

ÉTUDES EXPÉRIMENTALES DE PLASTICITÉ AUX CONDITIONS DE LA TERRE PROFONDE

Sébastien Merkel *Unité Matériaux et Transformations, CNRS, ENSCL, Université Lille 1, Villeneuve d'Ascq, France Téléphone : 03 20 43 65 16, Adresse électronique : sebastien.merkel@univ-lille1.fr*

Mots clés : hautes pressions, défauts, textures, rhéologie, minéraux, cellule diamant, D-DIA, analyses grain par grain, métaux hexagonaux

1 INTRODUCTION

La plasticité des matériaux est affectée par des paramètres extérieurs tels que la pression, la température, et la vitesse de déformation. L'influence de la température et de la vitesse de déformation est étudiée depuis de nombreuses années (e.g. Frost et Ashby, 1982). L'effet de la pression, en revanche, reste peu étudié, du fait du manque d'applications industrielles, mais aussi des difficultés expérimentales. Le paramètre pression, cependant, est très important pour la compréhension de l'intérieur des planètes car, en augmentant avec la profondeur, il produit de nouvelles structures cristallographiques, plus denses et avec des propriétés mécaniques différentes (e.g. Price, 2009). La pression induit aussi des changements importants dans la structure électronique des solides qui, eux aussi, affectent les propriétés mécaniques des matériaux (e.g. Amodeo *et al.*, 2012).

Ces 15 dernières années ont vu le développement de nouveaux équipements de haute pressions couplés à des mesures sur synchrotron permettant des études de rhéologie dans les conditions de pression et température de l'intérieur de la terre. Les échantillons, de taille millimétriques dans les presses "gros volume" et de l'ordre d'une centaine de microns dans les cellules à enclumes de diamant (CED), sont soumis à des vitesses de déformation de 10^{-7} à 10^{-2} s⁻¹. Au cours de la déformation, la contrainte appliquée (t), la déformation (ϵ), et la vitesse de déformation ($\dot{\epsilon}$) sont quantifiés *in-situ* par diffraction et radiographie des rayons X.

Ces nouvelles méthodes, permettant des mesures jusque 20 GPa et 1800 K dans les presses gros-volume et au delà de 200 GPa en cellule diamant, ont renouvelé les travaux concernant la rhéologie dans ces conditions. Les applications en Sciences de la Terre sont multiples et, en particulier, pour la compréhension des mécanismes microscopiques gouvernant les mouvements de convection du manteau ou l'existence de séismes profonds. En sciences des matériaux, ces méthodes permettent aussi l'étude de la plasticité de nouveaux matériaux, tels que les matériaux ultra-durs, ou la calibration de modélisation numériques hors de leur champ d'application usuel.

Dans un premier temps, je vais présenter brièvement les différentes méthodes expérimentales dont nous disposons. La seconde partie présentera un résumé des techniques de caractérisation *in-situ* ainsi que quelques exemples de résultats et applications. Je tiens à préciser, enfin, qu'une partie de ce manuscrit est la traduction en français de deux articles de revue : Raterron et Merkel (2009) et Merkel et Cordier (in press).

2 MÉTHODES DE DÉFORMATION SOUS HAUTE PRESSION

Ces dernières années, les développements expérimentaux les plus importants se sont concentrés sur les appareillages permettant d'atteindre les pressions du manteau terrestre. Dans cette section, je vais donc me concentrer sur les appareils travaillant à des pressions supérieures à 3 GPa et ne parlerai pas des machines de plus basse pression telles que les presses de Griggs ou de Paterson (e.g. Jung *et al.*, 2006; Demouchy *et al.*, 2014).

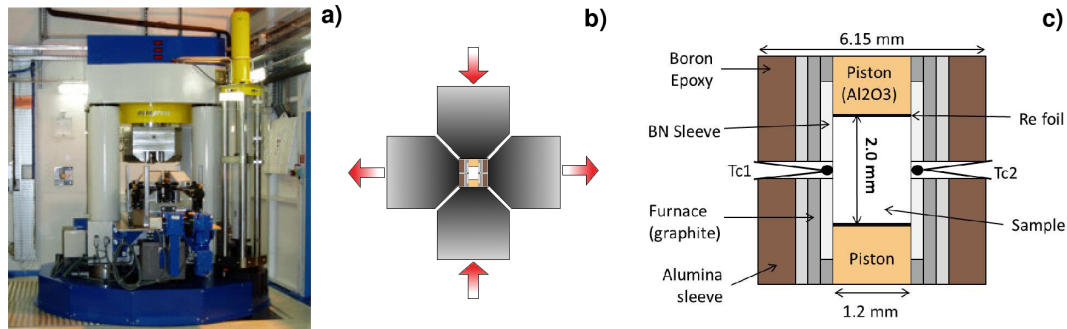


FIGURE 1 – a) La presse D-DIA de la ligne ID06 à l'ESRF. b) Principe de la D-DIA. Pour obtenir une pression hydrostatique, les 6 enclumes (4 latérales, 2 verticales) sont avancées à la même vitesse. Une compression axiale à pression constante est obtenue en avançant les enclumes verticales tout en écartant les enclumes latérales (schéma). Une compression latérale est obtenue en reculant les enclumes verticales tout en avançant les enclumes latérales (inverse du schéma). c) Assemblage classique utilisé dans les expériences de déformation (Bollinger *et al.*, 2014, 2015).

