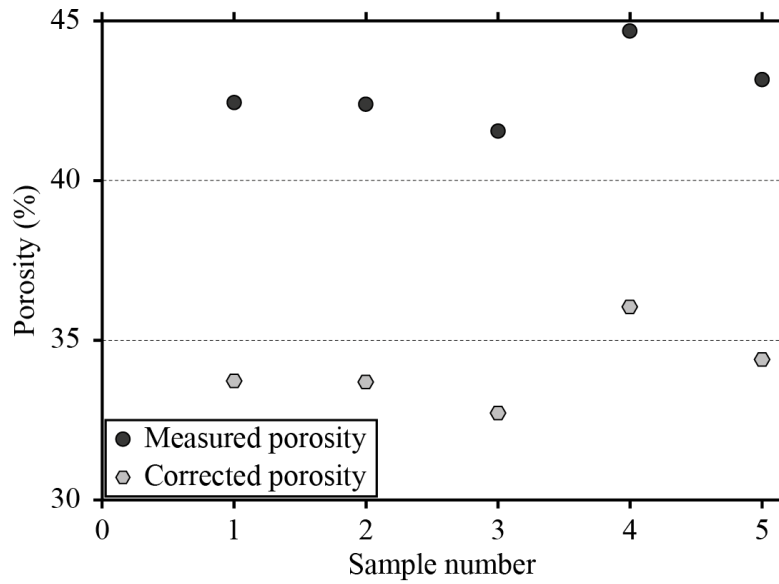


Figure 4.5 : Mesures de porosités et correction de l'influence des smectites sur 5 carottes provenant d'un bloc de siltstones de Boso (GJ02).

1.2.3. Etat de consolidation des échantillons de départ

Très peu de données existent sur l'état de consolidation des siltstones provenant de la péninsule de Boso. Ce que l'on connaît ce sont les paléo-températures maximales atteintes par la roche au cours de son histoire. D'après des estimations basées sur des données de réflectance de la vitrinite, les paléo-températures atteintes seraient de l'ordre de $52 \pm 15^{\circ}\text{C}$ [Yamamoto *et al.*, 2005]. En supposant un gradient paléo-géothermique de $40\text{-}50^{\circ}\text{C}/\text{km}$ (i.e. similaire à celui de la fosse de Nankai à l'heure actuelle [Ashi et Taira, 1993]), cette gamme de température impliquerait une profondeur d'enfouissement moyenne d'environ 1000 mètres.

Afin d'évaluer plus précisément l'état de consolidation des siltstones de Boso, nous avons procédé à des tests de consolidation en oedomètre. Pour cela, nous avons réalisé un test de consolidation par paliers, en oedomètre, sur une carotte de GJ02. En effet, selon Karig and Ask [2003], ce genre d'essai œdométrique sur carotte, permet de retracer la contrainte effective in-situ maximale subie par la roche au cours de son histoire. Il s'agit de la valeur de contrainte atteinte au moment de l'inflexion de la courbe représentant le logarithme de la contrainte axiale appliquée lors de l'essai en fonction de la porosité (**figure 4.6**).

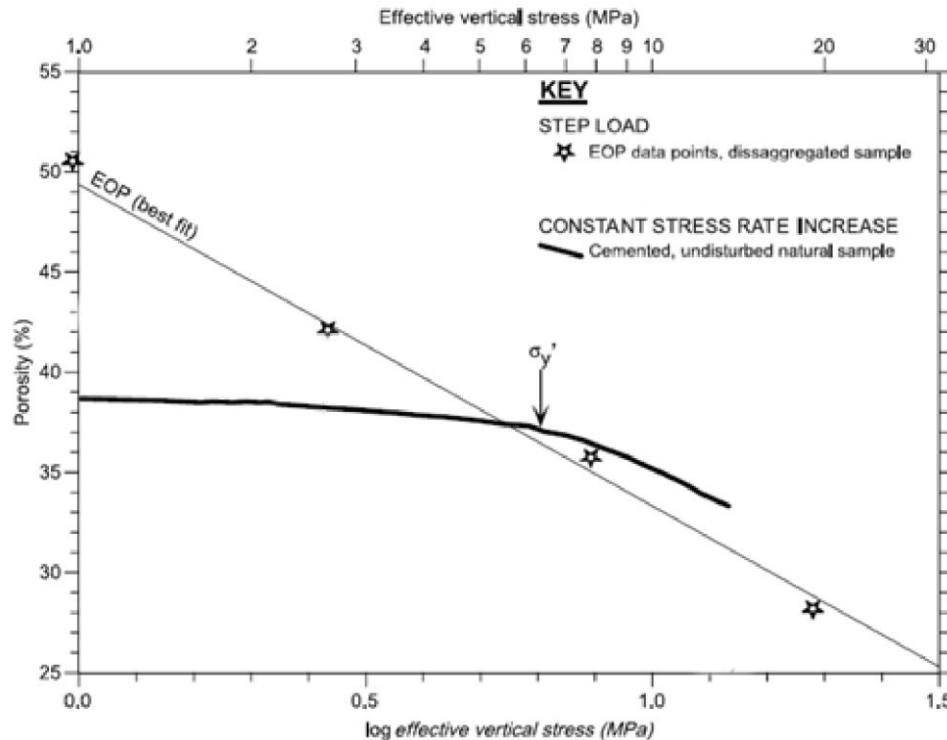


Figure 4.6 : Courbes de consolidation expérimentale obtenues sur une carotte intacte et une poudre issue de ce même échantillon. La divergence des courbes indique une légère cimentation de l'échantillon naturel. « $\sigma'_{y'}$ » marque le point d'inflexion de la courbe de consolidation de l'échantillon naturel et représente donc la contrainte in-situ maximale atteinte par l'échantillon au cours de son histoire géologique. Les matériaux utilisés pour ces tests sont des sédiments marins riches en argiles. D'après Karig et Ask, [2003].

Les tests de consolidation réalisés sur GJ02 sont présentés en **figure 4.7**. On remarque que le point d'inflexion de la courbe, se produit à une valeur de 9.3 MPa, ce qui implique que ces échantillons ont été soumis à une contrainte maximale de 9.3 MPa. Cette contrainte correspond à une profondeur d'enfouissement d'environ 1000 mètres ce qui est cohérent avec les estimations de Yamamoto *et al.* [2005].

2. Préparation des échantillons de départ – Echange du cation interfoliaire

La réaction smectite $\rightarrow$ illite que nous reproduisons en laboratoire nécessite la présence de potassium. Ainsi pour s'assurer que le potassium ne sera pas un facteur limitant dans cette réaction nous avons procédé à un échange du cation interfoliaire des smectites par le potassium. Pour ce faire nous avons suivi le protocole suivant :

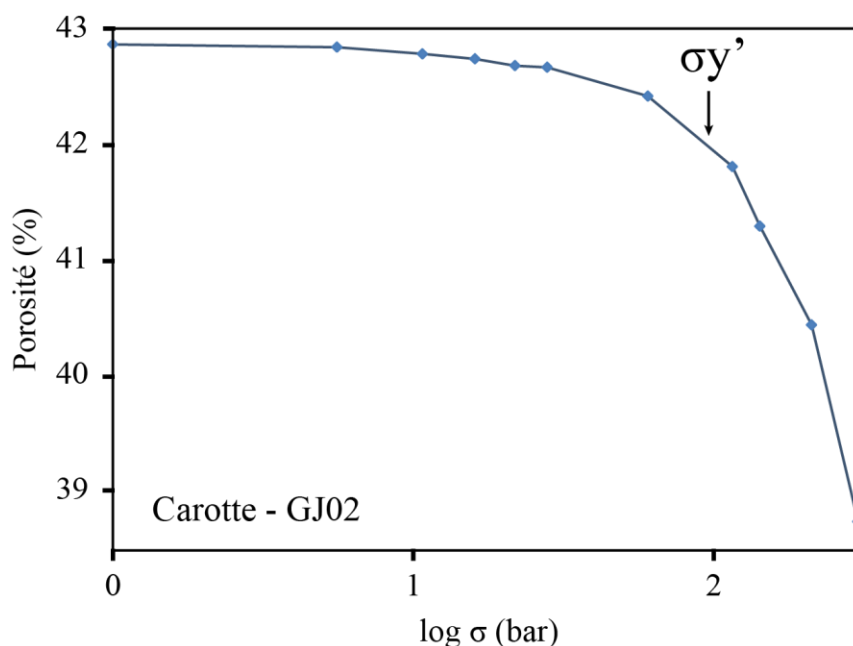


Figure 4.7 : Courbes de consolidation réalisées sur une carotte de GJ02. L'inflexion de la courbe de l'essai se produit pour une valeur de $\log(\sigma)$ de 1.97, soit 9.3 MPa.

Pour les poudres : Une masse de 2 g de poudre est mélangée à 50 mL d'une solution molaire (1M) de KCl. Ce mélange est répété plusieurs fois et est placé dans des tubes à centrifuger en Nalgene. Les tubes sont agités mécaniquement pendant 24h grâce à un agitateur à rouleaux (SRT1 Stuart scientifique) et ce à température ambiante. A la fin de cette étape les tubes sont centrifugés dans une centrifugeuse Hermle Z383 à une force de centrifugation relative de 4500 g pour une durée de 15 minutes. Le surnageant est jeté et le tube est de nouveau rempli avec la solution de KCl 1M. La procédure est répétée 5 fois. À la fin de l'échange, l'échantillon est placé dans une membrane de dialyse que l'on immerge dans un récipient rempli d'eau déminéralisée. Ceci a pour effet d'enlever l'excès d'ions chlorures.

Afin de s'assurer de l'efficacité de l'échange cationique nous avons récolté les solutions de lavage après centrifugation à l'issue de chaque période de 24h. Nous avons ensuite analysé ces solutions grâce à un spectromètre d'absorption atomique. Nous avons suivi l'évolution des cations Ca et Na qui se trouvent initialement au sein des feuillets smectitiques. Les résultats présentés en **figure 4.8** montrent un pic de concentration en Ca et Na après 24h de lavage. La solution de lavage (KCl, 1M), initialement vierge de sodium et calcium se trouve donc chargée de ces deux cations. Ceci indique que l'opération d'échange cationique a bien lieu. Par la suite, la concentration en cation chute rapidement pour se stabiliser au troisième lavage. L'échange opère donc très rapidement au cours des deux premiers lavages. Il est à noter que la concentration en Na est plus de 10 fois plus élevée que celle du calcium montrant que le

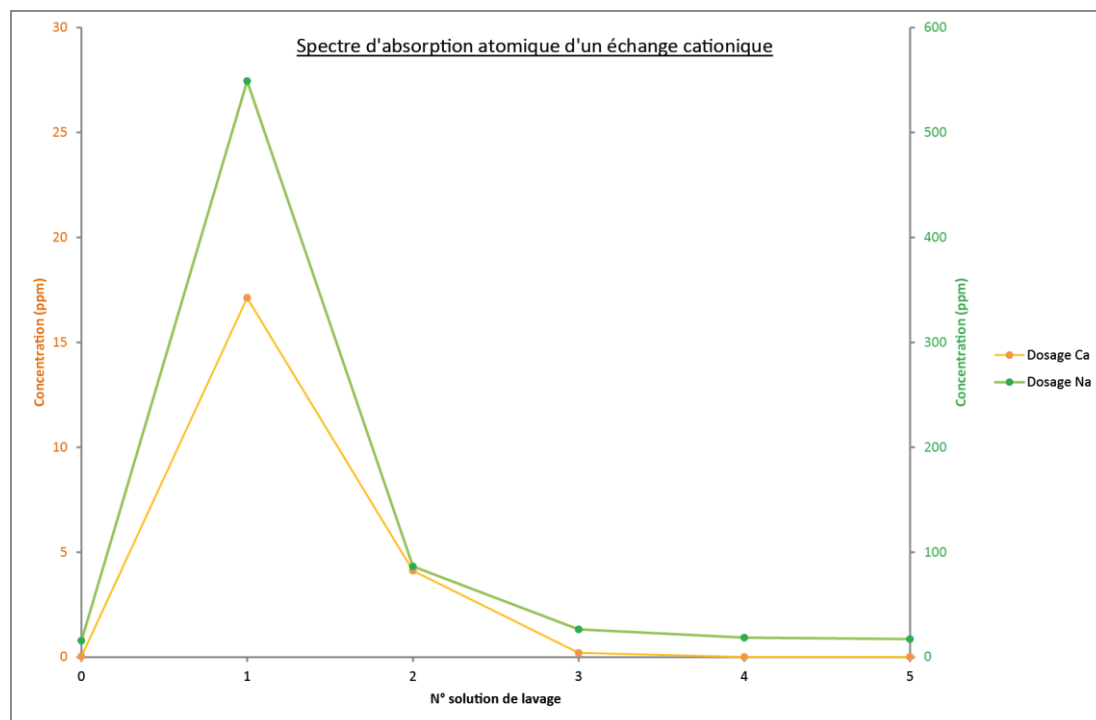


Figure 4.8 : Evolution de la concentration en Ca et Na dans les solutions de lavage au cours d'un échange cationique au KCl d'une poudre de GJ02. Spectres obtenus par spectrométrie d'absorption atomique.

cation interfoliaire prédominant dans la smectite de départ est le sodium. Ces spectres d'adsorption prouvent bien que l'échange se réalise. Ainsi, le protocole expérimental est validé et sera appliqué au cours de la thèse.

Toutefois, afin de voir si le sodium est bien le cation interfoliaire prédominant dans ces échantillons, nous avons réalisé, à partir de ces données, une estimation de la CEC. Pour se faire nous avons procédé en suivant les étapes suivantes :

- Pour chacun des deux types de cation (Na^+ et Ca^{2+}), et à partir des concentrations en PPM des spectres d'absorption atomique, la concentration en mol/L de chaque solution de lavage est calculée en utilisant la formule :

$$[X]_i(\text{mol/L}) = \frac{[X]_i(\text{ppm})}{M[X]} \quad (4.4)$$

Avec $[X]_i$ la concentration du cation considéré dans la solution de lavage considérée (à laquelle l'indice i fait référence et $1 \leq i \leq 5$) et dans l'unité indiquée et $M[X]$ la masse molaire du cation considéré (i.e. $M[\text{Na}^+] = 23\text{g/mol}$; $M[\text{Ca}^{2+}] = 40.1\text{ g/mol}$).

- Le nombre de moles pour chaque cation correspondant dans la solution mère et pour chaque solution de lavage ($n_i[X]$) est ensuite calculé avec :

$$n_i[X] = \frac{[X]_i(mol/L)}{V(L)} \quad (4.5)$$

Avec V, le volume de solution de lavage mis en contact avec la poudre lors de chaque lavage (ici V = 0.05 L).

- Le nombre de milliéquivalents de chaque cation pour les 2 grammes de poudre qui subit l'échange cationique est ensuite calculé selon :

$$Meq_i[X] = n_i[X](mmol) \times charge [X] \quad (4.6)$$

Avec « charge [X] » la charge du cation correspondant.

- La CEC est ensuite calculée comme suit :

$$CEC = \left[\left(\sum_{i=1}^5 Meq_i[Ca^{2+}] \right) + \left(\sum_{i=1}^5 Meq_i[Na^+] \right) \right] \times 50 \quad (4.7)$$

Le fait de multiplier par 50 est fait pour ramener la quantité de milliéquivalent à 100 g de poudre et ainsi avoir une CEC exprimée en meq/100g.

En suivant une à une ces étapes nous avons estimé la CEC des échantillons de la péninsule de Boso à environ 78 meq/100g. Il est à noter que la contribution du calcium à cette valeur de CEC est très faible (~ 3%). D'autre part, cette valeur est à comparer aux valeurs de CEC estimées pour la smectite du Wyoming de référence (SWy2) qui est d'environ 85 meq/100g. La CEC estimée par notre méthode semble donc réaliste et indique que le cation prédominant dans l'espace interfoliaire des smectites des échantillons GJ02 est bien le sodium, même si le calcium, le magnésium et le potassium s'y retrouve certainement également en quantité moindre.

CHAPITRE V

RHÉOLOGIE DES ROCHES SÉDIMENTAIRES DU PRISME D'ACCRETION À TEMPERATURE AMBIANTE

- Préambule –

Le but de ce chapitre est double : (1) Tout d'abord ce chapitre a pour vocation d'identifier les modes de déformation des siltstones de la péninsule de Boso et d'évaluer l'impact de cette déformation sur la rhéologie et les propriétés mécaniques de ces roches (modules d'Young, vitesse des ondes P). (2) Le deuxième objectif est de déterminer les effets de la minéralogie (smectite versus illite) sur la rhéologie des matériaux et d'estimer le potentiel de ces roches à générer des instabilités de glissement.

Pour cela, le chapitre est scindé en 3 sections. Dans la première section, nous présentons les résultats de tests triaxiaux en compression menés sur les siltstones riches en smectite de la péninsule de Boso, sous la forme d'un article publié dans la revue « *geochemistry, geophysics, geosystems* ». Cet article est accompagné, à la fin, de son « *supporting information* ». Dans la deuxième section nous apportons des résultats complémentaires à l'article en évaluant notamment les effets de l'orientation de l'échantillon sur la rhéologie et les propriétés mécaniques. Enfin, dans la troisième section, nous présentons les résultats de tests triaxiaux en compression menés sur les siltstones de la péninsule de Boso préalablement enrichis en illite expérimentalement. Ce chapitre est finalement clôturé par une conclusion qui rappelle et discute l'ensemble des résultats.

1. Rhéologie des sédiments riches en smectite

ARTICLE 1

Article accepté dans la revue « *Geochemistry, Geophysics, Geosystems* »

Cet article se concentre sur les expérimentations menées en Presse Paterson à température ambiante sur des siltstones riches en smectite provenant de la péninsule de Boso. L'objectif de cet article est principalement d'identifier les modes de déformation de tels échantillons et d'évaluer l'évolution de leurs propriétés mécaniques au cours de la déformation. Ainsi, les différentes expériences de déformation triaxiale en compression sur ces échantillons naturels y sont exposées. Le mode de déformation ainsi que la rhéologie de ces sédiments sont décrits et discutés. D'autre part, un suivi de la vitesse des ondes P est réalisé grâce à des mesures faites avant et après chaque expérience.

Il apparaît que soumises à un état de contrainte compressif, ces roches se déforment selon deux, voire trois modes associés à un comportement de type durcissant en vitesse et en déformation (*velocity-strengthening* et *strain-hardening*) : d'une part une simple compaction, puis la déformation se localise le long d'une large zone de cisaillement. Dans certains cas la déformation aboutit même à la formation d'un plan de fracture dilatante.

Les mesures de vitesses des ondes P quant à elles permettent de proposer une alternative à l'hypothèse souvent énoncée pour expliquer les anomalies négatives de vitesses sismiques dans la partie superficielle des zones de subduction. En effet, ces zones de faibles vitesses sont interprétées comme des zones de pression de fluide et de porosité anormalement élevées par rapport aux roches encaissantes [Erickson and Jarrard, 1998; Hoffman and Tobin, 2004], or notre étude montre que les effets de la déformation (notamment la destruction du ciment de la roche et la formation induite de microfissures) en contexte de forte pression de fluide pourraient également baisser fortement la vitesse de propagation des ondes P et être ainsi responsables, en partie, des anomalies de vitesse détectées dans les zones de subduction.

Mechanical properties and processes of deformation in shallow sedimentary rocks from subduction zones: an experimental study

Leslie Gadenne^{1,2,3}, Hugues Raimbourg^{1,2,3}, Rémi Champallier^{1,2,3}

⁽¹⁾ *Univ d'Orléans, Institut des Sciences de la Terre d'Orléans, UMR 7327, 45071 Orléans, France*

⁽²⁾ *CNRS/INSU, Institut des Sciences de la Terre d'Orléans, UMR 7327, 45071 Orléans France*

⁽³⁾ *BRGM, Institut des Sciences de la Terre d'Orléans, UMR 7327, BP 36009, 45060 Orléans, France*

(leslie.gadenne@univ-orleans.fr)

Yuzuru Yamamoto⁴

⁽⁴⁾ *Institute for Research on Earth Evolution, JAMSTEC, 2-15 Natsushima-Cho, Yokosuka-city, Kanagawa 237-0061*

Key Points:

- Deformation operates by compaction-assisted shearing and faulting
- Cement breakage induces a decrease in poroelastic stiffness
- V_p anomalies could be induced by cement breakage/microcracks opening

ABSTRACT

To better constrain the mechanical behavior of sediments accreted to accretionary prism, we conducted triaxial mechanical tests on natural samples from the Miura-Boso paleo-accretionary prism (Japan) in drained conditions with confining pressures up to 200 MPa as well as post-experiments P-wave velocity (V_p) measurements.

During experiments, deformation is principally non-coaxial and accommodated by two successive modes of deformation, both associated with strain-hardening and velocity-strengthening behavior: (1) compaction-assisted shearing, distributed in a several mm-wide shear zone and (2) faulting, localized within a few tens of μm -wide, dilatant fault zone. Deformation is also associated with (1) a decrease in Young's modulus all over the tests, (2) anomalously low V_p in the deformed samples compared to their porosity and (3) an increase

in sensitivity of V_p to effective pressure. We interpret this evolution of the poroelastic properties of the material as reflecting the progressive breakage of intergrain cement and the formation of microcracks along with macroscopic deformation.

When applied to natural conditions, these results suggest that the deformation style (localized vs distributed) of shallow ($z < \text{a few km}$) sediments is mainly controlled by the variations in stress/strain rate during the seismic cycle and is therefore independent of the porosity of sediments. Finally, we show that the effect of strain, through cement breakage and microcracks formation, may lower V_p for effective pressure up to 40 MPa. As a consequence, the low V_p anomalies observed in Nankai accretionary prisms by seismic imaging between 2 and 4 km depth [Kitajima and Saffer, 2012] could reflect sediment deformation rather than porosity anomalies.

Keywords: deformation, P-wave velocity, subduction zone

1. INTRODUCTION

Recently, several studies have shown that the underthrust section of the Nankai subduction zone, is characterized by low seismic impedance [Bangs and Shipley, 1999; Park *et al.*, 2002; Bangs *et al.*, 2009]. Similarly, a recent study made by Kitajima and Saffer [2012] reports two broad regions of low seismic velocity along the Nankai subduction plate boundary megathrust offshore SW Japan (between 2 and 4 km and at 10 km below the seafloor). Low seismic velocity/impedance is commonly interpreted as reflecting high porosity of sediments with respect to the surrounding sediments [Erickson and Jarrard, 1998; Hoffman and Tobin, 2004]. This reasoning is based on the simplifying hypothesis that, for a given sediment lithology, velocity converts into porosity, which itself is a function of effective pressure/pore fluid pressure [Karig, 1996]. Indeed, many studies have aimed at deriving empirical relationships between velocity and porosity [Wyllie *et al.*, 1958; Raymer *et al.*, 1980; Han *et al.*, 1986; Issler, 1992; Erickson and Jarrard, 1998], while the conversion of porosity into fluid pressure is based on compaction laws [Bray and Karig, 1985; Karig, 1996]. These laws are built in deep basin settings, where there is limited tectonics and sediment compaction results simply from vertical, uniaxial loading. As a consequence, these laws may apply for underthrusting sediment beneath a mechanically weak décollement [e.g., Byrne and Fisher, 1990] but their relevance to sediments strongly tectonized above the décollement is questionable. Within the accretionary prism, compaction meant as pore volume collapse is not governed simply by uniaxial compaction laws [Le Pichon *et al.*, 1990; Saffer, 2003; Saffer and Bekins, 2006] but it proceeds also for a large part from horizontal compression [Hunze and Wonik, 2007]. Furthermore, beyond the macroscopic porosity decrease, the modes of deformation in accreted sediments are indeed multifold, as attested by natural examples from the shallow portion of accretionary prisms, exhumed in fossil subduction zones such as the Boso Peninsula, Japan [Yamamoto *et al.*, 2005]. There, deformation involve both localized structures, such as conspicuous m-scale faults and much more discrete, distributed structures, such as shear band zones, both contributing to the final strain.

The objectives of this paper are twofold: First we want to better analyze the modes of deformation operative in accreted sediments, which are in general submitted to a large magnitude of strain. Second, we want to assess the extent to which such deformation may affect the sediments poroelastic/ V_p properties independently of the sole porosity variations. For this purpose we present a series of triaxial compressive tests conducted on natural

siltstones from the Miura-Boso accretionary prism, meant as typical material accreted into the accretionary prism. From these tests we determine the evolution with strain of porosity, axial strain and poroelastic properties. P-wave velocities measurements are done before and after experiments to infer the effect of deformation on P-wave velocity. The distribution and geometry of deformation during each test is reconstructed post-mortem from the X-ray microtomographic images of deformed material.

2. MATERIALS AND METHODS

The experimental deformation and the velocity measurements of water-saturated samples were performed at the Institut des Sciences de la Terre d'Orléans (ISTO). The experimental deformation was performed using a triaxial press (Paterson apparatus). The velocity measurements were performed separately before and after deformation with a dedicated apparatus equipped with acoustic measurement transducers.

2.1. Starting material

The starting material for experiments is natural clayey siltstones from the Nishizaki formation (**figure 1a, 1b**). This formation crops out in the Upper Miocene Miura-Boso accretionary prism, central Japan, which is a unique on-land example of the shallow parts of accretionary prism. On this site, the maximum burial depth is estimated to have been shallower than 1000m and maximum paleotemperature ranges between 40 and 52°C [Yamamoto *et al.*, 2005]. As a consequence, diagenesis is not advanced as proved by the abundance of smectite in this area [Kameda *et al.*, 2010]. However, the samples can be partly cemented since the onset of cementation in such sediments could occur at temperature below 55°C [Spinelli *et al.*, 2007]. The deformation is mainly localized on horizontal contraction structures (i.e. duplex structures and imbricate thrusts) between which rocks are almost free from deformation [Yamamoto, 2006]. Thus, samples were carefully selected to avoid large structural features such as faults and did not include scaly fabric (**figure 1c**). In summary, the starting material is considered as representative of frontally accreted sediments in a relatively immature state, i.e. before burial and deformation.

X-ray diffraction (XRD) analyses (see **Supporting Information** for the detailed procedure) indicate that sediments contain abundant randomly interstratified illite-smectite (I-S) (14 Å peak), as well as illite (10 Å peak), kaolinite + chlorite (7 Å peak), quartz (3.34 Å peak) and plagioclase (3.21-3.18 Å double peak). Mineral composition (estimates from the normalization factors of Underwood *et al.* [2003]) consists of ~ 25 wt.% quartz, ~ 20 wt.% plagioclase, up to 40 wt.% I-S, 10-15 wt.% illite, and 0-5 wt.% kaolinite. The total clay content (I-S + illite + kaolinite (+ chlorite)) reaches 55-60 wt.%. The content of smectite in the I-S layer is estimated to ~ 57 % (± 8 %).

The mean porosity (i.e. pore water volume + smectite interlayer water volume), measured by water immersion, is ~ 43 %. The corrected value, reflecting only the pore water volume gives a porosity of about 34 % (see **Supporting Information** for the detailed procedure).

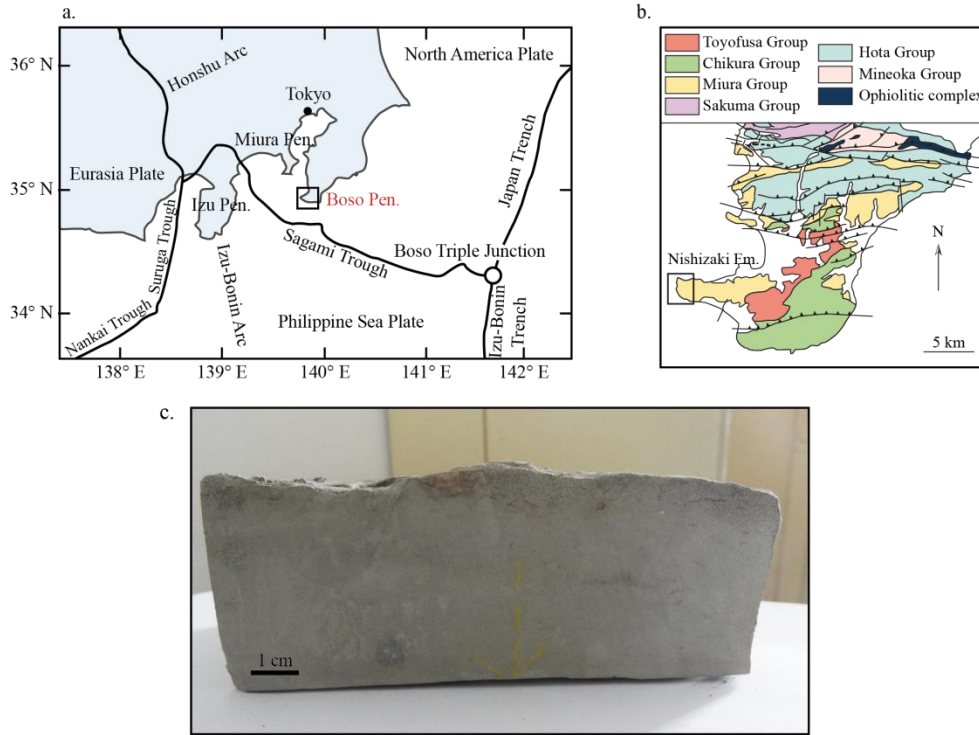


Figure 1: a. Plate configuration in central Japan and localization of the Miura-Boso peninsula, our sampling site. b. Zoom on Boso Peninsula and localization of the Nishizaki formation (modified from [Yamamoto et al., 2005]). c. Block of siltstone from Boso peninsula. The arrow is perpendicular to the bedding.

In the following, “natural” or “undeformed sample” refers to the starting material.

2.2 Triaxial apparatus

Triaxial compressive tests were conducted in a Paterson press [Paterson, 1990] which allows tests in drained conditions (assembly in **figure 2**). Prior to experiments, natural samples were saturated by water immersion for several days. Hence, deformation experiments were performed on saturated samples at four different confining pressures ($P_c = 50, 100, 150$ and 200 MPa) all at room temperature. Here, P_c refers to the argon gas pressure that surrounds the sample. This high range of confining pressure was selected to compact the samples in the course of a single experiment (~ 1 day) down to porosities around 10%, i.e. correlatable to material at depths of the order of a few kilometers below seafloor in modern margins.

The cylinder axis of each core was oriented perpendicular to sedimentary bedding and the samples size was ~ 15 mm in diameter and ~ 30 mm in length to keep a length/diameter ratio near 2. In order to see the effect of strain rate ($\dot{\epsilon}$), the experiments have been done at two servo-controlled strain rates ($\dot{\epsilon} = 10^{-5}$ or 10^{-4} s^{-1}). At any time, an internal sensor measures the internal force applied to the sample. From this value of internal force and the section on which it is exerted we derived the stress (σ_1) applied to the sample by using the following

equation:

$$\sigma_1 = \frac{F}{S_0}$$

With σ_1 the stress (MPa), F the internal force (N) and S_0 the initial section of the sample (mm^2).

The sample shortening induced by compression is recorded at any time by means of LVDTs (Linear Variable Differential Transformers). This shortening is converted into axial strain (ϵ).

Using capillary tubes connected to an external volumometer, the fluid pressure (P_f) on both flat sides of cylindrical samples was kept constant during all tests at a value of 5 MPa. The fluid expelled from the sample during the experiments was stored in a volumometer (**figure 2**), enabling us to calculate the porosity evolution all over the tests.

All tests were carried out according to the same protocol. In the first part of the experiments the confining pressure P_c was increased by step of 10 MPa until 50 MPa and by step of 50 MPa beyond. Steps were separated by intervals of 30 minutes in order to let the sample equilibrate in these new conditions. After reaching the desired P_c , the compression was started at a constant strain rate, with axial force F monitored. In order to evaluate the elastic properties of the samples, this stage was punctuated by several unload-reload cycles conducted at high strain rates, i.e. with an order of magnitude above the monotonic loading

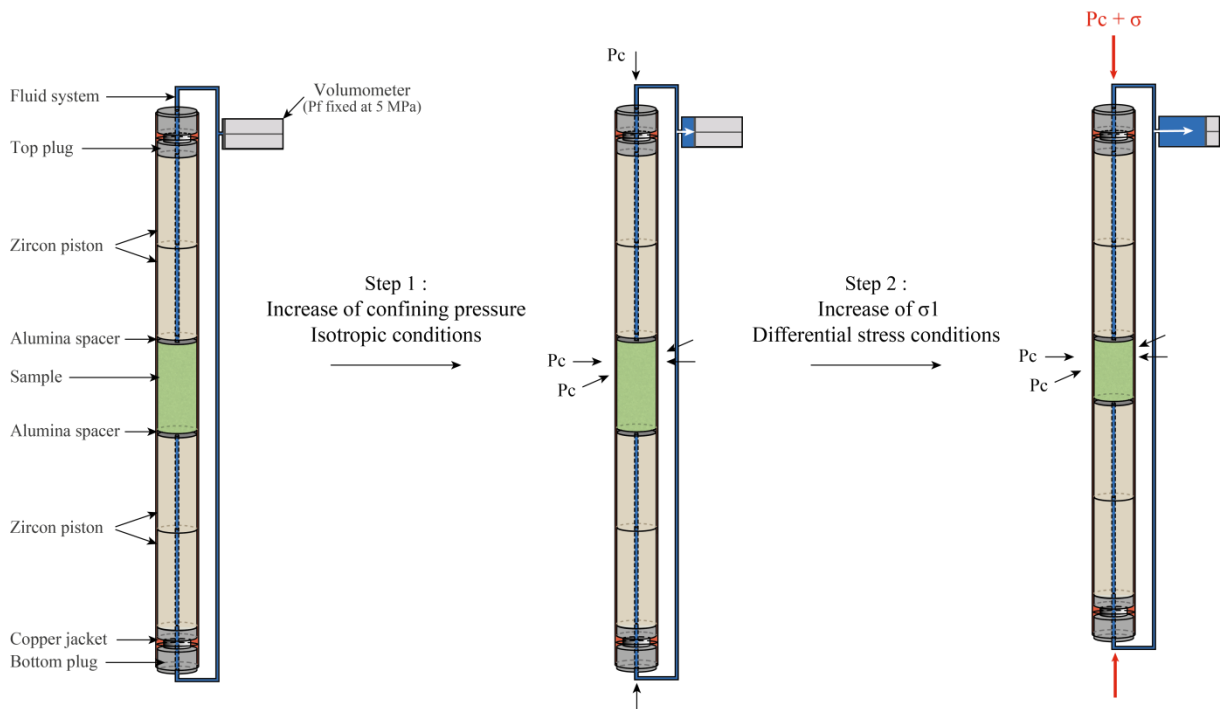


Figure 2: Paterson assembly and principle of experiments.

rate (i.e. $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1} \leq \dot{\epsilon} \leq 10^{-3} \text{ s}^{-1}$).

In the following, samples used in triaxial tests will be called “deformed samples”.

2.3. Jacket correction

Calibration tests were run to evaluate the contribution of the copper jacket on the axial stress measured during triaxial tests (procedure in **Supporting Information**). These tests indicate that the contribution of the jacket is of the order of 16% which gives an estimate of the maximum error made in our stress measurements.

2.4 Measurement of P-wave velocity

Laboratory measurements of P-wave velocity (V_p) were carried out employing a device equipped with acoustic measurement transducers. This device consists of a hollow cylinder, closed at one end by a fixed cap and at the other end by a mobile piston controlled by a mechanical pressure (screw-nut system) (**figure 3**). This is an open system (water is free to escape) in which the sample is placed between the cap and the piston. The stress applied to the sample is controlled by a force sensor placed upstream of the piston.

Before starting the tests the device was calibrated with aluminum samples in order to assure the reliability of the results. Then, two series of samples were analyzed. Firstly we drilled cores from our Boso siltstones samples (starting material). Analyzed samples were ~15 mm in diameter and ~ 10 mm in length. Secondly, after unloading, we subsampled Boso siltstones deformed in the Paterson press in order to see the effect of deformation on velocity. The subsampled minicores were ~10 mm in diameter and ~6.5 mm in length (**figure 4**). All tests were run on saturated samples at room temperature.

We used a pulse transmission method [Christensen, 1985] to determine P-wave velocities. PZT crystals placed in the piston and in the cap are used as a source-receiver pair for wave propagation experiments. The polarized frequency is fixed at 2 MHz. Measurements of velocity were done up to 400 daN (i.e. ~22.6 MPa). Waveforms were recorded at each step of stress increase for a period of 30 seconds. The waveforms are then averaged in order to minimize the background noise and then determine more precisely the travel time¹. The accuracy in the determination of travel time is $\pm 0.2 \text{ } \mu\text{s}$. Then for a core sample 9.6 mm long and a velocity of 2140 m.s^{-1} , precision is estimated to be $\sim \pm 95 \text{ m.s}^{-1}$.

¹ Les formes d'onde brutes sont présentées en **annexe B**.

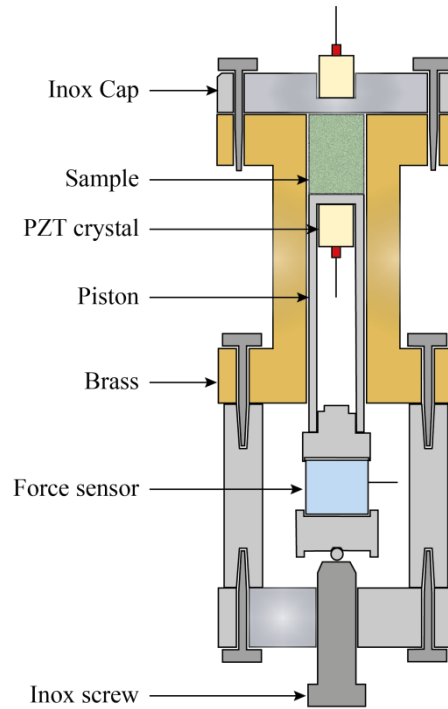


Figure 3: Schematic diagram of the apparatus used for velocity measurements performed in this study.

2.5 Computed tomography scans analysis

Microtomography analyses were performed using an industrial computed tomography (CT) device Nanotom 180NF (GE Phoenix|x-ray, Wunstorf, Germany) available at the ISTO. This unit has a 180 kV nanofocus X-ray tube and a digital detector array (2304X1152 pixels Hamamatsu detector).

The voxel resolution ranges between 26 and 36 μm depending on the initial sample size.

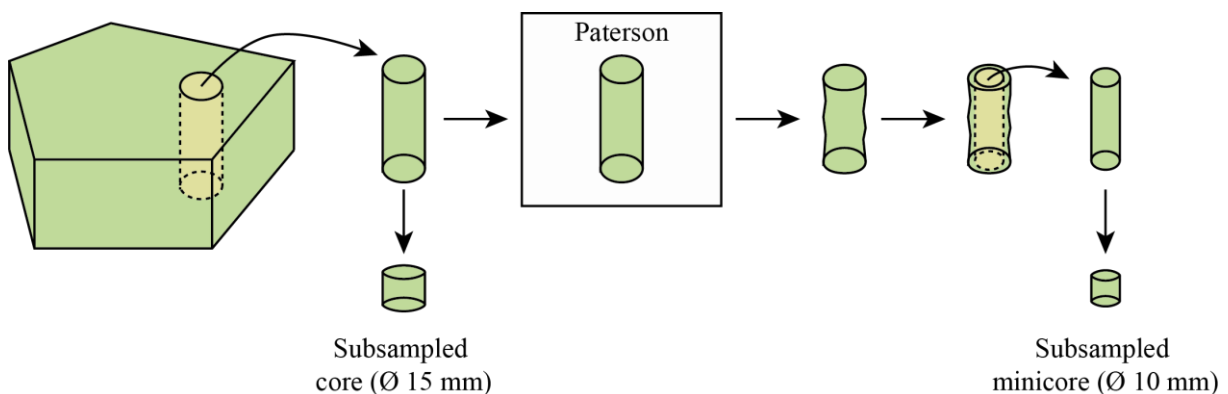


Figure 4: Sampling strategy.

3. RESULTS

3.1. Triaxial tests

A summary of the experimental conditions for each test is presented in table 1.

3.1.1. Porosity evolution

In the following, the values of porosity presented are calculated from the initial corrected value of porosity (i.e. initial pore volume) and assuming that the volume expelled during deformation is only due to pore space squeezing.

Porosity loss occurs during the whole tests (**figures 5 and 6**). Curves “porosity versus log (mean stress)” (with mean stress = $\frac{\sigma_1 + 3P_c}{3}$) are typical consolidation curves with a systematic slope break around 30 MPa (**figure 5**). Beyond this yield stress, the slopes for each tests are rather constant whatever the loading geometry (isotropic vs. anisotropic) involving that porosity is at first order controlled by the mean stress.

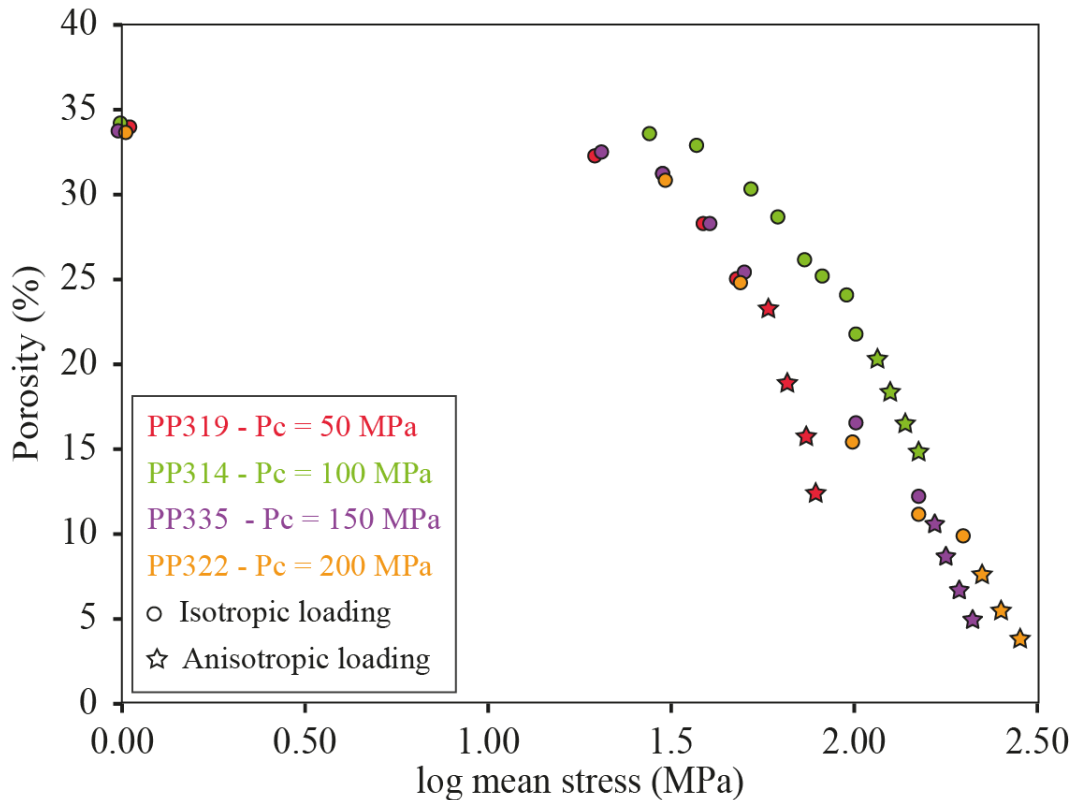


Figure 5: Evolution of porosity with mean stress under anisotropic and isotropic stress conditions. Values of porosity are calculated from the volume of water expelled during experiments recorded by the volumometer. Porosities at beginning are measured by water immersion and corrected from the smectite water volume.

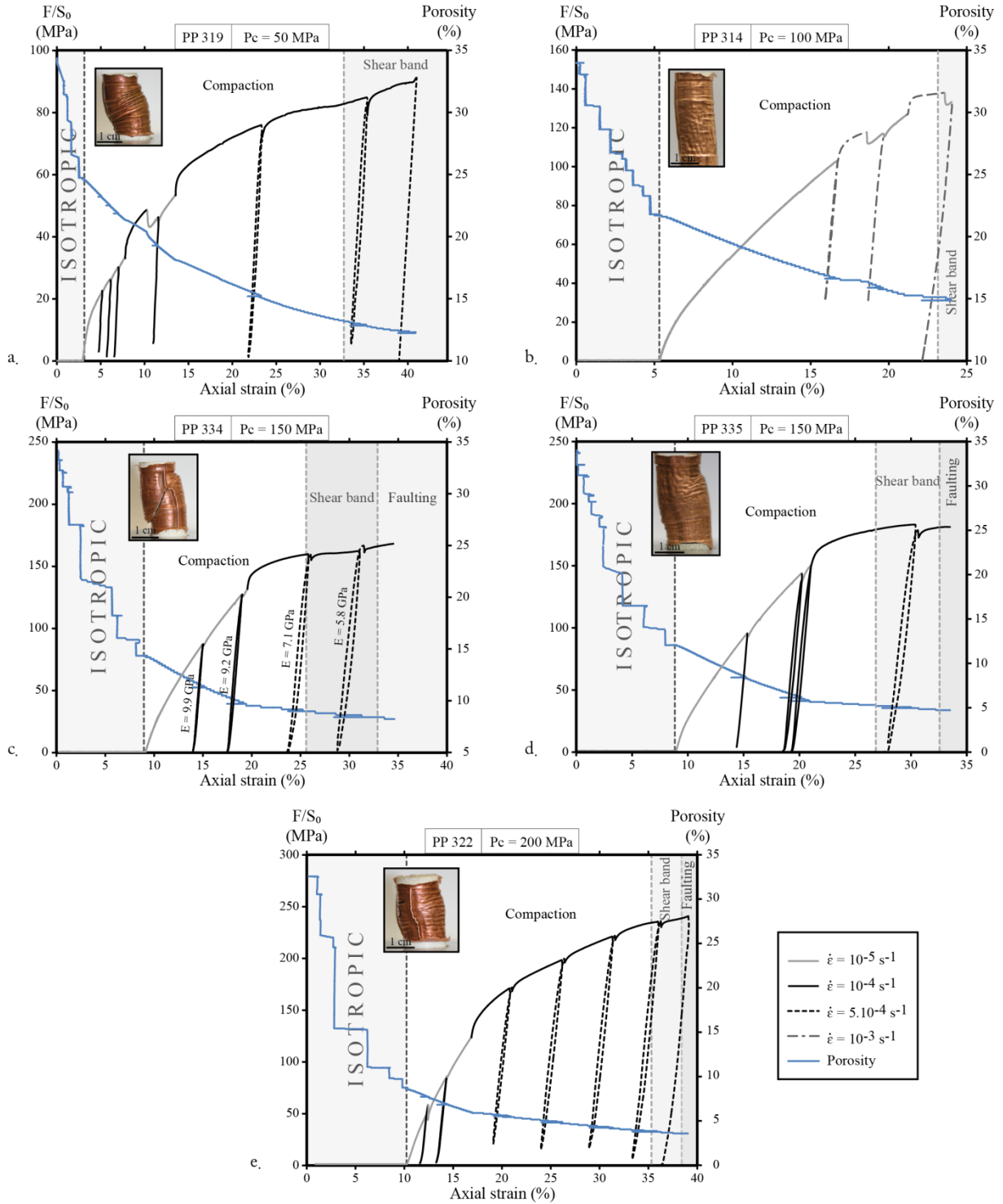


Figure 6: Compilation of five triaxial tests showing the evolution of differential stress (F/S_0) and porosity with the axial strain for different values of confining pressure: **a.** at 50 MPa. **b.** at 100 MPa. **c.** and **d.** at 150 MPa and **e.** at 200 MPa. Pictures taken at the end of each tests are shown. Transition of one mode of deformation to another (labeled for each test) is calculated from the CT scans realized post-mortem (see text for details).

3.1.2. Macroscopic mechanical behavior

All the samples deformed in compression show the same trend irrespective of the confining pressure value (**figure 6**). Throughout the experiments the differential stress increases with axial strain. The strain hardening behavior is not linear and the slope $d\sigma/d\epsilon$

decreases with strain, either regularly (PP 314, PP 319) or not (PP 334, PP 335, PP 322). Moreover, an increase in strain rate results in a slight, but systematic increase in deviatoric stress (velocity-strengthening behavior).

At the end of experiments axial strain reached nearly 40 % (value limited by technical constraints). Despite this strong deformation, no drastic stress drop, characteristic of rupture of the sample, occurred during the course of any experiment.

