

## *Mode d'emploi de la platine THMS 600 et de systèmes informatique et électronique*

- 1- Placer la platine sur le microscope et centrer l'image au plus faible grossissement
- 2- Mettre délicatement l'échantillon dans la platine et passer au fort grossissement
- 3- Fixer la platine sur le microscope après le centrage et la mise au point de l'échantillon
- 4- Connecter la platine au boîtier électronique par un fil double détecteur de température
- 5- Monter la caméra infrarouge sur le microscope
- 6- Activer les logiciels de Microthermométrie : DataStocket server, AcquiMicrothermo et Acquividéo Marlin : contrôler la qualité de l'image par le schter et/ou augmenter le gain pour acquérir plus d'image et d'information

Pour programmer la température il faut :

- 7- Mettre la pause rampe : pause rampe → **OUI**
- 8- Choisir une vitesse de rampe
- 9- Préciser la consigne finale
- 10- Mettre le bouton de boîtier électronique sur REGUL
- 11- Mettre le chauffage sur ON et le bouton froid sur OFF
- 12- Ouvrir la vanne de l'azote
- 13- Enlever la pause rampe : pause rampe → **NON**
- 14- Purger la platine et envoyer une partie de l'azote sur l'échantillon pour chasser la glace
- 15- Une fois la consigne finale est maintenue (**E** s'affiche sur l'écran de boîtier), on réchauffe le système :
- 16- Activer la programmation de température, imposer des consignes ainsi que des vitesses de rampe
- 17- Appuyer sur RUN PROGRAM
- 18- Diminuer la quantité d'azote
- 19- Enregistrer la vidéo en appuyant sur RECORD et choisir un format d'image MPG4, « codec 4 »
- 20- Appuyer de nouveau sur RECORD une fois l'enregistrement fini.
- 21- Récupérer une séquence de vidéo et convertir les formats AVI en format MPEG

*Annexe 4 : mesures microthermométriques sur les inclusions fluides  
synthétiques de H<sub>2</sub>O pure*

## **Echantillon n° 31 – Eau pure**

- Nombre des fragments analysés : 1,
- Nom des fragments analysés : 31,
- Nombre totale des inclusions fluides analysées : 20 (3 inclusions sont présentées ici),
- Echantillon fabriqué dans la bombe n° 2,
- Echantillon fabriqué avec l'échantillon n° 32.

## Fiche de mesure (N°31- 1)

Date : 10/05/07

Inclusion N°31-1      **Coordonnées : Z ( $\mu\text{m}$ ) = 412.5**      **L ( $\mu\text{m}$ ) = 80**      **l ( $\mu\text{m}$ ) = 28**

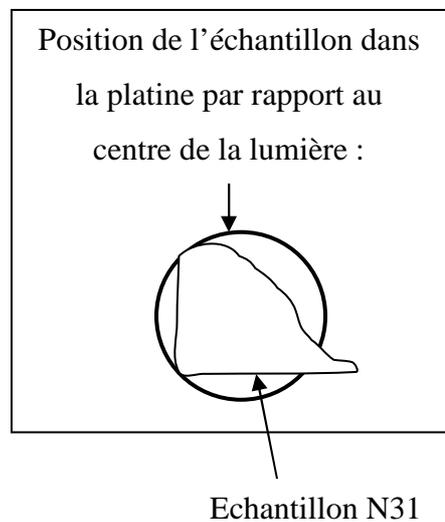
IF analysée seule	IF analysée avec IF N°
x	

### Mesure :

-Température d'homogénéisation ( $T_h$ ) \ chauffage en °C

Consigne finale	130	140	150	160
Vitesse de rampe	30	10	2	10

La date	T <sub>h</sub> mesurée	T <sub>h</sub> corrigée	+/- $\Delta$ T
28/11/06	144.6	140.3	1.3
10/05/07	145.1	140.8	1.3
10/05/07	145.1	140.8	1.3
18/07/07	144.8	140.5	1.3
18/09/07	144.8	140.5	1.3
3/06/08	145.1	140.8	1.3
3/06/08	145.1	140.8	1.3
6/06/08	145.1	140.8	1.3
18/03/09	144.5	140.2	1.3
3/06/09	145.1	140.8	1.3
6/09/09	144.6	140.3	1.3



- Température de nucléation ( $T_n$ ) \ refroidissement en °C

Consigne finale	120	115	105	95
Vitesse de rampe	20	10	2	10

La date	T <sub>n</sub> mesurée	T <sub>n</sub> corrigée	+/-Δ T
<b>28/11/06</b>	110	106.6	1
<b>10/05/07</b>	112.5	109	1
<b>18/07/07</b>	102.5	99.2	0.9
<b>18/09/07</b>	103.3	100	0.9
<b>3/06/08</b>	93.9	90.8	0.9
<b>3/06/08</b>	93.6	90.5	0.9
<b>6/06/08</b>	94.6	91.5	0.9
<b>18/03/09</b>	92.7	89.7	0.9
<b>3/06/09</b>	91.3	87.9	0.8
<b>6/09/09</b>	90.2	86.8	0.8

Mode et description de la nucléation : c'est une nucléation hétérogène.