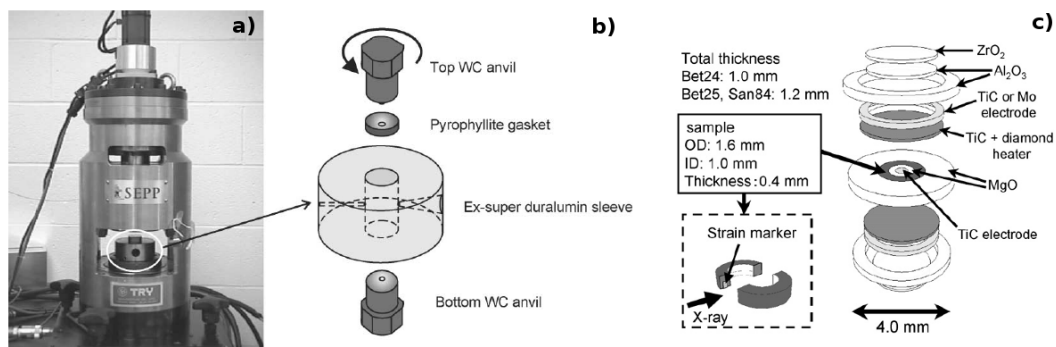


FIGURE 2 – a,b) La presse RDA et le montage pour une expérience de torsion (Xu *et al.*, 2005). c) Modification de l'assemblage pour des expériences en cisaillement avec mesure de contrainte et de déformation sur synchrotron (Nishihara *et al.*, 2008).

2.1 Presses “Gros Volume”

La Deformation-DIA (D-DIA), la Rotational Drickamer (RDA), et la Deformation T-Cup (D-TCup) sont les trois principales presses de type “gros volume” utilisées pour des expériences de plasticité sous haute pression. Toutes trois permettent la déformation contrôlée d'échantillons de taille millimétrique. La D-DIA (Durham *et al.*, 2002; Wang *et al.*, 2003) est une presse hydraulique au sein de laquelle un assemblage cubique est soumis l'action de 6 enclumes (Figure 1). Des fours en graphite au sein de l'assemblage permettent de chauffer l'échantillon jusque 2000 K environ. La pression hydrostatique est obtenue en avançant les 6 enclumes de la même distance. L'échantillon est ensuite déformé à pression constante, en compression axiale en avançant les 2 enclumes verticales tout en écartant les enclumes latérales, ou en compression latérale en avançant les enclumes latérales tout en écartant les enclumes verticales. La D-DIA permet des expériences à des vitesses de déformation entre 10^{-7} et 10^{-3} s^{-1} et des pressions et températures atteignant 18 GPa et 1900 K (Kawazoe *et al.*, 2013). La presse D-TCup (Hunt *et al.*, 2014) est un montage similaire qui, à terme, devrait pouvoir fonctionner à des pressions plus élevées. A l'heure actuelle, ce montage a fonctionné jusque 20 GPa à 300 K et 10 GPa à 1100 K. Dans les deux cas, la géométrie de déformation est axiale, avec une symétrie cylindrique autour de l'axe de déformation. La déformation axiale est mesurée in-situ et en direct par radiographie (voir plus loin). La déformation latérale est reconstruite à partir de la déformation axiale et du changement de volume de l'échantillon, estimé à partir de la pression et de son équation d'état.

La presse de Drickamer est une machine à enclumes opposées permettant des déformation axiales jusque des pressions de l'ordre de 30 GPa (Nishiyama *et al.*, 2009), mais sans contrôle de la déformation.

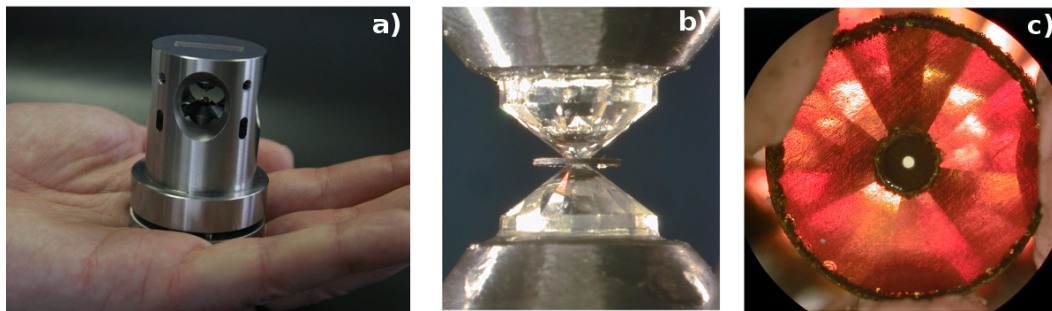


FIGURE 3 – *a)* Un cellule à enclume diamant. *b)* Partie centrale de la cellule. Les deux diamants appliquent une pression sur l'échantillon, placé au centre du joint. *c)* Exemple de joint utilisé pour les expériences de déformation (vue du dessus, cellule ouverte, Merkel et Yagi, 2005). Au centre, la chambre à échantillon (diamètre $80\ \mu\text{m}$). Disque de bore-epoxy pour confiner l'échantillon au centre des enclumes (diamètre $400\ \mu\text{m}$). Autour, disque de kapton pour maintenir le mélange bore-epoxy entre les enclumes (diamètre $4\ \text{mm}$).

Dans extension RDA, pour “Rotational Drickamer”, l'une des enclumes est motorisée en rotation, permettant ainsi des tests de torsion sur disques d'épaisseur $\sim 0.8\ \text{mm}$ et de diamètre atteignant $4\ \text{mm}$ (Yamazaki et Karato, 2001). Ce dispositif, avec un assemblage approprié (Figure 2), permet aussi une déformation en cisaillement à des pressions et températures au delà de $20\ \text{GPa}$ et $1800\ \text{K}$ (e.g. Miyagi *et al.*, 2014). Dans la RDA, les conditions de contraintes appliquées à l'échantillon sont une combinaison de cisaillement simple et de compression axiale (Xu *et al.*, 2005).