3.1.3. Microstructures of deformation

Macroscopic observations of the samples at the end of experiments show that deformation proceeds from a large (width ~ 14 mm) shear band, sometimes crosscut by a net fault plane, both being responsible for the misalignment of the samples ends (**figure 6c**). CT-scan analysis shows first that the fault plane is characterized by a higher porosity than surrounding matrix (**figure 7a**). Quantitative estimates of the displacement on the fault indicate that it accommodates only a small fraction of overall shear ($< 5\%$), the rest being accommodated by the large shear zone (see **Supporting Information**). The material within the shear zone has the same porosity as the surrounding volume indicating that it has been affected by porosity

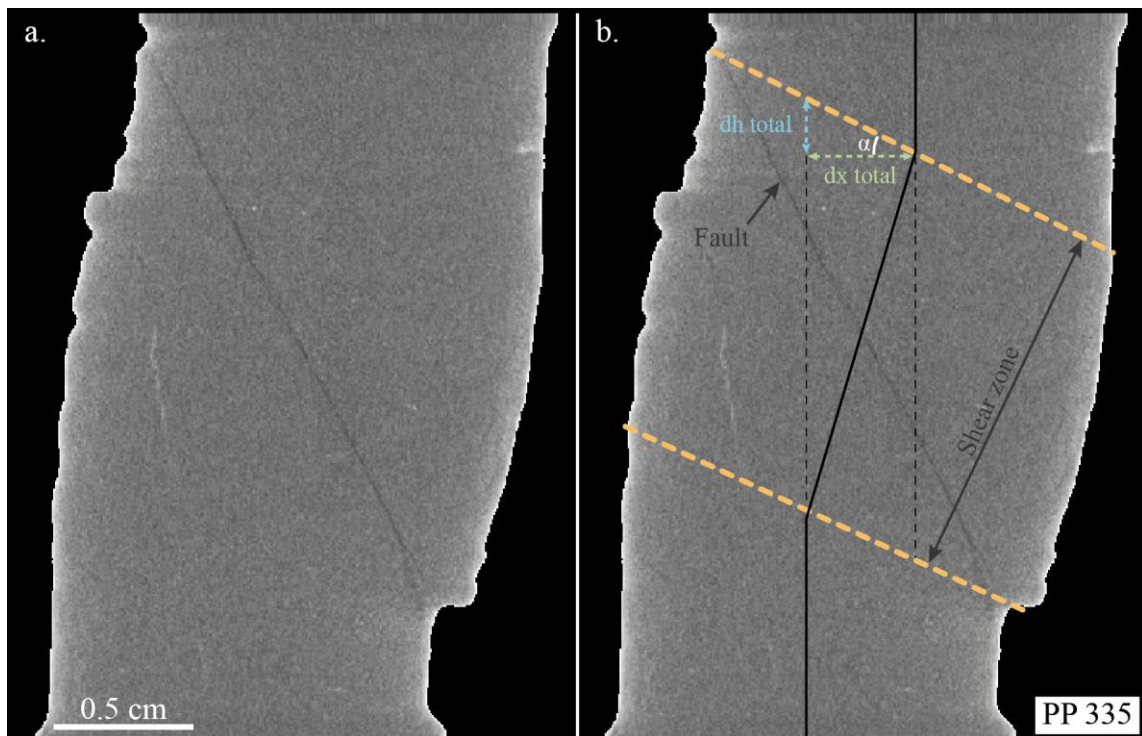


Figure 7: **a.** Representative CT scan analysis obtained after PP 335 triaxial test. The central part of the sample was affected by diffuse shearing, resulting in the misalignment of upper and lower ends of the sample and the smooth bending of its vertical surfaces. This shear band is crosscut by a thin fault with a lower density (the thin, diagonal, black line), which in the end of the experiment took over the deformation and set off the two halves of the sample. **b.** Sketch of the misalignment and method to calculate the shift induced by deformation. “dx total” and “dh total” refer to the horizontal and vertical shift, respectively, induced by the combination of shearing and faulting.

decrease while it was accommodating strain. As this process combines porosity reduction and shearing, we called it “compaction-assisted shearing”.

The chronology between shearing and faulting was determined from a few observations. Firstly, while experiments PP 334 and PP 322 show the presence of both shear zone and fault, only shearing occurred and no rupture plane was initiated in PP 314 and PP 319. Therefore, faulting is posterior to compaction-assisted shearing. Moreover at the end of experiment, the fault appears as a net and rectilinear plane, which implies that shear zone was inactive during faulting (otherwise the fault plane would be deformed/curved). As a result, we propose that faulting took over compaction-assisted shearing in the final part of the experiments. On the basis of this hypothesis and the calculations detailed in the **Supporting Information**, the respective timing of shearing and faulting is labeled in **figure 6** for each experiment.

3.1.4. Elastic deformation

Young's modulus (E) is rather constant in the range from 100 to 200 MPa of confining pressure (equivalent to $14.6 < \text{porosity} < 4.2 \%$) (**Figure 8a**). However, E decreases with increasing axial strain independently of the confining pressure value (**Figure 8b**). The decrease is marked by a drastic drop of the modulus for an axial strain between 15 to 25 %.

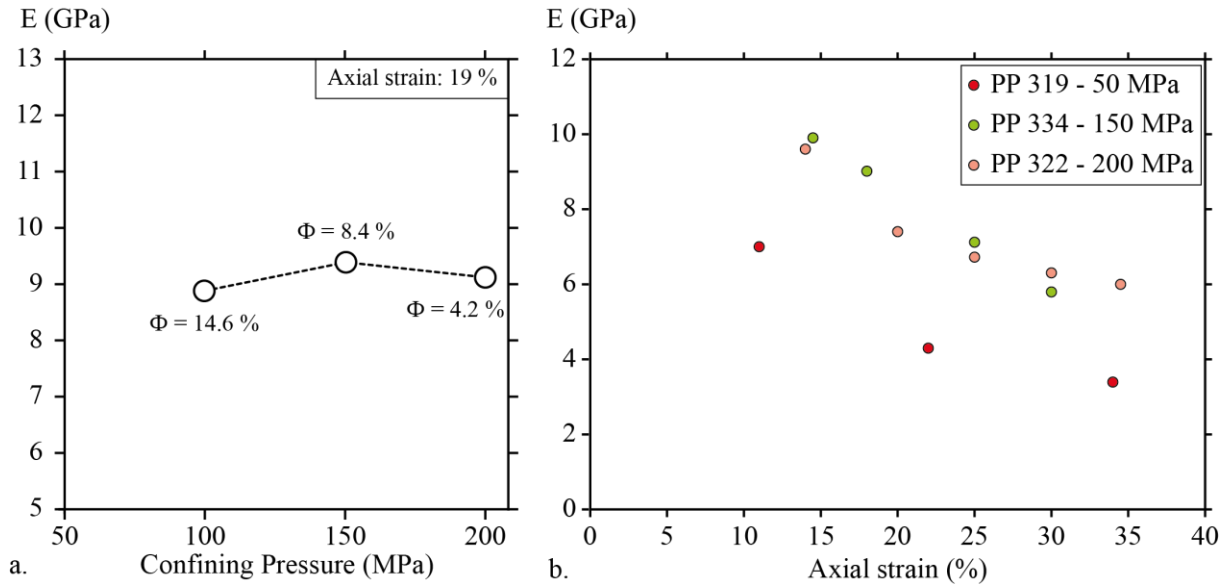


Figure 8: Graphs showing the evolution of elastic properties with stress and strain. **a.** Evolution of Young's modulus with P_c/Φ for a fixed axial strain of 19%. **b.** Evolution of Young's modulus with axial strain for different values of P_c (50, 150 and 200 MPa).

3.2. Velocity tests

In all samples where velocity measurements were carried out (undeformed/natural and deformed ones), P-wave velocities increase linearly with the increase in effective pressure

(figure 9). However, the comparison between the V_p measured in the natural sample and the experimentally deformed ones, reveals that deformation induced two major effects:

(1) Deformation decreases V_p . Indeed, in spite of their much lower porosity (down to 8%), deformed samples have a velocity comparable to the undeformed sample with its large porosity (34%), for effective pressure (P_{eff}) up to 12 MPa.

(2) Deformation increases the sensitivity to effective pressure $\frac{\partial V_p}{\partial P_{eff}}$. Deformed samples exhibit $\frac{\partial V_p}{\partial P_{eff}}$ about two times larger than the natural sample.

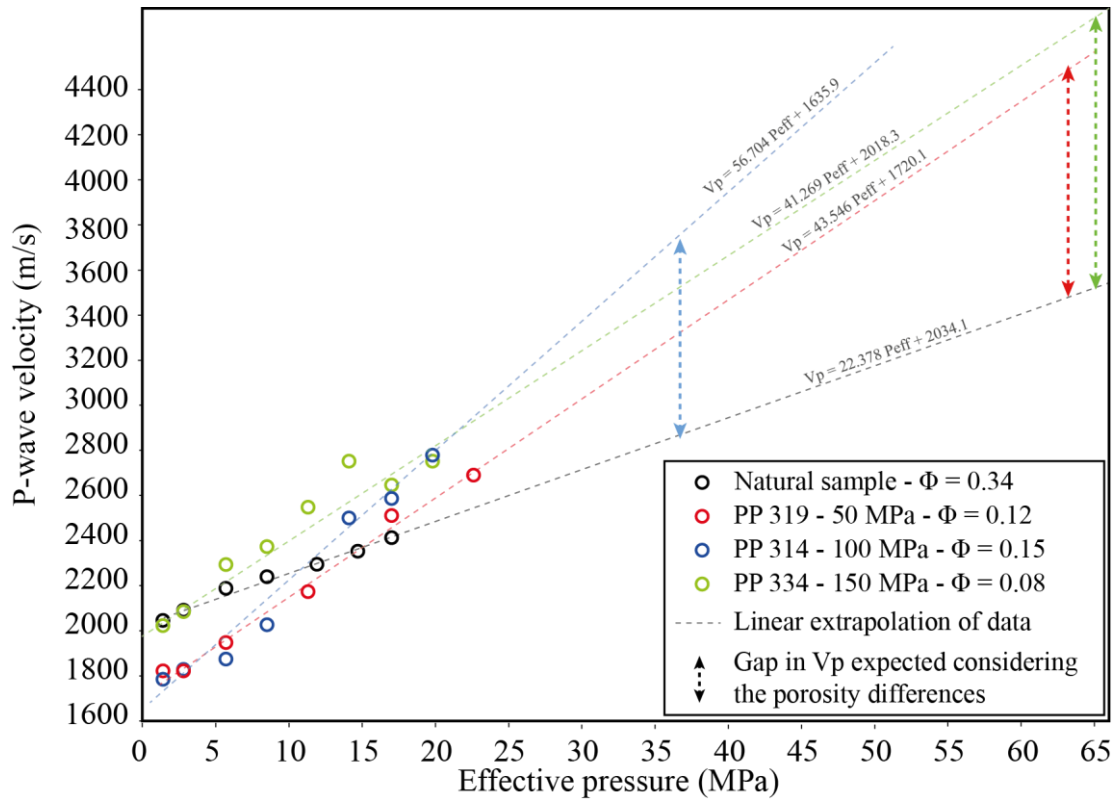


Figure 9: P-wave velocities measured in this study for natural sample and after each triaxial test (the maximum error is +120, -140 $m.s^{-1}$ and does not appear for clarity reasons) and linear extrapolation of data.

4. DISCUSSION

4.1. Modes of deformation: localized fault vs. wide shear band

At the end of our experiments, the compacting shear zone is crosscut by a failure plane. This transition between distributed and localized deformation takes place at high strain, high stress and low porosity, which renders difficult to pinpoint the parameter responsible for localizing deformation.

In order to discriminate between these different parameters, we made a review of natural structures (normal faults, thrusts, deformation bands) found in cores from different locations of the Nankai subduction zone (incoming sediments, toe of the prism, splay fault and imbricated thrust sheet) (**figure 10**). All along the subduction zone, deformation bands and faults are systematically associated. In terms of spatial distribution faults and deformation bands are found all over the range of depth explored in IODP cores (from 0 (sites C0011 and C0012) to 1100 meters below the seafloor (site C0002)) either in distributed zones (e.g. sites C0012, C0001) or in restricted, concentrated zones (e.g. sites C0002, C0007) (C0001, C0007: [Kinoshita et al., 2009a][Kinoshita et al., 2009c]; C0002: [Kinoshita et al., 2009b], Kopf et al. [2011]; C0011: Saffer et al. [2010], Saito et al. [2010a], Henry et al. [2012]; C0012: Saito et al. [2010b], Henry et al. [2012]). Cross-cutting relationships between these structures are not systematic, as can be seen in the site C0001 where deformation bands as well as normal, thrust and strike-slip faults are superimposed on each other [Kinoshita et al., 2009a].

In the case of a control of the porosity on the deformation mode (fault vs. band), one would expect to see deformation bands homogeneously distributed with depth (i.e. formed at shallow depth/high porosity then buried to various depths) and systematically crosscut by faults (formed at larger depth/lower porosity). None of such criteria of spatial distribution or crosscutting relationship is fulfilled, leading us to propose that the alternation between deformation bands and faults is independent of the porosity and is rather the result of variations in stress/strain rate over the seismic cycle.

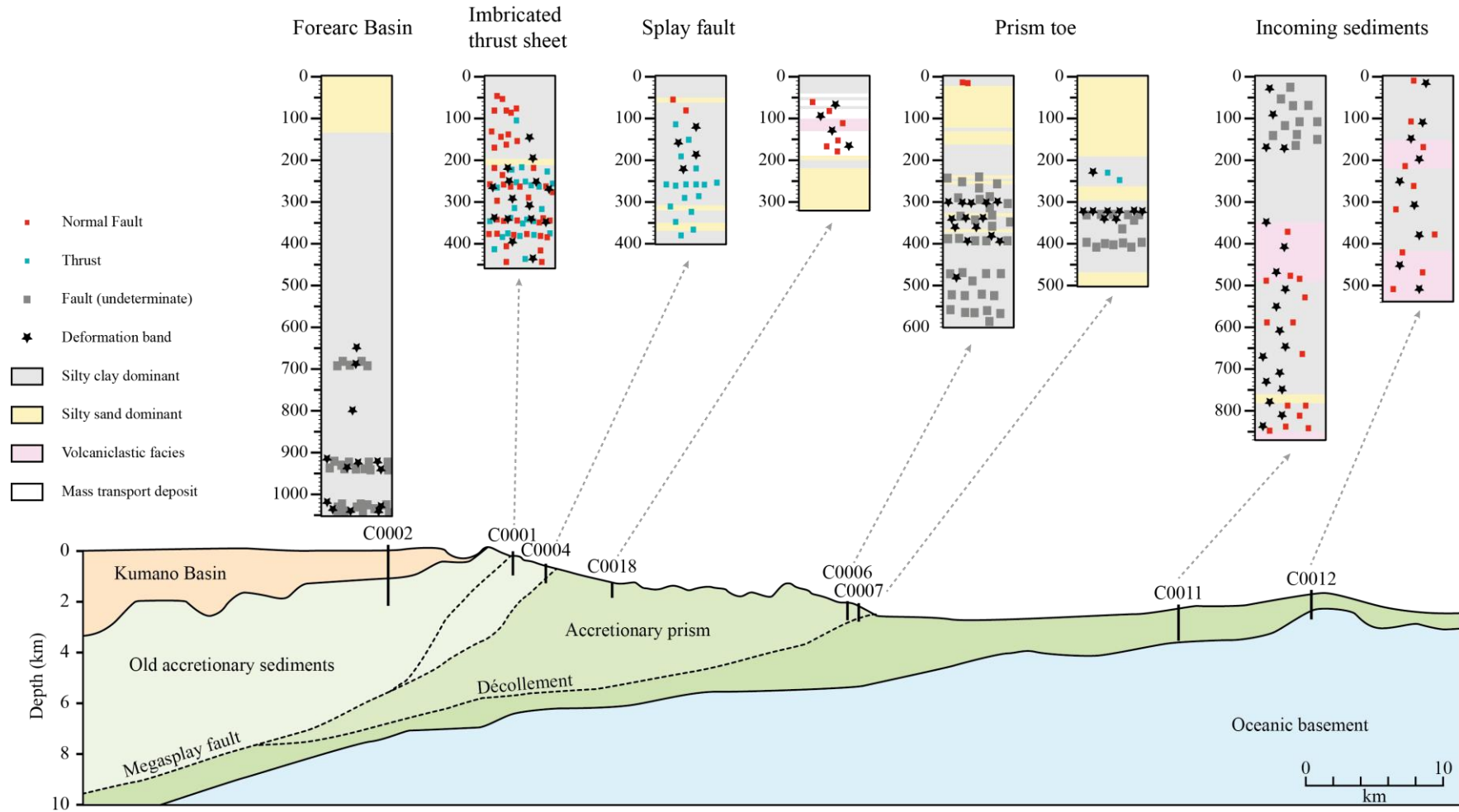


Figure 10: Compilation of structural data (deformation bands, thrusts and normal faults) from NanTroSEIZE project. References are as follows: C0001: [Kinoshita et al., 2009a]; C0002: [Kinoshita et al., 2009b], Kopf et al. [2011]; C0004: [Kinoshita et al., 2009c]; C0006: [Kinoshita et al., 2009d]; C0007: [Kinoshita et al., 2009e]; C0011: Saffer et al. [2010], Saito et al. [2010a]; C0012: Saito et al. [2010b], Henry et al. [2012b]; C0018: Henry et al. [2012c].

4.2. Effect of macroscopic deformation on poroelastic properties

4.2.1 Observed variations in physical properties

During the mechanical experiments described here, there are strong variations in the poroelastic properties of the sample material, which are apparent through the following variations:

(1) A decrease in Young's modulus, observed during the successive unload-reload cycles carried out in the course of experiments (**Figure 8b**).

(2) A decrease in V_p , for post experiments measurements, carried out in the low effective pressure range: V_p measured at $P_{eff} \leq 12$ MPa in the high porosity (34%) natural sample (i.e. the starting material before triaxial test) is similar or higher than the V_p measured post-mortem in the deformed materials (i.e. the same material but deformed in triaxial press), which have been affected by a large porosity drop (final porosities < 15%) (**figure 9**).

(3) An increase in sensitivity of V_p to P_{eff} (**figures 9 and 11**). For similar porosity and clay content (C), in the deformed sample PP 319 ($\Phi = 0.12$; $C = 0.60$), $\frac{\partial V_p}{\partial P_{eff}}$ is equal to 43 m.s⁻¹/MPa (**figure 11**), while in a similar ($\Phi = 0.12$; $C = 0.51$), natural sample used by Han *et al.* [1986], $\frac{\partial V_p}{\partial P_{eff}}$ is equal to 9.8 m.s⁻¹/MPa, i.e. four times smaller. Furthermore, for the siltstones used here, $\frac{\partial V_p}{\partial P_{eff}}$ is between two and three times larger in deformed samples (PP314, 319 and 334) than in original, undeformed material (**figure 9 and table 2**).

4.2.2 Microscopic process at stake: Cement breakage and increase in crack density

The microstructural evolution responsible for the decrease in stiffness cannot be unambiguously determined, but several factors point to an increase in crack density during triaxial deformation experiments, resulting for example from the destruction of intergrain cement. First, the decrease in stiffness along with porosity decrease/stress increase (=compaction) (**figure 8b**) is completely opposite to consolidation experiments on powders, showing on the contrary an increase in stiffness with compaction [Karig and Hou, 1992]. Therefore, in experimentally deformed samples, the destruction of a preexisting, stiffening structure such as cement, counterbalances and has even a larger influence than the stiffening effect of porosity decrease/stress increase. Second, the increase in sensitivity of V_p to P_{eff} can also be interpreted as a result of increased crack density in experimentally deformed samples,

as suggested in *Raimbourg et al.* [2011] in shallow sediments. *Ougier-Simonin et al.* [2011] have also shown the strong dependence of V_p to effective pressure ($\frac{\partial V_p}{\partial P_{eff}} = 40 \text{ m.s}^{-1}/\text{MPa}$) in thermally cracked glass, with values similar to the ones reported here for deformed samples (table 2).

4.2.3. Range of efficiency of cement breakage with increasing P_{eff}

Comparing undeformed and deformed samples with the same porosity (**figure 11**), there is an effective pressure beyond which V_p of deformed samples reach the one of undeformed samples, i.e. the effect of deformation vanishes. When comparing the undeformed and deformed samples of the same material (Boso siltstones), the precise determination of this effective pressure implies to take also into account the variable porosities between the different samples. In other words, the question is at which effective pressure the velocity difference between deformed samples (Φ from 8 to 15%) and undeformed one ($\Phi = 34\%$) could be attributed solely to the porosity difference and not to the peculiar high density of microcracks in the deformed samples?

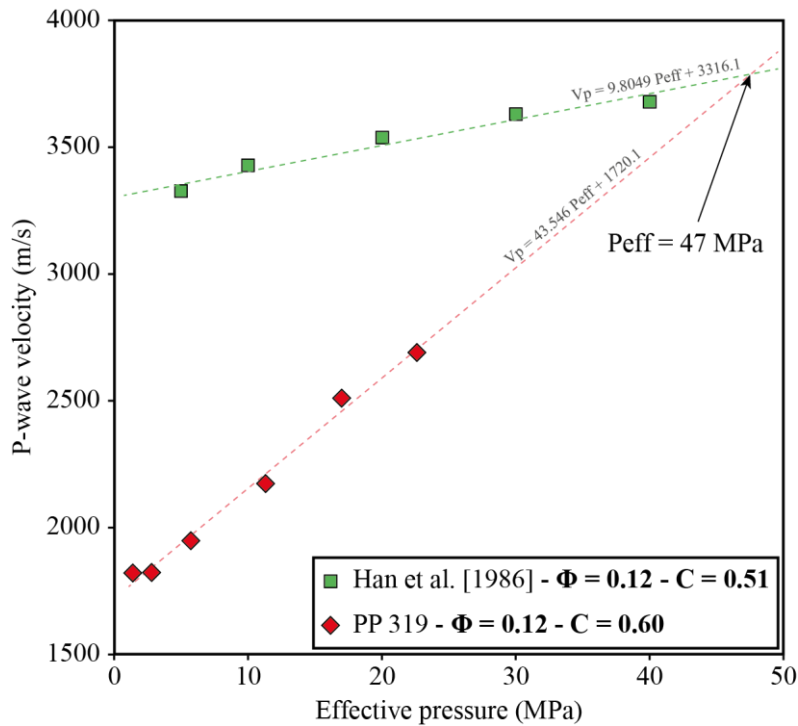


Figure 11: P-wave velocity versus effective pressure. Comparison of our results and experimental results of Han et al. [1986] for samples with same porosity (0.12) and similar clay content (0.5-0.6).

In order to answer it we have first to infer the respective dependence of V_p to effective pressure and porosity. V_p - Φ relationships available, determined principally in basinal settings, show indeed an increase of V_p with decreased Φ , but this effect incorporates implicitly a correlated increase in depth/ P_{eff} with the decrease in Φ [e.g. *Erickson and Jarrard*, 1998]. To deconvolute porosity and P_{eff} dependence of V_p , one can use the experimental data of *Han et al.* [1986] (**figure 11**), yielding an increase in V_p of 9.8 m.s^{-1} , for an increase of 1 MPa of effective pressure, for a roughly constant porosity. Using this value, one can compare then the V_p of samples with 30 % (2206 m.s^{-1}) and 10 % porosity (3708 m.s^{-1}) in the V_p - Φ relationships from *Eberhart-Phillips et al.* [1989] (**figure 12**). In this graph all the V_p data correspond to conditions of in situ effective pressure under hydrostatic gradient and the maximal difference in effective pressure between the samples with 10% and 30% porosity is $\sim 58 \text{ MPa}$ [*Issler*, 1992]. The contribution of effective pressure to the increase in V_p is then 568 m.s^{-1} , so that, by difference, the contribution of porosity decrease is 934 m.s^{-1} (i.e. V_p increases by $\sim 47 \text{ m.s}^{-1}$ for each percent of porosity loss). Applying these results to **figure 9**, the difference in V_p expected between PP 314 ($\Phi = 15 \%$) and the natural sample GJ02 ($\Phi = 34 \%$), if V_p depended only on porosity, would be 893 m.s^{-1} , a difference reached for an effective pressure of $\sim 37 \text{ MPa}$. A similar range of effective pressure can be deduced from **figure 11**. Indeed, for material with similar porosity and clay content, the experimentally

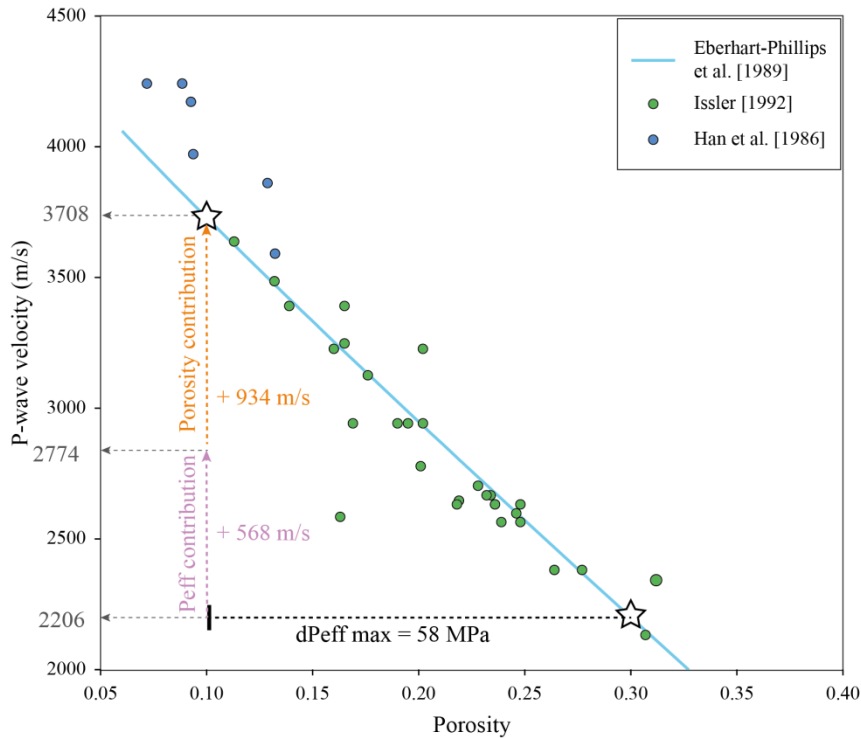


Figure 12: Compilation of porosity-velocity experimental [*Han et al.*, 1986; *Eberhart-Phillips et al.*, 1989] and log-based relationships [*Issler*, 1992], and calculation of the respective contribution of effective pressure increase and porosity decrease on the difference in V_p of two samples (porosity = 30 and 10 %).

deformed material has lower V_p than natural one for $P_{eff} \leq 47 \text{ MPa}$. This range of P_{eff} is in good agreement with other studies that have shown that cracks remain open, hence lower P-wave velocities, until a confining pressure of about 40 MPa [Ougier-Simonin *et al.*, 2011; Guéguen *et al.*, 2011; Fortin *et al.*, 2011].

In conclusion, we propose that for effective pressure below 40 MPa, anomalously high density of microcracks resulting from cement destruction during deformation could induce low values of V_p . At larger P_{eff} , cracks close and the effect of deformation on V_p is no longer significant.

4.3 V_p anomalies in accretionary prisms: Evidences for fluid overpressure?

Seismic reflection methods are widely used to image large-scale and deep structures within accretionary prisms. For the Nankai Trough subduction zone, several studies have shown that the underthrust section, below the plate boundary, is characterized by low seismic impedance [Bangs and Shipley, 1999; Park *et al.*, 2002; Bangs *et al.*, 2009]. As well, a recent study made by Kitajima and Saffer [2012] revealed two broad regions of low seismic velocity with respect to the surrounding material at the same depth, along the Nankai subduction plate boundary megathrust offshore SW Japan. The upper one, at depth between 2 and 4 km below the seafloor, is located above the active décollement, within the accretionary prism. Low seismic velocity/impedance is commonly interpreted as reflecting high porosity of sediments with respect to the surrounding sediments [Erickson and Jarrard, 1998; Hoffman and Tobin, 2004]. The results discussed in the section above lead us to evaluate the possible implication of another factor for these low velocity anomalies: cement breakage inducing microcracks. Indeed, unlike sedimentary basins without tectonics, where sedimentary rocks are continuously cemented during diagenesis, the active deformation in accretionary prism may lead locally and transiently to the destruction of the cement and to a decrease in V_p [Raimbourg *et al.*, 2011]. As discussed above, the conditions where cracks are open and V_p decreased depend on effective pressure (i.e. $P_{eff} < 40 \text{ MPa}$), hence the depth range where this phenomenon is active is dependent of the fluid pressure gradient.

In **figure 13** are reported different effective pressure trends in function of fluid pressure ratio λ ($=P_{fluid}/P_{bulk}$). In accretionary margins the burial is tectonically controlled and the fluid pressure is probably close to lithostatic (e.g. Moreno *et al.* [2014] estimated a mean value of λ ($=P_{fluid}/P_{bulk}$) of 0.98 for the Chilean margin). In Nankai accretionary

prism, which is characterized by a low taper angle and a large proportion of clay, the pore fluid ratio (λ) is about 0.7-0.8 near the décollement [Saffer, 2003]. In these conditions of high fluid pressure, the zone between 2 and 4 km depth, where Kitajima and Saffer [2012] document a large low velocity zone, would be submitted to effective pressure between 9 and 29 MPa, i.e. well below 40 MPa. The low V_p zone corresponds to underplated material that is probably affected by high strain inducing cement breakage and hence cracks opening. Therefore, the velocity anomaly detected in Nankai accretionary prism between 2 and 4 km depth could be for part the consequence of the intense deformation of the material within it. In conclusion, in the shallow ($P_{\text{eff}} < 40$ MPa, $z < 8$ km assuming $\lambda = 0.8$) domains of accretionary prism, anomalies in velocity, which are often interpreted as reflecting solely fluid overpressure within underthrust sediments could also be the consequence of crack formation resulting from intergrain cement breakage during deformation.

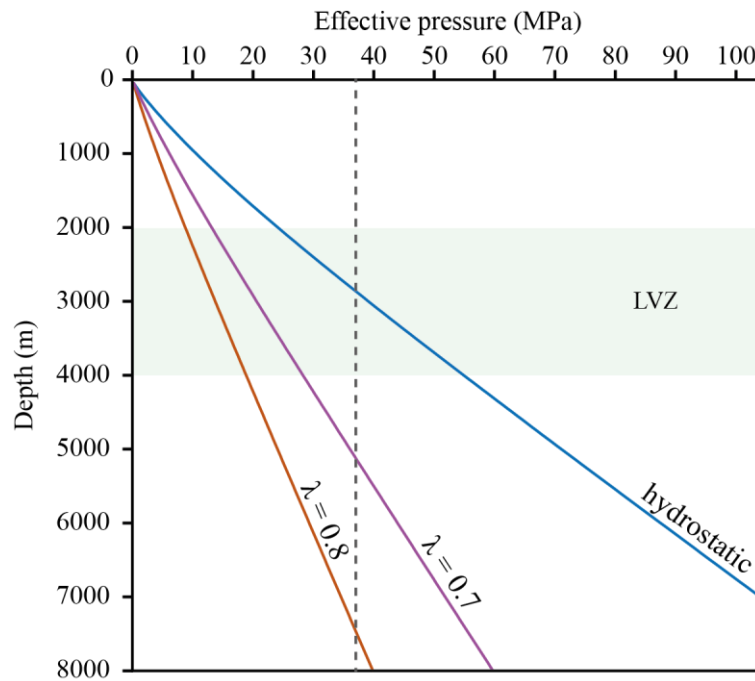


Figure 13: Effective pressure gradients for different values of fluid ratio. The dashed line represents the effective pressure until which deformation (microcracks) has an influence on V_p inducing negative anomalies of V_p . The extent of the low velocity zone (LVZ) is as described by Kitajima and Saffer [2012] for the Nankai accretionary prism.

TABLE**Table 1. Summary of characteristics of triaxial tests.**

<i>Initial conditions</i>						<i>Experimental conditions and results</i>				
Experiment number	<i>Sample</i>	<i>Length (mm)</i>	<i>Diameter (mm)</i>	<i>Mean Corrected porosity (%)</i>	<i>Mean P-wave velocity (m/s)</i>	<i>Confining pressure (MPa)</i>	<i>Strain rates applied (s⁻¹)</i>	<i>Axial strain reached (%)</i>	<i>Porosity after isotropic loading (%)</i>	<i>Porosity after complete triaxial test (%)</i>
PP 319	Silt stone	33.60	14.79	34 ± 2	2132 ± 99	50	10 ⁻⁵ , 10 ⁻⁴ , 5.10 ⁻⁴	40.95	24.7	12.3
PP 314	Silt stone	36.18	14.79	34 ± 2	2132 ± 99	100	10 ⁻⁵ , 10 ⁻³	24.00	21.7	14.9
PP 334	Silt stone	34.10	14.84	34 ± 2	2132 ± 99	150	10 ⁻⁵ , 10 ⁻⁴ , 5.10 ⁻⁴	34.60	14.4	8.3
PP 335	Silt stone	35.37	14.82	34 ± 2	2132 ± 99	150	10 ⁻⁵ , 10 ⁻⁴ , 5.10 ⁻⁴	34.25	12.1	4.4
PP 322	Silt stone	26.47	14.75	34 ± 2	2132 ± 99	200	10 ⁻⁵ , 10 ⁻⁴ , 5.10 ⁻⁴	39.07	8.8	3.7

Table 2. Conditions and results of P-wave measurements

Type of sample	Sample	Porosity (%)	Axial strain (%)	Range of effective pressure for P-wave measurements (MPa)	P-wave Linear regression	95% confidence interval on the slope
Starting material	<i>GJ02</i>	34 ± 2	0.00	$1.4 - 17$	$V_p = 22.378 P_{eff} + 2034.1$	± 2.5
Deformed in triaxial press	<i>PP 319</i>	12.3	40.95	$1.4 - 22.6$	$V_p = 43.536 P_{eff} + 1720.1$	± 5.6
	<i>PP 314</i>	14.9	24.00	$1.4 - 19.8$	$V_p = 56.704 P_{eff} + 1635.9$	± 10.6
	<i>PP 334</i>	8.3	34.60	$1.4 - 19.8$	$V_p = 41.269 P_{eff} + 2018.3$	± 12.3

5. CONCLUSION AND PERSPECTIVES

In this experimental study we conducted five triaxial compressive tests to assess the deformation style and the evolution of mechanical properties (rheology, elastic modulus, P-wave velocity) of sedimentary rocks analogous to sediments entering subduction zones.

Results of experiments show that deformation proceeds by two modes, both associated with strain/velocity hardening: compaction assisted shearing and faulting characterized by dilatancy. The combination of our experimental data with a detailed review of IODP cores observations has also shown that the mode of deformation within the accretionary prism (localized vs distributed) is controlled by the variations in stress/strain rate over the seismic cycle and is independent of the porosity.

Finally, we show that cement breakage that occurs during deformation has drastic effect on physical properties of rocks including (1) a decrease in Young's modulus (2) a decrease in V_p and, (3) an increase in sensitivity of V_p to P_{eff} . Such effects induce negative anomalies of V_p that are persistent for effective pressure up to 40 MPa. As a result, the anomaly in V_p observed at 2 to 4 km depth in Nankai accretionary prism and interpreted as underplated package could reflect, in an environment of elevated pore pressure (typical of accretionary prism), sediment deformation (i.e. cracks formation during cement breakage) rather than anomalously high porosity/pore pressure.

ACKNOWLEDGMENTS

Data supporting **figure 10** are available from the IODP expedition reports database (expeditions: 314, 315, 316, 319, 322, 332 and 333).

REFERENCES

- Bangs, L. B., and T. H. Shipley (1999), Fluid accumulation and channeling along the northern Barbados Ridge decollement thrust, *J. Geophys. Res.*, 104(B9), 20399–20414.
- Bangs, N. L. B., G. F. Moore, S. P. S. Gulick, E. M. Pangborn, H. J. Tobin, S. Kuramoto, and A. Taira (2009), Broad, weak regions of the Nankai Megathrust and implications for shallow coseismic slip, *Earth Planet. Sci. Lett.*, 284(1-2), 44–49, doi:10.1016/j.epsl.2009.04.026.
- Bray, C. J., and D. E. Karig (1985), Porosity of sediments in accretionary prisms and some implications for dewatering processes, *J. Geophys. Res.*, 90(B1), 768–778, doi:10.1029/JGREA0000900000B1000768000001.
- Byrne, T., and D. Fisher (1990), Evidence for a weak and overpressured décollement beneath sediment-dominated accretionary prisms, *J. Geophys. Res.*, 95(B6), 9081–9097, doi:10.1029/JB095iB06p09081.
- Christensen, N. I. (1985), Measurements of dynamic properties of rock at elevated temperatures and pressures, in *Measurement of rock properties at elevated pressures and temperatures*, vol. 869, pp. 93–107, H.J. Pincus and E.R. Hoskins.
- Eberhart-Phillips, D., D. Han, and M. D. Zoback (1989), Empirical relationships among seismic velocity, effective pressure, porosity, and clay content in sandstone, *Geophysics*, 54(1), 82–89.
- Erickson, S. N., and R. D. Jarrard (1998), Velocity-porosity relationships for water-saturated siliciclastic sediments, *J. Geophys. Res.*, 103(B12), 30385–30406.
- Fortin, J., S. Stanchits, S. Vinciguerra, and Y. Guéguen (2011), Influence of thermal and mechanical cracks on permeability and elastic wave velocities in a basalt from Mt. Etna volcano subjected to elevated pressure, *Tectonophysics*, 503(1-2), 60–74, doi:10.1016/j.tecto.2010.09.028.
- Guéguen, Y., M. Adelinet, A. Ougier-Simonin, J. Fortin, and A. Schubnel (2011), How cracks modify permeability and introduce velocity dispersion: Examples of glass and basalt, *Lead. Edge*, 30(12), 1392–1398.
- Han, D., A. Nur, and D. Morgani (1986), Effects of porosity and clay content on wave velocities in sandstones, *Geophysics*, 51(11), 2093–2107.
- Henry, P., T. Kanamatsu, K. Moe, and Expedition 333 Scientists (2012a), *Proceedings of the IODP, 333. Site C0011*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Henry, P., T. Kanamatsu, K. Moe, and Expedition 333 Scientists (2012b), *Proceedings of the IODP, 333. Site C0012*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Henry, P., T. Kanamatsu, K. Moe, and Expedition 333 Scientists (2012c), *Proceedings of the IODP, 333. Site C0018*, Integrated Ocean Drilling Program.

- Hoffman, N. W., and H. J. Tobin (2004), 11. *An empirical relationship between velocity and porosity for underthrust sediments in the Nankai Trough accretionary prism*. In Mikada, H., Moore, G.F., Taira, A., Becker, K., Moore, J.C., and Klaus, A. (Eds), *Proc. IODP*, 190/196.
- Hunze, S., and T. Wonik (2007), Compaction in the Nankai and Barbados accretionary prisms: New insights from logging-while-drilling data, *Geochem. Geophys. Geosystems*, 8(2), n/a–n/a, doi:10.1029/2006GC001277.
- Issler, D. R. (1992), A New Approach to Shale Compaction and Stratigraphic Restoration, Beaufort-Mackenzie Basin and Mackenzie Corridor, Northern Canada (1), *AAPG Bull.*, 76(8), 1170–1189.
- Kameda, J., Y. Yamamoto, and G. Kimura (2010), Smectite swelling in the Miura–Boso accretionary prism: Possible cause for incipient décollement zone formation, *Tectonophysics*, 494(1-2), 75–84, doi:10.1016/j.tecto.2010.08.008.
- Karig, D. E. (1996), 20. Uniaxial reconsolidation tests on porous sediments: Mudstones from site 897. In Whitmarsh, R.B., Sawyer, D.S., Klaus, A., and Masson, D.G. (Eds), *Proc. IODP*, 149.,
- Karig, D. E., and G. Hou (1992), High-Stress Consolidation Experiments and Their Geologic Implications, *J. Geophys. Res.*, 97(B1), 289–300.
- Kinoshita, M., H. Tobin, J. Ashi, G. Kimura, S. Lallement, E. J. Screaton, D. Curewitz, H. Masago, K. T. Moe, and Expedition 314/315/316 Scientists (Eds.) (2009a), *Proceedings of the IODP, 314/315/316. Site C0001*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Kinoshita, M., H. Tobin, J. Ashi, G. Kimura, S. Lallement, E. J. Screaton, D. Curewitz, H. Masago, K. T. Moe, and Expedition 314/315/316 Scientists (Eds.) (2009b), *Proceedings of the IODP, 314/315/316. Site C0002*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Kinoshita, M., H. Tobin, J. Ashi, G. Kimura, S. Lallement, E. J. Screaton, D. Curewitz, H. Masago, K. T. Moe, and Expedition 314/315/316 Scientists (Eds.) (2009c), *Proceedings of the IODP, 314/315/316. Site C0004*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Kinoshita, M., H. Tobin, J. Ashi, G. Kimura, S. Lallement, E. J. Screaton, D. Curewitz, H. Masago, K. T. Moe, and Expedition 314/315/316 Scientists (Eds.) (2009d), *Proceedings of the IODP, 314/315/316. Site C0006*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Kinoshita, M., H. Tobin, J. Ashi, G. Kimura, S. Lallement, E. J. Screaton, D. Curewitz, H. Masago, K. T. Moe, and Expedition 314/315/316 Scientists (Eds.) (2009e), *Proceedings of the IODP, 314/315/316. Site C0007*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Kitajima, H., and D. M. Saffer (2012), Elevated pore pressure and anomalously low stress in regions of low frequency earthquakes along the Nankai Trough subduction megathrust, *Geophys. Res. Lett.*, 39(23), doi:10.1029/2012GL053793.

- Kopf, A., E. Araki, S. Toczko, and Expedition 332 Scientists (2011), *Proceedings of the IODP, 332. Site C0002*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Le Pichon, X., P. Henry, and S. Lallemand (1990), Water flow in the Barbados Accretionary Complex, *J. Geophys. Res.*, 95(B6), 8945–8967.
- Moreno, M., C. Haberland, O. Oncken, A. Rietbrock, S. Angiboust, and O. Heidbach (2014), Locking of the Chile subduction zone controlled by fluid pressure before the 2010 earthquake, *Nat. Geosci.*, 7(4), 292–296, doi:10.1038/ngeo2102.
- Ougier-Simonin, A., Y. Guéguen, J. Fortin, A. Schubnel, and F. Bouyer (2011), Permeability and elastic properties of cracked glass under pressure, *J. Geophys. Res.*, 116(B7), doi:10.1029/2010JB008077.
- Park, J.-O., T. Tsuru, S. Kodaira, P. R. Cummins, and Y. Kaneda (2002), Splay fault branching along the Nankai Subduction Zone, *Science*, 297, 1157–1160.
- Paterson, M. S. (1990), Rock deformation experimentation, in *The brittle-ductile transition in rocks* (eds. A.G. Duba, W.B. Durham, W. Handin and K.F. Wang), vol. 56, pp. 187–194, American Geophysical Union, Washington, D.C.
- Raimbourg, H., Y. Hamano, S. Saito, M. Kinoshita, and A. Kopf (2011), Acoustic and mechanical properties of Nankai accretionary prism core samples, *Geochem. Geophys. Geosystems*, 12(4), n/a–n/a, doi:10.1029/2010GC003169.
- Raymer, L. L., E. R. Hunt, and J. S. Gardner (1980), An improved sonic transit time-to-porosity transform, *Trans SPWLA 21st Annu Log Symp*, 1–13.
- Saffer, D., L. McNeill, T. Byrne, E. Araki, S. Toczko, N. Eguchi, K. Takahashi, and Expedition 319 Scientists (Eds.) (2010), *Proceedings of the IODP, 319. Site C0011*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Saffer, D. M. (2003), Pore pressure development and progressive dewatering in underthrust sediments at the Costa Rican subduction margin: Comparison with northern Barbados and Nankai, *J. Geophys. Res.*, 108(B5), doi:10.1029/2002JB001787.
- Saffer, D. M., and B. A. Bekins (2006), An evaluation of factors influencing pore pressure in accretionary complexes: Implications for taper angle and wedge mechanics, *J. Geophys. Res.*, 111(B4), doi:10.1029/2005JB003990.
- Saito, S., M. B. Underwood, Y. Kubo, and Expedition 322 Scientists (Eds.) (2010a), *Proceedings of the IODP, 322. Site C0011*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Saito, S., M. B. Underwood, Y. Kubo, and Expedition 322 Scientists (Eds.) (2010b), *Proceedings of the IODP, 322. Site C0012*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Spinelli, G. A., P. S. Mozley, H. J. Tobin, M. B. Underwood, N. W. Hoffman, and G. M. Bellew (2007), Diagenesis, sediment strength, and pore collapse in sediment approaching the Nankai Trough subduction zone, *Geol. Soc. Am. Bull.*, 119(3-4), 377–390.

- Underwood, M. B., N. Basu, J. Steurer, and K. Udas (2003), 5. Data report: Normalization factors for semiquantitative X-Ray diffraction analysis, with application to DSDP site 297, Shikoku Basin, *Proc. Ocean Drill. Program Sci. Results*, 190/196, 28.
- Wyllie, M. R. J., A. R. Gregory, and G. H. F. Gardner (1958), An experimental investigation of factors affecting elastic wave velocities in porous media, *Geophysics*, 23:400.
- Yamamoto, Y. (2006), Systematic variation of shear-induced physical properties and fabrics in the Miura–Boso accretionary prism: The earliest processes during off-scraping, *Earth Planet. Sci. Lett.*, 244(1-2), 270–284, doi:10.1016/j.epsl.2006.01.049.
- Yamamoto, Y., H. Mukoyoshi, and Y. Ogawa (2005), Structural characteristics of shallowly buried accretionary prism: Rapidly uplifted Neogene accreted sediments on the Miura-Boso Peninsula, central Japan, *Tectonics*, 24(5), doi:10.1029/2005TC001823.

Supporting Information

Introduction

Here are summarized the techniques and protocols used for mineralogy characterization and semi-quantification, for porosity determination and for structural analyses. We also present the protocol and results of a calibration test that aimed at evaluate the contribution of the metallic jacket on the rheological signal during triaxial tests.

Text S1.

Procedure of mineralogy characterization

Fresh samples, visibly free from weathering, were carefully selected for X-Ray Diffraction (XRD) mineralogical analyses. The samples were air-dried and powdered manually in agate mortar. A part of this powder was inserted into a capillary (in order to avoid preferential orientation) for whole-rock XRD analyses. From the other part of the powder, the clay fraction ($<2\ \mu\text{m}$) was extracted using sedimentation method at 20°C after mechanical dispersion. Mixtures of the clay fraction with distilled water were made to obtain a concentration of clay $> 10\text{g/L}$. Then 1 mL of this mixture was dropped onto glass slide to make oriented mount. Three slides are systematically made: (1) without treatment (N), (2) heated in an oven at 550°C (C) and (3) saturated with ethylene glycol vapor (EG).

For the whole-rock analyses, XRD patterns were recorded using an Inell Diffractometer in Debye-Scherrer geometry. The device was equipped with a Curved Position Sensitive Detector (INEL CPS120). An anticathode made of cobalt is used and, the $\text{Co}_{K\alpha}$ radiation ($\lambda_{\text{Co}_{K\alpha}} = 1.78897\ \text{\AA}$) is filtered by a monochromator at 35 kV and 35 mA, with a resolution of 0.03° . Samples were scanned ($3\text{--}120^\circ\ 2\theta$ range) by continuous mode at a rate of $0.2^\circ\ 2\theta$ per minute.

For the oriented mounts XRD patterns were recorded using a Thermo Electron ARL'XTRA Diffractometer in Bragg-Brentano (θ , θ) mode goniometer. The device was equipped with a Si(Li) solid detector filtering the $\text{Cu}_{K\alpha}$ radiation ($\lambda_{\text{Cu}_{K\alpha}} = 1.5418\ \text{\AA}$) of a standard European type X-ray tube (40kV, 40mA). The divergence, the incident beam scatter, the diffracted beam scatter and the receiving slits were 1.00, 2.00, 0.45 and 0.20 mm wide, respectively. The XRD patterns were collected from 0.8° to $24^\circ\ 2\theta$ at a scan rate of $0.3^\circ\ 2\theta/\text{min}$ by step of $0.05^\circ\ 2\theta$, on natural, glycolated and heated oriented slides [Robert and Tessier, 1974; Bruand and Prost, 1988].

Typical XRD spectra are shown in **figure S1**.

Data processing (profile smoothing and background subtraction) was performed using Peakfit software. The relative abundance of mineral species from XRD patterns was estimated using the normalization factors provided by *Underwood et al.* [2003] both for the whole-rock and the clay fraction. Even if this method has to be considered as semiquantitative, *Underwood et al.* [2003] reported errors of less than 5%. The smectite content in I-S layer was estimated using the saddle/17 Å method provided by *Rettke* [1981]. *Inoue et al.* [1989] reported no better than 10-15% of errors for this method.

Text S2.

