# Modèle direct d'anisotropie sismique dans la graine terrestre et étude texturale de la transition de phase alpha-epsilon du fer

Ainhoa Lincot

▶ **To cite this version:**

Ainhoa Lincot. Modèle direct d'anisotropie sismique dans la graine terrestre et étude texturale de la transition de phase alpha-epsilon du fer. Géophysique [physics.geo-ph]. Université de Grenoble, 2013. Français. NNT : . tel-01132582

**HAL Id: tel-01132582**

**https://theses.hal.science/tel-01132582**

Submitted on 17 Mar 2015

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

# THÈSE

Pour obtenir le grade de

## DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

Spécialité : **Sciences de la Terre**

Arrêté ministériel :

Présentée par

**Ainhoa LINCOT**

Thèse dirigée par **Philippe CARDIN et Sébastien MERKEL**

préparée au sein **de l'Institut des Sciences de la Terre, Université Joseph Fourier et CNRS**
et de **l'école doctorale Terre Univers Environnement**

# Modèle direct d'anisotropie sismique dans la graine terrestre et étude texturale de la transition de phase $\alpha$-$\varepsilon$ du fer

## Contraindre les processus géodynamiques et les propriétés minéralogiques du fer par les observations sismologiques et expérimentales

Thèse soutenue publiquement le ,
devant le jury composé de :

**Dr Daniele ANTONANGELI**
Chargé de recherche, Université Paris VI, Rapporteur
**Dr Stéphane LABROSSE**
Professeur, ENS Lyon, Rapporteur
**Dr Peter L. OLSON**
Professeur, John Hopkins University, USA, Examinateur
**Dr Helle PEDERSEN**
Physicienne, Université Grenoble Alpes, Examinatrice
**Dr Barbara ROMANOWICZ**
Professeure, University of California Berkeley et Collège de France, Examinatrice
**Dr Philippe CARDIN**
Directeur de recherche, Université Grenoble Alpes, Directeur de thèse
**Dr Sébastien MERKEL**
Professeur, université Lille1, Co-Directeur de thèse

## Résumé

## Abstract

# Remerciements

# Table des matières

**Table des matières** iii

**Table des figures** xi

**Liste des tableaux** xvii

**Liste des abbréviations** xvii

**Introduction générale** 1

**Partie I L'anisotropie sismique dans la graine terrestre Page 3**

**1 La graine sismologique** 5
- 1.1 L'outil sismologique : une sonde de la Terre interne . . . 5
  - 1.1.1 L'étude des séismes : à l'écoute de la Terre profonde . . . 6
  - 1.1.2 Les modèles globaux de Terre . . . 7
  - 1.1.3 Les principales phases sismiques dans la graine . . . 8
- 1.2 Une graine anisotrope . . . 9
  - 1.2.1 Qu'est-ce que l'anisotropie sismique ? . . . 9
  - 1.2.2 Une anisotropie sismique complexe . . . 9
    - 1.2.2.1 Une anisotropie cylindrique Nord-Sud . . . 9
    - 1.2.2.2 Une anisotropie dépendante de la profondeur . . . 11
    - 1.2.2.3 Une sous-graine . . . 12
    - 1.2.2.4 Une anisotropie hémisphérique Est-Ouest . . . 12
    - 1.2.2.5 Une anisotropie d'atténuation . . . 14
  - 1.2.3 L'anisotropie sismique de la graine : un artefact ? . . . 15
  - 1.2.4 L'origine de l'anisotropie de la graine : une question d'échelle... . 16

**2 L'anisotropie sismique à l'échelle microscopique : du monocristal au polycristal** 17
- 2.1 Quelle(s) phase(s) cristalline(s) dans la graine terrestre ? . . . 18
  - 2.1.1 Les structures cristallines du fer . . . 18
  - 2.1.2 La composition de la graine terrestre . . . 19
    - 2.1.2.1 Une graine dense, riche en Fe et Ni . . . 19
    - 2.1.2.2 Les modèles géochimiques et la composition en éléments légers . . . 19
  - 2.1.3 Le diagramme de phase du fer sous HP et HT . . . 20
    - 2.1.3.1 Le fer pur en dessous de 200 GPa . . . 21

2.1.3.2 Le fer pur au dessus de 200 GPa . . . 23
2.1.3.3 L'effet des alliages . . . 23
2.2 Propriétés élastiques du monocristal de fer ou alliage de fer aux conditions de la graine . . . 25
2.2.1 Détermination des propriétés élastiques . . . 26
2.2.1.1 Mesures expérimentales . . . 26
2.2.1.2 Les calculs ab initio ou "depuis le premier principe" . . . 27
2.2.2 Modélisation des propriétés élastiques par le tenseur élastique . . . 27
2.2.3 Modules élastiques et vitesse moyenne dans le monocristal . . . 29
2.3 Propriétés élastiques d'un polycristal . . . 30
2.3.1 Définition de la texture du polycristal . . . 31
2.3.1.1 La fonction de distribution des orientations cristallographiques (ODF) . . . 31
2.3.1.2 Représentation de la texture par les figures de pôle . . . 32
2.3.2 Détermination des propriétés élastiques du polycristal moyen . . . 33
2.3.2.1 Rotation du tenseur élastique du monocristal . . . 33
2.3.2.2 Moyennes de Voigt,Reuss et Hill ($VRH$) du tenseur élastique du polycristal . . . 34
2.3.2.3 Tenseur élastique moyen du polycristal (convention de Hill) . . . 35
2.4 Anisotropie élastique et propriétés élastiques . . . 35
2.4.1 Calcul de la vitesse de propagation des ondes $P$ dans une direction de l'espace . . . 36
2.4.1.1 Généralisation de la loi de Hooke et équation de déplacement . . . 36
2.4.1.2 Tenseur de Christoffel . . . 36
2.4.1.3 Résolution du tenseur de Christoffel . . . 37
2.4.1.4 Calcul de la vitesse moyenne (de Voigt) dans le polycristal . . . 37
2.4.1.5 Critique de la méthode . . . 37
2.4.2 L'anisotropie élastique dans un monocristal . . . 37
2.4.2.1 Anisotropie élastique dans un cristal de fer hc . . . 37
2.4.2.2 Anisotropie élastique dans un cristal de fer cc ou cfc . . . 38
2.4.2.3 Anisotropie élastique dans polycristal : effet de la texture . . . 39
2.4.2.4 Et dans la graine ? . . . 40

**3 L'anisotropie sismique à l'échelle macroscopique : de la graine à la Terre 41**
3.1 Les modèles structuraux et géodynamiques de graine . . . 42
3.2 Processus dynamiques à l'origine de l'anisotropie . . . 43
3.2.1 Solidification orientée de la graine . . . 43
3.2.2 Tailles de grain et rhéologie dans la graine . . . 44
3.3 Les processus de création de texture dans la graine . . . 45
3.3.1 Modèles géodynamiques . . . 45
3.3.1.1 Stratification thermique . . . 45
3.3.1.2 Convection thermique . . . 46
3.3.1.3 Translation . . . 47

3.3.1.4 Croissance équatoriale . . . 48
3.3.1.5 Forces de Maxwell . . . 48
3.3.1.6 Stratification chimique . . . 48
3.3.2 Modèles de texturation par solidification . . . 49
3.3.2.1 Solidification sous l'action du champ magnétique . . . 49
3.3.2.2 Solidification par croissance dendritique . . . 49
3.3.2.3 Solidification par croissance et nucléation orientées . . . 49
3.4 Conclusion de l'introduction géophysique . . . 50

PARTIE II MODÈLE DIRECT D'ANISOTROPIE GLOBALE — PAGE 51

**4 Point méthode : construction de la réponse sismique d'une graine modèle 53**
4.1 Objectifs . . . 53
4.2 Construction d'un modèle de graine élastique . . . 54
4.2.1 Définition des propriétés élastiques et de déformation plastique du fer aux conditions de la graine terrestre . . . 54
4.2.1.1 Choix du modèle élastique . . . 54
4.2.1.2 Définition des systèmes de glissement . . . 54
4.2.2 Définition du modèle de croissance de la graine . . . 55
4.2.3 Résolution du maillage sphérique de référence . . . 56
4.2.4 Suivi de particule et enregistrement du chemin de déformation . 56
4.2.5 Calcul des textures aux points de maillage . . . 57
4.2.5.1 Code VPSC . . . 57
4.2.5.2 Principe . . . 58
4.2.5.3 Définition de la texture initiale de cristallisation . . . 59
4.2.5.4 Exemple de textures finales en fonction du type de cristallisation . . . 59
4.2.6 Calcul des propriétés élastiques aux points de maillage . . . 61
4.2.7 Modèle de propagation des rais sismiques . . . 61
4.2.7.1 Construction du modèle géométrique de propagation de rais et positionnement dans l'espace . . . 61
4.2.7.2 Calcul des propriétés élastiques au point I et direction de propagation . . . 62
4.2.7.3 Vitesse des ondes $P$ dans la direction de propagation et définition des résidus sismiques . . . 64
4.2.7.4 Fit sismologique et hypothèses initiales : définition et représentation de l'anisotropie globale . . . 66
4.2.8 Validation du modèle direct d'anisotropie sismique . . . 66
4.2.8.1 Résidus synthétiques pour quelques modèles axisymétriques simples . . . 66
4.2.8.2 Conclusion . . . 73

**5 Application à des modèles axisymétriques types 75**
5.1 Description des modèles . . . 75
5.1.1 Modèles élastiques de fer aux conditions de la graine terrestre . 75
5.1.2 Modèles géodynamiques . . . 77

5.1.2.1 Croissance équatoriale : *Yos-Ran* . . . 77
5.1.2.2 Croissance équatoriale et stratification chimique . . . 77
5.1.2.3 Croissance équatoriale et solidification par croissance dendritique . . . 77
5.1.2.4 Résumé des paramètres spécifiques des modèles géodynamiques . . . 78
5.2 Résultats . . . 78
5.2.1 Textures obtenues avec chaque modèle géodynamique . . . 78
5.2.1.1 Textures du fer hc [Deguen et al., 2011] . . . 78
5.2.1.2 Textures du fer cubique . . . 81
5.2.2 Figures de vitesse des ondes $P$ . . . 84
5.2.2.1 Figures de $v_P$ pour le fer hc . . . 84
5.2.2.2 Figures de $v_P$ pour le fer cc . . . 86
5.2.2.3 Figures de $v_P$ pour le fer cfc . . . 87
5.2.3 Résidus sismiques . . . 87
5.2.3.1 Anisotropie globale Nord-Sud . . . 87
5.2.3.2 Dépendance à la profondeur . . . 90
5.2.3.3 Bilan . . . 92
5.3 Discussion . . . 93
5.3.1 Effet des processus dynamiques sur l'anisotropie sismique . . . 93
5.3.1.1 Croissance équatoriale . . . 93
5.3.1.2 Stratification . . . 93
5.3.1.3 Solidification dendritique . . . 94
5.3.2 Effet de la nature minéralogique de la graine sur l'anisotropie sismique . . . 94
5.3.3 Quel est le meilleur modèle ? . . . 95
5.3.4 Limites de la méthode . . . 95
5.3.4.1 Qualité du fit sismologique . . . 95
5.3.4.2 Grande variabilité des formes d'anisotropie monocristalline pour le fer hc . . . 96
5.4 Conclusion . . . 96

**6 Application à des modèles axisymétriques types en étude paramétrique 97**
6.1 Introduction à l'étude paramétrique . . . 97
6.2 Principe de l'étude paramétrique . . . 98
6.2.1 Représentation en paramètres adimensionnels de l'anisotropie monocristalline . . . 98
6.2.1.1 Cas du cristal cubique . . . 98
6.2.1.2 Cas du cristal hexagonal . . . 99
6.2.2 Méthode de tirage aléatoire . . . 101
6.2.2.1 Conditions initiales . . . 102
6.2.2.2 Critique du mode de tirage aléatoire . . . 103
6.3 Résultats . . . 108
6.3.1 L'anisotropie sismique dans le fer hexagonal . . . 108
6.3.1.1 Résidus sismiques . . . 108
6.3.1.2 Relation entre les paramètres adimensionnels et les résidus sismiques du modèle *Yos-Ran* . . . 111

6.3.1.3 Étude détaillée pour des modèles élastiques proches des modèles publiés . . . 113
6.3.2 L'anisotropie sismique pour le fer cubique . . . 118
6.3.2.1 Anisotropie globale et anisotropie monocristalline . . . 118
6.3.2.2 Résidus sismiques . . . 119
6.4 Discussion . . . 122
6.4.1 Critique du fit sismologique . . . 122
6.4.1.1 L'effet des modèles géodynamiques en fonction des phases cristallines . . . 122
6.5 Conclusion . . . 125

PARTIE III MÉCANISME DE TRANSITION AU COURS DE LA TRANSITION POLYMORPHIQUE $\alpha$-$\varepsilon$ DANS LE FER PUR PAGE 127

**7 Introduction 129**
7.1 Une transition de phase dans la graine ? . . . 129
7.1.1 Possibilité d'une transformation de phase dans la graine . . . 129
7.1.2 Effet sur l'anisotropie . . . 130
7.1.3 Modélisation expérimentale . . . 131
7.2 La transition $\alpha$-$\varepsilon$ dans le fer . . . 131
7.2.1 Domaine de pression et hystérésis . . . 131
7.2.2 Mécanisme de transformation . . . 132
7.2.2.1 Qu'est-ce qu'une relation d'orientation ? . . . 132
7.2.2.2 Mécanismes considérés et relations correspondantes . . . 133
7.2.2.3 Qu'est-ce qu'un variant ? . . . 134
7.2.2.4 Pourquoi Burgers ? . . . 136

**8 Étude expérimentale de la transition $\alpha$-$\varepsilon$ du fer 139**
8.1 Méthode . . . 140
8.1.1 Synchrotron et cellule à enclumes de diamant (DAC) . . . 140
8.1.2 Préparation et confinement des échantillons . . . 141
8.1.3 Protocole expérimental . . . 143
8.1.4 Traitement des données . . . 146
8.1.4.1 Principe . . . 146
8.1.4.2 Exemple d'affinement . . . 146
8.2 Résultats . . . 147
8.2.1 Hystérésis de transformation . . . 147
8.2.2 Paramètres microstructuraux . . . 148
8.2.2.1 Volumes de maille . . . 148
8.2.2.2 Tailles de grains . . . 150
8.2.3 Textures observées . . . 151
8.3 Effet de la transformation sur la texture du fer polycristallin . . . 153
8.3.1 Etude de cas : effet de la transition de phase sur les orientations dans un polycristal très orienté . . . 153
8.3.2 Simulation sans sélection de variant . . . 155
8.3.3 Simulation avec sélection de variant . . . 157

8.3.3.1 Critères de sélection . . . 157
8.3.3.2 Simulation avec sélection de variant systématique (cas $b$) . . . 159
8.3.3.3 Simulation avec sélection de variant modérée par un aléa statistique (cas $c$) . . . 160
8.3.4 Bilan des simulations . . . 161
8.4 Discussion . . . 164
8.4.1 Mécanisme de transition . . . 164
8.4.2 Quels effets agissent sur la transformation $\alpha$-$\varepsilon$ et sur les textures ? 164
8.4.2.1 L'effet de la contrainte non-hydrostatique . . . 164
8.4.2.2 Un effet de mémoire de texture partiel . . . 169
8.4.3 Limites de l'analyse texturale . . . 173
8.4.4 Et dans les autres métaux ? . . . 173
8.4.5 Et s'il y avait des phénomènes de transition de phase dans la graine terrestre ? . . . 174
8.4.5.1 Quel effet sur les textures préexistantes à l'échelle microscopique ? . . . 174
8.4.5.2 Quel effet sur les textures préexistantes à l'échelle macroscopique ? . . . 174
8.5 Conclusions . . . 176

Partie IV Le fer pur en cisaillement à haute pression Page 179

**9 Effet du cisaillement sur une transformation de phase 181**
9.1 Étude de la déformation à haute pression : de nouvelles perspectives . . . 182
9.1.1 Un dispositif récent : la cellule en cisaillement . . . 182
9.1.2 Caractéristiques techniques . . . 183
9.1.2.1 Gradient de pression . . . 183
9.1.2.2 La déformation dans une RDAC . . . 185
9.2 Effet du cisaillement sur une transformation de phase . . . 188
9.2.1 Abaissement des pressions de transition et activation de la transformation . . . 188
9.2.2 Degré de désorganisation et résistance à la déformation . . . 189
9.2.3 Effet intrinsèque de multiplication de pression . . . 189
9.2.4 Simulation de l'effet du cisaillement sur une transition de phase : application à la transformation $\alpha \rightarrow \varepsilon$ du fer . . . 190
9.2.4.1 Comportement des structures cc et hc face à la déformation . . . 190
9.2.4.2 Simulation de l'effet du cisaillement sur la transformation [Levitas and Zarechnyy, 2010a] . . . 190

**10 Étude expérimentale d'un prototype de cellule en cisaillement 195**
10.1 Objectifs . . . 195
10.2 Méthode . . . 196
10.2.1 Prototype de cellule en cisaillement . . . 196
10.2.2 Protocole expérimental . . . 197

10.3 Résultats . . . 199
10.3.1 Microscopie optique . . . 199
10.3.1.1 Indices de réfraction et localisation des structures cristallines . . . 199
10.3.1.2 Glissement du plan de l'échantillon et cisaillement réel 199
10.3.1.3 Rhéologie dans la cellule . . . 200
10.3.2 Proportions de phase . . . 201
10.3.2.1 Localisation des structures cristallines dans l'échantillon, variations latérales apparentes de concentration 201
10.3.2.2 Fluage radial et fin de la transition de phase $\alpha \rightarrow \varepsilon$ au centre . . . 202
10.3.3 Paramètres microstructuraux : gradient de pression et tailles de grain . . . 202
10.3.3.1 Gradient de pression . . . 202
10.3.3.2 Tailles de grain moyennes des phases pures et mixtes . 204
10.3.4 Textures observées . . . 206
10.3.5 Simulation de la transition . . . 208
10.3.6 Etat de contraintes . . . 209
10.4 Discussion . . . 210
10.4.1 Effet du cisaillement sur un échantillon de composition mixte . . 210
10.4.1.1 Impact sur l'évolution des paramètres microstructuraux 210
10.4.1.2 Impact sur les textures . . . 212
10.4.1.3 Bilan : quel accord avec les simulations de Levitas and Zarechnyy [2010a] ? . . . 213
10.4.2 Retour sur le nouveau prototype de RDAC . . . 214
10.4.2.1 Limitations du dispositif . . . 214
10.5 Conclusions . . . 215

**Conclusion générale** **219**

**Bibliographie** **221**

**Annexes** **243**

**Charte d'anisotropie globale** **245**

**Lettre sur la modélisation de l'anisotropie de la graine** **249**

A. Lincot, R. Deguen, S. Merkel, and P. Cardin. Forward Model of Seismic Anisotropy in the Earth's Inner Core. Submitted to *Geophys. Res. Lett.*, 2013.

**Lettre sur l'étude texturale de la transition $\alpha$-$\varepsilon$ dans le fer** **259**

A. Lincot, S. and S. Petitgirard. Phase Transition mechanisms in $\alpha$-$\varepsilon$ transformation of pure iron. Submitted to *Phys. Rev. Lett.*, 2013.

# Table des figures


1.1 Système d'identification des phases en sismologie. . . . . 6
1.2 Modèles globaux de Terre. . . . . 7
1.3 Système d'identification des phases pour la graine. . . . . 8
1.4 L'anisotropie Nord-Sud dans la graine. . . . . 11
1.5 Dépendance à la profondeur de l'anisotropie sismique. . . . . 12
1.6 La composante hémisphérique de l'anisotropie. . . . . 13
1.7 La graine sismologique. . . . . 15
1.8 Les échelles de l'anisotropie sismique de la graine. . . . . 16

2.1 Mailles atomiques élémentaires des phases cristallines du fer. . . . . 18
2.2 Diagramme de phase du fer et géotherme. . . . . 21
2.3 Diagramme de phase du fer et géotherme. . . . . 22
2.4 Évolution du domaine de stabilité du fer cfc avec Ni. . . . . 24
2.5 Diagramme de phase Fe-10%m Ni. . . . . 25
2.6 Évolution du diagramme de phase Fe-Si avec la concentration en Si. . . 26
2.7 Angles d'Euler (convention de Bunge). . . . . 32
2.8 Construction d'une figure de pôle. . . . . 33
2.9 Figure de pôle pour une orientation de cristal cubique. . . . . 33
2.10 Comparaison de profils de $v_P$ pour différents modèles élastiques de fer hc. . . . . 38
2.11 Relation entre texture et anisotropie sismique. . . . . 39
2.12 Relation entre texture et anisotropie sismique. . . . . 40

3.1 Les modèles structuraux et géodynamique de la graine. . . . . 43
3.2 Zones dendritiques cristallisées. . . . . 44
3.3 Exemples de modèles géodynamiques à écoulement radial. . . . . 46
3.4 Un modèle de texture par solidification Bergman [1997]. . . . . 50

4.1 Résolution du maillage sur un quart de plan méridien de référence. . . . 57
4.2 Enregistrement d'une trajectoire de particule. . . . . 58

4.3 Exemples de figures de pôle de fer hc. . . . . 60
4.4 Construction géométrique d'un rai synthétique dans la graine modèle. . 62
4.5 Exemple de résidus sismiques synthétiques et ajustement sismologique. 65
4.6 Dépendance en profondeur des résidus sismiques synthétiques pour les modèles structuraux. . . . . 67
4.7 Figures de vitesses associées aux ODFs des modèles texturaux. . . . . 69
4.8 Résultat de fit sismologique sur les résidus synthétiques des modèles structuraux. . . . . 71
4.9 Exemple de résidus sismiques synthétiques et ajustement sismologique. 71
4.10 Dépendance en profondeur des résidus pour les modèle à texture de solidification. . . . . 72
4.11 Propagation de rais à travers le plan équatorial dans les modèles de solidification. . . . . 73

5.1 Relation linéaire résidus et paramètres élastiques. . . . . 76
5.2 Modèle géodynamique de croissance équatoriale [Yoshida et al., 1996]. . 78
5.3 Gradient de déformation pour le modèle géodynamique de croissance équatoriale avec stratification chimique. . . . . 79
5.4 Résumé des modèles géodynamiques axisymétriques. . . . . 79
5.5 Textures du fer hc dans un quart de plan méridien. . . . . 80
5.6 Textures du fer cubique dans un quart de plan méridien. . . . . 82
5.7 Orientation des grains de fer cubique dans le modèle *Yos-Ran*. . . . . 83
5.8 Figures de vitesse du fer hc pour les trois modèles géodynamiques. . . . 85
5.9 Figures de vitesse du fer cc pour les deux modèles géodynamiques. . . . 87
5.10 Figures de vitesse du fer cfc pour les deux modèles géodynamiques. . . 88
5.11 Résidus sismiques synthétiques pour tous les modèles étudiés. . . . . 89
5.12 Dépendance à la profondeur des résidus sismiques synthétiques pour tous les modèles. . . . . 91

6.1 Paramètre adimensionnel d'anisotropie monocristalline pour le fer cubique. . . . . 99
6.2 Paramètres adimensionnels d'anisotropie monocristalline pour le fer hexagonal. . . . . 100
6.3 Relation linéaire résidus et paramètres élastiques. . . . . 101
6.4 Définition des paramètres d'interpolation. . . . . 102
6.5 Définition des paramètres d'interpolation. . . . . 103
6.6 Ecart entre $V^P_{moy}$ et $V^P_{Hill}$ aux points de maillage. . . . . 104
6.7 Etude statistique et critique de la méthode. . . . . 105
6.8 Exemple de modèle malformé. . . . . 106

6.9 Localisation des modèles pour le test de stabilité numérique après filtrage. . . . . 106
6.10 Comparaison des résidus de modèles élastiques proches et bien formés. 107
6.11 Cartes complètes d'anisotropie globale, position des modèles malformés. 109
6.12 Lissage de l'interpolation avec la différence de $v_P$. . . . . 110
6.13 Localisation des points du transect 3. . . . . 111
6.14 Spectres des résidus du transect 3. . . . . 112
6.15 Résidus de temps de trajet en fonction de l'angle à l'axe de rotation. . 115
6.16 Dépendance en profondeur des résidus de temps de trajet. . . . . 116
6.17 Cartes réduites d'anisotropie globales pour les modèles axisymétriques. 117
6.18 Anisotropie globale en fonction du nombre de Karki et al. [1997]. . . . . 120
6.19 Résidus sismiques et fits synthétique selon Karki. . . . . 121
6.20 Dépendance à la profondeur des résidus sismiques selon Karki. . . . . 123
6.21 Alignement des modèles élastiques publiés pour le fer hc. . . . . 125

7.1 Etude de cas : exemple de transition de phase cfc→hc dans la graine. . 130
7.2 Hystérésis de transformation de la transition $\alpha$-$\varepsilon$ du fer. . . . . 132
7.3 Propositions de mécanismes de transition pour $\alpha \leftrightarrow \varepsilon$. . . . . 134
7.4 Représentation des variants cc→hc. . . . . 137
7.5 Représentation d'un variant hc→cc. . . . . 137

8.1 Ligne de lumière ID27 pour les hautes pressions, ESRF Grenoble. . . . 140
8.2 Schéma de principe et photos de la MDAC. . . . . 141
8.3 Schéma et photo d'un chargement à l'hélium. . . . . 142
8.4 Hydrostaticité de He et méthanol-éthanol 4 :1 en fonction de la pression.143
8.5 Diffraction des rayons X sous rayonnement synchrotron. . . . . 144
8.6 Image de diffraction cc- et hc-Fe à l'équilibre des phases durant C3.1. . 145
8.7 Évolution du diffractogramme moyen lors de la transition $\alpha \rightarrow \varepsilon$. . . . . 145
8.8 Affinement Rietveld du diffractogramme 2D expérimental. . . . . 146
8.9 Figures de pôle du fer $\alpha$ à l'équilibre des phases durant C3.1. . . . . 147
8.10 Hystérésis expérimentale de transformation (%hc-Fe). . . . . 148
8.11 Volumes de maille expérimentaux. . . . . 149
8.12 Tailles expérimentales des cristallites. . . . . 150
8.13 Comparaison figures de pôle expérimentale et filtrée. . . . . 151
8.14 Figures de pôle observées. . . . . 151
8.15 Orientation préférentielle arbitraire et figures de pôle. . . . . 153
8.16 Simulation de transformation selon chaque variant. . . . . 154

8.17 Signature en texture d'une sélection de variant. . . . . 155
8.18 Simulation sans sélection de variant (méthanol-éthanol). . . . . 156
8.19 Critère de sélection de variant $\alpha \rightarrow \varepsilon$. . . . . 158
8.20 Critère de sélection de variant $\varepsilon \rightarrow \alpha$. . . . . 159
8.21 Définition de l'aléa statistique. . . . . 161
8.22 Simulation avec sélection de variant (He). . . . . 162
8.23 Simulation avec sélection de variant (méthanol-éthanol). . . . . 163
8.24 Tailles des grains en phase pure et moyennées par cycles. . . . . 166
8.25 Evolution de l'aléa de simulation avec variants. . . . . 167
8.26 Evolution du volume "aveugle" à la contrainte lors du cyclage. . . . . 168
8.27 Effet de mémoire de texture. . . . . 169
8.28 Localisation des orientations fossiles. . . . . 170
8.29 Evolution des textures pendant la transition. . . . . 172
8.30 Effet de la transformation sur un polycristal de fer. . . . . 174
8.31 Texture et transitions de phase dans la graine. . . . . 175

9.1 Schéma de principe d'une RDAC en diffraction des rayons X. . . . . 182
9.2 Distribution de la pression dans la chambre de l'échantillon [Ma et al., 2006b]. . . . . 184
9.3 Limite d'élasticité et comportements mécaniques des matériaux. . . . . 185
9.4 Mécanismes de déformation plastique des matériaux. . . . . 186
9.5 Domaine ductile et domaine fragile. . . . . 187
9.6 Etat de contraintes supposé dans la RDAC. . . . . 188
9.7 Quarts de coupe transversale de l'échantillon. . . . . 192
9.8 Évolution radiale fine des propriétés physiques dans l'échantillon. . . . 194

10.1 Prototype de RDAC à vis opposées d'Andreas Zerr. . . . . 197
10.2 Photo au microscope optique du transect "Est-Ouest" le long du diamètre de l'échantillon 4 avant cisaillement. . . . . 199
10.3 Résultats de microscopie optique. . . . . 200
10.4 Proportions de phase de fer hc le long d'une coupe transversale de l'échantillon. . . . . 201
10.5 Lignes de contour visible et réel de la zone centrale de fer hc pur. . . . 203
10.6 Gradient de pression le long d'un profil transversal de l'échantillon. . . 203
10.7 Evolution des tailles de grain en phase pure et mixte avec le cisaillement. 205
10.8 Distribution des textures observées en fonction du degré de cisaillement. 207
10.9 Ligne de lumière ID27 pour les hautes pressions, ESRF Grenoble. . . . 209
10.10 Etat de contraintes de cisaillement au cours de l'expérience. . . . . 210

11 Spectres des résidus du transect 3. . . . . 246
12 Spectres des résidus du transect 3. . . . . 247

# Liste des tableaux

2.1 Notation du tenseur élastique en convention de Voigt. . . . . 28
2.2 Constantes élastiques pour des symétries cubiques et hexagonales. . . . 29
2.3 Ratios adimensionnels pour l'anisotropie monocristalline cubique. . . . 39

4.1 Systèmes de glissement pour les structures hc, cc et cfc. . . . . 55
4.2 Systèmes de glissement pour les simulations de texture. . . . . 56

5.1 $C_{ij}$ et paramètres adimensionnels des modèles de référence. . . . . 76

6.1 $C_{ij}$ et paramètres adimensionnels des modèles de référence. . . . . 114
6.2 $C_{ij}$ et paramètres adimensionnels des modèles de référence. . . . . 119

7.1 Détail des mécanismes proposés pour $\alpha \rightarrow \varepsilon$ dans le fer. . . . . 135
7.2 Variants dans la transition $cc \rightarrow hc$-Fe selon Burgers [1934]. . . . . 136

8.1 Séries d'expériences. . . . . 144

10.1 Séries d'expérience effectuées sur des échantillons de fer en RDAC. . . . 198

# Introduction générale

*"Alors une invincible épouvante s'empara de mon cerveau et ne le quitta plus. J'avais le sentiment d'une catastrophe prochaine, et telle que la plus audacieuse imagination n'aurait pu la concevoir. Une idée, d'abord vague, incertaine, se changeait en certitude dans mon esprit. Je la repoussai, mais elle revint avec obstination. Je n'osais la formuler. Cependant, quelques observations involontaires déterminèrent ma conviction. A la lueur douteuse de la torche, je remarquai des mouvements désordonnés dans les couches granitiques ; un phénomène allait évidemment se produire, dans lequel l'électricité jouait un rôle ; puis cette chaleur excessive, cette eau bouillante !... Je voulus observer la boussole. Elle était affolée !"*

J. Verne, *Voyage au centre de la Terre*, 1864.

Qu'y a-t-il au centre de la Terre ? Cette question, bien que simple en apparence, a donné et continue de donner du fil à retordre aux scientifiques. S'il est maintenant évident que le monde fantastique peuplé de dinosaures qu'imaginait Jules Verne n'existe pas, il reste encore de nombreuses interrogations au sujet de ce noyau dense, riche en fer, et de sa graine solide en son centre, découverte par Lehmann [1936] au cœur de la planète. Que ce soit au sujet de la composition exacte de la graine, de sa structure, de sa nature minéralogique ou même de son mode de formation, la littérature, riche et documentée, peine à trancher. En géodynamique de la Terre profonde, on étudie la formation de la graine et on en prédit la structure. Les calculs théoriques et les expériences minéralogiques permettent quant à eux d'estimer les propriétés du fer à ces conditions de pression et de température extrêmes.

Cela fait maintenant plusieurs décennies qu'on reconnaît l'existence d'une anisotropie sismique dans la graine terrestre, découverte ici à Grenoble, dans ce laboratoire, il y a 30 ans . Il s'agit d'une propriété complexe qui fait appel à la fois aux propriétés élastiques des cristaux qui la composent, et à la déformation de la matière qui aligne les cristaux. Dans le cadre de l'étude de la géodynamique et de l'anisotropie mantellique, il existe des modèles numériques permettant de simuler le développement des textures et de calculer les propriétés élastiques et l'anisotropie résultante dans le manteau [Kaminski et al., 2004, Karato et al., 2008, Castelnau et al., 2009]. Cette méthode peut être transposée à l'étude de l'anisotropie de la

graine. En reprenant le modèle de déformation du fer sous haute pression de Wenk et al. [2000b], Deguen et al. [2011] ont généré des modèles de graine élastique, plus réalistes, et donc plus à même de se reproduire des propriétés élastiques susceptibles d'être en accord avec des observations sismologiques qui décrivent une graine toujours plus complexe.

Néanmoins, la comparaison entre des modèles de graine élastique et l'anisotropie sismique n'est pas évidente. Dans le cadre de ma thèse, j'ai prolongé les travaux de Deguen et al. [2011] pour établir un lien entre géodynamique, minéralogie et sismologie et construit un modèle de propagation de rais sismiques afin de produire des résidus synthétiques, directement comparables aux résidus de temps de trajet $PKPbc - PKPdf$ des sismologues de la graine.

J'ai par ailleurs mené des études expérimentales à haute pression sur l'effet des transformations de phase et du cisaillement sur les textures dans le fer pur. Les objectifs étaient en particulier de déterminer les mécanismes de transition et de tester un nouvel appareillage de cellule diamant rotative, permettant l'étude de la rhéologie des matériaux Les conclusions de ces études peuvent être, avec une certaine précaution, rapportées au cas macroscopique de transformations du fer dans la graine terrestre.

Ce manuscrit s'articule en quatre parties principales. Dans une première partie introductive, je présente les caractéristiques de l'anisotropie de la graine et son origine. Ensuite, dans une deuxième partie, je décris le modèle direct d'anisotropie que j'ai mis au point et je présente les résultats associés. Dans une troisième partie, je traite des expériences de transitions de phase dans le fer à haute pression et de la détermination expérimentale de son mécanisme de transition. Enfin, dans une dernière partie, je présente les résultats des expériences de cisaillement sur le fer.

# Première partie

# L’anisotropie sismique dans la graine terrestre

# Chapitre 1

# La graine sismologique

## Sommaire


**1.1 L'outil sismologique : une sonde de la Terre interne . . . . 5**
1.1.1 L'étude des séismes : à l'écoute de la Terre profonde . . . . 6
1.1.2 Les modèles globaux de Terre . . . . . 7
1.1.3 Les principales phases sismiques dans la graine . . . . . 8
**1.2 Une graine anisotrope . . . . . 9**
1.2.1 Qu'est-ce que l'anisotropie sismique ? . . . . . 9
1.2.2 Une anisotropie sismique complexe . . . . . 9
1.2.3 L'anisotropie sismique de la graine : un artefact ? . . . . . 15
1.2.4 L'origine de l'anisotropie de la graine : une question d'échelle...16


## 1.1 L'outil sismologique : une sonde de la Terre interne

La Terre interne est un monde complètement inaccessible. Le sondage le plus profond réalisé dans la croûte ne dépasse pas la dizaine de kilomètres, ce qui est loin des 6371 km que totalise le rayon terrestre. Pour obtenir des informations sur la Terre profonde et sur la graine en particulier, on ne dispose donc quasiment pas de moyen direct. L'abondance des sources naturelles (séismes) ou contrôlées (explosions), couplée à leur atténuation relativement faible avec la distance, fait de la sismologie la méthode géophysique la plus puissante pour explorer les propriétés de la Terre interne. Les méthodes sismologiques permettent d'observer des objets jusqu'à six ordres de grandeur de différence, de quelques mètres pour des applications en ingénierie jusqu'au centre de la Terre.

L'étude des séismes profonds a permis de surpasser les limites physiques à l'exploration du noyau interne. De fait, l'essentiel des observations géophysiques sur l'intérieur de la Terre sont des données sismologiques. Cependant, si la sismologie permet de mesurer certaines caractéristiques du noyau interne telles que la vitesse des ondes $P$ et $S$, la masse volumique et la pression, elle ne permet pas d'accéder directement à la composition chimique et la nature minéralogique.