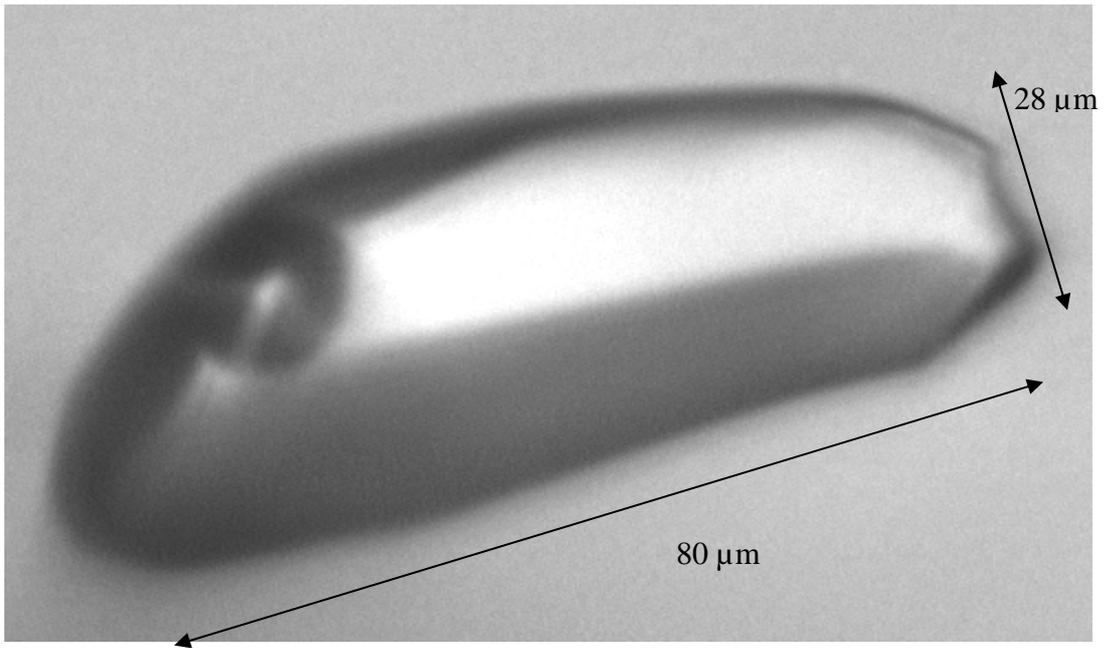
Un nuage s'est installé sur toute la surface de l'inclusion. La structuration des bulles a été assez rapide. La coalescence a été assez longue et donc bien observée.

- Les deux dernières mesures de nucléations ont été faites avec la caméra ultra-rapide (800 image/s) et sur une zone très restreinte de l'inclusion.

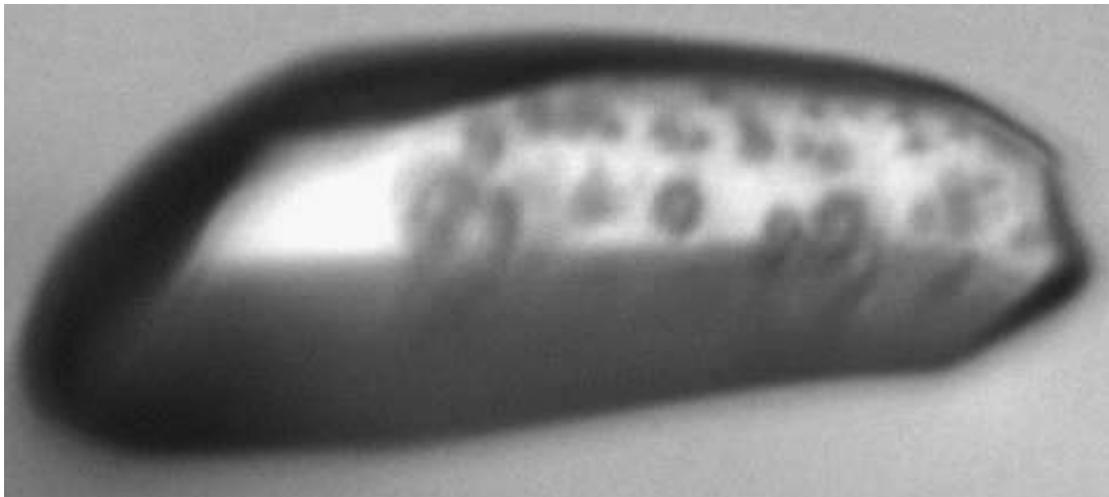
D <sub>h</sub> (kg/m <sup>3</sup> )	P <sub>n</sub> (bar)	T <sub>f</sub> (°C)	Th-Tn(°C)
925.420	-640.920	0	41,6

- Durée de vie

La date	T <sub>durée de vie</sub> (°C)	T <sub>corg</sub>	Durée de vie
15/05/	115 à 5°/min	111.4	+7H



Détail de l'IF1 de l'échantillon 31. G x 50.



Nucléation homogène de l'IF1 de l'échantillon 31. G x 50.