Procedure for porosity determination

The initial porosity (Φ) inferred to the samples involved in triaxial tests is a mean value derived from the porosity measurements of several samples that came from the same sampling bloc. The method of water immersion has been used. As the samples are smectite-rich and as this kind of clay dehydrates during oven drying [*Brown and Ransom*, 1996] measured porosities are overestimated by this method. *Kameda et al.* [2010] reported a correction factor in order to calculate the true porosity (Φ_{true}):

$$\Phi - \Phi_{true} = \Phi \frac{A\alpha}{(1 - \alpha)W_c} \quad (1)$$

With Φ the measured porosity, Φ_{true} the corrected porosity, A the weight fraction of smectite in the bulk sediment (here 0.23), α the mass fraction of interlayer H₂O in the hydrated smectite and W_c the sediment water content. The value of 0.2, corresponding to the water content in the 15.5 Å hydrates [*Brown and Ransom*, 1996], was adopted for α . For the Nishizaki formation, Eq. (1) hence simplifies to:

$$\Phi - \Phi_{true} = \frac{0.0575\Phi}{W_c} \quad (2)$$

This correction was used to calculate the true porosity of the starting material (see **figure S2** for results).

Text S3.

Jacket correction

In the Paterson assembly, the sample is surrounded by a metallic jacket (here in copper) that deforms during experiments. In order to insure that the jacket deformation signal is negligible compared to the sample deformation signal we ran calibration tests. These tests were run in the same conditions as typical experiments except that the sample was replaced by a stainless steel cylinder cut in a half at 45° with respect to compression axis with a Teflon plate in between (**figure S3**). In order to fit the experimental deformation and to simulate two types of sample deformation (distributed and localized deformation) we used two different thicknesses for the Teflon plate.

The maximum stress, hence the maximum contribution of the copper jacket, obtained in a test run with a thin Teflon plate (3 mm thick) under 150 MPa of confining pressure was 29 MPa. The deformation geometry of the thin Teflon plate calibration tests corresponds to the late-stage stages in actual tests made with sedimentary materials; hence the 29 MPa contribution of the jacket must be compared with the corresponding 184 MPa of overall uniaxial stress applied to the whole sample. The contribution of the jacket is therefore of the order of 16% which gives an estimate of the maximum error made in our stress measurements.

Text S4.

CT-scans analyses

The straight geometry of the fault across the shear zone, as well as the absence of faults in sheared samples suggest that during the tests faults postdate shear bands. In order to trace back the timing of fault and shear band initiation the following observations and calculations have been made (see also figure 7b):

(1) Firstly, the total horizontal (dx total) and vertical shifts (dh total) (i.e. perpendicular and parallel to σ_1 respectively) of the sample are measured. For PP 335, dx total = 4.2 mm; dh total = 1.96 mm

(2) When possible, displacement along the fault plane (d) was calculated (conditioned by the presence of markers, essentially worm tubes, filled with brighter material, or very fine level of pyrites parallel to bedding plane). For PP 335, d = 496 μ m.

(3) The angle of the fault plane with σ_1 direction is measured. For PP 335, α = 20°.

(4) Vertical (i.e. parallel to σ_1) and horizontal offsets (dh and dx respectively) induced by the fault are deduced from the previous measurements with: $dh = d \cdot \cos\alpha$, $dx = d \cdot \sin\alpha$. For PP 335, $dh = 466 \mu\text{m}$; $dx = 170 \mu\text{m}$. Therefore, since we know the vertical offset induced by faulting and as we recorded the vertical displacement of the piston during compression then, we can trace back the onset of faulting.

As displacement on the fault accounts for only a fraction of the sample misalignment, the rest is accounted for by the shear band. In the present case, the dh accommodated by shearing is $1.96 - 0.466 = 1.494 \text{ mm}$. Following the same procedure as for the fault, we can finally determine the initiation of shearing.

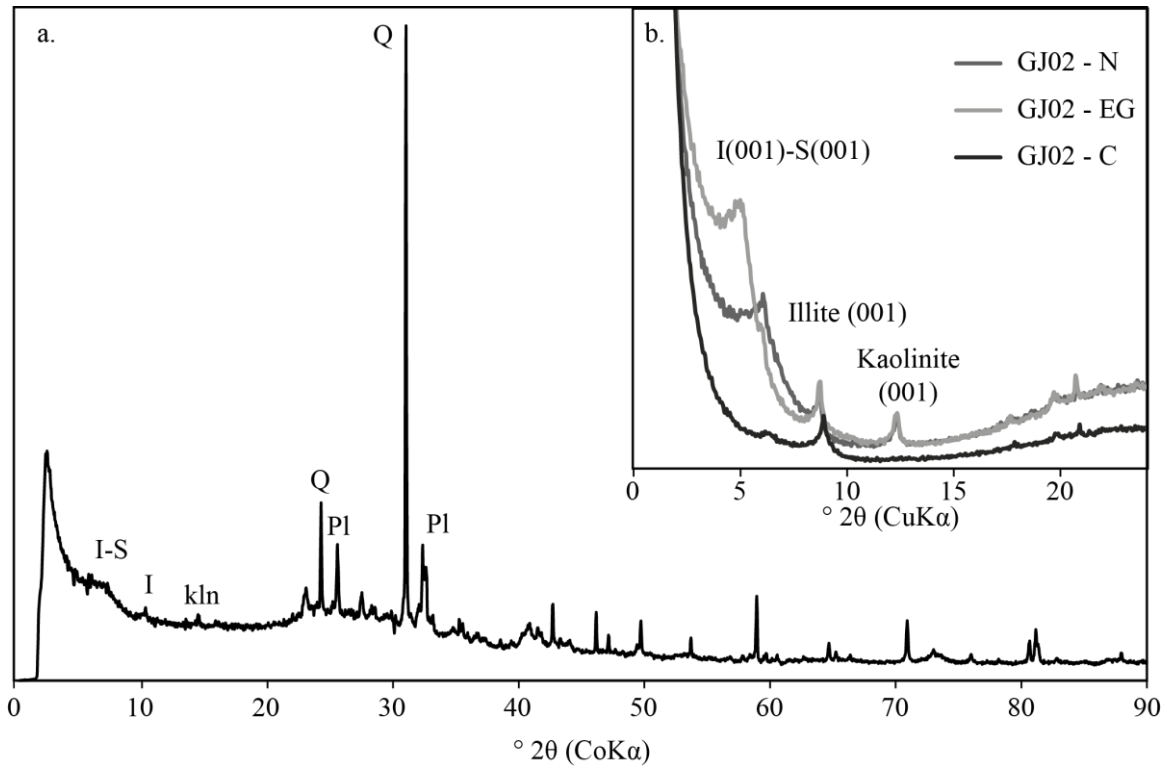


Figure S1. XRD pattern obtained for our natural siltstones from Miura-Boso accretionary prism. a. XRD pattern for the bulk fraction. b. XRD pattern for the clay-sized fraction. (I-S = interstratified illite/smectite; I = illite; Kln = kaolinite; Q = quartz; Pl = plagioclase).

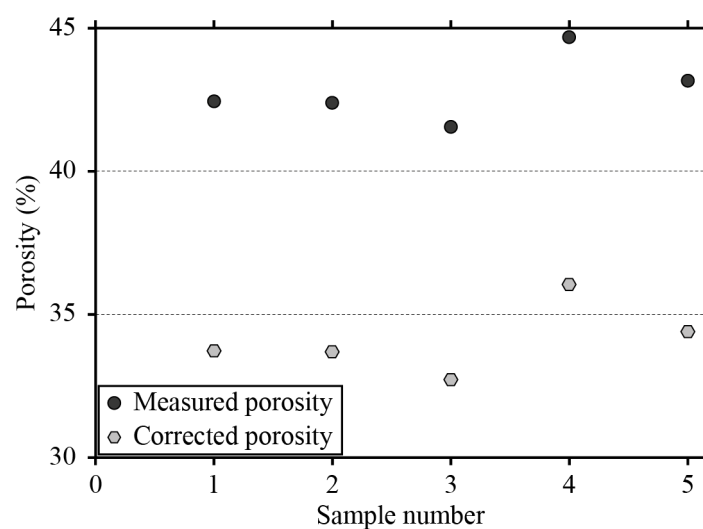


Figure S2. Measured and corrected porosities of natural samples from the Nishizaki formation in Boso peninsula.

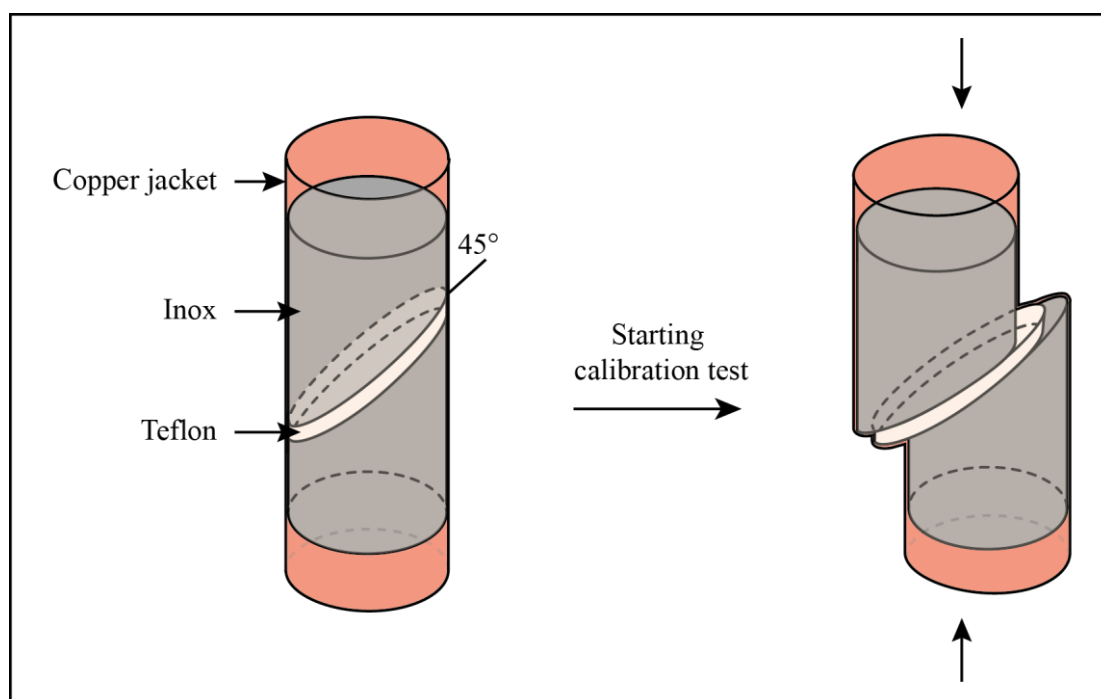


Figure S3. Diagram showing the experimental protocol used for jacket correction.

References

- Brown, K. M., and B. Ransom (1996), Porosity corrections for smectite-rich sediments: Impact on studies of compaction, fluid generation, and tectonic history, *Geology*, 24(9), 843–846, doi: 10.1130/0091-7613(1996)024<0843:PCFSRS>2.3.CO;2.
- Bruand, A., and R. Prost (1988), Analyse minéralogique quantitative d'un échantillon de sol: utilisation des données concernant la composition chimique de l'échantillon, *Agronomie*, 8, 15–22.
- Inoue, A., A. Bouchet, B. Velde, and A. Meunier (1989), Convenient technique for estimating smectite layer percentage in randomly interstratified illite/smectite minerals, *Clays and Clay Minerals*, 37(3), 227–234.
- Kameda, J., Y. Yamamoto, and G. Kimura (2010), Smectite swelling in the Miura–Boso accretionary prism: Possible cause for incipient décollement zone formation, *Tectonophysics*, 494(1-2), 75–84, doi: 10.1016/j.tecto.2010.08.008.
- Rettke, R. C. (1981), Probable burial diagenetic and provenance effects on Dakota Group clay mineralogy, Denver Basin, *Journal of Sedimentary Research*, 51(2), 541–551.
- Robert, M., and D. Tessier (1974), Méthode de préparation des argiles des sols pour des études minéralogiques, *Annales Agronomiques*, 25(6), 859–882.
- Underwood, M. B., N. Basu, J. Steurer, and K. Udas (2003), 5. Data report: Normalization factors for semiquantitative X-Ray diffraction analysis, with application to DSDP site 297, Shikoku Basin, *Proceedings of the Ocean Drilling Program, Scientific Results*, 190/196, 28.

2. Compléments à l'article

2.1. Effet de l'orientation de la carotte

Lors des expériences présentées dans l'article toutes les carottes ont été prélevées avec une orientation de 90° par rapport à la stratification (S_0) de la roche de départ. Afin de voir si l'orientation choisie lors du carottage a une influence sur les propriétés mécaniques de la roche nous avons reproduit l'une des expériences avec une carotte orientée parallèlement à la stratification. Pour cela nous avons utilisé les mêmes conditions expérimentales que pour l'expérience PP 319, à savoir, une pression de confinement de 50 MPa, une pression de fluide de 5 MPa, une vitesse de déformation de 10^{-5} s^{-1} puis 10^{-4} s^{-1} , le tout à température ambiante. De même afin de pouvoir comparer les résultats, les échantillons présentent des dimensions similaires : une longueur de 33.6 mm et un diamètre de 14.7 mm. Lors du test triaxial des cycles décharge-charge ont également été menés. Enfin, des mesures de vitesse des ondes P ont été réalisées sur la carotte déformée une fois le test triaxial terminé.

2.1.1. Résultats des expériences triaxiales

2.1.1.1. Rhéologie

Les tests triaxiaux conduits sur des carottes orientées perpendiculairement (PP 319) et parallèlement (PP 327) à la stratification montrent peu de différence concernant le signal rhéologique obtenu (**figure 5.1**). En effet, dans les deux cas, on observe un comportement de

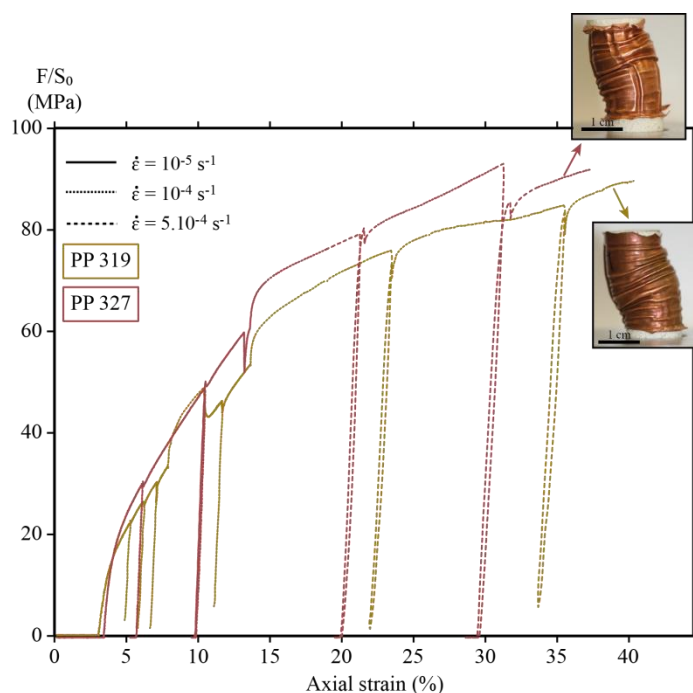


Figure 5.1 : Signal rhéologique obtenu pour deux carottes orientées différemment par rapport à la stratification (perpendiculairement (PP319) et parallèlement (PP 327)) dans les mêmes conditions expérimentales ($P_c = 50 \text{ MPa}$, température ambiante).

type durcissant, que ce soit en vitesse ou en déformation (*strain hardening/velocity strengthening*). Les contraintes atteintes au cours des tests sont similaires, de l'ordre de 90 MPa.

2.1.1.2. Evolution de la porosité

Quel que soit l'orientation de la carotte, les échantillons sont marqués par une diminution continue de la porosité au cours des tests triaxiaux (**figure 5.2**). En revanche l'échantillon PP 327 est marqué par une chute plus importante de la porosité au cours de la mise sous pression de confinement. Ainsi alors que la porosité de l'échantillon PP 319 est d'environ 23 % à la fin du chargement isotrope, la porosité de PP 327 n'est déjà plus que d'environ 17 %. Ainsi même si lors de la phase de chargement anisotrope les porosités évoluent de la même manière (même pente) la porosité de l'échantillon PP 327 à la fin du test est nettement inférieure (environ 4 %) à celle de l'échantillon PP 319 (environ 12%).

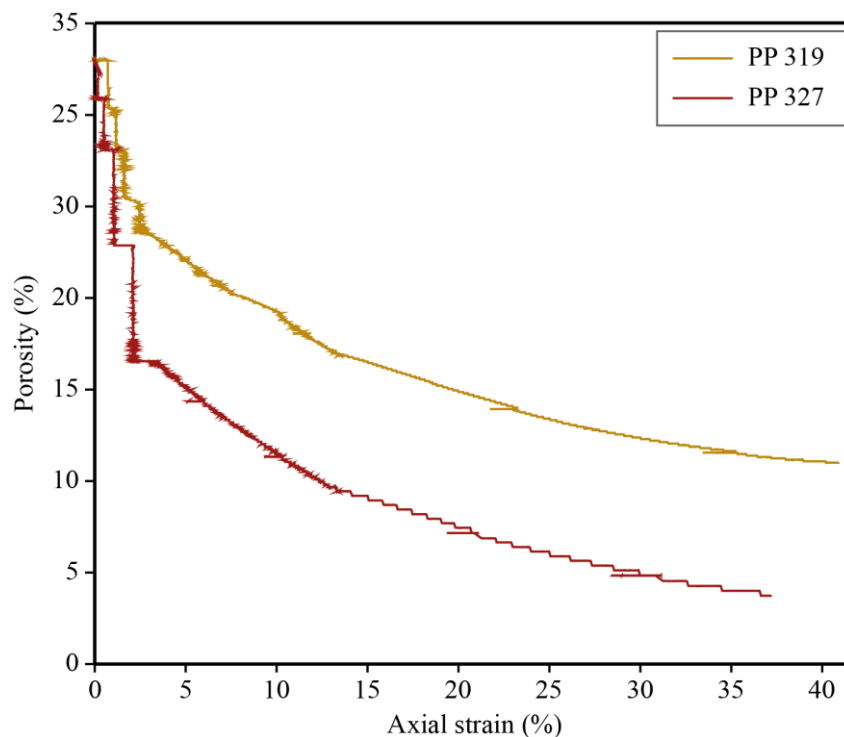


Figure 5.2 : Evolution de la porosité en fonction de la déformation axiale pour PP 319 et PP 327.

2.1.1.3. Evolution des modules poro-élastiques

Les différents cycles décharge/charge réalisés au cours des expériences montrent dans les deux cas une baisse significative du module d'Young au cours de la déformation (**figure 5.3**). Cependant la chute du module d'Young est beaucoup moins brutale pour PP 327 induisant

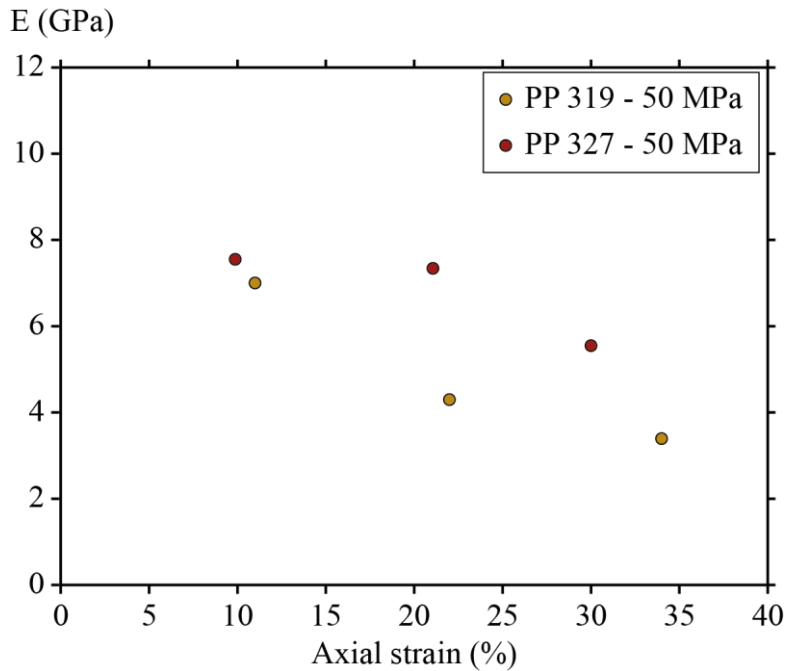


Figure 5.3 : Evolution du module d'Young avec l'augmentation de la déformation axiale au cours des tests triaxiaux PP 319 et PP 327.

des valeurs relativement plus élevées de ce module pour l'échantillon PP 327 par rapport à PP 319.

2.1.2. Mesures de la vitesse des ondes P

Les données de vitesse des ondes P montrent que PP 327 est caractérisée par une vitesse de propagation des ondes P globalement plus élevée que PP 319 et que cet écart s'accroît avec l'augmentation de la pression effective à laquelle la mesure est réalisée (**figure 5.4a**). Toutefois, dans les deux cas, la vitesse semble augmenter de manière linéaire avec la pression appliquée. Les régressions linéaires qui en découlent montrent une forte sensibilité de la vitesse à la pression effective avec des pentes $\frac{\partial V_p}{\partial P_{eff}}$ très élevée (55 m.s⁻¹/ MPa pour PP 327 ; 43 m.s⁻¹/ MPa pour PP 319).

2.1.3. Interprétation

On observe globalement la même évolution des paramètres suivis au cours des expériences quel que soit l'orientation de l'échantillon de départ par rapport à la stratification. En effet, dans les deux cas on observe un comportement de type durcissant associé à la compaction de l'échantillon comme en témoignent les courbes de porosité présentées en **figure 5.2**. De même, les modules élastiques subissent une diminution au cours de la

déformation à cause de la destruction progressive du ciment préexistant dans la roche. Par ailleurs, les mesures de vitesse des ondes P réalisées post-mortem montrent la même tendance dans les deux échantillons : une forte sensibilité à la pression effective et des valeurs anormalement faibles par rapport à leur porosité respective.

En revanche, si l'on compare les valeurs absolues des modules d'Young et des vitesses des ondes P, on s'aperçoit que PP 327 (parallèle à S_0) présente à chaque fois des valeurs supérieures à PP 319 (perpendiculaire à S_0). Ceci est certainement dû à l'écart de porosité entre les deux échantillons. En effet, au cours des tests triaxiaux, l'échantillon PP 327 présente une chute plus importante de porosité lors du chargement isotrope. Cet écart de porosité est ensuite conservé tout au long du chargement anisotrope (et donc lors des mesures de vitesse). L'échantillon PP 327 étant caractérisé par un état de compaction plus avancée, les modules d'Young et les vitesses des ondes P sont donc plus importants que pour PP 319. Dans l'article nous avons évalué la contribution de la porosité sur la vitesse de propagation des ondes P, nous avons défini que pour 1% de porosité perdu, la vitesse des ondes P augmentait de 47 m/s. Ainsi afin de voir si c'est bien l'écart de porosité ($\Delta\phi = 8\%$) entre les deux échantillons qui justifie les écarts de vitesse, nous avons recalculé la vitesse des ondes P qu'aurait PP 319 si sa porosité était la même que PP 327 (à savoir 4 %) (**figure 5.4b**). Les résultats montrent que dans ce cas, les deux séries de données présentent des valeurs très proches puisque les valeurs corrigées de l'écart de porosité de PP 319 se retrouvent toutes dans la barre d'erreur des valeurs de PP 327. Ainsi il est réaliste d'attribuer la différence de vitesse de propagation des ondes P mesurées dans les échantillons PP 319 et PP 327 à leur écart de porosité.

2.1.4. Conclusion sur l'effet de l'orientation de la carotte

L'orientation de la carotte par rapport à la stratification n'influence pas les résultats, et n'a que peu d'impact sur la rhéologie et les propriétés mécaniques des échantillons. Ceci conforte l'idée que la matrice sédimentaire présente sur la péninsule de Boso (et d'où viennent nos échantillons), n'a pas subi de déformation intense et présente une fabrique homogène.

2.2. Images microtomographiques

Dans l'article nous n'avons présenté que les images obtenues au microtomographe pour l'échantillon PP 335 car il permettait de faire la synthèse de toutes les structures observées dans les autres échantillons. Cependant tous les échantillons ont fait l'objet d'une analyse

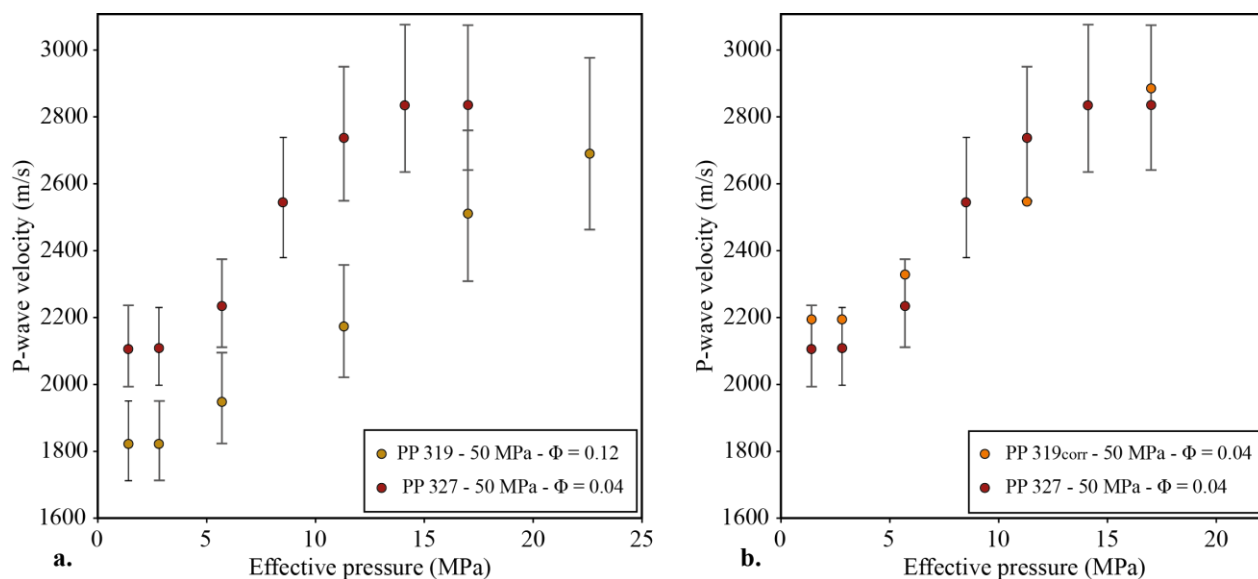


Figure 5.4 : **a.** Mesure de la vitesse des ondes P sous une pression effective croissante, pour PP 319 et PP 327 et barres d'erreur associées. **b.** Report des mesures des V_p pour PP 327 et valeurs des V_p pour PP 319 corrigées de l'écart de porosité entre les deux échantillons. Ainsi les valeurs de PP 319corr sont les valeurs des V_p supposées si PP 319 avait la même porosité que PP 327 (i.e. 4%).

microstructurale au microtomographe. Cette section récapitule les observations réalisées post-mortem sur chaque échantillon déformé en presse Paterson.

- PP 319 : au cours de cette expérience, réalisée avec 50 MPa de pression de confinement (et 5 MPa de pression de fluide comme dans toutes les expériences de cette série), un très fort taux de déformation a été atteint (près de 40 % de raccourcissement axial). Les images microtomographiques montrent que l'échantillon est fortement désaxé par le jeu d'une bande de cisaillement pluri-millimétrique. Cette zone de cisaillement est clairement délimitée par la présence de deux fractures (**figure 5.5a**).
- PP 314 : PP 314, réalisée à 100 MPa de pression de confinement n'a atteint qu'environ 25 % de déformation axiale. La **figure 5.5b** montre que l'échantillon est très faiblement désaxé et aucune bande de cisaillement n'apparaît encore clairement. De même, l'échantillon n'est pas fracturé. Ainsi à ce stade de l'expérience, l'échantillon semble avoir accommodé la déformation par le biais d'une simple compaction.
- PP 334 : cette expérience a été réalisée dans les mêmes conditions que PP 335 afin de s'assurer de la reproductibilité de nos résultats. Ainsi cet échantillon présente exactement les mêmes structures de déformation que PP 335 pour des taux de déformation similaires (~ 34%), à savoir un désaxage associé au jeu d'une large zone de cisaillement, le tout recoupé d'une fracture présentant une épaisseur d'environ 100 μm (**figure 5.5.c**).

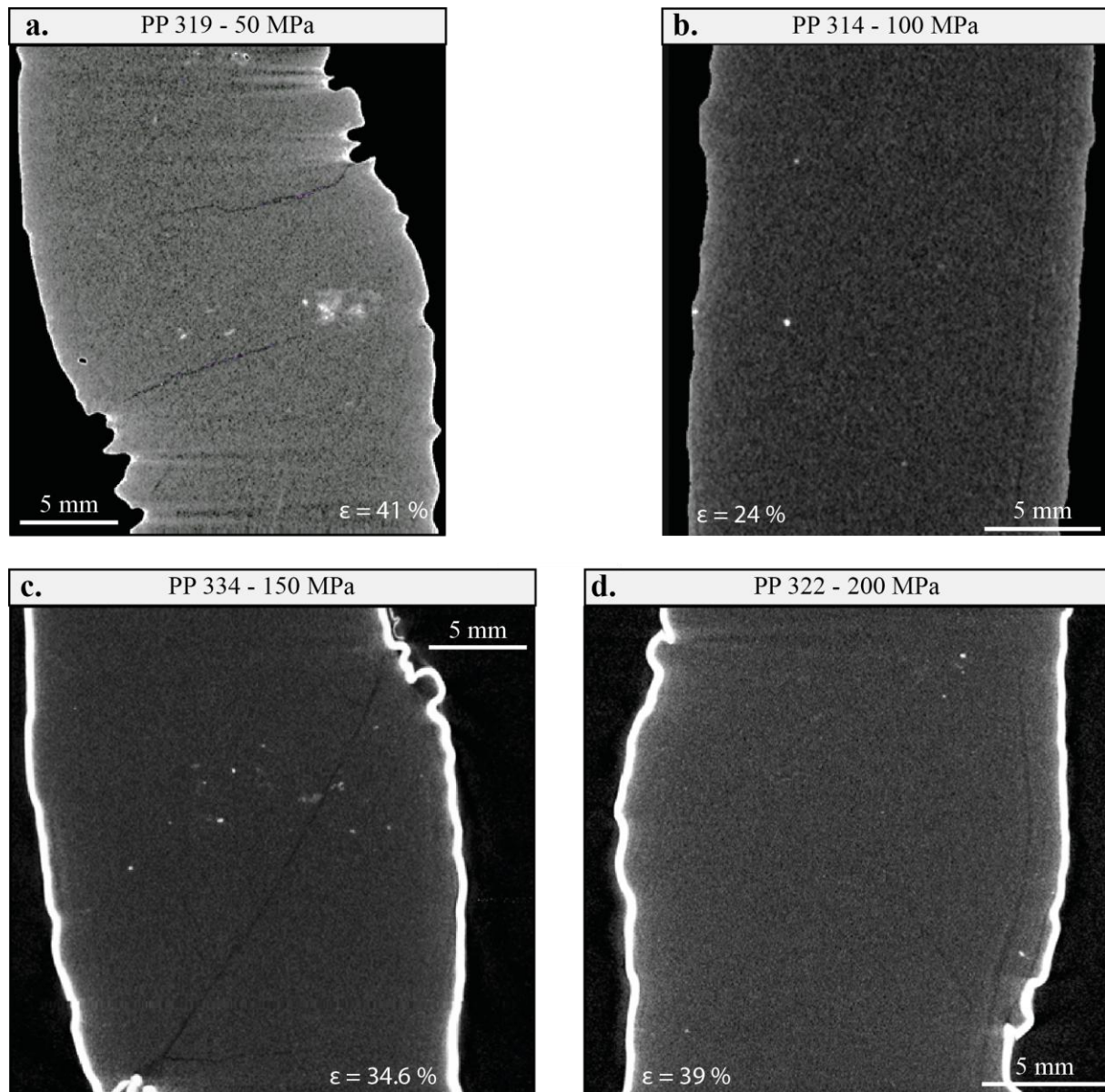


Figure 5.5: Image microtomographiques représentatives des déformations obtenues en presse triaxiale : **a.** à 50 MPa ; **b.** à 100 MPa ; **c.** à 150 MPa et **d.** à 200 MPa. Apparaissent également, les taux de déformation axiaux finaux (ϵ).

- PP 322 : cette expérience a été réalisée à 200 MPa de pression de confinement. La géométrie, un peu en tonneau, de cet échantillon montre également un léger désaxage ainsi que l'initiation d'une fracture (**figure 5.5d**).

Toutes ces analyses confirment bien une évolution du mode de déformation en trois phases : tout d'abord une simple compaction, suivie du jeu d'une large zone de cisaillement compactante, et enfin une fracturation dilatante.

3. Rhéologie des sédiments riches en illite

Dans cette section nous présentons les résultats de tests triaxiaux conduits sur des échantillons riches en illite. L'objectif est de voir quel est l'effet de la minéralogie (smectite

versus illite) sur la rhéologie de roches riches en argile. Nous comparerons donc ces résultats avec ceux de la *section 3.1.* de ce chapitre. Enfin nous discuterons l'implication de ces résultats pour la sismicité du prisme d'accrétion.

3.1. Echantillon de départ

Les échantillons riches en illite ont été obtenus expérimentalement à partir des siltstones de la péninsule de Boso (GJ02). Pour cela nous avons utilisé les autoclaves verticaux à chauffage externe dont le protocole est développé dans le *chapitre III.*

Afin de déterminer la cinétique de la réaction nous avons tout d'abord conduit des expériences sur des poudres placées dans des capsules en or. Ces expériences ont été conduites à 300°C et 1 kbar sur des poudres de GJ02 (fraction < 2µm) préalablement échangées au potassium (nécessaire pour l'illitisation). Ces expériences préliminaires ont été conduites pour des durées de 1, 4, 5, 7 et 14 jours. À la fin de chaque expérience les poudres sont ré-échangées au sodium, puis analysées au DRX (voir **annexe C** pour les diffractogrammes obtenus après chaque expérience). Les semi-quantifications sont réalisées à partir des diffractogrammes obtenus en utilisant les méthodes développées dans le *chapitre III.* Les résultats montrent que l'illitisation opère très rapidement (**figure 5.6**). En effet, au

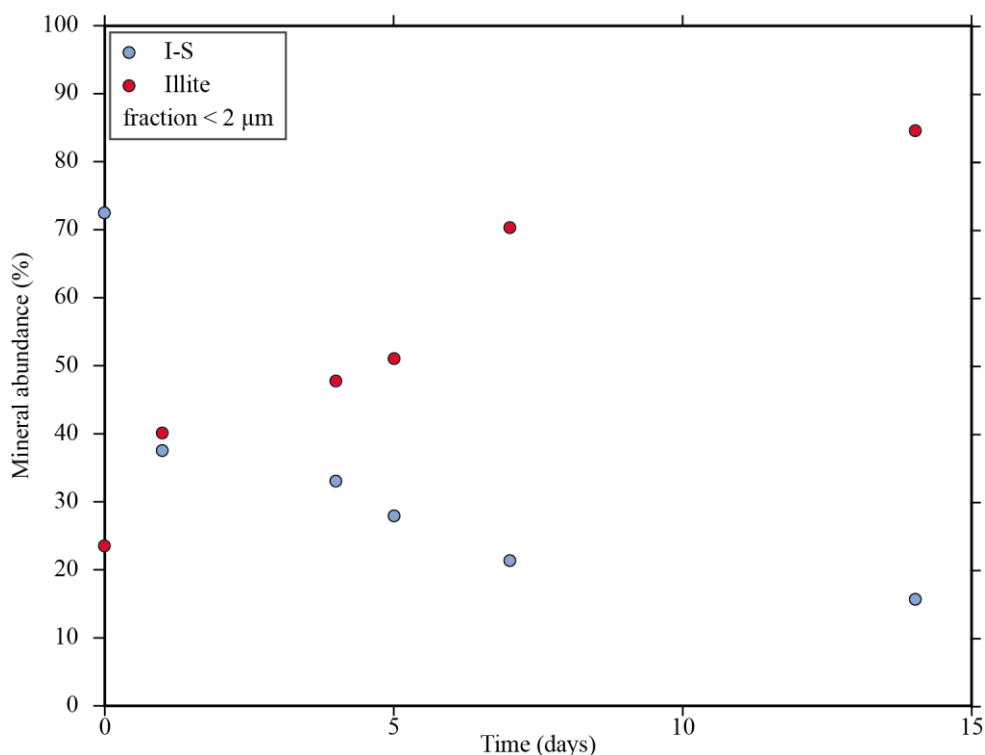


Figure 5.6: Cinétique de la réaction d'illitisation des siltstones de Boso. Les expériences sont réalisées sur des poudres introduites dans des capsules en or. La semi-quantification est obtenue à partir des diffractogrammes et en appliquant la méthode d'Underwood et al. (2003).

bout d'une journée en autoclave la proportion de feuillets interstratifiés I-S est presque divisée par deux (de 72 % à 38%), tandis que celle de l'illite est presque multipliée par deux (de 23 à 40 %). Plus la durée des expériences est longue et plus la réaction est avancée. On remarque toutefois que la réaction tend vers une asymptote. Par ailleurs après 14 jours de réaction, la proportion d'illite est très élevée (~ 80%) par rapport à celle des interstratifiés (~ 15%). Ces expériences de cinétique montrent donc qu'il est tout à fait possible d'illitiser expérimentalement nos échantillons de départ provenant de la péninsule de Boso. Par ailleurs il est rapide d'obtenir des échantillons très riches en illite. Nous avons donc par la suite, procédé à l'illitisation de carottes de GJ02 présentant des dimensions initiales d'environ 15 mm de diamètre et 30 mm de longueur, pour les utiliser comme échantillon de départ dans les expériences triaxiales. Pour cela nous avons procédé à l'illitisation de ces carottes en autoclave, à 300°C et 1 kbar pendant une durée de 30 jours. La durée est choisie pour favoriser une illitisation homogène dans ces échantillons. À la sortie de l'autoclave, une carotte de dimension 10 mm de diamètre et 20 mm de longueur est prélevée à partir de l'échantillon illitisé. Cette petite carotte est ensuite placée au sein d'une colonne Paterson pour un test triaxial en compression.

3.2. Résultats expérimentaux

Deux expériences triaxiales ont été conduites sur les échantillons préalablement illitisés en autoclave. Ces expériences ont été réalisées à température ambiante pour des pressions de confinement de 50 (PP 404) et 150 MPa (PP 341) et une pression de fluide fixée à 5 MPa (toutes les caractéristiques sont regroupées en **annexe D**).

3.2.1. Rhéologie

Les échantillons présentent une même évolution au cours des expériences triaxiales et ce, indépendamment de la pression de confinement exercée (**figure 5.7**). En effet, les courbes contrainte-déformation brutes montrent tout d'abord un durcissement avec la déformation, puis vers un un taux de déformation axiale de 22% la tendance s'inverse et la contrainte chute lentement jusqu'à la fin des expériences. Dans un premier temps, il semblerait donc que l'illite présente un comportement de type *strain-weakening*. Cependant la géométrie des échantillons à la sortie des expériences montre qu'ils sont très fortement désaxés, ce qui diminue la section réelle de l'échantillon supportant la charge et diminue donc la contrainte axiale mesurée lors des expériences par rapport à la contrainte réelle. Par le calcul du décalage des sections induit par le jeu de la zone de cisaillement principale nous avons pu pointer le moment de son

initiation dans les expériences. En effet, connaissant le décalage horizontal et le pendage de la zone de cisaillement (grâce à l'analyse micro-tomographie présentée dans la *section 3.3* qui suit), on peut retrouver le décalage vertical qui en résulte. Etant donné que l'on connaît la

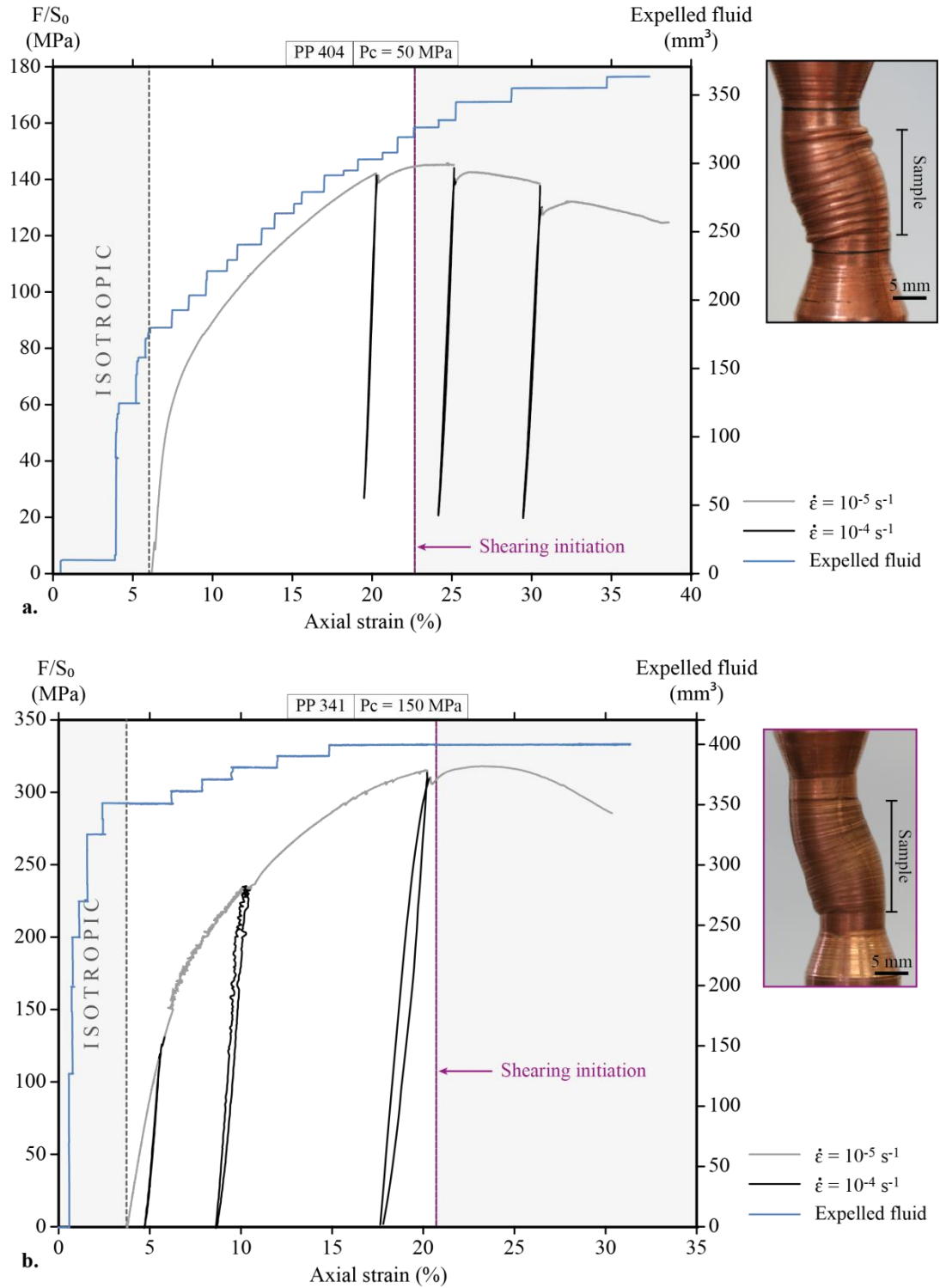


Figure 5.7: Résultats bruts des expériences triaxiales menées avec GJ02 préalablement illitisé en autoclave. **a.** Expérience menée à 50 MPa de pression de confinement : PP 404 et **b.** expérience menée à 150 MPa de pression de confinement : PP 341. On retrouve les courbes rhéologique contrainte-déformation, ainsi que l'évolution du volume de fluide expulsé au cours de la déformation. Sur la droite, les photos des échantillons à la fin des expériences sont présentes.

position du piston axiale tout le long de la déformation, il suffit de retrancher à la position axiale finale, la valeur du décalage vertical induit par la zone de cisaillement. Alors on retrouve le moment exact où l'initiation de la zone de cisaillement s'est produite (voir **figure 5.7**). Par ailleurs c'est à partir de ce moment précis que nous avons appliqué le facteur de correction géométrique qui permet de corriger la contrainte des effets du décalage des sections et dont nous présentons les résultats en **figure 5.8**. Pour ce faire nous avons procédé de la façon suivante :

1) Déterminer, à partir de l'image microtomographique de l'état final de l'échantillon, la section efficace S_{finale} , comme étant la surface de recouvrement des surfaces basale et sommitale de l'échantillon

2) Faire l'hypothèse que le désaxage procède de façon linéaire dans le temps/avec la déformation, entre un état de référence à t_{ref} , dans lequel la section est S_0 et la déformation ϵ_{ref} , et l'état final, où la section est S_{finale} et la déformation ϵ_{finale} . Entre les deux, la section est définie comme :

$$S(\epsilon) = S_0 + \frac{(S_{finale} - S_0) * (\epsilon - \epsilon_{ref})}{(\epsilon_{finale} - \epsilon_{ref})}$$

Après avoir appliqué cette correction géométrique (**figure 5.8**), on remarque alors que les échantillons riches en illite sont caractérisés par un comportement de type *strain-hardening* durant toute la durée des expériences. Ainsi la déformation en compression de ces échantillons est exclusivement durcissante.

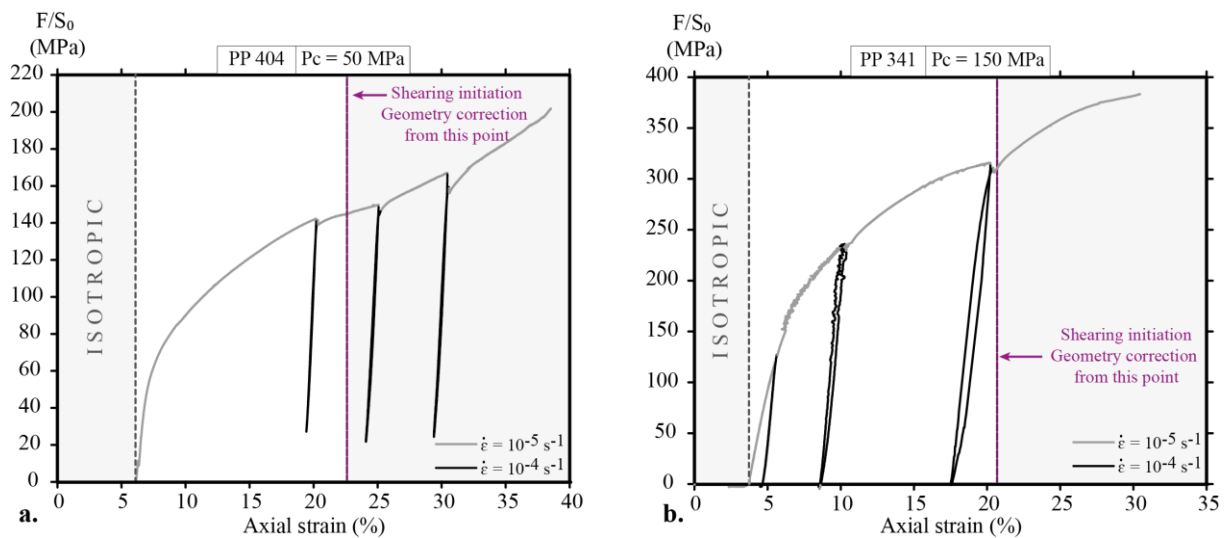


Figure 5.8: Courbes contrainte-déformation corrigées du décalage des sections. **a.** PP 404 et **b.** PP 341.

L'enregistrement du volume de fluide expulsé au cours des expériences montre, dans le cas de PP 404 ($P_c = 50$ MPa), une expulsion de fluide continue et donc une compaction active pendant toute la durée de l'expérience. En revanche, pour PP 341 ($P_c = 150$ MPa), on observe un arrêt de l'expulsion de fluide vers 15 % de la déformation, suggérant l'activation d'un autre mode de déformation pour accommoder la compression.

3.2.2. Modules élastiques

Afin d'évaluer l'évolution du module d'Young, plusieurs cycles « décharge-charge » ont été réalisés au cours des expériences triaxiales PP 404 et PP 341. Il apparaît que le module d'Young diminue avec l'augmentation du taux de déformation axiale (**figure 5.9**). Pour l'expérience conduite à 50 MPa de pression de confinement, on observe une très forte chute du module d'Young entre 20 et 25 % de déformation axiale, le module passe alors de 15 GPa à moins de 12 GPa. Dans le cas de PP 341 (150 MPa), on observe également une forte chute du module d'Young entre 12 et 18% de déformation axiale, le module chute d'environ 12 à 9 GPa.