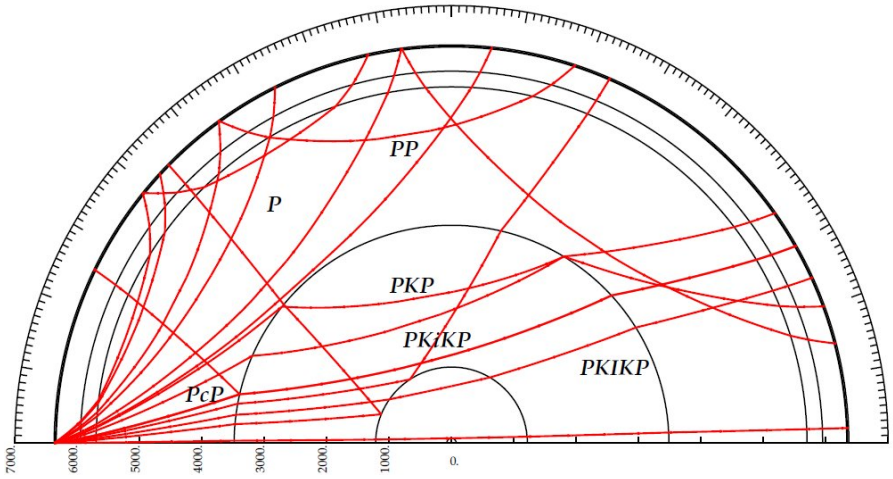



FIGURE 1.1 – Système d'identification des phases en sismologie (extrait de Kennett [2005]).

### 1.1.1 L'étude des séismes : à l'écoute de la Terre profonde

Les séismes génèrent des ondes acoustiques du fait de la libération d'énergie élastique en leur foyer [Dewaele et al., 2005]. Les ondes qui sondent le globe en profondeur sont des ondes de volume et sont de deux types : les ondes de compression (ondes $P$) et les ondes de cisaillement (ondes $S$). Ces ondes se propagent à l'intérieur du globe et on peut détecter leur émergence à la surface à l'aide de sismomètres. Grâce à des stations d'enregistrement réparties sur l'ensemble du globe, l'arrivée en surface d'ondes sismiques est enregistrée en permanence avec une assez bonne couverture spatiale. On peut donc, pour un séisme donné, construire la courbe exprimant le temps d'arrivée des ondes sismiques en fonction de la distance à la source. Ce travail permet à la fois l'identification des réflecteurs sismiques (sur lesquels les ondes $P$ et $S$ se réfléchissent et se réfractent) dans la Terre. Il permet aussi de produire des profils moyens de vitesse de propagation des ondes sismiques dans la Terre.

Avec les réflexions internes et les conversions d'ondes aux interfaces ($P \rightarrow S$ et $S \rightarrow P$), les sismologues ont développé un système d'identification des phases qui permet de référencer à la fois le type d'ondes ($P$ ou $S$), la région dans laquelle elles se propagent (K et I pour les ondes $P$ dans le noyau externe et dans la graine respectivement), et la surface sur laquelle elles ont été réfléchies (c pour l'interface manteau-noyau externe ou CMB, pour Core Mantle Boundary et i pour la surface de la graine ou ICB, pour Inner Core Boundary). A titre d'exemple, une onde PKIKP (Fig. 1.1) est une onde $P$ qui n'a subi aucune réflection ou conversion de phase à un interface et qui s'est propagée tour à tour dans le manteau, dans le noyau externe puis dans la graine avant de remonter à la surface de la Terre. Si une onde a subi de multiples réflexions, les lettres désignant la phase sont dédoublées (ex : PKIKPPcP, l'onde PKIKP a d'abord été réfléchie une fois à la surface de la Terre, puis à la CMB, pour enfin finir sa course, sans conversion d'onde, à la surface).

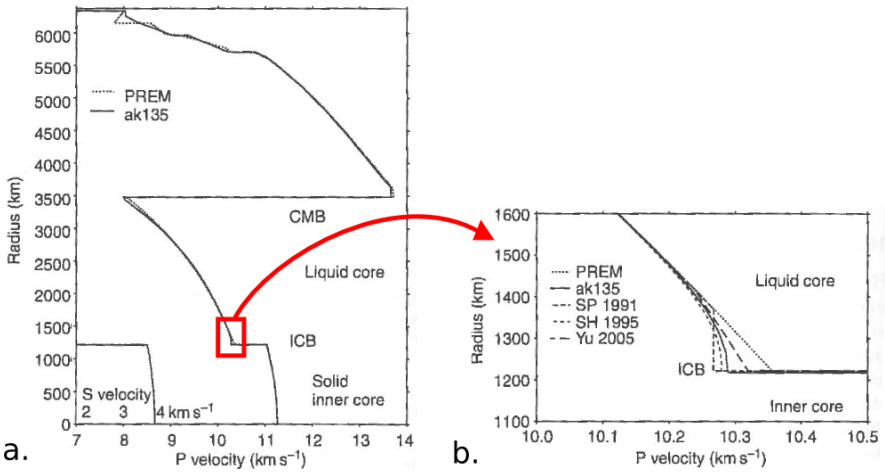



FIGURE 1.2 – Comparaison entre les modèles globaux de Terre PREM et ak135 (extrait et modifié de Souriau [2009]). En $a$, profil de vitesses des ondes $S$ et $P$ sur l'ensemble du rayon terrestre pour les deux modèles. En $b$, profil de vitesses des ondes $S$ et $P$ autour de l'ICB. La région correspondante en $a$ est indiquée par un rectangle rouge.

### 1.1.2 Les modèles globaux de Terre

Il existe plusieurs modèles globaux de Terre qui présentent les profils de vitesse des ondes sismiques dans la Terre [Souriau, 2009]. Le modèle PREM combine à la fois les ondes de volumes et les modes propres, ce qui nous permet d'obtenir un modèle qui comporte non seulement l'évolution des vitesses des ondes $P$ et $S$ avec la profondeur, mais aussi celle de la densité. Le modèle ak135 [Kennett et al., 1995, Kennett, 2005] est construit à partir de l'étude des ondes de volume uniquement. Il est à ce jour le meilleur modèle pour les ondes $P$ de compression dans le noyau.

Une comparaison entre les deux modèles, PREM et ak135, est fournie en Fig. 1.2. La Fig. 1.2a présente le profil global des vitesses d'ondes sismique dans la Terre des modèles PREM et ak135. Il montre trois principales discontinuités des vitesses sismiques qui séparent les différentes enveloppes terrestres : la discontinuité entre le manteau supérieur et le manteau inférieur à 670 km de profondeur, la discontinuité de Gutenberg entre le manteau inférieur et le noyau externe (CMB) à 2900 km et la dernière discontinuité, qui nous intéresse ici, noyau liquide-graine (ICB) à 5150 km de profondeur.

Le fait que les vitesses des ondes $P$, $v_P$, et $S$, $v_S$, augmentent régulièrement avec la profondeur indique que le noyau externe et le noyau interne sont quasi-homogènes. La vitesse des ondes $P$ décroît très fortement en passant du manteau au noyau liquide soulignant le changement de nature de ces deux enveloppes. Les profils de vitesse montrent également que le noyau externe est liquide et que la graine est solide. Dans le noyau externe liquide en effet, les ondes $S$ ne se propagent pas car un liquide n'oppose aucune résistance au cisaillement. En revanche, les ondes $S$ peuvent réapparaitre à l'ICB grâce à la conversion d'une partie des ondes $P$ en ondes $S$ et se propagent dans la graine solide, ce qui est confirmé par l'étude des oscillations libres par Woodhouse et al. [1986], Tromp [1993] et Romanowicz

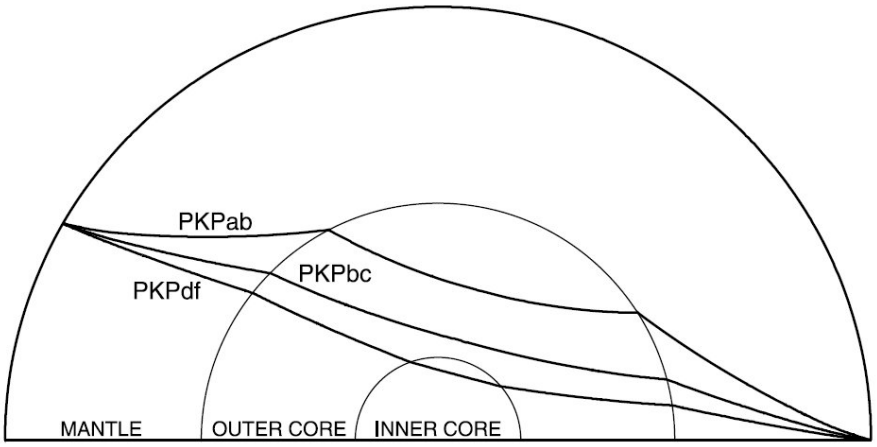



FIGURE 1.3 – Système d'identification des phases sismiques adapté à la sismologie de la graine (extrait de Irving and Deuss [2011]).

and Durek [2000]. Les ondes sismiques $PKJKP$ ($J$ pour ondes $S$ dans la graine) sont très difficiles à détecter directement [Okal and Cansi, 1998, Deuss et al., 2000]. Plus récemment, Cao and Romanowicz [2009] semble formel sur la détection de cette phase dans un cas particulier alors que Shearer et al. [2011] concluent qu'elles ne peuvent être observées à partir de la base de données à longue période.

De manière générale, les deux modèles PREM et ak135 sont presque superposables. Néanmoins, ce n'est pas le cas lorsqu'on regarde en détail les profils de vitesse des ondes $P$ autour de l'interface noyau externe-graine, l'ICB (Fig. 1.2b). A la base du noyau liquide, le gradient de vitesse est plus faible par rapport à PREM et le saut de vitesse des ondes $P$ est plus important. Si l'on analyse cette variation en terme de densité, cette observation impliquerait l'existence d'une couche liquide dense (appelée couche F) à la surface de la graine. Les conséquences en termes de nature et de proportion en éléments légers incorporés dans la graine peuvent potentiellement être importantes.

### 1.1.3 Les principales phases sismiques dans la graine

L'étude de la graine est fondée sur l'observation des temps de trajet et des amplitudes, obtenues avec le modèle ak135, des différentes phases (ondes $P$, $S$ ou les deux) échantillonnant le noyau. On s'intéresse ici aux trajectoires sismiques des ondes $P$ qui traversent la graine, à celles qui sont réfléchies à l'ICB ainsi qu'à celles qui échantillonnent seulement le noyau externe : les ondes PKIKP, PKiKP et PKP, respectivement. Ces trajectoires ne sont parcourues que pour des séismes de grande ampleur avec un hypocentre profond.

Les sismologues de la graine ont établi un système d'identification complémentaire, mieux adapté à l'étude du noyau interne. Les principales phases sismiques de la graine sont indiquées en Fig. 1.3. La phase $PKPdf$ est une onde PKIKP, traversant la graine. Les phases $PKPbc$ et $PKPab$ suivent toutes deux des trajectoires de type PKP et ne traversent pas la graine. La différence entre ces deux trains d'ondes réside dans le fait que la première passe au plus près de l'ICB alors

que le point de retournement du rai (i.e. point le plus profond du rai ou turning point) de la deuxième se trouve environ à mi-profondeur du noyau externe liquide. En dernier lieu, il est également possible d'étudier les temps de trajet associés aux ondes PKiKP qui se réfléchissent à l'ICB.

Une des principales difficultés de l'étude des temps de trajet dans la graine est qu'on étudie un petit objet (moins de 0.7% du volume de la Terre) et très distant. Les trains d'ondes qui l'échantillonnent arrivent donc en surface assez atténués. De plus, ces ondes traversent à deux reprises le manteau et la croûte. Cette dernière ainsi que la base du manteau, la couche D", et le manteau supérieur (plaques en subduction) sont hautement hétérogènes [Souriau, 2009]. Dès que cela est possible, il est donc pratique d'utiliser des temps de trajet différentiels entre des phases proches (ex : $PKPbc$-$PKPdf$ ou $PKPab$-$PKPdf$, voir Irving and Deuss [2011] ou Creager [1999]). Cela présente l'avantage de retirer en partie la contribution du manteau et de la croûte, ainsi que les erreurs de localisation et d'évaluation des temps de trajet. En particulier, la phase $PKPdf$, qui échantillonne la graine, est souvent associée à la phase voisine $PKPbc$. Celle-ci présente un point de retournement du rai situé à la base du noyau liquide et a presque la même forme que la phase $PKPdf$. On peut également utiliser la phase $PKPab$, qui est plus distante et plus marquée par la signature des hétérogénéités de la couche D". Ainsi, en s'affranchissant en grande partie de l'influence de la croûte et du manteau, on peut finalement isoler le signal sismologique de la graine.

## 1.2 Une graine anisotrope

### 1.2.1 Qu'est-ce que l'anisotropie sismique ?

L'anisotropie sismique est un terme général utilisé pour décrire un matériau dont les propriétés élastiques dépendent de son orientation. Dans un milieu isotrope, la vitesse de propagation des ondes sismiques est complètement indépendante de la trajectoire suivie et de l'orientation du matériau. A l'inverse dans un matériau anisotrope, les ondes sismiques se propagent avec des vitesses différentes en fonction de leur direction de propagation. Dans la suite de la discussion, j'utiliserai le terme d'anisotropie pour parler de l'anisotropie sismique des ondes $P$.

### 1.2.2 Une anisotropie sismique complexe

#### 1.2.2.1 Une anisotropie cylindrique Nord-Sud

La seule observation directe que l'on ait d'une anisotropie sismique de la graine terrestre est relative aux ondes $P$ [Morelli et al., 1986, Woodhouse et al., 1986, Souriau, 2003]. La découverte de la composante Nord-Sud de l'anisotropie sismique de la graine remonte aux travaux pionniers de Poupinet et al. [1983]. Il s'agit de la première fois où une différence de temps de trajet entre les ondes PKIKP se propageant le long de l'axe de rotation et celles qui se propagent dans le plan équatorial a été observée. Sans parler d'anisotropie sismique, Poupinet et al. [1983] évoquent plutôt la possible existence d'hétérogénéités de vitesse dans la graine

avec des zones anormalement rapides le long de l'axe Nord-Sud. En réalité, le fait qu'un matériau soit considéré anisotrope ou hétérogène dépend souvent de l'échelle à laquelle on se place pour analyser ses propriétés [Maupin, 2009]. Un matériau hétérogène à petite échelle peut ainsi apparaître homogène et anisotrope à grande échelle. Comme la sismologie de la Terre profonde sonde les structures avec des ondes de grande échelle, il convient donc de traiter le problème en termes d'anisotropie [Capdeville and Marigo, 2007].

L'anisotropie sismique observée par Poupinet et al. [1983] est détectable à la fois dans la levée de dégénérescence ou dédoublement (splitting) des modes propres traversant le noyau [Woodhouse et al., 1986] et dans la comparaison des temps de trajets entre les trajectoires polaires, proches de l'axe de rotation, et ceux qui correspondent à des trajectoires équatoriales [Morelli et al., 1986, Irving and Deuss, 2011]. Poupinet et al. [1983] formulent l'hypothèse d'une anisotropie sismique cylindrique afin d'expliquer ces différences de temps de trajet entre les rais polaires et équatoriaux. Morelli et al. [1986] estiment l'anisotropie moyenne dans la graine à environ 1%. Ils décrivent une dépendance radiale de l'anisotropie avec une enveloppe externe fortement anisotrope (de l'ordre de 3%) proche de l'interface noyau externe-noyau interne (ICB) et diminuant avec la profondeur. Cette estimation de l'amplitude de l'anisotropie est cohérente avec les résultats de Woodhouse et al. [1986], bien que ceux-ci l'aient trouvée légèrement plus importante, de l'ordre de 4% en surface.

Récemment, Irving and Deuss [2011] ont estimé une amplitude de l'anisotropie Nord-Sud de l'ordre de 3,8% d'après leurs études sur des résidus de temps de trajet $PKPbc$-$PKPdf$. En Fig. 1.4, nous présentons leurs figures de résidus de temps de trajet différentiels en fonction de l'angle entre le rai et l'axe de rotation, $\zeta$. Pour les deux types de résidus, $PKPbc$-$PKPdf$ (a) et $PKPab$-$PKPdf$ (b), on remarque facilement le décalage entre les rais polaires ($\zeta \approx 0°$) et les rais équatoriaux ($\zeta \approx 90°$), avec une rupture de pente vers $\zeta \approx 90°$. Comme les résidus positifs marquent les trajectoires les plus rapides, on note bien que les rais polaires se propagent plus rapidement que les rais équatoriaux. Le fit quadratique montre entre 3,3% ($PKPab$-$PKPdf$) et 3,8% ($PKPbc$-$PKPdf$) d'anisotropie.

Depuis les premiers travaux de Poupinet et al. [1983], l'observation de l'anisotropie sismique a bien évolué, notamment en termes de dépendance radiale et d'amplitude du signal. De manière générale, on considère que les ondes suivant des trajectoires polaires arrivent environ 3 s avant celles qui se propagent dans le plan équatorial. Cette observation peut être expliquée par une anisotropie cylindrique d'environ 3 à 4% (Fig. 1.4) avec un axe rapide aligné [Garcia and Souriau, 2000], voire légèrement penché [Creager, 1992, Su and Dziewonski, 1995, Romanowicz et al., 1996], par rapport à la direction Nord-Sud. Toutefois, notons d'ores et déjà sur la Fig. 1.4 qu'il existe bien moins de trajets polaires (entre 0 et 30°) que de trajets équatoriaux et que de plus, ceux-ci correspondent bien souvent aux mêmes couples épicentre-sismomètre. L'observation de l'anisotropie de la graine terrestre est donc partielle et il faut garder à l'esprit que des biais peuvent s'introduire lors de la généralisation.

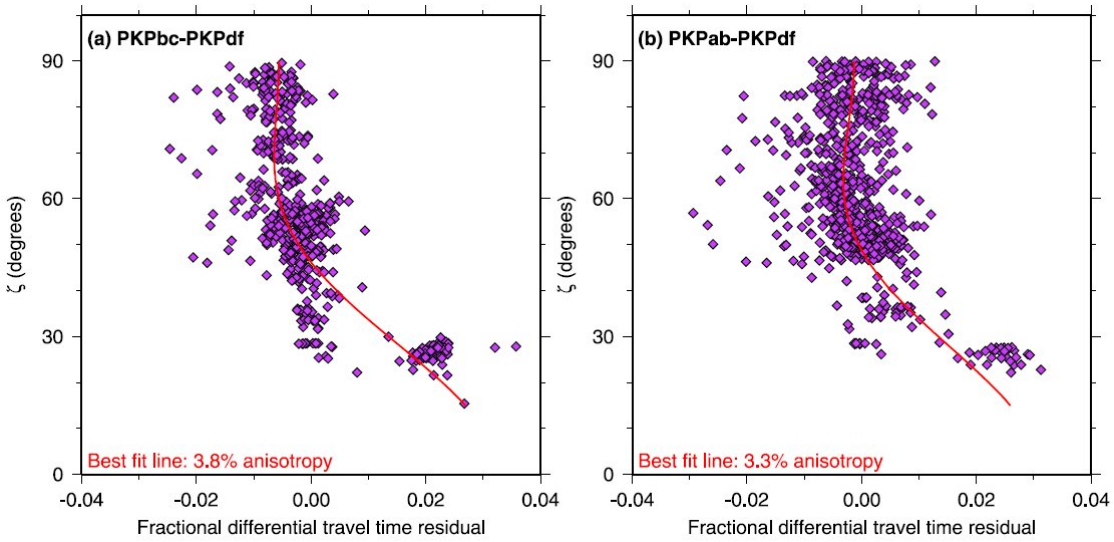



FIGURE 1.4 – Résidus de temps de temps de trajets différentiels $PKPbc$-$PKPdf$ (à gauche) et $PKPab$-$PKPdf$ (à droite) (extrait de Irving and Deuss [2011]) en fonction de l'angle que fait le rai sismique à son point le plus profond par rapport à l'axe de rotation. Le fit quadratique appliqué sur les résidus décrit une anisotropie de l'ordre de 3,8%.

#### 1.2.2.2 Une anisotropie dépendante de la profondeur

D'après l'étude des résidus sismiques de temps de trajets des ondes $PKPdf$, il existe une dépendance à la profondeur de l'anisotropie sismique. La Fig. 1.5 trace l'évolution des temps de trajet des ondes $PKPdf$ en fonction de l'angle à l'axe de rotation et de la profondeur du point de retournement du rai [Souriau, 2003]. On constate une augmentation progressive de l'amplitude de l'anisotropie Nord-Sud avec la profondeur à partir d'une couche superficielle quasiment isotrope. Il est généralement admis que l'anisotropie n'excède pas 1% dans les premiers 50 à 150 km en dessous de l'ICB. Les 50 premiers kilomètres seraient même complètement isotropes [Shearer, 1994, Song and Helmberger, 1995, Song and Helmberger, 1998, McSweeney et al., 1997, Creager, 2000, Garcia and Souriau, 2000]. Cette couche externe (quasiment) isotrope présente également une forte dispersion [Calvet and Margerin, 2008]. L'étendue de l'interface entre ces deux enveloppes est encore controversée, bien qu'il existe certains arguments en faveur d'une discontinuité brusque [Song and Helmberger, 1998, Ouzounis and Creager, 2001, Song and Xu, 2002].

Il n'existe pas de consensus sur la variation de l'anisotropie sismique en dessous de cette couche externe quasiment isotrope. Parmi les nombreux modèles proposés, le modèle de Tromp [1995], obtenu à partir des modes propres, suggère une augmentation de l'anisotropie vers le centre de la graine. A l'inverse, les résultats d'inversions simultanées sur les modes propres et les ondes de volume d'Ishii et al. [2002] présentent plutôt une anisotropie constante voire décroissante avec la profondeur.

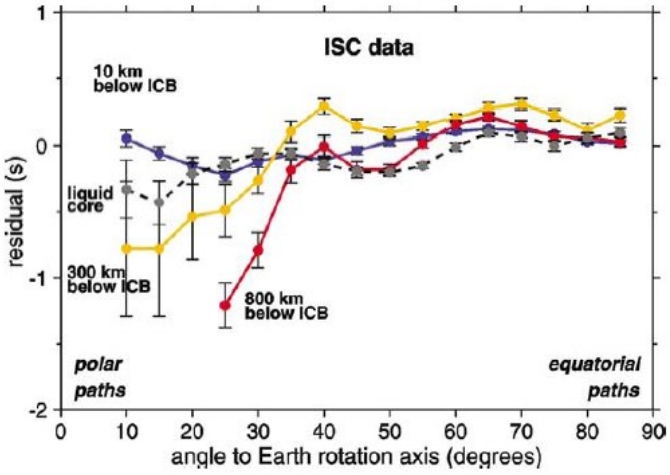



FIGURE 1.5 – Évolution de l'amplitude de l'anisotropie Nord-Sud observée en fonction de la profondeur de retournement d'un catalogue de rais sismiques de type $PKPdf$ (extrait de Souriau [2003]).

#### 1.2.2.3 Une sous-graine

Ishii and Dziewoński [2002] ont révélé l'existence d'une sous-graine, de rayon ≈300 km, dont les propriétés élastiques diffèrent de celles des couches plus externes. L'axe rapide d'anisotropie serait alors orienté à 45° de l'axe de rotation. La présence d'une sous-graine a été confirmée par la suite par les études de Beghein and Trampert [2003] et Romanowicz and Durek [2000]. Cependant, d'après Beghein and Trampert [2003], l'axe de rotation de la graine serait en fait la direction lente d'anisotropie dans la sous-graine (de diamètre ≈400 km), contrairement à ce qu'ont trouvé Ishii and Dziewoński [2002] et contrairement à la direction rapide de l'anisotropie sismique observée sur la graine globale. Enfin, Sun and Song [2008] ont construit par inversion du temps de trajet d'ondes PKIKP un modèle tridimensionnel de la texture de la graine qui favorise cette fois-ci une sous-graine de rayon ≈600 km, présentant une vitesse de propagation minimale à 45° de l'axe de rotation, et maximale le long de l'axe de rotation et dans le plan équatorial. En fait, Calvet et al. [2006] ont montré que des modèles de graine caractérisés par la présence d'une sous-graine de rayon 450-550 km expliquent aussi bien les données si l'axe polaire est lent ou rapide. Ainsi, si la présence d'une sous-graine est généralement acceptée, il n'existe pas de consensus scientifique quand à son volume et son anisotropie.

#### 1.2.2.4 Une anisotropie hémisphérique Est-Ouest

Tanaka and Hamaguchi [1997] ont proposé l'existence d'une composante hémisphérique à l'anisotropie sismique à partir de l'analyse de temps de trajet différentiels $PKPbc$-$PKPdf$. Ces résultats ont montré que les rais traversant la graine parallèlement à l'axe de rotation n'ont pas la même vitesse en fonction de la longitude des points d'entrée et de sortie. Depuis, un certain nombre d'auteurs ont eux aussi détecté cette anisotropie hémisphérique à partir de leur propre catalogue de rais PKP sondant la graine [Creager, 1999, Niu and Wen, 2001, Niu and Wen,

2002, Cao and Romanowicz, 2004, Waszek et al., 2011, Irving and Deuss, 2011]. Récemment, c'est à partir de l'observation des modes propres que Deuss et al. [2010] ont démontré à nouveau l'existence de variations régionales de l'anisotropie.

De manière générale, on décrit deux hémisphères, Ouest et Est. Coïncidemment (ou pas mais la raison demeure obscure à l'heure actuelle), l'hémisphère Ouest de la graine est plus ou moins situé plus ou moins à l'applomb du continent américain. L'hémisphère Est est situé sous la plaque eurasienne. Comme les dernières études indiquent que, bien qu'il existe une super-rotation de la graine, celle-ci demeure faible, de l'ordre de 0 à 0,3°/an [Souriau, 2007], cela signifierait que la position des hémisphères par rapport aux enveloppes terrestres externes est stable dans le temps.

En Fig. 1.6, nous présentons une deuxième figure d'Irving and Deuss [2011] qui reprend les mêmes résidus de temps de trajet (*PKPbc-PKPdf* en (a), *PKPab-PKPdf* en (b)) que dans la Fig. 1.4 mais en les coloriant différemment en fonction de leur localisation géographique. En rouge, on retrouve les trajectoires de l'hémisphère Ouest, et en bleu, celles de l'hémisphère Est. On remarque une très forte disparité géographique : que ce soit en (a) ou en (b), l'hémisphère Ouest est très fortement anisotrope et l'hémisphère Est presque isotrope.

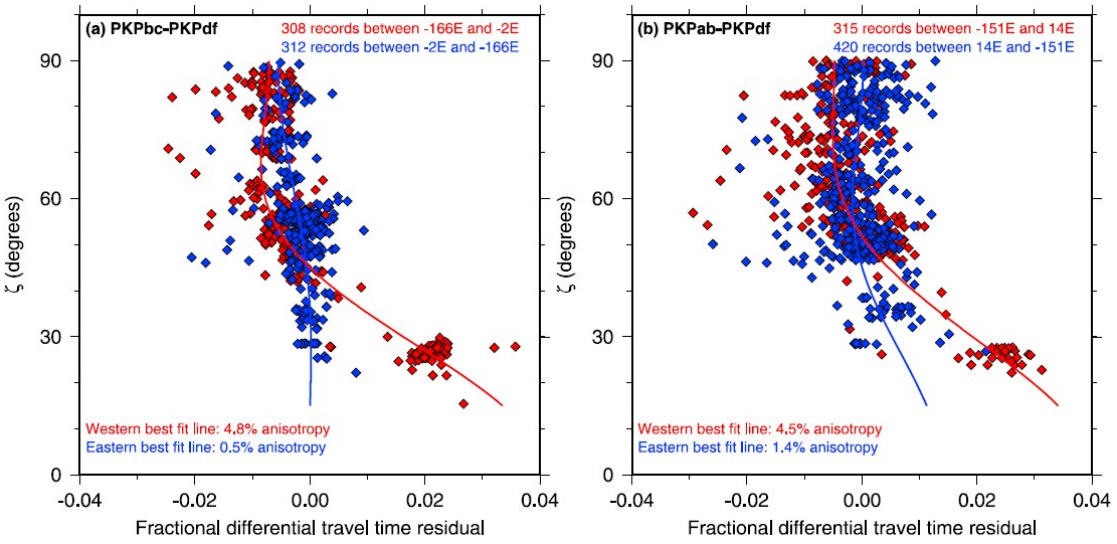



FIGURE 1.6 – Résidus de temps de temps de trajets différentiels *PKPbc-PKPdf* (à gauche) et *PKPab-PKPdf* (à droite) (extrait de Irving and Deuss [2011]) en fonction de l'angle que fait le rai sismique par rapport à l'axe de rotation. Le nuage de points des résidus de temps de trajet différentiels *PKPbc-PKPdf* est divisé en deux groupes en fonction de l'hémisphère : en rouge, les trajectoires de rai dans l'hémisphère Ouest, en bleu, celles de l'hémisphère Est. On applique un fit quadratique à chacun. Hémisphère Ouest : anisotropie de l'ordre de 4,8%. Hémisphère Est : anisotropie de l'ordre de 0,5%.

Bien que de fortes hétérogénéités mantelliques localisées le long de quelques trajectoires anormales puissent générer une composante hémisphérique [Ishii et al., 2002], cela ne suffit pas à expliquer l'amplitude observée [Romanowicz et al., 2003].

Pour expliquer la composante hémisphérique, Tanaka and Hamaguchi [1997] ont donc proposé l'existence d'une couche superficielle isotrope d'épaisseur variable recouvrant un corps de graine anisotrope. Pour Creager [2000] et Garcia and Souriau [2000], son épaisseur est minimale, de l'ordre de 100 km, dans l'hémisphère Ouest et maximale dans l'hémisphère Est, atteignant 400 km. Ainsi, l'excès de matériau isotrope dans l'hémisphère Est diminuerait la vitesse de propagation des ondes sismiques le long de l'axe de rotation. On parle d'hémisphère lent. A l'inverse, l'épaisseur isotrope étant nettement plus faible dans l'hémisphère Ouest, les vitesses des ondes sismiques ne traversent principalement que du matériau anisotrope et se propagent donc plus rapidement le long de l'axe de rotation qu'à l'Est.

#### 1.2.2.5 Une anisotropie d'atténuation

Les nombreux travaux sur l'atténuation dans la graine ont montré que la facteur d'atténuation $Q$ dans les couches externes du noyau interne était faible [Doornbos, 1974, 1983, Cormier, 1981, Niazi and Johnson, 1992, Bhattacharyya et al., 1993, Souriau et al., 1997, Tseng et al., 2001, Oreshin and Vinnik, 2004]. La modélisation des formes d'onde PKP pour des distances plus ou moins opposées montre également une augmentation de $Q$ avec la profondeur [Li and Cormier, 2002], qui s'accompagne d'une diminution de la dispersion des valeurs de $Q$ et traduisant une plus grande homogénéité. La région centrale de la graine présentant un facteur de qualité $Q$ élevé, correspond à peu près à la sous-graine décrite par Ishii et al. [2002] et Beghein and Trampert [2003]. Cela peut être l'indication d'une fabrique différente au centre [Cormier and Stroujkova, 2005], cohérente avec les observations selon lesquelles les propriétés élastiques de la sous-graine seraient différentes de celles des enveloppes externes de la graine [Ishii et al., 2002].

En plus de cette dépendance à la profondeur, il a été démontré qu'il existait des variations régionales à grande échelle de l'anisotropie d'atténuation [Wen and Niu, 2002, Garcia, 2002]. On constate une géométrie hémisphérique qui semble parfaitement corrélée à l'anisotropie hémisphérique évoquée précédemment (Fig. 1.7) [Tseng et al., 2001, Wen and Niu, 2002, Cao and Romanowicz, 2004, Yu and Wen, 2006]. Dans les premiers 85 km, on observe un faible $Q$ dans l'hémisphère Est (propagation rapide le long de l'axe de rotation). A l'inverse, dans l'hémisphère Ouest (propagation moins rapide), les observations montrent que le facteur de qualité est fort. Notons que ces variations régionales d'atténuation semblent uniquement superficielles puisqu'elles n'ont pas été détectées en profondeur [Li and Cormier, 2002, Cao and Romanowicz, 2004, che Yu and Wen, 2006].

L'atténuation renseigne sur la nature physique de la graine et sa texturation. En effet, cette dernière peut générer une perte d'énergie à cause de la plus grande dispersion (i.e. scattering), à l'origine d'une atténuation sismique. Aussi, il est possible que les deux hémisphères Est et Ouest ne présentent pas la même texture. Cela n'est possible que si la dynamique de la graine est bipolaire. Calvet and Margerin [2008] proposent un fort scattering de la couche isotrope externe. Les variations latérales d'épaisseur de cette unité seraient donc à l'origine de la différence d'atténuation constatée.

En plus de la dispersion [Li and Cormier, 2002], d'autres mécanismes peuvent

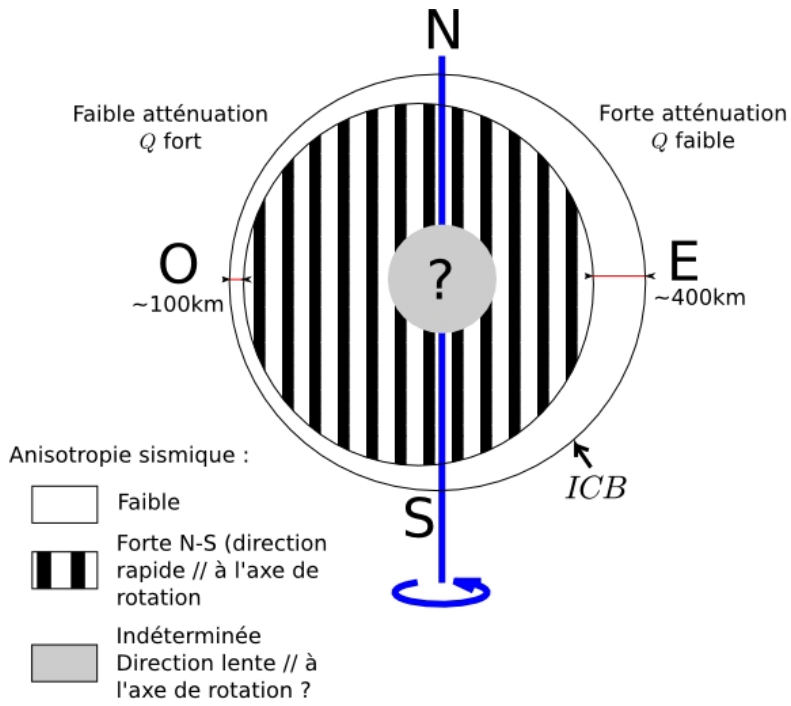



FIGURE 1.7 – La graine sismologique (inspirée de Souriau [2009]). La couche isotrope de surface, d'épaisseur variable, enveloppe un cœur anisotrope (souligné par des rayures). La possible sous-graine de propriétés élastiques différentes est représentée au centre de la graine en gris. L'hémisphère Ouest, rapide, montre peu d'atténuation (i.e. facteur de qualité $Q$ faible). A l'opposé, l'hémisphère Est est moins anisotrope et l'atténuation y est forte.

générer de l'atténuation sismique dans la graine. Il y a, d'une part, la viscoélasticité [Cormier, 1981, Li and Cormier, 2002] et, d'autre part, la diffusion [Loper, 1983]. Une autre hypothèse est l'existence d'une zone de mush (matériau partiellement fondu) à l'ICB qui expliquerait le faible facteur de qualité $Q$ à la surface du noyau interne [Fearn et al., 1981]. Dans le cas d'une fusion partielle, on s'attend en effet à observer une forte atténuation élastique, corrélée à des vitesses sismiques et une viscosité faibles Souriau [2009].

Une nouvelle voie de recherche s'appuie sur la découverte de la translation de la graine [Alboussiere et al., 2010, Monnereau et al., 2010]. Cette translation est engendrée par les forces d'Archimède volumiques dans la graine. Elle implique une fusion de la graine dans un hémisphère et une cristallisation augmentée dans l'hémisphère antipodal. Monnereau et al. [2010] proposent que la taille des grains évolue lors de la translation, ce qui expliquerait la différence hémisphérique d'atténuation sismique.

### 1.2.3 L'anisotropie sismique de la graine : un artefact ?

Il a été proposé que l'anisotropie sismique soit en fait un artefact dû à des hétérogénéités mantelliques dont la distribution géographique imiterait une anisotropie sismique [Bréger et al., 2000, Ishii et al., 2002, Romanowicz et al., 2003].

Cette hypothèse reste possible. Par ailleurs, les structures verticales des courants géostrophiques dans le noyau externe liquide pourraient être responsables du splitting observé en majeure partie. Néanmoins, l'hypothèse d'une anisotropie sismique de la graine reste la plus simple et est cohérente avec la plupart des observations sismologiques. Elle reste donc privilégiée.

### 1.2.4 L'origine de l'anisotropie de la graine : une question d'échelle...

L'anisotropie sismique est une propriété complexe qu'il ne suffit pas de regarder à l'échelle macroscopique de la planète pour pouvoir l'expliquer. Nous nous sommes donc attachés à décrire toutes les formes d'expression de l'anisotropie depuis le monocristal au cas macroscopique de la Terre (Fig. 1.8).