### Fiche de mesure (N°31- 5)

Date : 23/06/07

Inclusion N°31-5 Coordonnée Z ( $\mu\text{m}$ ) = 231 L ( $\mu\text{m}$ ) = 20 l ( $\mu\text{m}$ ) = 19

IF analysée seule	IF analysée avec IF N°
x	

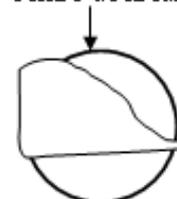
#### Mesure :

- Température d'homogénéisation ( $T_h$ ) \ chauffage en °C

Consigne finale	130	140	150	160
Vitesse de rampe	30	10	2	10

La date	$T_{h\text{mesurée}}$	$T_{h\text{corrigée}}$	+/- $\Delta T$
10/05/07	144.5	140.2	1.3
7/07/07	144.5	140.2	1.3
23/06/08	144.5	140.2	1.3
25/06/08	144.5	140.2	1.3
26/06/08	144.5	140.2	1.3
1/07/08	144.5	140.2	1.3

Position de l'échantillon dans la platine par rapport au centre de la lumière :



L'échantillon

- Température de nucléation ( $T_n$ ) \ refroidissement en °C

Consigne finale	120	115	105	95
Vitesse de rampe	20	10	5	10

La date	$T_{n\text{mesurée}}$	$T_{n\text{corrigée}}$	+/- $\Delta T$
10/05/07	119.5	115.8	1.1
10/05/07	119.5	115.8	1.1
10/05/07	119.5	115.8	1.1
7/07/07	112.2	108.5	1.1
7/08/07	112.5	108.8	1.1
23/06/08	114.6	110.9	1.1
25/06/08	121.1	117.4	1.1
26/06/08	119.8	116.1	1.1
1/07/08	112.0	108.3	1.1

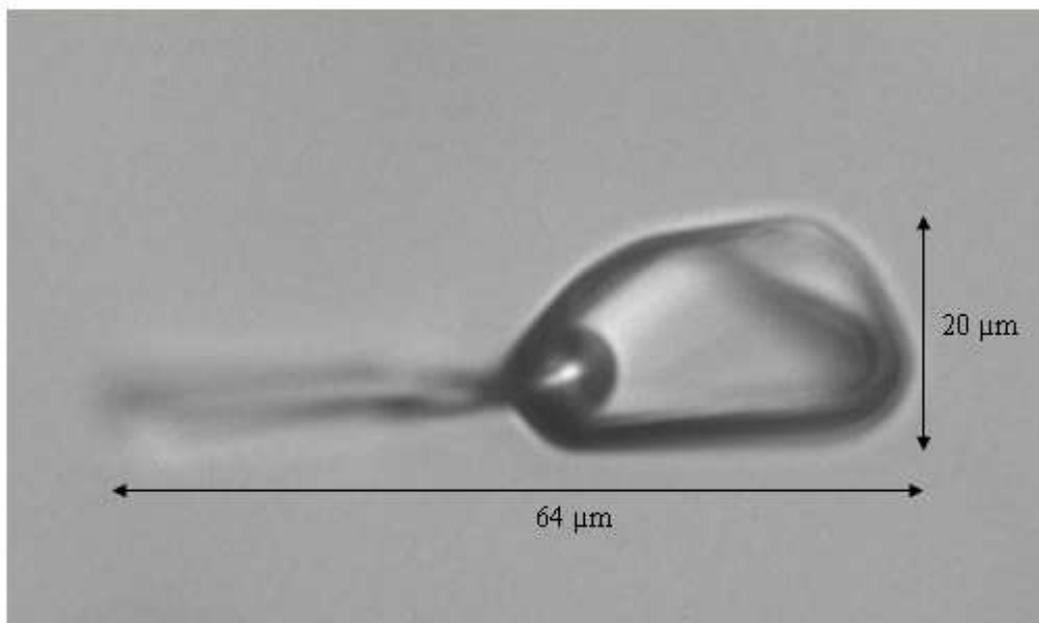
Mode et description de la nucléation : c'est une nucléation homogène.

$D_n(\text{kgm}^3)$	$P_n(\text{bar})$	$T_f(°\text{C})$	$T_h - T_n(°\text{C})$
925.956	-385.843	0	24,4