2.2 Cellule à enclumes diamant

Les presses “gros volume” permettent des expériences de déformation contrôlées à des pressions constantes, mais leur domaine P/T est limité et ne couvre pas toute la gamme de pression de l'intérieur de la terre ($135\ \text{GPa}$ à la frontière noyau-manteau, $365\ \text{GPa}$ au centre de la terre). La cellule diamant, en revanche, permet des expériences statiques sur une gamme P/T couvrant l'ensemble des conditions trouvées à l'intérieur de la terre (Tateno *et al.*, 2010). Dans une cellule diamant (Figure 3), on place un joint, métallique ou en matériau composite, entre les pointes de deux diamants, taillés convenablement. Un trou percé au centre du joint, de diamètre et d'épaisseur respectivement de l'ordre de 100 et $20\ \mu\text{m}$, sert de chambre à échantillon. On augmente la pression en avançant les deux diamants l'un vers l'autre. De fait, la contrainte appliquée est non-hydrostatique : la contrainte axiale, dans la direction des diamants, est supérieure à la contrainte latérale, supportée par le joint. Dans la plupart des expériences, on cherche à rendre la pression hydrostatique par l'utilisation de milieu transmetteur de pression (e.g. Klotz *et al.*, 2009). En revanche, cette composante non-hydrostatique de la contrainte peut être mise à profit pour étudier les propriétés plastiques des échantillons avec, pour limitation, un couplage entre la pression et la déformation.

A $300\ \text{K}$, des expériences en cellule diamant ont permis l'étude de plasticité de métaux à des pressions dépassant les $300\ \text{GPa}$ (Hemley *et al.*, 1997). Avec des systèmes de chauffage résistif (fours en graphite), des expériences de plasticité sont possibles jusque $20\ \text{GPa}$ à $1700\ \text{K}$ et $35\ \text{GPa}$ à $1100\ \text{K}$ (Liermann *et al.*, 2009; Miyagi *et al.*, 2013). En associant cellule diamant et chauffage laser, des mesures de plasticité ont été effectuées jusque $100\ \text{GPa}$ et $2000\ \text{K}$ (Hirose *et al.*, 2010). Notons enfin que ces domaines P/T sont en constante augmentation.

3 MÉTHODES DE CARACTÉRISATION IN-SITU

La majeure partie des phases de haute pression, et en particulier les phases pertinentes pour comprendre l'intérieur de la terre, ne sont pas stables à pression ambiante. De plus, les propriétés plastiques dépendent de la pression et de la température. Cette partie se focalisera donc sur des mesures effectuées in-situ, pendant la déformation. Du fait de la faible taille des échantillons et des contraintes géométriques dues aux presses, ces mesures reposent souvent sur le rayonnement synchrotron, avec de la diffraction des rayons X ou de la radiographie.

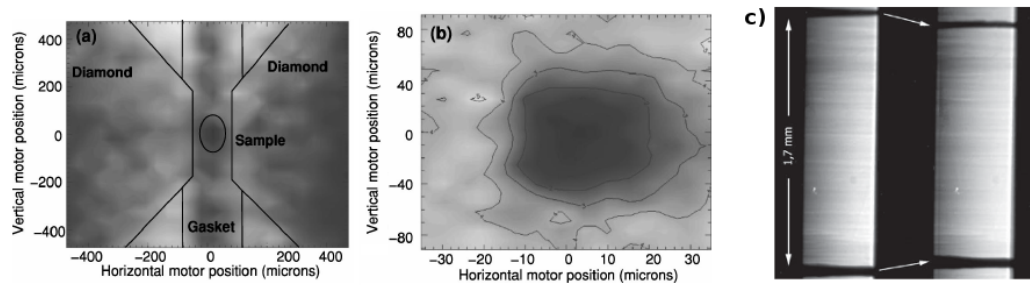


FIGURE 4 – *a)* et *b)* Variation de l'intensité des rayons X transmis pour un échantillon de cobalt à 42 GPa dans une cellule diamant (Merkel et Yagi, 2005). Pour obtenir ces images, le montage est déplacé perpendiculairement au faisceau incident, tout en mesurant l'intensité transmise sur une photodiode. *c)* Deux images de radiographie d'un échantillon de Mg_2SiO_4 dans une presse D-DIA à 7 GPa et 1673 K prises à différents moments de la déformation (Raterron et Merkel, 2009). L'échantillon est placé entre deux feuilles métalliques (Figure 1c) bien visibles sur ces images, ce qui permet de mesurer la déformation appliquée.

3.1 Déformations

Dans les presses D-DIA, on mesure des images de radiographie sur un cristal YAG placé à l'arrière de l'échantillon (Figure 4c). Les échantillons métalliques sont directement observables sur ces images. En effet, leur contraste d'absorption est bien visible relativement à l'assemblage, quasiment transparent aux rayons X, ce qui permet de mesurer leur dimension. Pour des échantillons moins visibles, des feuilles métalliques sont placées autour de l'échantillon (Figure 1c), ce qui permet ainsi de mesurer la déformation appliquée. Les vitesses de déformation sont ensuite déduites de courbes représentant la variation de la déformation en fonction du temps, avec une résolution de l'ordre de 10^{-6} s^{-1} ou mieux. Dans la RDA, des marqueurs métalliques sont placés verticalement au coeur de l'échantillon. Le déplacement et la rotation du marqueur sont suivis par radiographie, ce qui permet de déterminer la déformation appliquée à l'échantillon.

En cellule diamant, la déformation est rarement contrôlée et se produit généralement de manière discontinue, au moment des augmentations de pression décidées par l'opérateur. De plus, l'épaisseur des échantillons est de l'ordre de $20 \mu\text{m}$, ce qui est petit relativement à la taille de pixel des caméras utilisées en imagerie (de l'ordre du micron). Les déformations et vitesses de déformation appliquées sont donc rarement mesurées. Cependant, des techniques basées sur les variations des intensités de rayons X transmises permettent d'obtenir une image relativement précises de l'échantillon (Figures 4a,b).

3.2 Propriétés de polycristaux

Dans un premier type de travaux, on réalise des expériences de diffraction pour analyser les propriétés de l'échantillon dans son ensemble. Le rapport entre la taille du faisceau de rayons X incident et l'échantillon est alors ajusté pour avoir suffisamment de grains éclairés pour mener des études statistiques.