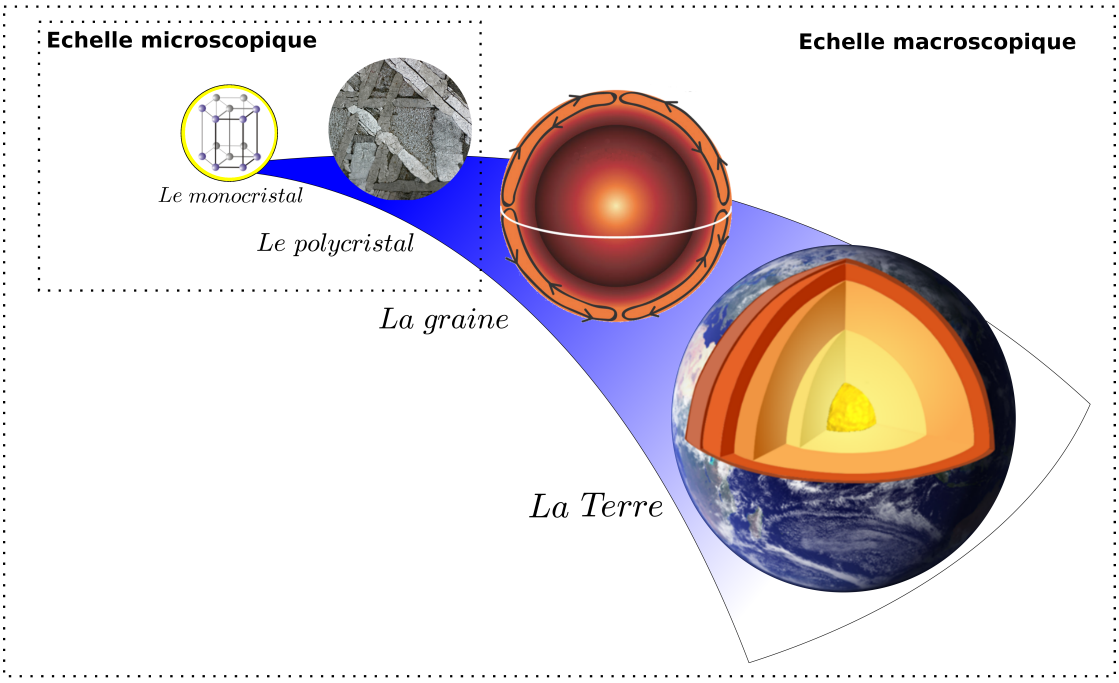



FIGURE 1.8 – Les échelles de l'anisotropie sismique dans la graine terrestre. La figure représentant la graine est extraite de Olson [2009].

Dans le chapitre 2, nous aborderons les propriétés élastiques du fer et de ses alliages sous haute pression et haute température. Nous verrons ensuite comment les propriétés élastiques évoluent du monocristal à l'assemblage polycristallin et comment cela génère une anisotropie élastique. Dans le chapitre 3, nous étudierons en quoi le comportement élastique des alliages métalliques peut donner des pistes concernant la dynamique du noyau interne et sa formation. Enfin, nous conclurons notre périple en abordant la manière dont on perçoit cette anisotropie sismique à travers le filtre des enveloppes supérieures anisotropes.

# Chapitre 2

# L'anisotropie sismique à l'échelle microscopique : du monocristal au polycristal

## Sommaire


**2.1 Quelle(s) phase(s) cristalline(s) dans la graine terrestre ? 18**
2.1.1 Les structures cristallines du fer . . . . . 18
2.1.2 La composition de la graine terrestre . . . . . 19
2.1.3 Le diagramme de phase du fer sous HP et HT . . . . . 20
**2.2 Propriétés élastiques du monocristal de fer ou alliage de fer aux conditions de la graine . . . . . 25**
2.2.1 Détermination des propriétés élastiques . . . . . 26
2.2.2 Modélisation des propriétés élastiques par le tenseur élastique 27
2.2.3 Modules élastiques et vitesse moyenne dans le monocristal . 29
**2.3 Propriétés élastiques d'un polycristal . . . . . 30**
2.3.1 Définition de la texture du polycristal . . . . . 31
2.3.2 Détermination des propriétés élastiques du polycristal moyen 33
**2.4 Anisotropie élastique et propriétés élastiques . . . . . 35**
2.4.1 Calcul de la vitesse de propagation des ondes $P$ dans une direction de l'espace . . . . . 36
2.4.2 L'anisotropie élastique dans un monocristal . . . . . 37


L'étude de l'anisotropie sismique observée dans la graine terrestre est indissociable de l'étude de sa nature minéralogique et de sa texture si on exclut la possibilité de présence de gouttes liquides alignées par la cristallisation (mush) ou la déformation dans l'ensemble de la graine. En effet, il est impossible de produire de l'anisotropie sismique macroscopique dans une graine polycristalline si, à l'échelle microscopique, les monocristaux qui la composent sont tous isotropes. On ne peut pas non plus produire d'anisotropie sismique dans la graine si la texture est aléatoire, quelle que soit l'amplitude de l'anisotropie élastique dans le monocristal.

Dans ce chapitre, nous allons d'abord discuter de l'état des connaissances sur la nature minéralogique et cristallographique des cristaux qui composent la graine.

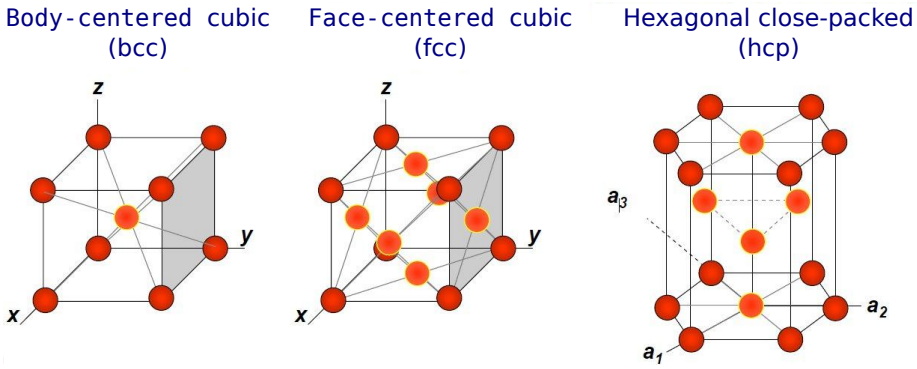



FIGURE 2.1 – Mailles atomiques élémentaires des phases cristallines du fer : cc (structure cubique centrée), cfc (structure cubique face centrée) et hc (hexagonale compacte), ordonnées par niveau de compaction croissant.

Nous nous concentrerons ensuite sur les propriétés élastiques des matériaux, monocristallins puis polycristallins, afin de caractériser l'anisotropie élastique à l'échelle du monocristal et du polycristal, qui est à l'origine de l'anisotropie sismique dans la graine.

## 2.1 Quelle(s) phase(s) cristalline(s) dans la graine terrestre ?

### 2.1.1 Les structures cristallines du fer

Le milieu cristallin est un état ordonné de la matière dans lequel il y a un arrangement régulier et symétrique des atomes. La maille élémentaire correspond au volume élémentaire (à une échelle atomique) qui répété à l'infini par translation dans les trois directions de l'espace constitue le réseau cristallin. Il existe en tout trois structures cristallographiques possibles pour le fer : une structure cubique centrée (cc), une structure cubique face centrée (cfc) et une structure hexagonale compacte (hc), par ordre de compaction croissant. Sur la Fig. 2.1, on présente les différentes mailles élémentaires pour chacune de ces structures cristallines. Les structures cubique centrée et cubique face centrée sont toutes deux cubiques. Cependant dans la structure cubique centrée, il y a un atome au centre de la maille, ce qui n'est pas le cas pour la structure cubique face centrée. En revanche, cette dernière structure présente six atomes supplémentaires qui sont répartis sur les faces du cube formé par la maille élémentaire. L'état de compaction est aussi plus grand. En dernier lieu, la structure hexagonale compacte est celle qui présente le plus fort taux de compaction. Une transition de phase correspond au passage d'une structure cristalline à une autre. Elle est accompagnée d'une discontinuité de volume marquant la différence de compaction.

## 2.1.2 La composition de la graine terrestre

### 2.1.2.1 Une graine dense, riche en Fe et Ni

Le domaine de stabilité d'une structure cristalline dépend de la composition. Pour étudier la structure de la graine terrestre, il nous faut donc au préalable nous faire une idée des proportions relatives des éléments qui la composent.

Pour connaître la composition de la graine, il existe trois sources d'information : 1) le profil sismique de la Terre et son interprétation, 2) les comparaisons avec les météorites primitives et la composition de la nébuleuse solaire, et enfin 3) les modèles géochimiques de partitionnement lors de la différenciation planétaire.

Parmi les échantillons dont on dispose, les météorites différenciées, composées d'alliages de fer, sont interprétées comme des matériaux analogues à ceux du noyau. A travers leur observation et d'après les travaux pionniers de Birch [1952], il est communément admis que le noyau terrestre, liquide et solide, est constitué principalement de fer. Les observations sismologiques de la densité du noyau ont également montré qu'il présentait un déficit de densité de l'ordre de 10% par rapport à celle du fer pur [Birch, 1964]. Les mesures de propagation d'ondes sismiques de Fiquet et al. [2001] ont estimé que la densité dans la graine était 4 à 5 % moins dense que le fer pur hexagonal compact. La graine n'est donc pas composée de fer pur mais d'un alliage métallique dont la composition reste à déterminer.

En plus du fer, il est généralement accepté que la graine contient 4,5 à 5% de nickel [Dewaele et al., 2005]. Etant donné que la présence de Ni augmente la densité des alliages métalliques, on ne peut rigoureusement pas expliquer le contraste de densité observé par l'apport de Ni. L'ajout d'éléments légers permettrait d'expliquer le déficit de densité observé. D'après les travaux de Jephcoat and Olson [1987], Stixrude et al. [1997] et Fiquet et al. [2001], la graine en contiendrait de 2 à 5%. La nature et les proportions relatives de ces éléments légers restent encore à déterminer formellement.

### 2.1.2.2 Les modèles géochimiques et la composition en éléments légers

C'est là que les modèles géochimiques de la composition du noyau interviennent [Dewaele et al., 2005]. Ces derniers reposent sur des modèles globaux de Terre et, bien qu'ils ne soient pas forcément les plus pertinents pour étudier la composition du manteau, ils demeurent indispensables pour étudier celle du noyau. L'utilisation des modèles globaux de Terre permet de déterminer la composition globale de la Terre et du manteau puis, par différence, de calculer celle du noyau.

Pour représenter la composition du manteau primitif, supposé homogène, on prend des péridotites. Ces roches, issues du manteau supérieur, sont disponibles à l'affleurement dans certaines zones de collision du globe. Elles sont considérées comme représentatives du manteau supérieur et, par hypothèse d'homogénéité, du manteau inférieur également. Comme représentant de la composition globale de la Terre, on choisit des chondrites. Il s'agit de météorites non différenciées, témoins de l'histoire précoce du système solaire, dont l'abondance en éléments chimiques est la même que dans la photosphère solaire. Ainsi, leur composition reflète en théorie la composition chimique du système solaire et donc celle des planètes telluriques.

On pose ensuite des hypothèses sur les propriétés de fractionnement des éléments chimiques que l'on prend en compte dans le modèle. Les éléments volatils, avec une faible température de condensation, s'échappent au moins en partie de la Terre au cours de sa formation (ex : H, He, C, N). Les éléments sidérophiles (ex : Ni, Co) présentant une forte affinité pour le fer sont préférentiellement incorporés dans le noyau terrestre. Enfin, les éléments réfractaires lithophiles, ayant une forte affinité pour les silicates, restent dans le manteau pendant sa différenciation.

En vertu de leur mode de fractionnement, les éléments légers les plus susceptibles d'avoir été incorporés dans la graine sont O, S et Si. Le très faible coefficient de partitionnement liquide-solide de l'oxygène en fait un mauvais candidat pour la composition de la graine, malgré son caractère sidérophile et les conditions oxydantes de la formation du noyau [Siebert et al., 2013]. Badro et al. [2007] considère donc que l'oxygène n'est présent qu'en traces dans la graine, ce qui confirme les résultats des calculs ab initio de Alfè et al. [2002] qui prédisent une proportion de 0,2±0,1%m pour O. Néanmoins, les récents travaux de Tsuno et al. [2013] relayés par Vočadlo [2013] mettent en avant un partitionnement lors de la différenciation primitive et la formation du noyau favorable à O. Il existe donc une certaine probabilité pour que O soit un des éléments légers présents dans la graine en proportions non négligeables.

Le cas du soufre est ambigu. Étant à la fois sidérophiles et volatil, il s'est échappé en partie lors de la formation de la Terre, tandis qu'une partie a été incorporée au noyau. Il est donc probable que sa concentration dans la graine n'excède pas les 2% [Dewaele et al., 2005].

D'après Tsuno et al. [2013], Si serait un des éléments légers principaux dans la graine. Antonangeli et al. [2010] évalue sa proportion dans la graine à 1 à 2%m. Cette estimation est inférieure aux estimations de Alfè et al. [2002] mais est en accord avec la plupart des modèles géochimiques.

De manière générale, la composition de la graine reste mal contrainte en dehors des éléments majeurs qui la constitue (i.e. un alliage Fe-Ni). on considère cependant que la présence des éléments légers, Si et S, est probable dans des proportions faibles mais non négligeables, suffisantes pour expliquer le contraste de densité entre le noyau externe et la graine.

### 2.1.3 Le diagramme de phase du fer sous HP et HT

Bien qu'étudié depuis de nombreuses années, le diagramme de phase du fer reste le sujet de nombreuses études, controverses, et publications. Pour simplifier la discussion, cette section sera donc divisée en 3 parties. La première partie se concentrera sur le fer pur en deçà de 200 GPa, pour lequel le diagramme de phase est assez bien contraint. La second partie discutera du diagramme de phase au delà de 200 GPa, où existent de nombreuses controverses. Enfin, la troisième partie abordera la question des éléments légers, qui est loin d'être tranchée.

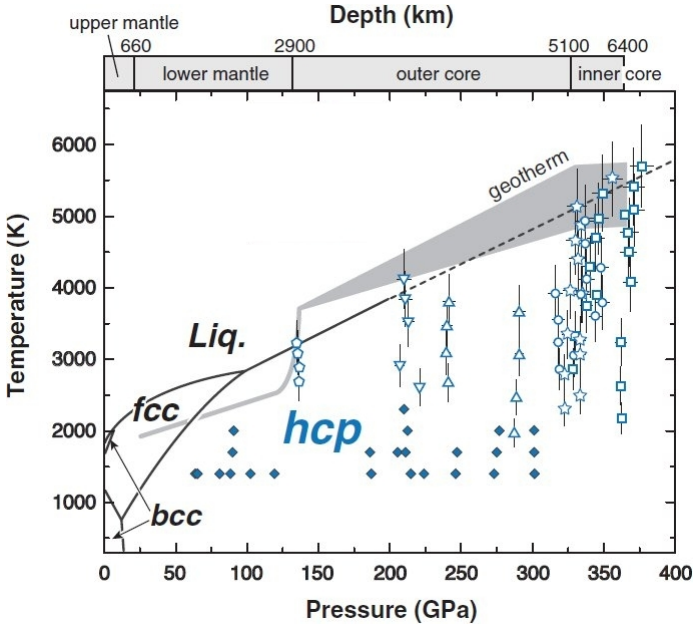



FIGURE 2.2 – Diagramme de phase du fer et profil de la température en fonction de la profondeur dans la Terre ou géotherme [Boehler, R., 1993, Alfè et al., 2007, Stacey, 2010] extrait et modifié de Tateno et al. [2010]. Les marqueurs vides correspondent aux mesures en cellule à enclumes de diamant à chauffage laser (LH-DAC) de Tateno et al. [2010] (les différentes séries d'expériences sont représentées par différents symboles), et les diamants bleus sont les points expérimentaux de Kuwayama et al. [2008]. Les limites de transition de phase solide-solide à basse pression ainsi que la courbe de fusion sont extraites de Boehler, R. [1993]. Liq., liquide.

#### 2.1.3.1 Le fer pur en dessous de 200 GPa

Le diagramme de phase présenté par Tateno et al. [2010] est bien représentatif du consensus général [Vočadlo et al., 2003, Nguyen and Holmes, 2004, Tateno et al., 2010, Anzellini et al., 2013] pour des pressions inférieures à 200 GPa (Fig. 2.2). Le fer présente quatre structures stables reconnues, $\alpha$, $\gamma$, $\delta$ et $\varepsilon$. La phase $\alpha$, de structure cubique centrée (cc) est la phase de basse pression et basse température. A pression ambiante, le fer $\alpha$ se transforme en une autre phase cubique, le fer $\gamma$, de structure cubique case centrée (cfc) à 1185 K, puis de nouveau en une phase de structure cubique centrée, la phase $\delta$, à 1667 K, avant de fondre à 1811 K. Ces transformations sont connues depuis plusieurs décennies et sont à la base de la métallurgie moderne. Comprimé à température ambiante, le fer $\alpha$ se transforme en une phase de structure hexagonale compacte (hc), la phase $\varepsilon$, à une pression de l'ordre de 15 GPa. Cette transition fut découverte par Jamieson and Lawson [1962] et confirmée à de nombreuses reprises [Takahashi and Bassett, 1964, Clendenen and Drickamer, 1964, Giles et al., 1971, Huang et al., 1987, Basset and Huang, 1987, vonBargen and Boehler, 1990, Taylor et al., 1991, Wang and Ingalls, 1998, Rueff et al., 1999, Miyagi et al., 2008]. Jusque 100 GPa, le fer $\varepsilon$ se transforme en fer $\gamma$ à haute température de structure cubique face centrée. Au delà de 100 GPa, le fer $\varepsilon$ est la seule phase du fer en deçà de la température de fusion.

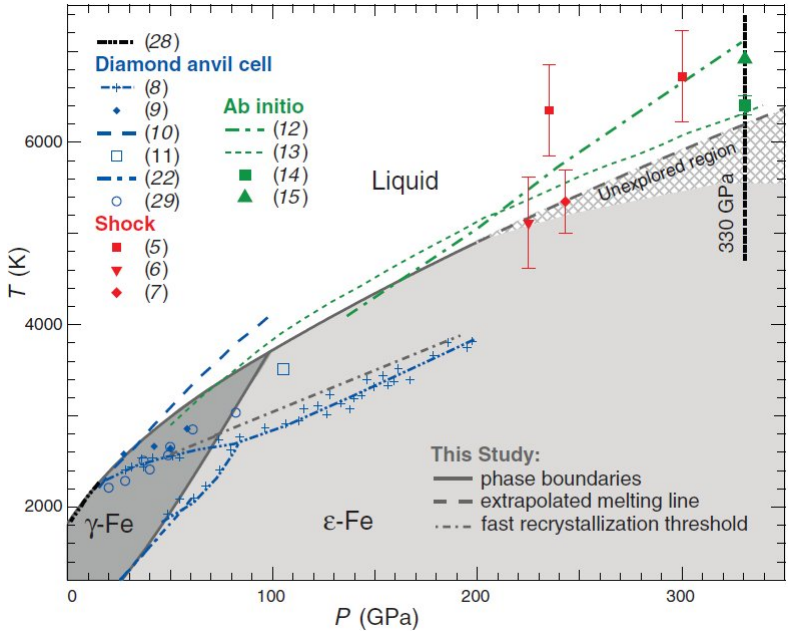



FIGURE 2.3 – Diagramme de phase du fer et courbe de fusion extrait d'Anzellini et al. [2013], obtenu à partir de leurs résultats ainsi que de ceux de Tateno et al. [2010]. Les lignes pleines sont les frontières entre phases. Celles tiretées correspondent aux extrapolations de courbe de fusion. Les lignes à figurés mixtes pointillés-tirets sont les frontières de cristallisation rapide. Compression dynamique : 6, Nguyen and Holmes [2004] ; 7, Brown [2001]. Compression statique : 8, Boehler, R. [1993] ; 9, Shen et al. [2004] ; 10, Williams et al. [1987] ; 11, Ma et al. [2004] ; 22, Komabayashi et al. [2009] ; 29, Jackson et al. [2013]. Calculs ab-initio : 12, Belonoshko et al. [2000] ; 13, Alfè et al. [2002] ; 14, Alfè [2009] ; 15, Sola et al. [2009]. La phase $\delta$ n'est pas représentée.

Au cours des années 90, de nombreuses phases supplémentaires, de structures de type «double hexagonale» [Saxena et al., 1993, Boehler, R., 1993, Matsui, 1994, Saxena et al., 1995, Yoo et al., 1995, 1996, Saxena et al., 1996, Matsui and Anderson, 1997, Dubrovinsky et al., 1998, Rueff et al., 1999, Dubrovinsky et al., 2000, Brown, 2001] ou orthorhombique [Andrault et al., 1997, Friák and Šob, 2008] ont été proposées pour des températures et pressions au delà de 1300 K et 50 GPa [Komabayashi and Fei, 2010], voire de 3000 K et 200 GPa [Brown, 2001]. Ces travaux n'ont pas été confirmés par les études plus récentes et il est maintenant établi que ces mesures résultaient d'une mauvaise maîtrise d'outils expérimentaux alors en développement. La courbe de fusion du fer pur reste un sujet de controverse, comme en démontre la publication récente de Anzellini et al. [2013] (Fig. 2.3) estimant une température de fusion de 5000 K à 200 GPa, plus de 1000 K au dessus des précédentes observations expérimentales [Brown and McQueen, 1986, Williams et al., 1987, Boehler, R., 1993, Komabayashi et al., 2009] mais conforme aux calculs de Alfè et al. [1999] et Belonoshko et al. [2000] et aux extrapolations à partir des résultats de compression dynamique de Ahrens et al. [2002] et Nguyen and Holmes [2004].

#### 2.1.3.2 Le fer pur au dessus de 200 GPa

Les expériences à haute pression et haute température au delà de 200 GPa restent à la limite des technologies actuelles. De même les calculs ab-initio sur le fer et ses composés sont difficiles et ne convergent pas toujours sur les mêmes structures. En conséquence, il n'y a pour l'instant pas de consensus sur la structure cristallographique du fer pur aux conditions de pression et température de la graine. Les travaux expérimentaux récents de compression statique de Tateno et al. [2010] et les expériences en choc de Brown [2001] et Nguyen and Holmes [2004] proposent une structure hexagonale compacte (hc), ce que confirment les résultats de compression statique de Dewaele et al. [2006] et Anzellini et al. [2013]. Ross et al. [1990] suggèrent quant à eux l'apparition d'une structure cubique centrée à haute pression et haute température, la phase $\alpha$' d'après leurs résultats en compression statique, ce qui est en accord avec les travaux expérimentaux de Lin et al. [2003] et Dubrovinsky et al. [2007] mais en opposition avec les observations de Mao et al. [2006]. D'autres expérimentateurs cependant n'ont détecté aucune phase autre que $\varepsilon$ et expliquent les résultats précédents soit par la présence d'impuretés en faible quantité ou d'un comportement métastable induit par l'état de contraintes [Shen et al., 1998]. En parallèle, les travaux de Ross et al. [1990] et Mao et al. [2006] proposent une dernière structure cubique face centrée coexistant avec la structure hexagonale voire même favorisée [Vočadlo et al., 2008a]. Les travaux théoriques ne permettent pas de lever l'incertitude sur la structure du fer aux conditions P/T de la graine, bien au contraire. Dans le fer, si les calculs de Ross et al. [1990], Matsui [1994], Matsui and Anderson [1997], Vočadlo et al. [2003], Belonoshko et al. [2003], Vočadlo et al. [2008b], Belonoshko et al. [2011], Kong et al. [2012] indiquent une possible stabilisation d'une structure cubique centrée, ceux de Stixrude and Cohen [1995] et Söderlind et al. [1996] s'y opposent fortement, en particulier pour des raisons de moment magnétique et d'instabilité mécanique [Vočadlo et al., 2003]. Ils désignent la structure hc comme la seule possible, ce que confirment les calculs de Vočadlo et al. [2003]. La structure cubique face centrée a également ses fervents défenseurs puisque qu'au même titre que la structure hexagonale compacte, elle est mécaniquement stable Côté et al. [2010, 2012]. A l'heure actuelle, le consensus scientifique n'est donc pas atteint. De plus les pressions de transformations entre ces différentes structures diffèrent et la profondeur à laquelle ces transformations se produisent dans la graine est loin d'être évidente. En résumé, de la même manière que Vočadlo et al. [2003], on peut conclure en disant qu'on ne connaît pas actuellement l'identité de la phase stable. En conséquence, aucune structure du fer, cubique centrée et/ou cubique face centrée, ne peut être écartée.

#### 2.1.3.3 L'effet des alliages

S'il est entièrement accepté que le noyau interne soit composé très majoritairement de fer, il reste des incertitudes sur la composition en en éléments légers. Pour rappel, on estime généralement que la graine contient 5 à 10% de nickel et un mélange de silicium, d'oxygène, de soufre, de carbone et/ou d'hydrogène, par degré d'importance décroissant Allègre et al. [1995], McDonough and s. Sun [1995], Stixrude et al. [1997], Poirier [2000], Vočadlo et al. [2003]. La compréhension des relations entre phases dans des systèmes à base de fer et contenant un élément léger

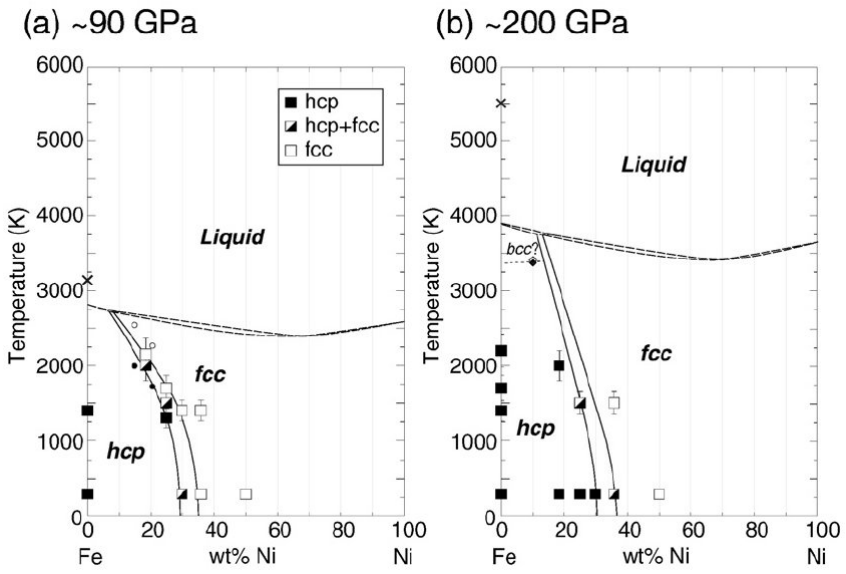



FIGURE 2.4 – Évolution du domaine de stabilité du fer cubique face centrée en fonction de la proportion en nickel dans le système Fe-Ni et de la pression (extrait de Kuwayama et al. [2008]).

ou plus est critique pour déterminer à la fois la composition et la structure cristallographique du noyau interne. Les travaux expérimentaux et théoriques suggèrent une stabilisation des phases cubiques par l'ajout d'éléments légers.

### L'effet de Ni

Les expériences de Kuwayama et al. [2008] ont démontré que le composant Ni du point triple cfc-hc-liquide augmentait avec la pression (Fig. 2.4). Ainsi, il est possible qu'avec 10 à 20%m Ni, il se situe à des pressions de l'ordre de 330 GPa et qu'on cristallise du fer sous forme cubique face centrée à l'ICB, en accord avec les observations de Huang et al. [1992] et les calculs de Côté et al. [2012]. A l'inverse, si la proportion de nickel dans le noyau externe est plus faible que que celle qui place le point triple cfc–hc–liquide à l'ICB, on cristallise du fer hc. Ces proportions sont plus élevées que les valeurs généralement acceptée de 5 à 10% de Ni dans la graine mais rappellent la composition de certaines météorites ferreuses contenant parfois jusqu'à 30% de Ni. Les résultats récents de Sakai et al. [2011] et Tateno et al. [2012] apportent toutefois une nuance puisque leurs expériences ont prouvé que des alliages contenant jusqu'à 10%m de nickel cristallisaient toujours dans la structure hc (Fig. 2.5). Si elle existe, la proportion critique de Ni à partir de laquelle on cristallise du fer cfc serait donc supérieure.

### L'effet de Si

L'ajout de silicium étend le domaine de stabilité de la phase $\gamma$ de structure cubique face centrée (cfc) vers les hautes pressions accompagné d'un déplacement du point triple cfc-hc-liquide vers le domaine P-T correspondant à la graine. Pour

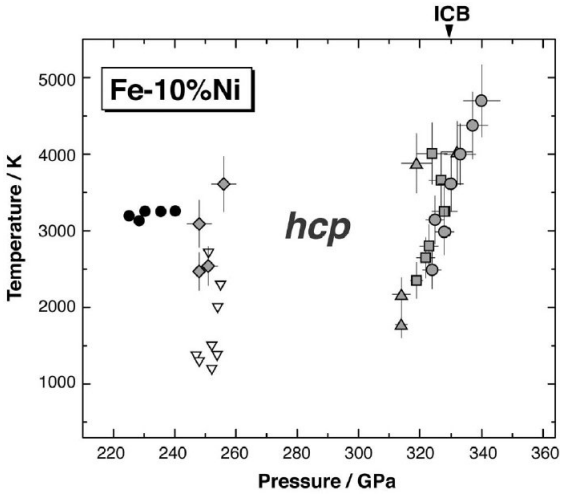



FIGURE 2.5 – Diagramme de phase du fer pour le système Fe–10%mNi extrait de Tateno et al. [2012].

des proportions inférieures à 4%m Si, soit la proportion maximale supposée dans la graine, les alliages de fer conservent une structure hc [Asanuma et al., 2008]. Pour des alliages plus riches en fer, les calculs théoriques et expérimentaux de Lin et al. [2002] et Lin et al. [2003] mettent en avant une stabilisation de la structure cc. Fischer et al. [2013] propose une structure cubique simple avec un motif diatomique, B2, ce qui n'est pas incompatible avec les observations précédentes de Lin et al. [2003] puisque celle-ci est proche de la forme cubique centrée classique et peut entraîner une confusion. D'après leurs observations, le fer cristallise dans la structure B2 pour des proportions de silicium supérieures à 9%m (Fig. 2.6).

### L'effet de O

L'effet de l'ajout de l'oxygène dans le diagramme de phase du fer n'est pas à ma connaissance documenté à l'heure actuelle, puisqu'il était jusqu'à présent généralement accepté qu'il n'était présent dans la graine qu'en concentration négligeable [Alfè et al., 2002]. Les structures cristallographiques identifiées pour des alliages de Fe et O sont également peu stables aux conditions de la graine terrestre [Alfè et al., 1999].

## 2.2 Propriétés élastiques du monocristal de fer ou alliage de fer aux conditions de la graine

L'anisotropie sismique est fondamentalement une anisotropie élastique, qui nécessite de remonter aux propriétés élastiques du monocristal puis du polycristal pour en retracer l'origine.

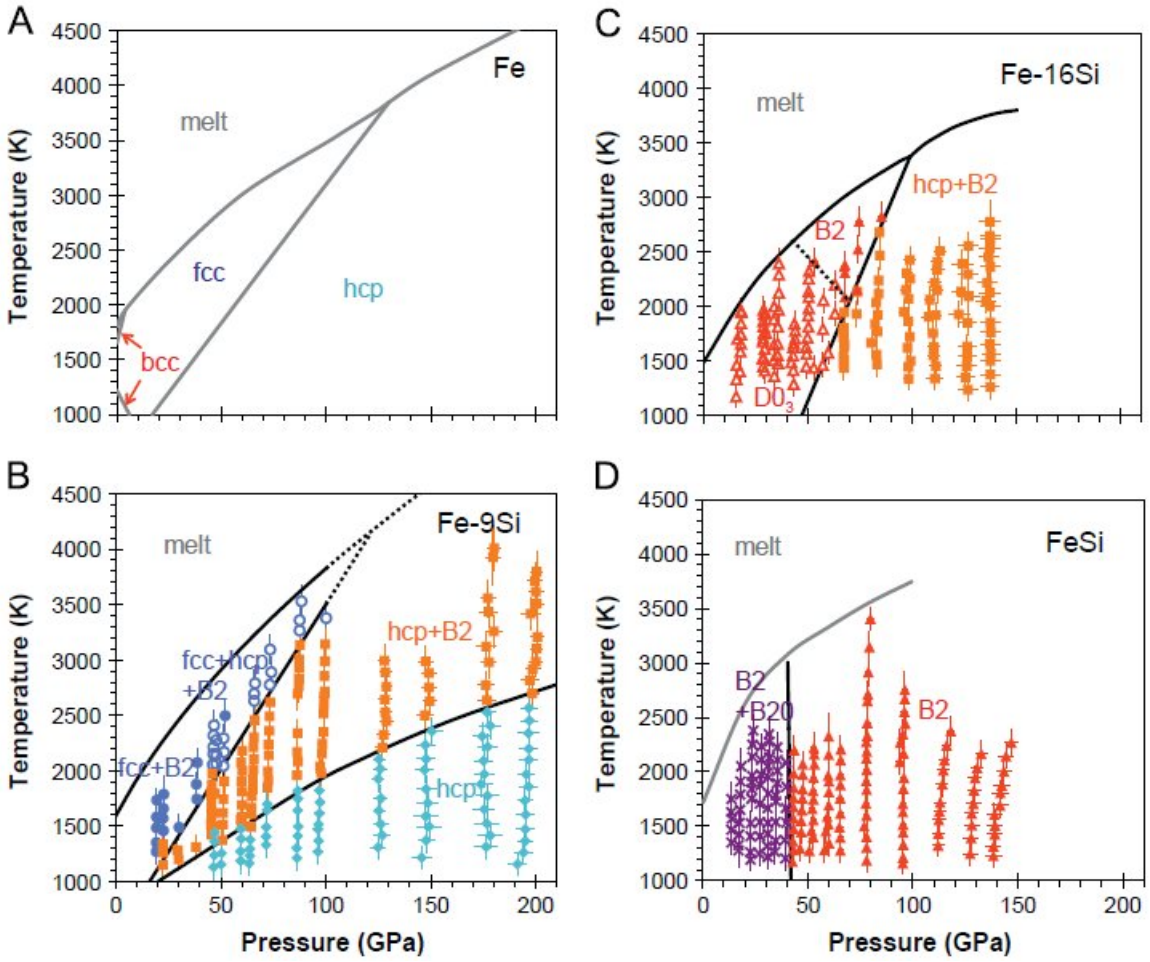



FIGURE 2.6 – Diagramme de phase du fer pour le système Fe–FeSi en fonction de la composition extrait de Fischer et al. [2013]. (A) Fer pur, courbe de subsolidus et de fusion de Komabayashi and Fei [2010] et Ma et al. [2004] respectivement, (B) Fe–9Si ; cercles bleus pleins : structures cfc et B2 ; cercles bleus vides : structures métastables cfc+hc+B2 ; carrés orange : hc+B2 ; diamants bleus : hc, (C) Fe–16Si [Fischer et al., 2013], triangles rouges vides : structure D03 ; triangles rouges pleins : B2, (D) FeSi, ligne grise : courbe de fusion de Lord et al. [2010] ; étoiles violettes : structures B2+B20.

### 2.2.1 Détermination des propriétés élastiques

Dans les faits, il est possible de déterminer les propriétés élastiques d'un matériau (monocristal ou assemblage polycristallin) à la fois expérimentalement et théoriquement.

#### 2.2.1.1 Mesures expérimentales

Expérimentalement, on peut mesurer les propriétés élastiques de plusieurs manières différentes. En ondes de choc par exemple, on analyse en temps réel les déformations alors que l'échantillon est projeté à grande vitesse sur une cible.

Il est également possible d'utiliser des méthodes de propagation d'ultrasons. On mesure alors la vitesse de propagation d'ondes d'ultrasoniques générées par un vibreur. La taille des échantillons nécessaires limite cependant le champ de pression accessible à 20GPa.

On peut atteindre des pressions plus élevées avec la mesure des vitesses de propagation d'ondes acoustiques en diffusion inélastique des rayons X (IXS inelastic x-ray scattering) [Fiquet et al., 2001, Badro et al., 2007, Antonangeli et al., 2010]. Fiquet et al. [2001] ont par exemple réussi à appliquer jusqu'à une pression de 110GPa sur un échantillon de fer. Antonangeli et al. [2010] ont de leur côté atteint des pressions de l'ordre du mégabar sur un alliage métallique Fe-Ni-Si.