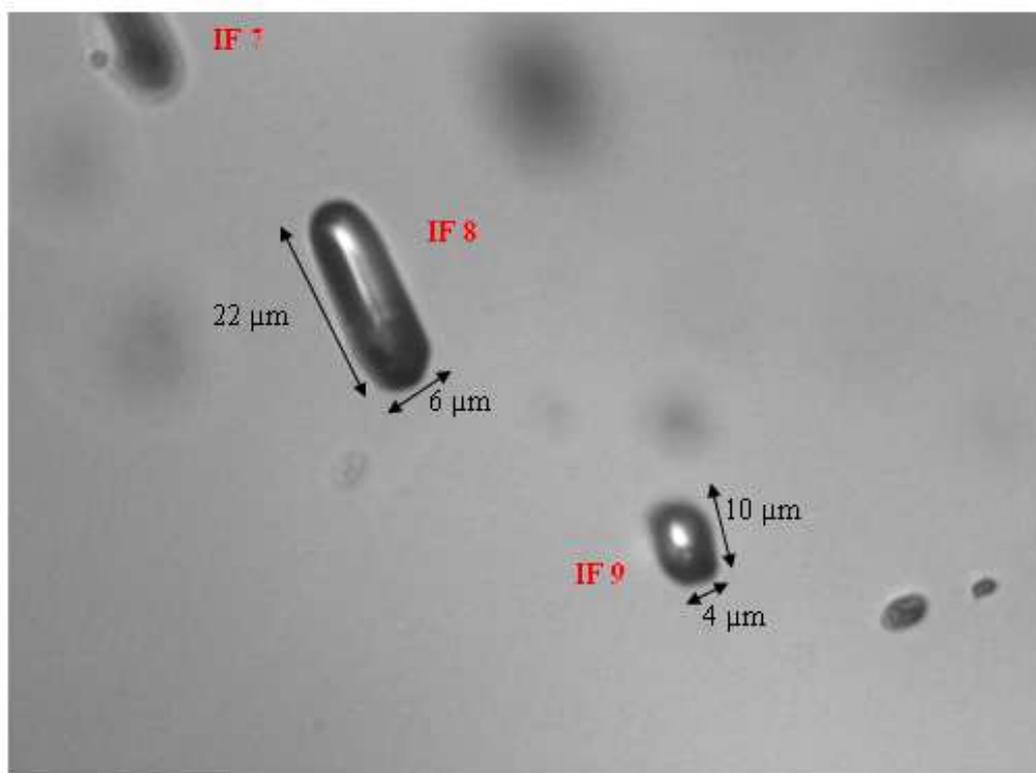
- Durée de vie

La date	$T_{\text{durée de vie}}(°\text{C})$	$T_{\text{corg}}$	Durée de vie
11/05/07	125 à 5°/min	121.2	+7h

Autres commentaires : L'IF 5 est polluée avec la matière organique (MO). Cette MO est bien visible à  $T > T_h$ . On a l'impression que la totalité de fluide à l'intérieur de l'IF est polluée. Cette IF a une forme hexagonale, son rapport L/l est très proche de 1 cela nous permet de la classer parmi les cercles.



Détail de l'IF 7 de l'échantillon 31..G x 50.



Détail de l'IF 8 et 9 de l'échantillon 31..G x 50.

### Fiche de mesure (N°31-7)

Date : 10/05/07

Inclusion N°31-7    Coordonnée Z ( $\mu\text{m}$ ) = 76.5    L ( $\mu\text{m}$ ) = 64    1 ( $\mu\text{m}$ ) = 20

IF analysée seule	IF analysée avec IF N°
x	

**Mesure :**

-Température d'homogénéisation ( $T_h$ ) \ chauffage en °C

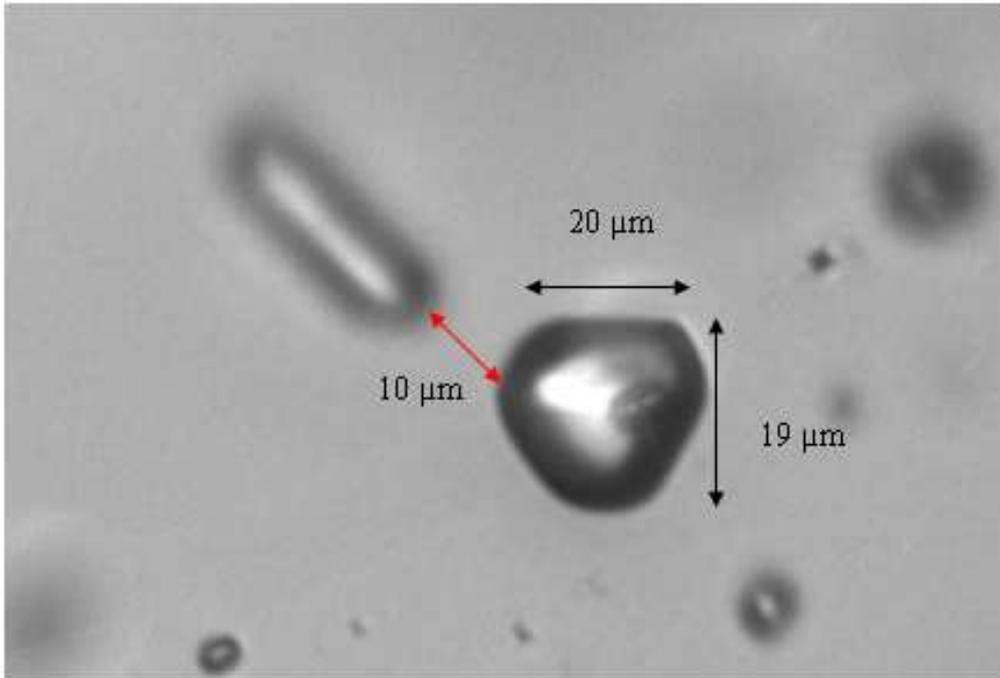
Consigne finale	130	140	150	160
Vitesse de rampe	30	10	2	10

La date	$T_{h\text{mesurée}}$	$T_{h\text{corrigée}}$	+/- $\Delta T$
10/05/07 x 2	148.8	144.4	1.4
3/06/08 x 4	148.6	144.2	1.4
4/06/08	149.5	145.1	1.4
9/06/08 X6	149.5	145.1	1.4
12/06/08 X 2	148.8	144.4	1.4
13/06/08	148.8	144.4	1.4
16/06/08	148.8	144.4	1.4
11/02/09	148.7	144.3	1.4
11/02/09 X 3	148.8	144.4	1.4
12/02/09 X 2	148.7	144.3	1.4
23/02/09	148.8	144.4	1.4
25/02/09 X 7	148.7	144.3	1.4
6/03/09	149.5	145.1	1.4
6/03/09	149.3	144.8	1.4
6/03/09	149.5	145.1	1.4