3.3. Analyse structurale

Des analyses microtomographiques ont été réalisées sur les échantillons issus de PP 341 et PP 404. Comme on pouvait déjà s'en apercevoir sur les échantillons macroscopiques (photos en **figures 5.7**), les analyses montrent que les échantillons sont très fortement désaxés (**Figure 5.10**). Ceci indique qu'une part de la déformation fut accommodée par le biais du jeu

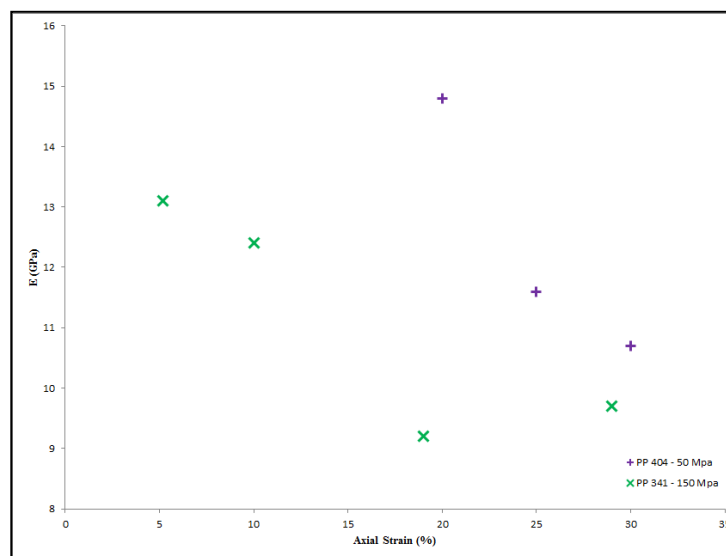


Figure 5.9: Evolution du module d'Young (E) au cours de la déformation pour les expériences PP 404 et PP 341 réalisées avec des échantillons riches en illite.

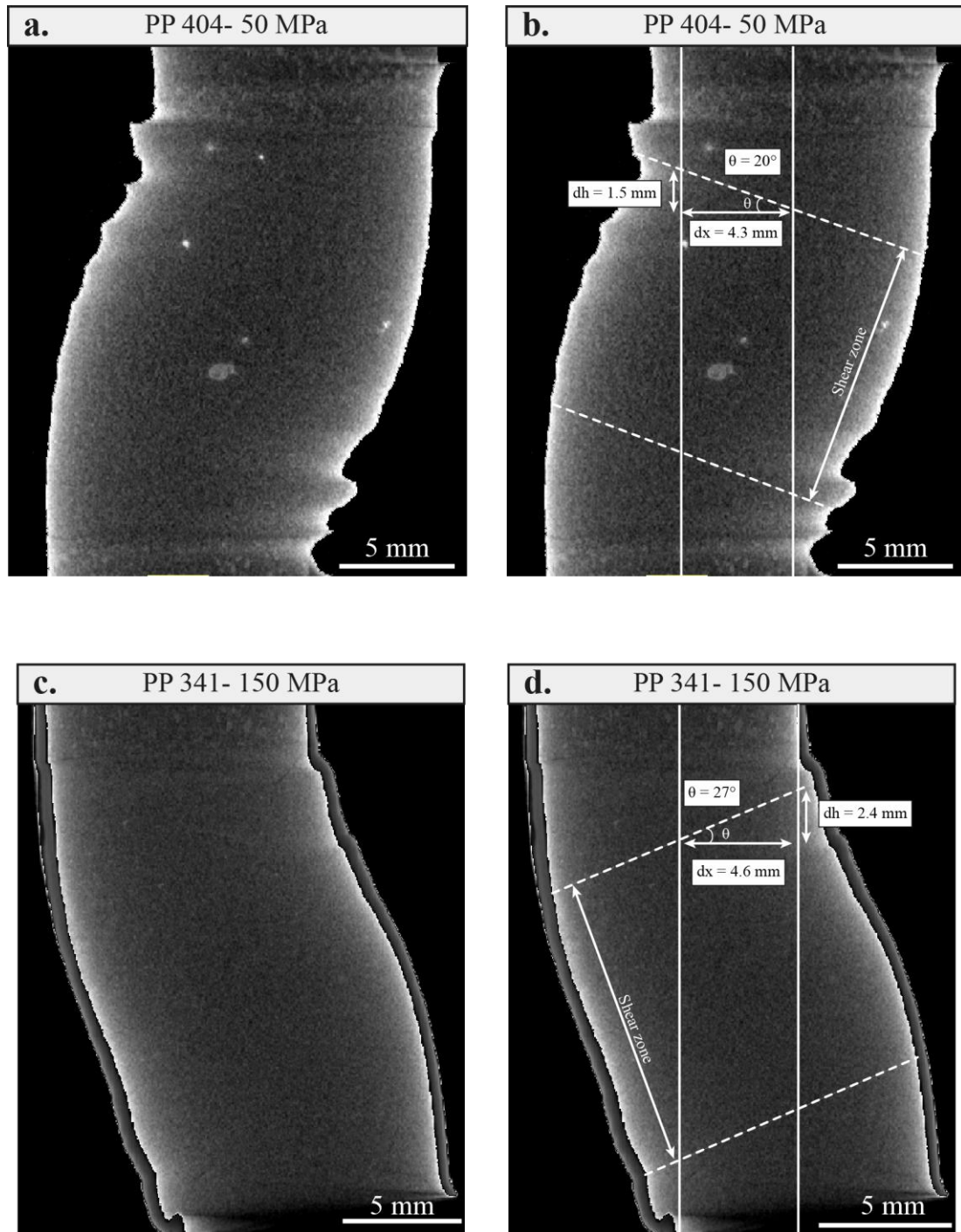


Figure 5.10: Images microtomographiques post-expérience et analyse du jeu de la zone de cisaillement ; **a.** et **b.** image et interprétation pour PP 404. **c.** et **d.** image et interprétation pour PP 341.

d'une large bande de cisaillement qui est délimitée en **figure 5.10** pour chacun des deux échantillons. Dans le cas de PP 404, aucune fracture n'est identifiable, ce qui montre que la totalité de la déformation fut accommodée par compaction et cisaillement. En revanche, PP 341 semble présenter une fracture principale, cependant la différence de densité de cette fracture avec l'encaissant est si faible qu'il est impossible de procéder à la segmentation de cette dernière. De même, aucun marqueur (oxydes par exemple) ne permet de mesurer le

décalage induit par cette faille et donc de remonter à son initiation. Toutefois, grâce à la détermination précise du décalage des sections induites par la zone de cisaillement nous avons pu retrouver le moment de son initiation dans les expériences (**figures 5.7 et 5.8**).

3.4. Discussion des résultats

3.4.1. Comparaison smectite et illite

Les résultats présentés dans ce chapitre sur des échantillons riches en smectite d'une part et riches en illite d'autre part montrent plusieurs similarités. En effet, tout d'abord, quel que soit la minéralogie, les échantillons sont tous caractérisés par un comportement de type durcissant avec la déformation (*strain-hardening*). Par ailleurs, les modes de déformation qui opèrent pour accommoder la compression sont tout à fait similaires dans les deux cas : (1) on observe tout d'abord une part de compaction, où la compression est accommodée par une fermeture des pores (comme en attestent les courbes montrant l'expulsion de fluide au cours de la déformation). (2) Puis l'initiation d'une large bande de cisaillement se produit ; au cours de ce cisaillement la compaction continue d'opérer (sauf pour PP 341), et enfin (3) dans certains cas, on observe même la fracturation à la fin des expériences. Concernant l'évolution des modules élastiques, on observe également une tendance similaire avec une chute des modules d'Young au cours de la déformation, quelle que soit la minéralogie. Cette chute des modules est interprétée comme étant la conséquence de la destruction, au moins partielle, du ciment de la roche au cours de la déformation.

Ainsi lorsque l'on regarde les tendances d'évolution on ne remarque que peu de différences entre les échantillons smectitiques et illitiques, cependant si l'on s'intéresse aux valeurs absolues des différents paramètres (contraintes, modules poro-élastiques) on s'aperçoit que les deux types d'échantillons ont des propriétés qui leur sont propres. En effet, si l'on compare les courbes rhéologiques des échantillons smectitiques et illitiques obtenues dans les mêmes conditions expérimentales (par exemple 50 MPa) on s'aperçoit que les échantillons riches en illite sont caractérisés par une plus grande résistance à la déformation (**figure 5.11**). De même les échantillons riches en illite présentent des modules poro-élastiques plus élevés que les échantillons smectitiques (**figure 5.12**).

3.4.2. Discussion de l'hypothèse de l'illite comme responsable de la limite supérieure de la zone sismogénique

L'un des objectifs de ces expériences triaxiales à température ambiante était de

déterminer si la minéralogie constituait un paramètre clé pour la rhéologie des roches et sédiments riches en argiles et principalement de voir si l'illite était associée à un comportement de type adoucissant. En effet, comme mentionné dans l'introduction de cette thèse, l'une des hypothèses énoncées pour expliquer la borne supérieure de la zone sismogénique est la présence d'illite suite à l'illitisation des matériaux smectitiques entrés en subduction [Hyndman *et al.*, 1997]. Si cette hypothèse est valide on s'attend à ce que matériaux riches en smectite et matériaux riches en illites soient caractérisés par des rhéologies opposées. On s'attend notamment à ce que l'illite soit caractérisée par un comportement adoucissant responsable de la genèse d'instabilités de glissement. Or, ce n'est pas ce que montrent nos résultats d'expériences : Les échantillons riches en illite, tout comme ceux riches en smectite, sont caractérisés par un comportement de type durcissant avec la déformation (*strain-hardening*). Ainsi, même si les échantillons illitiques sont caractérisés par une plus grande résistance à la déformation que les échantillons smectitiques, la rhéologie de ces deux matériaux est identique dans nos conditions expérimentales. Il semblerait alors qu'un simple enrichissement en illite ne puisse pas être à l'origine d'instabilités de glissement. Ces résultats sont concordants avec les résultats d'expériences de friction sur illite menées par Saffer and Marone [2003] qui montrent que l'illite est caractérisée par un comportement de

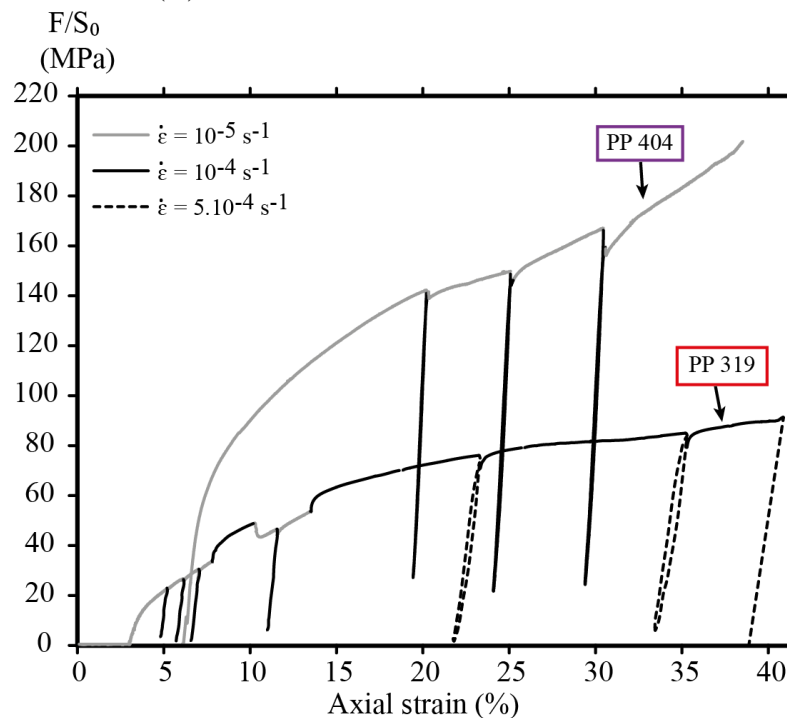


Figure 5.11: Comparaison des courbes rhéologiques pour un échantillon smectitique (PP 319) et illitique (PP 404) pour une pression de confinement de 50 MPa. On remarque que l'échantillon riche en illite est caractérisé par une plus grande résistance à la déformation.

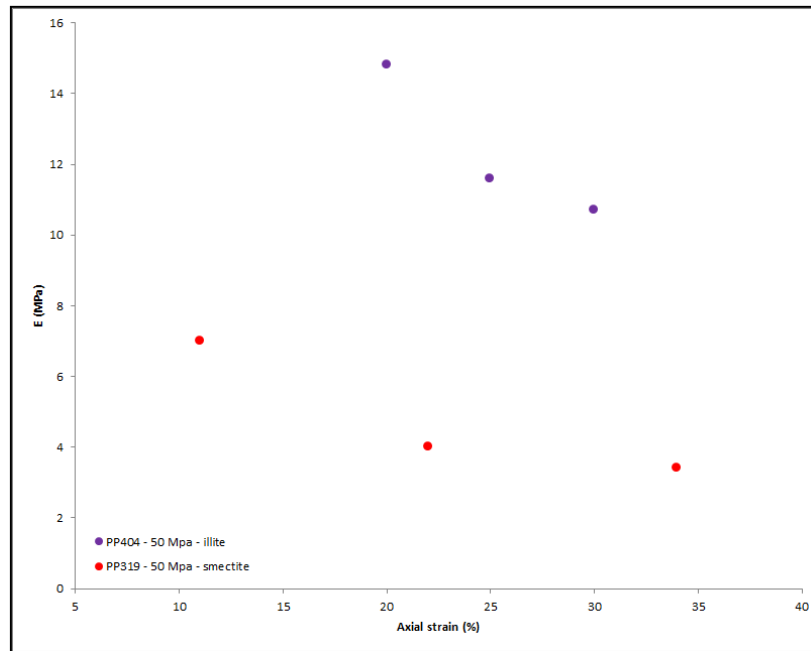


Figure 5.12: Evolution du module d'Young au cours de la déformation en presse triaxiale pour un échantillon riche en illite (PP404) et riche en smectite (PP319). L'échantillon illitique est caractérisé par des modules d'Young plus élevés.

type *velocity-strengthening* pour des contraintes normales de 5 à 150 MPa et des vitesses de glissement allant de 0.1 $\mu\text{m/s}$ à 200 $\mu\text{m/s}$ (comparable à la vitesse de déformation dans nos expériences de 0.3 $\mu\text{m/s}$).

À la lumière de ces résultats l'hypothèse de l'illite comme précurseur d'instabilités de glissement semble donc être invalidée. Cependant cette conclusion doit être nuancée, puisque elle est basée sur des résultats d'expériences menées à température ambiante, or, dans la nature la température augmente lors de l'enfouissement des sédiments pour atteindre environ 150°C au niveau de la borne supérieure de la zone sismogénique. Or, des expériences de friction sur granite montrent l'importance de la température sur le comportement rhéologique : alors que le granite est stable à température ambiante, il devient instable pour des températures comprises entre 75 et 300°C [Stesky *et al.*, 1974; Blanpied *et al.*, 1991]. Par ailleurs, des expériences triaxiales sur illite, montrent qu'à haute température (>400°C) l'illite présente un comportement de type stick-slip et donc instable [Moore *et al.*, 1989]. Il est donc nécessaire de réaliser des expériences dans des conditions plus réalistes, notamment à plus forte température afin de conclure de manière définitive sur l'hypothèse de l'illite comme source d'instabilités de glissement dans les zones de subduction.

4. Conclusion du Chapitre

Dans ce chapitre, par le biais de tests triaxiaux en compression, nous nous sommes intéressés aux effets de la déformation sur les propriétés mécaniques de roches riches en smectite (1) et riches en illite (2).

(1) Le choix d'utiliser des roches riches en smectite était motivé par le fait que les sédiments qui entrent en subduction présentent souvent une forte composante smectitique (à l'image du paléo-prisme d'accrétion de Boso d'où viennent nos échantillons de départ). Par ailleurs, la partie superficielle des zones de subduction est affectée par des phénomènes, tels que les séismes très basses fréquences ou encore la présence d'anomalie négative des vitesses sismiques, dont les causes sont encore débattues. Les tests triaxiaux avaient donc pour objectif d'identifier les modes de déformation et la rhéologie de matériaux smectitiques afin d'évaluer leur potentiel dans la genèse d'instabilités, mais aussi de voir les effets de la déformation sur les propriétés poro-élastiques de la roche et notamment la vitesse de propagation des ondes P. Les résultats des expériences montrent que la déformation est accommodée par compaction, cisaillement et dans certains cas par fracturation de la roche. Tout au long de la déformation, les échantillons présentent un comportement durcissant de type *velocity strengthening* et *strain hardening*. Ainsi dans nos conditions expérimentales il apparaît que les échantillons riches en smectite sont associés à un comportement stable et donc que la simple présence de smectite ne suffit pas à expliquer les VLFEs localisés dans la partie superficielle des zones de subduction. En revanche, nos résultats montrent que la déformation et notamment la destruction du ciment et l'ouverture de microfissure tend à diminuer les vitesses de propagation des ondes P. Ainsi les zones d'anomalies de vitesses sismiques détectées dans les prismes d'accrétion sont peut-être en partie dues à la présence de roches très déformées et dont le ciment est détruit.

(2) Les sédiments riches en smectite qui entrent en subduction sont peu à peu transformés par le biais de la diagenèse qui est activée par l'augmentation de température lors de l'enfouissement. Dans de tels sédiments la principale réaction diagénétique est la transition smectite-illite. Or la modification de minéralogie est supposée modifier les propriétés mécaniques de la roche. Dans les zones de subduction, la smectite est censée être totalement transformée en illite pour une température de 150°C, température qui coïncide avec la profondeur de la limite supérieure de la zone sismogénique. C'est pourquoi nous avons également réalisé des expériences triaxiales sur des échantillons riches en illite. Cependant,

nos résultats d'expérience, montrent que, tout comme les échantillons smectitiques, les échantillons illitiques présentent un comportement de type durcissant avec la déformation. Il n'y a donc pas de changement radical de rhéologie (i.e. strengthening → weakening) lié à un enrichissement en illite dans la roche. Il semblerait alors que la cause des instabilités de glissement ne soit pas directement contrôlée par la lithologie des roches.

Si la lithologie ne semble pas avoir d'effet majeur sur la rhéologie des roches, qu'en est-il lorsque les réactions diagénétiques sont en cours ?

Aujourd'hui, aucune étude ne semble répondre à cette question et c'est pourquoi, dans le chapitre suivant nous nous intéresserons aux effets de la diagenèse et plus précisément de la transition smectite → illite **en cours** sur les propriétés mécaniques et la rhéologie des roches riches en argile. Pour ce faire nous proposerons une série d'expériences triaxiales menées à haute température (300°C), ainsi dans ces expériences la déformation ainsi que la diagenèse agiront de manière synchrone et nous pourrons voir si cela influence le caractère stable/instable de ces roches.

CHAPITRE VI

EFFET DE LA DIAGENÈSE SUR LA RHÉOLOGIE DES ROCHES SÉDIMENTAIRES DU PRISME

- Préambule –

Ce chapitre, a pour but de déterminer les effets couplés de la diagenèse et de la déformation sur la rhéologie de matériaux analogues aux matériaux présents dans la partie superficielle des prismes d'accrétion. Pour cela ce chapitre est scindé en deux sections. Dans la première section nous présentons, sous la forme d'un article préliminaire, les résultats de tests triaxiaux en compression menés à 300°C sur les siltstones de Boso (teneur en smectite 24%) mais aussi sur une poudre de smectite de référence (teneur en smectite 75%). Cet article est suivi de son « *supporting information* » dans lequel sont présentées en détail les méthodes analytiques mais également des expériences complémentaires qui n'apparaissent pas dans l'article principal. Cet article préliminaire est ensuite suivi d'une deuxième section dans laquelle sont présentés et discutés des résultats complémentaires. Enfin une conclusion vient clore ce sixième chapitre.

1. Article 2

Dans l'article sont présentés les résultats de tests triaxiaux en compression menés à 300°C sous différentes pressions de confinement (de 50 à 200 MPa), avec une pression de fluide constante de 20 MPa, sur deux types d'échantillons : (1) les siltstones de la péninsule de Boso (carotte et poudre) et (2) de la poudre à haute teneur en smectite (SWy1, teneur en smectite ~ 75%). L'analyse micro-texturale post-expérience est réalisée pour chaque échantillon grâce à la technique de microtomographie X. Il apparaît que tous les échantillons sont caractérisés par un comportement de type stick-slip (instable) associé à leur fracturation au cours des tests. La comparaison de ces résultats avec ceux présentés dans le chapitre précédent (tests triaxiaux sur les mêmes échantillons de départ mais à température ambiante) laisse penser que les instabilités sont générées par le biais de processus thermo-dépendants, reliés à la métastabilité chimique des smectites. Nous faisons l'hypothèse que l'adoucissement brutal des échantillons au cours des cycles stick-slip serait la conséquence d'une augmentation de pression de fluide locale induite par la déshydratation des smectites lors de leur transformation en illite et sous l'effet de la contrainte. L'adoucissement brutal s'accompagne d'une fracturation dilatante de la roche. Ainsi nous proposons que les phases où la contrainte réaugmente dans les cycles stick-slip soient associées à une augmentation de la contrainte effective due à l'ouverture de porosité durant la phase de fracturation. Le comportement de type stick-slip observé dans les expériences serait donc la conséquence de variations de pression de fluide liées la déshydratation des smectites et à la dilatance qui accompagne la fracturation.

Dans la discussion et dans le « supporting information » qui accompagne l'article, nous mettons également en parallèle nos résultats avec ceux obtenus dans les expériences de friction, qui sont la référence en matière d'instabilités de glissement. Nous montrons ainsi l'importance des réactions minéralogiques en cours sur le comportement frictionnel des roches. En effet, dans la majorité des expériences de friction, la smectite et l'illite sont toutes deux associées à un comportement de type stable, ce qui a conduit certains auteurs à dire que la transition smectite-illite ne pouvait expliquer la transition asismique-sismique qui opère à 10 km de profondeur dans les zones de subduction [Saffer and Marone, 2003]. Or, nous montrons que la réaction de transformation de la smectite sous l'effet de la diagenèse induit des instabilités. Ceci montre que la genèse d'instabilité n'est pas simplement un processus mécanique mais un phénomène qui couple la déformation et les réactions chimiques.

Effect of smectite dehydration on sediment's rheology and implication on slip instability nucleation: an experimental study

Leslie Gadenne^{1,2,3}, Hugues Raimbourg^{1,2,3}, Rémi Champallier^{1,2,3}

⁽¹⁾ *Univ d'Orléans, Institut des Sciences de la Terre d'Orléans, UMR 7327, 4501 Orléans, France*

⁽²⁾ *CNRS/INSU, Institut des Sciences de la Terre d'Orléans, UMR 7327, 45071 Orléans France*

⁽³⁾ *BRGM, Institut des Sciences de la Terre d'Orléans, UMR 7327, BP 36009, 45060 Orléans, France*

(leslie.gadenne@univ-orleans.fr)

Yuzuru Yamamoto⁴

⁽⁴⁾ *Institute for Research on Earth Evolution, JAMSTEC, 2-15 Natsushima-Cho, Yokosuka-city, Kanagawa 237-0061*

Key Points:

- **Stick-slip behavior is systematic at 300°C with smectite-rich-samples**
- **Chemical reactivity of smectite is the process responsible for unstable failure**
- **Local fluctuations of fluid pressure may sustain stick-slip behavior**

ABSTRACT

To assess the effect of on-going diagenetic reactions involving smectite (a common clay mineral in incoming sediments of subduction zones), we performed triaxial compression tests at 300°C on natural siltstones from the Miura-Boso peninsula (Japan) and on a standard smectite powder (SWy1). The tests are realized under drained conditions with pore pressure of 20 MPa and confining pressures of 50 and 150 MPa.

All experiments are characterized by a first brutal stress drop then followed by stick-slip cycles of lower amplitude. This observation is at variance with previous triaxial compressive experiments conducted with the same starting material (GJ02) at room temperature that showed only strengthening behavior [Gadenne *et al.*, 2014]. As a consequence, the unstable behavior observed systematically in the experiments conducted at 300°C is certainly linked to a thermo-activated process. Furthermore, the common factor in all these experiments is the

presence of smectite in the starting material, which suggests that the chemical reactivity of the smectite with an increase in temperature promotes unstable failure. We propose that the fluctuations in fluid pressure induced by smectite dehydration and dilatant failure could be the micro-process at work. Finally, as the smectite, in nature, is involved in chemical transformation for temperature as low as 60°C (i.e. onset of illitisation [*Freed and Peacor*, 1989b]), we propose that the chemical reactivity of the smectite at shallow depth could promote the propagation of the coseismic rupture in the very shallow portion of the subduction zones (as it was the case during the Tohoku-Oki earthquake [*Ito et al.*, 2011]).

INTRODUCTION

Earthquakes and the seismic cycle are commonly interpreted as frictional instabilities similar to the stick-slip behavior observed in experimental deformation [Brace and Byerlee, 1966]. Upon this model the “slip” phase corresponds to the seismic rupture and release of energy (by failure/slip), while the “stick” phase corresponds to the interseismic elastic strain accumulation [Scholz, 1998]. The prerequisite for the “slip” phase to occur, is that the rock weakens during the early portion of its slip at a faster rate than the release of tectonic stress, hence sustaining the rupture propagation [Wibberley and Shimamoto, 2005]. From this postulate, during experiments (triaxial, frictional), a material that shows strengthening upon strain or strain rate increase is supposed to be aseismic in nature, whereas material that show weakening behavior is supposed to present a high seismic potential

In subduction settings, the seismogenic zone has been defined on the basis of earthquakes loci distribution [Byrne *et al.*, 1988] as the portion of the plate boundary where earthquakes can nucleate and propagate, and seems to extent from 10 to 50 km depth [Byrne *et al.*, 1988; Shimamoto *et al.*, 1993; Tichelaar and Ruff, 1993; Hyndman and Wang, 1993; Hyndman *et al.*, 1997; Oleskevich *et al.*, 1999]. As a consequence, the updip limit of the seismogenic zone (called the seismic front) is associated with a transition in the rock mechanical behavior. Two hypotheses are invoked to account for the aseismic character of the shallow part of the subduction zone (<10 km depth): (1) the poor consolidation of the shallow sediments [Byrne *et al.*, 1988] and (2) the nature of the clays present at shallow depth (mostly smectite) are both supposed to promote stable sliding [Byrne *et al.*, 1988; Vrolijk, 1990]. In favor of the latter idea, the coincidence between the transition from smectite-dominant to illite-dominant lithology, that occurs at 150°C [Hower *et al.*, 1976; Jennings and Thompson, 1986] (i.e. temperature corresponding to about 10 km depth), with the localization of the seismic front, has conducted some authors to consider the smectite-to-illite transition as the process responsible for the updip transition from stable to unstable slip regimes [Hyndman *et al.*, 1997].

In order to test these two hypotheses, friction experiments have been conducted at room temperature. It appears that the frictional behavior of smectite is mainly characterized by strengthening behavior [Wang *et al.*, 1980; Lupini *et al.*, 1981; Logan and Rauenzahn, 1987, Morrow *et al.*, 1992], which is compatible with the hypothesis (1). However, friction experiments conducted on illite [Saffer and Marone, 2003] show, as in the case of smectite, a

stable sliding behavior, so that there is no significant difference, in terms of frictional properties, between these two minerals. As a consequence, the second hypothesis on the smectite-to-illite transition as a control of the seismic front is not supported by the results of friction experiments.

On the other hand, propagation of the coseismic rupture to the trench during the Tohoku-Oki earthquake, with larger displacements toward the trench axis [Obara and Ito, 2005], totally contrasts with the results of friction experiments made on smectite since it indicates that the poorly consolidated shallow smectitic sediments could exhibit weakening behavior. This natural observation is not only incompatible with hypothesis (1), but also with the definition itself of the seismic front.

Seismological models and friction experiments are thus yet unable to give a comprehensive description of the earthquake phenomenology and physical processes in subduction zones, leading to the following questions: What is the process responsible for unstable sliding behavior in subduction zone? What is the real seismogenic potential of the poorly consolidated, smectite-rich sediments that compose the shallow part of accretionary prism? To take these issues from an experimental point of view, it seems essential to take into account the effect of temperature on rheology, a factor that was not considered in the friction experiments cited above [Saffer *et al.*, 2001; Saffer and Marone, 2003]. Friction experiments on illite have indeed shown how temperature can completely modify the frictional behavior [Moore *et al.*, 1989]. This effect is possibly even amplified in material buried in subduction zones, which is constantly affected by chemical reactions along with deformation.

To take into account the effect of temperature and the possible interplay between deformation and chemical reactions, we present a series of compressive triaxial tests conducted at 300°C and at confining pressure up to 200 MPa using smectite-rich samples. These experiments are compared to tests carried out at room temperature with the same material [Gadenne *et al.*, 2014], with the objective of specifying the effect of on-going diagenesis (smectite-to-illite/dehydration of smectite) during deformation on rheology of typical accretionary prism material and their possible role in unstable failure initiation.

1. MATERIAL AND METHODS

1.1 Starting materials

Material entering in subduction and accreted into accretionary prism has a strong component of smectite-rich sediments [Vrolijk and van der Pluijm, 1999]. As a consequence we chose to use smectite-rich samples as starting material. Thus, two sets of samples were used for experiments: (1) a smectite-rich siltstone from Boso peninsula (Japan), and (2) a smectite powder (SWy1). Hereafter the characteristics of the respective samples are listed.

(1) The first set of samples used for this study (named later as GJ02) came from the outcrops exposed in the on-land paleo-accretionary prism of Boso Peninsula (Japan). They have been specifically chosen because they are material actually accreted during subduction process. X-ray diffraction analyses presented in a previous study [Gadenne et al., 2014] showed that the siltstones are composed of 40 wt.% of interstratified illite-smectite (I-S), 25 wt.% quartz, 20 wt.% plagioclase, 10-15 wt.% illite and 0-5 wt.% kaolinite. The content of smectite in the I-S layer estimated with the “saddle/17Å” method of Rettke [1981] is ~ 57% ($\pm$ 8 %). The bulk porosity ($\Phi = \frac{\text{Void volume}}{\text{Total volume}}$) of the samples, measured by water immersion, is 43 % [Gadenne et al., 2014]. Finally, these samples are not intensely deformed and have not been buried deeply (maximum 1000 m [Yamamoto et al., 2005; Yamamoto, 2006]). Our mechanical tests showed the presence of incipient cementation [Gadenne et al., 2014], a feature that is relatively common in shallow sediments [Spinelli et al., 2007; Raimbourg et al., 2011]. As a consequence of their high porosity, high smectite content and their undeformed state [Yamamoto et al., 2005; Yamamoto, 2006; Kameda et al., 2010], we consider the Boso Peninsula samples as representative of sediments to be subducted.

For experiments, GJ02 was used as core samples (GJ02C) but also as powder after fine grinding (GJ02P) in order to evaluate the potential influence of preexisting texture or cementation on the rheology of these samples when deformed in triaxial press.

(2) The second set of samples used for experiments consists in smectite-rich powder (SWy1) with smectite content of ~75% (+ 8% quartz, 16% feldspar, 1% mica and/or illite + kaolinite (?) and/or chlorite (?)) [Chipera and Bish, 2001]. This choice to work with a simplified system was made to study specifically the smectite $\rightarrow$ illite transition and the potential dehydration of smectite on the rheology of material without the influence of

heterogeneity of materials, preexisting cementation, preexisting fabric or any other interactions that could occur in the natural siltstones (GJ02) when heated up and deformed.

1.2 Sample preparation

Prior to triaxial tests, the starting materials have to undergo the following pretreatments.

1.2.1. Cation exchange

As the smectite to illite transition needs potassium to operate we have proceeded to the cationic exchange of the interlayer cation of both sets of samples as initially their interlayer region is mostly composed of sodium and calcium [van Olphen and Fripiat, 1979; Kameda *et al.*, 2010]. For this purpose all samples were saturated with potassium by stirring in 1 M KCl solution through five 24-hours-successive washings. This step was then followed by washing with distilled water until the supernatant was chloride free.

1.2.2. Pre-compaction of SWy1 and GJ02P powders

We proceeded to precompaction of powder samples (SWy1 and GJ02P) before triaxial experiments for two reasons. Firstly, we wanted the powder samples to have a similar porosity to core sample GJ02C (i.e. 43 %) prior to triaxial tests, to avoid any bias in the results linked to the initial porosity differences between the different sets of samples. Secondly, the precompaction was a technical prerequisite to prevent the perforation of the metallic jacket that surrounds the sample during triaxial tests (indeed in case of high initial porosity (>40 %) the copper jacket (**figure 1**) collapses and perforates). Therefore we used an oedometer in order to compact the powder in order to reach similar porosity than GJ02C (see the detailed procedure in the section **S1.1 of Supporting Information**).

When these steps were done we used the K-exchanged pre-compacted SWy1/GJ02P, as well as the K-exchanged natural GJ02C for triaxial compression experiments using the Paterson press.

1.3 Triaxial compression

Triaxial compressive tests were conducted in a Paterson press [Paterson, 1990] which allows tests in drained conditions (assembly in **figure 1**). Deformation experiments were performed on saturated samples (with a solution of KCl 1M as the pore fluid). The cylinder axis of each core was oriented perpendicular to sedimentary bedding and the samples size was ~ 14 mm in diameter and ~ 25-30 mm in length to keep a length/diameter ratio near 2. The

samples are surrounded by a Teflon jacket in order to prevent the perforation of the copper jacket that surrounds the whole column during the tests (**figure 1**).

The experiments presented in this article were performed at two different confining pressures ($P_c = 50$ and 150 MPa) all at 300°C . However, in the **supporting information** (in section **S2.1**) two supplementary experiments conducted on GJ02C at 300°C for confining pressures of 100 and 200 MPa are presented and their results are used in the discussion. The compression is done at the servo-controlled strain rate ($\dot{\epsilon}$) of $1.2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. At any time, an internal sensor measures the internal force applied to the sample. From this value of internal force and the section on which it is exerted we derived the stress (σ) applied to the sample by using the following equation:

$$\sigma = \frac{F}{S_0}$$

With σ_1 the stress (MPa), F the internal force (N) and S_0 the initial section of the sample (mm^2).

The sample shortening induced by compression is recorded at any time by means of LVDTs (Linear Variable Differential Transformers). This shortening is converted into axial strain (ϵ).

Using capillary tubes connected to an external volumeter, the fluid pressure (P_f) on both flat sides of cylindrical samples was kept constant during compression at a value of 20 MPa (this choice was made to avoid the passage of water in vapor phase). The fluid expelled from the sample during the experiments was stored in a volumeter (**figure 1**), enabling us to calculate the volume of fluid expelled from the samples all over the tests.

All tests were carried out according to the same protocol. In the first part of the experiments the confining pressure P_c and P_f were increased simultaneously to 35 MPa and 20 MPa respectively (preserving an effective pressure of 15 MPa during this step). Then, the temperature is increased until 300°C and then kept constant for one night. As shown in the section **S1.2** of the **supporting information**, this time lapse is sufficient for the smectite $\rightarrow$ illite reaction to progress significantly. The next day, P_c is increased until 50 MPa and by step of 50 MPa beyond (a phase called hereafter “isotropic compression”). These steps are separated by intervals of 30 minutes in order to let the sample equilibrate in these new conditions. After reaching the desired P_c , the axial deformation is started at a constant strain

rate, with axial force F monitored (a phase called hereafter “axial compression”). In order to evaluate the elastic properties of the core samples (GJ02C), this stage was punctuated by several unload-reload cycles conducted at high strain rate, i.e. with an order of magnitude above the monotonic loading rate (i.e. $1.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$).

1.4. Computed tomography scans analyses

Microtomography analyses were performed using an industrial computed tomography (CT) device Nanotom 180NF (GE Phoenix | x-ray, Wunstorf, Germany) available at ISTO. This unit has a 180 KV nanofocus X-ray tube and a digital detector array (2304X1152 pixels Hamamatsu detector). The voxel resolution ranges between 23 and 26 μm depending on the initial sample size.

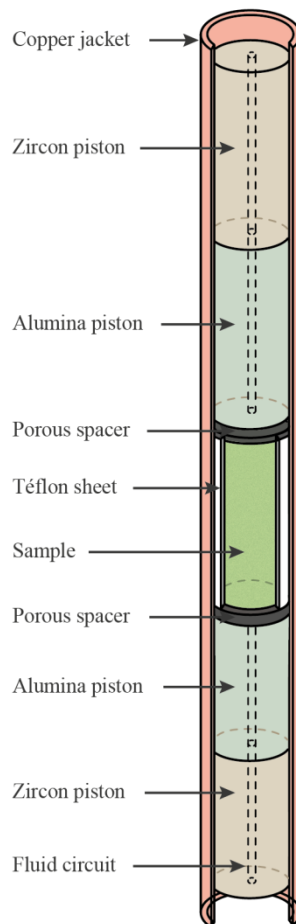


Figure 1 : Paterson assembly.

2. RESULTS

2.1. Triaxial tests

The experimental conditions and results for each experiment are summarized in the **table S1** present in the **Supporting Information**.

2.1.1 GJ02

2.1.1.1. Core samples

Results of triaxial tests performed at 50 MPa (PP 390) and 150 MPa (PP 371) with GJ02C are shown in **figure 2a** and **2b** respectively. In all cases, the rheology evolves from strain hardening to stick-slip behavior (around an axial strain of 30%), whatever the value of the confining pressure (50 or 150 MPa). Stick-slip behavior consists in repetitions of cycles of (1) rapid (duration ~s) stress drop (“slip phases”) then (2) slower stress increase (“stick phases”). The stress variations during the stick-slip deformation are much faster than during the preceding, strain hardening phase. Note that the initial stress drop is in several cases (**figure 2** and **3**) larger than the following ones, so that we describe them separately hereafter as “initial” and “secondary” stress drops.

For PP 390, the initial stress drop is 27.5 MPa and the majority of this drop occurs in 3 seconds. Then, secondary stress drops are of lower amplitude with an average value of 15.5 MPa, but tend to increase with the increase in axial strain (10 to 25 MPa). These secondary stress drops occur in 2 to 3 seconds. The restrengthening phases are all characterized by similar slopes with a mean increase of 0.050 MPa per second.

For PP 371, the initial stress drop is 45 MPa and occurs in 4 seconds. The secondary stress drops are of lower amplitude with a mean value of 18.75 MPa and occur in 2 seconds. The restrengthening phases are characterized by an average increase in the stress of 0.070 MPa/s (with 0.061 MPa/s as the lower value and 0.080 MPa/s as the higher value).

The whole deformation is associated with fluid expulsion, but the volume of fluid expelled becomes lower during the course of the experiments.

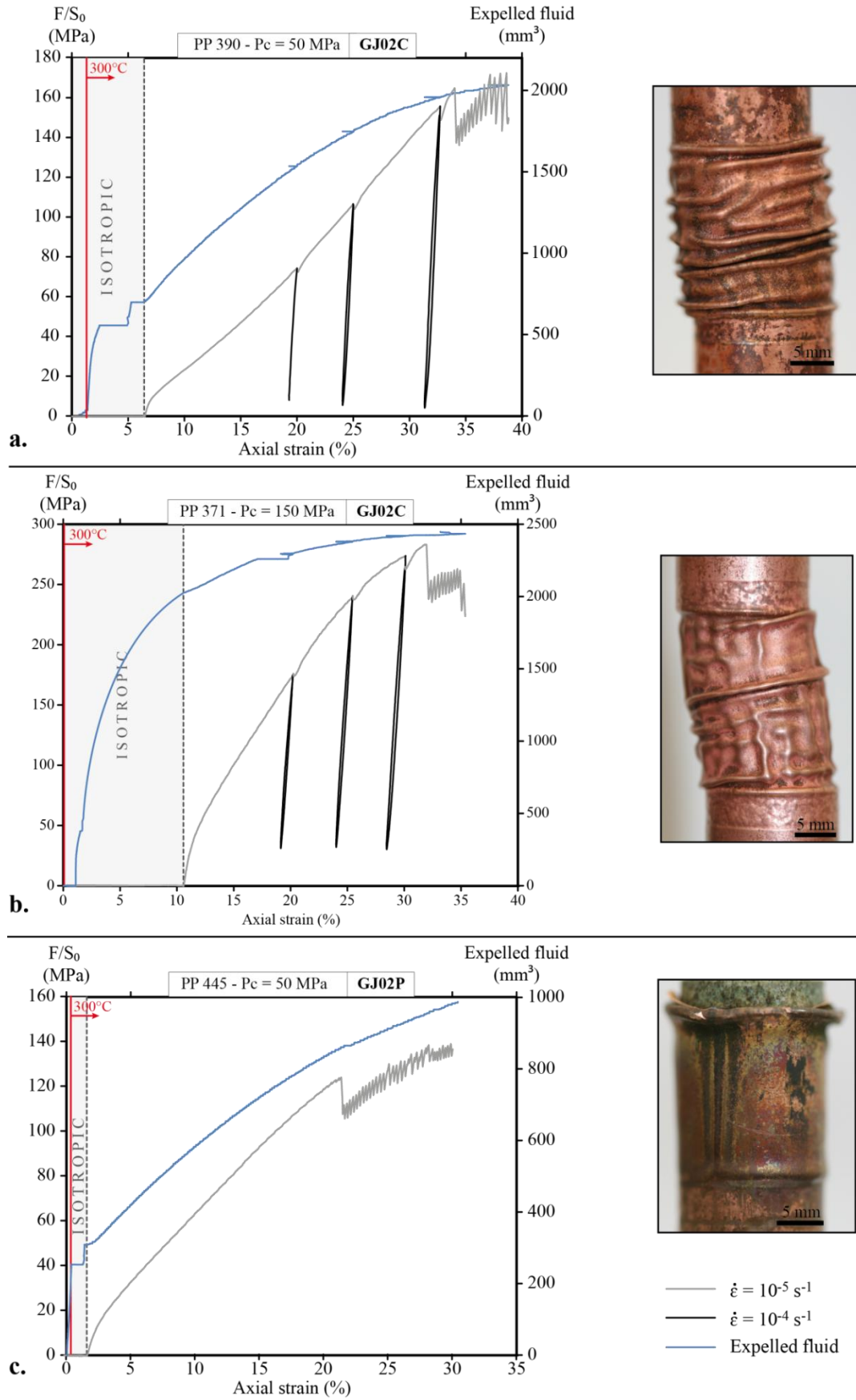


Figure 2 : Results of triaxial compressive tests conducted with GJ02 in the form of core samples (a. and b.) or in the form of powder (c.), at confining pressure of 50 MPa (a. and c.) and 150 MPa (b.). Pictures of samples after tests are shown. The black lines in PP 390 and PP 371 correspond to unload-reload cycles performed in order to evaluate the evolution of Young's modulus

2.1.1.2. Powder

The result of triaxial test performed at 50 MPa (PP 445) with the powder sample GJ02P shows a similar evolution of stress with increasing strain to the core sample of the same material (GJ02C), that is to say a transition from strain hardening to stick-slip behavior (**figure 2c**). The stick-slip behavior begins around an axial strain of $\sim 20\%$. As for the core sample, the initial stress drop is the largest (about 16 MPa in 4 seconds) and it is followed by successive cycles of stress drops and stress increases of smaller amplitude (~ 6 MPa in 3 seconds). The restrengthening phases are associated with a stress increase of 0.042 MPa per second. Throughout the experiment, sample axial shortening is associated with an expulsion of fluid (**figure 2c**).

2.1.2. SWy1

The results of triaxial compressive tests using SWy1 powder and conducted at 50 MPa (PP 429) and 150 MPa (PP433) are shown in **figures 3a** and **3b** respectively.

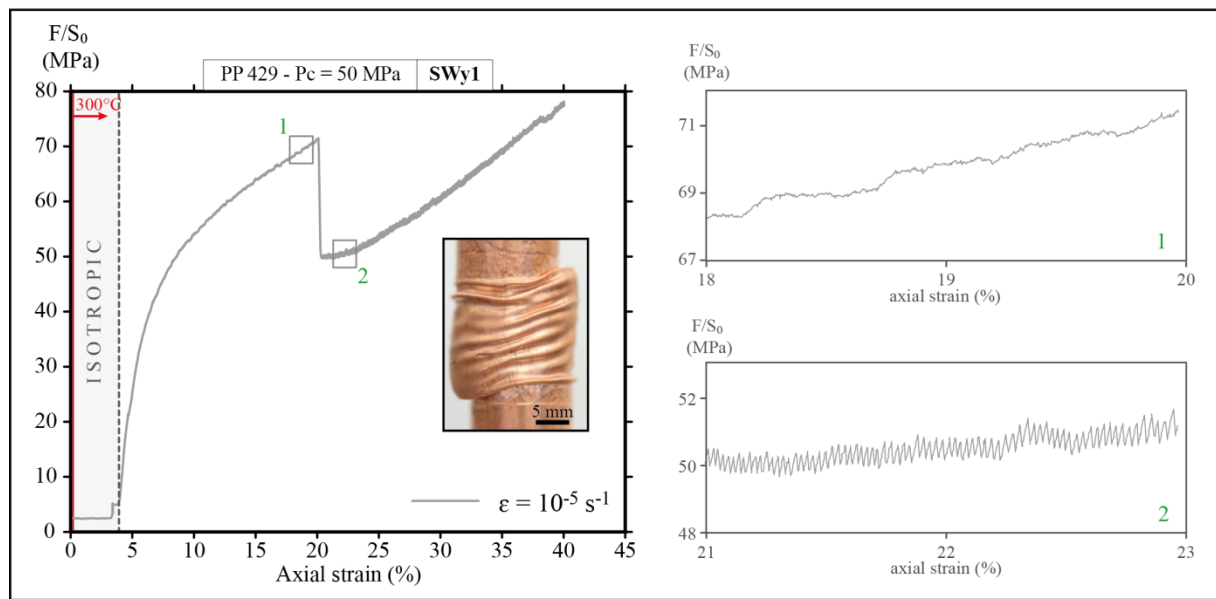
During experiment PP 429, the rheological response is characterized by a strain hardening behavior at the beginning of the compression followed, apparently, by a single brutal stress drop of about 20 MPa (that mainly occurs in 8 seconds) around 20% of axial strain. After this stress drop the stress seems to increase again with a constant slope similar to the one before the stress drop (**figure 3a**). However, a closer look at the stress-strain curve shows the repetition of low-amplitude cycles of stress drops (of the order of 0.6 MPa in 2 seconds) and increases typical of stick-slip behavior (zoom 2 in **figure 3a**). These low amplitude stress variations are not artifacts as proved by the comparison with the smooth stress evolution before the initial stress drop (zoom 2 in **figure 3a**). This is further confirmed by the correlation, during the stick-slip phases, of the stress and displacement, recorded by independent transducers (see **table 1** in **Supporting Information**). Restrengthening phases are characterized by a stress increase at a mean rate of 0.031 MPa/s (average value from 10 cycles).

The evolution of stress with the increase in strain in PP 433 (**figure 3b**) is rather similar to PP 429. Firstly, the stress increases and around 17 % of axial strain a first stress drop occurs (with an amplitude of less than 3 MPa), then the stress increases again until a second larger stress drop (10 MPa in 8 seconds) occurs once again. After that the stress increases globally until the end of the experiment. The zooms on the stress-strain curve realized just before (zoom 1 in **figure 3b**) and right after (zoom 2 in **figure 3b**) the two principal stress drops

show the same trend that PP 429: before the initial stress drop the curve is rather smooth whereas after, the evolution is typical of stick-slip behavior with low amplitude stress drops ($\sim 0.3 - 0.4$ MPa in 3 to 4 seconds). Restrengthening phases are characterized by a stress increase of 0.033 MPa/s (average value from 10 cycles).

The volume of fluid expelled from the samples during deformation could only be recorded in experiment PP 433 because of a leak during the PP 429 experiment. Similar to the other experiments (PP 371, PP 390 and PP 445) there is a large expulsion of fluid during the isotropic compression phase followed by a slight but continuous expulsion of fluid during the

a.



b.

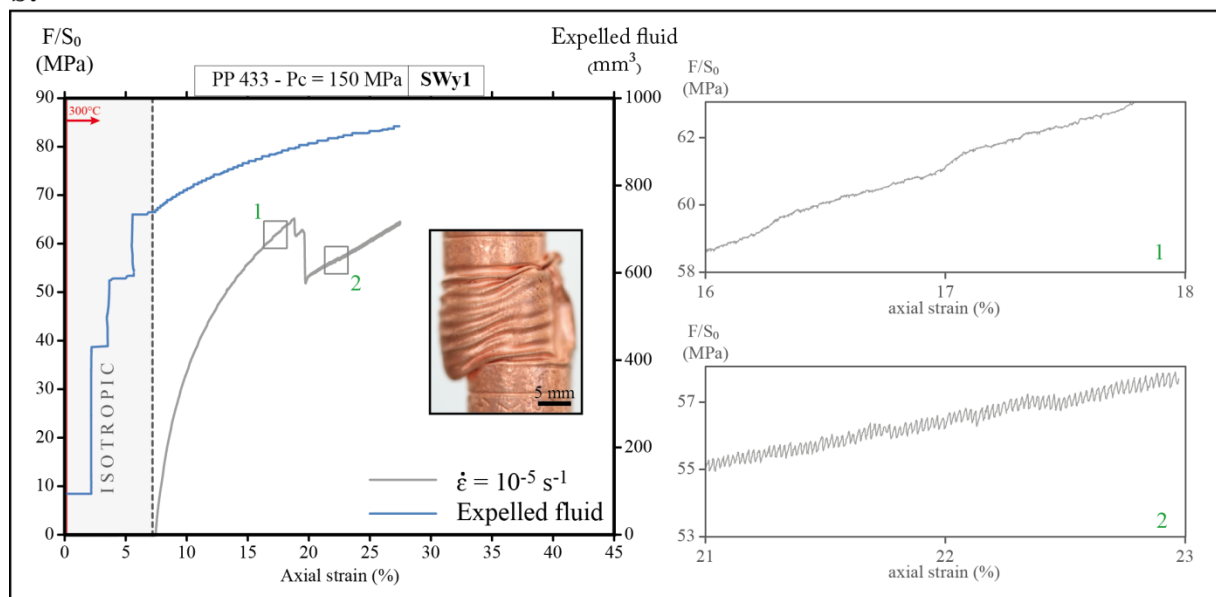


Figure 3: Results of compressive triaxial tests performed with SWy1 at 50 MPa (figure 3a) and 150 MPa (figure 3b). Pictures of samples after each test are also shown.

axial compression phase of the test.