Enfin, il est possible de mesurer les vitesses des ondes acoustiques en diffraction des rayons X. La pression maximale atteinte par Antonangeli et al. [2004] sur du cobalt hc était de 43GPa. En étudiant la variation des distances interréticulaires sur des images de diffraction, il est alors possible de retrouver les propriétés élastiques de l'échantillon.

Il existe cependant des limites expérimentales évidentes qui sont que, même en utilisant des dispositifs de haute pression comme les les presses à enclumes de diamant (DAC pour Diamond Anvil Cells), il est très difficile de travailler aux conditions extrêmes de pression et de température de la graine. Récemment, Tateno et al. [2010] ont pu procéder à des mesures de diffraction des rayons X au conditions de la graine, ce qui laisse entrevoir des espoirs de progrès rapides afin de repousser ces limites matérielles.

Une remarque intéressante est que les résultats expérimentaux obtenus sur des alliages métalliques peuvent apporter des informations complémentaires utiles pour contraindre plus efficacement la composition de la graine [Badro et al., 2007].

#### 2.2.1.2 Les calculs ab initio ou "depuis le premier principe"

Les calculs théoriques ab initio s'appuient sur les lois physiques quantiques de base en résolvant les fonctions d'ondes des noyaux et des électrons, établies sans postulats additionnels ou modèles spéciaux. Ils présentent l'avantage de pouvoir directement procéder à des calculs aux conditions de pression et de température de la graine terrestre. A ce titre, il existe de nombreux modèles élastiques publiés, en particulier pour le fer $\varepsilon$ (hc) [Söderlind et al., 1996, Mao et al., 1998, Laio et al., 2000, Steinle-Neumann et al., 2001, Vočadlo et al., 2009, Sha and Cohen, 2010], un peu moins pour les autres structures cubiques, cc [Vočadlo, 2007] et cfc [Vočadlo et al., 2008a]. Cependant, tout comme au sujet de la structure stable dans la graine, il n'existe pas de consensus sur les propriétés élastiques du fer. En effet, les modèles élastiques ab initio sont très dépendants de l'a priori et éventuellement de certaines hypothèses de simplification des calculs).

### 2.2.2 Modélisation des propriétés élastiques par le tenseur élastique

Il est pratique de pouvoir exprimer les propriétés élastiques du monocristal assez simplement. Pour cela, on utilise généralement le tenseur élastique. La connais-

sance des composantes de ce tenseur suffit à décrire entièrement le comportement élastique du matériau (monocristallin ou non).

Un monocristal présente en général un comportement élastique anisotrope qui est celui d'un matériau linéaire élastiquement. Son comportement élastique peut alors être modélisé par un tenseur d'ordre 4, $C$, le tenseur élastique (aussi appelé tenseur des rigidités). Le tenseur élastique contient $3^4 = 81$ composantes, $C_{ijkl}$, appelées constantes élastiques [Mainprice, 2007]. Son tenseur inverse, $S$, est quant à lui appelé le tenseur des complaisances ou des souplesses. Cette écriture peut être fortement simplifiée.

En élasticité linéaire, le tenseur des contraintes $\sigma$ et celui des déformations $\varepsilon$ sont reliés par une relation bijective qui suit la loi de Hooke [Mainprice, 2007] :

$$\sigma = C.\varepsilon \tag{2.1}$$

Lorsqu'on généralise la loi de Hooke en tout point r du matériau, on obtient :

$$\forall\ r,\ \sigma_{ij}(r) = C_{ijkl}(r)\varepsilon_{kl}(r) \tag{2.2}$$

où $\varepsilon_{kl}(r)$ représente le tenseur des déformations infinitésimales au point r.

En prenant en compte la symétrie des tenseurs des contraintes et des déformations, le nombre de constituants indépendants de $C$ se réduit d'abord à $6^2 = 36$ (Eq. 2.3), puis à simplement 21 par la thermodynamique qui impose que $C_{ijkl} = C_{klij}$. En effet, les contraintes dérivant du potentiel d'élasticité par rapport aux déformations, les constantes élastiques sont indépendantes de l'ordre de dérivation.

$$C_{ijkl} = C_{jikl},\ C_{ijkl} = C_{jilk} \tag{2.3}$$

A ce stade, on note que le tenseur $C$ peut être représenté sans perte d'information par une simple matrice symétrique 6x6 d'ordre 2. Il est pratique d'adopter la notation de Voigt pour les constantes élastiques. Elle utilise deux indices I et J et met respectivement en correspondance les valeurs 1, 2, 3, 4, 5, 6 de i et j avec les doublets (1,1), (2,2), (3,3), (2,3), (3,1), (1,2) de i, j, k et l.

On obtient finalement le tenseur $c$ explicité dans le Tab. 2.1.

TABLE 2.1 – Tenseur élastique exprimé en convention de Voigt : obtention d'une matrice 6x6 symétrique, $c$, avec 21 composantes indépendantes.

$$\mathrm{c} = \begin{pmatrix} \mathbf{c_{11}} & \mathbf{c_{12}} & \mathbf{c_{13}} & \mathbf{c_{14}} & \mathbf{c_{15}} & \mathbf{c_{16}} \\ c_{12} & \mathbf{c_{22}} & \mathbf{c_{23}} & \mathbf{c_{24}} & \mathbf{c_{25}} & \mathbf{c_{26}} \\ c_{13} & c_{23} & \mathbf{c_{33}} & \mathbf{c_{34}} & \mathbf{c_{35}} & \mathbf{c_{36}} \\ c_{14} & c_{24} & c_{34} & \mathbf{c_{44}} & \mathbf{c_{45}} & \mathbf{c_{46}} \\ c_{15} & c_{25} & c_{35} & c_{45} & \mathbf{c_{55}} & \mathbf{c_{56}} \\ c_{16} & c_{26} & c_{36} & c_{46} & c_{56} & \mathbf{c_{66}} \end{pmatrix}$$

Dans le cas particulier du monocristal, la forme du tenseur $c$ se trouve encore simplifiée (Tab. 2.2) [Mainprice, 2007] : La seule connaissance des 3 (cristal

TABLE 2.2 – Constantes élastiques du second-ordre pour les symétries cristallines cubique et hexagonale (tenseur $c$).

| Cubique (3 $c_{ij}$ indépendantes) | Hexagonal (5 $c_{ij}$ indépendantes) |
|---|---|
| $\begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{12} & c_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} \end{pmatrix}$ | $\begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{13} & c_{13} & c_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{c_{11}+c_{12}}{2} \end{pmatrix}$ |

cubique) ou 5 (hexagonal) constantes élastiques indépendantes suffit à décrire entièrement les propriétés élastiques du monocristal de fer.

Le modèle élastique du monocristal correspond donc à un jeu complet de constantes élastiques indépendantes.

*Remarque :* dans le cas polycristallin, on fait également l'hypothèse (la plupart du temps juste) que le matériau est linéaire élastiquement. On utilise alors le tenseur élastique $C$ tel qu'il est défini dans le Tab. 2.1.

### 2.2.3 Modules élastiques et vitesse moyenne dans le monocristal

Pour caractériser les propriétés élastiques d'un matériau, on peut également utiliser les modèles élastiques qui permettent de calculer la valeur des vitesses sismiques moyennes dans le monocristal.

Il s'agit de grandeurs intrinsèques, définies par le rapport de la contrainte à la déformation élastique provoquée par cette contrainte. L'unité pratique souvent utilisée est le GPa.

- $K$ : le module d'élasticité isostatique (bulk modulus en anglais), aussi appelé module d'incompressibilité ou encore de compression hydrostatique, est la constante qui relie la contrainte au taux de déformation d'un matériau isotrope soumis à une compression isostatique. Il caractérise donc la réponse d'un matériau à une compression,
- $G$ : le module de cisaillement (shear modulus en anglais), aussi appelé module de glissement, module de Coulomb ou second coefficient de Lamé, est une grandeur physique propre à chaque matériau et qui intervient dans la caractérisation des déformations causées par des efforts de cisaillement. Il caractérise donc la réponse d'un matériau à un cisaillement.

On peut exprimer ces modules en fonction des constantes élastiques indépendantes du monocristal.

Il existe trois conventions principales pour estimer les propriétés élastiques d'un matériau en élasticité linéaire [Mainprice and Humbert, 1994, Mainprice, 2007]. En convention de Voigt, on fait l'hypothèse que les déformations sont continues

en tout point de l'échantillon [Voigt, 1928]. En convention de Reuss, on suppose cette fois-ci que c'est le champ de contraintes qui est continu en tout point [Reuss, 1929].

Pour un cristal de structure hexagonale compacte, on calcule $K$ et $G$ de la manière suivante :

$$K = \frac{Kr + Kv}{2} \begin{cases} Kv = \dfrac{2(c_{11} + c_{12}) + c_{33} + 4c_{13}}{9} \\ Kr = \dfrac{c_{33}(c_{11} + c_{12}) - 2c_{13}^2}{c_{11} + c_{12} + 2c_{33} - 4c_{13}} \end{cases}$$

$$G = \frac{Gr + Gv}{2} \begin{cases} Gv = \dfrac{c_{11} + c_{12} + 2c_{33} - 4c_{13} + 12c_{44} + 12c_{66}}{30} \\ Gr = 2.5\dfrac{(c_{33}(c_{11} + c_{12}) - 2c_{13}^2)c_{44}c_{66}}{3Kvc_{44}c_{66} + c_{33}(c_{11} + c_{12}) - 2c_{13}^2)(c_{44} + c_{66})} \end{cases}$$

où $K$, module de compressibilité de Hill, est la moyenne de $Kv$ et $Kr$, respectivement les modules de compressibilité de Voigt (hypothèse de champ de déformation constant) et de Reuss (champ de contraintes constant). De même, $Gv$ et $Gr$ sont respectivement les modules de cisaillement de Voigt et de Reuss, tandis que $G$ est celui de Hill.

Pour un cristal de symétrie cubique, on a :

$$K = \frac{c_{11} + 2c_{12}}{3} \tag{2.4}$$

$$G = \frac{Gr + Gv}{2} \begin{cases} Gv = \dfrac{c_{11} - c_{12} + 3c_{44}}{5} \\ Gr = \dfrac{2.5(c_{11} - c_{12})c_{44}}{2c_{44} + 1.5(c_{11} - c_{12})} \end{cases}$$

où $K$ est le module de compressibilité de Hill. $G$ est le module de cisaillement de Hill, soit la moyenne de $Gv$ et $Gr$ qui sont ceux de Voigt et de Reuss. L'expression de la vitesse moyenne de Hill des ondes $P$ dans le monocristal est alors la suivante :

$$\langle v_p \rangle^{Hill} = \sqrt{\frac{K + 4G/3.}{\rho_{IC}}} \tag{2.5}$$

## 2.3 Propriétés élastiques d'un polycristal

Les alliages métalliques sont des matériaux hétérogènes car ils sont constitués de grains monocristallins ayant chacun une orientation cristalline distincte. La différence d'orientation de grain à grain implique que chaque grain réponde de façon

différente à la sollicitation appliquée. On cherche ici, connaissant les propriétés élastiques cubiques du monocristal, à encadrer les propriétés macroscopiques du polycristal dans le cas où la distribution des orientations cristallines, ou texture, est connue.

## 2.3.1 Définition de la texture du polycristal

La texture est la distribution des orientations cristallographiques dans un échantillon polycristallin. On dira d'un échantillon qu'il n'a pas de texture lorsque les orientations des cristallites qui le composent sont complètement aléatoires. Si les orientations ne sont pas totalement aléatoires et qu'il existe quelques orientations cristallographiques préférentielles (LPO pour Lattice Preferred Orientation), la texture sera faible. Une texture forte est une texture très orientée où les LPO sont clairement établies dans le repère de l'échantillon.

### 2.3.1.1 La fonction de distribution des orientations cristallographiques (ODF)

Un mode de représentation de la texture consiste à calculer une fonction de distribution des orientations cristallographiques (ODF), définie dans l'espace eulérien, représentative de l'échantillon. Celle-ci ne peut pas être directement mesurée et résulte par exemple d'un traitement de données opéré sur des images de diffraction.

Le principe de l'ODF est d'associer l'ensemble des orientations cristallographiques exprimées dans le polycristal (fonction $f$) à une fraction volumique représentant la proportion de cristallites possédant la même orientation. Les orientations sont exprimées en angles d'Euler (convention de Bunge [1982] : $(\varphi 1, \phi, \varphi 2)$) dans le repère local du cristallite $(x_c, y_c, z_c)$. En (Fig. 2.7), on précise les rotations permettant de passer du repère principal de l'échantillon au repère cristallographique local.

L'ODF $f(\mathbf{g})$ obtenue est continue et représente la répartition de la fraction volumique des grains en fonction de leur orientation $\mathbf{g}$ rapportée à l'espace eulérien. Son expression est la suivante :

$$f(\mathbf{g}) = \frac{1}{V}\frac{dV(\mathbf{g})}{dg} \tag{2.6}$$

Il est possible de la discrétiser en divisant l'espace d'Euler en un nombre fini de volumes élémentaires $\delta V'$ associés à autant d'orientations discrètes. On calcule alors la valeur de l'ODF discrète pour chacune de ces orientations, ce qui revient à estimer la fraction volumique de grains présentant une orientation cristallographique identique sinon proche, $\mathbf{g}'$.

$$f(\mathbf{g}') = \frac{1}{V}\frac{\Delta V'(\mathbf{g}')}{\Delta g'} \tag{2.7}$$

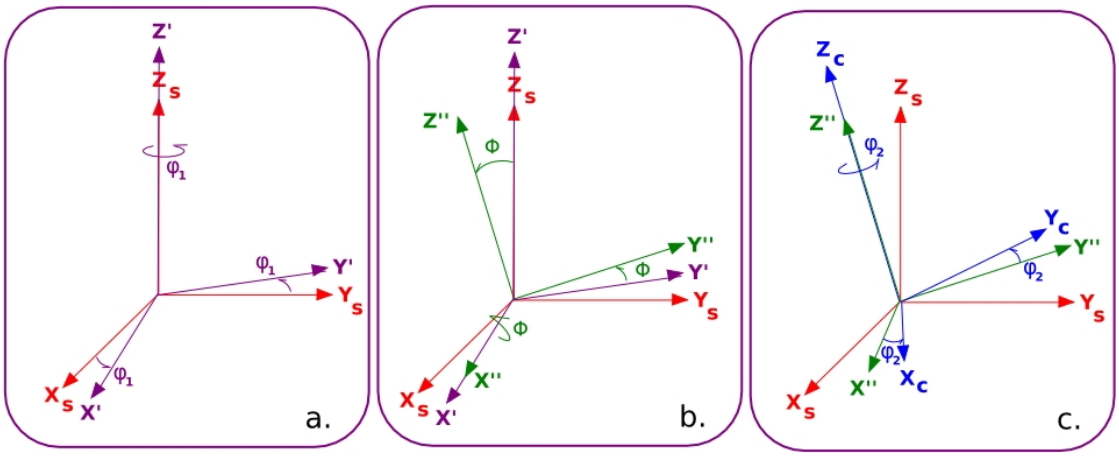
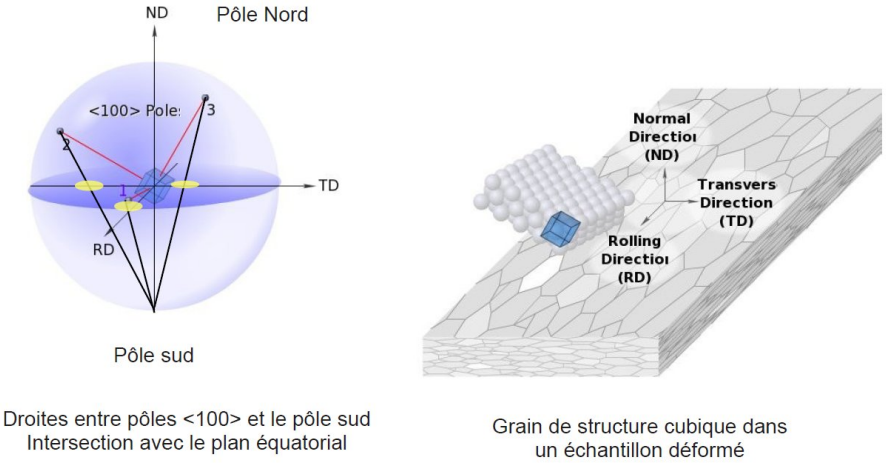



FIGURE 2.7 – Définition des angles d'Euler en convention de Bunge $(\varphi 1, \phi, \varphi 2)$ [Bunge, 1982] et changement de repère depuis le repère principal de l'échantillon, $R_S$ $(x_s, y_s, z_s)$, au repère local $(x_c, y_c, z_c)$ : en (a) : rotation de $\varphi 1$ autour de $Z_S$ ; en b, rotation de $\phi$ autour de $X'$ ; en (c), rotation de $\varphi 2$ autour de $Z''$.

#### 2.3.1.2 Représentation de la texture par les figures de pôle

Lorsqu'on connaît l'ODF d'un polycristal, on peut en déduire les figures de pôle. Il s'agit d'une représentation graphique des distributions des orientations des plans cristallographiques par rapport au repère principal de l'échantillon. Par convention, on adopte la notation suivante : ND représente la direction normale à l'échantillon, les deux autres directions, perpendiculaires à la première, sont inclues dans le plan de l'échantillon et appelées direction transversale, TD, et de laminage, RD. Pour un échantillon qui ne possède pas de direction de laminage, on parlera seulement de ND et de deux directions transversales, TD.

A titre d'exemple, on considère un polycristal de fer de structure cubique. On choisit ensuite un cristal de l'échantillon. On construit maintenant la figure de pôle pour la direction cristallographique $\langle 100 \rangle$ associée à ce cristal. En Fig. 2.8, on montre la construction de la figure de pôle. Les intensités les plus fortes correspondent aux régions qui contiennent le plus de réflections associées à un plan cristallographique donné. On représente communément la direction normale ND de l'échantillon $(Z_S)$ au centre de la figure de pôle. Les directions transversales, TD, sont perpendiculaires à la première et incluses dans le plan de l'échantillon. Les réflexions des plans (100) sont reportées sur une demi-sphère imaginaire centrée autour de la direction normale à l'échantillon. On tient compte des directions équivalentes en symétrie cubique qui sont elles aussi reportées sur la demi-sphère. On effectue finalement une projection stéréographique de ces réflexions sur le plan de la feuille. La figure de pôle résultante est présentée en Fig. 2.9. La figure de pôle permet de rendre compte de l'orientation cristallographique des plans latéraux de ce cristal cubique. Dans le cas d'un échantillon réel, les réflexions des autres cristallites sont évidemment reportées sur même la figure.




Droites entre pôles <100> et le pôle sud
Intersection avec le plan équatorial

Grain de structure cubique dans
un échantillon déformé

FIGURE 2.8 – Positionnement des réflexions du plan (001) selon la direction ⟨100⟩ et symétriques sur une sphère imaginaire entourant le cristal cubique (Figure de AlluMetal). Le repère du cristal est replacé dans le repère de l'échantillon dans le schéma de droite. Les directions transversale (TD), normale (ND) et de laminage (RD) sont indiquées dans l'échantillon. Elles constituent le repère de référence des figures de pôle. Pour un échantillon qui ne possède pas de direction de laminage, on parlera non pas de RD mais d'une deuxième TD.

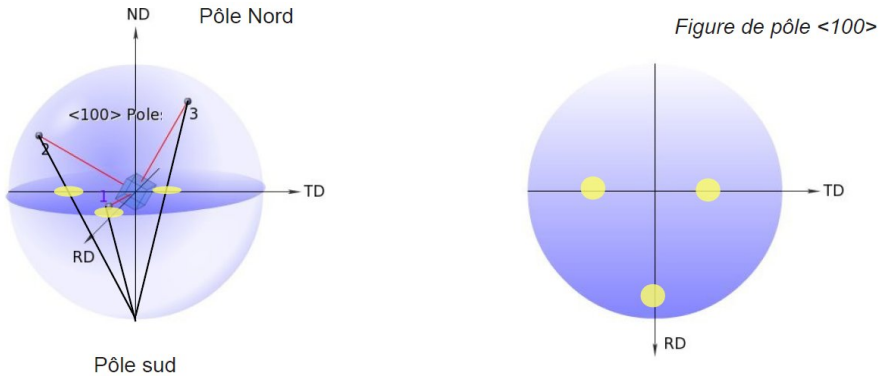



FIGURE 2.9 – Figure de pôle associée au cristal de la Fig. 2.8 (Figure de AlluMetal). Il s'agit des projections sur le plan équatorial des intersections des réflexions des plans (100) et symétriques sur la 1/2 sphère imaginaire supérieure, centrée sur le cristal, par rapport au pôle Sud de référence.

## 2.3.2 Détermination des propriétés élastiques du polycristal moyen

### 2.3.2.1 Rotation du tenseur élastique du monocristal

On suppose maintenant que l'ODF discrète du polycristal est connue. On fait l'hypothèse que le matériau est composé de grains de même nature minéralogique. On peut donc utiliser le même modèle élastique de référence pour l'ensemble des grains (i.e. orientations discrètes de l'ODF). On veut maintenant calculer le tenseur élastique moyen pour chacun des grains. La théorie de l'élasticité linéaire dit

que l'énergie élastique interne d'un monocristal ne change pas quand on lui fait subir une rotation solide. Pour chacune des orientations discrètes, on fait donc "tourner" le tenseur élastique de référence pour l'exprimer dans le repère local. On peut évaluer ainsi le tenseur élastique unitaire local qui représente les propriétés élastiques du grain possédant cette orientation.

Le tenseur $C^p$ unitaire pour chaque orientation cristallographique de l'ODF est obtenu de la manière suivante (Bunge [1982], reprise par Mainprice [2007]) :

$$C^p_{pqrt}(\mathbf{g}') = \Omega^{g'}_{pi}\Omega^{g'}_{qj}\Omega^{g'}_{rk}\Omega^{i}_{tl}C^0_{ijkl} \tag{2.8}$$

où les $C^p_{pqrt}(\mathbf{g_i})$ sont les constantes élastiques moyennes du polycristal dans la direction $g'$ et sont reliées aux $C^0_{ijkl}$ du modèle élastique par la matrice de rotation, autrement appelée matrice d'orientation. $\Omega^{g'} = \Omega(\phi 1(g'), \Phi(g'), \phi 2(g'))$, $\phi 1(g'), \Phi(g'), \phi 2(g')$ sont les angles d'Euler (Fig. 2.7) associés à l'orientation discrète $g'$.

***Remarque :***
Il existe une autre procédure pour calculer les composantes du tenseur unitaire $C^p_{ijkl}$ après rotation. En effet, on peut exprimer la transformation Eq. 2.8 selon la formule de changement de base suivante [Bower, 2010] :

$$C' = KCK^T \tag{2.9}$$

où $K^T$ est la transposée de la matrice de passage K qui s'exprime ainsi (voir Ting [1996] pour la démonstration algébrique des formules) :

$$K = \begin{pmatrix} K^{(1)} & 2K^{(2)} \\ K^{(3)} & K^{(4)} \end{pmatrix}$$

avec les sous-matrices $K^{(1)}$, $K^{(2)}$, $K^{(3)}$ et $K^{(4)}$ définies de la forme suivante :

$$\forall\ (i,j)\varepsilon\,[1:3] \quad et \quad mod\,(i+1,3) = \begin{cases} i & i \leqslant 3 \\ i-3 & i > 3 \end{cases}$$

$$\begin{aligned} K^{(1)}_{ij} &= \Omega^2_{ij} \\ K^{(2)}_{ij} &= \Omega_{imod(j+1,3)}\Omega_{imod(j+2,3)} \\ K^{(3)}_{ij} &= \Omega_{mod(i+1,3)j}\Omega_{mod(i+2,3)j} \\ K^{(4)}_{ij} &= \Omega_{mod(i+1,3)mod(j+1,3)}\Omega_{mod(i+2,3)mod(j+2,3)} \\ &\quad +\Omega_{mod(i+1,3)mod(j+2,3)}\Omega_{mod(i+2,3)mod(j+1,3)} \end{aligned} \tag{2.10}$$

#### 2.3.2.2 Moyennes de Voigt,Reuss et Hill (*VRH*) du tenseur élastique du polycristal

Les conventions de Voigt, Reuss et Hill ( $VRH$ ) sont les mêmes que celles définies dans le paragraphe 2.2.3. L'expression du tenseur élastique moyen du polycristal $C$ varie en fonction de la convention utilisée. Si l'on utilise la convention de Voigt, on utilise les tenseurs élastiques locaux que l'on intègre directement sur l'ensemble des orientations de l'espace. Si on prend la convention de Reuss, on intègre les tenseurs des rigidités locaux, $S^p = (C^p)^{-1}$, dans l'espace puis on calcule l'inverse

du résultat pour obtenir le tenseur élastique moyen du polycristal. On parlera de moyennes de Voigt et de Reuss dont les expressions continues sont les suivantes :

$$\begin{aligned} \langle C_{ijkl}\rangle_{Voigt} &\approx \int C^p_{ijkl}(\mathbf{g}).f(\mathbf{g})dg \\ \langle C_{ijkl}\rangle_{Reuss} &\approx \left(\int S^p_{ijkl}(\mathbf{g}).f(\mathbf{g})dg\right)^{-1} \end{aligned} \tag{2.11}$$

où $\langle C_{ijkl}\rangle_{Voigt}$ et $\langle C_{ijkl}\rangle_{Reuss}$ représentent respectivement les estimations de Voigt et de Reuss des constantes élastiques du tenseur élastique moyen du polycristal considéré en fonction de l'intégrale sur tous les tenseurs unitaires $C^p_{ijkl}(\mathbf{g})$ et $S^p_{ijkl}(\mathbf{g}) = \left[C^p_{ijkl}(\mathbf{g})\right]^{-1}$ dans toutes les directions $g$ de l'espace, pondérées par la fonction ODF continue $f(\mathbf{g})$.

Dans le cas d'un solide anisotrope, les moyennes de Voigt et Reuss ne sont pas égales. C'est pourquoi Hill [1952] a défini une autre approximation qui n'est autre que la moyenne des deux précédentes. La moyenne de Hill ou approximation de Voigt-Reuss-Hill ( *VRH* ou superHill) est souvent proche des valeurs expérimentales bien que le fait de prendre exactement la moyenne de Reuss et Voigt résulte d'un choix arbitraire et n'a pas de fondement physique.

On utilise donc la moyenne de Hill pour calculer les composantes des tenseurs élastiques unitaires. On minimise ainsi l'erreur qui découle des hypothèses strictes qui sont associées à l'application soit de Voigt, soit de Reuss.

#### 2.3.2.3 Tenseur élastique moyen du polycristal (convention de Hill)

Si on discrétise les expressions précédentes, on obtient les expressions suivantes des composantes des tenseurs élastiques moyens de Voigt, Reuss et Hill respectivement :

$$\begin{aligned} \langle C_{ijkl}\rangle_{Voigt} &\approx \sum V_{g'}.C^p_{ijkl}(\mathbf{g}') \\ \langle C_{ijkl}\rangle_{Reuss} &\approx \left(\sum V_{g'}.C^p_{ijkl}(\mathbf{g}')\right)^{-1} \end{aligned} \tag{2.12}$$

$$\Rightarrow \langle C_{ijkl}\rangle_{Hill} = \frac{\langle C^p_{ijkl}\rangle_{Voigt} + \langle C_{ijkl}\rangle^p_{Reuss}}{2} \tag{2.13}$$

où $V_{g'}$ représente la fraction volumique correspondant à l'orientation $g'$.

Le tenseur élastique du polycristal moyen $\langle C\rangle_{Hill}$ est maintenant connu. Les propriétés élastiques du polycristal sont entièrement décrites par la connaissances des constantes élastiques $\langle C_{ijkl}\rangle_{Hill}$.

## 2.4 Anisotropie élastique et propriétés élastiques

L'anisotropie élastique est caractérisée par la variation de la vitesse de propagation des ondes à travers un matériau. Dès lors qu'on connaît le tenseur élastique

d'un matériau (monocristallin ou policristallin), on peut calculer directement les vitesses de propagation dans toutes les directions de l'espace.

En pratique, on procède en trois étapes. On commence par discrétiser l'espace d'Euler en un nombre fini d'orientations, de la même manière que lorsqu'on calcule une ODF. On calcule ensuite les vitesses de propagation unitaires (de Voigt) le long de ces directions.

### 2.4.1 Calcul de la vitesse de propagation des ondes $P$ dans une direction de l'espace

Je détaille maintenant la méthode utilisée pour calculer la vitesse de propagation des ondes $P$ dans une direction donnée [Mainprice, 2007].

#### 2.4.1.1 Généralisation de la loi de Hooke et équation de déplacement

On reprend la loi de Hooke (Eq. 2.1) qu'on généralise pour tout point r du polycristal. [Mainprice, 2007] :

$$\forall\ r,\ \sigma_{ij}(r) = C_{ijkl}(r)\frac{\delta u_l}{\delta x_k}(r) \tag{2.14}$$

où $u_l$ représente le déplacement de l'onde sismique, $x_k$ la position.

L'équation de déplacement en fonction du temps $t$ peut donc s'écrire sous la forme suivante :

$$\forall\ r,\ \left(\frac{\delta^2 u_i}{\delta t^2}\right)_r = \left(\frac{\delta \sigma_{ij}}{\delta x_j}\right)_r \implies \left(\frac{\delta^2 u_i}{\delta t^2}\right)_r = C_{ijkl}(r)\left(\frac{\delta^2 u_l}{\delta x_j \delta x_k}\right)_r \tag{2.15}$$

Le déplacement d'une onde plane monochromatique peut être décrit par une fonction harmonique dépendante de $t$ que l'on intègre cette fonction dans l'équation :

$$C_{ijkl}s_j s_l p_k \ = \ \rho v^2 p_i \tag{2.16}$$

où $\rho = 13154 kg.m^{-3}$ [Deguen, 2009, Deguen et al., 2011] est la masse volumique moyenne dans la graine (supposée constante), $v$ représente les vitesses d'ondes sismiques, $P$, $S1$ et $S2$. $\overrightarrow{s}$ est le vecteur unitaire caractérisant la lenteur de l'onde. $\overrightarrow{p}$ est le vecteur de polarisation.

#### 2.4.1.2 Tenseur de Christoffel

En factorisant, on exprime :

$$(C_{ijkl}n_j n_l - \rho v^2 \delta_{ik})p_k \ = \ 0 \tag{2.17}$$

où $\delta_{ik}$ qui est le symbole de Kronecker ($\delta_{ik} = 1$ si $i = k$, 0 sinon). On trouve finalement l'expression du tenseur 3x3 de Christoffel, T (Eq. 2.18) (1977), qui simplifie les écritures précédentes :

$$T_{ik} = C_{ijkl}n_j n_l \tag{2.18}$$

où $n_q$ et $n_t$ sont les cosinus directeurs de la direction de propagation, soient les composantes d'un vecteur normé $\overrightarrow{n}$ colinéaire à celle-ci.

#### 2.4.1.3 Résolution du tenseur de Christoffel

On introduit maintenant la notion de module d'onde $M = \rho v^2$. Dans notre cas, M correspond aux valeurs propres de $T_{ij}$, (i,j) = 1...3. Comme c'est une matrice Hermitienne, elle est orthogonalement diagonalisable et toutes ses valeurs propres sont réelles. Elles sont égales à $\rho v_P^2$ (qui est la plus grande),$\rho v_{S1}^2$ et $\rho v_{S2}^2$. Trouver les valeurs propres de $T_{ij}$ nous donne donc directement la valeur de $v_P$ dans la direction de propagation choisie (en convention de Voigt) [Mainprice, 1990].

#### 2.4.1.4 Calcul de la vitesse moyenne (de Voigt) dans le polycristal

Pour calculer la vitesse moyenne de Voigt dans l'échantillon polycristallin, on procède à une intégration en volume de ces vitesses élémentaires $v_P^{g'}$ à partir des volumes élémentaires $V_{elem}(g')$ d'influence associés à chaque direction unitaire $g'$ de l'espace discrétisé, selon la formule :

$$v_P^{moy} = \sum_{g}^{'} v_P(g') V_{elem}(g') \tag{2.19}$$

#### 2.4.1.5 Critique de la méthode

Cette méthode de calcul présente un inconvénient fondamental. Elle suppose en effet qu'on vérifie l'hypothèse de Voigt [Matthies and Humbert, 1995, Matthies et al., 2001]. Toutes les vitesses de propagation calculées par cette méthode sont donc des vitesses de Voigt.

L'expérience a montré que les valeurs de vitesses de propagation d'ondes sismiques réelles sont toujours comprises entre les estimations de vitesse par la méthode de Reuss (borne inférieure) et celle de Voigt (borne supérieure). Une estimation plus physique des vitesses se trouverait donc quelque part à l'intersection entre les deux approximations de vitesses, entre déformation constante et contrainte invariante. Il faudrait donc utiliser la vitesse de propagation de Hill. Cependant, cela n'est pas possible et la méthode de calcul décrite précédemment reste à ce jour la seule qui existe pour calculer des vitesses d'ondes à partir d'un agrégat polycristallin [Mainprice, 2007].

Il est donc important de noter que, pour des polycristaux fortement anisotropes, il est probable qu'on observe une erreur non négligeable dans le calcul des vitesses au sein du polycristal.

### 2.4.2 L'anisotropie élastique dans un monocristal

#### 2.4.2.1 Anisotropie élastique dans un cristal de fer hc

La manière dont on définit l'anisotropie élastique dans un monocristal n'est pas la même en fonction de sa structure (Fig. 2.1). Pour le fer de structure hexagonale compacte, on représente l'anisotropie monocristalline sous forme d'un graphique 2D traçant l'évolution de la vitesse moyenne des ondes sismiques, $P$ ou $S$, en

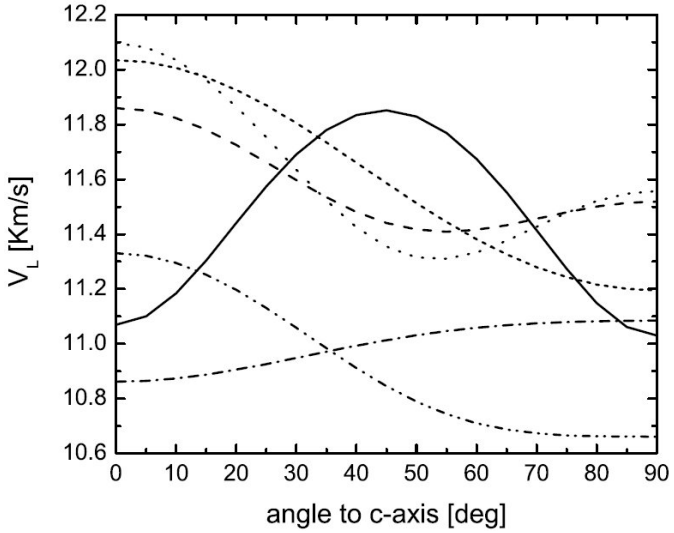



FIGURE 2.10 – Comparaison des profils de vitesse d'ondes $P$ pour différentes études effectuées à 200GPa (d'après Antonangeli et al. [2006], extrait de Mao et al. [2008]).

fonction de l'angle entre la direction de propagation et l'axe $c$ cristallographique (axe perpendiculaire au plan $(a_1, a_2)$ de la Fig. 2.1). En Fig. 2.10, on montre quelques uns des modèles élastiques les plus récents pour le fer hc. De manière générale, la forme de l'anisotropie élastique dans un monocristal de structure hc peut se résumer en deux points :

- La différence entre la vitesse des ondes se propageant le long de l'axe $c$, $v_P^c$ (angle à l'axe $c$ de 0°), et celle des ondes qui se propagent le long de l'axe $a$, $v_P^a$ (90°),
- L'amplitude de la cloche qui correspond plus ou moins à la dérivée seconde à 45° de l'axe $c$.

Par exemple, le modèle de Mao et al. [1998] présente des vitesses $v_P^a$ et $v_P^c$ identiques avec une amplitude de la cloche est très importante. Les modèles de Steinle-Neumann et al. [2001] et Laio et al. [2000] montrent tous deux une différence de vitesse importante entre $v_P^a$ et $v_P^c$. En revanche, ils diffèrent franchement par leurs amplitudes de cloche. Pour le modèle de Laio et al. [2000], l'amplitude est quasiment nulle (i.e. très faible courbure à 45°, la dérivée seconde est ≈0) alors qu'elle est assez forte pour celui de Steinle-Neumann et al. [2001] (courbure plus prononcée).

#### 2.4.2.2 Anisotropie élastique dans un cristal de fer cc ou cfc

Qu'il s'agisse d'un monocristal de fer cubique centré ou cubique face centrée, la manière de mesurer l'anisotropie élastique est la même. Avec un degré de symétrie plus élevé que le fer hexagonal, le fer cubique possède aussi plus de directions équivalentes que le fer hc. Contrairement au fer hexagonal, on ne peut donc pas définir deux axes cristallographiques principaux.