3.2.1 Texture La texture dans l'échantillon peut être analysée à partir des variations d'intensité de diffraction le long de cercles de Debye. La figure 5a, par exemple, présente des images de diffraction obtenues in-situ sur du fer de structure hcp à 17 GPa et 400 K dans une presse D-DIA, au début de l'expérience et après 11% de déformation (Merkel *et al.*, 2012). Les variations d'intensité avec l'orientation sont représentatives de la texture. Elles peuvent être analysées avec des logiciels dédiés, tels que Maud (Lutterotti *et al.*, 2007) ou Beartex (Wenk *et al.*, 1998), donnant ainsi accès aux statistiques d'orientation de grains dans le matériau.

Typiquement, les textures mesurées dans les expériences sont comparés aux résultats de modèles auto-cohérents, dans l'approximation visco-plastique (Merkel *et al.*, 2002), élasto-plastique (e.g. Merkel *et al.*, 2012) ou élasto-visco-plastique (en développement). Ces comparaisons permettent d'extraire des informations sur les mécanismes plastiques ayant dominé la déformation et leurs contraintes limites résolues.

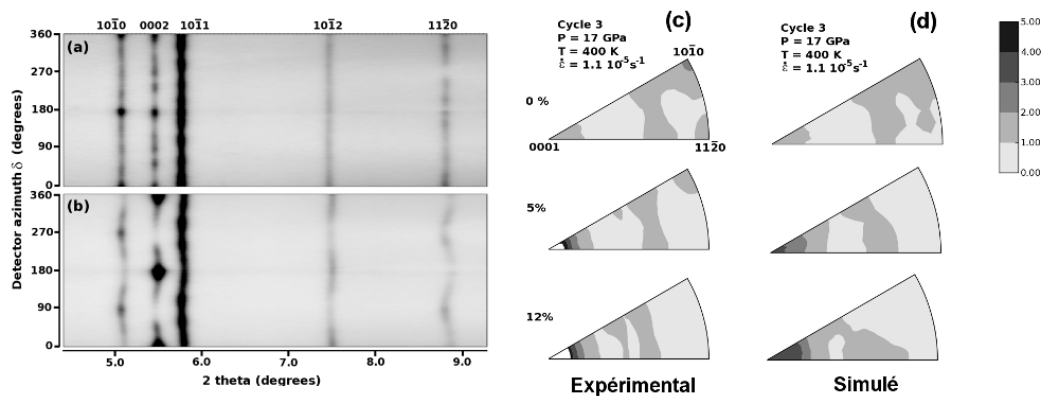


FIGURE 5 – Figures extraites de Merkel *et al.* (2012). Figures de diffraction des rayons X obtenues sur du fer polycristallin dans la phase hcp dans une D-DIA à 17 GPa et 400 K *a*) au début de la déformation *b*) après 11.5% de compression axiale. Les variations d'intensité de diffraction avec l'orientation sont liées à la texture. Les variations de position des pics de diffraction avec l'orientation sont liées à la contrainte. *c*) Figures de pôle inverses de la direction de compression extraites de données expérimentales. *d*) Figures de pôle inverses de la direction de compression obtenues par simulation. Une comparaison entre les données expérimentales et simulées permet de contraindre l'activité des systèmes de glissement basal, prismatique, et pyramidal ainsi que des macles dans le fer dans ces conditions.

Ce type d'étude a été réalisé sur des données issues d'expériences en cellule diamant, pour identifier les mécanismes de déformation actifs dans les métaux hexagonaux (Wenk *et al.*, 2000; Merkel *et al.*, 2004; Miyagi *et al.*, 2008a; Kanitpanyacharoen *et al.*, 2012; Merkel *et al.*, 2013) ou les minéraux tels que (Mg,Fe)O (Merkel *et al.*, 2002; Lin *et al.*, 2009) et la post-perovskite (Merkel *et al.*, 2006, 2007; Miyagi *et al.*, 2010), et bien d'autres encore (voir les revues de Wenk *et al.*, 2006; Merkel et Cordier, in press). Ces études sont aussi réalisables en presses de type D-DIA, sur des montages avec faisceau monochromatique (e.g. Miyagi *et al.*, 2008b; Merkel *et al.*, 2012) ou blanc (Bollinger *et al.*, 2012), mais plus difficiles en RDA du fait du faible accès angulaire dans cet appareil.

Les expériences de haute pression sont aussi adaptées aux études d'effet mémoire de texture lors de transformations de phase. Ces questions sont très pertinentes en sciences de matériaux, pour l'étude des propriétés de métaux (e.g. Jourdan *et al.*, 1991) ou d'alliage à mémoire de forme (Otsuka et Wayman, 1999). Dans la littérature, ces questions sont souvent abordées au travers d'études sur les matériaux retransformés, sans analyse in-situ (e.g. Humbert et Gey, 2002). De ce point de vue, les expériences de haute pression offrent une opportunité unique car les transformations et leurs effets sur les textures peuvent être analysés in-situ (Miyagi *et al.*, 2011; Kaercher *et al.*, 2012; Merkel *et al.*, 2013).

3.2.2 Contraintes Les contraintes sont un élément clé pour quantifier les propriétés mécaniques et rhéologiques d'un matériau. La contrainte permet d'évaluer la résistance mécanique d'un matériau et, combinée à des mesures de vitesses de déformation, de remonter à des lois rhéologiques. Or, l'évaluation des contraintes appliquées n'est pas aisée dans les expériences de haute pression, contrairement à une expérience de plus basse pression dans laquelle elles peuvent être mesurées par un simple capteur.

En hautes pressions, la mesure in-situ de contrainte repose sur la diffraction de rayons X et des méthodes dérivées de l'analyse de contrainte résiduelles (Noyan et Cohen, 1987). La méthode réside sur l'idée que la dépendance en orientation des déformations élastiques mesurées sur les distances réticulaires par diffraction peut servir à inverser l'état de contrainte dans un matériau polycristallin. Cette analyse repose souvent sur des théories dérivées des lois de l'élasticité (Singh *et al.*, 1998; Xu *et al.*, 2005). En réalité, la plasticité induit une relaxation locale de l'état de contrainte dans les grains qui se déforment. Des modèles plus avancés de type auto-cohérent tenant compte de l'élasticité et de la déformation plastique permettent de résoudre ce problème (Li *et al.*, 2004; Merkel *et al.*, 2009). Notons cependant que les contraintes moyennes dérivées de lois élastiques et des modèles auto-cohérents sont souvent du même ordre de grandeur (Raterron *et al.*, 2013).