2.1.3. Stress drops amplitude

2.1.3.1. Initial stress drop

The initial stress drop has systematically a larger amplitude (calculated relatively to the maximal stress reached right before stress drop) than secondary ones (**figures 2 and 3**). At first order the initial stress drops exhibited by the same starting material seem to evolve inversely with the confining pressure except for one experiment (PP 388) (**figure 4a**). Besides, there is no clear trend between the initial stress drops and the type of starting material (**figure 4a**).

2.1.3.2 Secondary stress drop

The evolution of average stress drop of stick-slip cycles with the confining pressure for each experiments presented in this study are presented in **figure 4b**. The average amplitude of stress drop appears to depend on (1) the confining pressure and (2) the type of starting material. (1) Looking at the experiments performed with the same starting material, for example GJ02C, it appears that the stress drop evolves linearly and inversely with the confining pressure, and hence with the normal stress. The same trend is observed for SWy1 samples. (2) Now looking at the stress drop exhibited by the different starting materials for comparable confining pressure, the GJ02 core sample (GJ02C) is characterized by higher amplitude stress drop than GJ02 powder sample (GJ02P), itself showing higher stress drop

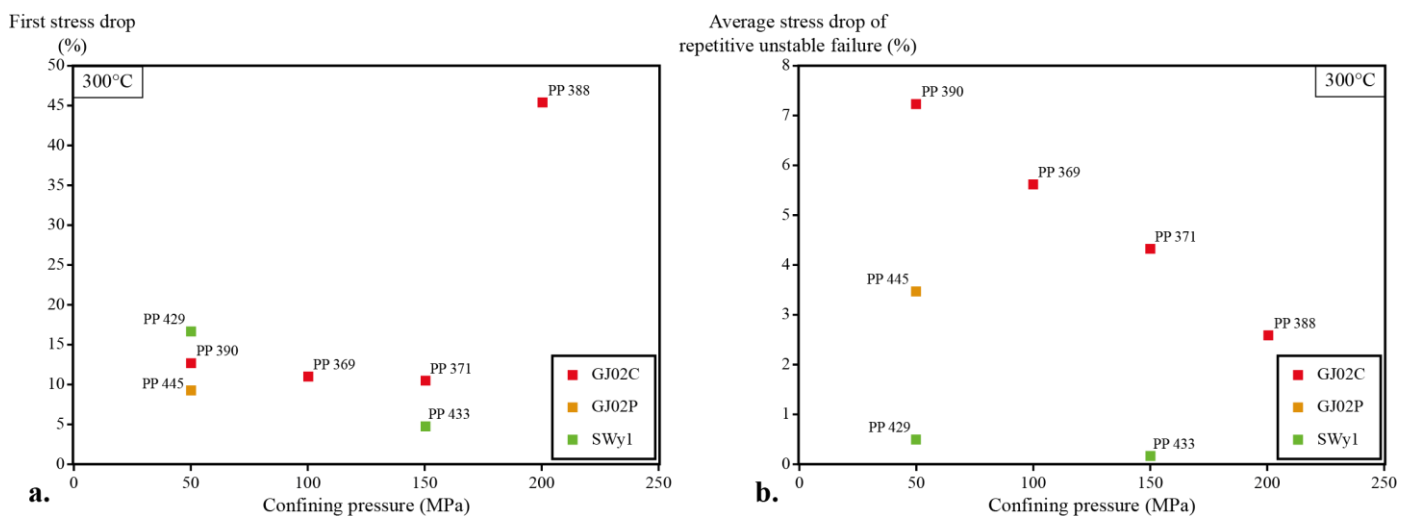


Figure 4 : **a.** Evolution of the first stress drop with confining pressure. **b.** Evolution of the average stress drops of the stick-slip cycle with confining pressure. The stress drop is calculated relative to the σ_1 maximal reached just before failure.

amplitude than SWy1 powder sample.

2.2. Structural analyses

2.2.1 GJ02

2.2.1.1. Core samples

CT-scan analyses realized post-experimentation show that the samples from experiments PP 371 and PP 390 are crosscut by a single, about 30-40 μm -thick, net and rectilinear fault plane (**figures 5**). At atmospheric pressure, the fault plane is characterized by a low density compared to the host rock and hence appears dilatant.

2.2.1.2. Powder

The GJ02 powder sample (GJ02P) from PP 445 is also characterized by a ~ 30 micrometer-thick failure plane that crosscut the sample. As for the observation made for the core sample, the fracture appears dilatant at atmospheric pressure (**figure 5**).

2.2.2. SWy1

Deformation in SWy1 takes also place in the form of dilatant faulting. The samples from PP 429 and PP 433 experiments are both characterized by a main fault plane (about 60-70 μm thick) that crosscut the entire samples and minor fractures (**figure 6**). Here the fault planes are not as regular as in PP 371 and PP 390 samples and the ends of the faults are characterized by networks of small fractures.

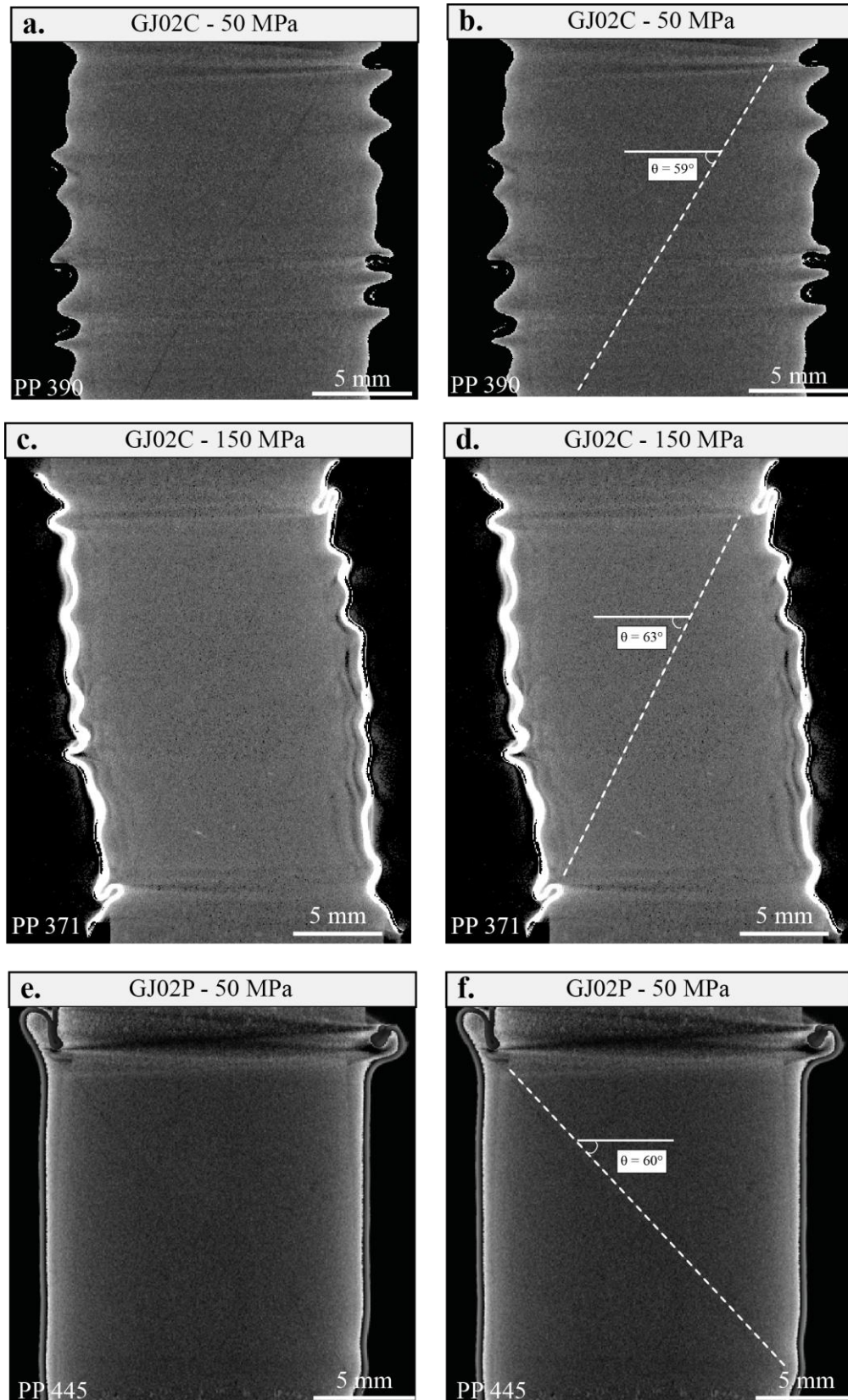


Figure 5 : Microtomographic images of GJ02 samples after triaxial tests. On the right, estimations of the angle between the faults and σ_3 are shown.

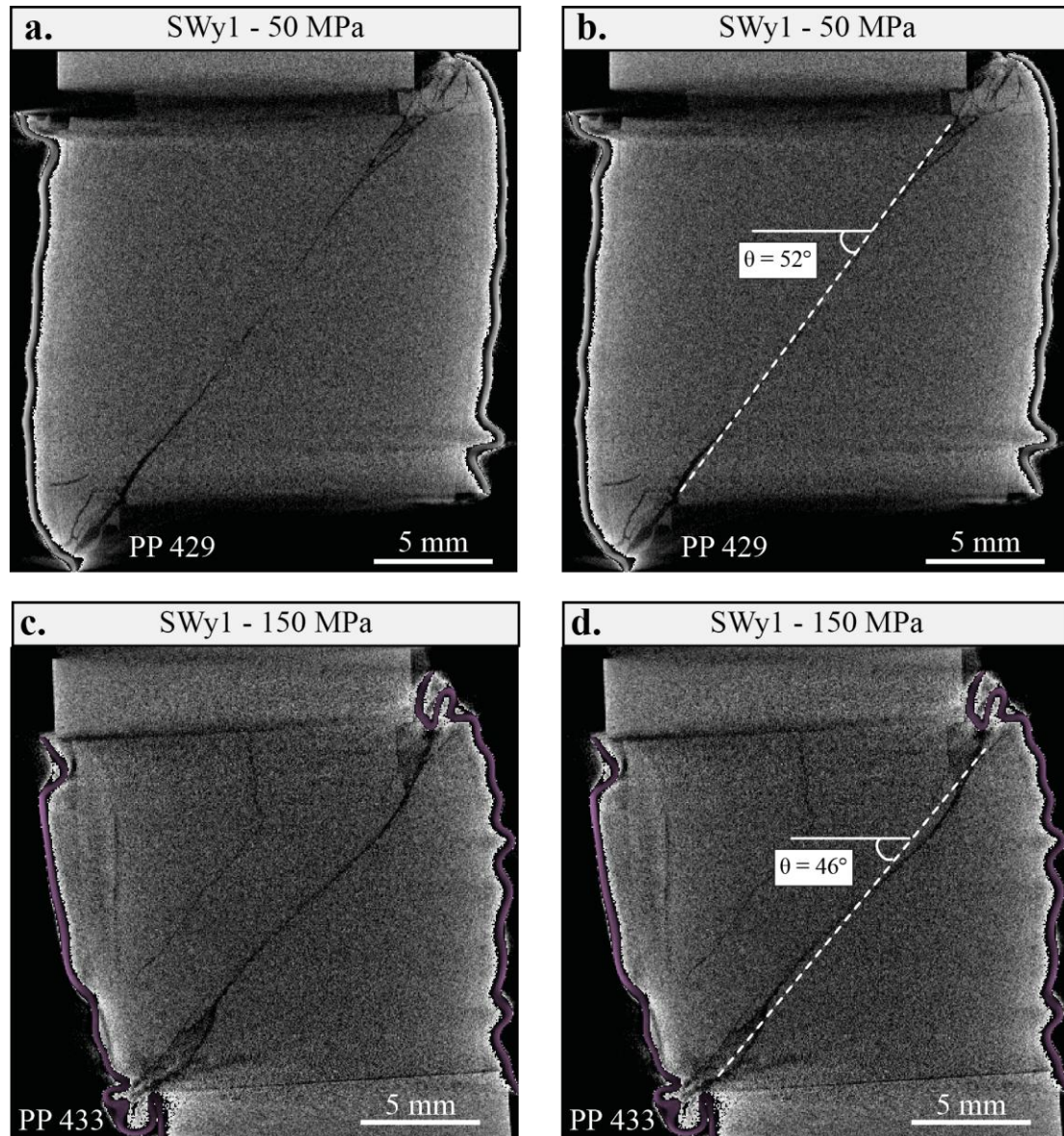


Figure 6 : Microtomographic images of SWy1 samples after triaxial tests. On the right, estimations of the angle between the faults and σ_3 are shown.

2.3. Friction coefficient

The coefficient of friction (μ) is defined as follow:

$$\mu = \frac{\sigma_s}{\sigma_n}$$

with σ_s and σ_n the shear stress and the normal stress exerted on the fracture plane respectively. Coefficient of friction at failure (calculated right before the initial stress drop), derived from the Mohr circle construction (see section S2.3 in the **Supporting Information**) is shown in **figure 7** for each experiment (and also reported in **table S1**). It appears that the core sample, GJ02C, is characterized by a coefficient of friction that decreases with the

increase in normal stress. The values of μ are between 0.77 and 0.55. The same material ground to powder GJ02P is characterized by a lower coefficient of friction at similar normal stress and exhibits a value of 0.66. The powder SWy1 is characterized by the lowest values of μ , between 0.45 and 0.17, and μ decreases strongly with the increase in normal stress.

3. DISCUSSION

3.1. Conditions for the onset of stick-slip behavior

In our deformation experiments, conducted at 300°C, stick-slip behavior is systematic, whatever the confining pressure, the starting lithology (pure smectite versus smectite-rich samples) and the consolidation state (cemented rocks or powder samples) of the starting material.

The stick-slip behavior exhibited by the powder samples in our experiments is surprising as laboratory measurements show that unconsolidated gouge exhibits strengthening behavior [Marone *et al.*, 1990]. Moreover, the style of deformation in our study is independent of the stability of slip, at variance with experimental studies suggesting a transition from velocity strengthening to velocity weakening with the transition from distributed to localized deformation [Moore *et al.*, 1989; Marone, 1998; Mair and Marone, 1999; Saffer and Marone, 2003]: Indeed, the triaxial tests conducted by Gadenne *et al.* [2014] at room temperature, with

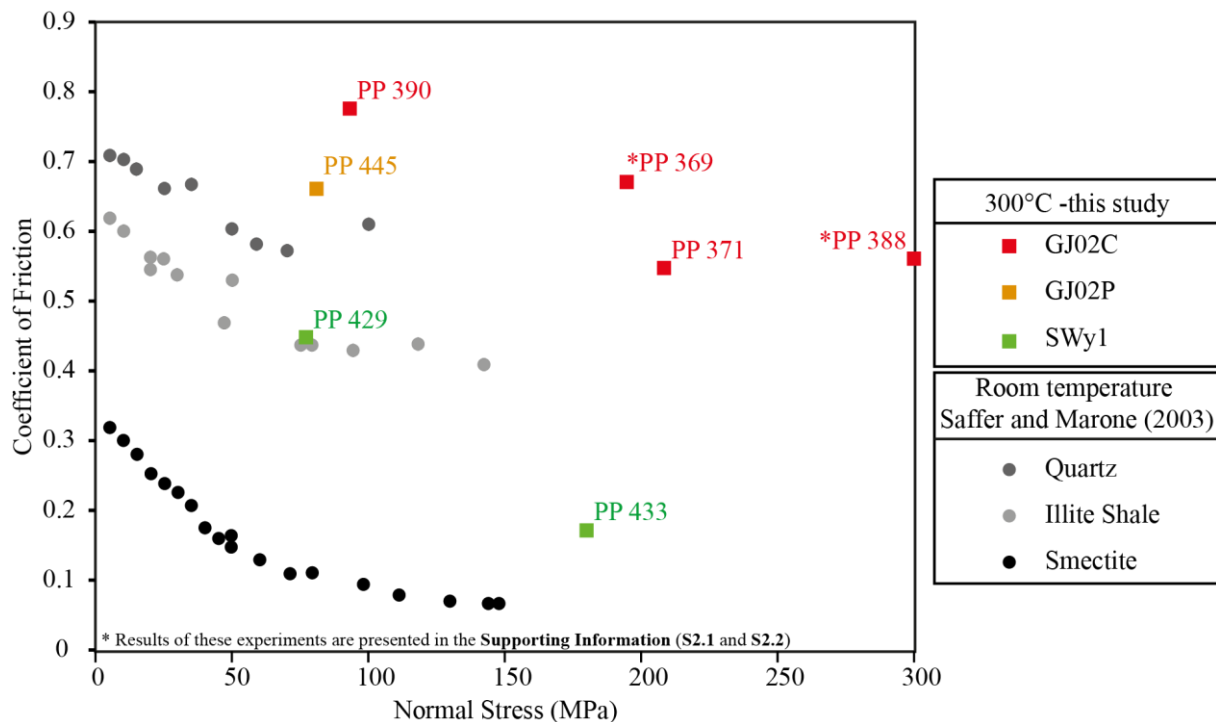


Figure 7: Comparison of μ derived from triaxial compressive tests conducted at 300°C (this study) and μ derived from room temperature friction experiments [Saffer and Marone, 2003] for smectitic sample, illitic sample and quartz.

Boso siltstones (i.e. same starting material as the experiments presented here with GJ02) show that the deformation is eventually accommodated by a localized fault zone similar to the ones described here (Section 2.2 and **figures 5 and 6**) but without stick-slip deformation observed (**figure 8**). As a consequence neither the initial microstructure (powder vs. cemented sample) nor the distribution of deformation (distributed vs. localized) are controlling factors for the onset of unstable sliding.

The comparison of the experiments described here with the ones described in *Gadenne et al.* [2014], carried out with the same material and experimental procedure, show that the main parameter controlling the onset of slip instability is the temperature. Indeed, experiments at room temperature in *Gadenne et al.* [2014] show no instability and are completely in agreement with friction experiments on clays, carried out also at room temperature, where smectite was characterized by strengthening behavior at high effective normal stress (≥ 50 MPa) [*Morrow et al.*, 1992; *Lupini et al.*, 1981; *Saffer et al.*, 2001]. The application of a temperature field of 300°C is necessary to trigger mechanical instabilities in our smectite-rich samples, mirroring experiments on illite-rich samples by [*Moore et al.*, 1989] where a minimum temperature of 400° C was necessary to observe stick-slip behavior.

3.2. Smectite dehydration as a weakening process?

As we show that the process responsible for stick-slip initiation is probably activated at high temperature, we had to identify the processes thermo-activated in our experiments. In the smectite-rich samples used in this study these processes are diagenetic-related processes: (1) smectite-to-illite transition and (2) smectite dehydration.

3.2.1. On-going reactions and connections to mechanical instabilities

3.2.1.1. Smectite-to-illite

The kinetics of illitisation reaction follow a logarithmic pattern with a rapid illitisation right after the increase of temperature followed by an asymptotic evolution (for 300°C and 100 MPa of confining pressure) [*Whitney and Northrop*, 1988; *Velde and Vasseur*, 1992; *Huang et al.*, 1993]. This result is further supported by our own kinetics experiments on GJ02 at 300°C and 100 MPa made in static autoclave for periods from 1 to 14 days. Indeed, in these conditions of temperature and pressure, the content in IS (in the clay fraction) decreases from 72 to 38 %, while the content in illite increases from 23 to 40 % after a period of 24h (see **S1.2 of the Supporting Information**). Therefore, even if our triaxial experiments last only 2

days, illitisation must be initiated and hence must be a process at work during deformation. As a consequence, illitisation and stick-slip behavior are coeval during our experiments.

The first possible connection between the smectite→illite reaction and the generation of instabilities is to postulate that smectite would be a frictionally stable material progressively transformed into frictionally unstable illite. This hypothesis is completely ruled out by frictions experiments on illite showing consistently a strengthening behavior for temperature $\leq 400\text{ }^{\circ}\text{C}$ [Moore *et al.*, 1989; Saffer and Marone, 2003].

Then, one can put forward another possible process to connect the smectite-to-illite ongoing reaction to mechanical weakening. During smectite-to-illite transition, water is expelled from the interlayer space of the smectite. This dehydration reaction is accompanied by a volume increase as the volume of smectite + free H_2O is larger than that of smectite + interlayer H_2O ([Huang *et al.*, 1994]. As a consequence, the expulsion of water from the interlayer space of smectite toward the pore space of the rock could increase locally the fluid pressure (especially as the smectite-rich samples have a low permeability) hence trigger slip. Therefore the weakening process at work in our experiment could be the local increase in fluid pressure induced by the dehydration of smectite during smectite-to-illite transition.

3.2.1.2. Stress-induced smectite dehydration

In addition to the smectite-to-illite transition the smectite dehydration is another process that could play a role in the genesis of instabilities. The dehydration of smectite under increasing temperature for a spectrum of confining pressure is well known in the literature [Huang *et al.*, 1994; Koster van Groos and Guggenheim, 1987; Koster Van Groos and Guggenheim, 1986; Koster Van Groos and Guggenheim, 1984]. The dehydration of smectite is a stepwise reaction [Huang *et al.*, 1994]. Indeed, fully hydrated smectite is composed of three layers of water and under an increase in temperature the layers are expelled one by one for different temperature thresholds. For example, at atmospheric pressure, the first layer of interlayer water is lost at $\sim 58\text{-}75^{\circ}\text{C}$, the second one at $\sim 67\text{-}81^{\circ}\text{C}$ and the third one for temperatures around $172\text{-}192^{\circ}\text{C}$ [Colten-Bradley, 1987]. This process shows hysteresis behavior when decreasing temperature [Wu *et al.*, 1997]. At high confining pressure the stability of the hydrated smectite is increased. For example, in the isotropic compression phase of our experiments (i.e. $T = 300^{\circ}\text{C}$ and $P_c = 50$ or 150MPa), the smectite is supposed to be fully hydrated (3 water layers) if one considers only the effect of temperature and confining pressure [Koster Van Groos and Guggenheim, 1984]. However, in our experiments

there is an effective pressure, i.e. a difference between the bulk pressure and the pressure applied to the fluid filling the pores of the rocks. In contrast, the experimental studies cited above are carried out without effective pressure, i.e. the fluid is also the confining medium. Due to this lack of experimental data regarding the effect of the effective pressure, it is difficult to predict with confidence the hydration state of the smectite in our experiments.

Notwithstanding this uncertainty in the initial state of the material, the axial load applied to our samples may trigger smectite dehydration. Indeed, experimental works of *Bird* [1984], *Fitts and Brown* [1999] and *Hüpers and Kopf* [2012] showed that smectite begins to dehydrate (loss of one water layer) for a differential stress as low as 1.6 - 5 MPa at room temperature. Therefore we can suppose that if the smectite is partially or fully hydrated during the first step of the experiment (isotropic loading), the increase in differential stress could at some point trigger the dehydration of one or several water layers.

Therefore, either smectite-to-illite transition or smectite dehydration induced by differential stress increase could be the source processes inducing instantaneous weakening by water release, fluid pressure increase and effective pressure decrease.

3.2.2. Kinetics of reactions and generation of slip instabilities

Slip instabilities such as observed during the stick-slip cycles of our experiments, proceed by instantaneous weakening of the material, as a consequence, the process responsible for weakening must operate in a short period of time. In order to evaluate the potential role of the two reactions described above (smectite-to-illite and stress-induced smectite dehydration) in the genesis of slip instabilities we have to assess the nature of these reactions.

3.2.2.1. Smectite-to-illite reaction

The transformation of smectite (hydrated phase) into illite (not hydrated phase) during diagenesis has been the focus of a lot of studies that tried to understand the way the reaction operates. Experimental studies on illitisation have led to the proposal of two mechanisms (a single or a double mechanism). First of all, in the early stages of the reaction, there is sorption and fixation of potassium in the interlayer of smectite [*Eberl*, 1977; *Eberl et al.*, 1978; *Roberson and Lahann*, 1981; *Inoue*, 1983; *Howard and Roy*, 1985; *Whitney and Northrop*, 1988; *Whitney*, 1990]. After that the illitisation and the production of ordered I-S, operate either by a steady continuation of the first reaction (single mechanism; *Eberl*, 1977; *Inoue*, 1983), or by a dissolution of smectite layers followed by a neoformation of more illitic and

ordered I-S (double mechanism; [Whitney and Northrop, 1988; Whitney, 1990]. The latter interpretation is supported by isotope data that show a complete resetting of the isotopes in each illite layer formed [Whitney and Northrop, 1988]. Besides, a recent study made by Ferrage *et al.* [2011], shows that the illitisation mechanism of smectite is not a progressive reaction but a dissolution-precipitation process that follows the Ostwald step rule. Thus, according to this study, smectite transforms into illite through a series of metastable illite-smectite phases. As a consequence, the metastability of the I-S, and the subsequent water release during the dissolution of smectite during deformation in our triaxial experiments could induce stick-slip behavior.

3.2.2.2. Smectite dehydration

The process of dehydration of smectite is a stepwise reaction that proceeds by the expulsion of water layer by layer once temperature, or stress threshold are reached. For example, as said above, experimental studies show that the first layer of water is expelled once the differential stress reached 1.6 – 5 MPa [Bird, 1984; Fitts and Brown, 1999; and Hüpers and Kopf, 2012], while the second layer of water needs differential stress of ~ 60-70 MPa to be expelled (at room temperature) [Bird, 1984; Colten-Bradley, 1987; Hüpers and Kopf, 2012]. As a consequence the sudden release of water during smectite dehydration could induce high fluid pressure locally causing instantaneous weakening and failure of the samples.

In the light of these results it seems that both the metastable smectite-to-illite reaction and the possible stepwise stress-induced smectite dehydration are serious candidate to the sudden weakening phases observed in our experiments.

3.3. Restrengthening processes

Unstable failure is initiated by slip weakening but between failure events a healing process is required to reset strength and sustain the stick-slip behavior [Marone, 1998]. Indeed in all our experiments (**figures 2 and 3**), the stick-slip behavior involves repeated stages of rapid stress increase.

The fault accommodating the deformation is surrounded by a ~50µm-thick fractured zone presenting, at atmospheric pressure, a lower density than pristine material around, hence is probably associated with dilatancy for in-situ conditions of pressure. Indeed, experimental triaxial tests on a variety of rocks (granite, quartzite, marble, sandstones) showed that fracturing is almost always accompanied by an increase in porosity (i.e. dilatancy) for

pressure up to 500 MPa [Brace *et al.*, 1966; 1978]. Therefore we assume that during our triaxial tests (i.e. at confining pressure between 50 and 150 MPa) fracturing is associated with dilatancy as suggested by the microtomographic images realized post-experimentation. As a consequence, the pore space created during the failure annihilates the local fluid overpressures that have generated the “slip” stage and induces restrengthening of the fault plane. Therefore dilatancy increases the effective normal stress hence stabilizes faulting [Rice, 1975; Rudnicki and Chen, 1988].

In conclusion, in our experiments, stick-slip behavior could be the consequence of local fluctuation of fluid pressure with alternations of:

- stress drop during pulses of fluid release/fluid pressure increase
- stress increase due to dilatant hardening

3.4. Stress drops amplitude

While the evolution of secondary stress drops with confining pressure and starting material shows clear trend, the relation between initial stress drop and confining pressure as well as starting material is not as clearly defined (see **figure 4** and section 2.1.3). The fact that the initial stress drop does not exhibit a clear trend is not easy to explain as we do not know the structural features at this precise moment, but it may be related to the way the onset of fracturation occurs in each samples. On the other hand, the inverse evolution of secondary stress drop amplitude with confining pressure suggest that high effective normal stress limits the magnitude of stress drops and hence tends to favor stable sliding. This observation is concordant with a study made by Saffer and Marone [2003] at room temperature, in which they show that unstable sliding is promoted in smectite at low effective normal stress (at room temperature). Besides, the fact that secondary stress drops amplitude is dependent of starting materials may suggest that beyond the process responsible for the nucleation (i.e. chemical metastability of smectite), the magnitude of the weakening could depend on physical properties of the material. For example, if we compare PP 390 and PP 445 in **figure 4b**, we can see the sole effect of structure/cementation of the samples, and as the powder sample exhibits lower stress drop amplitude than the core sample, it appears that powder samples are more likely to promote stable sliding than structures/cemented ones. Now, by comparing PP 445 (GJ02P) and PP 429 (SWy1) it appears that SWy1, exhibits very low stress drop amplitude compare to GJ02P. This result could have two explanations. (1) It could be the

consequence of the heterogeneity and the smoothness/roughness of the slipping patch. Indeed, GJ02 is characterized by mineralogical heterogeneity that certainly induces asperities on the fault plane. In contrast, SWy1 is an homogeneous powder of dominant smectite, which probably render the surface of the fault smooth. However, *Dieterich* [1978, 1981] has already shown that the roughness of the fault could have consequences on slip instabilities characteristics. Especially, he showed that the rougher the fault plane and the larger is the slip displacement associated to weakening. We assume that the roughness of the slipping surface could have similar effect on the stress drop amplitude: the rougher the slipping surface and the larger the stress drop. (2) The microtomographic images shown in figure 5 and 6 clearly show that the fracture of SWy1 is thicker than the GJ02P fracture. As a consequence, SWy1 is probably characterized by a greater in-situ dilatancy which limits the amplitude in pore fluid fluctuations and hence the amplitude of stress variations of stick slip cycles [Segall and Rice, 1995].

3.5. Implications for the initiation of slip instabilities in subduction zones

In the recent example of Tohoku-Oki earthquake [Obara and Ito, 2005]), the coseismic rupture propagated to the shallow portion of subduction zone (e.g. composed of poorly consolidated, smectite-rich materials (smectite content in the Japan Trench = 78% [Ujiie et

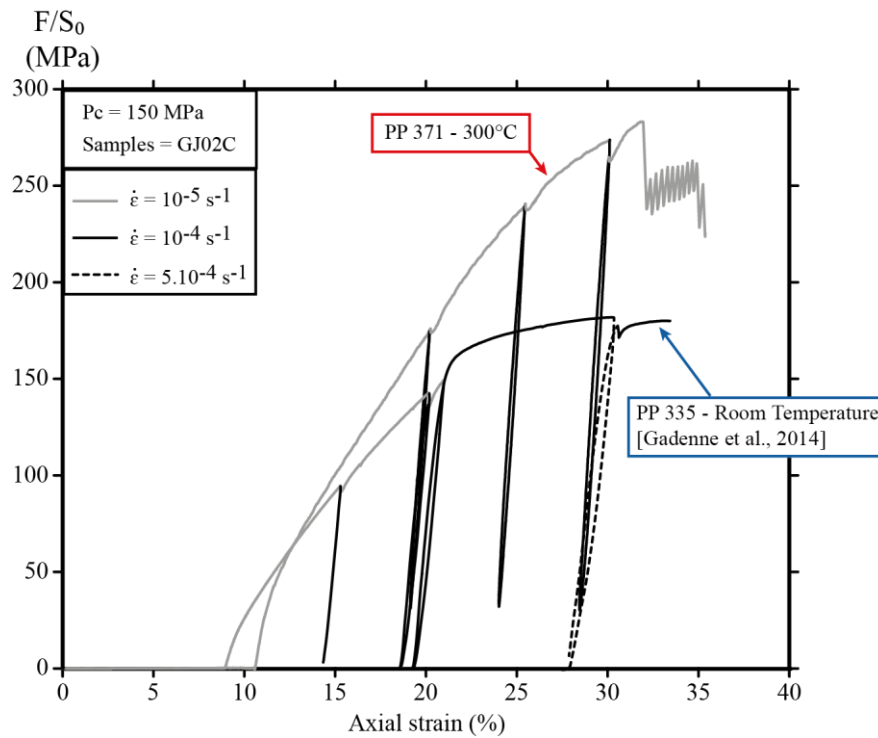


Figure 8: Effect on temperature on the rheological behavior of GJ02C when deformed in triaxial compressive tests. Pore pressure is 20 MPa and 5 MPa for PP 731 and PP 335 respectively. We observe that, in addition to change the rheology of the sample, the diagenetic reactions, caused by an increase in temperature, induce a strengthening of the rock. This effect has already been observed in the case of smectite-to-illite transition [Morrow et al., 1992].

al., 2013]). Such propagation is conditioned by the ability of the shallow material to weaken over a large range of slip velocities. At high slip velocity (> 0.1 m/s), weakening mechanisms are thought to be related to frictional heating, which is inferred from the presence of pseudotachylytes in some exhumed faults or from the presence of high illite content in shallow gouges (< 300 m below seafloor) produced by coseismic rupture propagation [Sibson, 1975; Yamaguchi *et al.*, 2011; Hirono *et al.*, 2014]. The proposed weakening processes activated by frictional heating are flash heating (i.e. the reduction in strength of asperity contacts due to the increase in temperature subsequent to shearing at high slip rates [Kitajima *et al.*, 2011]) and thermal pressurization (i.e. generation of excess fluid pressures due to thermal expansion of liquid water that lowers the effective shear strength [Wibberley and Shimamoto, 2005]). On the other hand, weakening processes at low slipping rate (< 1 mm/s), necessary in the first stages of slip, are still debated, and several micro-processes have been proposed such as shear localization and increased shear strain [Marone, 1998; Mair and Marone, 1999], or increase in consolidation state of gouge due to porosity reduction or cementation [Marone and Scholz, 1988; Moore and Saffer, 2001]. However, these hypotheses are based on room temperature friction experiments conducted with quartz and hence may not apply to smectite-rich sediments that compose the shallow part of accretionary prisms [Vrolijk and van der Pluijm, 1999]. The systematic unstable behavior of smectite-rich samples in our experiments conducted at 300°C (temperature chosen to stimulate chemical reactions) with low slip rate ($0.3\mu\text{m/s}$, preventing frictional heating [Hirono *et al.*, 2014]) leads us to propose that the chemical reactivity of smectite under diagenetic conditions could be the weakening mechanism responsible for the initiation and acceleration of motion during the early stage of coseismic slip. This has great implications for the propagation of the coseismic rupture to the very shallow domain of subduction zones since in nature, smectite becomes chemically metastable from temperature as low as 60°C (temperature at which illitisation initiates [Freed and Peacor, 1989b]). As a consequence, weakening through chemical metastability of smectite could be active at depth as shallow as 1.2 km (assuming a geothermal gradient of $40\text{--}50^{\circ}\text{C/km}$ as in the present Nankai Trough [Ashi and Taira, 1993]).

CONCLUSION

In this experimental study we present 5 triaxial compressive tests performed at 300°C on smectite-rich samples (powder and core samples) in order to assess the effect of on-going diagenetic reactions (i.e. smectite-to-illite transition, smectite dehydration) on slip instability initiation.

Stick-slip behavior is observed in all experiments regardless of (1) the confining pressure (50 and 150 MPa), (2) the consolidation state of the starting material (core sample or powder), and (3) the initial smectite content (75% vs 23 %). These experiments strongly contrast with room temperature experiments with the same starting material [Gadenne *et al.*, 2014], showing stable sliding accommodated first by distributed shearing then by localized faulting. The temperature is therefore the principal control on the slip instability generation. In our experiments, the thermo-activated processes underlying the macroscopic, unstable behavior are probably related to smectite transformation (dehydration, illitisation). As a consequence the chemical metastability of smectite, starting for temperatures as low as 60°C, is of prime importance regarding the seismic potential of smectite-rich sediments, such as the ones constituting the plate interface in subduction zones. In particular, the chemical instability of smectite could be a weakening mechanism promoting the propagation of the coseismic rupture of great earthquake (such as the Tohoku-Oki) into the very shallow portion of accretionary prisms (>1.2 km depth).

REFERENCES

- Ashi, J., and A. Taira (1993), Thermal structure of the Nankai accretionary prism as inferred from the distribution of gas hydrate BSRs, *Mem. Geol. Soc. Am.*, 273, 137–149.
- Bird, P. (1984), Hydration-phase diagrams and friction of montmorillonite under laboratory and geologic conditions, with implications for shale compaction, slope stability, and strength of fault gouge, *Tectonophysics*, 107, 235-260.
- Brace, W. F. (1978), Volume changes during fracture and frictional sliding: A review, *Pure and Applied Geophysics*, 116, 603–614.
- Brace, W. F., and J. D. Byerlee (1966), Stick-Slip as a Mechanism for Earthquakes, *Science*, 153(3739), 990–992.
- Brace, W. F., B. W. Paulding, Jr, and C. Scholz (1966), Dilatancy in the fracture of crystalline rocks, *Journal of Geophysical Research*, 71(16), 3939 – 3953.
- Byrne, D. E., D. M. Davis, and L. R. Skyes (1988), Loci and maximum size of the thrust earthquakes and the mechanics of the shallow region of subduction zones, *Tectonics*, 7(4), 833–857.
- Chiper, S. J., and D. L. Bish (2001), Baseline studies of the clay minerals society source clays: powder X-ray diffraction analyses, *Clays and Clay Minerals*, 49(5), 398–409.
- Colten-Bradley, V. A. (1987), Role of pressure in smectite dehydration—Effects on geopressure and smectite-to-illite transformation, *American Association of Petroleum Geologists*, 71(11), 1414–1427.
- Dieterich, J. H. (1981), Constitutive properties of faults with simulated gouge, *in* Mechanical behavior of crustal rocks, *Geophys. Monogr. Ser.*, 24, N.L. Carter, M. Friedman, J. M. Logan, and D. W. Stearns, AGU, Washington, D. C., 102–120.
- Dieterich, J. H. (1978), Time-dependent friction and the mechanics of stick-slip, *Pure and applied geophysics*, 116(4-5), 790–806.
- Eberl, D.D., (1977), The hydrothermal transformation of sodium and potassium smectite into mixed-layer clay, *Clays and Clay Minerals*, 25, 215-227.
- Eberl, D.D., G. Whitney, H. Khoury, (1978), Hydrothermal reactivity of smectite, *American Mineralogist*, 63, 401-409.
- Ferrage, E., O. Vidal, R. Mosser-Ruck, M. Cathelineau, and J. Cuadros (2011), A reinvestigation of smectite illitization in experimental hydrothermal conditions: Results from X-ray diffraction and transmission electron microscopy, *American Mineralogist*, 96(1), 207–223, doi: 10.2138/am.2011.3587.
- Fitts, T. G., and K. M. Brown (1999), Stress-induced smectite dehydration: ramifications for patterns of freshening and fluid expulsion in the N. Barbados accretionary wedge, *Earth and Planetary Science Letters*, 172(1), 179–197.

- Freed, R. L., and D. R. Peacor (1989b), Variability in temperature of the smectite/illite reaction in Gulf Coast sediments, *Clay minerals*, 24, 171–180.
- Gadenne, L., H. Raimbourg, R. Champallier, and Y. Yamamoto (2014), Mechanical properties and processes of deformation in shallow sedimentary rocks from subduction zones: An experimental study, *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, n/a–n/a, doi: 10.1002/2014GC005580.
- Hirono, T., T. Ishikawa, H. Masumoto, J. Kameda, H. Yabuta, and H. Mukoyoshi (2014), Re-evaluation of frictional heat recorded in the dark gouge of the shallow part of a megasplay fault at the Nankai Trough, *Tectonophysics*, 626, 157–169, doi: 10.1016/j.tecto.2014.04.020.
- Howard, J.J., D.M. Roy, (1985), Development of layer charge and kinetics of experimental smectite alteration, *Clays and Clay Minerals*, 33, 81–88.
- Hower, J., W. V. Eslinger, M. Hower, and Perry, E.A. (1976), Mechanism of burial metamorphism of argillaceous sediments, I. Mineralogical and chemical evidence, *Geological Society of America Bulletin*, 87, 725–737.
- Huang, W. L., W. A. Basset, and T. C. Wu (1994), Dehydration and hydration of montmorillonite at elevated temperatures and pressures monitored using synchrotron radiation, *American Mineralogist*, 79, 683–691.
- Huang, W. L., J. M. Longo, and D. R. Pevear (1993), An experimentally derived kinetic model for smectite-to-illite conversion and its use as a geothermometer, *Clays and Clay Minerals*, 41(2), 162–177.
- Hüpers, A., and A. J. Kopf (2012), Effect of smectite dehydration on pore water geochemistry in the shallow subduction zone: An experimental approach, *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 13(10), doi: 10.1029/2012GC004212.
- Hyndman, R. D., and K. Wang (1993), Thermal constraints on the zone of major thrust earthquakes failure: the Cascadia subduction zone, *Journal of Geophysical Research*, 98(B2), 2039–2060.
- Hyndman, R. D., M. Yamano, and D. A. Oleskevich (1997), The seismogenic zone of subduction thrust faults, *Island Arc*, 6(3), 244–260.
- Inoue, A., (1983), Potassium fixation by clay minerals during hydrothermal treatment, *Clays and Clay Minerals*, 31, 81–92.
- Ito, Y., T. Tsuji, Y. Osada, M. Kido, D. Inazu, Y. Hayashi, H. Tsushima, R. Hino, and H. Fujimoto (2011), Frontal wedge deformation near the source region of the 2011 Tohoku-Oki earthquake: Frontal wedge deformation of Japan Trench, *Geophysical Research Letters*, 38(7), n/a–n/a, doi: 10.1029/2011GL048355.
- Jennings, S., and G. R. Thompson (1986), Diagenesis of Plio-Pleistocene sediments of the Colorado River delta, southern California, *Journal of Sedimentary Petrology*, 56, 89–98.

- Kameda, J., Y. Yamamoto, and G. Kimura (2010), Smectite swelling in the Miura–Boso accretionary prism: Possible cause for incipient décollement zone formation, *Tectonophysics*, 494(1-2), 75–84, doi: 10.1016/j.tecto.2010.08.008.
- Kitajima, H., and D. M. Saffer (2012), Elevated pore pressure and anomalously low stress in regions of low frequency earthquakes along the Nankai Trough subduction megathrust, *Geophysical Research Letters*, 39(23), doi: 10.1029/2012GL053793.
- Koster van Groos, A. F., and S. Guggenheim (1987), Dehydration of a Ca- and a Mg-exchanged montmorillonite (SWy-1) at elevated pressures, *American Mineralogist*, 72, 292–298.
- Koster Van Groos, A., and S. Guggenheim (1986), Dehydration of K-exchanged montmorillonite at elevated temperatures and pressures, *Clays and Clay Minerals*, 34(3), 281–286.
- Koster Van Groos, A., and S. Guggenheim (1984), The effect of pressure on the dehydration reaction of interlayer water in Na-montmorillonite (SWy-1), *American Mineralogist*, 69, 872–879.
- Logan, J. M., and K. A. Rauenzahn (1987), Frictional dependence of gouge mixtures of quartz and montmorillonite on velocity, composition and fabric, *Tectonophysics*, 144, 87–108.
- Lupini, J. F., A. E. Skinner, and P. R. Vaughan (1981), The drained residual strength of cohesive soils, *Geotechnique*, 31, 181–213.
- Mair, K., and C. Marone (1999), Friction of simulated fault gouge for a wide range of velocities and normal stresses, *Journal of Geophysical Research*, 104(B12), 28899–28914.
- Marone, C. (1998), Laboratory-derived friction laws and their application to seismic faulting, *Annual Review of Earth and Planetary Sciences*, 26, 643–696.
- Marone, C., C. B. Raleigh, and C. H. Scholz (1990), Frictional behavior and constitutive modeling of simulated fault gouge, *Journal of Geophysical Research*, 95(B5), 7007–7025.
- Marone, C., and C. H. Scholz (1988), The depth of seismic faulting and the upper transition from stable to unstable slip regimes, *Geophysical Research Letters*, 15(6), 621–624.
- Moore, D. E., R. Summers, and J. D. Byerlee (1989), Sliding behavior and deformation textures of heated illite gouge, *Journal of Structural Geology*, 11(3), 329–342.
- Morrow, C., B. Radney, and J. D. Byerlee (1992), Frictional strength and effective pressure law of montmorillonite and illite clays, *in* Fault mechanics and transport properties of rocks, B. Evans, San Diego, CA, 69–88.
- Obara, K., and Y. Ito (2005), Very low frequency earthquakes excited by the 2004 off the Kii peninsula earthquakes- A dynamic deformation process in the large accretionary prism, *Earth, Planets, and Space*, 57(4), 321–326.

- Oleskevich, D. A., R. D. Hyndman, and K. Wang (1999), The updip and downdip limits to great subduction earthquakes: thermal and structural models of Cascadia, south Alaska, SW Japan, and Chile, *Journal of Geophysical Research*, 104(B7), 14965–14991.
- Paterson, M. S. (1990), Rock deformation experimentation, *in* The brittle-ductile transition in rocks (eds. A.G. Duba, W.B. Durham, W. Handin and K.F. Wang), American Geophysical Union, Washington, D.C., 187–194.
- Raimbourg, H., Y. Hamano, S. Saito, M. Kinoshita, and A. Kopf (2011), Acoustic and mechanical properties of Nankai accretionary prism core samples, *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 12(4), n/a–n/a, doi: 10.1029/2010GC003169.
- Rettke, R. C. (1981), Probable burial diagenetic and provenance effects on Dakota Group clay mineralogy, Denver Basin, *Journal of Sedimentary Research*, 51(2), 541–551.
- Rice, J. R. (1975), On the stability of dilatant hardening for saturated rock masses, *Journal of Geophysical Research*, 80(11), 1531–1536.
- Roberson, H.E., R.W. Lahann, (1981), Smectite to illite conversion rates: effects of solution chemistry, *Clays and Clay Minerals*, 29, 129–135.
- Rudnicki, J. W., and C.-H. Chen (1988), Stabilization of rapid frictional slip on a weakening fault by dilatant hardening, *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* (1978–2012), 93(B5), 4745–4757.
- Saffer, D., K. M. Frye, C. Marone, and K. Mair (2001), Laboratory results indicating complex and potentially unstable frictional behavior of smectite clay, *Geophysical Research Letters*, 28(12), 2297–2300.
- Saffer, D. M., and C. Marone (2003), Comparison of smectite- and illite-rich gouge frictional properties: application to the updip limit of the seismogenic zone along subduction megathrusts, *Earth and Planetary Science Letters*, 215, 219–235.
- Scholz, C. H. (1998), Earthquakes and friction laws, *Nature*, 391(6662), 37–42.
- Segall, P., and J. R. Rice (1995), Dilatancy, compaction, and slip instability of a fluid-infiltrated fault, *Journal of Geophysical Research*, 100(B11), 22155–22171.
- Shimamoto, T., T. Seno, and S. Uyeda (1993), A simple rheological framework for comparative subductology, *in* Akai, K., Dmowska (Eds.), *Relating geophysical structures and process: The Jeffreys Volume: Geophys. Monogr. Ser. 76*, Am. Geophys. Union, Washington, DC., 39–52.
- Spinelli, G. A., P. S. Mozley, H. J. Tobin, M. B. Underwood, N. W. Hoffman, and G. M. Bellew (2007), Diagenesis, sediment strength, and pore collapse in sediment approaching the Nankai Trough subduction zone, *Geological Society of America Bulletin*, 119(3–4), 377–390.
- Tichelaar, B. W., and L. J. Ruff (1993), Depth of seismic coupling along subduction zones, *Journal of Geophysical Research*, 98(B2), 2017–2037.