Dans la littérature, il existe plusieurs ratios adimensionnels qui décrivent tous l'anisotropie élastique du monocristal cubique (Tab. 2.3), Parmi ceux-là, le "Zener ratio" est le plus connu. Il représente le rapport entre les deux extremas des modules élastique et de cisaillement.

TABLE 2.3 – Ratios adimensionnels représentant l'anisotropie monocristalline dans un cristal de symétrie cubique.

| Critère | Ratio(s) |
|---|---|
| Karki et al. [1997] | $A = \frac{2c_{44} + c_{12}}{c_{11}} - 1$ |
| Every and Stoddart [1985] | $s_3 = \frac{c_{11} - c_{12} - 2c_{44}}{c_{11} + 2c_{44}}$ |
| Zener and Heikes [1953] | $A' = \frac{2c_{44}}{c_{11} - c_{12}}$ |

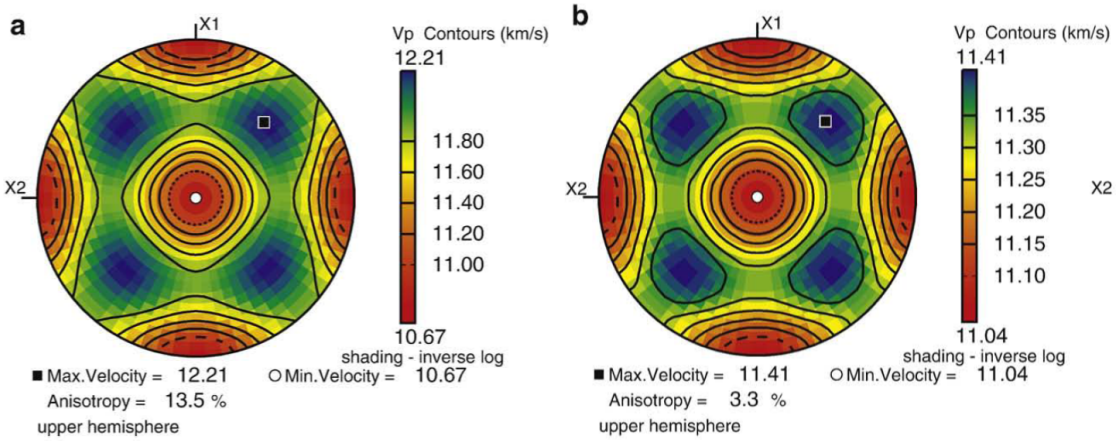



FIGURE 2.11 – Figures de vitesses des ondes $P$ pour le monocristal de fer (a) cfc, et (b) cc aux conditions de la graine terrestre (modifiée de Vočadlo et al. [2008a]).

A titre d'exemple, on montre en Fig. 2.11 les figures de $v_P$ des modèles élastiques du fer cfc (a) [Vočadlo et al., 2008a] et cc (b) [Vočadlo, 2007]. Les figures de $v_P$ se ressemblent mais les anisotropies monocristallines (en $v_P$) sont radicalement différentes. Elles sont de 13,5 pour le fer cfc et de seulement 3,3% pour le fer cc.

#### 2.4.2.3 Anisotropie élastique dans polycristal : effet de la texture

On montre en Fig. 2.12 que les figures de $v_P$ d'un polycristal sont très dépendantes de la texture du polycristal. Pour un même modèle élastique de fer hexagonal compact (Vočadlo et al. [2009] à 5000K) mais avec des textures cristallographiques différentes, les figures de Vp du polycristal sont très différentes l'une de l'autre. Une texture relativement forte (en haut) permet d'obtenir une anisotropie N-S de l'ordre de 1,3%. Une texture quasiment aléatoire (en bas) donne une figure quasiment aléatoire donne cette fois-ci une anisotropie nulle avec une figure

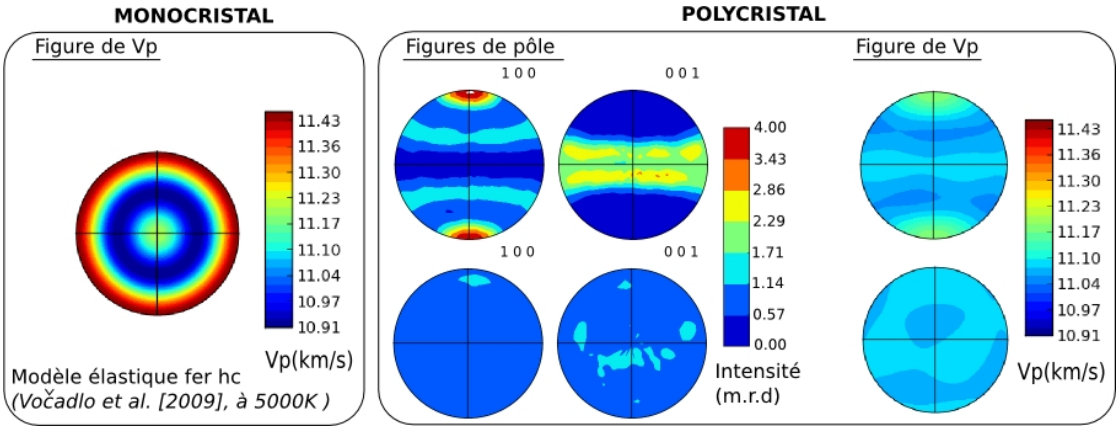



FIGURE 2.12 – Relation entre texture et anisotropie sismique dans le polycristal. On définit deux textures, l'une forte (en haut, au milieu), l'autre presque aléatoire (en bas). Les figures de Vp associées (à droite, en haut et en bas) sont calculées à partir du même modèle élastique (fer hc à 5000K de Vočadlo et al. [2009] (à gauche).

de $v_P$ presque isotrope. On constate que, même pour une texture forte, l'anisotropie élastique du polycristal est inférieure à celle du monocristal (≈4,9%) la gamme de vitesse couverte est restreinte comparé au modèle élastique, preuve que l'amplitude de l'anisotropie monocristalline est presque toujours plus forte que celle du polycristal. C'est f'effet de moyenne spatiale qui atténue l'anisotropie globale dès lors que les grains du polycristal ont des orientations différentes.

#### 2.4.2.4 Et dans la graine ?

Il est généralement admis que, pour générer une anisotropie sismique, il faut un alignement préférentiel des cristaux de manière à ce que la direction de propagation rapide des ondes sismiques soit parallèle à l'axe de rotation. On sait maintenant (Fig. 2.12) qu'il faut que la texture soit très orientée et que l'amplitude de l'anisotropie du monocristal ne peut pas directement être automatiquement transposée au polycristal, même si celui-ci est très orienté.

Dans la graine, il faut que la direction rapide des cristaux de fer (hc, cc ou cfc) soit alignée avec l'axe de rotation de la graine. Comme l'anisotropie sismique est plus forte en profondeur, la texture doit être plus orientée en profondeur et rester compatible avec la direction d'anisotropie macroscopique. La couche superficielle présente probablement une texture aléatoire. Pour retrouver l'amplitude de l'anisotropie sismique, il faut que l'anisotropie élastique du monocristal soit forte.

# Chapitre 3

# L'anisotropie sismique à l'échelle macroscopique : de la graine à la Terre

## Sommaire


**3.1 Les modèles structuraux et géodynamiques de graine . . . 42**
**3.2 Processus dynamiques à l'origine de l'anisotropie . . . . . 43**
3.2.1 Solidification orientée de la graine . . . . . 43
3.2.2 Tailles de grain et rhéologie dans la graine . . . . . 44
**3.3 Les processus de création de texture dans la graine . . . . 45**
3.3.1 Modèles géodynamiques . . . . . 45
3.3.2 Modèles de texturation par solidification . . . . . 49
**3.4 Conclusion de l'introduction géophysique . . . . . 50**


Avec ses 1220 km de rayon, la graine terrestre représente moins de 1% du volume terrestre, pour l'équivalent de 2% de sa masse. La graine est une cible bien petite pour la sismologie et elle est soustraite au regard du sismologue par plus de 5000 km de roche et de fer en fusion. Les ondes de volume sont peu énergétiques, leur zone de Fresnel est large (diamètre de l'ordre de 200 à 500 km pour des ondes de volume de période de 1 à 5 s [Calvet et al., 2006], les trajets polaires sont rares, et l'analyse et l'interprétation des temps de trajet est rendue difficile par la présence d'hétérogénéités dans la couche D" et dans la croûte. Peu de modes propres sont sensibles à la structure du noyau et de la graine et leur sensibilité est toujours nulle au centre de la Terre et donc faible dans une grande partie de la graine. De plus, pour pouvoir être détectés, les modes profonds doivent être visibles à la surface du globe où ils sont mesurés. Ces modes sont aussi sensibles au manteau, avec souvent plus de 50% de leur énergie dans le manteau, ce qui implique que l'effet des hétérogénéités et de l'anisotropie dans le manteau, en plus de ceux de la force de Coriolis, et de l'ellipticité, doivent être corrigés au préalable.

Etant donné sa position en tant que centre solide de la planète, sa dynamique reste cependant de premier plan et unique [Sumita, 2007]. L'ICB constitue une limite de phase solide-liquide, et se situe à l'endroit où le géotherme terrestre croise la température de liquidus de l'alliage métallique qui compose la graine.

Au fur et à mesure que la Terre refroidit et que la graine se solidifie, le rayon à l'ICB augmente. Il existe une grande incertitude en ce qui concerne l'âge de la graine terrestre qu'on estime entre 0.5 et 3 milliards d'années (Ga). La plupart des processus géodynamiques qui prennent place dans la graine sont très probablement intimement liés à sa croissance, qui est quant à elle contrôlée fortement par le flux de chaleur depuis le centre de la graine vers le noyau liquide externe.

L'étude de la dynamique du noyau interne est motivée par un grand nombre d'observations, principalement de nature sismologique. La géodynamique essaie d'expliquer l'origine de ses propriétés physiques et autres attributs. Parmi ceux-ci, nous nous intéressons surtout à l'origine de l'anisotropie observée et de l'atténuation. D'un point de vue dynamique, celle-ci est la conséquence de l'action groupé de deux processus : la solidification et la déformation.

Dans ce chapitre, nous allons détailler l'état de la compréhension des processus dynamiques qui prennent place dans la graine. Nous commencerons par un rappel sur les modèles structuraux de graine et les origines supposées de l'anisotropie observée en sismologie. Nous discuterons ensuite du mode de solidification pour étudier l'éventualité d'une convection. Ensuite, nous traiterons le cas de la taille de grain et l'état de contrainte qui contrôlent en partie le mécanisme et la constante de temps de la déformation, ce qui contraint à la fois le taux de déformation et la viscosité de la graine. Nous présenterons ensuite les différentes propositions de modèles géodynamiques. Enfin, nous conclurons sur les processus dynamiques à l'origine de l'anisotropie.

## 3.1 Les modèles structuraux et géodynamiques de graine

Les observations sismologiques ont permis d'établir des modèles structuraux qui décrivent une graine constituée de plusieurs enveloppes aux propriétés élastiques radicalement différentes mais homogènes au sein d'une même structure [Stixrude and Cohen, 1995, Calvet et al., 2006]. Calvet et al. [2006] décrit trois propositions de modèles structuraux (Fig. 3.1). Ils mettent en avant deux structures principales, qui sont une enveloppe externe et une sous-graine. Les propriétés élastiques de ces sous-unités de graine sont différentes et, par conséquent, leur contribution en termes d'anisotropie sismique l'est aussi. En (a) et (b), la direction rapide est même opposée entre les deux structures mais l'amplitude du signal d'anisotropie de la sous-graine diffère. En (c), les directions des axes rapides de la sous-graine et de la couche externe sont les mêmes mais l'anisotropie est plus forte dans la première. Ce dernier modèle est celui qui reproduit le mieux la dépendance en profondeur observée.

Cependant, d'un point de vue géodynamique et minéralogique, ces modèles structuraux d'anisotropie cylindrique sont difficiles à concilier avec une croissance sphérique de la graine. C'est pourquoi il faut considérer les modèles géodynamiques, qui sont plus réalistes. Les principaux groupes de modèles géodynamiques sont présentés en (d) et (e). En (d), on trouve les modèles quadripolaires et en (c), les modèles bipolaires.

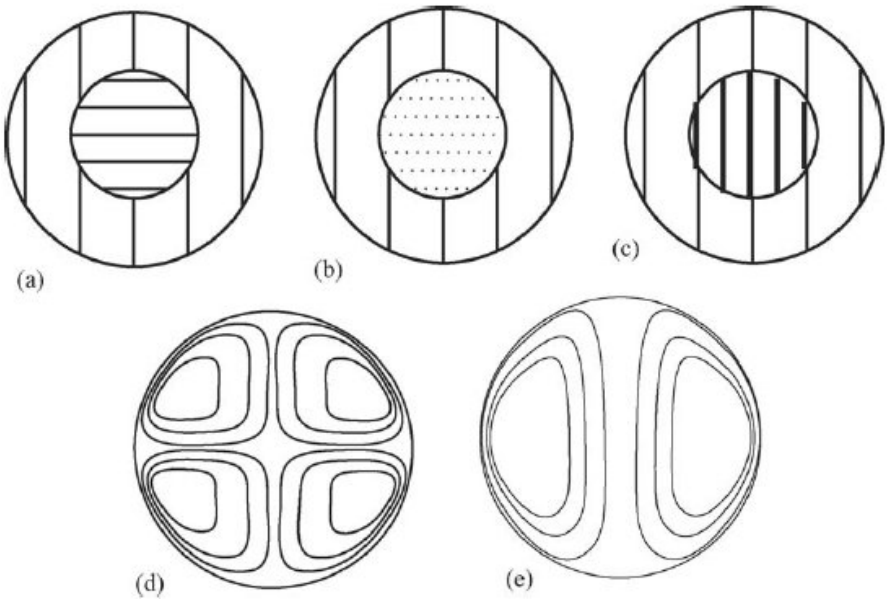



FIGURE 3.1 – Les modèles structuraux et géodynamiques de la graine (extrait de Calvet et al. [2006]). Les modèles (a), (b) et (c) sont les différents modèles structuraux de graine établis pour expliquer les observations d'une anisotropie sismique Nord-Sud et d'une sous-graine. L'amplitude et la direction rapide de l'anisotropie Nord-Sud sont représentées par des rayures dont le sens correspond à l'axe rapide. Plus le trait est appuyé, plus l'anisotropie est forte. Les traits pointillés montrent une anisotropie faible, voire très faible. Les modèles (d) et (e) représentent les deux classifications principales des modèles géodynamiques : en (d), les modèles quadripolaires, en (e), les modèles bipolaires.

## 3.2 Processus dynamiques à l'origine de l'anisotropie

### 3.2.1 Solidification orientée de la graine

La graine se solidifie à sa périphérie sous l'effet de la pression sur la pente du liquidus [Sumita, 2007]. Un interface plat solide-fluide comme l'ICB peut devenir morphologiquement instable [Mullins and Sekerka, 1964] par l'action d'un super-refroidissement de constitution [Rutter, 1958, Porter and Easterling, 1992]. Cela génère en conséquence des perturbations dans le fluide du noyau liquide. Une instabilité morphologique, bien que discutée Morse [1986, 2002], due à un super-refroidissement de constitution aboutit généralement à une croissance de type dendritique (Fig. 3.2) des cristaux à l'interface.

Les dendrites qui sont situées près de la direction du flux de chaleur se forment plus rapidement. Notons que les dendrites cristallisent également dans des directions cristallographiques particulières, créant ainsi une texture de solidification qui est pressentie pour expliquer l'atténuation superficielle forte. Les alliages qui cristallisent dans des directions préférentielles forment des cristaux allongés, alignés avec la direction de croissance des dendrites. La zone dendritique à la surface de la

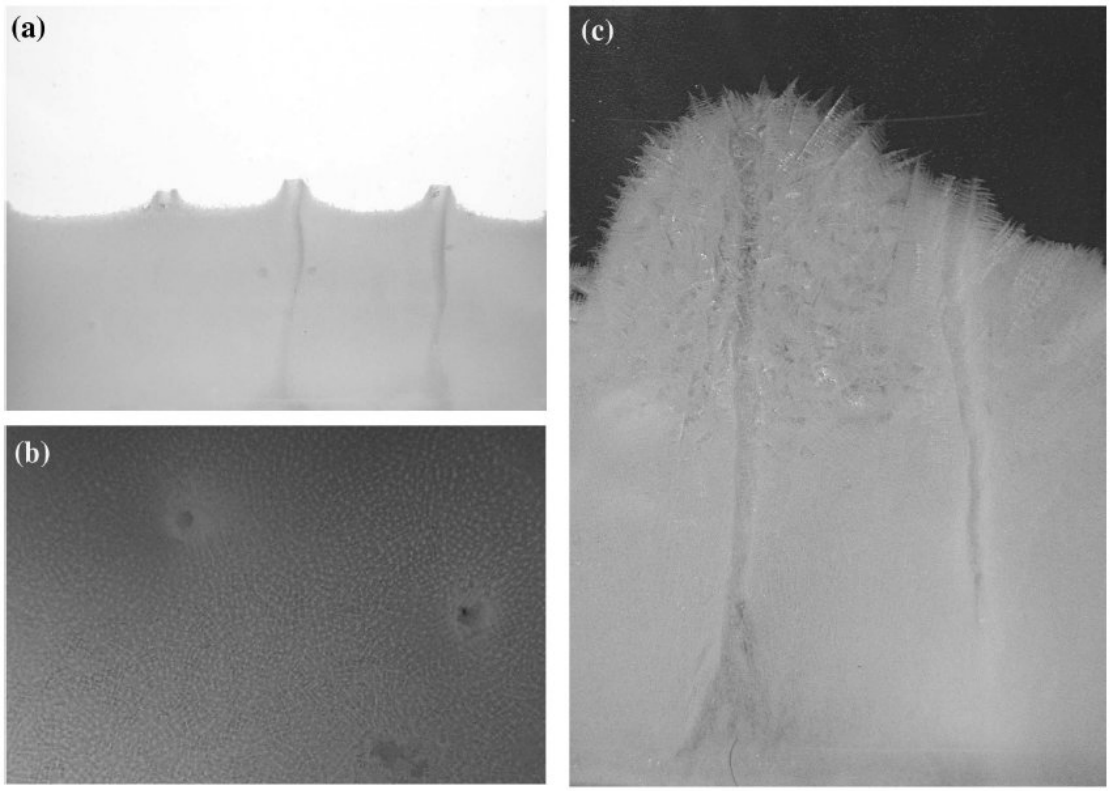



FIGURE 3.2 – Zones dendritiques cristallisées à partir de solutions aqueuses de chlorure d'ammonium (extrait de la thèse de Deguen [2009]). La photo (a) montre le développement de cheminées (en coupe) dans la zone dendritique. En (b), il s'agit d'une photo du front de solidification dendritique, où les cheminées sont apparentes. En (c), des cristaux équiaxes se sont formés autour des panaches froids issus des cheminées et ont sédimenté préférentiellement autour des cheminées.

graine est appelée zone de mush (i.e. mélange solide-fluide). Fearn et al. [1981] ont suggéré que la température au centre de la graine pourrait être supérieure à celle de l'eutectique, auquel cas la zone de mush ne serait pas circonscrite à la couche la plus superficielle mais étendue sur l'intégralité du volume du noyau interne.

### 3.2.2 Tailles de grain et rhéologie dans la graine

L'anisotropie provient en partie de la déformation. Elle dépend du gradient de déformation mais pas de son sens. La rhéologie du fer aux conditions du noyau contrôle à la fois le type et le taux de déformation dans la graine. Le régime de déformation est donc dépendant de l'état de contrainte et de la viscosité effective de la graine.

Pour des constantes de temps supérieures au temps de relaxation de Maxwell, on peut considérer que la graine a un comportement de fluide visqueux. La viscosité de la graine demeure cependant mal contrainte. Les estimations actuelles varient 10 ordres de grandeur, de $10^{11}$ à $10^{21}$Pas selon la méthode avec laquelle on l'évalue. On peut évaluer théoriquement la viscosité à partir de la minéralogie physique, par

exemple Van Orman [2004] avance une valeur de $10^{11}$ Pas. Finalement, les différents modèles [Jeanloz and Wenk, 1988, Yoshida et al., 1996, Bergman, 1998, Bergman et al., 2003] n'ont cependant pas permis d'aboutir à un consensus. Le mécanisme de déformation dans la graine est donc encore inconnu. Précisons cependant que ces modèles considèrent que la structure du fer est hexagonale compacte. On ne sait donc pas ce que les estimations auraient été pour une structure cubique.

La viscosité de la graine peut aussi être contrainte par l'existence de certains modes géodynamiques. Buffett [1997] l'évalue à partir de contraintes géodynamiques liées à la super-rotation de la graine et à son couplage gravitationnel avec le manteau terrestre avec des valeurs soit inférieur à $10^{16}$ Pas, soit supérieur à $10^{20}$ Pas. Avec le même type d'approche, Mound and Buffett [2006] déduit que la viscosité de la graine doit être de $10^{17}$ Pas pour explique l'oscillation à 6 ans de la longueur du jour.

## 3.3 Les processus de création de texture dans la graine

Un certain nombre de modèles ont été proposés afin d'expliciter l'origine de l'anisotropie élastique dans la graine. Il en existe deux grandes catégories :

- Les modèles géodynamiques qui supposent que les cristaux s'orientent préférentiellement en réponse à une déformation plastique dans la graine,
- Les modèles de texturation par solidification qui considèrent que la texture est acquise lors de la solidification à l'ICB.

### 3.3.1 Modèles géodynamiques

En accord avec Calvet et al. [2006], il existe deux grands types de modèles géodynamiques, tout deux de grande échelle : les modèles bipolaires et les quadripolaires. Il existe plusieurs processus dynamiques capables de générer de telles structures de graine. D'autres modèles établissant une autre structure de graine ont également été proposés. Des exemples de modèles géodynamiques à écoulement radial sont présentés en Fig. 3.3 et explicités dans la suite de la section.

Un mécanisme principal pour créer de l'anisotropie sismique dans la graine est l'orientation préférentielle (LPO) des cristaux, acquise soit pendant leur solidification soit au cours de la déformation qui a suivi [Steinle-Neumann et al., 2001]. Tous les modèles géodynamiques qui existent intègrent ce mécanisme d'une manière ou d'une autre. Il n'y a que dans le cas d'un cisaillement simple de grande échelle que la LPO coïncide complètement avec la direction du mouvement de déformation. Pour tout autre modèle géodynamique, il faut aussi s'attendre à une texture complexifiée, image des différents cisaillements et processus de cristallisation.

#### 3.3.1.1 Stratification thermique

Si la croissance de la graine est assez lente pour permettre une extraction de la chaleur principalement par conductivité thermique, il apparaît une stratification

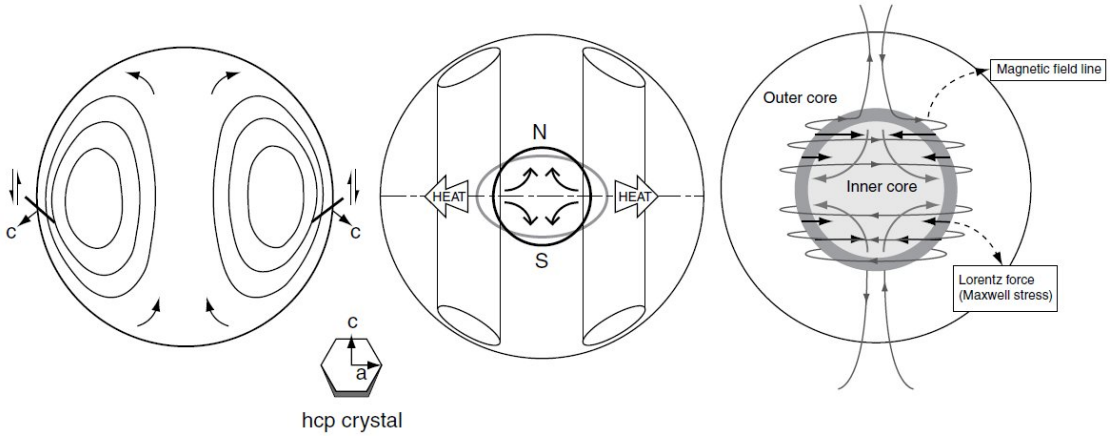



FIGURE 3.3 – Exemples de modèles géodynamiques à écoulement radial (extrait de Sumita [2007]). (a) Convection thermique de degré 1 dans la graine [Jeanloz, 1990], (b) Écoulements géostrophiques dans le noyau externe, produisant un excès de refroidissement, et donc de cristallisation, dans le plan équatorial [Yoshida et al., 1996], (c) Forces de Maxwell issues du champ magnétique terrestre, qui, en comprimant la graine, génèrent un écoulement [Karato, 1999].

stable subadiabatique [Deguen et al., 2011]. Inversement, on a une stratification instable et possiblement de la convection [Fearn and Loper, 1981] lorsque la croissance est assez rapide. Bien qu'il ne soit pas possible actuellement de conclure sur la stabilité de la stratification thermique du noyau interne au vu des incertitudes sur les paramètres physiques les plus importants (taux de croissance, diffusivité thermique, adiabat et pentes de Clapeyron) [Sumita et al., 1995, Yukutake, 1998, Buffett, 2009, Deguen and Cardin, 2011], Deguen and Cardin [2011] estime que la graine peut développer une stratification thermique stable si son âge est supérieur à $0.9 \pm 0.6Ga$, ce qui est en accord avec les estimations d'âge de Labrosse et al. [2001] et de Nimmo [2007].

Toutefois, des calculs ab initio récents pour le fer [de Koker et al., 2012, Pozzo et al., 2012]et certains de ses alliages [Pozzo et al., 2013], en accord avec des résultats expérimentaux [Hirose et al., 2011] ont augmenté d'un facteur 2 à 5 la conductivité thermique du fer précédemment calculée dans les conditions du noyau terrestre [Stacey and Anderson, 2001]. Si ces résultats s'avèrent exacts, il est très peu probable que la convection thermique puisse se développer dans la graine [Deguen and Cardin, 2011].

#### 3.3.1.2 Convection thermique

Si la conductivité thermique du noyau est modérée, la conduction ne suffit pas à transporter la chaleur interne issue du refroidissement séculaire et d'une désintégration des radionucléides, potentiellement présents. La matière se met alors en mouvement pour transporter la chaleur vers la surface de la graine. Il s'agit du premier modèle géodynamique proposé [Jeanloz and Wenk, 1988]. Ce modèle suggère que l'orientation préférentielle des grains de fer hc se fait selon les mouvements

convectifs. Jeanloz and Wenk [1988] ont montré que pour une convection de degré 1 ou bipolaire (Fig. 3.3a) , l'écoulement est un cisaillement simple qui aligne les axes $c$ des cristaux de fer hc à $\approx 45°$ de l'axe de rotation. Pour estimer la direction rapide des cristaux de fer hc, ils ont utilisé un analogue, le Ti (hc). Ils ont trouvé que cette direction d'alignement préférentiel correspondait à un alignement de la direction rapide de propagation des ondes $P$ avec l'axe de rotation. Cependant, l'hypothèse selon laquelle le titane serait un bon analogue du fer est contestable. Ce modèle n'explique également pas pourquoi il faudrait privilégier une convection de degré 1 (i.e. bipolaire), prenant pour axe de symétrie l'axe de rotation, devant une autre géométrie de convection. Toutefois, dans une étude plus récente, linéaire au seuil de convection, Buffett [2009] montre que l'ellipticité de la graine permet de d'aligner l'axe du mouvement avec le petit axe de l'ellipsoïde (axe de rotation de la graine).

Les derniers modèles de convection thermique de Weber and Machetel [1992] et Wenk et al. [2000a] décrivent une convection plus développée présentant des plumes ascendants dans le plan équatorial et des panaches descendants aux pôles, c'est-à-dire un mouvement de type quadripolaire (Fig. 3.1). Ils mettent alors en évidence une orientation préférentielle des cristaux de fer hexagonal différente, pour laquelle la direction de propagation rapide est alignée avec l'axe polaire. Dans une étude plus complète, Deguen and Cardin [2011] montrent que la convection au delà du seuil est dominée par des multiples panaches froids qui se forment à la surface de la graine, ce qui semble incompatible avec l'anisotropie globale observée.

#### 3.3.1.3 Translation

Le modèle géodynamique proposé à la fois par Alboussière et al. [2010] et par Monnereau et al. [2010] est un mode de translation issu de la convection thermique. Il présente une asymétrie claire entre un hémisphère en fusion superficielle (Est) et un hémisphère en cristallisation (Ouest), ce qui expliquerait l'existence de la composante hémisphérique de l'anisotropie sismique. Les auteurs ont expliqué la fusion à l'ICB par une combinaison de paramètres physiques : la superadiabaticité de la graine, l'équilibre gravitationnel, et un échange de chaleur latente avec le noyau externe. Le modèle prédit un taux de translation de l'ordre de 100 millions d'années pour un complet renouvellement de la graine, ce qui serait supérieur à la vitesse de croissance de la graine, même jeune (500 millions d'année).

Si la graine est bien en translation, alors la texture devrait diminuer d'Ouest en Est Bergman et al. [2010]. Il est pourtant difficile d'estimer la vitesse d'effacement de la texture, étant donnée l'incertitude sur le taux de croissance des grains. En parallèle, il y aurait une distribution asymétrique de la taille des cristaux qui grandissent pendant la translation. Les grains à l'Est sont donc plus grand qu'à l'Ouest. Cela serait à mettre en relation avec l'anisotropie d'atténuation observée [Monnereau et al., 2010].

Enfin, tout dernièrement, Deguen et al. [2013] montrent que la translation peut être retrouvée dans un modèle de convection thermique dès lors qu'on introduit la fusion/cristallisation à la surface de la graine.

#### 3.3.1.4 Croissance équatoriale

Le modèle quadripolaire (degré 2) proposé par Yoshida et al. [1996] est fondé sur l'idée que la convection dans le noyau s'organise en colonnes géostrophiques bidimensionnelles sous l'influence de la force de Coriolis (Fig. 3.3b). Cette bidimensionnalisation implique un transfert de chaleur et d'éléments légers anisotrope dans le noyau. Yoshida et al. [1996] proposent que cette anisotropie du flux de chaleur induise un taux de cristallisation de la graine plus important dans une bande équatoriale que dans les régions polaires. A cause du saut de densité important entre le noyau externe et la graine, cette dernière subit une déformation isostatique pour corriger l'écart à la géométrie sphérique. Le gradient de déformation visqueux obtenu est un cisaillement simple de l'équateur vers les pôles. La validité de ce modèle est confirmée par Sumita and Yoshida [2003] avec le modèle élastique du fer hexagonal de Steinle-Neumann et al. [2001].

La principale difficulté de ce modèle réside en son (très) faible taux de déformation, de l'ordre de $10^{-18}s^{-1}$ seulement. Cela impose que la croissance de la graine soit lente et que la graine soit très âgée pour qu'une texturation puisse se mettre en place. En conséquence, la constante de temps associée à la création des orientations préférentielles est très grande. Deguen et al. [2011] ont démontré que ce taux de déformation est cependant suffisant pour modifier considérablement l'orientation de l'agrégat polycristallin dans les premiers temps de la cristallisation de la graine, bien qu'il ne permette pas de produire plus de 100% de déformation plastique cumulée.

Cela sera le modèle géodynamique qui servira de base dans la première partie de cette thèse.

#### 3.3.1.5 Forces de Maxwell

D'après Karato [1999], les forces de Maxwell (force de magnétique de Lorentz) sont suffisantes pour générer un écoulement visqueux dans la graine (Fig. 3.3c). Auquel cas, puisque la forme de l'écoulement induit est contrôlée par le forçage magnétique, ce modèle prévoit que l'anisotropie observée dans la graine est le reflet direct de la forme du champ magnétique. Buffett and Bloxham [2000] ont montré par la suite que cet écoulement, bien qu'existant, était trop faible pour se propager jusque dans les profondeurs de la graine et restait confiné aux premiers kilomètres sous l'ICB. Ce modèle ne pourrait donc pas produire d'orientations préférentielles. Buffett and Wenk [2001] ont proposé un forçage magnétique alternatif, dit toroïdal, avec des cisaillements dans le sens des longitudes sans véritable suite à ce jour.

#### 3.3.1.6 Stratification chimique

Une stratification densitaire d'origine chimique peut également provenir d'une variation compositionnelle dans la graine en cristallisation due à un partitionnement des éléments légers lors de la solidification. En effet, au fur et à mesure que la graine cristallise, le noyau liquide s'enrichit en éléments légers, rejetés lors de la solidification fractionnée. Il s'ensuit que le matériau cristallisé est de plus en plus léger au cours du temps, imposant un gradient radial stable de densité dans

la graine [Deguen and Cardin, 2009]. L'importance de la stratification chimique dépend principalement de la nature et de l'abondance de S, Si et O dans la graine [Allègre et al., 1995, Alfè et al., 2002, Badro et al., 2007]. Notons que Alboussière et al. [2010] précisent que les variations du coefficient de partitionnement effectif (résultant de variations dans l'efficacité de la fusion par compaction [Sumita et al., 1996] couplées à une convection interdendritique [Loper, 1983, Worster, 1997] dans une couche limite à l'ICB) pouvaient éventuellement avoir exactement l'effet inverse et fortement diminuer l'amplitude de la stratification chimique.

### 3.3.2 Modèles de texturation par solidification

Cette seconde catégorie de modèles fait intervenir la solidification à la surface de la graine pour expliquer l'anisotropie.

#### 3.3.2.1 Solidification sous l'action du champ magnétique

Karato [1999] ont proposé que le fer hc possède une susceptibilité magnétique aux conditions de la graine. Sous l'effet du champ magnétique, les cristaux s'orienterait préférentiellement pendant la solidification. Cependant, un tel modèle prévoit une anisotropie plus grande dans les zones externes de la graine, ce qui n'est pas compatible avec les observations sismologiques. Il a pourtant l'énorme avantage d'expliquer pourquoi l'axe d'anisotropie de la graine est aligné avec l'axe de rotation de la Terre, qui aligne en moyenne l'axe du dipôle magnétique. Par ailleurs, les calculs théoriques montrent que le fer hc est non-magnétique aux conditions de la graine [Söderlind et al., 1996, Steinle-Neumann et al., 1999]. Ce modèle n'a donc pas été retenu comme une explication plausible de l'anisotropie.

#### 3.3.2.2 Solidification par croissance dendritique

En écho à Yoshida et al. [1996] qui a décrit un refroidissement inégal à l'ICB, Bergman [1997] a proposé un modèle de texture acquise par solidification pendant un refroidissement orienté, perpendiculaire à l'axe de rotation (Fig. 3.4). Plus tard, il a validé son modèle en montrant, avec des expériences de solidification sur des alliages riches en étain, une croissance orientée de dendrites le long du flux de chaleur, résultant en une anisotropie élastique [Bergman et al., 2005]. La géométrie de croissance des cristaux impose une augmentation de l'anisotropie avec la profondeur, compatible avec les observations. De plus, cette croissance purement cylindrique ne résiste pas aux scénarios géodynamiques connus de la croissance de la graine.

#### 3.3.2.3 Solidification par croissance et nucléation orientées

Les expériences de Brito et al. [2002] ont montré que la croissance cristalline se faisait toujours parallèlement au gradient thermique. Ils ont également démontré des effets de nucléation orientée où les cristaux en formation s'alignent préférentiellement avec les cristaux préalablement formés (i.e. nuclei).

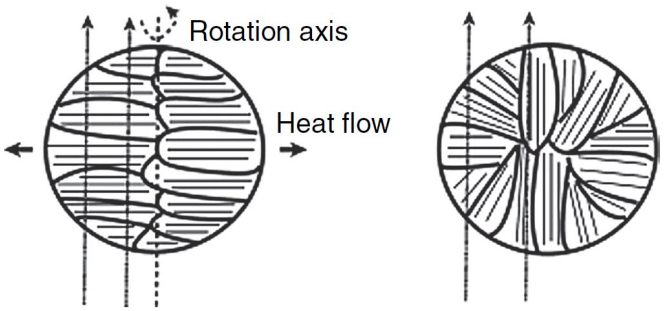



FIGURE 3.4 – Modèle de texture acquise par solidification (adapté de Bergman [1997] par Sumita [2007]). Le flux de chaleur perpendiculaire à l'axe de rotation produit une croissance dendritique dans la direction cylindrique radiale. Les lignes épaisses correspondent aux cristaux orientés en colonne, les lignes plus fines représentent les dendrites primaires. A gauche : coupe méridienne. A droite : coupe équatoriale.