Une fois l'état de contrainte établi, les mesures haute-pression permettent de quantifier la résistance

FIGURE 6 – Contrainte axiale (σ), pression, et déformation pour un échantillon d'olivine déformé en compression en presse D-DIA à 1473 et 1673 K pendant une durée de 320 mn. Aux instants 0, 90, 210, et 250 mn, la température, la vitesse de déformation appliquée à l'échantillon, ou les deux sont changées. L'état "stationnaire", servant à quantifier la rhéologie du matériau, est atteint quand la contrainte et la vitesse de déformation restent constantes. Figure extraite de Bollinger *et al.* (2014).

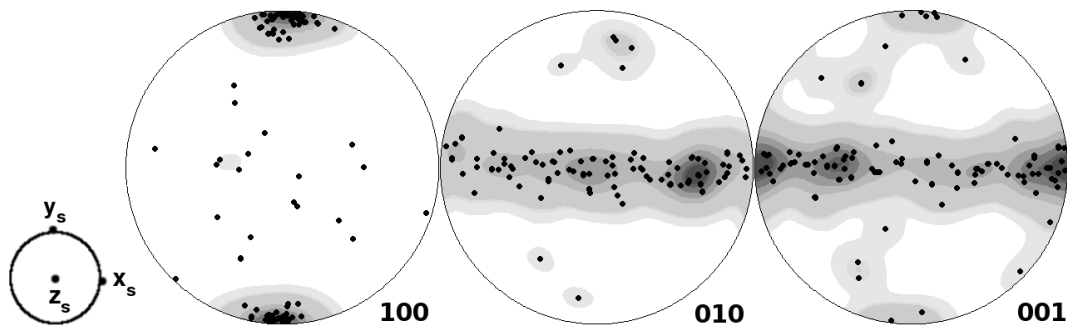
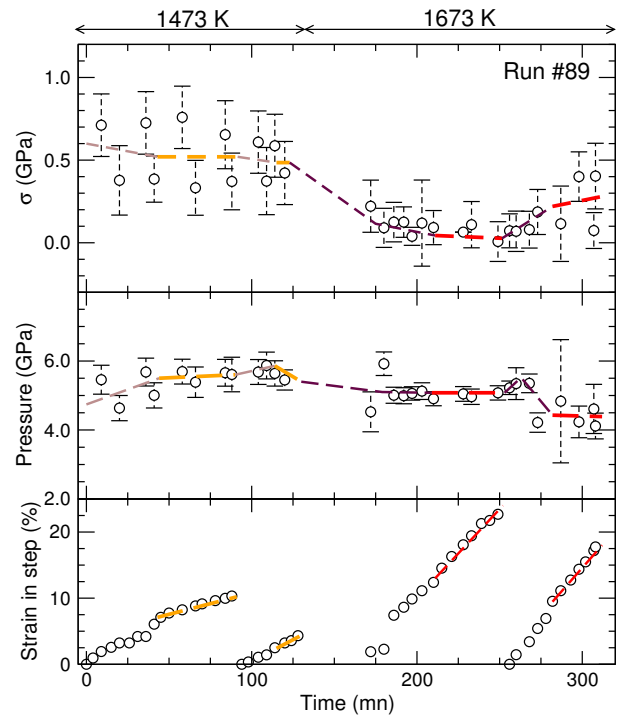


FIGURE 7 – Figures de pôle 100, 010, et 001 représentant les orientations de 117 grains individuels de MgGeO_3 de structure post-perovskite, localisés un par un à 90 GPa dans une cellule diamant (Nisir *et al.*, 2012). Cette technique ouvre la porte au suivi grain par grain de l'évolution de microstructures sous l'effet de déformation ou de transformation de phases.

mécanique de matériaux. La contrainte maximale supportée par le fer, par exemple, a été étudiée jusque 200 GPa à 300 K indiquant que, dans ce cas, $t = 1.8 + 0.0017P$ GPa (Gleason et Mao, 2013). Les niveaux de contraintes, mesurés en fonction de la pression, de la vitesse de déformation et de la température peuvent ensuite servir à établir des lois rhéologiques comprenant l'effet de pression, que ce soit sur des monocristaux (Raterron *et al.*, 2009; Girard *et al.*, 2012), ou des polycristaux (Amiguet *et al.*, 2012; Bollinger *et al.*, 2014).

3.3 État local

Au delà des propriétés macroscopiques, les études de plasticité peuvent nécessiter des mesures des informations à une échelle plus locale : le grain ou le défaut. Ces sujets sont au centre de nombreux développements en sciences des matériaux, souvent regroupés sous l'appellation "3D Materials Science" (Poulsen, 2004; Ice et Larson, 2000; Jensen *et al.*, 2006; Oddershede *et al.*, 2010). La technique reprend des concepts de tomographie combinés avec la diffraction. Elle permet une caractérisation rapide, in-situ, et non destructive d'éléments de microstructure (grains, sous grains...) dans le matériau. La position, la morphologie, la structure cristallographique, et l'état de déformation peuvent être déterminés simultanément pour des centaines de ces éléments. De plus, la dynamique de

ces éléments peut être suivie in-situ durant des processus dynamiques tels que la déformation plastique. Récemment, nous avons démontré que cette technique était applicable en cellule diamant (Nisr *et al.*, 2012, 2014). Ceci ouvre la porte au suivi microscopique de l'évolution de microstructures, sous l'effet de déformation ou de transformation de phases (Figure 7). A l'heure actuelle, son application reste confidentielle mais elle devrait se développer rapidement.