- Van Olphen, H., and J. J. Fripiat (1979), Data handbook for clay minerals and other non-metallic materials: Pergamon Press.
- Velde, B., and G. Vasseur (1992), Estimation of the diagenetic smectite to illite transformation in time-temperature space, *American Mineralogist*, 77, 967–976.
- Vrolijk, P., and B. A. van der Pluijm (1999), Clay gouge, *Journal of Structural Geology*, 21(8), 1039–1048.
- Vrolijk, P. (1990), On the mechanical role of smectite in subduction zones, *Geology*, 18(8), 703–707.
- Wang, C.-Y., N.-H. Mao, and F. T. Wu (1980), Mechanical properties of clays at high pressure, *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* (1978–2012), 85(B3), 1462–1468.
- Whitney, G. (1990), Role of water in the smectite-to-illite reaction, *Clays and Clay Minerals*, 38, 343–350.
- Whitney, G., and H. R. Northrop (1988), Experimental investigation of the smectite to illite reaction: Dual reaction mechanisms and oxygen-isotope systematics, *American Mineralogist*, 73, 77–90.
- Wibberley, C. A. J., and T. Shimamoto (2005), Earthquake slip weakening and asperities explained by thermal pressurization, *Nature*, 436(7051), 689–692, doi: 10.1038/nature03901.
- Wu, T. C., W. A. Basset, W. L. Huang, S. Guggenheim, and A. F. Koster Van Groos (1997), Montmorillonite under high H₂O pressures: Stability of hydrate phases, rehydration hysteresis, and the effect of interlayer cations, *American Mineralogist*, 82, 69–78.
- Yamaguchi, A., A. Sakaguchi, T. Sakamoto, K. Iijima, J. Kameda, G. Kimura, K. Ujiie, F. M. Chester, O. Fabbri, D. Goldsby, and others (2011), Progressive illitization in fault gouge caused by seismic slip propagation along a megasplay fault in the Nankai Trough, *Geology*, 39(11), 995–998.
- Yamamoto, Y. (2006), Systematic variation of shear-induced physical properties and fabrics in the Miura–Boso accretionary prism: The earliest processes during off-scraping, *Earth and Planetary Science Letters*, 244(1-2), 270–284, doi: 10.1016/j.epsl.2006.01.049.
- Yamamoto, Y., H. Mukoyoshi, and Y. Ogawa (2005), Structural characteristics of shallowly buried accretionary prism: Rapidly uplifted Neogene accreted sediments on the Miura–Boso Peninsula, central Japan, *Tectonics*, 24(5), doi: 10.1029/2005TC001823.

2. Supporting information

Supporting Information for

Effect of smectite dehydration on sediment's rheology and implication on slip instability nucleation: an experimental study

Leslie Gadenne^{1,2,3}, Hugues Raimbourg^{1,2,3}, Rémi Champallier^{1,2,3}, Yuzuru Yamamoto⁴

⁽¹⁾ Univ d'Orléans, Institut des Sciences de la Terre d'Orléans, UMR 7327, 45071 Orléans, France

⁽²⁾ CNRS/INSU, Institut des Sciences de la Terre d'Orléans, UMR 7327, 45071 Orléans France

⁽³⁾ BRGM, Institut des Sciences de la Terre d'Orléans, UMR 7327, BP 36009, 45060 Orléans, France

⁽⁴⁾ Institute for Research on Earth Evolution, JAMSTEC, 2-15 Natsushima-Cho, Yokosuka-city, Kanagawa 237-0061

INTRODUCTION

In this supporting information are described first the techniques and protocol used for precompaction in oedometer of powder samples prior to triaxial tests, along with the consolidation curves. Second, we present illitisation experiments realized in static autoclave in order to characterize the kinetics of the smectite-to-illite transition. These experiments aim at evaluating the progress of illitisation during triaxial experiments. We then present two additional triaxial tests conducted on GJ02C at 100 and 200 MPa of confining pressure as well as their microstructural analyses from X-ray microtomography. Finally, we draw the Mohr circle for each experiment presented in the main article and in this supporting information in order to evaluate the friction coefficient of this material ante- and post-failure.

S1. PROTOCOLE

S1.1. Precompaction of powder samples in oedometer

Precompactions of powder samples (GJ02P and SWy1), prior to triaxial tests PP 429, PP 433 and PP 445, have been performed in oedometer. This device is equipped of a non-deformable chamber (no lateral deformation), of about 52 mm in length and 15 mm in diameter, in which the sample is placed (GJ02P or SWy1 + KCl 1 mol/L). The top of the chamber is closed by a perforated cap, while the bottom of the chamber is equipped with a movable piston. This piston, activated by a water pump located upstream of the device, allows the compaction of the sample (**figure S1**). At the top of the sample, a fluid circuit allows the

fluids to escape during the compaction, hence preventing excess pore pressure (drained conditions). The fluids are collected in a burette in order to evaluate the volume of fluid expelled from the sample during compaction. During the test, the displacement of the piston is recorded by a displacement sensor, thus we can trace back the porosity of the sample all along the test. The loading is done by steps following the path: 1, 8, 11, 14, 16, 22, 27, 40 and 68 bars. Between each step of loading we wait until the sensor show no more displacement (i.e. about 6 - 7 hours). The compaction is continued until a porosity of less than 30 % is reached.

The results of precompactions tests, realized prior to PP429 (Oedo 429), PP 433 (Oedo 433) and PP 445 (Oedo 445), are shown in **figure S2**. Oedo 429 and Oedo 433, performed using the same starting materials (SWy1), exhibit the same compressibility ($C_c = \frac{\partial \text{porosity}}{\partial \log \text{stress}} \sim -0.21$). At the end of precompaction, the samples in Oedo 429 and Oedo 433 have similar porosities ($\Phi = \frac{\text{volume of fluid}}{\text{total volume}}$) of about 27 %. On the other hand, GJ02P exhibits a lower compressibility (~ 0.12) and the porosity reached at the end of the precompaction test ($\Phi = 36\%$) is higher than that of SWy1.

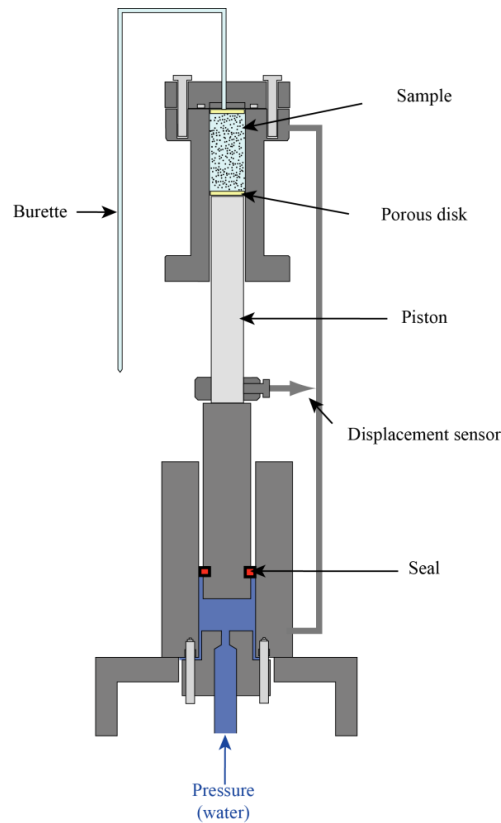


Figure S1: Schematic diagram representing the oedometer used for precompaction of powder samples (GJ02P and SWy1) prior to triaxial tests.

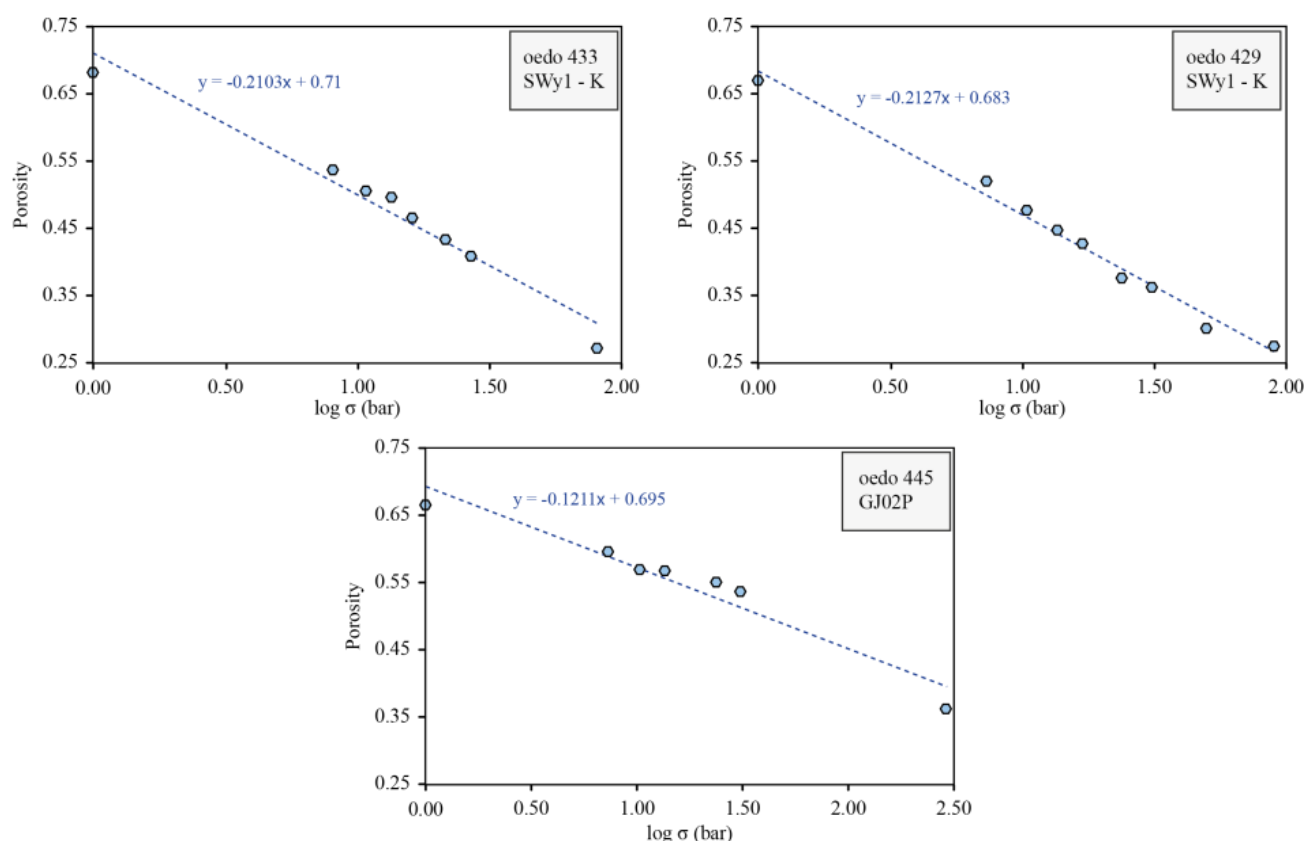


Figure S2 : Consolidation curves obtained during precompaction of SWy1 and GJ02P prior to triaxial compressive tests.

S1.2. Illitisation in autoclave

In order to evaluate the kinetics of the smectite-to-illite transition we have performed independent kinetics experiments in a static externally heated autoclave (**figure S3**). For that purpose, we used sealed gold capsules filled with a mixture of the clay-sized fraction ($< 2\mu\text{m}$) of GJ02P (K-exchanged beforehand) and KCl solution (with a concentration of 1 mol/L). Several experiments have been performed with different durations (1, 4, 5, 7 and 14 days) at 300°C and 1 kbar of confining pressure. After experiments, the powder is recovered, dried in an oven (40°C) and milled gently in an agate mortar. Then we proceed to the exchange of the interlayer cation with sodium by five successive washings (of 24h duration) with a solution of NaCl (1 M). This step was performed because K-saturated smectites sometimes exhibit collapsed layers that re-expand when exposed to a different interlayer cation [Whitney and Northrop, 1988]. However, collapsed layers of smectite exhibit layer thickness similar to illite in X-ray diffraction (XRD). Thus if this step is not done the estimation of phases mineral proportion could lead to an overestimation of illite content. After that, three slides of oriented mounts were made: (1) without treatment (N), (2) heated in an oven at 550°C (C) and (3) saturated with ethylene glycol vapor (EG) and XRD patterns were recorded using a Thermo Electron ARL'XTRA Diffractometer in Bragg-Brentano (θ , θ) mode goniometer. The device

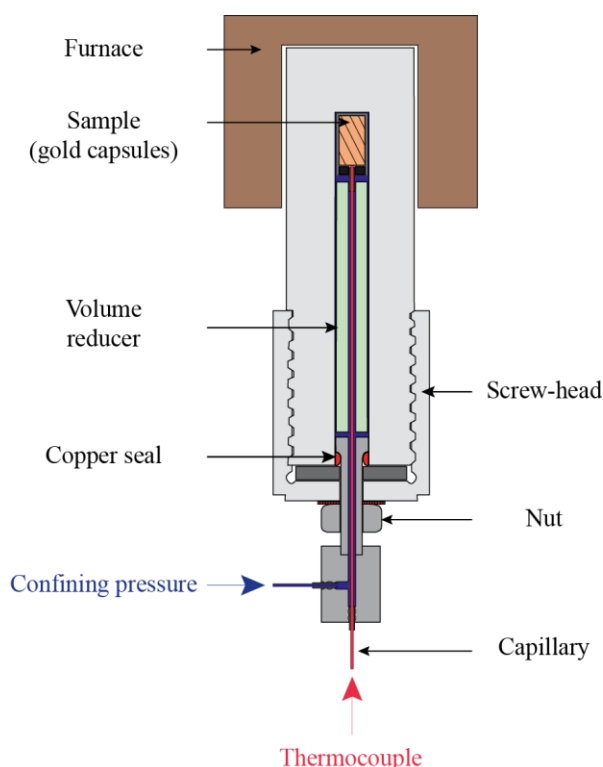


Figure S3 : Schematic diagram presenting the static autoclave use for kinetics experiments

was equipped with a Si(Li) solid detector filtering the $\text{Cu}_{K\alpha}$ radiation ($\lambda_{\text{Cu}_{K\alpha}} = 1,5418 \text{ \AA}$) of a standard European type X-ray tube (40kV, 40mA). The divergence, the incident beam scatter, the diffracted beam scatter and the receiving slits were 1.00, 2.00, 0.45 and 0.20 mm wide, respectively. The XRD patterns were collected from $0,8^\circ$ to 24° 2θ at a scan rate of 0.3° $2\theta/\text{min}$ by step of 0.05° 2θ , on natural, glycolated and heated oriented slides [Robert and Tessier, 1974; Bruand and Prost, 1988]².

Data processing of XRD spectra (profile smoothing and background subtraction) were performed using Peakfit software. The relative abundance of mineral species from XRD patterns were estimated using the normalization factors provided by Underwood *et al.* [2003], which reported errors of less than 5%.

Results, presented in **figure S4**, show that, in the experimental conditions chosen, the smectite-to-illite reaction starts immediately. Indeed, after only 24 h of experiment the proportion of illite/smectite mixed layers (I-S) decreases from 72% to 38%, while the proportion of discrete illite increases from 23 to 40 %. Then the evolution of the respective proportion of I-S and illite is asymptotic. As a consequence, during the triaxial compressive tests presented in the article (performed at 300°C for duration of about 28 hours) the smectite-to-illite transformation is active.

² Pour les diffractogrammes bruts, se référer à l'**annexe C**.

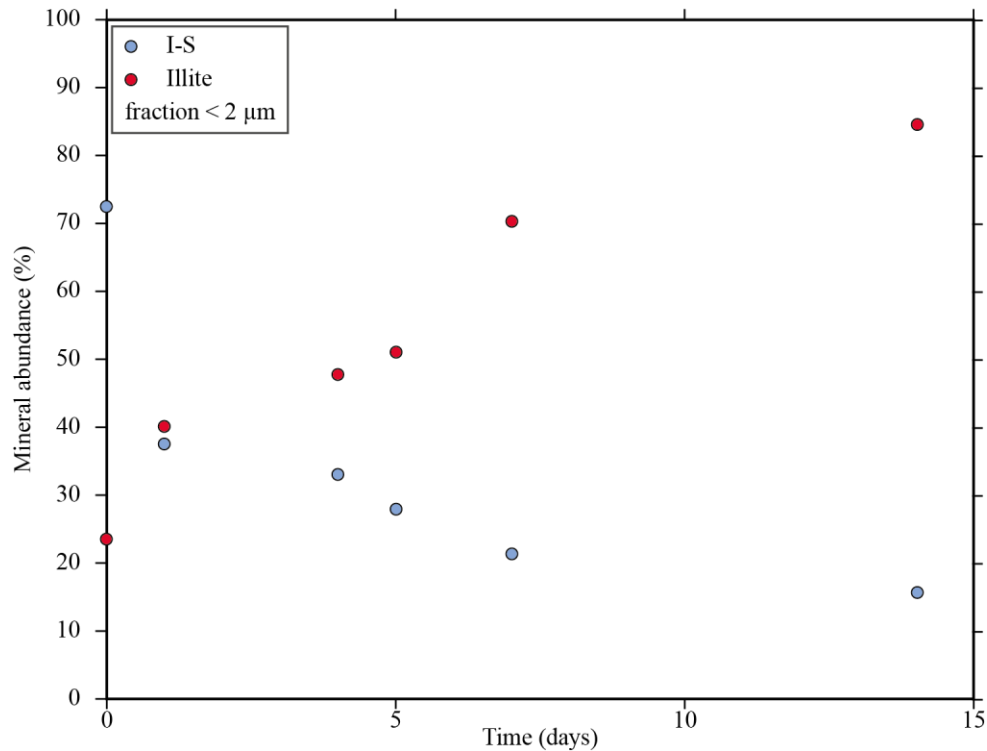


Figure S4 : Evolution of respective abundance of smectite-illite mixed layers (I-S) and illite during kinetics experiments conducted in static autoclave at 300°C and 1 kbar of confining pressure and for different durations.

S2. Additional results

In this section we report two additional triaxial tests conducted at 100 (PP 369) and 200 MPa (PP 388) of confining pressure (both at 300°C with pore fluid pressure of 20 MPa) with core samples of siltstones from Boso peninsula (GJ02C). These two experiments aimed at completing the experimental results presented in the main article. After the analysis of the microstructures of deformation by X-ray microtomography, we also determine the friction coefficient of the material at and post-failure by using Mohr circles.

S2.1. Triaxial tests

Results of triaxial tests performed at 100 MPa (PP 369) and 200 MPa (PP 388) with GJ02C are shown in **figure S5a** and **S5b** respectively. In all cases, the rheology evolves from strain hardening to stick-slip behavior once a high value of axial strain is reached (about 32% for PP 369 and 36% for PP 388). In both cases the stick-slip behavior is initiated with a first large stress drop followed by repetitive cycles of stress weakening and restrengthening of lower amplitude. Thus the evolution of stress with strain in these two additional experiments is similar to the experiments already presented in the article at 50 and 150 MPa of confining pressure and stick-slip behavior is observed at 300°C irrespective of the confining pressure.

Concerning PP 369, the first stress drop is characterized by an amplitude of 37 MPa (which represents a stress drop of about 11 % compared to the maximal stress reached right before the failure) (**figure S5a**). This first stress drop occurs in a short period of time (about 5s) and is associated with an axial displacement of 52 μm . As a consequence the strain rate is increased by 20 during the slip (from 0.5 $\mu\text{m/s}$ to 10 $\mu\text{m/s}$). After that, deformation is associated with stick-slip cycles of lower amplitude (~ 21 MPa). The stress drops of the stick-slip cycles occur in about 4 seconds and are associated with axial displacement of ~ 28 μm . Besides, the restrengthening phases are characterized by a mean increase of 0.05 MPa per second.

In the case of PP 388, the first stress drop is very significant with an amplitude of 260 MPa in 4 seconds (which represents a stress drop of about 45 % compared to the maximal stress reached right before the failure) (**figure S5b**). This stress drop, which is decomposed in two distinct parts, is accompanied by an axial displacement of 745 μm which means that the strain rate increases from 0.7 $\mu\text{m/s}$ to 186 $\mu\text{m/s}$ during fracturation. The first stress drop is then followed by stick-slip cycles characterized by lower amplitude stress drop (15 MPa) that occur in 4 seconds and that are associated with mean axial displacement of 23 μm . The restrengthening phases are characterized by an average increase in the stress of 0.087 MPa/s.

As for PP 390 and PP 371 presented in the article, the whole deformation is associated with fluid expulsion, but the volume of fluid expelled decreases during the course of the experiments.

S2.2. Microstructures of deformation

CT-scan analyses realized post-experimentation show that the samples from experiments PP 369 and PP 388 are crosscut by a single, about 30 - 40 μm -thick, net and rectilinear fault plane (**figures S6a and b and S6c and d**). As it was already observed for PP 371, PP 390, PP 445, PP 429 and PP 433, the fault plane is characterized by a low density compared to the host rock, which indicates that rupture is associated with dilatancy. In figure S6 we reported the angle between the fault and σ_3 for each experiment.

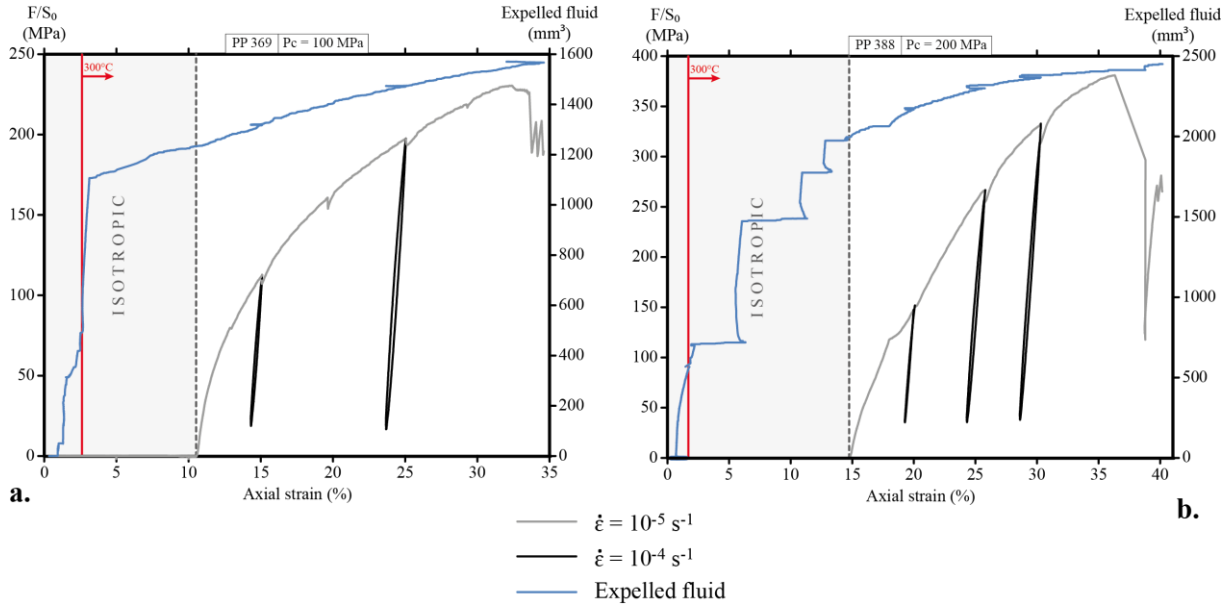


Figure S5 : Stress-strain curves of GJ02C from triaxial compression tests conducted at 100 MPa (a.) and 200 MPa (b.) of confining pressure, at 300°C and with pore fluid pressure fixed at 20 MPa. Volume of fluid expelled during deformation is also presented as the blue curve.

S2.3. Determination of friction coefficient by Mohr circle

The friction coefficient (μ) is defined as follow:

$$\mu = \frac{\sigma_s}{\sigma_n}$$

With σ_s and σ_n the shear stress and the normal stress exerted on the fault plane respectively. In order to determine these parameters we used Mohr Circle construction, whose principle is determined in **figure S7**, and estimations of fracture angles from X-ray microtomographic images. The Mohr circle construction and the subsequent determination of σ_s , σ_n , and μ are presented in **figure S8** and **S9** for GJ02 and SWy1 respectively.

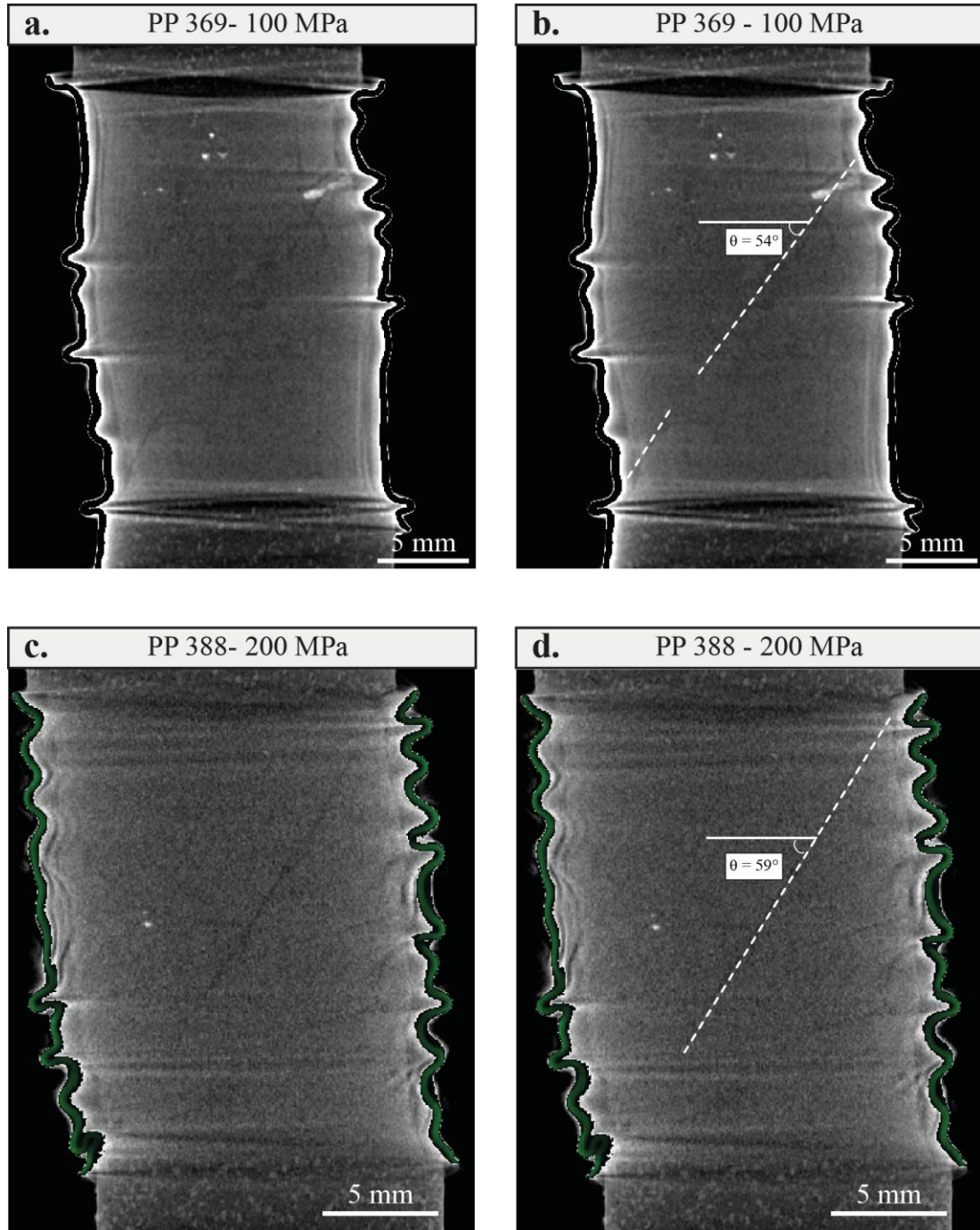


Figure S6 : X-ray microtomography images of GJ02C samples after triaxial compression tests conducted at 300°C and 100 MPa of confining pressure (**a.**) and 200 MPa of confining pressure (**c.**). In **b.** and **d.** are shown the estimations of the angle between the fault and σ_3 that are used for Mohr circles construction.

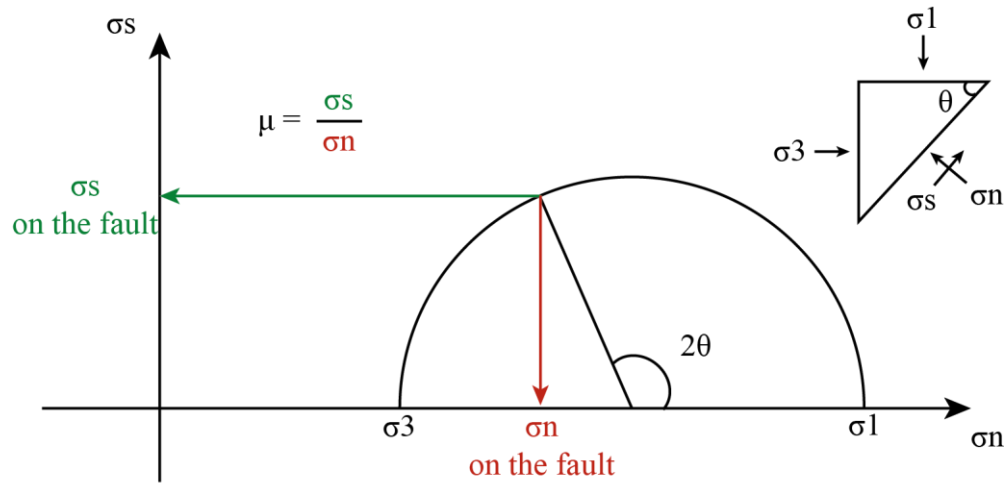


Figure S7 : Principle for the determination of shear (σ_s) and normal (σ_n) stresses as well as the friction coefficient (μ) from the fracture angle (θ); σ_3 = minimum stress; $\sigma_1 = \sigma + \sigma_3$ = maximal stress.

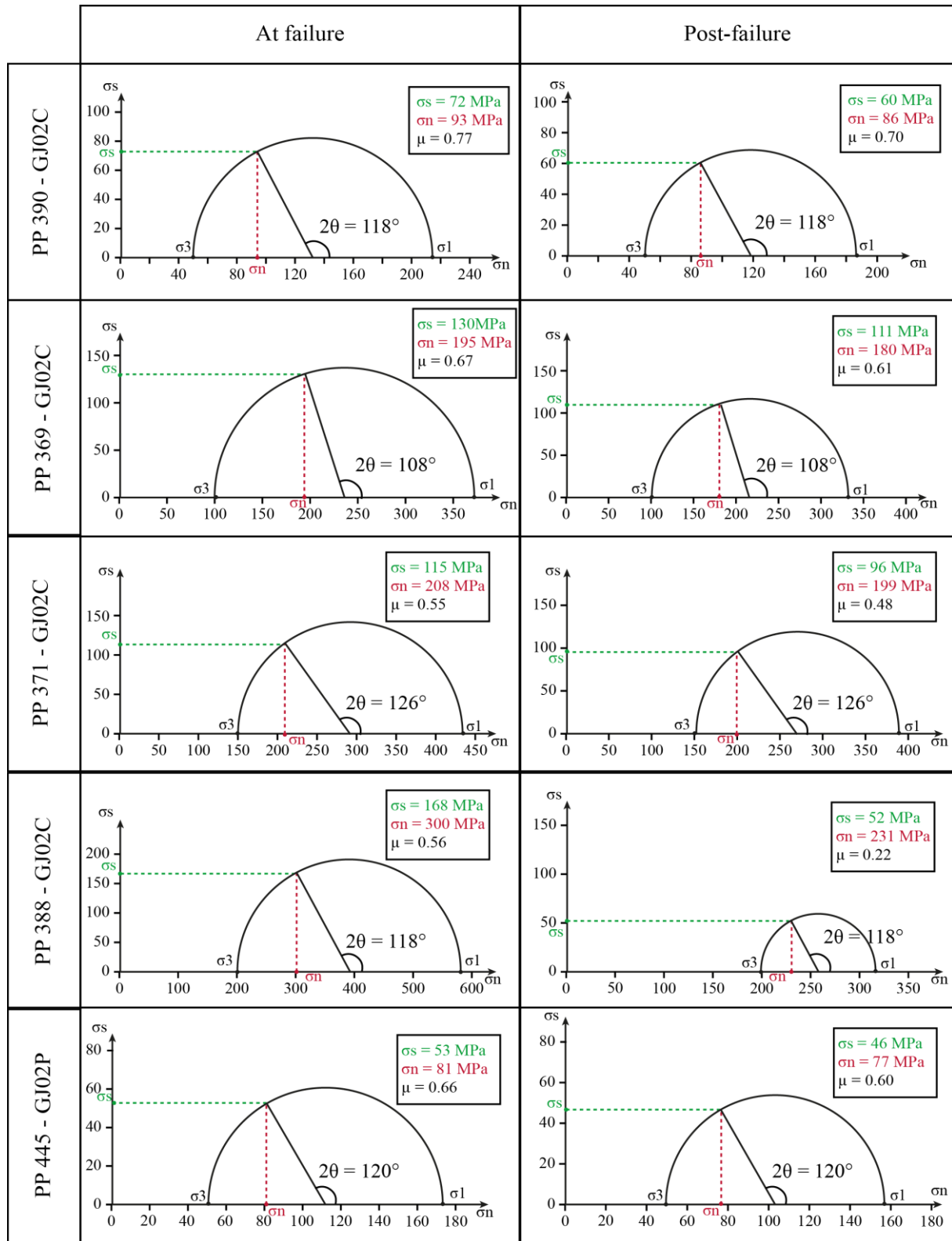


Figure S8 : Mohr circles at failure and right after the failure for the triaxial compression tests conducted with GJ02C and GJ02P.

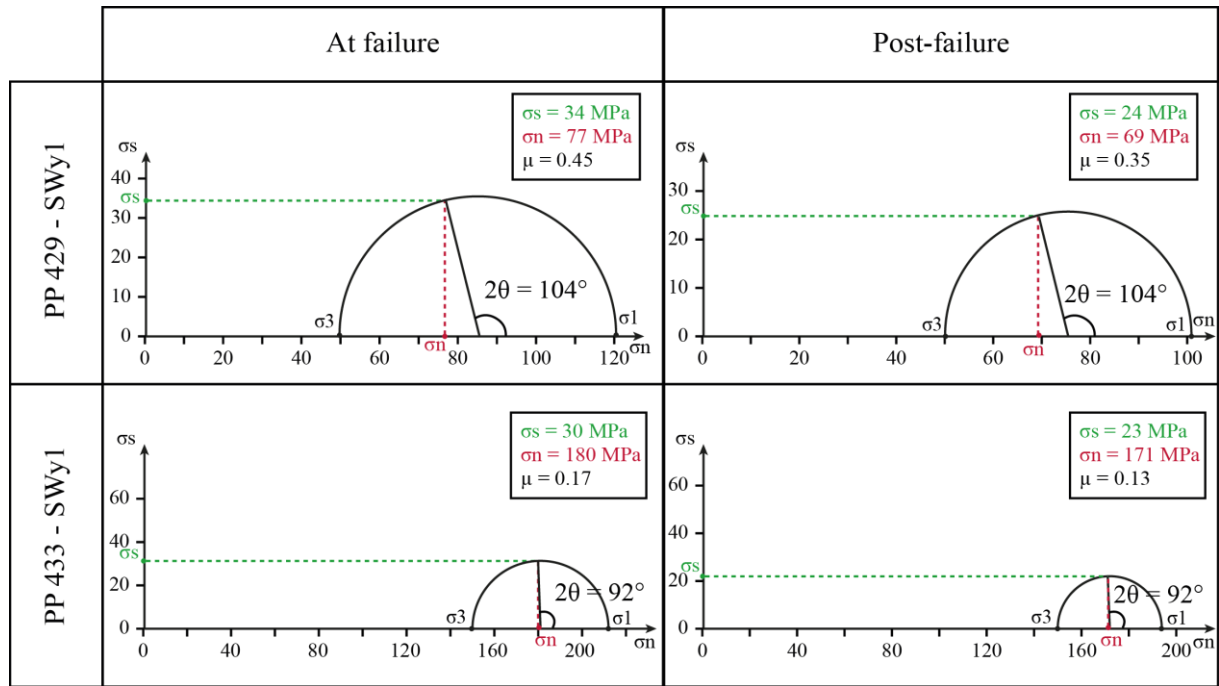


Figure S9 : Mohr circles at failure and right after the failure for the triaxial compression tests conducted with SWy1.

		PP 390	PPP 369	PP 371	PP 388	PP 445	PP 429	PP 433
	Sample	GJ02	GJ02	GJ02	GJ02	GJ02	SWy1	SWy1
	Type of sample	Core	Core	Core	Core	Powder	Powder	Powder
	Macroscopic Strain rate ($\mu\text{m/s}$)	0.30	0.5	0.6	0.68	0.30	0.60	0.32
	Pore pressure (MPa)	20	20	20	20	20	20	20
	σ_3 (MPa)	50	100	150	200	50	50	150
	σ_1 at failure (MPa)	214	374	433	580	173	121	212
First stress drop	Amplitude (MPa)	27	41	45	263	16	20	10
	Duration (s)	3	5	4	4	4	8	8
	Axial displacement (μm)	37	51	54	745	24.5	29.4	14.6
	Slip rate on the fault ($\mu\text{m/s}$)	14.4	12.6	15.1	217.3	7.1	4.7	2.54
Stick-slip cycles	Mean amplitude (MPa)	15.5	21	18.75	15	6	0.6	0.35
	Mean duration (s)	2.5	4	2	4	3	2	4
	Mean displacement (μm)	24	28	22	23	12	1.86	1.5
	Slip rate on the fault ($\mu\text{m/s}$)	11.2	8.7	12.3	6.7	4.6	1.2	0.5
	Mean restrengthening rate (MPa/s)	0.05	0.05	0.08	0.087	0.042	0.031	0.033
	Fault angle (θ°)	59	54	63	59	60	52	46
	σ_n at failure (MPa)	93	195	208	300	81	77	180
	σ_s at failure (MPa)	72	130	115	168	53	34	31
	μ at failure	0.77	0.67	0.55	0.56	0.66	0.45	0.17
	σ_n post-failure (MPa)	86	180	199	231	77	69	171
	σ_s post-failure (MPa)	60	111	96	52	46	24	22
	μ post-failure	0.70	0.61	0.48	0.22	0.60	0.35	0.13

Table S1. Summary of conditions and experimental results.

REFERENCES

- Bruand, A., and R. Prost (1988), Analyse minéralogique quantitative d'un échantillon de sol: utilisation des données concernant la composition chimique de l'échantillon, *Agronomie*, 8, 15–22.
- Robert, M., and D. Tessier (1974), Méthode de préparation des argiles des sols pour des études minéralogiques, *Annales Agronomiques*, 25(6), 859–882.
- Underwood, M. B., N. Basu, J. Steurer, and K. Udas (2003), 5. Data report: Normalization factors for semiquantitative X-Ray diffraction analysis, with application to DSDP site 297, Shikoku Basin, *Proceedings of the Ocean Drilling Program, Scientific Results*, 190/196, 28.
- Whitney, G., and H. R. Northrop (1988), Experimental investigation of the smectite to illite reaction: Dual reaction mechanisms and oxygen-isotope systematics, *American Mineralogist*, 73, 77–90.

3. Compléments à l'article 2

3.1. Evolution des modules poro-élastiques

Au cours des expériences triaxiales, plusieurs cycles décharge-charge ont été effectués au cours de la déformation. Nous présentons ici les résultats des 4 expériences menées à 300 °C avec les échantillons GJ02C (PP 369, PP 371, PP388 et PP 390). La **figure 6.1** montre que les modules d'Young (E) sont plutôt constants au cours de la déformation, et ce pour toutes les expériences présentées. Par ailleurs, plus la pression de confinement est élevée et plus le module d'Young est fort : - pour $P_c = 50$ MPa, E est environ égal à 10 GPa; - pour $P_c = 100$ MPa, $E \sim 12$ GPa ; - pour $P_c = 150$ MPa, $E \sim 14$; et pour $P_c = 200$ MPa, $E \sim 15-16$ GPa. Cela indique donc que la rigidité du matériau augmente avec la pression de confinement.

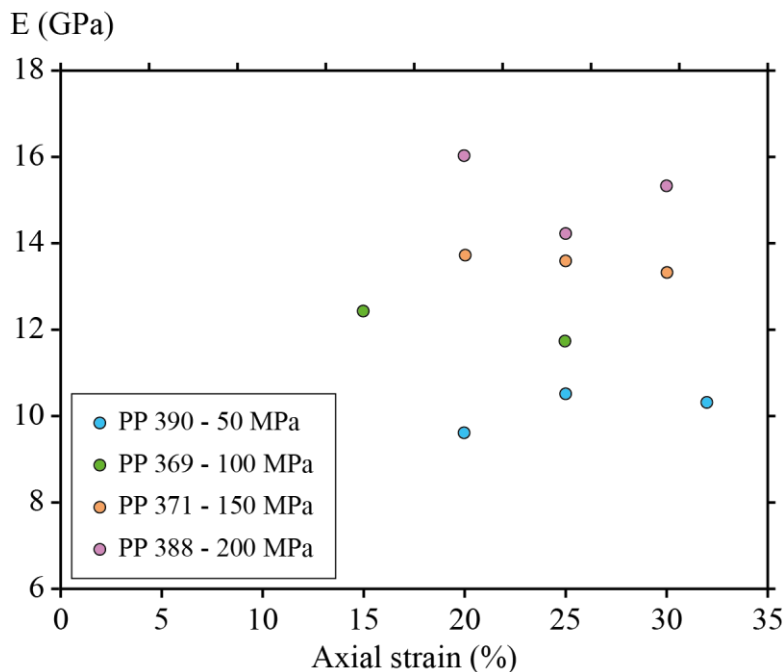


Figure 6.1 : Evolution du module d'Young lors des expériences triaxiales menées à 300°C sur les siltstones de Boso (GJ02) pour différentes pressions de confinement.

3.2. Discussion sur les effets de la rigidité et de la résistance des roches sur la genèse d'instabilités de glissement

Si l'on compare ces modules élastiques avec ceux obtenus dans le chapitre V lors des expériences triaxiales à température ambiante sur les mêmes échantillons de départ (GJ02), on se rend compte que les échantillons portés à 300°C sont bien plus rigides que ceux à température ambiante (**figure 6.2a**). Par ailleurs, la tendance d'évolution qui caractérise ces deux volets d'expériences est également différente. Alors que les échantillons déformés à température ambiante sont caractérisés par une chute du module de Young probablement

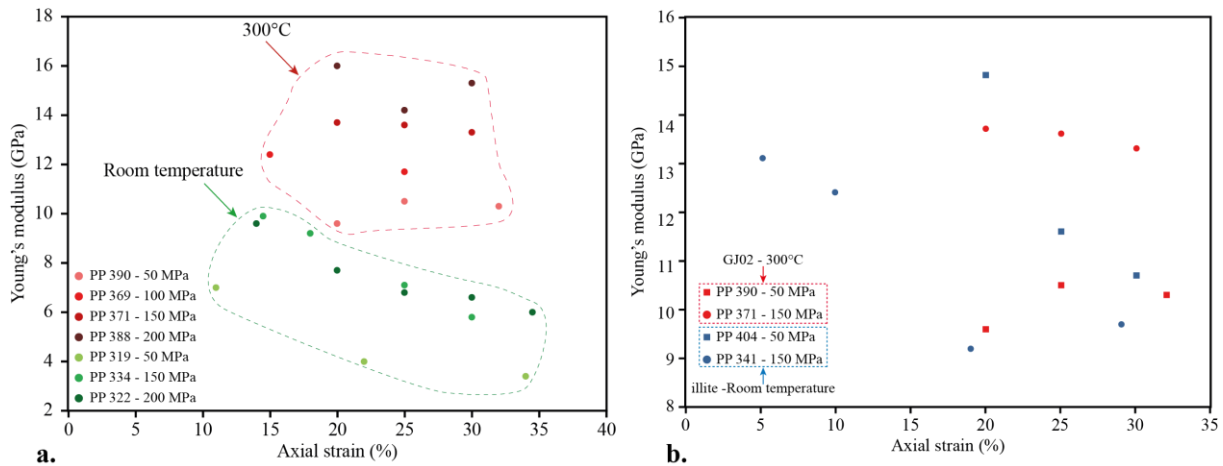


Figure 6.2 : Evolution du module d'Young au cours du raccourcissement axial en presse Paterson. **a.** comparaison des données issues des expériences à 300°C et des expériences à température ambiante présentées dans le Chapitre V. **b.** Comparaison des modules d'Young d'échantillons riches en illite à température ambiante (voir chapitre V) avec ceux des échantillons riches en smectite lors de la déformation à 300°C.

induite par la destruction du ciment de la roche au cours de la déformation, les échantillons déformés à 300°C eux présentent une rigidité plutôt constante au cours de la déformation. D'autre part, si l'on compare les modules d'Young obtenus à 300°C avec ceux obtenus à température ambiante avec des échantillons enrichis en illite (**figure 6.2b**), on remarque que les données en valeurs absolues sont comparables. La différence repose encore une fois sur l'évolution au cours de la déformation; alors que les échantillons enrichis en illite présentent une diminution de E au cours de la déformation, E reste constant lors des expériences à 300°C. Ces observations viennent confirmer l'importance de la température et des processus qu'elle active sur les propriétés mécaniques de ces échantillons. En effet, pour un même échantillon de départ nous montrons que les processus activés par la température induisent certainement une rigidification des échantillons. Cet effet, qui pourrait être la conséquence directe de l'illitisation des smectites, est très important puisqu'il a été démontré que la consolidation et la cimentation qui confèrent un squelette rigide aux roches, favorisent la nucléation d'instabilités de glissement [Lockner and Byerlee, 1986].

Par ailleurs, la comparaison des comportements rhéologiques des échantillons riches en smectite (température ambiante/300°C) et riches en illite (température ambiante), montrent que la formation du comportement de type stick-slip est indépendant de la résistance de la roche (**figure 6.3**). En effet, seul l'échantillon riche en smectite porté à 300°C présente un comportement de type stick-slip alors qu'il est pourtant caractérisé par une résistance intermédiaire entre celle de l'échantillon riche en illite (T. ambiante), et celle de l'échantillon riche en smectite (T. ambiante).

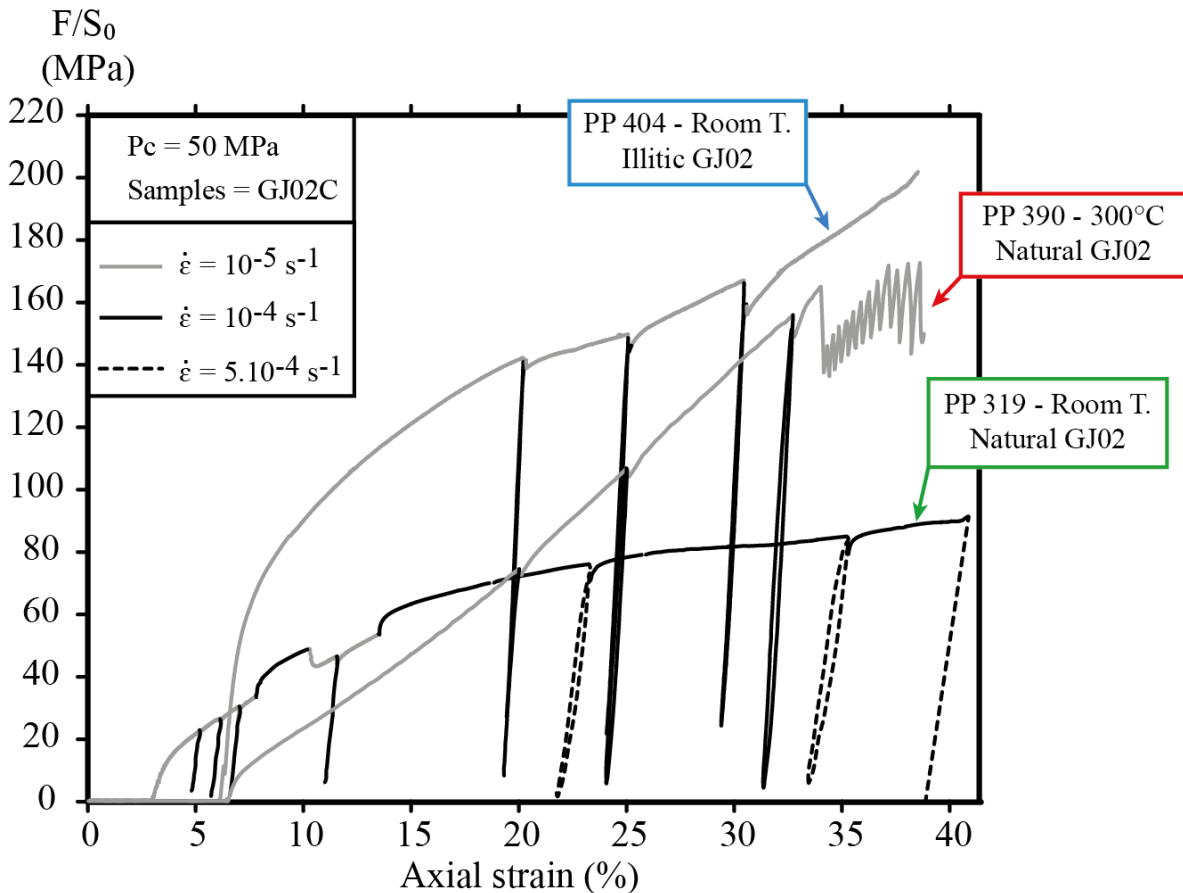


Figure 6.3 : Comparaison des courbes rhéologiques obtenues à 50 MPa de pression de confinement à température ambiante avec GJ02 et GJ02 expérimentalement illitisé et à 300°C avec GJ02.

4. Conclusion du Chapitre VI

Dans ce chapitre, par le biais de tests triaxiaux en compression menés à 300°C, nous nous sommes intéressés aux effets de la diagenèse sur les propriétés mécaniques et le comportement rhéologique de sédiments riches en smectite.