## 3.4 Conclusion de l'introduction géophysique

Il est difficile de comparer de manière quantitative les différents processus proposés par expliquer l'anisotropie de la graine. Chacun de ces processus est susceptible de reproduire les observations sismologiques. L'effet de la structure cristalline reste également complètement indéterminée car les modèles géodynamiques en tous été produit pour le fer $\varepsilon$ (hc). Aux contraintes géodynamiques s'ajoutent donc des contraintes minéralogiques qui font que la représentation de la texture de la graine est difficile à prévoir et l'anisotropie sismique qui en découle, plus encore. Il est donc important maintenant d'essayer de concilier les aspects minéralogiques et géodynamiques à leur effet sur l'anisotropie.

Dans la prochaine partie, nous allons nous attacher à décrire sans a priori de structure minéralogique, la manière dont la texture évolue pour un même modèle géodynamique. Nous prendrons le modèle de Yoshida et al. [1996] comme référence. Ensuite, nous étendrons notre étude à quelques autres modèles géodynamiques.

# Deuxième partie

# Modèle direct d’anisotropie globale

# Chapitre 4

# Point méthode : construction de la réponse sismique d'une graine modèle

**Sommaire**


**4.1 Objectifs . . . . . 53**
**4.2 Construction d'un modèle de graine élastique . . . . . 54**
4.2.1 Définition des propriétés élastiques et de déformation plastique du fer aux conditions de la graine terrestre . . . . 54
4.2.2 Définition du modèle de croissance de la graine . . . . . 55
4.2.3 Résolution du maillage sphérique de référence . . . . . 56
4.2.4 Suivi de particule et enregistrement du chemin de déformation 56
4.2.5 Calcul des textures aux points de maillage . . . . . 57
4.2.6 Calcul des propriétés élastiques aux points de maillage . . . 61
4.2.7 Modèle de propagation des rais sismiques . . . . . 61
4.2.8 Validation du modèle direct d'anisotropie sismique . . . . . 66


## 4.1 Objectifs

Wenk et al. [2000b], repris par Deguen et al. [2011], a mis au point une procédure permettant de construire des modèles de graine élastique partir d'un modèle géodynamique et d'un modèle élastique du fer à haute pression et haute température. Dans notre étude, nous avons souhaité poursuive leur démarche en mettant en place une procédure permettant d'associer une réponse sismique à ces modèles complets de graine. Ainsi, nous pourrons effectuer une comparaison directe avec les observations sismologiques. L'objectif de cette démarche est de pouvoir finalement contraindre les processus physiques influant sur la croissance de la graine terrestre par les observations.

Dans ce chapitre, je vais commencer par faire un rappel sur la méthode de construction d'une graine modèle élastique. Ensuite, je détaillerai le modèle direct d'anisotropie sismique qui permet de simuler la réponse sismique qui lui est associée.

## 4.2 Construction d'un modèle de graine élastique

Pour reconstituer le signal d'anisotropie sismique, on procède en plusieurs étapes [Wenk et al., 2000b, Deguen et al., 2011] :

- Choix du modèle élastique et des systèmes de glissement,
- Choix du modèle géodynamique de croissance de la graine,
- Définition de la résolution de la grille de référence dans la graine modèle,
- Enregistrement de la déformation cumulée subie à chaque point de maillage pendant la croissance de la graine,
- Calcul des textures aux points de maillage,
- Application du modèle élastique aux textures calculées pour connaître les propriétés élastiques sur la grille de référence.

### 4.2.1 Définition des propriétés élastiques et de déformation plastique du fer aux conditions de la graine terrestre

#### 4.2.1.1 Choix du modèle élastique

On peut choisir n'importe quelle structure entre les trois possibles pour le fer aux conditions de la graine : hexagonale compacte (hc), cubique centrée (cc) ou cubique face centrée (cfc).

Une fois que la décision est prise quant à la structure considérée, on choisit un modèle élastique (cf Section 2.2.2, page 27) théorique ou expérimental dans la littérature.

#### 4.2.1.2 Définition des systèmes de glissement

Lorsque le jeu de constantes élastiques indépendantes (3 pour cc ou cfc, 5 pour hc) est défini, on peut passer à l'étape suivante qui est de définir le mode de déformation de ces structures sous la contrainte.

##### Ensemble des plans de glissement des structures hc, cc et cfc

Tous les systèmes de glissement des structures hc, cc et cfc sont indiqués dans le Tab. 4.1.

##### Définition des plans de glissement activés pendant la simulation des textures

Pour le fer cc, nous avons choisi d'appliquer seulement le glissement $\{110\}\langle 111\rangle$, qui se trouve être le glissement dominant aux conditions de notre étude. Il s'agit du glissement inverse de celui du cfc, $\{111\}\langle 110\rangle$.

Pour le fer hc, nous choisissons de reprendre les systèmes de glissement principaux de Deguen et al. [2011]. A température ambiante, la déformation est contrôlée

TABLE 4.1 – Ensemble des systèmes de glissement pour les structures hc, cc et cfc [Wenk et al., 2000a, Merkel et al., 2004, Deguen et al., 2011]. Les familles de plans cristallographiques (3ème colonne), associées à chaque type de glissement (à gauche), sont indiquées entre { }. Les directions cristallographiques correspondantes (i.e. directions de déformation) sont précisées entre ⟨ ⟩.

| Structure | Type de glissement | Système |
|---|---|---|
| hc | Basal | $(0001)\langle\bar{1}2\bar{1}0\rangle$ |
| | Prismatique | $\{10\bar{1}0\}\langle\bar{1}2\bar{1}0\rangle$ |
| | Pyramidal $\langle a\rangle$ | $\{10\bar{1}1\}\langle\bar{1}2\bar{1}0\rangle$ |
| | Pyramidal $\langle c+a\rangle$ | $\{2\bar{1}\bar{1}2\}\langle 2\bar{1}\bar{1}\bar{3}\rangle$ |
| cc | | $\{110\}\langle 111\rangle$ |
| | | $\{112\}\langle 111\rangle$ |
| | | $\{123\}\langle 111\rangle$ |
| cfc | | $\{111\}\langle 110\rangle$ |

par un glissement basal $(0001)\langle\bar{1}2\bar{1}0\rangle$ dominant, avec une contribution de glissement prismatique $\{10\bar{1}0\}\langle\bar{1}2\bar{1}0\rangle$, ainsi que par des phénomènes de mâclage mécanique et quelques systèmes de glissement secondaires [Wenk et al., 2000b, Merkel et al., 2004, Merkel et al., 2009]. A des pressions plus importantes, comme dans notre cas, le mâclage est inhibé et le glissement pyramidal $\langle c+a\rangle$ devient plus important [Miyagi et al., 2008, Merkel et al., 2012], ce qui facilite la rotation des grains de fer hc. En accord avec ces résultats expérimentaux, Deguen et al. [2011] ont choisi de faciliter l'activation du glissement basal, ainsi que de prendre en compte une contribution non négligeable du glissement prismatique et du glissement pyramidal $\langle c+a\rangle$.

#### Bilan et attribution des CRSS pour les systèmes de glissement axtivés

Pour favoriser certains systèmes de glissement aux dépens d'autres, il suffit d'appliquer des valeurs variables de contraintes critiques résolues de cisaillement (CRSS ou critical resolved shear stress) aux différents systèmes de glissement. Plus la valeur de CRSS est faible, plus ce système est facilement activé. Ces systèmes de glissement permettent de favoriser des modes de déformation aux dépens d'autres (Tab. 4.2). Notons que la texture finale après déformation dépend très fortement des hypothèses faites sur les systèmes de glissement.

### 4.2.2 Définition du modèle de croissance de la graine

On choisit une modèle géodynamique parmi ceux proposés par la littérature (cf Section 3.3.1, page 45). On établit ensuite les différentes équations de la dynamique qui définissent l'écoulement et l'évolution du gradient thermique de la graine au cours de sa croissance [Deguen et al., 2011]. Dans le cadre de cette thèse, sauf mention contraire, nous utilisons le modèle de croissance de la graine privilégiant

TABLE 4.2 – Systèmes de glissement utilisés pour les simulations de texture [Wenk et al., 2000a, Merkel et al., 2004, Deguen et al., 2011]. Les familles de plans cristallographiques (3ème colonne), associées à chaque type de glissement (à gauche), sont indiquées entre { }. Les directions cristallographiques correspondantes (i.e. directions de déformation) sont précisées entre ⟨ ⟩. On précise les valeurs des CRSS associées à chaque système de glissement en colonne de droite.

| Structure | Type de glissement | Système | CRSS |
|---|---|---|---|
| hc | Basal | $(0001)\langle\bar{1}2\bar{1}0>$ | 0.5 |
| | Prismatique | $\{10\bar{1}0\}\langle\bar{1}2\bar{1}0>$ | 1.0 |
| | Pyramidal $\langle c+a\rangle$ | $\{2\bar{1}\bar{1}2\}\langle 2\bar{1}\bar{1}\bar{3}>$ | 2.0 |
| cc | | $\{111\}\langle 110>$ | 1.0 |
| cfc | | $\{110\}\langle 111>$ | 1.0 |

une croissance équatoriale [Yoshida et al., 1996], présenté à la section 3.3.1.4.

### 4.2.3 Résolution du maillage sphérique de référence

Comme nous travaillons sur des modèles axisymétriques, On définit un maillage sphérique d'une résolution de 120 km en profondeur et de 10° en latitude (Fig. 4.1). Pour des modèles axisymétriques types comme la croissance équatoriale ou la stratification, nous avons pu vérifier que cette résolution était amplement suffisante pour décrire correctement les variations radiales dans la graine.

Pour un modèle axisymétrique qui présente une symétrie par rapport à l'équateur, on ne nécessite que la connaissance de la déformation sur un seul quart-méridien de référence (Fig. 4.1). Pour un modèle asymétrique, on déterminera les propriétés élastiques sur un demi-méridien, toujours avec la même résolution.

Pour un modèle géodynamique non-axisymétrique, nous prenons plusieurs quarts de méridien ou demi-méridiens de référence. Les résolutions en latitude et radiales ne changent pas.

### 4.2.4 Suivi de particule et enregistrement du chemin de déformation

Cette étape ne nécessite toujours aucun a priori en terme de minéralogie. Il ne s'agit ni plus ni moins que de l'application des lois physiques du modèle géodynamique étudié.

On définit l'échelle de temps suivante : la graine commence à cristalliser à $t = 0$ et atteint sa taille actuelle à $t = 1$. Pour chaque point de maillage, on dépose un traceur numérique à la surface de la graine à une latitude et un temps $t \in ]0 : 1[$ précis (Fig. 4.2a). On mime ainsi la cristallisation d'un grain à l'ICB au cours de la croissance de la graine. La position et l'instant de cristallisation de la particule

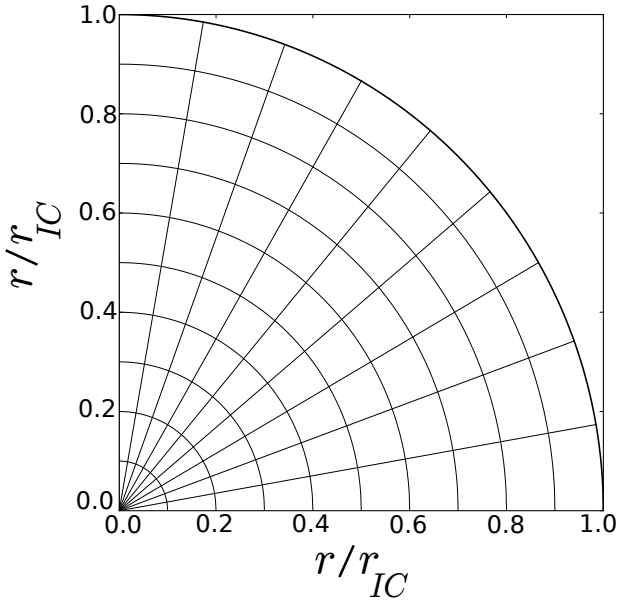



FIGURE 4.1 – Résolution du maillage sur un quart de plan méridien de référence.

sont affinés dans une boucle jusqu'à ce que, à l'instant $t = 1$, la localisation de la particule soit confondue avec celle de la maille considérée (Fig. 4.2b).

Le code élaboré par Deguen et al. [2011] permet de suivre précisément à chaque incrément de temps la position de la particule dans la graine en formation. On enregistre également le tenseur des déformations infinitésimales associé à chaque incrément temporel. On obtient ainsi le chemin de déformation total subi par cette particule depuis sa cristallisation à la surface de la graine jusqu'à sa position en profondeur dans la graine actuelle.

On reproduit cette opération autant de fois qu'il y a de mailles dans la grille de référence. A la fin de cette étape, on connaît l'ensemble des chemins de déformation locaux qui finissent en chaque point de maillage pour le modèle géodynamique étudié.

### 4.2.5 Calcul des textures aux points de maillage

#### 4.2.5.1 Code VPSC

On utilise le code ViscoPlastic Self-Consistent (VPSC) écrit par Lebensohn and Tomé [1993] de Los Alamos. Il permet de simuler les orientations cristallines dans un polycristal soumis à un champ de déformation déterminé. On se place dans un cas intermédiaire entre l'hypothèse de continuité des déformations du modèle de Taylor et de continuité des contraintes imposée par le modèle de Sachs. Ainsi, les interactions entre grains ou hétérogénéités inter-granulaires ne sont pas directement prises en compte et on suit une approche en champ moyen. Au cours de la déformation, chaque grain est traité indépendamment et déformé-tourné graduellement résultant le cas échéant en la production de LPOs.

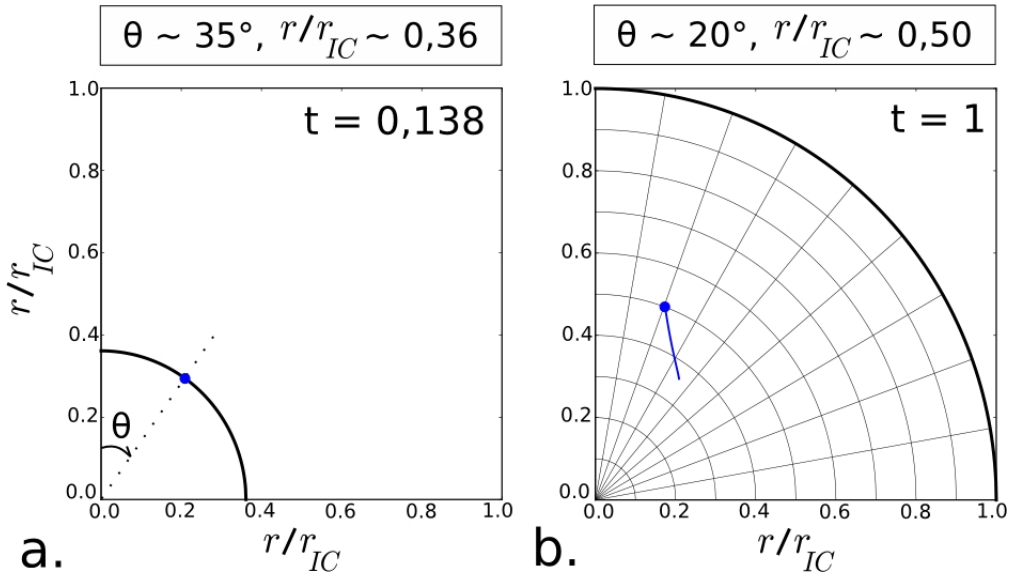



FIGURE 4.2 – Enregistrement d'une trajectoire de particule pour la maille de coordonnées ($\theta = 20°$,$r/r_{IC} = 0,5$,$\varphi_{ref}$), où $\varphi_{ref}$ est la longitude du méridien de référence. Par convention, $\varphi_{ref} = 0$ pour un modèle axisymétrique. (a) On dépose une particule à $t = 0,138$ en position ($\theta = 35°$,$r/r_{IC} = 0,36/$,$\varphi_{ref}$), marquée d'un cercle bleu ; la ligne noire épaisse correspond à l'ICB ; (b) A $t = 1$, on a atteint le rayon de la graine actuelle. La particule est positionnée au niveau de la maille ciblée. La trajectoire totale parcourue par la particule est indiquée en bleu. Le maillage sphérique de référence est rappelé avec des lignes noires fines ; la ligne noire épaisse correspond à l'ICB.

#### 4.2.5.2 Principe

On considère maintenant que chaque particule déposée à l'ICB à un temps $t$ donné est un polycristal de N (nombre fixé par l'utilisateur, dans cette étude, 3000 ou 10000) grains différents. Chaque grain du polycristal est traité comme une inclusion dans un matériau homogène mais anisotrope qui présente les mêmes propriétés élastiques moyennes que le polycristal moyen. La texture initiale de cristallisation du polycristal est déterminée par l'utilisateur et représentée par une ODF de N orientations discrètes.

A $t = 1$, on connaît le chemin de déformation aux points de maillage. On considère maintenant que la texture en chaque maille est représentée par celle d'un polycristal moyen local de N orientations pondérées. Cette texture finale est l'inconnue que l'on cherche. Pour la trouver, il faut revenir au commencement de chaque chemin de déformation.

Pour un point de maillage donné, on dépose une particule à l'ICB à un temps $t$. On suppose maintenant que cette particule est polycristalline et que sa texture initiale de cristallisation, définie par l'utilisateur, est représentée par une ODF de N orientations différentes. Chaque orientation est traitée comme un grain unitaire auquel VPSC va imposer le chemin de déformation associé à ce point. Jusqu'à ce qu'on atteigne la graine actuelle, chaque grain est tourné au gré de la déformation.

Pour représenter la texture acquise après déformation de chaque échantillon

polycristallin, le code VPSC calcule finalement les poids relatifs (en fractions volumiques) pour les N orientations cristallines et les inscrit dans son fichier de sortie. L'ensemble de ces orientations pondérées dessine l'ODF du polycristal moyen, situé au point de maillage considéré.

#### 4.2.5.3 Définition de la texture initiale de cristallisation

##### Une texture de cristallisation aléatoire : cas général

Pour toutes les structures cristallines possibles, la texture de cristallisation des grains à l'ICB peut être aléatoire, auquel cas il n'existe aucune LPO particulière dans le polycristal initial. On génère donc une ODF de 10 000 orientations discrètes dont tous les poids sont identiques.

Ce nombre n'a pas été fixé au hasard : il s'agit du meilleur compromis entre la qualité de la texture aléatoire obtenue et le temps de calcul.

Un nombre plus petit permettrait de diminuer le temps de calcul mais produirait en réponse une texture qui présenterait une plus grande variabilité en termes d'intensité de texture (m.r.d). Or, pour un chemin de déformation court, les textures finales développées sont faibles. Le risque est donc que les orientations artefacts de la texture initiale soient répercutées sur la texture finale. On produirait ainsi une anisotropie élastique (certes faible, mais non négligeable) qui n'a pas lieu d'être.

Un nombre plus grand produirait en revanche une texture aléatoire de meilleure qualité avec une gamme d'intensité m.r.d. beaucoup plus resserrée, mais le temps de calcul s'en ressentirait fortement. Pour 10 000 orientations, il faut déjà compter entre 10 et 60 min de calcul.

##### Une texture de solidification : uniquement pour hc

Pour les grains de fer hc, il est possible de développer une texture initiale de solidification [Bergman, 1997, Brito et al., 2002] (cf paragraphe 3.2.1), aussi appelée prétexturation. C'est en particulier ce qu'on obtient si la croissance de la graine est de type dendritique [Fearn et al., 1981, Shimizu et al., 2005, Deguen et al., 2007].

Dans ce cas-là, on observe que les grains qui cristallisent à l'ICB présentent des axes cristallographiques $a$ alignés préférentiellement perpendiculairement à l'ICB, tandis que les axes $c$ sont allongés à la surface de la graine (Fig. 4.3).

Pour les structures cubiques du fer, il n'existe encore aucun modèle de prétexturation.

#### 4.2.5.4 Exemple de textures finales en fonction du type de cristallisation

En Fig. 4.3, nous montrons l'effet de la texture initiale. Des exemples de textures obtenues avec ou sans solidification sont présentées pour six points de maillages. En colonne de gauche, les points sont très proches du centre de la graine

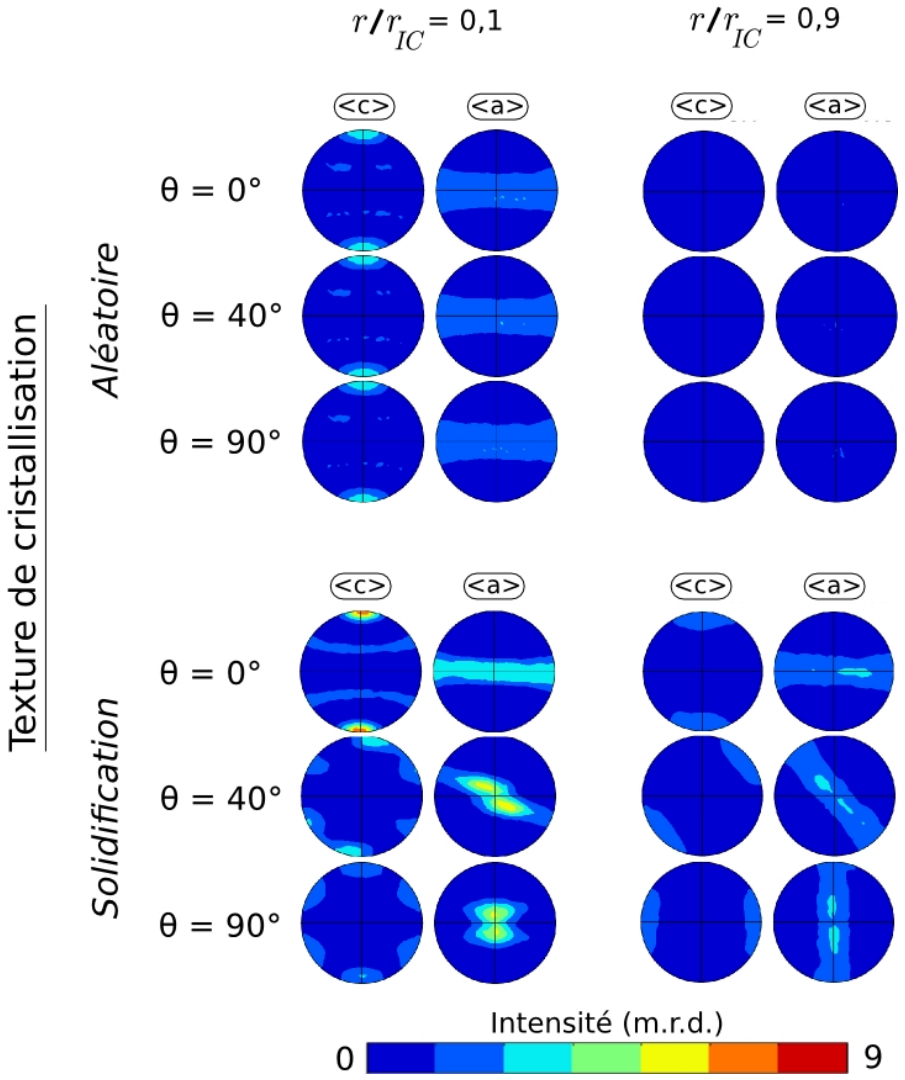



FIGURE 4.3 – Exemples de figures de pôle de fer hc $\langle c \rangle$ et $\langle a \rangle$ pour six points de maillage différents dont les coordonnées $\theta$ et $r/r_{IC}$ sont précisées. Le modèle géodynamique utilisé est la croissance équatoriale. Le repère cristallographique des figures de pôle correspond au repère cartésien global dans la graine ($\bar{x}$ étant la direction radiale cylindrique dans le plan méridien de référence, $\bar{y}$ la direction azimuthale, $\bar{z}$ l'axe de rotation de la Terre. Pour chaque figure, les directions spatiales qui présentent le plus d'axes $< a >$ ou $< c >$ sont signifiées graphiquement par des valeurs élevées de m.r.d (multiplicates of random texture). Les textures du haut sont obtenues en appliquant une texture initiale aléatoire. En bas, on applique une texture initiale de solidification. Les textures de droite considèrent une texture de solidification.

et les textures sont assez orientées, tout particulièrement pour les textures obtenues avec solidification initiale. En colonne de droite, les points de maillages sont presque superficiels. Etant donné que le chemin de déformation est très court, les textures finales obtenues sont presque les mêmes que les textures initiales. En bas, les textures finales sont donc très semblables à la texture de solidification.

### 4.2.6 Calcul des propriétés élastiques aux points de maillage

On considère maintenant la graine comme un polycristal de fer. On suppose que la connaissance des propriétés élastiques sur l'ensemble des points de la grille de référence est suffisante pour décrire le comportement élastique global du modèle de graine. Cette hypothèse est valable pour des modèles géodynamique qui présentent un champ de déformation de grande échelle, comme la croissance équatoriale et la stratification.

Pour calculer les propriétés élastiques en chaque point de maillage, on procède au moyennage des propriétés élastiques du monocristal sur l'ensemble des orientations cristallines pondérées de l'ODF issue de VPSC selon la méthode détaillée en Section 2.3.2, page 33. On obtient ainsi les constantes élastiques du polycristal moyen.

Une fois que les propriétés élastiques sont connues en tout point de la grille de référence, le modèle élastique de graine est complet. On peut maintenant lancer le modèle direct de calculs des rais sismiques pour reconstituer la réponse anisotropique de la graine modèle.

### 4.2.7 Modèle de propagation des rais sismiques

Dans les travaux sismologiques, la grandeur utilisée pour déterminer l'amplitude de l'anisotropie globale est le résidu de temps de trajet différentiel, en particulier entre les trajectoires proches des ondes $PKPbc$ et $PKPdf$. Afin qu'une comparaison directe entre les observations et nos résultats soit possible, il était donc essentiel d'utiliser une grandeur analogue pour décrire le degré d'anisotropie exprimé par nos graines modèles. A cette fin, j'ai développé un code qui propage au sein d'une graine modèle un grand nombre de rais sismiques de profondeurs et orientations variables. En sortie, on récupère en sortie un nuage de résidus de temps de trajets qu'on peut traiter à la façon des sismologues pour comparaison.

#### 4.2.7.1 Construction du modèle géométrique de propagation de rais et positionnement dans l'espace

##### Définition de la direction de propagation locale

On applique l'hypothèse sismologique selon laquelle la courbure des rais sismiques dans la graine peut être négligée et leurs trajectoires assimilées à des droites [Stixrude and Cohen, 1995]. On produit ainsi un jeu de plus de 300 000 rais synthétiques droits en discrétisant l'espace selon 3 paramètres définissant chaque trajectoire : le rayon au point de retournement (Tp) du rai, $\alpha \in [0 - 1220\ km]$, l'angle entre le rayon passant par Tp et $\overrightarrow{Z}$, $\beta \in [0 - 360°]$, et l'angle entre la norme de la direction de propagation du rai, $\overrightarrow{n}$, et le plan méridien contenant Tp, $\gamma$ [0-180°]. La trajectoire du rai est ensuite divisée en segments rectilignes dont le nombre est adapté à la profondeur du rai sur une grille régulière de résolution 20x72x72 en $\alpha$, $\beta$ et $\gamma$.

La construction du rai se fait en trois étapes (Fig. 4.4) :

1. On se place à un rayon $\alpha$,
2. On fait une rotation trigonométrique de $\beta$ autour de $\overrightarrow{Y}$ pour placer le point $Tp$ ($\alpha$,$\beta$,$\varphi$), où $\varphi$ est la longitude du demi-méridien dans lequel se trouve $Tp$,
3. On fait une dernière rotation trigonométrique de $\gamma$ de $\overrightarrow{u_\theta}$ autour de $\overrightarrow{u_r}$.

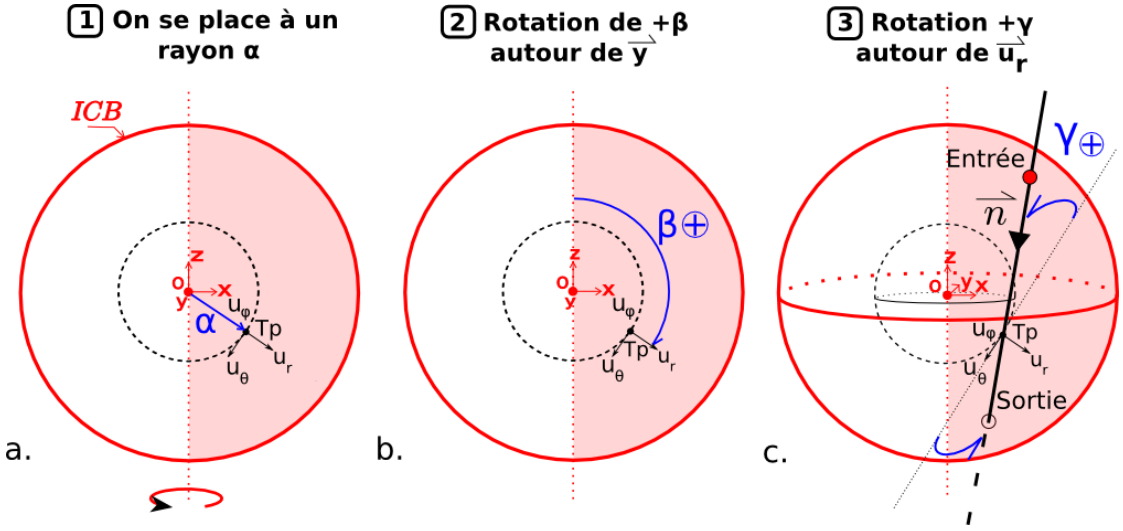



FIGURE 4.4 – Représentation schématique de la construction géométrique d'un rai dans la graine modèle. Le repère principal dans la graine est $(\overrightarrow{X},\overrightarrow{Y},\overrightarrow{Z})$. Le repère sphérique local au point de retournement du rai ou Turning point, $Tp$, est $(u_r,u_\theta,u_\varphi)$. Bien qu'on se place ici dans le plan méridien confondu avec $\{\overrightarrow{X}O\overrightarrow{Z}\}$, la procédure pour déterminer la norme de la direction de propagation $\overrightarrow{n}$ du rai passant par Tp est valable pour n'importe quel méridien de référence. L'ordre des étapes est indiqué de 1 à 3.

#### 4.2.7.2 Calcul des propriétés élastiques au point I et direction de propagation

Afin de calculer les vitesses de propagation d'ondes sismiques à une itération i le long d'un rai donné selon l'Eq. 2.18, il nous faut connaître à la fois l'expression du tenseur élastique local et les cosinus directeurs de la direction de propagation du rai.

Dans l'hypothèse de trajectoire rectiligne, il n'existe pour un rai qu'une seule expression des cosinus directeurs. On exprime ceux-ci en observant que $\overrightarrow{n}$ n'est autre que la rotation trigonométrique de $\gamma$ du vecteur orthoradial $\pm u_\theta$ (le signe $+$ ou $-$ dépendant directement de la valeur de $\beta$ : si $\beta > \pi$, le signe est $-$) par rapport au vecteur unitaire radial $u_r$ :

$$\overrightarrow{n} = R_\gamma^+ \overrightarrow{u_\theta} \tag{4.1}$$

où $\overrightarrow{n}$ est exprimé dans le repère cartésien $(\overrightarrow{X},\overrightarrow{Y},\overrightarrow{Z})$ pour pouvoir être incorporé

directement dans l'Eq. 2.18 et $R_\gamma^+$ est la matrice de rotation suivante :

$$R_\gamma^+ = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & cos\gamma & -sin\gamma \\ 0 & sin\gamma & cos\gamma \end{pmatrix} \tag{4.2}$$

Dès lors, l'expression des cosinus directeurs est la suivante :

$$\overrightarrow{n} = \pm \begin{pmatrix} cos(\theta_{Tp})cos(\varphi_{Tp})cos(\gamma) - sin(\varphi_{Tp})sin(\gamma) \\ cos(\theta_{Tp})sin(\varphi_{Tp})cos(\gamma) + cos(\varphi_{Tp})sin(\gamma) \\ -sin(\theta_{Tp})cos(\gamma) \end{pmatrix} \tag{4.3}$$

où ($r_{Tp}$,$\theta_{Tp}$,$\varphi_{Tp}$) sont les coordonnées sphériques de $Tp$.

Les composantes du tenseur $c_{IJ}$ changent à chaque itération $i$ le long du rai. Il faut donc les recalculer à chaque point $I$. On commence par calculer les coordonnées sphériques au point I à l'itération i sur un rai quelconque donné. On subdivise la longueur totale du rai, $L_{rai}$, en N intervalles égaux. On a :

$$\overrightarrow{OI_i} = (\frac{2i}{N} - 1)L_{rai}\overrightarrow{n} + r_{Tp}\overrightarrow{u_r} \tag{4.4}$$

où O est le centre de la graine et r est le rayon au point Tp. On obtient ainsi les coordonnées sphériques de $\overrightarrow{OI_i}$ et donc de I ($r_I$,$\theta_I$,$\varphi_I$).

Le modèle géodynamique étudié est axisymétrique : il n'y a qu'un seul plan méridien de référence. Dans un premier temps, on ne tient donc pas compte de la composante en $\varphi$ et on procède à une interpolation bilinéaire directe en fonction de $r$ de $\theta$ des constantes élastiques à partir des 4 points de maillage les plus proches. Chaque composante du tenseur élastique est traitée indépendamment. On estime maintenant les constantes élastiques du polycristal en ce point.

On connaît dès lors les constantes élastiques $c_{IJ}$ du polycristal local au point ($r_I$, $\theta_I$) sur le plan méridien de référence. Cependant, il nous faut maintenant tenir compte du fait que le point I n'appartient pas au méridien principal mais à un plan méridien local. Il faut donc effectuer une rotation $\Omega$ anti-trigonométrique de $\varphi_I$ autour de $\overrightarrow{z}$, ce qui revient à nous replacer dans le plan méridien de référence. On transforme ainsi à la fois les $c_{IJ}$ et la norme de la direction du rai $\overrightarrow{n}$ associées.

***Précisions pour le traitement des modèles non-axisymétriques :***
On effectue cette fois-ci deux interpolations bilinéaires en $r$ de $\theta$ successives, une sur chaque plan méridien de référence de part et d'autre du point $I$. On calcule ensuite la moyenne des deux tenseurs élastiques moyens de chaque méridien, composante à composante. Aucune rotation de $\varphi_I$ supplémentaire n'étant requise pour les modèles non-axisymétriques, on obtient directement l'estimation du tenseur $c_{IJ}$ local au point I considéré. L'expression des cosinus directeurs présentées précédemment reste inchangée (Eq. 4.3).

L'application de la formule Eq. 2.10 permet d'obtenir l'expression de la matrice

de passage K du tenseur élastique :

$$K = \begin{pmatrix} cos(\varphi_I)^2 & sin(\varphi_I)^2 & 0 & 0 & 0 & 2cos(\varphi_I)sin(\varphi_I) \\ sin(\varphi_I)^2 & cos(\varphi_I)^2 & 0 & 0 & 0 & -2cos(\varphi_I)sin(\varphi_I) \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & cos(\varphi_I) & sin(\varphi_I) & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -sin(\varphi_I) & cos(\varphi_I) & 0 \\ -cos(\varphi_I)sin(\varphi_I) & cos(\varphi_I)sin(\varphi_I) & 0 & 0 & 0 & cos(\varphi_I)^2 - sin(\varphi_I)^2 \end{pmatrix} \quad (4.5)$$

Ensuite, il ne reste plus qu'à calculer sa transposée $K^T$ puis à appliquer l'équation Eq. 2.9 pour trouver les composantes du tenseur élastique "miroir" sur le plan méridien de référence.

L'image de $\overrightarrow{n}$ dans le repère principal est le vecteur unitaire $\overrightarrow{n'} = \Omega\overrightarrow{n}$ suivant :

$$\overrightarrow{n'} = \pm \begin{pmatrix} -cos(\varphi_I)cos(\theta_{Tp})sin(\gamma) - sin(\varphi_I)sin(\gamma) \\ \pm sin(\varphi_I)cos(\theta_{Tp})cos(\gamma) - cos(\varphi_I)sin(\gamma) \\ \pm sin(\theta_{Tp})cos(\gamma) \end{pmatrix} \quad (4.6)$$

#### 4.2.7.3 Vitesse des ondes $P$ dans la direction de propagation et définition des résidus sismiques

On note la lenteur moyenne des ondes P pour cette graine modèle $s_0 = \frac{1}{v_P^{moy}}$, où $v_{P0}^{moy}$ est la vitesse moyenne des ondes P dans la graine.