La diffraction des rayons X peut aussi s'appliquer pour caractériser les défauts dans les matériaux à l'aide de la méthode XLPA (X-ray line profile analysis). La méthode XPLA, issue de la métallurgie, permet d'analyser la présence, le type, et la densité de défauts comme les dislocations (Kerber *et al.*, 2011). Dans les travaux de Nisr *et al.* (2012), par exemple, les méthodes XLPA et d'analyse de grains individuels ont été combinées pour caractériser les dislocations de la phase post-perovskite de MgGeO_3 à 90 GPa. Cette technique très novatrice permet de suppléer au manque d'observations en microscopie électronique sur les phases de haute pression et de déterminer, directement et in-situ, leurs mécanismes plastiques.

4 CONCLUSIONS

Cet article a présenté les développements récents permettant l'étude de plasticité de matériaux sous haute pression. Après 10 ans de développement, les études en presse gros-volume jusque des pressions de l'ordre de 10 GPa et températures de l'ordre de 1500 K peuvent maintenant être réalisées relativement facilement. Au delà, elles demandent encore une certaine expertise. En cellule diamant, les expériences de plasticité à 300 K ne posent pas de difficulté particulière. Les expériences à haute température, en revanche, sont plus difficiles et les protocoles expérimentaux demandent encore à se stabiliser.

Comme dans de nombreux domaines, la difficulté réside souvent dans l'analyse et l'interprétation des données collectées au synchrotron. Les mesures grain par grain, par exemple, demandent la collecte de centaines d'images de diffraction. Bien qu'en constante amélioration, les méthodes d'analyse de ces données restent relativement difficiles et longues. Malgré ces difficultés, ces méthodes constituent maintenant le cœur de métier d'une communauté croissante de chercheurs.

Cet article, en revanche, n'a pas abordé la questions des expériences dynamiques. Jusque maintenant, les communautés de hautes pressions "statiques" et "dynamiques" sont restées relativement dis-jointes. Cependant, la mise en ligne d'instruments nouveaux, tels que les laser à électrons libres combinées à des expériences de compression laser, vont permettre la caractérisation in-situ des propriétés plastiques de matériaux sous ces nouvelles conditions et ouvrir de nouvelles perspectives non accessibles jusque maintenant.

RÉFÉRENCES

- Amiguet, E., B. Reynard, R. Caracas, B. Van de Moortèle, N. Hilairret, et Y. Wang, Creep of phyllosilicates at the onset of plate tectonics, *Earth Planet. Sci. Lett.* **145**, 142–150 (2012).
- Amodeo, J., P. Carrez, et P. Cordier, Modelling the effect of pressure on the critical shear stress of MgO single crystals, *Phil. Mag.* **92**, 1523–1541 (2012).
- Bollinger, C., S. Merkel, P. Cordier, et P. Raterron, Deformation of Forsterite Polycrystals at Mantle Pressure : Comparison with Fe-Bearing Olivine and the Effect of Iron on its Plasticity, *Phys. Earth Planet. Int.* **240**, 95–104 (2015).
- Bollinger, C., S. Merkel, et P. Raterron, In situ quantitative analysis of stress and texture development in forsterite aggregates deformed at 6 GPa and 1373 K, *J. Appl. Cryst.* **45**, 263–271 (2012).
- Bollinger, C., P. Raterron, P. Cordier, et S. Merkel, Polycrystalline olivine rheology in dislocation creep : Revisiting experimental data to 8.1 GPa, *Phys. Earth Planet. Int.* **228**, 211–219 (2014).
- Demouchy, S., A. Mussi, F. Barou, A. Tommasi, et P. Cordier, Viscoplasticity of polycrystalline olivine experimentally deformed at high pressure and 900 °C, *Tectonophysics* **623**, 123–135 (2014).
- Durham, W. B., D. J. Weidner, S. Karato, et Y. Wang, New Developments in Deformation Experiments at High Pressure, in *Plastic Deformation of Minerals and Rocks*, edited by S. Karato et H.-R. Wenk (Mineralogical Society of America, Washington, DC), volume 51 of *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, 21–49 (2002).