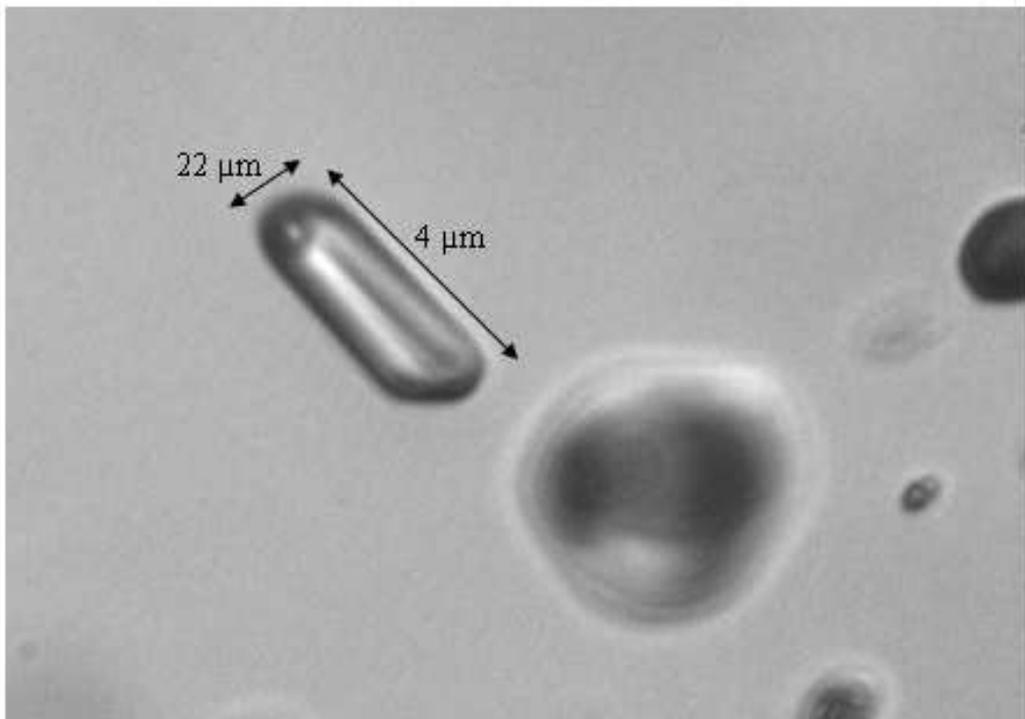


Température de nucléation ( $T_n$ ) \ refroidissement en °C

Consigne finale	105	80	70
Vitesse de rampe	30	2	10



Détail de l'IF5 de l'échantillon 31..G x 50.



Détail de l'IF6 de l'échantillon 31..G x 50.

La date	T <sub>n</sub> mesurée	T <sub>n</sub> corrigée	+/-Δ T
10/05/07	92.8 à 10°C/mn	89.8	0.8
10/05/07	90.9 à 10°C/mn	87.9	0.8
10/05/07	94.4 à 15°C/mn	92.3	0.9
10/05/07	92.9 à 15°C/mn	89.9	0.8
10/05/07	95.0 à 15°C/mn	92.1	0.9
10/05/07	95.0 à 20°C/mn	92.1	0.9
10/05/07	94.8 à 20°C/mn	92.5	0.9
10/05/07	102.2 à 30°C/mn	99.3	1.1
10/05/07	97.3 à 30°C/mn	94.9	1.1
3/06/08 X 4	89.4 à 2°/mn	86.5	0.8
4/06/08	89.4 à 2°/mn	86.5	0.8
9/06/08 X5	89.4 à 2°/mn	86.5	0.8
9/06/08	89.9 à 2°/mn	87.0	0.8
12/06/08	90.4 à 2°/mn	87.5	0.8
12/06/08	90.1 à 2°/mn	87.2	0.8
16/06/08	90.1 à 2°/mn	87.2	0.8
18/06/08	90.1 à 2°/mn	87.2	0.8
11/02/09	89.4	86.5	0.8
11/02/09 X 3	89.4	86.5	0.8
11/02/09	89.5	86.6	0.8
12/02/09 X 2	89.6	86.7	0.8
23/02/09	89.4	86.5	0.8
25/02/09 X 7	89.8	86.9	0.8
6/03/09	90.1	87.2	0.8
6/03/09	90	87.1	0.8
6/03/09	89.7	86.8	0.8

Mode et description de la nucléation : c'est une nucléation homogène. Cette IF est un necking down

**Les deux premières valeurs de T<sub>n</sub> sont obtenues avec le programme de mesure de l'IF6.**

D <sub>n</sub> (kg/m <sup>3</sup> )	P <sub>n</sub> (bar)	Th-T <sub>n</sub> (°C)	Tf(°C)
922.171	-824.962	54,6	0

# **Echantillon n° 37 – Eau pure**

- Nombre des fragments analysés : 3,**
- Nom des fragments analysés : 37a, 37b et 37c,**
- Nombre totale des inclusions fluides analysées : 20,**
- Echantillon fabriqué dans la bombe n°3,**
- Echantillon fabriqué avec l'échantillon n° 38 et 39.**