Pour calculer $v_{P0}^{moy}$, on commence par calculer les vitesses $v_P^{moy}$ pour chaque point de maillage, selon la formule 4.7. Ensuite, on affecte à chaque point de maillage un volume élémentaire d'influence $V_{elem}(r, \theta, \varphi)$ en fonction de sa position ($r_g$,$theta_g$) sur le demi-plan méridien considéré de longitude $\varphi$. Si on est en axisymétrique, il n'y a qu'un seul demi-méridien de référence, donc on intègre directement avec $\varphi = 2\pi$. Si le calcul est en non-axisymétrique, alors on adapte les volumes d'influence au nombre de méridiens et on fait l'intégration sur l'ensemble de la grille.

$$v_{P0}^{moy} = \sum_{grille} v_P^{moy} V_{elem}(r, \theta, \varphi) \quad (4.7)$$

Lors d'un lancer de rai, on estime à chaque itération $i$ une lenteur $ds(i) = \frac{1}{v_P(i)}$, correspondant à la lenteur du rai au point $I$ dans la direction de propagation considérée. $v_P(i)$ est calculée à partir du tenseur élastique local en résolvant l'équation de Christoffel (Eq. 2.18). On note la lenteur moyenne sur toutes les itérations $i$ pour ce rai $s_{rai} = \sum_i ds(i)$.

On exprime finalement le résidu de temps de trajets $\delta t/t$ associé au rai étudié de la manière suivante :

$$\frac{\delta t}{t} = \frac{s_{rai} - s_0}{s_0} \quad (4.8)$$

Par cette méthode, pour chaque rai, on obtient une valeur de résidus. On obtient donc plus de 300 000 résidus sismiques, ce qui fait un nuage de points conséquent. Comme il n'y a aucune contribution des enveloppes externes dans la valeur d'un

résidu, on peut tracer ces résidus en fonction de l'angle à l'axe de rotation de la Terre et les comparer directement aux valeurs de temps de trajet différentiel obtenus par les sismologues.

Il ne reste plus qu'à représenter graphiquement les résidus en fonction de l'angle $\zeta$ entre la direction de propagation du rai et l'axe de rotation de la graine pour pouvoir comparer nos résultats avec les observations sismologiques.

Un exemple de ce qu'on peut obtenir comme nuage de résidus sismiques synthétiques est présenté en Fig. 4.5. Dans cet exemple, la courbure du nuage de point modélisé est en accord avec les observations qui démontre que la graine est anisotropique avec un axe de propagation rapide des ondes le long de son axe de rotation et lent au niveau du plan équatorial.

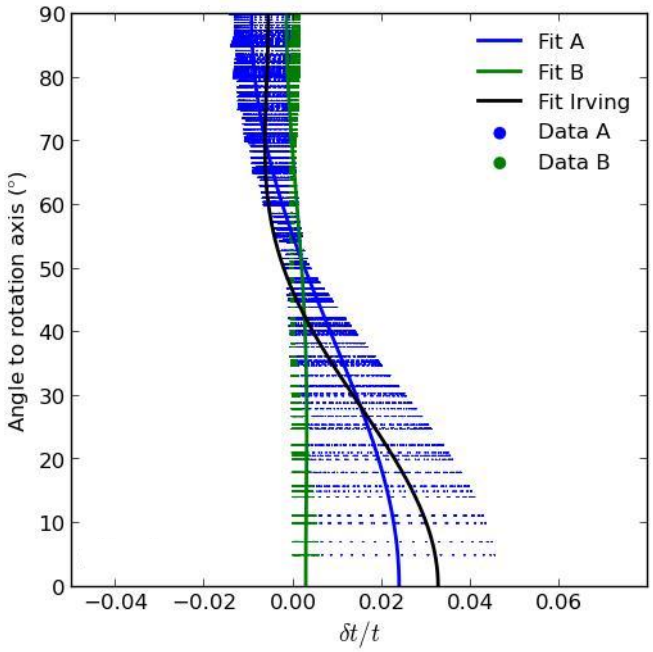



FIGURE 4.5 – Exemple de résidus sismiques synthétiques obtenus pour deux modèles élastiques différents, $A$ et $B$, pour un même modèle géodynamique. Les résidus sismiques de $A$ sont indiqués par des points bleus, ceux de $B$ sont en vert. Les lignes correspondent aux ajustements quadratiques selon la méthode de Creager [1992]. En bleu, l'ajustement de $A$ ; en vert, celui de $B$. Pour comparaison, on montre également le résultat de l'ajustement quadratique d'Irving and Deuss [2011] sur leurs données de temps de trajet différentiels $PKPbc$-$PKPdf$.

Ce mode de représentation graphique est pratique lorsqu'on l'on souhaite avoir un visuel de la forme de l'anisotropie en fonction de l'angle à l'axe de rotation de la Terre. Néanmoins, il présente le désavantage de ne pas permettre de visualiser dans un seul graphique les résultats d'un grand nombre de simulations pour un modèle géodynamique, ce qui faciliterait la comparaison.

#### 4.2.7.4 Fit sismologique et hypothèses initiales : définition et représentation de l'anisotropie globale

Reprenant la méthode de Creager [1992] et supposant vérifiée l'hypothèse selon laquelle l'anisotropie de la graine est faible, uniforme et ne dépend de la profondeur des rais échantillonnés, on peut modéliser l'évolution d'un nuage de résidus de temps de trajet différentiels par la fonction quadratique suivante en fonction de l'angle à l'axe de rotation de la Terre, $\zeta$ :

$$\delta t/t = a + b\cos^2\zeta + c\cos^4\zeta, \tag{4.9}$$

où a, b et c sont des coefficients de fit modulables. a est la différence de vitesse équatoriale entre la graine observée et le modèle de symétrie sphérique sismologique. b et c peuvent être décrits en terme de coefficients de Love [Love, 1927] du matériau anisotropique composant la graine [Creager, 1992]. Lorsque l'amplitude de l'anisotropie est faible, le résidu de temps de trajet différentiel $\delta t/t$ est égal à l'anomalie différentielle de vitesse $\delta v/v$. De manière générale, l'anisotropie globale Nord-Sud observée est alors égale à $b + c$.

Bien que notre modèle permette une analyse détaillée, en terme de profondeur de retournement et de dispersion du spectre de résidus notamment, nous effectuons à notre tour cette modélisation sur nos résultats de simulation. La qualité du fit est extrêmement dépendante de la dispersion du nuage de point et de profondeur. Néanmoins, les valeurs de a, b et c obtenues par une régression en moindres carrées sont très bien résolues (Fig. 4.5).

Afin de comparer nos données aux observations, nous prendrons désormais comme référence les résultats d'ajustement quadratique d'Irving and Deuss [2011] sur leurs données de résidus de temps de trajet différentiels $PKPbc$-$PKPdf$. L'anisotropie globale observée par Irving and Deuss [2011] était de $3.8\% \pm 0.1\%$ pour un ajustement de ($a$=-0.0057, $b$=-0.0125, $c$=0.0508) (Fig. 4.5). On peut alors comparer directement nos résultats d'ajustement quadratique simulé à ceux d'Irving and Deuss [2011].

On peut maintenant, en plus de la représentation en résidus sismiques synthétiques en fonction de l'angle à l'axe de rotation de la Terre, représenter l'amplitude de l'anisotropie globale $b+c$ en fonction des paramètres d'anisotropie monocristalline pour un même modèle géodynamique. Contrairement aux structures cubiques (cf Section 2.4.2.2, page 38), on ne dispose d'aucune expression mathématique pour caractériser l'anisotropie élastique dans le fer hc, il faudra donc en définir au moins une par la suite.

### 4.2.8 Validation du modèle direct d'anisotropie sismique

#### 4.2.8.1 Résidus synthétiques pour quelques modèles axisymétriques simples

##### Présentation des modèles structuraux

On reprend les trois familles de modèles structuraux de Calvet et al. [2006] (Fig. 3.1a, b et c) et on ajoute deux autres modèles simples. On définit un modèle (d)

qui présente une sous-graine anisotrope d'axe rapide Nord-Sud, enveloppée dans une couche superficielle isotrope. On génère également un modèle (e) qui ne comporte pas de sous-graine et dont les propriétés élastiques, homogènes dans toute la graine, produisent une anisotropie Nord-Sud. Pour tous les modèles structuraux contenant une sous-graine (a) à (d), on impose une épaisseur de 150 km pour la couche superficielle.

En Fig. 4.6, on montre des coupes méridionales schématiques des différents ensembles structuraux dans la graine (en haut), ainsi que le type d'anisotropie qui leur est affecté.

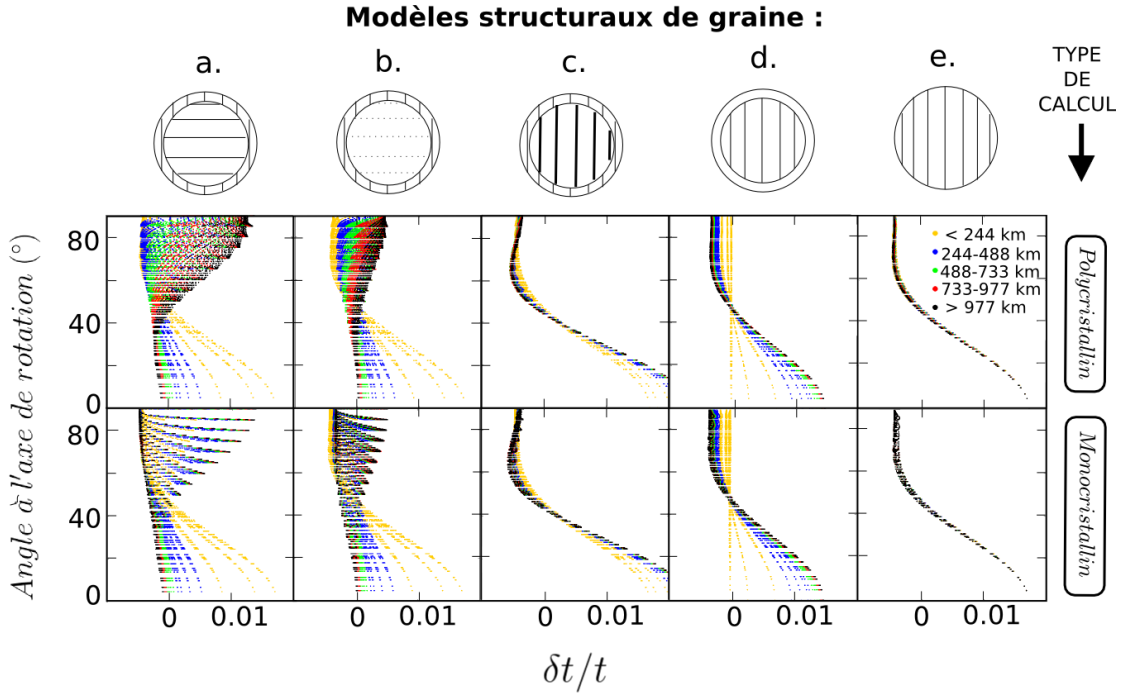



FIGURE 4.6 – Dépendance en profondeur des résidus sismiques synthétiques obtenus pour des modèles structuraux dont les représentations schématiques d'une coupe méridionale sont présentées en haut. Les résidus sismiques sont triés en fonction de la profondeur du point de retournement des rais, de jaune (les rais les plus superficiels) à noir (les plus profonds). Les modèles (a) à (d) présentent une couche externe de 150 km d'épaisseur et une sous-graine. Les modèles (a), (b) et (c) sont ceux de Calvet et al. [2006], présentés respectivement en Fig. 3.1a, b et c ; (d) montre une graine avec une couche externe isotrope et une sous-graine présentant une anisotropie Nord-Sud moyenne ; (e) anisotropie Nord-Sud moyenne sur toute la graine. Les lignes noires représentent le degré d'anisotropie : par ordre croissant, pointillés, ligne fine puis épaisse. On fait deux types de calcul : un sur une graine monocristalline (en bas), et l'autre en considérant une graine polycristalline (au centre).

### Création des modèles structuraux numériques

Il n'y a aucun fondement en termes de modèle géodynamique à ces modèles structuraux, seule la forme de l'anisotropie importe. On va donc considérer que, au sein d'une même unité ou sous-unité structurale, les propriétés élastiques sont homogènes. Elles peuvent ainsi être représentées par un seul tenseur élastique associé au polycristal moyen, caractéristique de l'élément structural étudié. On va donc produire manuellement un tenseur $C_{IJ}$ de référence pour chaque sous-unité à partir de textures créées spécialement pour l'occasion.

De manière générale, il nous produire 5 ODFs différentes, d'intensité et de direction de LPO variables :

1. Une texture isotrope (couche externe du modèle (d)),
2. Une texture forte, avec une LPO alignée avec l'axe de rotation de la Terre (sous-graine du modèle (c)),
3. Une texture moyenne, avec une LPO alignée avec l'axe de rotation de la Terre (couche externe des modèles (a) à (c), graine de (e)),
4. Une texture moyenne, avec une LPO à 90° de l'axe de rotation de la Terre (sous-graine du modèle (a)),
5. Une texture faible, avec une LPO à 90° de l'axe de rotation de la Terre (sous-graine du modèle (b)),

Avec ces textures, on peut produire toutes les formes d'anisotropie nécessaires pour recréer les modèles (a) à (e) (Fig. 3.1).

Pour obtenir finalement le tenseur élastique du polycristal moyen de chaque unité ou sous-unité texturale, on a appliqué le modèle élastique du fer hc à 5500 K de Vočadlo et al. [2009] sur les ODFs. On obtient ainsi l'expression des propriétés élastiques de chaque élément structural avec la forme d'anisotropie souhaitée (Fig. 4.7).

### Démonstration de la stabilité du code numérique

Afin de tester la validité de notre modèle axisymétrique, nous avons procédé à deux séries de calcul.

En premier lieu, nous avons considéré une graine complètement monocristalline (Fig. 4.6, ligne du bas). En tout point de la graine, on a les mêmes propriétés élastiques. On utilise donc directement le tenseur élastique moyen de chaque unité ou sous-unité structurale sans rotation.

En deuxième lieu, on passe le code en polycristallin. La graine est maintenant polycristalline avec un alignement parfait des grains en chaque point. Il faut maintenant recalculer systématiquement le tenseur élastique local pendant la propagation des rais (cf Section 2.3.2). On teste ainsi la stabilité du modèle direct d'anisotropie pour des modèles axisymétriques.

Les résultats des calculs sont montrés en Fig. 4.6. La ligne centrale montre les résidus obtenus lorsque l'on fait tourner le modèle de propagation des rais en polycristallin axisymétrique. La ligne du bas présente les résidus obtenus cette fois-ci sur un simple monocristal.

Si le code de propagation des rais et de calcul des propriétés élastiques locales est juste, les résidus sismiques synthétiques monocristallins et polycristallins d'un

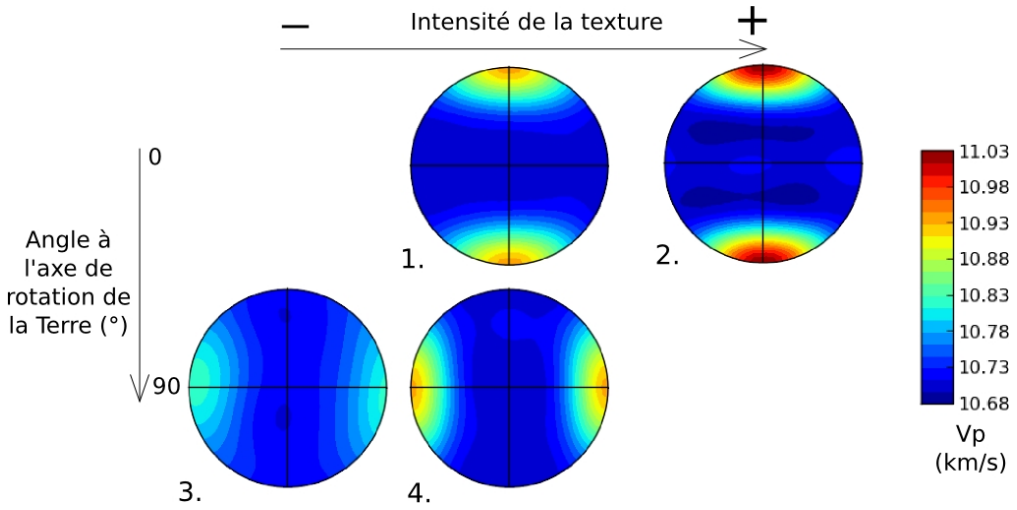



FIGURE 4.7 – Figures de vitesses associées aux ODFs des modèles texturaux (l'ODF isotrope n'est pas représentée). Le repère des figures est celui de la graine avec la direction vers le haut correspondant à l'axe de rotation de la Terre. En 1) Anisotropie élastique Nord-Sud moyenne ; 2) Anisotropie élastique Nord-Sud forte ; 3) Anisotropie élastique équatoriale moyenne ; 4) Anisotropie élastique équatoriale faible.

même modèle structural doivent se superposer. Aux erreurs de calcul près liées à la méthode de calcul des vitesses dans un polycristal (cf Section 2.3.2.2 et critique 2.4.1.5), les deux profils sont superposés. On valide ainsi notre modèle direct d'anisotropie dans la graine.

#### Résidus sismiques synthétiques : y a-t-il une logique ?

Après avoir vérifié la stabilité du code numérique, nous allons nous intéresser de plus près à l'évolution des résidus avec l'angle de rotation de la Terre et la profondeur du point de retournement des rais.

On constate que les résultats qu'on obtient en termes de résidus sont logiques. Pour le modèle (e) avec une seule anisotropie d'axe rapide Nord-Sud, on remarque en effet que les rais polaires (angle à l'axe de rotation 0°) sont plus rapides que ceux qui se propagent dans le plan équatorial (angle 90°). Comme on a supposé que les cristaux composant la graine modèle étaient parfaitement alignés et de propriétés élastiques identiques, le comportement élastique de la graine polycristalline est homogène et assimilable à celui d'un monocristal (cf paragraphe précédent). Quelle que soit la profondeur, les rais se propagent toujours à la même vitesse pour une même direction de propagation.

La dépendance à la profondeur est clairement héritée de l'existence de sous-unités structurales de propriétés élastiques différentes dans la graine. Intuitivement, on peut tout-à-fait imaginer qu'une anisotropie Nord-Sud et une anisotropie équatoriale se compensent jusqu'à un certain degré, en particulier si leurs amplitudes sont équivalentes. De même, deux anisotropies de même sens et d'amplitude différentes devraient intuitivement donner une anisotropie dont l'amplitude est la

moyenne des deux autres.

Notons que l'aspect discontinu des résidus en fonction de la profondeur est une conséquence de la discrétisation de l'espace. Nous travaillons avec 20 profondeurs. Cela ne suffit pas pour obtenir une évolution continue des résidus avec la profondeur mais permet tout de même de suivre facilement leur évolution.

Pour le modèle (a), on voit tout-à-fait le changement de comportement élastique avec la profondeur. Les rais les plus superficiels (en jaune) montrent une évolution identique à celle du modèle (e) et caractéristique d'un axe rapide Nord-Sud. On constate un basculement progressif de la direction rapide de propagation des rais avec la profondeur. On échantillonne en effet de plus en plus la sous-graine. Pour les rais les plus profonds, on a une anisotropie d'axe équatorial rapide dont l'amplitude est légèrement inférieure à celle qu'on voit dans la direction polaire pour les rais superficiels. La raison est que, même si on échantillonne principalement la graine, on traverse toujours la couche superficielle de direction d'anisotropie principale perpendiculaire et sa contribution au signal d'anisotropie n'est pas négligeable, même pour les rais les plus profonds.

Le modèle (b) est comme le modèle (a) mais avec une anisotropie plus faible dans la sous-graine. Intuitivement, on s'attend donc à ce que la contribution de l'anisotropie de la sous-graine soit moins forte. Effectivement, pour les rais les plus profonds, les rais équatoriaux vont moins vite que pour le modèle (a). Néanmoins, il y a quand même inversion de la direction rapide de l'anisotropie puisque ces mêmes rais équatoriaux sont plus rapides que leurs équivalents polaires.

Le modèle (c) prévoit une anisotropie d'axe rapide Nord-Sud dans l'intégralité de la graine, avec une amplitude plus forte dans la sous-graine. Cela se traduit directement par des résidus sismiques qui montrent une anisotropie plus forte que pour le modèle (e). On a cependant peu de dispersion. Il semblerait que le caractère dispersif du nuage de résidus soit lié à la variation de la direction rapide d'anisotropie.

Enfin, dans le modèle (d), la couche anisotrope est marquée par des résidus nuls pour les rais superficiels. Avec la profondeur, on commence à échantillonner la sous-graine anisotrope et les rais polaires accélèrent par rapport aux rais équatoriaux.

**Anisotropie globale** On calcule maintenant l'anisotropie globale de ces modèles structuraux (cf Section 4.2.7.4). Les résultats des ajustements quadratiques sur les résidus sismiques synthétiques sont présentés en Fig. 4.8 :

Sans grande surprise, les modèles (a) et (b) produisent une anisotropie globale faible. Pour le premier, la direction rapide est même équatoriale, ce qui n'est pas cohérent avec les observations sismologiques [Garcia and Souriau, 2000, Souriau, 2003, Irving and Deuss, 2011]. Pour les autres modèles, pour lesquels la direction principale d'anisotropie est toujours Nord-Sud, l'anisotropie globale dépend logiquement du degré d'anisotropie moyen du modèle structural. C'est le modèle (c), avec une sous-graine fortement anisotrope, qui montre l'anisotropie globale la plus importante.

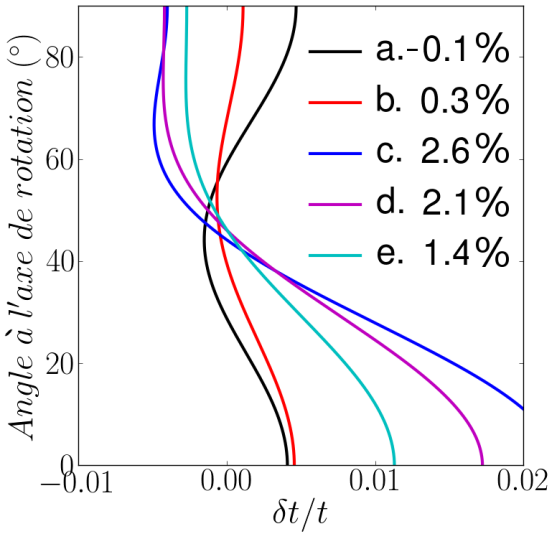



FIGURE 4.8 – Résultats de fit sismologique [Creager, 1992] sur les résidus synthétiques des modèles structuraux avec le modèle élastique de fer hc à 5500 K de Vočadlo et al. [2009]. Les équations d'ajustement (a) à (e) correspondent aux modèles structuraux (e) à (e), respectivement. L'amplitude de l'anisotropie globale $b + c$ est précisée (en %) pour chacun de ces ajustements.

### Graine à texture de solidification

On considère maintenant un modèle hypothétique où la texture de la graine est purement une texture de solification (cf Section 3.2.1, page 43). On fait l'hypothèque qu'il n'existe aucun mouvement de déformation à l'intérieur de la graine et que la texture de solidification est conservée pendant la croissance.

En Fig. 4.9, on présente les figures de vitesse associées à deux modèles de graine texturée par solidification. Le modèle élastique utilisé pour calculer ces figures est toujours le modèle de fer hc à 5500 K de Vočadlo et al. [2009].

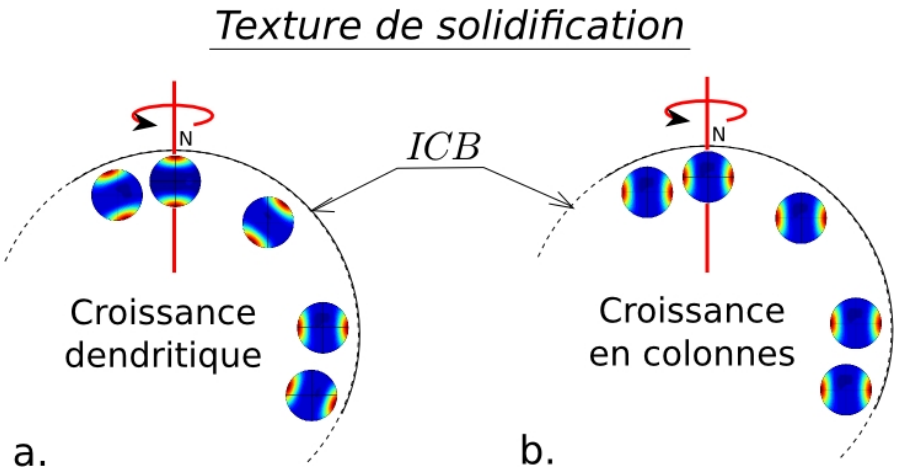



FIGURE 4.9 – Figures de vitesse des ondes $P$ pour des modèles de texture de solidification. En (a), croissance dendritique ; en (b), croissance en colonnes.

En (a), on décrit les figures de vitesses dans le cas d'une texture de solidification issue d'une croissance dendritique [Fearn et al., 1981, Shimizu et al., 2005, Brito et al., 2002]. Les figures de vitesses décrivent une symétrie centrale et la direction rapide de propagation des ondes $P$ est alignée avec la direction radiale. Il n'y a pas de variation de l'amplitude de l'anisotropie avec la profondeur.

En (b), on définit une croissance en colonne de la graine comme décrit par Bergman [1997]. Les grains sont empilés en colonnes alignées avec l'axe de rotation de la graine .La direction rapide de propagation des ondes $P$ est à 90° de l'axe de rotation et alignées avec la direction radiale.

Les résidus sismiques obtenus pour chacun de ces modèles sont présentés en Fig. 4.10.

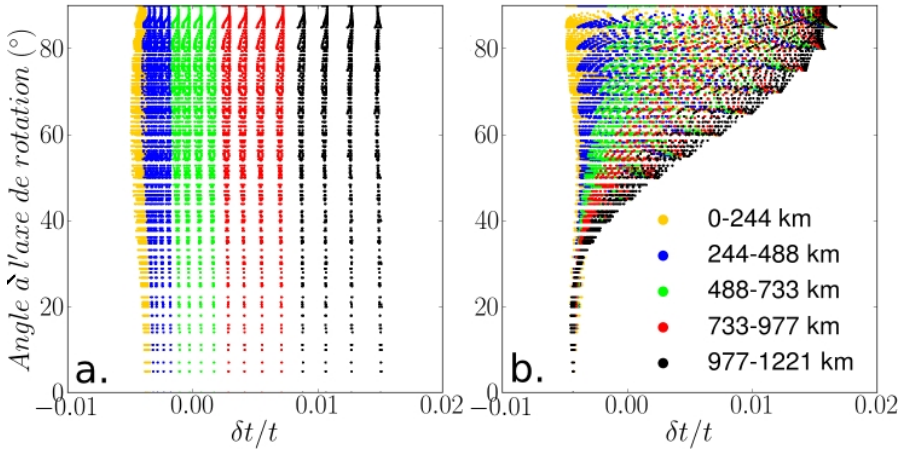



FIGURE 4.10 – Dépendance en profondeur des résidus pour les modèle à texture de solidification. En (a), croissance dendritique ; en (b), croissance en colonnes. Les résidus sismiques sont triés en fonction de la profondeur du point de retournement des rais, de jaune (les rais les plus superficiels) à noir (les plus profonds).

De manière générale, on constate que l'évolution des résidus pour ces modèles de solidification est moins intuitive que pour les modèles structuraux.

Le plus simple est de commencer par étudier les rais polaires. Pour le modèle de croissance en colonnes, il n'y a a priori qu'une seule valeur de vitesse $v_P$ possible quelle que soit la profondeur de retournement du rai (Fig. 4.9b), ce que montrent bien les résidus. Sur les figures de vitesses $v_P$, on voit que la vitesse est sensiblement la même jusqu'à environ 40° de l'axe de rotation de la Terre. Ensuite, on augmente la dispersion car, le long d'un même rai, la vitesse varie beaucoup.

Pour des rais équatoriaux, on peut représenter les trajectoires des rais (Fig. 4.11). Parmi les deux trajectoires proposées, on constate que le rai 1, superficiel, se propage en moyenne moins vite que le rai 2, plus profond. On remarque que les résidus superficiels sont en effet négatifs et les résidus profonds bien positifs, ce qui montre que les rais profonds se propagent plus rapidement.

D'après la Fig. 4.11, on voit également qu'il ne doit pas exister une grande dispersion des résidus à 90° de l'axe de rotation de la Terre, car on échantillonne pour un même rai les mêmes vitesses à chaque itération. Par contre, pour des

angles compris entre 40 et 90°, on attend une plus grande variabilité des vitesses le long d'un même rai et en fonction de la profondeur. C'est également visible sur les résidus sismiques synthétiques.

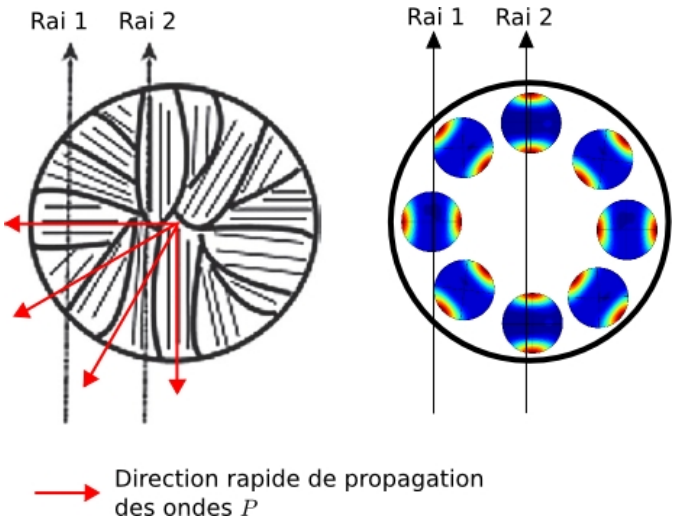



FIGURE 4.11 – Propagation de rais à travers le plan équatorial dans les modèles de solidification. A gauche, une vue schématique de l'arrangement cristallin (extrait de Bergman [1997]) ; à droite, les figures de vitesse des ondes $P$ associées à ces grains. Deux trajectoires de rais équatoriaux, soit à 90° de l'axe de rotation de la graine, sont reportées.

Incidemment, la coupe équatoriale de la Fig. 4.11 représente n'importe quel méridien du modèle de croissance dendritique (a) puisque la symétrie est centrale. On peut donc appliquer une partie des conclusions que l'on a pu obtenir en observant le modèle de croissance en colonnes (b). Plus le rai est profond, plus il se propage rapidement. Les résidus profonds sont en effet positifs, tandis que ceux qui correspondent aux rais les plus superficiels sont négatifs.

Tout comme pour les rais équatoriaux du modèle précédent, on a une faible dispersion des résidus profondeur par profondeur, liée à un échantillonnage de vitesses très restreint. Enfin, la valeur des résidus est indépendante de l'angle à l'axe de rotation de la graine, ce qui est cohérent avec la symétrie centrale du modèle.

#### 4.2.8.2 Conclusion

D'après l'observation de modèles structuraux et de graines figées, on peut noter les choses suivantes :

- La dispersion est produite par la variation de la direction principale d'anisotropie sismique avec la profondeur,
- La dépendance en profondeur est la conséquence de la variation des propriétés élastiques avec la profondeur.

La cohérence entre ces modèles et les profils de résidus sismiques correspondant permet de valider définitivement notre modèle direct d'anisotropie sismique.

De manière générale, on constate que ce sont les modèles structuraux (c), (d) et (e) avec une direction rapide dans la direction polaire qui reproduisent le mieux les observations sismologiques d'une anisotropie Nord-Sud (Fig. 1.4). Cependant, comme indiqué précédemment, ceux-ci sont peu réalistes. Dans ma thèse, nous avons donc travaillé sur l'anisotropie sismique produite par des modèles géodynamiques. Notons que comme les résultats sur les modèles de texture de solidification l'ont montré, lorsque l'on ajoute de la complexité dans un modèle de graine, on complexifie également les spectres de résidus sismiques et leur interprétation. Les profils de résidus sismiques synthétiques des modèles géodynamiques riches ou de petites échelles, seront donc probablement assez complexes.

# Chapitre 5

# Application à des modèles axisymétriques types

**Sommaire**


**5.1 Description des modèles . . . . . 75**
5.1.1 Modèles élastiques de fer aux conditions de la graine terrestre 75
5.1.2 Modèles géodynamiques . . . . . 77
**5.2 Résultats . . . . . 78**
5.2.1 Textures obtenues avec chaque modèle géodynamique . . . 78
5.2.2 Figures de vitesse des ondes $P$ . . . . . 84
5.2.3 Résidus sismiques . . . . . 87
**5.3 Discussion . . . . . 93**
5.3.1 Effet des processus dynamiques sur l'anisotropie sismique . 93
5.3.2 Effet de la nature minéralogique de la graine sur l'anisotropie sismique . . . . . 94
5.3.3 Quel est le meilleur modèle ? . . . . . 95
5.3.4 Limites de la méthode . . . . . 95
**5.4 Conclusion . . . . . 96**


## 5.1 Description des modèles

### 5.1.1 Modèles élastiques de fer aux conditions de la graine terrestre

La littérature fournit un petit panel de comportements élastiques et de formes d'anisotropie monocristalline pour le fer $\varepsilon$ (hexagonal compacte) aux conditions de la graine terrestre (Fig. 5.1). Pour les structures cubiques en revanche, il n'existe à ma connaissance qu'un seul modèle par structure aux conditions du noyau interne. Les constantes élastiques de ces modèles élastiques sont détaillées dans le Tab. 5.1.

Par la suite, on choisit un modèle élastique pour chaque structure cristalline de fer. Par souci de cohérence, on prend des modèles qui ont tous été calculés à 5500 K. Pour le fer hexagonal compact, on prend le modèle de Vočadlo et al. [2009].

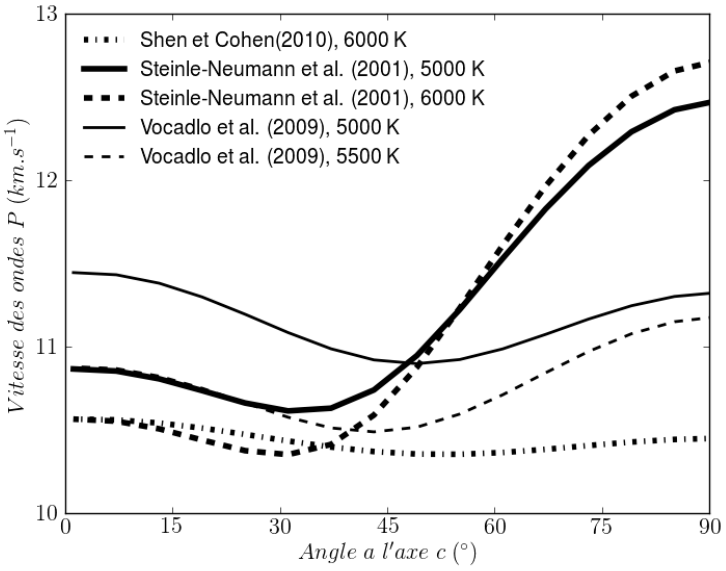



FIGURE 5.1 – Vitesses des ondes $P$ en fonction de l'angle à l'axe $c$ cristallographique pour le fer hp (modèles publiés).

TABLE 5.1 – Constantes élastiques du monocristal (in GPa) et paramètres adimensionnels d'anisotropie monocristalline (eqs. 6.2) des modèles publiés (SC à VO2), pour le fer $\varepsilon$ aux conditions de la graine.

| Structure | Modèle | $c_{11}$ | $c_{12}$ | $c_{13}$ | $c_{33}$ | $c_{44}$ |
|---|---|---|---|---|---|---|
| hc | *SC* [a] | 1438 | 1035 | 950 | 1470 | 211 |
| | *ST1* [b] | 2050 | 1720 | 860 | 1555 | 210 |
| | *ST2* [c] | 2130 | 2010 | 925 | 1470 | 140 |
| | *VO1* [d] | 1689 | 1186 | 990 | 1725 | 216 |
| | *VO2* [e] | 1646 | 1253 | 995 | 1559 | 153 |
| cc | *VO3* [f] | 1505 | 1160 | | 256 | |
| cfc | *VO4* [g] | 1397 | 1247 | | 423 | |
| | *SX* [h] | 1658 | 941 | | 636 | |

*a.* Sha and Cohen [2010], 6000 K
*b.* Steinle-Neumann et al. [2001], 5000 K
*c.* Steinle-Neumann et al. [2001], 6000 K
*d.* Vočadlo et al. [2009], 5000 K
*e.* Vočadlo et al. [2009], 5500 K
*f.* Vočadlo [2007], 5500 K
*g.* Vočadlo et al. [2008a], 5500 K
*h.* Stixrude and Cohen [1995], $\rho_{IC} = 13\ kg.m^{-3}$

Pour le fer cubique face centrée, on prend le modèle de Vočadlo [2007]. Pour finir, le modèle de fer cubique face centrée utilisé est celui de Vočadlo et al. [2008a].