Il apparaît que dans toutes les expériences menées à 300°C, la rhéologie des matériaux smectitiques (23 et 75 % de smectite en fonction de l'échantillon de départ utilisé) évolue d'un comportement durcissant vers un comportement instable de type stick-slip. L'analyse des microstructures montre à chaque fois la présence d'un plan de fracture relativement net qui traverse l'échantillon, similaire à ce qui est observé dans les expériences à température ambiante où le glissement est stable. (cf. *Chapitre V*). Ainsi la localisation de la déformation ne semble pas être la cause des instabilités de glissement.

Dans nos expériences, la température portée à 300°C aboutit à l'activation de processus thermo-dépendants et à la diagenèse de nos échantillons smectitiques. Dans de tels

échantillons la principale réaction diagénétique qui se produit est la transformation de la smectite (soit par illitisation, soit par déshydratation sous contrainte). Ainsi nous montrons que la métastabilité chimique des smectites, sous des conditions diagénétiques, constitue un mécanisme adoucissant (pour des faibles vitesses de glissement de l'ordre du micron par seconde) qui leur confère un comportement instable. Nous proposons alors que la déshydratation de la smectite au cours de la diagenèse et de la déformation aboutit à l'augmentation locale de la pression de fluide, réduisant ainsi la contrainte effective et déclenchant l'adoucissement brutal de la roche. À l'inverse, dans cette hypothèse, les phases de *strengthening* seraient associées à la chute de la pression de fluide lors de la fracturation dilatante du matériau.

Ces résultats présentent des implications importantes concernant le potentiel sismogénique de la partie superficielle des zones de subduction. En effet, cette zone est riche en smectite, or la smectite commence à réagir chimiquement pour des températures très basses de l'ordre de 60°C (par illitisation). Ainsi, l'instabilité de la smectite dans ces conditions pourrait promouvoir la propagation de la rupture cosismique de méga-séismes vers la surface en adoucissant la zone de glissement lors du stade d'initiation du mouvement.

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Les zones de subduction concentrent l'essentiel de l'activité sismique de la planète et de ce fait présentent un risque sismogénique et tsunamigénique majeur. Pourtant, les processus physiques qui sous-tendent ce risque sont encore mal compris. En effet, alors que le modèle de la zone sismogénique [Hyndman *et al.*, 1997], proposé dans les années 1990 (sur la base de la localisation des foyers des séismes dans quelques zones de subduction [Byrne *et al.*, 1988]), suggère que la partie superficielle des zones de subduction (0-10 km de profondeur) se comporte de manière asismique, de récentes observations remettent en cause ce modèle pourtant largement repris dans la littérature [Ito *et al.*, 2011; Sugioka *et al.*, 2012]. D'une part des séismes très basses fréquences ont été détectés à partir de 2 km de profondeur dans les zones de subduction [Sugioka *et al.*, 2012], c'est-à-dire au sein de la zone définie comme asismique par la classification de Hyndman *et al.* [1997]. Par ailleurs, les déplacements cosismiques mesurés en mer lors du séisme de Tohoku-Oki (Mars 2011, Japon) montrent que ceux-ci sont maximaux dans la partie superficielle du décollement [Ito *et al.*, 2011]. Cette dernière observation révèle alors que la rupture cosismique ne se propage pas passivement dans cette zone, mais qu'au contraire des processus dynamiques permettent de l'entretenir et même de l'amplifier vers la surface.

À l'échelle du laboratoire les séismes sont interprétés comme des instabilités de glissement causées par l'adoucissement brutal du matériau dans la zone qui glisse [Brace and Byerlee, 1966]. Ainsi pour propager la rupture il faut des processus d'adoucissement actifs. Pour tenter de les identifier, de nombreuses expériences de friction en laboratoire ont été menées. Certaines de ces expériences ont été menées sur des smectites (i.e. matériaux représentatifs des sédiments subduits et accrésés) [Saffer *et al.*, 2001; Saffer and Marone, 2003], tandis que d'autres ont été menées sur des matériaux illitiques (produits de la réaction d'illitisation des smectites qui opère dès lors que la température dépasse les 60°C [Freed and Peacor, 1989b]) [Saffer and Marone, 2003], afin d'évaluer le potentiel de ces matériaux à s'adoucir sous l'effet d'une sollicitation (augmentation de la vitesse de glissement, grande quantité de glissement). Le résultat principal de ces expériences est que dans la majorité des situations les smectites et les illites présentent un comportement durcissant et donc stable, ce qui laisse entier le problème de la genèse et/ou propagation des séismes.

Cependant, les expériences de friction en laboratoire, majoritairement réalisées à température ambiante, négligent les effets potentiels de la diagenèse et des transformations **en cours** sur la rhéologie des matériaux. Pourtant dans la nature, les sédiments subduits, souvent riches en argile, subissent dès le début de leur enfouissement des transformations

minéralogiques susceptibles de modifier leur comportement mécanique. En conséquence, notre étude a entrepris d'étudier les effets couplés de la déformation et de la diagenèse sur le comportement mécanique des sédiments smectitiques, afin de répondre aux questions suivantes :

- 1. Quels sont les modes de déformation des sédiments riches en smectite du prisme ?**
- 2. Quels sont les effets de la diagenèse (smectite → illite) sur le comportement mécanique de ces roches ?**
- 3. Quels sont les processus qui régissent la stabilité ou l'instabilité du glissement ?**

Pour répondre à ces questions qui constituaient la problématique de notre étude, nous avons choisi l'approche expérimentale en réalisant des expériences triaxiales en compression sous différentes conditions de pression (50 à 200 MPa) et de température (20 et 300°C), et en utilisant des échantillons de départ soit smectitique (siltstones naturels de Boso / poudre de smectite de référence SWy1), soit illitique (siltstones de Boso illitisés expérimentalement en autoclave).

➤ Ainsi, dans le Chapitre V, nous nous sommes tout d'abord intéressé aux différents mécanismes par lesquels des roches smectitiques et illitiques accommodent la déformation, ainsi que les effets de cette déformation sur les propriétés poro-élastiques et acoustiques de ces roches. Pour cela nous avons utilisé deux types d'échantillon de départ : les siltstones naturels de la péninsule de Boso, mais aussi ces même échantillons préalablement illitisés en autoclave. De ces expériences triaxiales, réalisées à température ambiante, nous avons tiré plusieurs observations :

(1) Dans un premier temps 3 modes de déformation ont été identifiés. La compression est tout d'abord accommodée par une simple compaction de l'échantillon (réduction de porosité), puis la déformation commence à se localiser le long d'une large zone de cisaillement compactante, et enfin, dans certains cas la localisation de la déformation devient extrême et opère par fracturation dilatante de l'échantillon. La comparaison avec des exemples naturels suggère que c'est l'intensité de la contrainte déviatorique qui permet cette localisation extrême de la déformation, même dans des domaines superficiels peu consolidés et avec une porosité encore importante.

(2) La déformation des échantillons, est associée à un comportement exclusivement durcissant et donc stable et ce indépendamment de la minéralogie de l'échantillon de départ (smectitique ou illitique).

(3) La déformation des échantillons (smectitiques et illitiques) est associée à une chute des modules poro-élastiques de la roche.

(4) Après déformation en presse triaxiale, les échantillons smectitiques peu poreux présentent des anomalies négatives de vitesse sismique par rapport aux vitesses attendues dans des échantillons de porosité similaire. Ces anomalies sont certainement le reflet de la destruction du ciment et de l'ouverture de microfissures dans l'échantillon.

Deux implications importantes peuvent être extraites de ces résultats. Premièrement, les anomalies de vitesse sismique présentes dans la partie superficielle des prismes d'accrétion (2 – 4 km de profondeur [Kitajima and Saffer, 2012]) pourraient être dues, en partie, à la présence de roches microfissurées dont le squelette rigide (ciment) aurait été endommagé sous l'effet d'une intense déformation. Deuxièmement, ces expériences triaxiales montrent bien que quel que soit la lithologie (smectite versus illite) les échantillons testés présentent un comportement de type durcissant. Ainsi la lithologie n'a pas d'effet majeur sur la rhéologie des roches ce qui est en bon accord avec les expériences de friction réalisées sur smectite et illite à température ambiante.

➤ Dans le chapitre VI, nous avons cette fois évalué l'effet couplé de la déformation et de la diagenèse, et en particulier la transformation **en cours** smectite → illite, sur la rhéologie de matériaux riches en smectite. Pour cela nous avons réalisé des expériences triaxiales en compression sur les siltstones de Boso et sur les poudres de smectite de référence SWy1 (teneur respective en smectite 24 et 75%). Ces expériences ont été conduites à 300°C afin d'accélérer le processus d'illitisation pour que celui-ci soit actif dans nos expériences de courte durée (48h). Les résultats majeurs sont les suivants :

(1) Les échantillons se déforment principalement selon deux modes : une compaction simple, suivi d'une fracturation dilatante de l'échantillon.

(2) Dans **toutes** les expériences réalisées dans ces conditions, les échantillons se déforment par le biais d'**instabilités** de glissement cycliques (*stick-slip*).

Ces résultats tranchent sévèrement avec les résultats des expériences à température ambiante réalisées pourtant avec le même type d'échantillon de départ, qui alors ne montrait

qu'un comportement stable. Pourtant dans les deux cas les modes de déformation sont relativement similaires puisque la déformation finit par se localiser le long d'une fracture dilatante. Ainsi, ce n'est pas le mode de déformation qui contrôle la stabilité ou l'instabilité du glissement même si la localisation de la déformation est certainement un prérequis pour la formation d'instabilités. En revanche, la différence fondamentale entre ces deux séries de manipes (à température ambiante et à 300°C) réside en l'activation de processus diagénétiques à 300°C. Dans les échantillons smectitiques testés, la diagenèse réside principalement en la transformation de la smectite (soit par illitisation, soit par déshydratation mécanique). Ainsi la réactivité chimique des smectites est source d'instabilité de glissement et la diagenèse a un effet majeur sur la rhéologie de matériaux smectitiques en leur conférant un comportement de type instable.

Par contre, au cours des expériences le(s) processus microscopique(s) qui permet(tent) d'entretenir les instabilités glissement cyclique reste(nt) encore à l'état d'hypothèse. Les variations de pression de fluide, associées à l'alternance de phases de déshydratation de la smectite et de phases de fracturation dilatante, sont un candidat possible pour expliquer les instabilités, même si cette hypothèse peine à rendre compte de la cyclicité observée dans le comportement stick-slip. En tout cas, les implications de ces résultats sont très importants à l'échelle de la zone de subduction et en termes de risque sismogénique. En effet la smectite est un minéral qui commence à être réactif chimiquement pour des températures très basses, de l'ordre de 60°C [*Freed and Peacor, 1989b*] (~ 2 km de profondeur). Ainsi l'instabilité chimique des smectites présentes dans la partie superficielle des zones de subduction pourrait promouvoir la propagation de la rupture cosismique de méga-séismes vers la surface en adoucissant la zone de glissement lors de son initiation.

En conclusion, par notre étude nous montrons pour la première fois que le comportement mécanique des roches et les réactions chimiques sont intimement liés. Ceci nous amène donc à réévaluer le potentiel sismogénique de la partie superficielle des zones de subduction et nous proposons, notamment que cette zone présente un très fort potentiel à propager la rupture cosismique, proposition soutenue par les forts déplacements cosismiques superficiels enregistrés lors du méga-séisme de Tohoku-Oki.

Toutefois de nombreuses questions subsistent encore : Quel processus microscopique, activé par la transformation de la smectite, est à l'origine des instabilités ? Est-ce la déshydratation ? Est-ce l'illitisation elle-même ? L'un des sous-produits de l'illitisation est le

quartz, ainsi est-ce que la précipitation de quartz joue un rôle sur la genèse d'instabilités ? Qu'est-ce qui permet d'entretenir la cyclicité du phénomène ?

Pour répondre à ces questions d'autres expériences sont nécessaires. Par exemple, des expériences en synchrotron où il serait à la fois possible de déformer les échantillons à haute température tout en suivant l'évolution de la distance interfoliaire des smectites seraient très intéressantes pour suivre leur état d'hydratation au cours du processus. Il serait également intéressant de réaliser des images de précision sur la zone de faille post-mortem à la fois sur les échantillons qui ont été déformés à température ambiante et à 300°C (au microscope électronique à balayage par exemple) pour voir s'il existe, par exemple, une différence de texture. On peut aussi envisager des analyses au microscope électronique à transmission dans les argiles constituant la zone de faille, afin de déterminer dans quelle mesure elles diffèrent de celles qui ont simplement réagi à l'augmentation de température sans déformation.

Dans tous les cas, l'étape suivante consiste en une approche à beaucoup plus petite échelle, celle du minéral ou celle des feuillets eux-mêmes, afin de préciser la physique des processus qui combinent réaction chimique et comportement mécanique et qui contrôlent les instabilités observées à l'échelle macroscopique dans nos expériences et dans la nature.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Ashi, J., and A. Taira (1993), Thermal structure of the Nankai accretionary prism as inferred from the distribution of gas hydrate BSRs, *Mem. Geol. Soc. Am.*, 273, 137–149.
- Attix, F. H., and W. C. Roesch (1968), *Radiation dosimetry, Volume 1: Fundamentals*.
- Barshad, I. (1949), The nature of lattice expansion and its relation to hydration in montmorillonite and vermiculite, *American Mineralogist*, 34, 675–684.
- Beeler, N. M., T. E. Tullis, M. L. Blanpied, and J. D. Weeks (1996), Frictional behavior of large displacement experimental faults, *Journal of Geophysical Research*, 101(B4), 8697–8715.
- Bangs, L. B., and T. H. Shipley (1999), Fluid accumulation and channeling along the northern Barbados Ridge decollement thrust, *J. Geophys. Res.*, 104(B9), 20399–20414.
- Bangs, N. L. B., G. F. Moore, S. P. S. Gulick, E. M. Pangborn, H. J. Tobin, S. Kuramoto, and A. Taira (2009), Broad, weak regions of the Nankai Megathrust and implications for shallow coseismic slip, *Earth Planet. Sci. Lett.*, 284(1-2), 44–49, doi:10.1016/j.epsl.2009.04.026.
- Beeler, N. M., T. E. Tullis, and J. D. Weeks (1994), The roles of time and displacement in the evolution effect in rock friction, *Geophysical Research Letters*, 21(18), 1987–1990.
- Behl, R. J., and R. E. Garrison (1994), The origin of chert in the Monterey Formation of California (USA): International Geological Congress, 29th, Proceedings, Part C, , 101–132.
- Bekins, B. A., and S. J. Dreiss (1992), A simplified analysis of parameters controlling dewatering in accretionary prisms, *Earth and Planetary Science Letters*, 109, 275–287.
- Biegel, R. L., C. G. Sammis, and J. H. Dieterich (1986), The frictional properties of a simulated gouge having a fractal particle distribution, *Journal of Structural Geology*, 11(7), 827–846.
- Biegel, R. L., C. G. Sammis, and J. H. Dieterich (1989), The frictional properties of a simulated gouge having a fractal particle distribution, *Journal of Structural Geology*, 11(7), 827–846.

- Bird, P. (1984), Hydration-phase diagrams and friction of montmorillonite under laboratory and geologic conditions, with implications for shale compaction, slope stability, and strength of fault gouge, *Tectonophysics*, 107, 235–260.
- Biscaye, P. E. (1965), Mineralogy and sedimentation of recent deep-sea clay in the Atlantic Ocean and adjacent seas and oceans, *Geological Society of America Bulletin*, 76(7), 803–831.
- Blanpied, M. L., D. A. Lockner, and J. D. Byerlee (1991), Fault stability inferred from granite sliding experiments at hydrothermal conditions, *Geophysical Research Letters*, 18(4), 609–612.
- Boles, J. R., and S. G. Franks (1979), Clay diagenesis in Wilcox sandstones of southwest Texas, implications of smectite diagenesis on sandstone cementation, *Journal of Sedimentary Petrology*, 49, 55–70.
- Brace, W. F. (1978), Volume changes during fracture and frictional sliding: A review, *Pure and Applied Geophysics*, 116, 603–614.
- Brace, W. F., and J. D. Byerlee (1966a), Stick-slip as a mechanism for earthquakes, *Science*, 153, 990–992.
- Brace, W. F., B. W. Paulding, Jr, and C. Scholz (1966), Dilatancy in the fracture of crystalline rocks, *Journal of Geophysical Research*, 71(16), 3939 – 3953.
- Bray, C. J., and D. E. Karig (1985), Porosity of sediments in accretionary prisms and some implications for dewatering processes, *J. Geophys. Res.*, 90(B1), 768–778, doi:10.1029/JGREA0000900000B1000768000001.
- Bradley, W. F., R. E. Grim, and G. L. Clark (1937), A study of the behavior of montmorillonite upon wetting, *Zeitschrift für Kristallographie*, A97, 216–222.
- Brown, K. M., and B. Ransom (1996), Porosity corrections for smectite-rich sediments: Impact on studies of compaction, fluid generation, and tectonic history, *Geology*, 24(9), 843–846, doi: 10.1130/0091-7613(1996)024<0843:PCFSRS>2.3.CO;2.
- Bruand, A., and R. Prost (1988), Analyse minéralogique quantitative d'un échantillon de sol: utilisation des données concernant la composition chimique de l'échantillon, *Agronomie*, 8, 15–22.
- Byerlee, J. D. (1967), Frictional characteristics of granite under high confining pressure, *Journal of Geophysical Research*, 72(14), 3639–3648.
- Byrne, D. E., D. M. Davis, and L. R. Skyes (1988), Loci and maximum size of the thrust earthquakes and the mechanics of the shallow region of subduction zones, *Tectonics*, 7(4), 833–857.
- Byrne, T., and D. Fisher (1990), Evidence for a weak and overpressured décollement beneath sediment-dominated accretionary prisms, *J. Geophys. Res.*, 95(B6), 9081–9097, doi:10.1029/JB095iB06p09081.

- Cases, J. M., I. Bérend, G. Besson, M. François, J. P. Uriot, F. Thomas, and J. E. Poirier (1992), Mechanism of adsorption and desorption of water vapor by homoionic montmorillonite. 1. The sodium exchanged form., *Langmuir*, 8, 2730–2739.
- Chambon, G. (2003), Caractérisation expérimentale du frottement effectif des zones de faille: Université Paris XI Orsay.
- Chamley, H. (1989), *Clay sedimentology*: New York.
- Chipera, S. J., and D. L. Bish (2001), Baseline studies of the clay minerals society source clays: powder X-ray diffraction analyses, *Clays and Clay Minerals*, 49(5), 398–409.
- Christensen, N. I. (1985), Measurements of dynamic properties of rock at elevated temperatures and pressures, in *Measurement of rock properties at elevated pressures and temperatures*, vol. 869, pp. 93–107, H.J. Pincus and E.R. Hoskins.
- Colten, V. A. (1985), Experimental determination of smectite hydration states under simulated diagenetic conditions: Ph.D. thesis, Univ. of Illinois, Urbana, , 143 pp.
- Colten-Bradley, V. A. (1987), Role of pressure in smectite dehydration—Effects on geopressure and smectite-to-illite transformation, *American Association of Petroleum Geologists*, 71(11), 1414–1427.
- Delouis, B., J.-M. Nocquet, and M. Vallée (2010), Slip distribution of the February 27, 2010 Mw = 8.8 Maule Earthquake, central Chile, from static and high-rate GPS, InSAR, and broadband teleseismic data, *Geophysical Research Letters*, 37(17), n/a–n/a, doi: 10.1029/2010GL043899.
- Dieterich, J. H. (1981), Constitutive properties of faults with simulated gouge, in *Mechanical behavior of crustal rocks*, Geophys. Monogr. Ser., 24, N.L. Carter, M. Friedman, J. M. Logan, and D. W. Stearns, AGU, Washington, D. C., 102–120.
- Dieterich, J. H. (1979), Modeling of rock friction: 1. Experimental results and constitutive equations, *Journal of Geophysical Research*, 84(B5), 2161–2168.
- Dieterich, J. H. (1978), Time-dependent friction and the mechanics of stick-slip, *Pure and applied geophysics*, 116(4-5), 790–806.
- Dieterich, J. H. (1972), Time-dependent friction in rocks, *Journal of Geophysical Research*, 77(3690-3697).
- Eberhart-Phillips, D., D. Han, and M. D. Zoback (1989), Empirical relationships among seismic velocity, effective pressure, porosity, and clay content in sandstone, *Geophysics*, 54(1), 82–89.
- Eberl, D. D. (1977), The hydrothermal transformation of sodium and potassium smectite into mixed-layer clay, *Clays and Clay Minerals*, 25, 215–227.
- Eberl, D. D., G. Whitney, and H. Khoury (1978), Hydrothermal reactivity of smectite, *American Mineralogist*, 63, 401–409.

- Erickson, S. N., and R. D. Jarrard (1998), Velocity-porosity relationships for water-saturated siliciclastic sediments, *Journal of Geophysical Research*, 103(B12), 30385–30406.
- Ernst, W. G. (1990), Thermobarometric and fluid expulsion history of subduction zones, *Journal of Geophysical Research*, 95(B6), 9047–9053.
- Ferrage, E., O. Vidal, R. Mosser-Ruck, M. Cathelineau, and J. Cuadros (2011), A reinvestigation of smectite illitization in experimental hydrothermal conditions: Results from X-ray diffraction and transmission electron microscopy, *American Mineralogist*, 96(1), 207–223, doi: 10.2138/am.2011.3587.
- Fisher, A. T., and M. B. Underwood (1995), 3. Calibration of an X-Ray Diffraction Method to Determine Relative Mineral Abundances in Bulk Powders Using Matrix Singular Value Decomposition: A Test from the Barbados Accretionary Complex1, *Proceedings of the Ocean Drilling Program, Initial Reports*, 156, 29–37.
- Fitts, T. G., and K. M. Brown (1999), Stress-induced smectite dehydration: ramifications for patterns of freshening and fluid expulsion in the N. Barbados accretionary wedge, *Earth and Planetary Science Letters*, 172(1), 179–197.
- Fortin, J., S. Stanchits, S. Vinciguerra, and Y. Guéguen (2011), Influence of thermal and mechanical cracks on permeability and elastic wave velocities in a basalt from Mt. Etna volcano subjected to elevated pressure, *Tectonophysics*, 503(1-2), 60–74, doi:10.1016/j.tecto.2010.09.028.
- Foster, M. D. (1953), Geochemical studies of clay minerals - III. The determination of free silica and free alumina in montmorillonites, *Geochimica and Cosmochimica Acta*, 3, 143–154.
- Freed, R. L., and D. R. Peacor (1989b), Variability in temperature of the smectite/illite reaction in Gulf Coast sediments, *Clay minerals*, 24, 171–180.
- Gadenne, L., H. Raimbourg, R. Champallier, and Y. Yamamoto (2014), Mechanical properties and processes of deformation in shallow sedimentary rocks from subduction zones: An experimental study, *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, n/a–n/a, doi: 10.1002/2014GC005580.
- Grim, R. (1968), *Clay mineralogy*. McGraw-Hill, Inc., New-York, 596p
- Guéguen, Y., M. Adelinet, A. Ougier-Simonin, J. Fortin, and A. Schubnel (2011), How cracks modify permeability and introduce velocity dispersion: Examples of glass and basalt, *Lead. Edge*, 30(12), 1392–1398.
- Han, D., A. Nur, and D. Morgani (1986), Effects of porosity and clay content on wave velocities in sandstones, *Geophysics*, 51(11), 2093–2107.
- Harward, M. E., and G. W. Brindley (1966), Swelling properties of synthetic smectites in relation to lattice substitutions, *Clays and Clay Minerals*, 13, 209–222.
- Harward, M. E., D. D. Carstea, and A. H. Sayegh (1969), Properties of vermiculites and smectites: Expansion and collapse, *Clays and Clay Minerals*, 16, 437–447.

- Henry, P., T. Kanamatsu, K. Moe, and Expedition 333 Scientists (2012a), *Proceedings of the IODP, 333. Site C0011*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Henry, P., T. Kanamatsu, K. Moe, and Expedition 333 Scientists (2012b), *Proceedings of the IODP, 333. Site C0012*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Henry, P., T. Kanamatsu, K. Moe, and Expedition 333 Scientists (2012c), *Proceedings of the IODP, 333. Site C0018*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Hirono, T., T. Ishikawa, H. Masumoto, J. Kameda, H. Yabuta, and H. Mukoyoshi (2014), Re-evaluation of frictional heat recorded in the dark gouge of the shallow part of a megasplay fault at the Nankai Trough, *Tectonophysics*, 626, 157–169, doi: 10.1016/j.tecto.2014.04.020.
- Hirose, H., Y. Asano, K. Obara, T. Kimura, T. Matsuzawa, S. Tanaka, and T. Maeda (2010), Slow earthquakes linked along dip in the Nankai subduction zone, *Science*, 330(1502).
- Hoffman, N. W., and H. J. Tobin (2004), 11. An empirical relationship between velocity and porosity for underthrust sediments in the Nankai Trough accretionary prism. In Mikada, H., Moore, G.F., Taira, A., Becker, K., Moore, J.C., and Klaus, A. (Eds), *Proc. IODP*, 190/196:.
- Howard, J. J., and D. M. Roy (1985), Development of layer charge and kinetics of experimental smectite alteration, *Clays and Clay Minerals*, 33, 81–88.
- Hower, J., W. V. Eslinger, M. Hower, and Perry, E.A. (1976), Mechanism of burial metamorphism of argillaceous sediments, I. Mineralogical and chemical evidence, *Geological Society of America Bulletin*, 87, 725–737.
- Huang, W. L., W. A. Basset, and T. C. Wu (1994), Dehydration and hydration of montmorillonite at elevated temperatures and pressures monitored using synchrotron radiation, *American Mineralogist*, 79, 683–691.
- Huang, W. L., J. M. Longo, and D. R. Pevear (1993), An experimentally derived kinetic model for smectite-to-illite conversion and its use as a geothermometer, *Clays and Clay Minerals*, 41(2), 162–177.
- Hunze, S., and T. Wonik (2007), Compaction in the Nankai and Barbados accretionary prisms: New insights from logging-while-drilling data, *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 8(2), n/a–n/a, doi: 10.1029/2006GC001277.
- Hüpers, A., and A. J. Kopf (2012), Effect of smectite dehydration on pore water geochemistry in the shallow subduction zone: An experimental approach, *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 13(10), doi: 10.1029/2012GC004212.
- Hüpers, A., and A. J. Kopf (2009), The thermal influence on the consolidation state of underthrust sediments from the Nankai margin and its implications for excess pore pressure, *Earth and Planetary Science Letters*, 286(1-2), 324–332, doi: 10.1016/j.epsl.2009.05.047.

- Hyndman, R. D., and K. Wang (1993), Thermal constraints on the zone of major thrust earthquakes failure: the Cascadia subduction zone, *Journal of Geophysical Research*, 98(B2), 2039–2060.
- Hyndman, R. D., M. Yamano, and D. A. Oleskevich (1997), The seismogenic zone of subduction thrust faults, *Island Arc*, 6(3), 244–260.
- Ide, S., and H. Aochi (2013), Historical seismicity and dynamic rupture process of the 2011 Tohoku-Oki earthquake, *Tectonophysics*, 600, 1–13, doi: 10.1016/j.tecto.2012.10.018.
- Ikari, M. J., C. Marone, D. M. Saffer, and A. J. Kopf (2013), Slip weakening as a mechanism for slow earthquakes, *Nature Geoscience*, 6(6), 468–472, doi: 10.1038/ngeo1818.
- Inoue, A. (1983), Potassium fixation by clay minerals during hydrothermal treatment, *Clays and Clay Minerals*, 31, 81–92.
- Inoue, A., A. Bouchet, B. Velde, and A. Meunier (1989), Convenient technique for estimating smectite layer percentage in randomly interstratified illite/smectite minerals, *Clays and Clay Minerals*, 37(3), 227–234.
- Issler, D. R. (1992), A New Approach to Shale Compaction and Stratigraphic Restoration, Beaufort-Mackenzie Basin and Mackenzie Corridor, Northern Canada (1), *AAPG Bull.*, 76(8), 1170–1189.
- Ito, Y., and K. Obara (2006), Very low frequency earthquakes within accretionary prisms are very low stress-drop earthquakes, *Geophysical Research Letters*, 33(9), doi: 10.1029/2006GL025883.
- Ito, Y., T. Tsuji, Y. Osada, M. Kido, D. Inazu, Y. Hayashi, H. Tsushima, R. Hino, and H. Fujimoto (2011), Frontal wedge deformation near the source region of the 2011 Tohoku-Oki earthquake: Frontal wedge deformation of Japan Trench, *Geophysical Research Letters*, 38(7), n/a–n/a, doi: 10.1029/2011GL048355.
- Jennings, S., and G. R. Thompson (1986), Diagenesis of Plio-Pleistocene sediments of the Colorado River delta, southern California, *Journal of Sedimentary Petrology*, 56, 89–98.
- Kameda, J., Y. Yamamoto, and G. Kimura (2010), Smectite swelling in the Miura–Boso accretionary prism: Possible cause for incipient décollement zone formation, *Tectonophysics*, 494(1-2), 75–84, doi: 10.1016/j.tecto.2010.08.008.
- Karig, D. E., and G. Hou (1992), High-Stress Consolidation Experiments and Their Geologic Implications, *J. Geophys. Res.*, 97(B1), 289–300.
- Karig, D. E. (1996), 20. Uniaxial reconsolidation tests on porous sediments: Mudstones from site 897. In Whitmarsh, R.B., Sawyer, D.S., Klaus, A., and Masson, D.G. (Eds), *Proc. IODP*, 149.,
- Karig, D. E., and M. V. S. Ask (2003), Geological perspectives on consolidation of clay-rich marine sediments, *Journal of Geophysical Research*, 108(B4), 1–14, doi: 10.1029/2001JB000652.

- Kawakami, S. (2001), Upper Miocene radiolarians from Nishizaki Formation and Ishido Group in the southern part of Boso Peninsula, Japan, and their geological significance., *News of Osaka Micropaleontologists*, 12, 343 – 458.
- Keren, R., and I. Shainberg (1980), Water vapor isotherms and heat of immersion of Na- and Ca-montmorillonite systems. III. Thermodynamics, *Clays and Clay Minerals*, 28(3), 204–210.
- Kinoshita, M., H. Tobin, J. Ashi, G. Kimura, S. Lallement, E. J. Screaton, D. Curewitz, H. Masago, K. T. Moe, and Expedition 314/315/316 Scientists (Eds.) (2009a), *Proceedings of the IODP, 314/315/316. Site C0001*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Kinoshita, M., H. Tobin, J. Ashi, G. Kimura, S. Lallement, E. J. Screaton, D. Curewitz, H. Masago, K. T. Moe, and Expedition 314/315/316 Scientists (Eds.) (2009b), *Proceedings of the IODP, 314/315/316. Site C0002*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Kinoshita, M., H. Tobin, J. Ashi, G. Kimura, S. Lallement, E. J. Screaton, D. Curewitz, H. Masago, K. T. Moe, and Expedition 314/315/316 Scientists (Eds.) (2009c), *Proceedings of the IODP, 314/315/316. Site C0004*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Kinoshita, M., H. Tobin, J. Ashi, G. Kimura, S. Lallement, E. J. Screaton, D. Curewitz, H. Masago, K. T. Moe, and Expedition 314/315/316 Scientists (Eds.) (2009d), *Proceedings of the IODP, 314/315/316. Site C0006*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Kinoshita, M., H. Tobin, J. Ashi, G. Kimura, S. Lallement, E. J. Screaton, D. Curewitz, H. Masago, K. T. Moe, and Expedition 314/315/316 Scientists (Eds.) (2009e), *Proceedings of the IODP, 314/315/316. Site C0007*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Kitajima, H., F. M. Chester, and J. S. Chester (2011), Dynamic weakening of gouge layers in high-speed shear experiments: Assessment of temperature-dependent friction, thermal pressurization, and flash heating, *Journal of Geophysical Research*, 116(B8), doi: 10.1029/2010JB007879.
- Kitajima, H., and D. M. Saffer (2012), Elevated pore pressure and anomalously low stress in regions of low frequency earthquakes along the Nankai Trough subduction megathrust, *Geophysical Research Letters*, 39(23), doi: 10.1029/2012GL053793.
- Kodaira, S., T. Iidaka, A. Kato, J.-O. Park, T. Iwasaki, and Y. Kaneda (2004), High pore fluid pressure may cause silent slip in the Nankai Trough, *Science*, 304(5675), 1295–1298, doi: 10.1126/science.1096535.
- Kopf, A., E. Araki, S. Toczko, and Expedition 332 Scientists (2011), *Proceedings of the IODP, 332. Site C0002*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Koster Van Groos, A., and S. Guggenheim (1984), The effect of pressure on the dehydration reaction of interlayer water in Na-montmorillonite (SWy-1), *American Mineralogist*, 69, 872–879.

- Koster Van Groos, A., and S. Guggenheim (1986), Dehydration of K-exchanged montmorillonite at elevated temperatures and pressures, *Clays and Clay Minerals*, 34(3), 281–286.
- Koster van Groos, A. F., and S. Guggenheim (1987), Dehydration of a Ca- and a Mg-exchanged montmorillonite (SWy-1) at elevated pressures, *American Mineralogist*, 72, 292–298.
- Lanson, B., and G. Besson (1992), Characterization of the end of smectite-to-illite transformation: Decomposition of X-ray patterns, *Clays and Clay Minerals*, 40(1), 40–52.
- Lay (2011), Possible large near-trench slip during the 2011 M_w 9.0 off the Pacific coast of Tohoku Earthquake, *Earth, Planets and Space*, 63(7), 687–692, doi: 10.5047/eps.2011.05.033.
- Lay, T., C. J. Ammon, H. Kanamori, K. D. Koper, O. Sufri, and A. R. Hutko (2010), Teleseismic inversion for rupture process of the 27 February 2010 Chile (M_w 8.8) earthquake: THE 2010 GREAT CHILE EARTHQUAKE RUPTURE, *Geophysical Research Letters*, 37(13), n/a–n/a, doi: 10.1029/2010GL043379.
- Lay, T., H. Kanamori, C. J. Ammon, M. Nettles, S. N. Ward, R. C. Aster, S. L. Beck, S. L. Bilek, M. R. Brudzinski, R. Butler, H. R. De Shon, G. Ekström, K. Satake, and S. Sipkin (2005), The great Sumatra-Andaman Earthquake of 26 December 2004, *Science*, 308(5725), 1127–1133.
- Lengliné, O. (2009), L'évolution des contraintes déduite des variations de sismicité: application aux volcans basaltiques et aux failles actives: Université de Savoie.
- Lin, Y. N., A. Sladen, F. Ortega-Culaciati, M. Simons, J.-P. Avouac, E. J. Fielding, B. A. Brooks, M. Bevis, J. Genrich, A. Rietbrock, C. Vigny, R. Smalley, and A. Socquet (2013), Coseismic and postseismic slip associated with the 2010 Maule Earthquake, Chile: Characterizing the Arauco Peninsula barrier effect, *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 118(6), 3142–3159, doi: 10.1002/jgrb.50207.
- Lockner, D., and J. D. Byerlee (1986), Laboratory measurements of velocity-dependent frictional strength, U.S. Geological survey open-file report 86 - 417., 26.
- Logan, J. M., and K. A. Rauenzahn (1987), Frictional dependence of gouge mixtures of quartz and montmorillonite on velocity, composition and fabric, *Tectonophysics*, 144, 87–108.
- Lorito, S., F. Romano, S. Atzori, X. Tong, A. Avallone, J. McCloskey, M. Cocco, E. Boschi, and A. Piatanesi (2011), Limited overlap between the seismic gap and coseismic slip of the great 2010 Chile earthquake, *Nature Geoscience*, 4(3), 173–177, doi: 10.1038/ngeo1073.
- Lupini, J. F., A. E. Skinner, and P. R. Vaughan (1981), The drained residual strength of cohesive soils, *Geotechnique*, 31, 181–213.

- Mair, K., and C. Marone (1999), Friction of simulated fault gouge for a wide range of velocities and normal stresses, *Journal of Geophysical Research*, 104(B12), 28899–28914.
- Mair, K. (2002), Influence of confining pressure on the mechanical and structural evolution of laboratory deformation bands, *Geophysical Research Letters*, 29(10), doi: 10.1029/2001GL013964.
- Mamy, J., and J. P. Gaultier (1979), Etude comparée de l'évolution des montmorillonites biioniques K-Ca de Camp-Berteaux et du Wyoming sous l'effet des cycles d'humectation et de dessiccation, *Clay minerals*, 14.
- Marone, C., and C. H. Scholz (1988), The depth of seismic faulting and the upper transition from stable to unstable slip regimes, *Geophysical Research Letters*, 15(6), 621–624.
- Marone, C. (1998a), Laboratory-derived friction laws and their application to seismic faulting, *Annual Review of Earth and Planetary Sciences*, 26, 643–696.
- Marone, C. (1998b), The effect of loading rate on static friction and the rate of fault healing during the earthquake cycle, *Nature*, 391(6662), 69–72.
- Marone, C., C. B. Raleigh, and C. H. Scholz (1990), Frictional behavior and constitutive modeling of simulated fault gouge, *Journal of Geophysical Research*, 95(B5), 7007–7025.
- Méring, J. (1946), On the hydration of montmorillonite, *Transactions of the Faraday Society*, 42B, 205–219.
- Meunier, A. (2005), *Clays*: Springer, Berlin; New York.
- Mitchell, J. K. (1993), *Fundamentals of soil behavior*, 2nd edition: New York.
- Mooney, R. W., A. G. Keenan, and L. A. Wood (1952), Adsorption of water vapor by montmorillonite, I. Heat of desorption and application of B.E.T. theory, *Journal of American Chemical Society*, 74, 1371–1374.
- Moore, G. F., J.-O. Park, N. L. Bangs, S. P. Gulick, H. J. Tobin, Y. Nakamura, S. Sato, T. Tsuji, T. Yoro, H. Tanaka, S. Uraki, Y. Kido, Y. Sanada, S. Kuramoto, et al. (2009), Structural and seismic stratigraphic framework of the NanTroSEIZE Stage 1 transect. In Kinoshita, M., Tobin, H., Ashi, J., Kimura, G., Lallemant, S., Scretton, E.J., Curewitz, D., Masago, H., Moe, K.T., and the Expedition 314/315/316 Scientists, *Proc. IODP, 314/315/316: Washington, DC (Integrated Ocean Drilling Program Management International, Inc.):*.
- Moore, J. C., and D. Saffer (2001), Uplip limit of the seismogenic zone beneath the accretionary prism of southwest Japan: An effect of diagenetic to low-grade metamorphic processes and increasing effective stress, *Geology*, 29(2), 183–186.
- Moore, G. F., T. H. Shipley, P. L. Stoffa, D. E. Karig, A. Taira, S. Kuramoto, H. Tokuyama, and K. Suyehiro (1990), Structure of the Nankai Trough Accretionary Zone from multichannel seismic reflection data, *Journal of Geophysical Research*, 95(B6), 8735–8765.

- Moore, D. E., R. Summers, and J. D. Byerlee (1989), Sliding behavior and deformation textures of heated illite gouge, *Journal of Structural Geology*, 11(3), 329–342.
- Moore, J. C., and P. Vrolijk (1992), Fluids in accretionary prisms, *Reviews of Geophysics*, 30, 113–135.
- Moreno, M., D. Melnick, M. Rosenau, J. Baez, J. Klotz, O. Oncken, A. Tassara, J. Chen, K. Bataille, M. Bevis, A. Socquet, J. Bolte, C. Vigny, B. Brooks, et al. (2012), Toward understanding tectonic control on the Mw 8.8 2010 Maule Chile earthquake, *Earth and Planetary Science Letters*, 321–322, 152–165, doi: 10.1016/j.epsl.2012.01.006.
- Moreno, M., C. Haberland, O. Oncken, A. Rietbrock, S. Angiboust, and O. Heidbach (2014), Locking of the Chile subduction zone controlled by fluid pressure before the 2010 earthquake, *Nat. Geosci.*, 7(4), 292–296, doi:10.1038/ngeo2102.
- Morrow, C., D. E. Moore, and D. A. Lockner (2000), The effect of mineral bond strength and absorbed water on fault gouge frictional strength, *Geophysical Research Letters*, 27(6), 815–818.
- Morrow, C., B. Radney, and J. D. Byerlee (1992), Frictional strength and effective pressure law of montmorillonite and illite clays, in *Fault mechanics and transport properties of rocks*, B. Evans, San Diego, CA, 69–88.
- Morrow, C., L. Q. Shi, and J. D. Byerlee (1982), Strain hardening and strength of clay-rich fault gouges, *Journal of Geophysical Research*, 87(B8), 6771–6780.
- Nagelschmidt, G. (1936), On the lattice shrinkage and structure of montmorillonite, *Zeitschrift für Kristallographie*, 93, 481–487.
- Norrish, K. (1954), The swelling of montmorillonite, *Discussions of the Faraday Society*, 18, 120–134.
- Norrish, K., and J. P. Quirk (1954), Crystalline swelling of montmorillonite, *Nature*, 173, 255–256.
- Obara, K., and Y. Ito (2005), Very low frequency earthquakes excited by the 2004 off the Kii peninsula earthquakes- A dynamic deformation process in the large accretionary prism, *Earth, Planets, and Space*, 57(4), 321–326.
- Oleskevich, D. A., R. D. Hyndman, and K. Wang (1999), The updip and downdip limits to great subduction earthquakes: thermal and structural models of Cascadia, south Alaska, SW Japan, and Chile, *Journal of Geophysical Research*, 104(B7), 14965–14991.
- Ougier-Simonin, A., Y. Guéguen, J. Fortin, A. Schubnel, and F. Bouyer (2011), Permeability and elastic properties of cracked glass under pressure, *J. Geophys. Res.*, 116(B7), doi:10.1029/2010JB008077.
- Ozawa, S., T. Nishimura, H. Suito, T. Kobayashi, M. Tobita, and T. Imakiire (2011), Coseismic and postseismic slip of the 2011 magnitude-9 Tohoku-Oki earthquake, *Nature*, 475(7356), 373–376, doi: 10.1038/nature10227.

- Park, J.-O., T. Tsuru, S. Kodaira, P. R. Cummins, and Y. Kaneda (2002), Splay fault branching along the Nankai Subduction Zone, *Science*, 297, 1157–1160.
- Paterson, M. S. (1990), Rock deformation experimentation, in *The brittle-ductile transition in rocks* (eds. A.G. Duba, W.B. Durham, W. Handin and K.F. Wang), American Geophysical Union, Washington, D.C., 187–194.
- Le Pichon, X., P. Henry, and S. Lallemant (1990), Water flow in the Barbados Accretionary Complex, *Journal of Geophysical Research*, 95(B6), 8945–8967.
- Pickering, K. T., M. B. Underwood, S. Saito, H. Naruse, S. Kutterolf, R. Scudder, J.-O. Park, G. F. Moore, and A. Slagle (2013), Depositional architecture, provenance, and tectonic/eustatic modulation of Miocene submarine fans in the Shikoku Basin: Results from Nankai Trough Seismogenic Zone Experiment, *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 14(6), 1722–1739, doi: 10.1002/ggge.20107.
- Popov, V. L., B. Grzempa, J. Starcevic, and M. Popov (2012), Rate and state dependent friction laws and the prediction of earthquakes: What can we learn from laboratory models?, *Tectonophysics*, 532-535, 291–300, doi: 10.1016/j.tecto.2012.02.020.
- Posner, A. M., and J. P. Quirk (1964), Changes in basal spacing of montmorillonite in electrolyte solutions, *Journal of Colloid Science*, 19, 798–812.
- Rabinowicz, E. (1965), *Friction and Wear of Materials*: New York.
- Raimbourg, H., Y. Hamano, S. Saito, M. Kinoshita, and A. Kopf (2011), Acoustic and mechanical properties of Nankai accretionary prism core samples, *Geochem. Geophys. Geosystems*, 12(4), n/a–n/a, doi:10.1029/2010GC003169.
- Raymer, L. L., E. R. Hunt, and J. S. Gardner (1980), An improved sonic transit time-to-porosity transform, *Trans SPWLA 21st Annu Log Symp*, 1–13.
- Rettke, R. C. (1981), Probable burial diagenetic and provenance effects on Dakota Group clay mineralogy, Denver Basin, *Journal of Sedimentary Research*, 51(2), 541–551.
- Reynolds, R. C., and J. Hower (1970), The nature of interlayering in mixed-layer illite-montmorillonites, *Clays and Clay Minerals*, (18), 25–36.
- Rice, J. R. (1975), On the stability of dilatant hardening for saturated rock masses, *Journal of Geophysical Research*, 80(11), 1531–1536.
- Rice, J. R., and A. Ruina (1983), Stability of dry frictional slipping, *Journal of applied mechanics*, 50, 343–349.
- Roberson, H. E., and R. W. Lahann (1981), Smectite to illite conversion rates: effects of solution chemistry, *Clays and Clay Minerals*, 29, 129–135.
- Robert, M., and D. Tessier (1974), Méthode de préparation des argiles des sols pour des études minéralogiques, *Annales Agronomiques*, 25(6), 859–882.
- Rosenberg, P. E. (2002), The nature, formation and stability of end-member illite: A hypothesis, *American Mineralogist*, 87, 103–107.

- Rowland, R. A., E. J. Weiss, and W. F. Bradley (1956), Dehydration of monoionic montmorillonites: in *Clays and Clay Minerals*, Proc. 4th Natl. Conf. University Park, Pennsylvania 1955, A. Swineford, ed., Natl. Acad. Sci. Natls. Res. Counc. Publication 465, Washington, D.C., , 85–95.
- Rudnicki, J. W., and C.-H. Chen (1988), Stabilization of rapid frictional slip on a weakening fault by dilatant hardening, *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* (1978–2012), 93(B5), 4745–4757.
- Ruina, A. (1983), Slip instability and state variable friction laws, *Journal of Geophysical Research*, 88(B12), 10359–10370.
- Saffer, D., K. M. Frye, C. Marone, and K. Mair (2001), Laboratory results indicating complex and potentially unstable frictional behavior of smectite clay, *Geophysical Research Letters*, 28(12), 2297–2300.
- Saffer, D. M., and C. Marone (2003a), Comparison of smectite- and illite-rich gouge frictional properties: application to the updip limit of the seismogenic zone along subduction
- Saffer, D. M., and B. A. Bekins (2006), An evaluation of factors influencing pore pressure in accretionary complexes: Implications for taper angle and wedge mechanics, *J. Geophys. Res.*, 111(B4), doi:10.1029/2005JB003990.
- Saffer, D., L. McNeill, T. Byrne, E. Araki, S. Toczko, N. Eguchi, K. Takahashi, and Expedition 319 Scientists (Eds.) (2010), *Proceedings of the IODP, 319. Site C0011*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Saito, S., M. B. Underwood, Y. Kubo, and Expedition 322 Scientists (Eds.) (2010a), *Proceedings of the IODP, 322. Site C0011*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Saito, S., M. B. Underwood, Y. Kubo, and Expedition 322 Scientists (Eds.) (2010b), *Proceedings of the IODP, 322. Site C0012*, Integrated Ocean Drilling Program.
- Sato, T., T. Watanabe, and R. Otsuka (1992), Effects of layer charge, charge location, and energy change on expansion properties of dioctahedral smectites, *Clays and Clay Minerals*, 40(1), 103–113.
- Scholz, C. H. (1998), Earthquakes and friction laws, *Nature*, 391(6662), 37–42.
- Scholz, C. H. (2002), *The mechanics of earthquakes and faulting*: Cambridge University Press.
- Scholz, C. H., P. Molnar, and T. Johnson (1972), Detailed studies of frictional sliding of granite and implications from the earthquakes mechanism, *Journal of Geophysical Research*, 77(32), 6392–6406.
- Segall, P., and J. R. Rice (1995), Dilatancy, compaction, and slip instability of a fluid-infiltrated fault, *Journal of Geophysical Research*, 100(B11), 22155–22171.
- Shimamoto, T., and J. M. Logan (1981), Effects of simulated clay gouges on the sliding behavior of Tennessee sandstone, *Tectonophysics*, 75(3), 243–255.