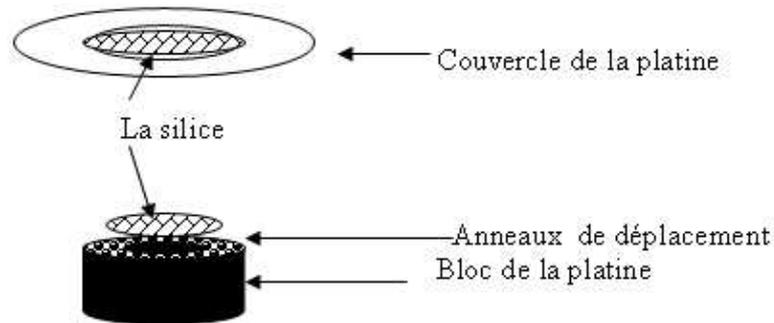
Echantillon N° : 37a

Composition	Température de synthèse	Pression de synthèse	Temps de fabrication	Bombe N°	Nombre d'IF analysée
Eau pure	530°C	7500 bars	9 jours	3	10

Appareillages :

Platine	Contrôleur	PID N°
CNRS	920 Alim.3 Add 02	1

Montage :



Dessin détaillé du montage dans la platine

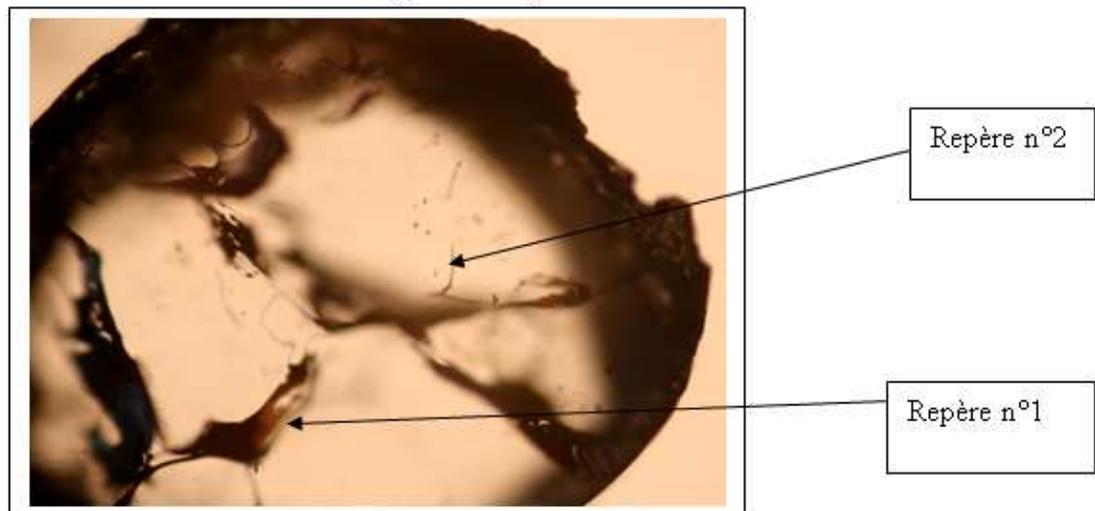


Photo de la face étudiée de l'échantillon N° 37a G x 2.5.

Moyen de reconnaissance de la face : Repère n°1 ressemble à des chaussures, et repère n°2 est un pied de cheval. Pour retrouver la face, il faut avoir ces deux repères dans la même position que dans la photo ci-dessus. Toutes les IF étudiées se trouvent dans la zone de repère n°2 mais à des profondeurs différentes. L'échantillon a une épaisseur moyenne de 660  $\mu\text{m}$ .



Repérage des IF 5 et 6. G x 10.

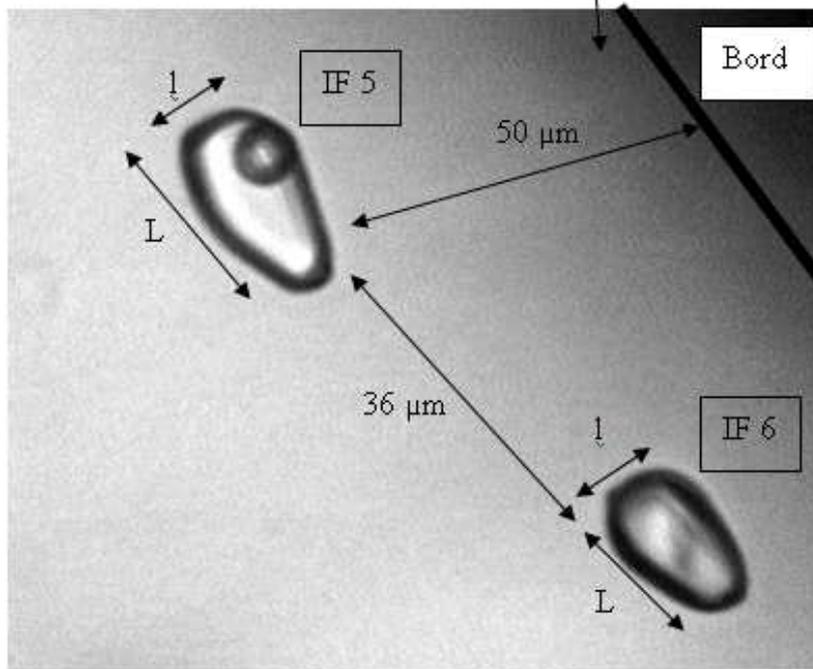


Photo des IF 5 et 6 de l'échantillon 37a. G x 50.