- Frost, H. J., et M. F. Ashby, *Deformation Mechanisms Maps* (Pergamon press, Oxford) (1982).
- Girard, J., J. Chen, et P. Raterron, Deformation of periclase single crystals at high pressure and temperature : Quantification of the effect of pressure on slip-system activities, *J. Appl. Phys.* **111**, 112607 (2012).
- Gleason, A. E., et W. L. Mao, Strength of iron at core pressures and evidence for a weak Earth's inner core, *Nat. Geosci.* **6**, 571–574 (2013).
- Hemley, R. J., H. K. Mao, G. Shen, J. Badro, P. Gillet, M. Hanfland, et D. Häusermann, X-Ray imaging of stress and strain of diamond, iron, and tungsten at megabar pressures, *Science* **276**, 1242–1245 (1997).
- Hirose, K., Y. Nagaya, S. Merkel, et Y. Ohishi, Deformation of MnGeO₃ post-perovskite at lower mantle pressure and temperature, *Geophys Res. Lett.* **37**, L20302 (2010).
- Humbert, M., et N. Gey, The calculation of a parent grain orientation from inherited variants for approximate (b.c.c.-h.c.p.) orientation relations, *J. Appl. Cryst.* **35**, 401–405 (2002).
- Hunt, S. A., D. J. Weidner, R. J. McCormack, M. L. Whitaker, E. Bailey, L. Li, M. T. Vaughan, et D. P. Dobson, Deformation T-Cup : A new multi-anvil apparatus for controlled strain-rate deformation experiments at pressures above 18 GPa, *Rev. Sci. Instrum.* **85**, 085103 (2014).
- Ice, G. E., et B. C. Larson, 3D X-Ray Crystal Microscope, *Adv. Eng. Mater.* **2**(10), 643–646 (2000).
- Jensen, D. J., E. Lauridsen, L. Margulies, H. Poulsen, S. Schmidt, H. Sorensen, et G. Vaughan, X-ray microscopy in four dimensions, *Mater. today* **9**, 18–25 (2006).
- Jourdan, C., J. Gastaldi, P. Marzo, et G. Grange, In situ statistical study of the nucleation, the variant selection and the orientation memory effect during the α - β titanium martensitic transformation, *J. Mater. Sci.* **26**, 4355–4360 (1991).
- Jung, H., I. Katayama, Z. Jiang, T. Hiraga, et S. Karato, Effect of water and stress on the lattice-preferred orientation of olivine, *Tectonophysics* **421**, 1–22 (2006).
- Kaercher, P., S. Speziale, L. Miyagi, W. Kanitpanyacharoen, et H.-R. Wenk, Crystallographic preferred orientation in wüstite (FeO) through the cubic-to-rhombohedral phase transition, *Phys. Chem. Min.* **39**, 613–626 (2012).
- Kanitpanyacharoen, W., S. Merkel, L. Miyagi, P. Kaercher, C. N. Tomé, Y. Wang, et H.-R. Wenk, Significance of mechanical twinning in hexagonal metals at high pressure, *Acta Mater.* **60**, 430–442 (2012).
- Kawazoe, T., T. Ohuchi, Y. Nishihara, N. Nishiyama, K. Fujino, et T. Irifune, Seismic anisotropy in the mantle transition zone induced by shear deformation of wadsleyite, *Phys. Earth Planet. Int.* **216**, 91–98 (2013).
- Kerber, M. B., M. J. Zehetbauer, E. Schafner, F. C. Spieckermann, S. Bernstorff, et T. Ungar, X-ray line profile analysis—An ideal tool to quantify structural parameters of nanomaterials, *JOM* **63**, 61–70 (2011).
- Klotz, S., J. C. Chervin, P. Munsch, et G. Le Marchand, Hydrostatic limits of 11 pressure transmitting media, *J. Phys. D : Appl. Phys.* **42**, 075413 (2009).
- Li, L., D. J. Weidner, J. Chen, M. T. Vaughan, M. Davis, et W. B. Durham, X-ray strain analysis at high pressure : Effect of plastic deformation in MgO, *J. Appl. Phys.* **95**, 8357–8365 (2004).
- Liermann, H.-P., S. Merkel, L. Miyagi, H.-R. Wenk, G. Shen, H. Cynn, et W. J. Evans, New Experimental Method for In Situ Determination of Material Textures at Simultaneous High-Pressure and -Temperature by Means of Radial Diffraction in the Diamond Anvil Cell, *Rev. Sci. Instrum.* **80**, 104501 (2009).

- Lin, J. F., H.-R. Wenk, M. Voltolini, S. Speziale, J. Shu, et T. S. Duffy, Deformation of lower-mantle ferropericlase (Mg,Fe)O across the electronic spin transition, *Phys. Chem. Min.* **36**, 585–592 (2009).
- Lutterotti, L., M. Bortolotti, G. Ischia, I. Lonardelli, et H.-R. Wenk, Rietveld texture analysis from diffraction images, *Z. Kristallogr., Suppl.* **26**, 125–130 (2007).
- Merkel, S., et P. Cordier, Deformation of Core and Lower-Mantle Materials, in *The Earth's Interior : Physics and Chemistry of the Lower Mantle and Core* (American Geophysical Union, Washington, DC) (in press).
- Merkel, S., M. Gruson, Y. Wang, N. Nishiyama, et C. N. Tomé, Texture and elastic strains in hcp-iron plastically deformed up to 17.5 GPa and 600 K : experiment and model, *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* **20**, 024005 (2012).
- Merkel, S., A. Kubo, L. Miyagi, S. Speziale, T. S. Duffy, H.-K. Mao, et H.-R. Wenk, Plastic Deformation of MgGeO₃ Post-Perovskite at Lower Mantle Pressures, *Science* **311**, 644–646 (2006).
- Merkel, S., H.-P. Liermann, L. Miyagi, et H.-R. Wenk, In situ radial X-ray diffraction study of texture and stress during phase transformations in bcc-, fcc- and hcp-iron up to 36 GPa and 1000 K, *Acta Mater.* **61**, 5144–5151 (2013).
- Merkel, S., A. K. McNamara, A. Kubo, S. Speziale, L. Miyagi, Y. Meng, T. S. Duffy, et H.-R. Wenk, Deformation of (Mg,Fe)SiO₃ Post-Perovskite and D' Anisotropy, *Science* **316**, 1729 – 1732 (2007).
- Merkel, S., C. N. Tomé, et H.-R. Wenk, A modeling analysis of the influence of plasticity on high pressure deformation of hcp-Co, *Phys. Rev. B* **79**, 064110 (2009).
- Merkel, S., H.-R. Wenk, P. Gillet, H. K. Mao, et R. J. Hemley, Deformation of polycrystalline iron up to 30 GPa and 1000 K, *Phys. Earth Planet. Inter.* **145**, 239–251 (2004).
- Merkel, S., H.-R. Wenk, J. Shu, G. Shen, P. Gillet, H. K. Mao, et R. J. Hemley, Deformation of polycrystalline MgO at pressures of the lower mantle, *J. Geophys. Res.* **107**, 2271 (2002).
- Merkel, S., et T. Yagi, X-ray transparent gasket for diamond anvil cell high pressure experiments, *Rev. Sci. Instrum.* **76**, 046109 (2005).
- Miyagi, L., G. Amulele, K. Otsuka, Z. Du, R. Farla, et S. Karato, Plastic anisotropy and slip systems in ringwoodite deformed to high shear strain in the Rotational Drickamer Apparatus, *Phys. Earth Planet. Int.* **228**, 244–253 (2014).
- Miyagi, L., W. Kanitpanyacharoen, P. Kaercher, K. K. M. Lee, et H.-R. Wenk, Slip Systems in MgSiO₃ Post-Perovskite : Implications for D' Anisotropy, *Science* **329**, 1639 – 1641 (2010).
- Miyagi, L., W. Kanitpanyacharoen, S. V. Raju, P. Kaercher, J. Knight, A. MacDowell, H.-R. Wenk, Q. Williams, et E. Z. Alarcon, Combined resistive and laser heating technique for in situ radial X-ray diffraction in the diamond anvil cell at high pressure and temperature, *Rev. Sci. Instrum.* **84**, 025118 (2013).
- Miyagi, L., W. Kanitpanyacharoen, S. Stackhouse, B. Militzer, et H.-R. Wenk, The enigma of post-perovskite anisotropy : deformation versus transformation textures, *Phys. Chem. Min.* **38**, 665–678 (2011).
- Miyagi, L., M. Kunz, J. Knight, J. Nasiatka, M. Voltolini, et H.-R. Wenk, In situ phase transformation and deformation of iron at high pressure and temperature, *J. Appl. Phys.* **104**, 103510 (2008a).
- Miyagi, L., N. Nishiyama, Y. Wang, A. Kubo, D. V. West, R. J. Cava, T. S. Duffy, et H.-R. Wenk, Deformation and texture development in CaIrO₃ post-perovskite phase up to 6 GPa and 1300 K, *Earth Planet. Sci. Lett.* **268**, 515–525 (2008b).
- Nishihara, Y., D. Tinker, T. Kawazoe, Y. Xu, Z. Jing, K. N. Matsukage, et S. Karato, Plastic deformation of wadsleyite and olivine at high-pressure and high-temperature using a rotational Drickamer apparatus (RDA), *Phys. Earth Planet. Inter.* **170**, 156–169 (2008).