- Shimamoto, T., T. Seno, and S. Uyeda (1993), A simple rheological framework for comparative subductology, in Akai, K., Dmowska (Eds.), *Relating geophysical structures and process: The Jeffreys Volume: Geophys. Monogr. Ser. 76*, Am. Geophys. Union, Washington, DC., 39–52.
- Spinelli, G. A., P. S. Mozley, H. J. Tobin, M. B. Underwood, N. W. Hoffman, and G. M. Bellew (2007), Diagenesis, sediment strength, and pore collapse in sediment approaching the Nankai Trough subduction zone, *Geological Society of America Bulletin*, 119(3-4), 377–390.
- Stesky, R. M., W. F. Brace, D. K. Riley, and P.-Y. Robin (1974), Friction in faulted rock at high temperature and pressure, *Tectonophysics*, 23(1), 177–203.
- Stone, R. L., and R. A. Rowland (1955), DTA of kaolinite and montmorillonite under water vapor pressures up to six atmospheres: in *Clays and Clay Minerals*, Nat. Acad. Sci. Nat. Res. Council pub., 395, , 103–116.
- Sugioka, H., T. Okamoto, T. Nakamura, Y. Ishihara, A. Ito, K. Obana, M. Kinoshita, K. Nakahigashi, M. Shinohara, and Y. Fukao (2012), Tsunamigenic potential of the shallow subduction plate boundary inferred from slow seismic slip, *Nature Geoscience*, 5, 414–418, doi: 10.1038/NGEO1466.
- Taira, A., I. Hill, J. V. Firth, and et al. (1991), *Proceedings of the IODP, Initial Reports*, 131: College Station, TX (Ocean Drilling Program), 131.
- Tamura, K., H. Yamada, and H. Nakazawa (2000), Stepwise hydration of high-quality synthetic smectite with various cations, *Clays and Clay Minerals*, 48(3), 400–404.
- Thyberg, B., and J. Jahren (2011), Quartz cementation in mudstones: sheet-like quartz cement from clay mineral reactions during burial, *Petroleum Geoscience*, 17(1), 53–63, doi: 10.1144/1354-079310-028.
- Tichelaar, B. W., and L. J. Ruff (1993), Depth of seismic coupling along subduction zones, *Journal of Geophysical Research*, 98(B2), 2017–2037.
- Tong, X., D. Sandwell, K. Luttrell, B. Brooks, M. Bevis, M. Shimada, J. Foster, R. Smalley, H. Parra, J. C. Báez Soto, M. Blanco, E. Kendrick, J. Genrich, and D. J. Caccamise (2010), The 2010 Maule, Chile earthquake: Dondip rupture limit revealed by space geodesy: Dondip rupture limit revealed by space geodesy, *Geophysical Research Letters*, 37(24), n/a–n/a, doi: 10.1029/2010GL045805.
- Ujiie, K., H. Tanaka, T. Saito, A. Tsutsumi, J. J. Mori, J. Kameda, E. E. Brodsky, F. M. Chester, N. Eguchi, S. Toczko, and Expedition 343 and 343T Scientists (2013), Low Coseismic Shear Stress on the Tohoku-Oki Megathrust Determined from Laboratory Experiments, *Science*, 342(6163), 1211–1214, doi: 10.1126/science.1243485.
- Underwood, M. B., N. Basu, J. Steurer, and K. Udas (2003), 5. Data report: Normalization factors for semiquantitative X-Ray diffraction analysis, with application to DSDP site 297, Shikoku Basin, *Proceedings of the Ocean Drilling Program, Scientific Results*, 190/196, 28.

- Underwood, Saito, Kubo, and Expedition 322 Scientists (2010), Proceedings of the IODP, 322 (S. Saito, M. B. Underwood, Y. Kubo, & Expedition 322 Scientists, Eds.):.
- Van Olphen, H., and J. J. Fripiat (1979), Data handbook for clay materials and other non-metallic minerals: Oxford, England.
- Velde, B., and G. Vasseur (1992), Estimation of the diagenetic smectite to illite transformation in time-temperature space, *American Mineralogist*, 77, 967–976.
- Vigny, C., A. Socquet, S. Peyrat, J.-C. Ruegg, M. Métois, R. Madariaga, S. Morvan, M. Lancieri, R. Lacassin, J. Campos, D. Carrizo, M. Bejar-Pizarro, S. Barrientos, R. Armijo, et al. (2011), The 2010 Mw 8.8 Maule Megathrust Earthquake of Central Chile, Monitored by GPS, *Science*, 332(6036), 1417–1421.
- Vrolijk, P. (1990), On the mechanical role of smectite in subduction zones, *Geology*, 18(8), 703–707.
- Vrolijk, P., and B. A. van der Pluijm (1999), Clay gouge, *Journal of Structural Geology*, 21(8), 1039–1048.
- Walter, J. I., S. Y. Schwartz, M. Protti, and V. Gonzalez (2013), The synchronous occurrence of shallow tremor and very low frequency earthquakes offshore of the Nicoya Peninsula, Costa Rica, *Geophysical Research Letters*, 40(8), 1517–1522, doi: 10.1002/grl.50213.
- Wang, C.-Y., N.-H. Mao, and F. T. Wu (1980), Mechanical properties of clays at high pressure, *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* (1978–2012), 85(B3), 1462–1468.
- Watanabe, T., and T. Sato (1988), Expansion characteristics of montmorillonite and saponite under various relative humidity conditions, *Clay Science*, 7, 129–138.
- Whitney, G. (1990), Role of water in the smectite-to-illite reaction, *Clays and Clay Minerals*, 38, 343–350.
- Whitney, G., and H. R. Northrop (1988), Experimental investigation of the smectite to illite reaction: Dual reaction mechanisms and oxygen-isotope systematics, *American Mineralogist*, 73, 77–90.
- Wibberley, C. A. J., and T. Shimamoto (2005), Earthquake slip weakening and asperities explained by thermal pressurization, *Nature*, 436(7051), 689–692, doi: 10.1038/nature03901.
- Wu, T. C., W. A. Basset, W. L. Huang, S. Guggenheim, and A. F. Koster Van Groos (1997), Montmorillonite under high H₂O pressures: Stability of hydrate phases, rehydration hysteresis, and the effect of interlayer cations, *American Mineralogist*, 82, 69–78.
- Wyllie, M. R. J., A. R. Gregory, and G. H. F. Gardner (1958), An experimental investigation of factors affecting elastic wave velocities in porous media, *Geophysics*, 23:400.
- Yamada, H., H. Nakazawa, and H. Hashizume (1994b), Formation of smectite crystals at high pressures and temperature, *Clays and Clay Minerals*, 42, 674–678.

- Yamaguchi, A., A. Sakaguchi, T. Sakamoto, K. Iijima, J. Kameda, G. Kimura, K. Ujiie, F. M. Chester, O. Fabbri, D. Goldsby, and others (2011), Progressive illitization in fault gouge caused by seismic slip propagation along a megasplay fault in the Nankai Trough, *Geology*, 39(11), 995–998.
- Yamamoto, Y. (2003), Deformation history and related change of physical properties in shallow part of accretionary prism [Ph.D. thesis]: University of Tsukuba, Tsukuba, Japan, 153 .
- Yamamoto, Y., and S. Kawakami (2005), Rapid tectonics of the Late Miocene Boso accretionary prism related to the Izu-Bonin arc collision, *Island Arc*, 14, 178 – 198.
- Yamamoto, Y., H. Mukoyoshi, and Y. Ogawa (2005), Structural characteristics of shallowly buried accretionary prism: Rapidly uplifted Neogene accreted sediments on the Miura-Boso Peninsula, central Japan, *Tectonics*, 24(5), doi: 10.1029/2005TC001823.
- Yamamoto, Y. (2006), Systematic variation of shear-induced physical properties and fabrics in the Miura–Boso accretionary prism: The earliest processes during off-scraping, *Earth and Planetary Science Letters*, 244(1-2), 270–284, doi: 10.1016/j.epsl.2006.01.049.

ANNEXES

ANNEXE A – Extraction de la fraction 0-2 μm et préparation des lames orientées

1. Réduction de l'échantillon en poudre

Nos échantillons naturels étant des blocs de roches, la première étape du protocole d'extraction de la fraction inférieure à 2 μm consiste à réduire une partie de ces blocs en poudre. Pour cela, les étapes suivantes ont été suivies :

1. Casser le bloc à l'aide d'un marteau.
2. Concasser les morceaux obtenus à l'étape 1 à l'aide d'une concasseuse mécanique.
3. Broyer finement le mélange préalablement concassé dans une broyeuse à anneaux pendant 1 minute et 15 secondes.
4. Si besoin finir de broyer dans un mortier en agate afin d'obtenir une texture similaire au talc.

2. Préparation de l'échantillon

1. Sécher la poudre dans une étuve à 40°C pendant 24 heures.
2. Prélever environ 30 grammes de poudre et la disposer dans un bécher en verre d'une contenance d'un litre.
3. Ajouter environ 600 mL d'eau distillée (ou eau déminéralisée).
4. Agiter avec une baguette en verre afin de bien disperser la matière.

3. Mise en allonge

1. Mettre le contenu du bécher dans une allonge de 1 L et compléter avec de l'eau déminéralisée jusqu'à atteindre 30 cm.
2. Agiter mécaniquement.
3. Noter l'heure et laisser sédimenter 23h21 à 20°C (selon loi de Stokes).

4. Prélèvement de la fraction 0-2 μm

La fraction 0-2 μm est prélevée dans l'allonge de 1 L sur 30 cm de hauteur après 23h21.

1. A l'aide d'un tuyau en plastique, siphonner la solution sur une hauteur de 30 cm.
2. Siphonner dans un grand bécher (au moins 1 L) situé plus bas.

5. Préparation de la solution et de la lame orientée

1. Après prélèvement de la matière désirée, remplir un petit pot de centrifugation.
2. Centrifuger à 8000 t/min pendant 1 heure.
3. Enlever le surnageant mais laisser un peu d'eau (afin de concentrer la matière pour avoir une concentration $> 10\text{g/L}$ pour pouvoir la diluer après).
4. Mettre un barreau aimanté et agiter pour tout mettre en solution.
5. Prélever 1 mL.
6. Peser la tare de la coupelle et y déposer l'échantillon.
7. Mettre la coupelle à l'étuve à 40°C pendant 24 heures.
8. Peser la coupelle et calculer les volumes de solution et d'eau à prélever (pour atteindre 10g/L).
9. Faire les mélanges (solution avec la concentration connue + eau déminéralisée) correspondants dans des petits récipients.
10. Disposer, nettoyer (à l'éthanol) et identifier les lames.
11. Déposer 1 mL sur les lames (1 lame N + 1 lame EG + 1 lame pour chauffer à 520°C)
12. Laisser sécher toute la nuit.

ANNEXE B – Détermination des temps de traversée des ondes P

Cette annexe regroupe la moyenne des formes d'onde brutes obtenues lors de la mesure de la vitesse des ondes P réalisée au cours de cette thèse. Pour chaque mesure, le temps de traversée des ondes dans les échantillons est calculé à partir du temps d'arrivée de l'onde auquel on retranche le temps nécessaire à l'onde pour traverser le dispositif à nu (**figure B1**). Les temps de traversée (Δt) des ondes dans l'échantillon naturel (GJ02) (**figure B2**) ainsi que dans les échantillons après déformation en presse Paterson (**figures B3 à B6**) sont reportés.

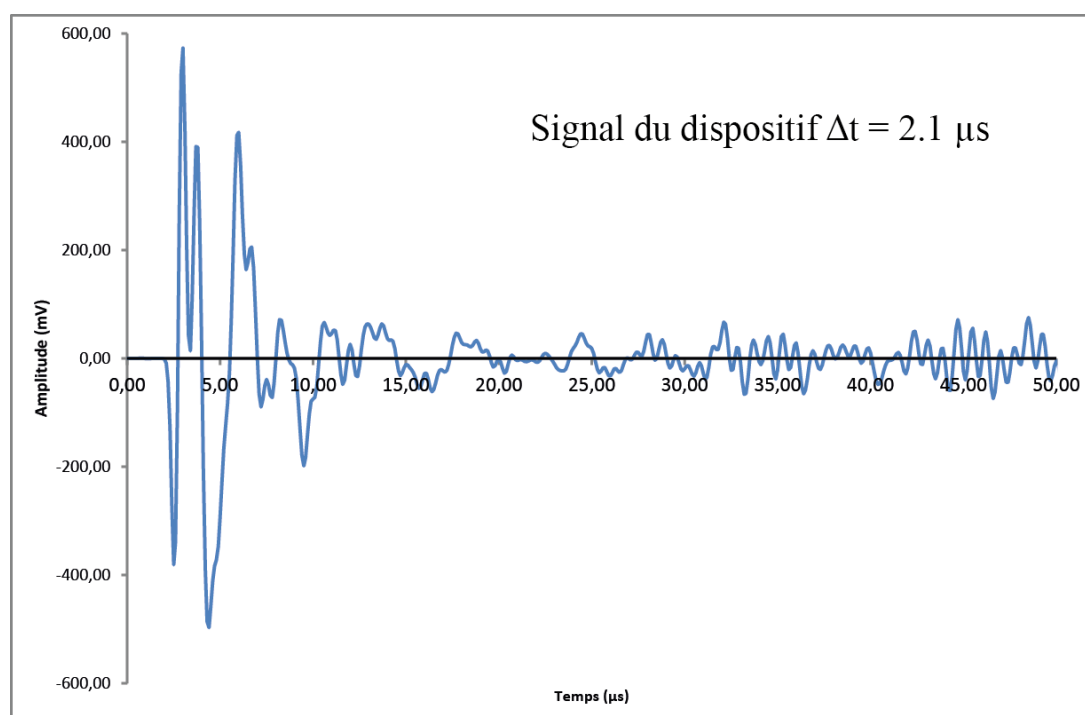


Figure B1 : Détermination du temps de traversée de l'onde dans le dispositif seul (sans échantillon). Cette valeur est ensuite retranchée des temps d'arrivée des ondes dans les mesures avec échantillons pour déterminer le temps de traversée des ondes dans les échantillons.

GJ02

longueur de l'échantillon = 9.41 mm

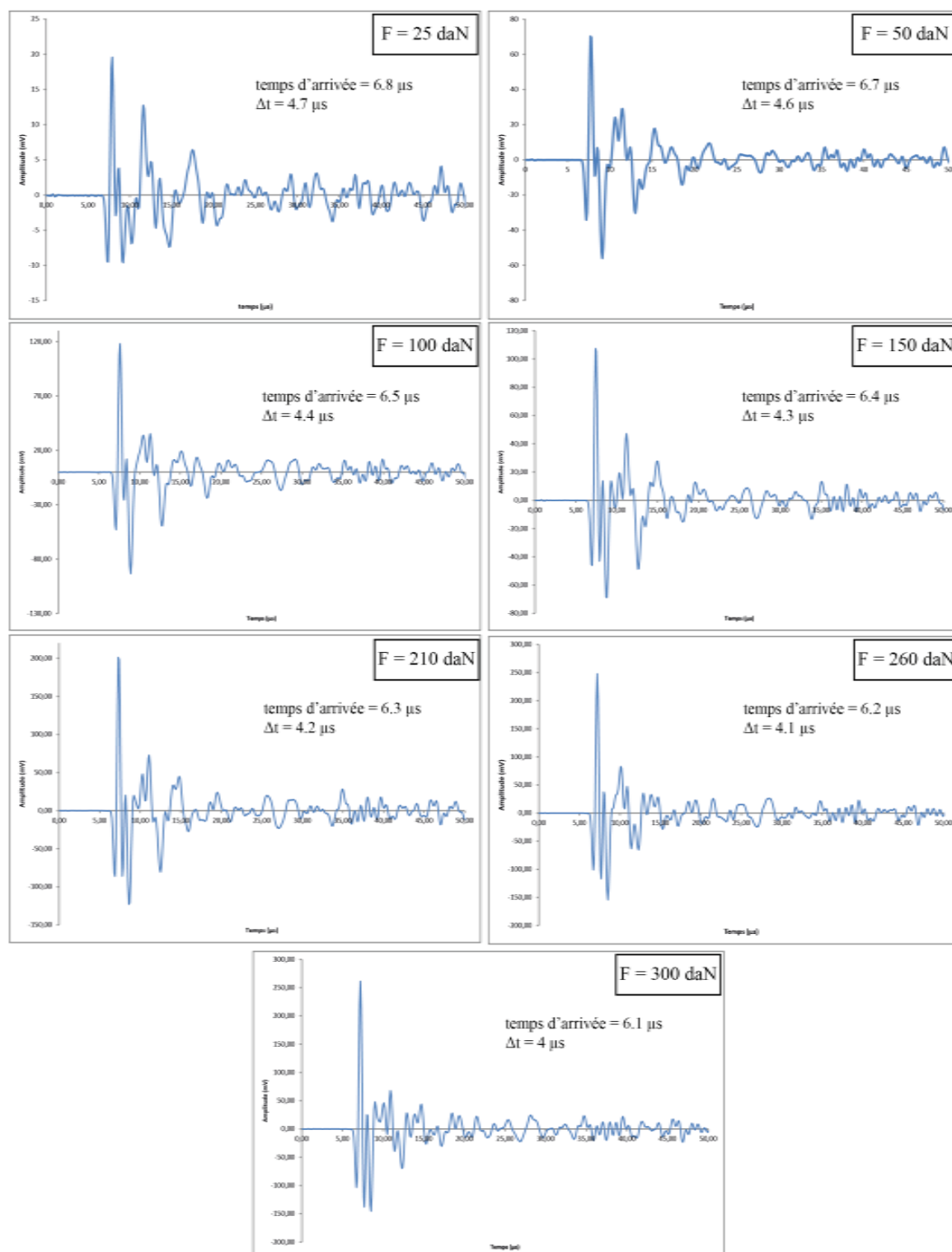


Figure B2: Moyenne des formes d'ondes obtenues lors des mesures de vitesses des ondes P. Ici sont présentés les résultats pour l'échantillon naturel GJ02 pour différentes forces axiales appliquées lors de la mesure. Il est à noter que ces tests sont réalisés en conditions drainée. Le temps d'arrivée de l'onde représente le temps nécessaire à l'onde pour parcourir tout le dispositif, pour avoir le temps de traversée de l'onde dans l'échantillon (Δt) il faut retrancher à ce temps le temps de traversée de l'onde dans le dispositif à nu (i.e. 2.1 µs, valeur déterminée à partir de la figure B1).

PP 314
longueur de l'échantillon = 7.5 mm

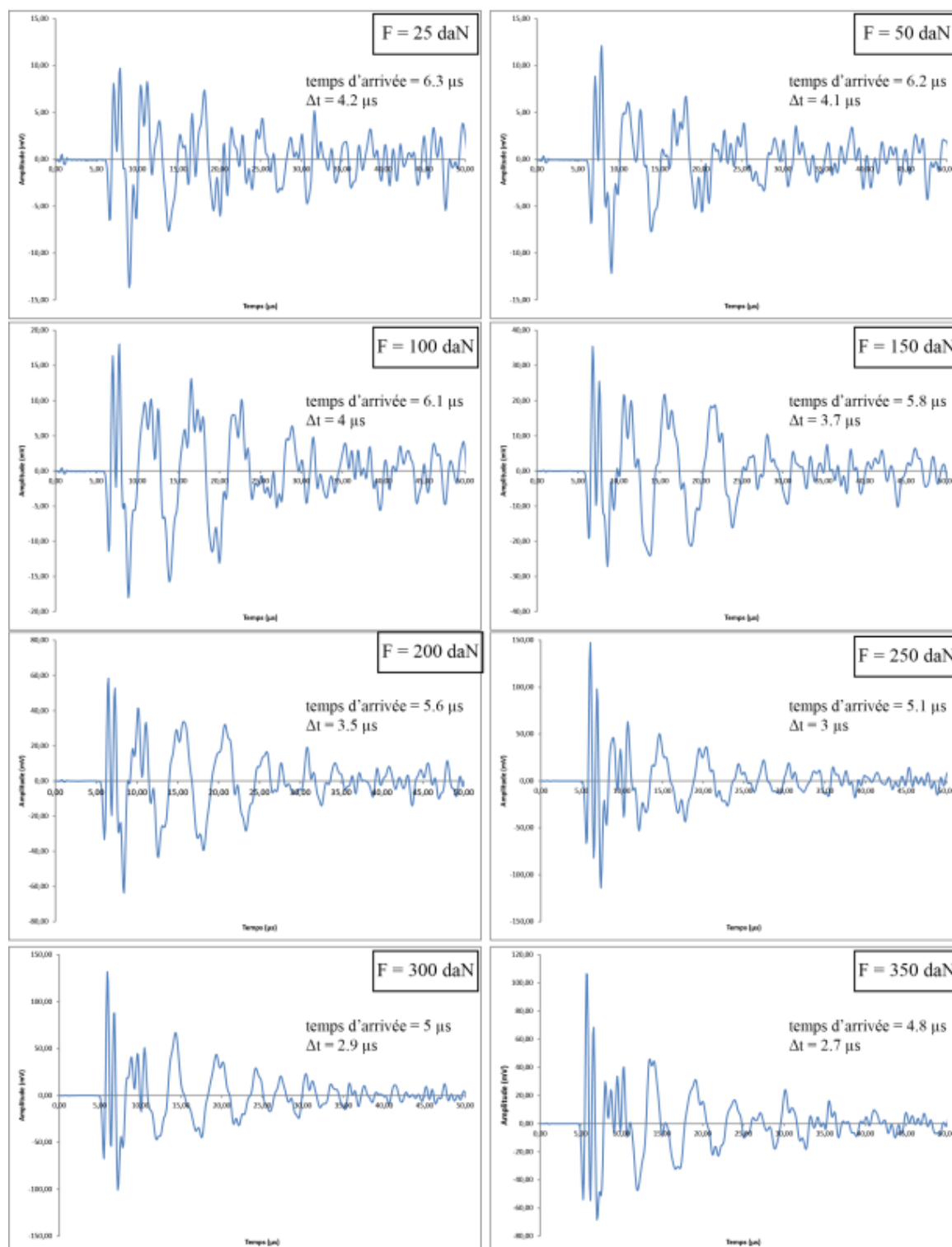


Figure B3 : Moyenne des formes d'onde et détermination du temps de traversée dans l'échantillon GJ02, après avoir été déformé dans l'expérience triaxiale PP 314, pour différentes valeurs de force axiale appliquée.

PP 319
longueur de l'échantillon = 5.65 mm

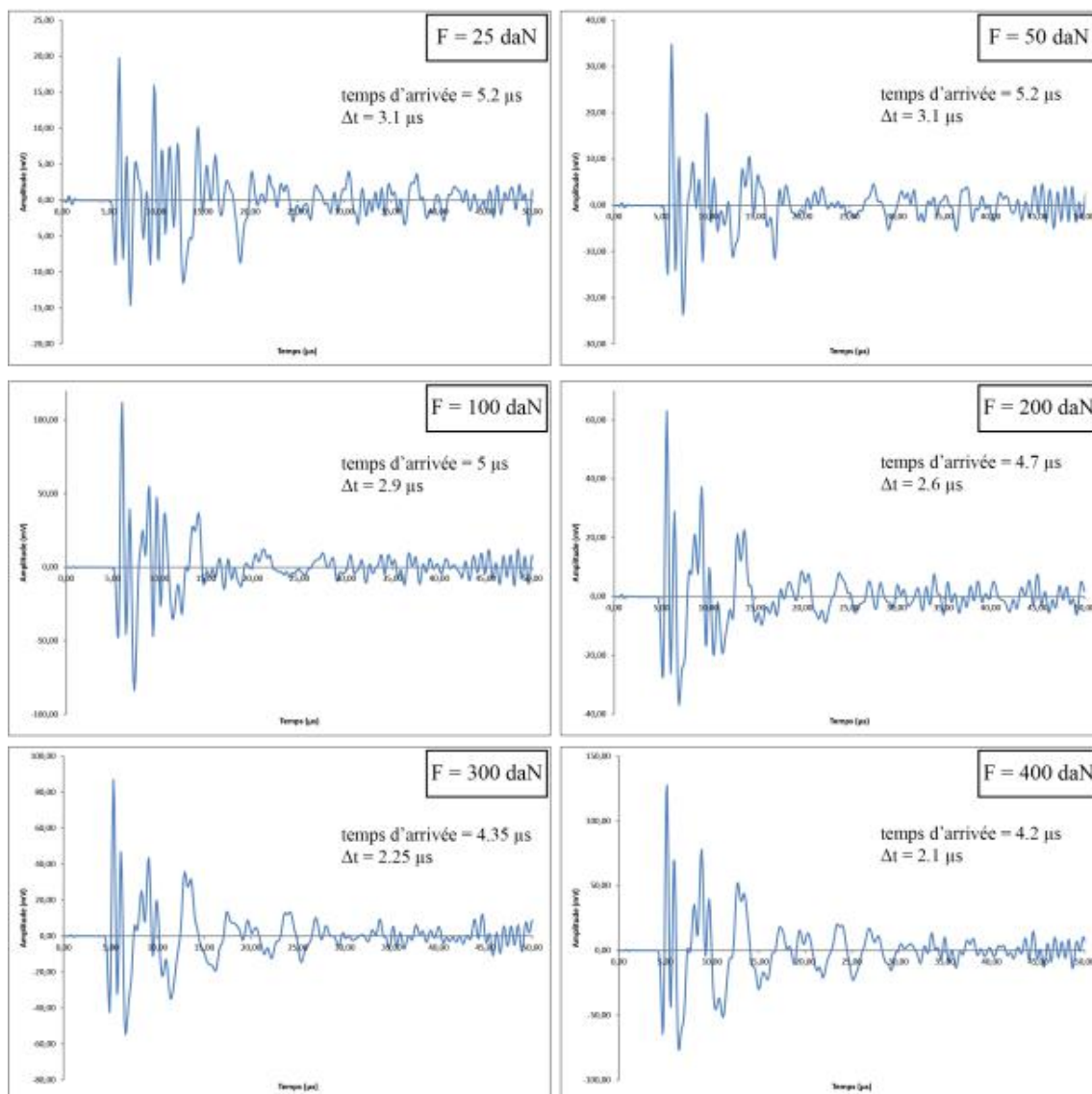


Figure B4: Moyenne des formes d'onde et détermination du temps de traversée dans l'échantillon GJ02, après avoir été déformé dans l'expérience triaxiale PP 319, pour différentes valeurs de force axiale appliquée.

PP 327
longueur de l'échantillon = 7.37 mm

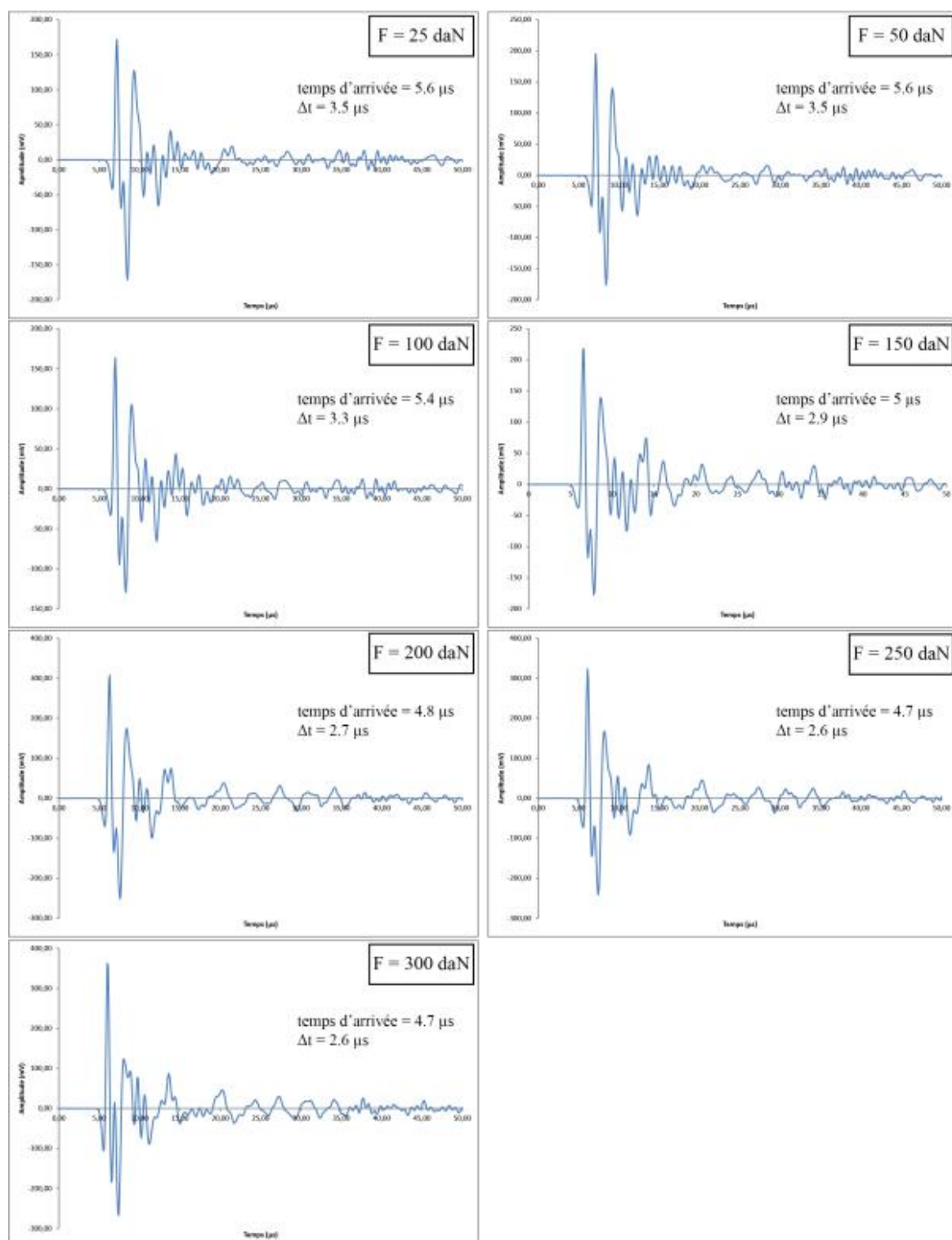


Figure B5: Moyenne des formes d'onde et détermination du temps de traversée dans l'échantillon GJ02, après avoir été déformé dans l'expérience triaxiale PP 327, pour différentes valeurs de force axiale appliquée.

PP 334
longueur de l'échantillon = 6.88 mm

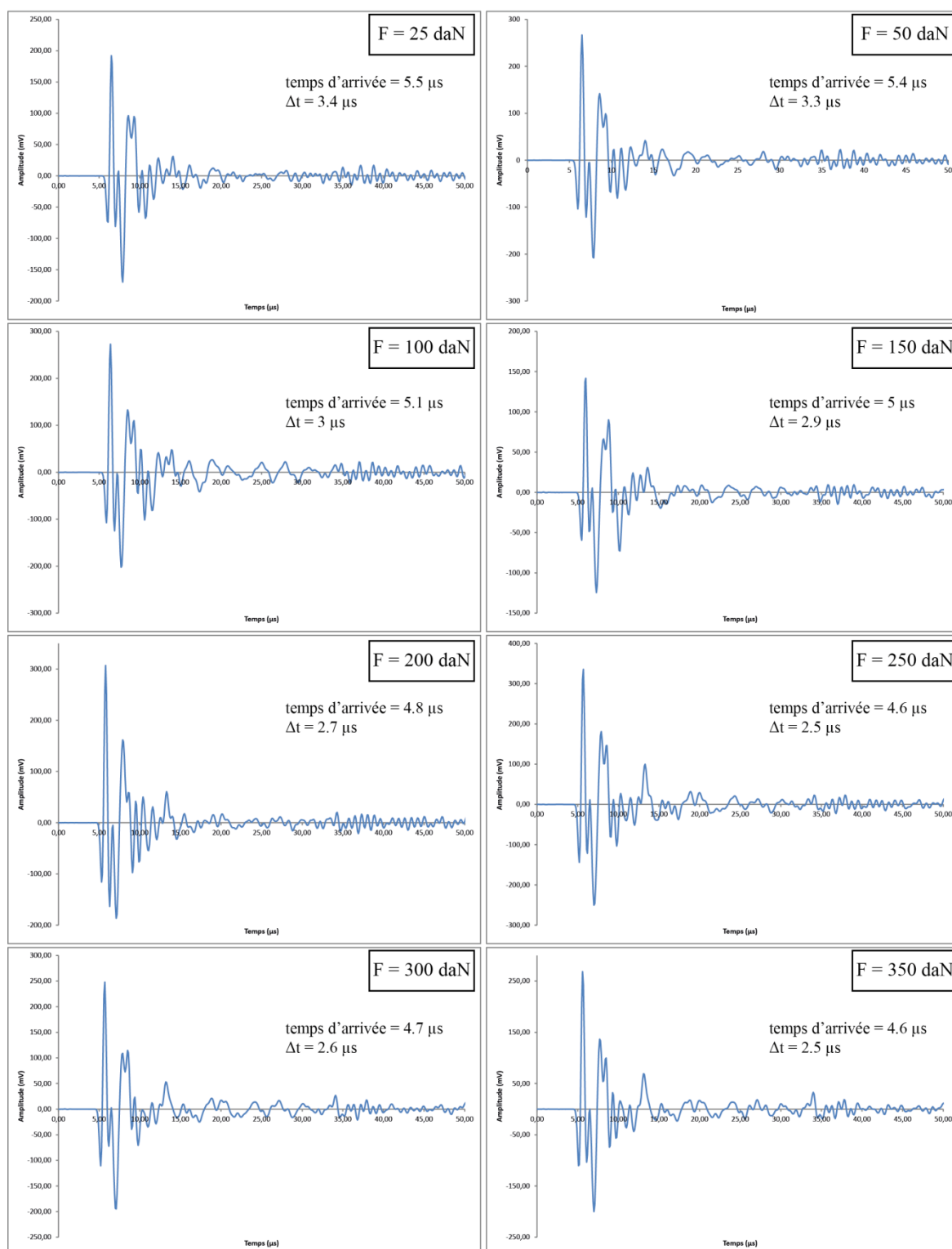


Figure B6: Moyenne des formes d'onde et détermination du temps de traversée dans l'échantillon GJ02, après avoir été déformé dans l'expérience triaxiale PP 334, pour différentes valeurs de force axiale appliquée.

ANNEXE C – Diffractogrammes après expériences de cinétique en autoclave

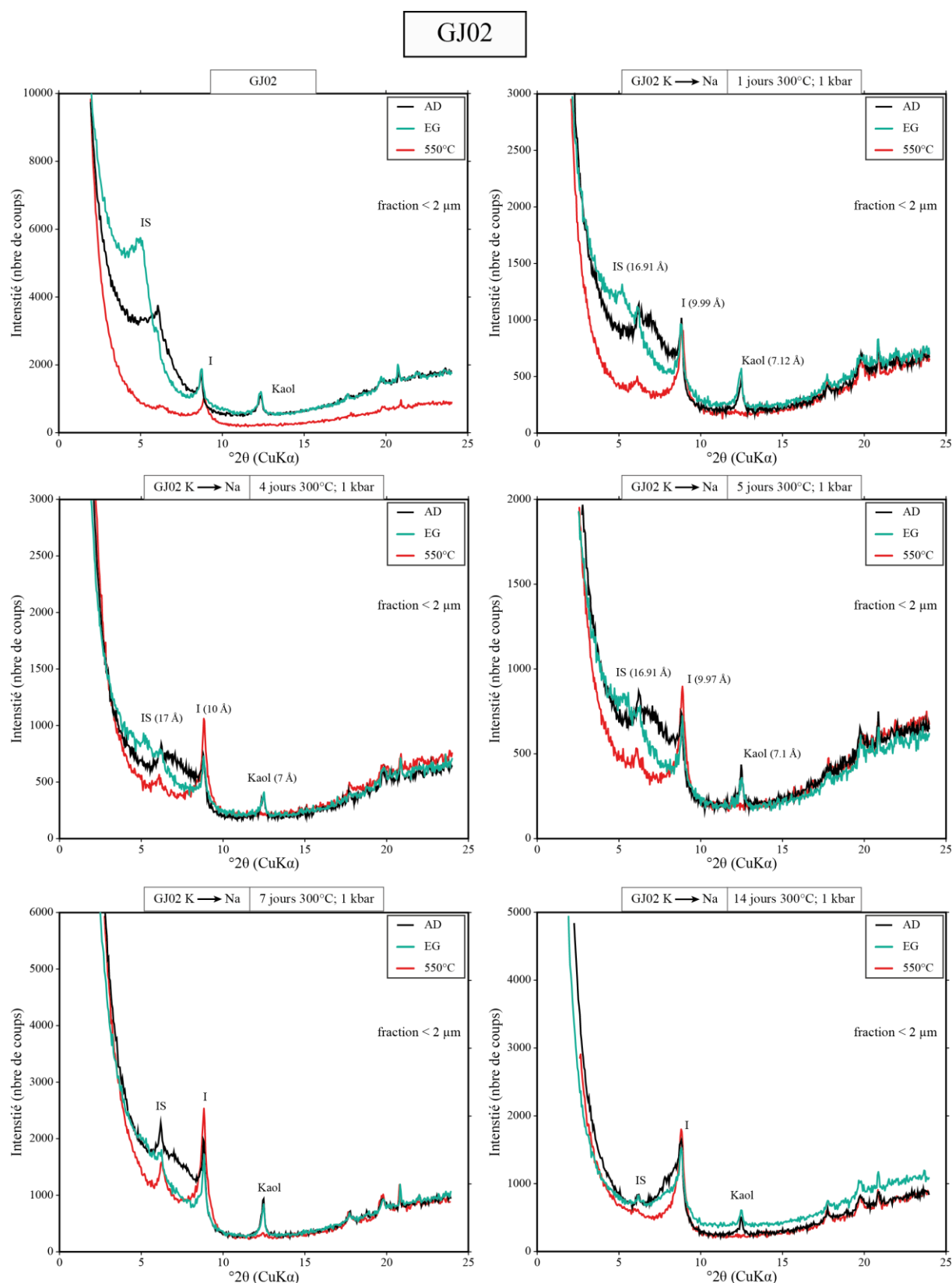


Figure C1 : diffractogrammes sur lames orientées obtenus pour la fraction inférieure à 2 μ m de GJ02 réduit en poudre. Le premier diffractogramme en haut à gauche est celui de GJ02 qui n'a subi aucun traitement (échantillon naturel), tandis que les autres sont réalisés après que la poudre de GJ02 ait été échangée au potassium, puis illitisée en autoclave (dans des capsules en or), sous des conditions de 1 kbar de pression de confinement et 300°C pour la durée indiquée sur chaque diffractogramme, puis rééchangée au sodium afin de refaire gonfler tous les feuillets expansibles. Pour chaque échantillon, trois diffractogrammes sont acquis : un sur lame orientée séchée à l'air (AD), un sur lame orientée saturée à l'éthylène glycol (EG), puis un sur lame orientée chauffée à 550°C.

À partir des diffractogrammes obtenus (**figure C1**) nous avons procédé à la semi-quantification des phases argileuses en présence, en appliquant la méthode d'*Underwood et al.* [2003] décrite en détail dans le *Chapitre III*. Ces résultats de semi-quantification (**figure C2**) nous ont permis d'évaluer la cinétique de la réaction d'illitisation que nous discutons dans le **Chapitre VI**.

Echantillons naturels														
Echantillon	Traitement	Fraction inférieure à 2 µm								Minéraux argileux exclusivement				
		Aire sous le pic				Abondance relative ⁺ (wt%)				Abondance relative (wt%)			Saddle /17Å	% S dans I/S
		Smectite	Illite	Kaol/chlorite	Quartz	Smectite	Illite	Kaol/chlorite	Quartz	Smectite	Illite	Kaol/chlorite		
GJ02	aucun	2210	342	253	75	67	22	4	7	72	23	4	0.87	49-64

Capsules GJ02 échangé au potassium illitisés en autoclave à 1 kbar et 300°C														
Echantillon	Durée expérience (jours)	Fraction inférieure à 2 µm								Minéraux argileux exclusivement				
		Aire sous le pic				Abondance relative ⁺ (wt%)				Abondance relative (wt%)			Saddle /17Å	% S dans I/S
		Smectite	Illite	Kaol/chlorite	Quartz	Smectite	Illite	Kaol/chlorite	Quartz	Smectite	Illite	Kaol/chlorite		
GJ02*	1	34	101	53	59	26	27	15	32	37	40	23		
GJ02*	4	38	119	53	35	24	35	14	27	33	48	19		
GJ02*	5	63	167	100	28	22	41	17	20	28	51	21		
GJ02*	7	83	655	164	36	19	62	8	12	21	70	9		
GJ02*	14	74	896	70.7	0	16	84	0	0	16	84	0		

* Cation interfoliaire rééchangé au Na⁺ avant analyses DRX
⁺ Calculé en appliquant les facteurs de correction d'Underwood et al. [2003] définis comme :

	Minéral influent	Minéral cible			
		Smectite	Illite	Chlorite	Quartz
	Smectite	1.0890E-03	-1.5328E-04	-2.4315E-04	-2.1743E-04
	Illite	4.5487E-04	2.9373E-03	-3.3780E-04	9.7609E-06
	Chlorite	1.9984E-05	2.9901E-04	2.2389E-03	2.3975E-04
	Quartz	6.6121E-03	3.3672E-03	3.5400E-03	1.0007E-02

Figure C2 : Tableaux récapitulatifs des données de semi-quantification des phases argileuses dans l'échantillon GJ02 naturel (tableau du haut) et dans les échantillons de GJ02 expérimentalement illitisés en autoclave (tableau du bas). L'aire sous le pic de chaque minéral, calculé à partir de l'analyse des diffractogrammes sous le logiciel Peakfit, est reportée, ainsi que les résultats de la semi-quantification réalisée à partir des facteurs d'Underwood et al. [2003] aussi reportés.

ANNEXE D – Tableau récapitulatif des expériences triaxiales

Expérience	Echantillon	Type	Traitement avant expérience triaxiale	Dimension (l x d mm)	Φ brute initiale (%)	T(°C)	Pc (MPa)	Pf (MPa)	$\dot{\epsilon}$ (/s)	Cycle décharge -charge (/s)	ϵ axiale finale (%)	Modes de déformation successifs	σ_1 à la rupture (MPa)	Rhéologie
PP 319	GJ02	Carotte	-	33.6 x 14.7	43	20	50	5	10^{-5} , 10^{-4}	5×10^{-4}	40.95	Compaction, cisaillement	-	Durcissant
PP 327*	GJ02	Carotte	-	33.7 x 14.72	43	20	50	5	10^{-5} , 10^{-4}	5×10^{-4}	37	n/a	n/a	Durcissant
PP 314	GJ02	Carotte	-	36.1 x 14.7	43	20	100	5	10^{-5} , 10^{-4}	5×10^{-4}	24	Compaction, cisaillement	-	Durcissant
PP 334	GJ02	Carotte	-	34.4 x 14.8	43	20	150	5	10^{-5} , 10^{-4}	5×10^{-4}	34.6	Compaction, cisaillement, fracturation	317	Durcissant
PP 335	GJ02	Carotte	-	35.3 x 14.8	43	20	150	5	10^{-5} , 10^{-4}	5×10^{-4}	34.25	Compaction, cisaillement, fracturation	332	Durcissant
PP 322	GJ02	Carotte	-	26.4 x 14.7	43	20	200	5	10^{-5} , 10^{-4}	5×10^{-4}	39.07	Compaction, cisaillement, fracturation	440	Durcissant
PP 390	GJ02K	Carotte	-	30.24 x 13.98	43	300	50	20	10^{-5}	10^{-4}	38.77	Compaction, fracturation	214	Durcissant puis stick-slip
PP 369	GJ02K	Carotte	-	30.4 x 14	43	300	100	20	10^{-5}	10^{-4}	34.61	Compaction, fracturation	374	Durcissant puis stick-slip
PP 371	GJ02K	Carotte	-	30.31 x 14	43	300	150	20	10^{-5}	10^{-4}	35.42	Compaction, fracturation	433	Durcissant puis stick-slip
PP 388	GJ02K	Carotte	-	30.2 x 13.98	43	300	200	20	10^{-5}	10^{-4}	40.19	Compaction, fracturation	580	Durcissant puis stick-slip
PP 445	GJ02K	Poudre	Précompaction en oedomètre	23.1 x 14	36	300	50	20	10^{-5}	non	30.10	Compaction, fracturation	173	Durcissant puis stick-slip
PP 429	SWy1K	Poudre	Précompaction en oedomètre	23.84 x 14	27	300	50	20	10^{-5}	non	40.08	Compaction, fracturation	121	Durcissant puis stick-slip
PP 433	SWy1K	Poudre	Précompaction en oedomètre	24.09 x 14	27	300	150	20	10^{-5}	non	28	Compaction, fracturation	212	Durcissant puis stick-slip
PP 404	GJ02K	Carotte	Illitisation en autoclave	20.47 x 9.88	22	20	50	5	10^{-5}	10^{-4}	38.72	Compaction, cisaillement	-	Durcissant
PP 341	GJ02K	Carotte	Illitisation en autoclave	22.46 x 9.9	20	20	150	5	10^{-5}	10^{-4}	31.37	Compaction, cisaillement, (fracturation ?)	n/a	Durcissant

* Carotte prélevée parallèle à la S0 contrairement à toutes les autres carottes prélevées perpendiculairement à S0

Tableau D1 : Tableau récapitulatif des conditions de réalisation des expériences triaxiales. Les valeurs de porosité sur carottes naturelles représentent la moyenne obtenue par la méthode d'immersion et de séchage. Les porosités données pour les carottes expérimentalement illitisées sont également obtenues par la méthode d'immersion et de séchage réalisée sur un morceau prélevé de la carotte à la sortie de l'autoclave. En revanche les porosités estimées pour les poudres précompactées en oedomètre sont calculées sur la base des volumes d'eau et de poudre connus lors du montage et par le suivi du taux de compaction du mélange au cours de la mise en charge.

Processus de déformation et diagenèse dans les zones de subduction : Impact sur les propriétés mécaniques des roches

La partie superficielle des zones de subduction (0-10 km de profondeur) a longtemps été considérée comme asismique. Cependant la découverte de séismes très basses fréquences dans cette zone, ainsi que la propagation très superficielle de la rupture cosismique lors du séisme de Tohoku-Oki (Japon) remettent en question cette hypothèse jusqu'alors largement admise. L'une des raisons pour lesquelles le potentiel sismogénique de cette zone est mal contraint réside dans le fait que les processus qui y règnent sont complexes, mêlant déformation et diagenèse (principalement la transformation des argiles de type transition smectite → illite), et ainsi difficilement reproductibles en laboratoire. Au cours de cette thèse, des expérimentations en presse triaxiale sur échantillons smectitiques (représentatifs des matériaux accrétés dans les prismes d'accrétion) et illitiques ont été réalisées sous différentes conditions de pression de confinement (de 50 à 200 MPa) et de température (20°C et 300°C). Ces expériences ont été menées afin d'identifier les modes de déformation de ces échantillons, et de déterminer les effets couplés de cette déformation et de la diagenèse sur la rhéologie de ces roches et notamment leur potentiel à générer des instabilités de glissement. Dans ces expériences, le style de déformation est à chaque fois similaire, avec, tout d'abord, une localisation progressive de la déformation le long d'une zone de cisaillement, puis formation d'une fracture. Malgré cette constance dans le style de déformation, le comportement rhéologique des échantillons, lui, est drastiquement opposé entre les expériences à 20 et à 300°C, avec un comportement exclusivement durcissant à 20°C (i.e. stable) quel que soit la minéralogie, et un comportement qui évolue systématiquement vers du stick-slip (i.e. instable) à 300°C (pour les échantillons smectitiques). Ces résultats montrent que la réactivité chimique des smectites au cours de la diagenèse (activée dans les expériences à 300°C) conditionne la formation d'instabilités de glissement. Nous proposons que la réactivité chimique des smectites dans les zones de subduction pourrait promouvoir la propagation de la rupture cosismique vers la surface.

Mots clés : Zone de subduction, séisme, stick-slip, processus adoucissant, smectite, illite

Processes of deformation and diagenesis in subduction zones: Impact on the mechanical properties of the rocks

The shallow portion of subduction zones (0-10 km depth) has long been considered as unable to store and release seismic energy. However, the detection of very-low frequency earthquakes in this zone, as well as the propagation of the coseismic rupture to the trench during the Tohoku-Oki earthquake, question this hypothesis. The difficulty to assess the seismogenic potential of this shallow portion lies principally in the complexity of the processes that occur in this zone, combining deformation and diagenesis (especially the smectite-to-illite transition), and hence not easily reproducible in laboratory. In order to analyse the mechanical properties of the shallow portion of subduction zones, triaxial tests have been performed with smectitic and illitic samples, under confining pressure between 50 and 200 MPa and at temperature of 20 and 300°C. The aim of these experiments was to identify the deformation modes of such sedimentary material and to determine the effects of deformation and diagenesis on rheology of these materials and on the rock potential to exhibit instable failure. In the experiments, deformation operates under the same pattern with a progressive localisation from shear band to fracturation. Even if the deformation style does not differ much between experiments, the rheology of the samples tested at 20°C and at 300°C contrasts drastically. Indeed, while the samples (smectitic and illitic) tested at 20°C show exclusively a strengthening behaviour (i.e. stable), the smectitic samples tested at 300°C exhibit a rheology that systematically evolves from strengthening to stick-slip behaviour (i.e. unstable). These results indicate that the chemical reactivity of smectite under diagenetic conditions (diagenesis is activated in the experiments conducted at 300°C) constitutes a weakening mechanism promoting unstable sliding. Finally, we propose that, at the subduction zone scale, the chemical metastability of smectite could promote the propagation of the coseismic rupture to the very shallow portion of accretionary prisms.

Keywords : Subduction zone, earthquakes, stick-slip, weakening process, smectite, illite