### Fiche de mesure (N°37-5)

Date : 13/04/07

Inclusion N° 37a-5, Coordonnée Z ( $\mu\text{m}$ ) = 307.5, L ( $\mu\text{m}$ ) = 18, l ( $\mu\text{m}$ ) = 9

IF analysée seule	IF analysée avec IF N°
	6

#### Mesure :

-Température d'homogénéisation ( $T_h$ ) \ chauffage en  $^{\circ}\text{C}$

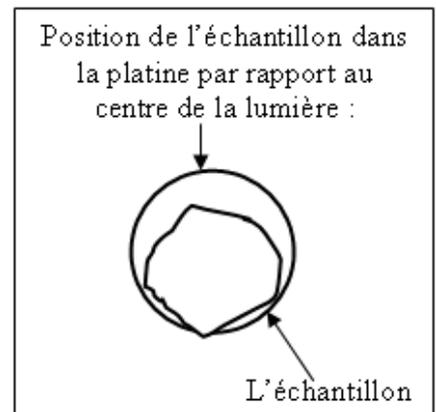
Consigne finale	100	120	125	140	150
Vitesse de rampe	20	10	5	2	10

La date	$T_h$ mesurée	$T_h$ corrigée	+/- $\Delta T$
13/04/07	139.7	135.6	1.3
23/04/07	139.5	135.4	1.3
23/04/07	139,7	135,6	1,3

- Température de nucléation ( $T_n$ ) \ refroidissement en  $^{\circ}\text{C}$

Consigne finale	100	70	65	50	25
Vitesse de rampe	20	10	5	2	10

La date	$T_n$ mesurée	$T_n$ corrigée	+/- $\Delta T$
13/04/07	106.7	103.3	0.9
23/04/07	106.8	103.4	1
23/04/07	106.7	103.3	0,9



Mode et description de la nucléation : La nucléation est hétérogène. La 1<sup>ère</sup> mesure de  $T_n$  est à 10 $^{\circ}$ /min et la 2<sup>ème</sup> est à 2 $^{\circ}$ /min.

$T_{\text{fusion}}(^{\circ}\text{C})$	$T_h, T_n (^{\circ}\text{C})$	$D_h (\text{kg/m}^3)$	$P_h (\text{bar})$	$\% \Delta V_{\text{quartz}}$	$V_{\text{quartz}} \text{ à } T_h$	$V_{\text{quartz}} \text{ à } T_{\text{syn}}$
0	32	930.01	3.18	1.7	22.749z	22.361

- Durée de vie

La date	$T_{\text{durées de vie}} (^{\circ}\text{C})$	Durée de vie
24/04/07	115 $^{\circ}\text{C}$ à 5 $^{\circ}$ /min	+ 8 H

Autres commentaires : Les IF 5, 6, 7, 8, 9 et 10 appartiennent au même groupement.

### Fiche de mesure (N° 37-6)

Date : 23/04/07

Inclusion N°37a-6, Coordonnée Z ( $\mu\text{m}$ ) = 307.5, L ( $\mu\text{m}$ ) = 17, l ( $\mu\text{m}$ ) = 4.

IF analysée seule	IF analysée avec IF N°
	5

#### Mesure :

-Température d'homogénéisation ( $T_h$ ) \ chauffage en °C

Consigne finale	100	120	125	140	150
Vitesse de rampe	20	10	5	2	10

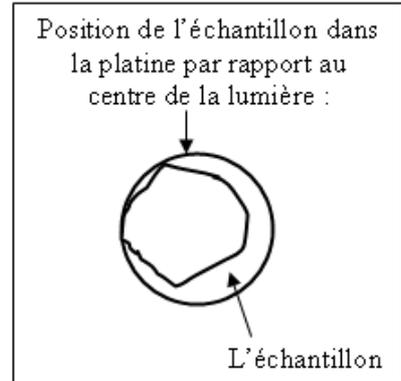
La date	$T_h$ mesurée	$T_h$ corrigée	+/- $\Delta T$
23/04/07	pas	de	bulle
24/04/07	144.2	138.3	0.4
24/04/07	144.4	138.4	0.4
24/05/07	138.6	134.2	1.3
24/05/07	138.6	134.2	1.3

- Température de nucléation ( $T_n$ ) \ refroidissement en °C

Consigne finale	-100	-70	-20	+10	100
Vitesse de rampe	30	25	20	2	30

La date	$T_n$ mesurée	$T_n$ corrigée	+/- $\Delta T$
24/04/07	2.3	1.4	0
24/04/07	2.2	1.3	0
24/04/07	2.3	1.4	0
24/05/07	2.2	1.3	0
24/05/07	2.2	1.3	0