- Nishiyama, N., Y. Wang, T. Irifune, T. Sanehira, M. L. Rivers, S. R. Sutton, et D. Cookson, Development of a combination of a Drickamer apparatus and monochromatic X-rays for stress and strain measurements under high pressure, *J. Synchrotron Radiat.* **16**, 742–747 (2009).
- Nisr, C., G. Ribárik, T. Ungár, G. B. Vaughan, et S. Merkel, Three-dimensional X-ray diffraction in the diamond anvil cell : application to stishovite, *High Pres. Res.* **34**, 158–166 (2014).
- Nisr, C., G. Ribárik, T. Ungár, G. B. M. Vaughan, P. Cordier, et S. Merkel, High resolution three-dimensional X-ray diffraction study of dislocations in grains of MgGeO₃ post-perovskite at 90 GPa, *J. Geophys. Res.* **117**, B03201 (2012).
- Noyan, I., et J. Cohen, *Residual stress : measurements by diffraction and interpretation* (Springer-Verlag, New-York) (1987).
- Oddershede, J., S. Schmidt, H. F. Poulsen, H. O. Sorensen, J. Wright, et W. Reimers, Determining grain resolved stresses in polycrystalline materials using three-dimensional X-ray diffraction, *J. Appl. Cryst.* **43**, 539–549 (2010).
- Otsuka, K., et C. M. Wayman (eds.), *Shape Memory Materials* (Cambridge Univ. Press, Cambridge, UK) (1999).
- Poulsen, H. F., *Three-Dimensional X-Ray Diffraction Microscopy : Mapping Polycrystals and their Dynamics*, volume 205 of *Springer Tracts in Modern Physics* (Springer, Berlin, Heidelberg, Germany) (2004).
- Price, G. D. (ed.), *Treatise on Geophysics – Mineral Physics* (Elsevier, Amsterdam) (2009).
- Raterron, P., E. Amiguet, J. Chen, L. Li, et P. Cordier, Experimental deformation of olivine single crystals at mantle pressures and temperatures, *Phys. Earth Planet. Int.* **172**, 74–83 (2009).
- Raterron, P., et S. Merkel, In situ rheological measurements at extreme pressure and temperature using synchrotron X-ray diffraction and radiography, *J. Synchrotron Radiat.* **16**, 748–756 (2009).
- Raterron, P., S. Merkel, et C. W. Holyoke III, Axial temperature gradient and stress measurements in the deformation-DIA cell using alumina pistons, *Rev. Sci. Instrum.* **84**, 043906 (2013).
- Singh, A. K., C. Balasingh, H. K. Mao, R. J. Hemley, et J. Shu, Analysis of lattice strains measured under non-hydrostatic pressure, *J. Appl. Phys.* **83**, 7567–7575 (1998).
- Tateno, S., K. Hirose, Y. Ohishi, et Y. Tatsumi, The Structure of Iron in Earth's Inner Core, *Science* **330**, 359 – 361 (2010).
- Wang, Y., W. B. Duham, I. C. Getting, et D. J. Weidner, The deformation-DIA : A new apparatus for high temperature triaxial deformation to pressures up to 15 GPa, *Rev. Sci. Instrum.* **74**, 3002–3011 (2003).
- Wenk, H.-R., I. Lonardelli, S. Merkel, L. Miyagi, J. Pehl, S. Speziale, et C. E. Tommaseo, Deformation textures produced in diamond anvil experiments, analysed in radial diffraction geometry, *J. Phys. : Condens. Matter* **18**, S933–S947 (2006).
- Wenk, H.-R., S. Matthies, J. Donovan, et D. Chateigner, BEARTEX : a Windows-based program system for quantitative texture analysis, *J. Appl. Cryst.* **31**, 262–269 (1998).
- Wenk, H.-R., S. Matthies, R. J. Hemley, H. K. Mao, et J. Shu, The plastic deformation of iron at pressures of the Earth's inner core, *Nature* **405**, 1044–1047 (2000).
- Xu, Y., Y. Nishihara, et S. Karato, Development of a rotational Drickamer apparatus for large-strain deformation experiments at deep Earth conditions, in *Advances in High-Pressure Technology for Geophysical Applications*, edited by J. Chen, Y. Wang, T. S. Duffy, G. Shen, et L. F. Dobrzhinetskaya (Elsevier, Amsterdam), 167–182 (2005).
- Yamazaki, D., et S. Karato, High-pressure rotational deformation apparatus to 15 GPa, *Rev. Sci. Instrum.* **72**, 4207–4211 (2001).