$T_{\text{fusion}}(^{\circ}\text{C})$	$T_h - T_n (^{\circ}\text{C})$	$D_h (\text{kg/m}^3)$	$P_h (\text{bar})$	$\% \Delta V_{\text{quartz}}$	$V_{\text{quartz}} \text{ à } T_h$	$V_{\text{qtz}} \text{ à } T_{\text{syn}}$
0	132	932.8090	3.06	1.7	22.7	22.361



Description de comportement anormale : Cette inclusion n'avait pas de bulle même avant de commencer les expériences sur l'échantillon 37a. Le comportement de cette IF a été surveillé ~24H avant la mesure de sa  $T_h$  et  $T_n$ . A température ambiante (24°C) et pendant une nuit, l'IF6 n'avait pas de bulle. Elle a été refroidie jusqu'à -100°C, mais la cavitation n'a pas eu lieu. Le lendemain, j'ai trouvé une bulle de vapeur qui s'est homogénéisée à 138.3°C ; puis elle nucléée à 1.3°C. Un mois plus tard, l'IF6 avait une bulle de vapeur à 25°C. Elle s'est homogénéisée à 134.2°C et elle a nucléé à la même  $T_n$  (=1.3°C). L'IF5 est à 36 $\mu\text{m}$  de l'IF6. IF5 a pratiquement la même forme et taille que l'IF6. Mais son comportement vis-à-vis de la métastabilité est complètement différent. En ce qui concerne la cavitation, je n'ai pas vu de brouillard. Mais l'image vidéo a été perturbée en même temps que l'apparition des bulles.



## Mouna EL MEKKI-AZOUZI

### ETUDE EXPERIMENTALE DE L'EAU ET DE SOLUTIONS AQUEUSES METASTABLES : IMPLICATIONS POUR LE MILIEU NATUREL

L'eau tensile est de l'eau liquide métastable qui persiste dans le champ de stabilité de la vapeur à pression négative, sa durée de vie est finie. Des états de traction de l'eau jusqu'à -1400 bar ont été mesurés de façon spécifique dans des micro-inclusions intracrystallines. La nucléation de vapeur ( $T_n$ ) marque le retour à l'équilibre. Les effets destructeurs liés à la rupture d'états transitoires d'eau tensile sont observés dans le milieu naturel : explosions phréato-magmatiques, geysers. Modéliser la cinétique de l'eau métastable est fondamental pour gérer les risques qui lui sont associés. Des inclusions fluides synthétiques (IF) de composition et de densité connues, piégées dans du quartz, ont été placées dans le champ métastable par refroidissement isochore et leurs gammes de métastabilité ont été mesurées. On montre que la traction maximale de l'eau dans chaque IF dépend de son volume et de sa forme, de la méthode de synthèse de l'IF, de la chimie des solutions occluses. Des expériences de durée de vie ont été ensuite réalisées sur des IF placées de 0,5° à 10°C au-dessus de leurs  $T_n$ . Les 8 IF choisies rendent compte de la diversité des formes, des volumes, des densités et gammes de traction observées. Les résultats montrent que la durée de vie de l'eau tensile en IF est d'autant plus courte que la traction de l'eau est plus forte. Une loi empirique est proposée qui permet de calculer la durée de vie de la métastabilité pour chaque IF de  $T_n$  et volume fixés. Par ailleurs, nos données peuvent être rendues compatibles avec la Théorie Classique de la Nucléation. Nos résultats montrent que l'eau dans les réservoirs poreux naturels peut rester métastable pendant des durées géologiques et ainsi, contrôler les interactions fluides-roches dans la croûte.

Mots clés : eau métastable, inclusions fluides, nucléation, durée de vie

### EXPERIMENTAL STUDY OF WATER AND AQUEOUS SOLUTIONS METASTABLES: IMPLICATIONS FOR THE NATURAL ENVIRONMENT

Stretched (tensile) liquid water is a metastable liquid which persists at negative pressures in the stability field of vapour. The lifetime of metastability is limited. Tensions down to - 1400 bar have been specifically measured in aqueous inclusions inside quartz monocrystals. Vapour nucleation ( $T_n$ ) marks the end of metastability. The destructive effects related to vapour nucleation in transiently tensile fluids are observed in nature: phreato-magmatic explosions, geysers. Modelling the kinetics of tensile water is critical in order to control the risks associated to metastable liquids. Quartz-hosted synthetic fluid inclusions (FI) with known densities and chemistries have been placed into the metastable tensile field by isochoric cooling and their  $T_n$  have been measured. We show that the tensile strength of water in individual FI depends on the FI volume and shape, the method used to synthesize the FI and the fluid chemistry. Experiments on metastability lifetimes have been performed by placing FI at temperatures 0.5° to 10°C above their  $T_n$ . Eight FI were chosen that encompass the diversity of FI volumes, shapes, densities, fluid chemistries and tensile strengths. Our results show that tensile water lifetimes are all the shorter as the trapped water is more stretched. An empirical kinetic law is proposed that allows the lifetimes of tensile water in FI to be calculated as a function of the FI volume and  $T_n$ . Our data can also be reconciled with the Classical Nucleation Theory. Our data finally show that water in natural porous reservoirs can remain stretched for geologically-relevant timescales. Tensile water can therefore control fluid-rock interactions in the continental crust.

Keywords : metastable water, fluid inclusions, nucleation, lifetime



Institut des Sciences de la Terre d'Orléans 1A  
rue de la Férollerie, 45071 Orléans, France.