### 5.1.2 Modèles géodynamiques

On se concentre sur le modèle de croissance équatoriale de Yoshida et al. [1996]. Il s'agit d'un modèle axisymétrique de grande échelle. On peut donc espérer observer des structures de grande échelle

Différents modèles géodynamiques axisymétriques sont adaptés à partir du modèle de référence de Yoshida et al. [1996] : *Yos-Ran*, *Yos-Strat* and *Yos-PTex*.

#### 5.1.2.1 Croissance équatoriale : *Yos-Ran*

Le modèle *Yos-Ran* [Yoshida et al., 1996] considère l'écoulement géostrophique décrit par Yoshida et al. [1996] (cf Section 3.3.1.4). L'action de la force de Coriolis dans le noyau externe [Busse, 1970, Zhang, 1992, Dormy et al., 2004, Cardin and Olson, 1994] induit un excès de refroidissement, et donc de cristallisation, dans le plan équatorial avec une texture aléatoire à l'ICB. L'écart à la géométrie sphérique stable (gravité) subit un réajustement isostatique sous la forme d'un écoulement visqueux quadripolaire, générant un gradient de déformation de type cisaillement pur à grande échelle qui augmente avec la profondeur comme le montre les Figs. 5.2a et b. Ainsi, Deguen et al. [2011] prouve qu'un tel taux de déformation est suffisant pour modifier considérablement l'orientation de l'aggrégat polycristallin dans les premiers temps de la cristallisation de la graine mais ne permet pas de produire plus de 100% de déformation plastique cumulée.

#### 5.1.2.2 Croissance équatoriale et stratification chimique

Nous reprenons le modèle géodynamique *Yos-Strat* de Deguen et al. [2011] qui considère toujours une croissance équatoriale mais étudiant en plus l'effet d'une stratification densitaire stable induite par une évolution graduelle de la composition chimique dans le noyau externe liquide au cours de la cristallisation de la graine [Allègre et al., 1995, Alfè et al., 2002, Badro et al., 2007, Deguen and Cardin, 2009] (cf Section 3.3.1.6). Le buoyancy number est de $\mathbf{B} = -10^6$ [Deguen et al., 2011]. Les gradients de déformation superficiels forts (Fig. 5.3) suffisent à produire des contraintes cumulées, jusqu'à 300%, acquises rapidement par cisaillement simple avant d'être figées et conservées par la stratification, ce qui fait de ce modèle un bon candidat pour produire un signal sismique anisotropique.

#### 5.1.2.3 Croissance équatoriale et solidification par croissance dendritique

En dernier lieu, nous reprenons le modèle de Deguen et al. [2011] *Yos-PTex* est similaire à *Yos-Ran*, sans stratification, mais présente une prétexturation du matériau tout juste cristallisé à l'ICB acquise par le gel de la texture de solidification [Bergman et al., 2002, Brito et al., 2002, Deguen et al., 2011]. Ce phénomène se produit en particulier dans le cas d'une croissance dendritique de la graine [Fearn et al., 1981, Shimizu et al., 2005, Deguen et al., 2007].

Ce modèle ne peut être utilisé que pour le fer hc car il n'existe aucune information sur une texture de solidification pour les structures cubiques.

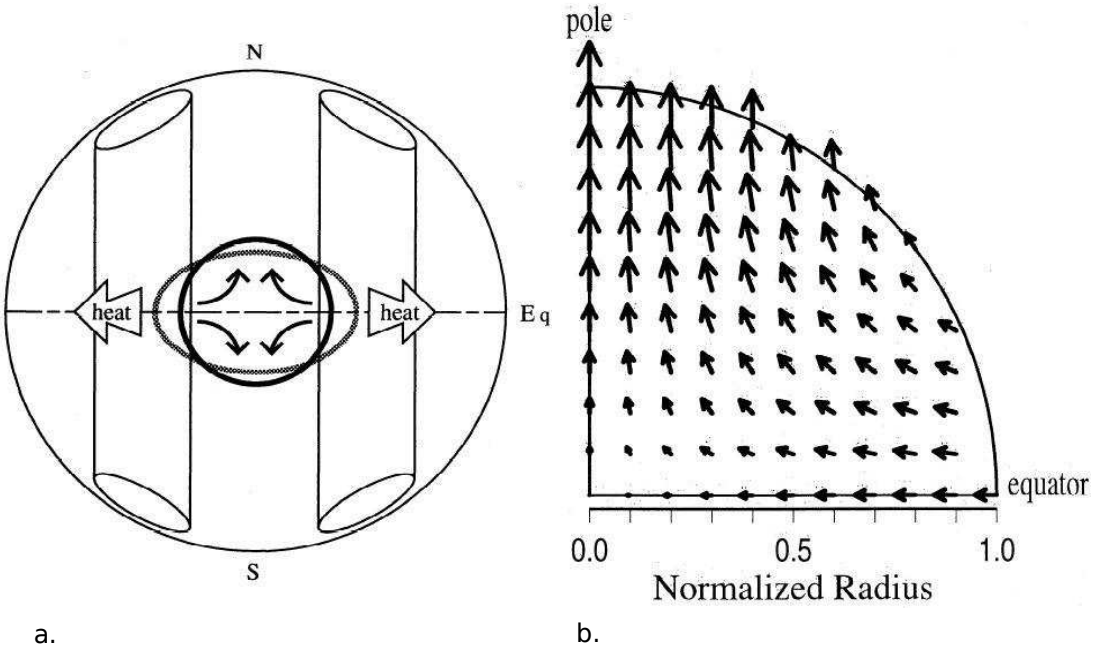



FIGURE 5.2 – Modèle géodynamique de croissance équatoriale de Yoshida et al. [1996]. L'écoulement sous forme de colonnes géostrophiques dans le noyau externe induit un excès d'extraction de chaleur au niveau du plan équatorial, lequel résulte en un excès de cristallisation local à l'ICB (Fig. a). Un gradient de déformation de cisaillement pur à grande échelle est mis en place dans la graine de l'équateur aux pôles se met en place pour relaxer cet excès de masse (Fig. b).

#### 5.1.2.4 Résumé des paramètres spécifiques des modèles géodynamiques

La Fig. 5.4 résume les propriétés des trois différents modèles géodynamiques. Les gradients de déformation sont illustrés ainsi que le mode de cristallisation.

## 5.2 Résultats

### 5.2.1 Textures obtenues avec chaque modèle géodynamique

#### 5.2.1.1 Textures du fer hc [Deguen et al., 2011]

Les textures obtenues pour du fer hc pour chaque modèle géodynamique [Deguen et al., 2011] sont présentées en Fig. 5.5.

Les couples de figures de pôle, $< a >$ et $< c >$ sont placées aux points de maillage. Le chemin de déformation suivi pour chacun de ses poins est indiqué en bleu. A gauche, on a des trajectoires correspondant à une graine non stratifiée (*Yos-Ran* en haut et *Yos-PTex* en bas) ; à droite, les chemins tracés ont pour une graine stratifiée (*Yos-Strat*).

Le modèle *Yos-Ran* ne présente de LPOs significatives qu'au centre de la graine. Au cours du temps, la texture dans les régions les plus superficielles tend en effet

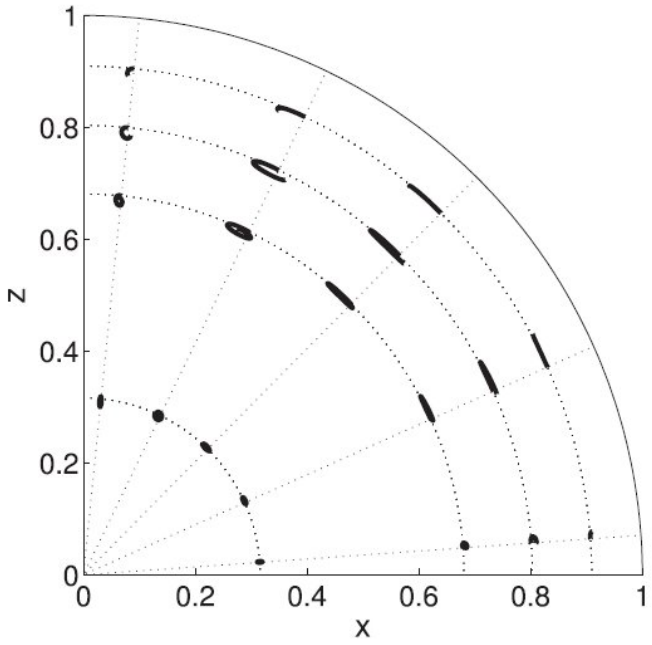



FIGURE 5.3 – Trajectoires de particules pour le modèle géodynamique de croissance équatoriale avec stratification chimique (extrait de Deguen et al. [2011]).

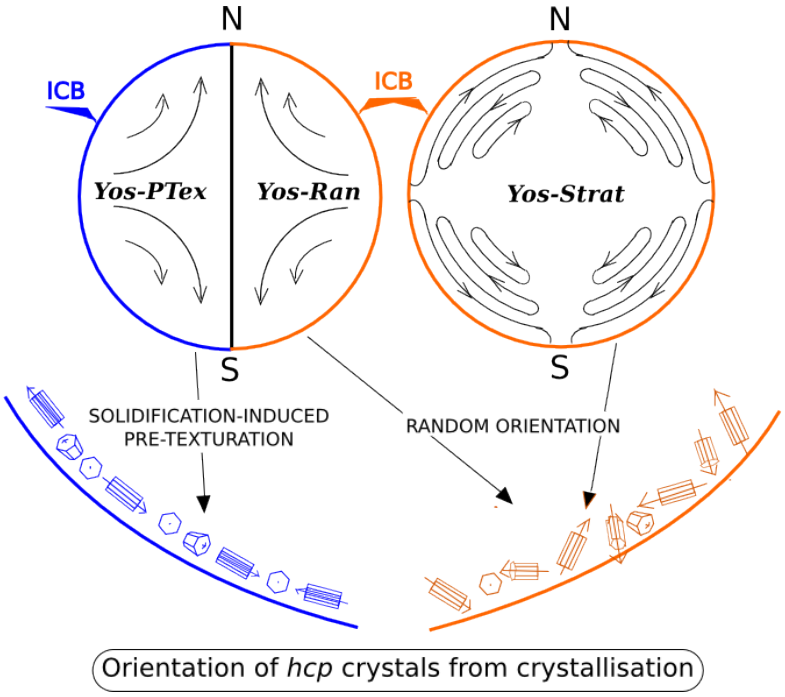



FIGURE 5.4 – Modèles géodynamiques axisymétriques : mode de cristallisation et gradient de déformation.

à diminuer, voire même à disparaître dans les derniers stades de la croissance, en conséquence directe de la diminution forte du taux de déformation. En accord avec les observations de Deguen et al. [2011], la LPO exprimée est la même pour toutes les textures orientées. Elle correspond à un alignement des axes *c* cris-

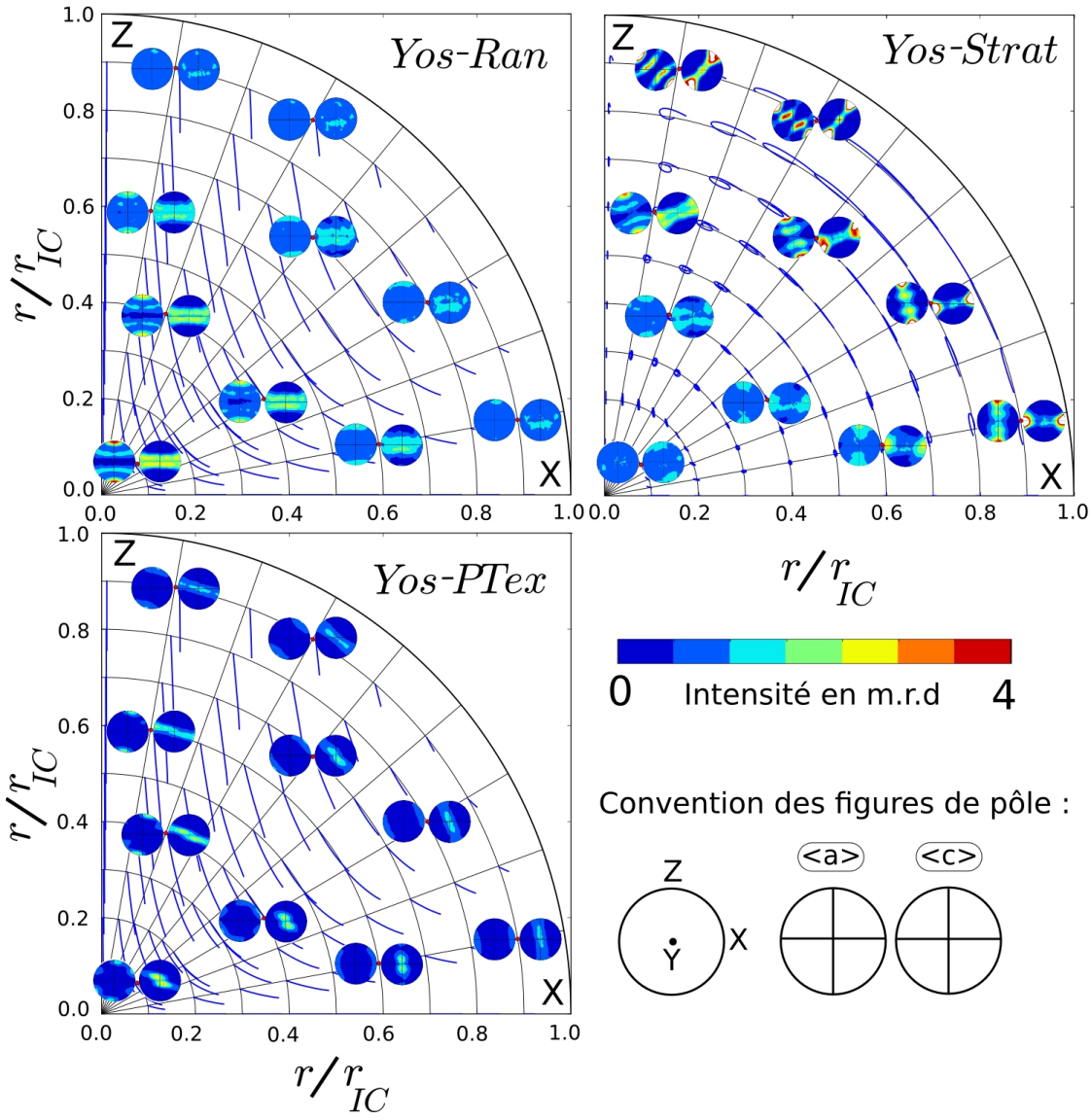



FIGURE 5.5 – Textures du fer hc dans un quart de plan méridien pour les trois modèles géodynamiques *Yos-Ran* (en haut, à gauche), *Yos-Strat* (en haut, à droite) et *Yos-PTex* (en bas).

tallographiques presque perpendiculairement à l'axe de rotation de la Terre. On remarque également que les axes $c$ n'ont pas d'orientation préférentielle dans la direction radiale. Toutes les orientations radiales sont possibles. A l'opposé, les axes $a$ montrent un fort alignement avec l'axe de rotation. La deuxième intensité à 30° correspond aux symétriques du premier groupe (symétrie hexagonale).

Pour le modèle *Yos-Strat*, on constate que, bien que la stratification inhibe les mouvements radiaux, elle favorise la déformation dans les couches supérieures de la graine en générant de fortes textures externes, en opposition avec de faibles textures au centre. Les textures les plus fortes sont plus de deux fois plus intenses que celles du modèle *Yos-Ran* (on passe de 3 à 6 m.r.d.). Ce modèle ne génère pas une seule LPO mais plusieurs. De manière générale, il existe un alignement

fort des axes $c$ dans la direction radiale aux latitudes moyennes. En conséquence, on constate aussi un regroupement des axes $a$ dans la direction $\overrightarrow{Y}$. On remarque que la texture est faible le long de l'axe de rotation et à l'équateur. Les textures obtenues à $r/r_{IC} \approx 0,3$ sont quasiment identiques, en intensité et en orientations, à celles que l'on obtient vers $r/r_{IC} \approx 0,7$ pour *Yos-Ran*.

Dans le cas de *Yos-PTex*, en tout point de la graine, le texture est orientée de la même manière. Cela montre que, même en profondeur, on préserve en partie la texture de solidification. L'intensité moyenne des textures de *Yos-PTex* correspond à celle des textures les plus fortes de *Yos-Ran*. La solidification dendritique produit une LPO orientant les axes $c$ parallèlement au gradient de température [Bergman et al., 2000, 2003]. En conséquence, les axes $a$ se regroupent dans la direction radiale. On constate que l'orientation des axes $c$ dépend de la latitude. Proches de l'axe de rotation, les axes $c$ sont contenus dans un plan perpendiculaire à la direction radiale mais il n'y a pas d'orientation particulière des cristaux au sein de ce plan. On remarque par contre, qu'à l'équateur, les axes $c$ sont non seulement inclus dans le plan perpendiculaire à la direction radiale, mais ils s'alignent en plus dans une direction à 90° de l'axe de rotation de la Terre.

#### 5.2.1.2 Textures du fer cubique

Les textures obtenues pour le fer cubique cc et cfc pour chaque modèle géodynamique sont présentées en Fig. 5.6.

En première approche, on remarque que, pour le modèle *Yos-Ran*, les textures de fer cc et cfc sont opposées les unes par rapport aux autres. En tout point de la graine, l'orientation des plans 110 du fer cc est celle des plans 100 du fer cfc, et vice-versa. Cela s'explique par le fait que les systèmes de glissement activés pour chacune de ces structures sont opposés (Fig. 4.2).

De manière générale, on observe bien une couche isotrope en surface et de la texture en profondeur. L'intensité des textures obtenues est inférieure à celles qu'on obtient lorsqu'on considère une graine de fer hc : elle varie seulement entre 0 et 1,5 m.r.d.

L'orientation des cristaux cc dans *Yos-Ran* montrent un alignement de la direction cristallographique $\langle 001 \rangle$ avec l'axe de rotation de la Terre (Fig. 5.7 en haut).

On constate qu'il n'existe pas de direction préférentielle de la direction $\langle 100 \rangle$ et les plans 100, se répartissent équitablement dans toutes les directions radiales à l'équateur (avec un angle à l'axe de rotation de la graine de 90°). Pour le fer cfc, la texture est, comme expliqué précédemment, l'opposée du fer cc. Ainsi, les directions cristallographiques $\langle 001 \rangle$ sont regroupées à 45° de l'axe de rotation de la Terre et réparties sur l'ensemble des directions radiales.

Pour le modèle *Yos-Strat*, l'interprétation paraît plus compliquée au premier abord, au vu des textures très complexes que l'on obtient. On observe cependant des éléments communs avec les textures du fer hc. On retrouve les textures les plus fortes dans le premier tiers de la graine, avec une couche isotrope superficielle et des textures faibles au centre de la graine. Près de l'axe de rotation, on constate que les textures sont approximativement les mêmes que pour *Yos-Ran* mais plus

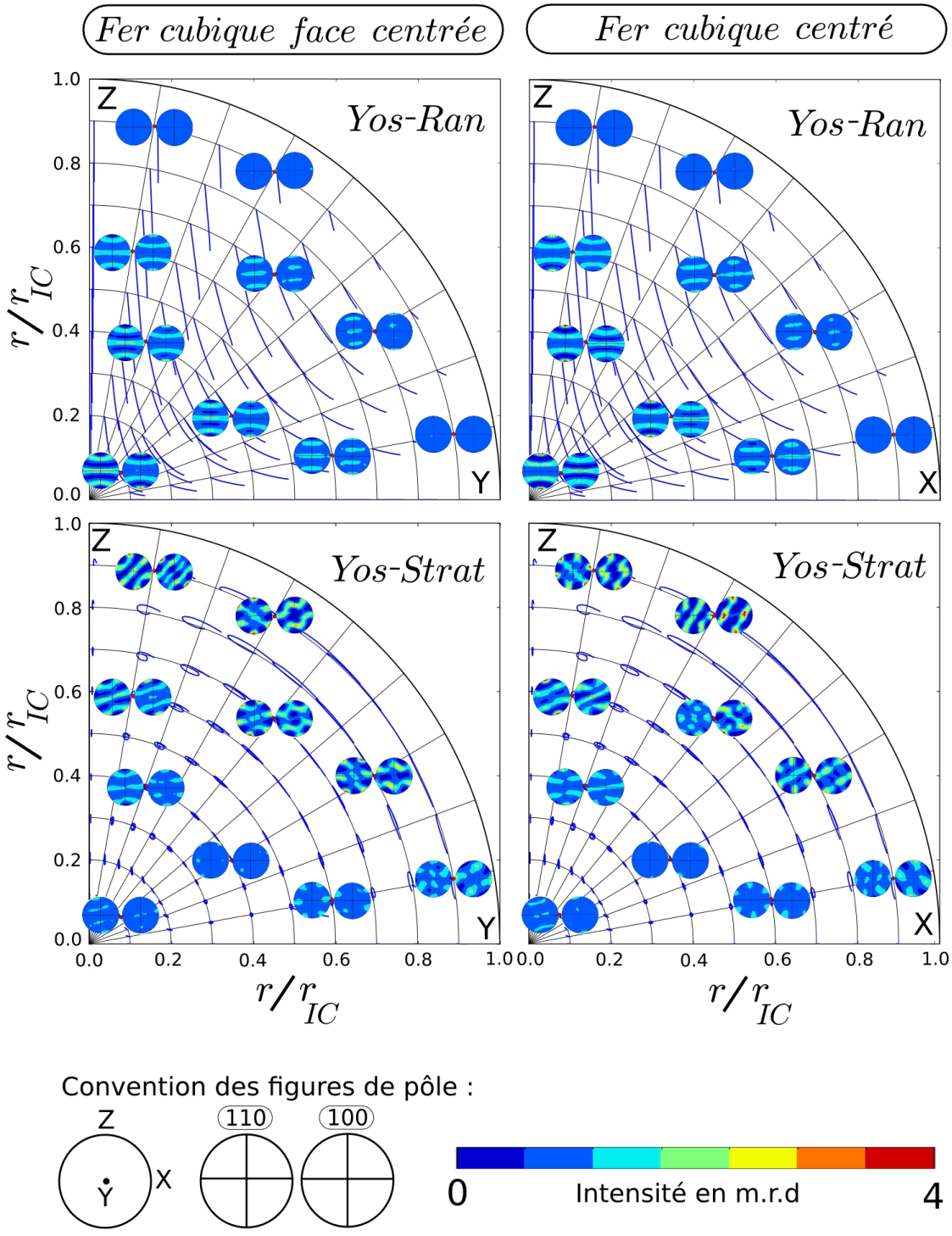



FIGURE 5.6 – Textures du fer hc dans un quart de plan méridien pour les deux modèles géodynamiques sans prétexturation : *Yos-Ran* en haut et *Yos-Strat* (en bas). La colonne de gauche correspond aux textures du fer cfc, celle de droite montrent celles du fer cc.

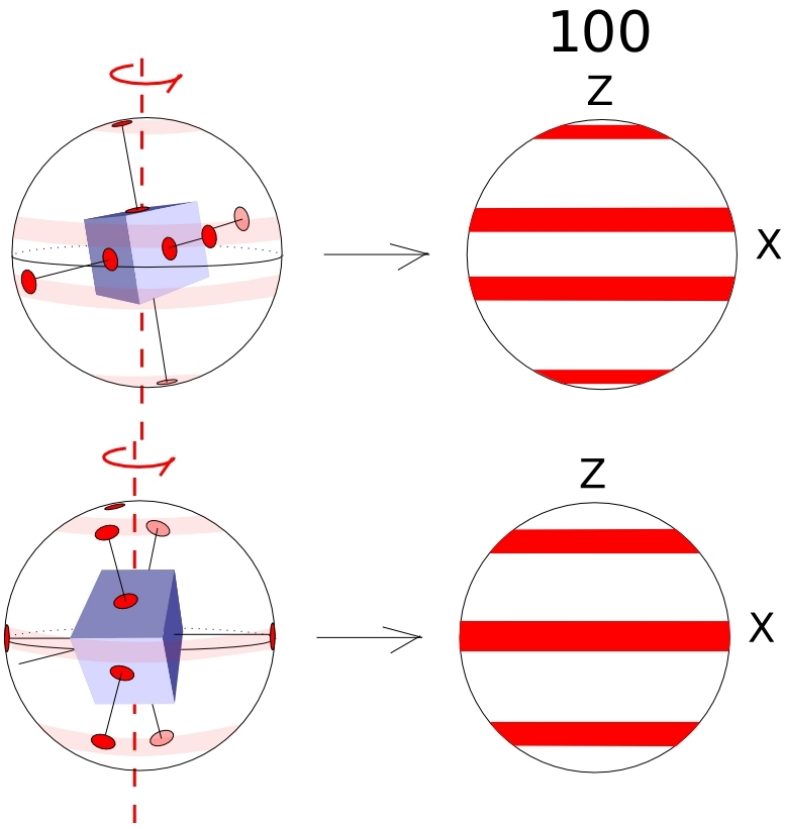



FIGURE 5.7 – Orientation des grains de fer cubique dans le modèle *Yos-Ran* : fer cfc en haut, fer cc en bas. Sur la colonne de gauche, on montre pour chacun une orientation de cristal cubique type. Pour obtenir les figures de pôle des plans cristallographiques 100 (colonne de droite), on fait une rotation de ces cristaux type autour de la direction vertical (alignée avec l'axe de rotation de la Terre) ; l'inclinaison (par rapport à la verticale) varie légèrement, ce qui est responsable de l'épaisseur de la bande d'orientations dans la figure de pôle.

fortes. Les textures de fer cc et cfc sont donc opposées. Par rapport aux deux autres modèles géodynamiques, c'est lui qui présente les textures les plus fortes.

Dans les régions entre 20 et 70° où les textures sont les plus fortes, on a un alignement partiel des directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ (fer cfc) et $\langle 110 \rangle$ (fer cc) avec la direction radiale. A l'équateur, on observe un alignement de la direction $\langle 001 \rangle$ pour les deux structures, perpendiculairement à la direction radiale et à 90° de l'axe de rotation. Cela correspond aux régions de la graine de fer hc où on observe un regroupement similaires des axes $c$ à l'équateur.

De manière générale, on peut mettre en avant les points suivants :
- L'intensité des textures est globalement plus faible que pour le fer hc, probablement du fait du plus haut degré de symétrie des structures cubiques,
- On retrouve la même logique d'évolution des textures entre les trois phases cristallines,
- Les plus fortes textures sont encore une fois trouvées pour le modèle *Yos-Strat*, mais celles-ci sont très complexes,
- Contrairement au fer hc, les textures montrent plusieurs LPOs, surtout dans le cas du modèle stratifié, on s'attend donc à une plus grande dispersion des résidus sismiques synthétiques,
- Pour la même raison que pour le point précédent, on attend une anisotropie globale plus faible dans le cubique.

### 5.2.2 Figures de vitesse des ondes $P$

On définit maintenant une densité moyenne du fer dans la graine $\rho_{IC} = 13,154\ kg.m^{-3}$. On applique les trois modèles élastiques de référence [Vočadlo, 2007, Vočadlo et al., 2008a, Vočadlo et al., 2009] sur les textures calculées aux points de maillage (cf Section pour la méthode de calcul).

Etant donné que les modèles élastiques de référence ne couvrent pas tous la même gamme de vitesse [Vočadlo et al., 2008a, Vočadlo et al., 2009], il serait incohérent d'utiliser la même échelle de couleur pour les présenter. Nous présentons donc les résultats pour chaque phase cristalline séparément avec une échelle de couleur adaptée en fonction du modèle élastique. Il est ainsi beaucoup plus simple d'observer l'évolution des vitesses des ondes $P$ dans la graine.

#### 5.2.2.1 Figures de $v_P$ pour le fer hc

Nous présentons en Fig. 5.8, les figures de vitesse des ondes $P$ obtenues pour le fer hc sur un quart de plan méridien pour les trois modèles géodynamiques proposés : *Yos-Ran*, *Yos-Strat* et *Yos-PTex*. Notons que, contrairement aux figures de pôle du fer hc, les figures de $v_P$ obtenues sont différentes de celles de Deguen et al. [2011]. Nous n'utilisons en effet pas le même modèle élastique de référence : nous prenons le modèle de Vočadlo et al. [2009] à 5500 K tandis que Deguen et al. [2011] ont utilisé le modèle à 5000 K pour leurs calculs.

Le modèle élastique du fer hc de Vočadlo et al. [2009] à 5500 $K$ présente un axe $a$ plus rapide que l'axe $c$. Ainsi, il est logique qu'on retrouve les vitesses de propagation des ondes $P$ les plus grandes dans des directions correspondant aux LPOs

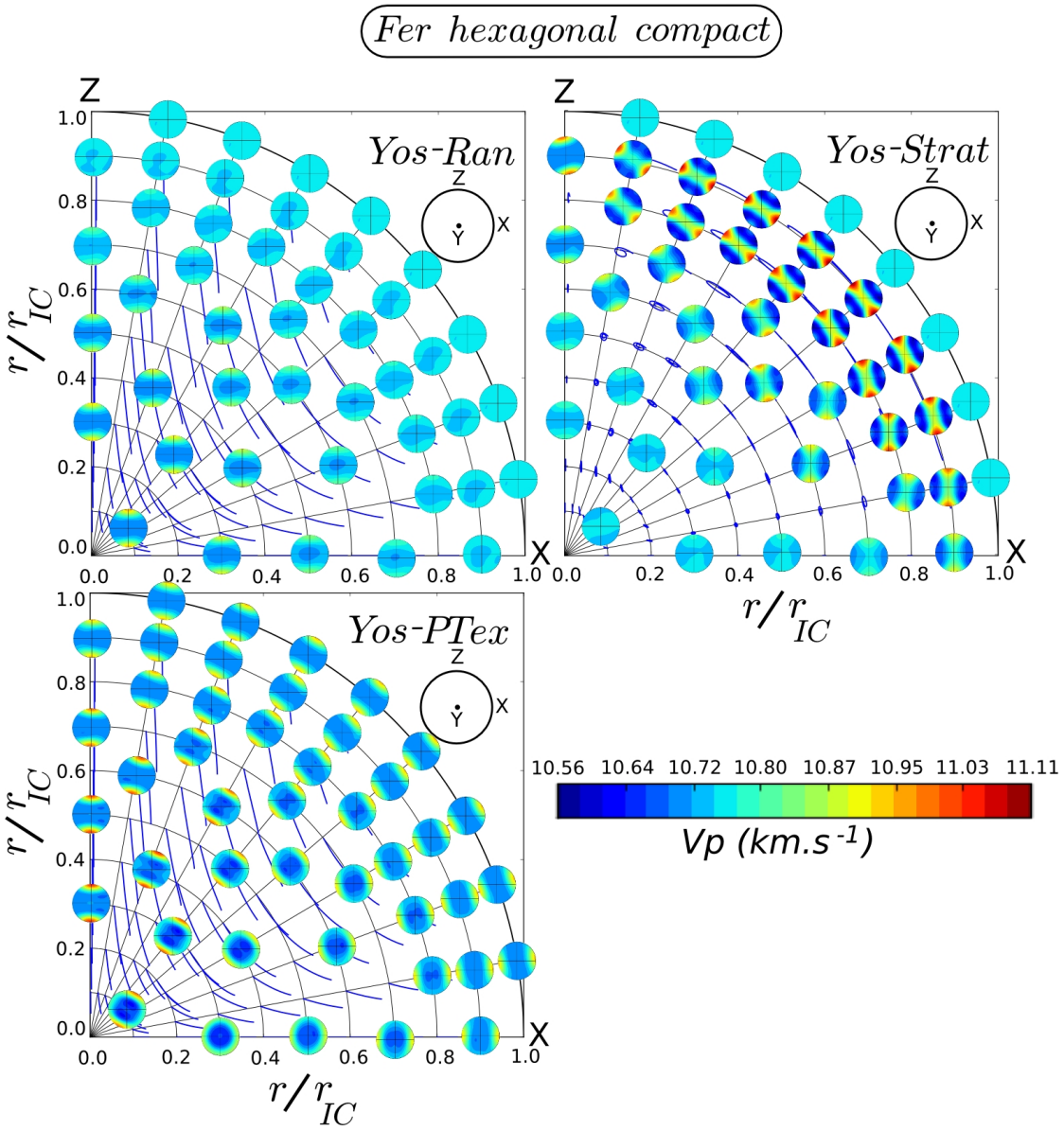



FIGURE 5.8 – Figures de vitesse du fer hc sur un quart de plan méridien pour les trois modèles géodynamiques disponibles : en haut, à gauche, *Yos-Ran* ; en haut, à droite, *Yos-Strat* ; et en bas, *Yos-PTex*. Les figures de vitesse des ondes $P$, $v_P$, sont orientées dans le repère principal de la graine avec l'axe de rotation vers le haut.

des axes $a$. Pour le fer hc, on constate généralement que l'évolution des figures de vitesse des ondes $P$ montre des tendances claires, cohérentes avec les textures relativement simples avec des orientations cristallographiques préférentielles bien définies et peu dispersées (à l'exception de *Yos-PTex*).

Pour *Yos-Ran*, l'anisotropie la plus forte est en profondeur, ce qui correspond aux régions où on trouve les textures les plus orientées. Globalement, on observe que l'anisotropie des ondes $P$ est orientée selon la direction Nord-Sud, avec un axe rapide aligné avec l'axe de rotation. Les figures les plus anisotropes se trouvent

le long de l'axe de rotation de la Terre. En surface, le matériau est moins texturé et l'amplitude de l'anisotropie Nord-Sud décroît à mesure qu'on se rapproche de l'ICB où on retrouve des figures aléatoires, caractéristiques d'une texture de cristallisation sans prétexturation.

Parmi les trois modèles étudiés, *Yos-Strat* est le modèle géodynamique qui présente les textures les plus fortes (Fig. 5.5). A ce titre, il n'est pas surprenant que son anisotropie des vitesses d'ondes $P$ exprimée soit nettement supérieure à celles des deux autres modèles géodynamiques : de l'ordre de 5%, pour 2,6% avec *Yos-PTex* et 1,3% seulement pour *Yos-Ran*. Les figures de vitesses montrant la plus forte anisotropie sont à nouveau associées aux régions les plus texturées, proches de la surface. On observe globalement qu'entre 20 et 90°, la direction rapide des ondes $P$ est perpendiculaire à la direction radiale, et comprise dans le plan $\{X0Z\}$. Entre 0 et 20°, elle est plus penchée par rapport à l'axe de rotation et tend à s'aligner avec cette direction polaire. En surface, on retrouve les figures aléatoires de la texture de cristallisation.

*Yos-PTex* est le seul modèle géodynamique présentant une texture de solidification. A ce titre, on observe en surface des figures de vitesses montrant un axe rapide aligné avec la direction radiale. Ce modèle présente donc une grande variabilité de direction d'anisotropie exprimées. Tout comme pour *Yos-Ran* et *Yos-PTex* cependant, la direction principale (moyenne) d'anisotropie reste alignée avec l'axe de rotation de la Terre puisque les figures de $v_P$ montrant la plus grande anisotropie sont en profondeur et situées proches de l'axe des pôles. Ainsi, les axes rapides correspondants forment un angle relativement faible avec l'axe de rotation. On remarque que la valeur moyenne d'anisotropie doit être du même ordre de grandeur que celle de l'anisotropie maximale exprimée dans le modèle *Yos-Ran*.

#### 5.2.2.2 Figures de $v_P$ pour le fer cc

Nous présentons en Fig. 5.9, les figures de vitesse des ondes $P$ obtenues pour le fer cc sur un quart de plan méridien pour les deux modèles géodynamiques étudiés : *Yos-Ran* et *Yos-Strat*.

La graine texturée avec le modèle *Yos-Ran* est quasiment isotrope. On voit une (très) légère anisotropie en profondeur, près de l'axe, avec deux directions rapides : une à 0° de l'axe de rotation de la Terre et l'autre à 90°. Le fait qu'on trouve une isotropie de la graine est surprenant, surtout au vu des textures qui ne sont pas nulles (Fig. 5.6). L'explication de cette isotropie se trouve dans la symétrie du cristal cubique. Son haut degré de symétrie implique que par rotation les directions de propagation rapides et lentes de chaque grain se compensent (Fig. 5.7). La vitesse sur le polycristal varie alors peu voire pas du tout d'une orientation cristallographique à une autre.

Pour le modèle *Yos-Strat*, on récupère une certaine anisotropie mais celle-ci reste faible, au maximum de 2,5%. C'est deux fois moins que pour le même modèle avec du fer hc. Les figures de vitesse les plus anisotropes sont à l'image de la texture (Fig. 5.6) : complexes. Il y a globalement deux directions rapides de propagation des ondes $P$, à 0 et 45° de l'axe de rotation. Pour les angles Pour les angles à l'axe de rotation inférieurs à figures situées entre 40 et 60° de l'axe de rotation, les deux directions sont plus ou moins équivalentes.

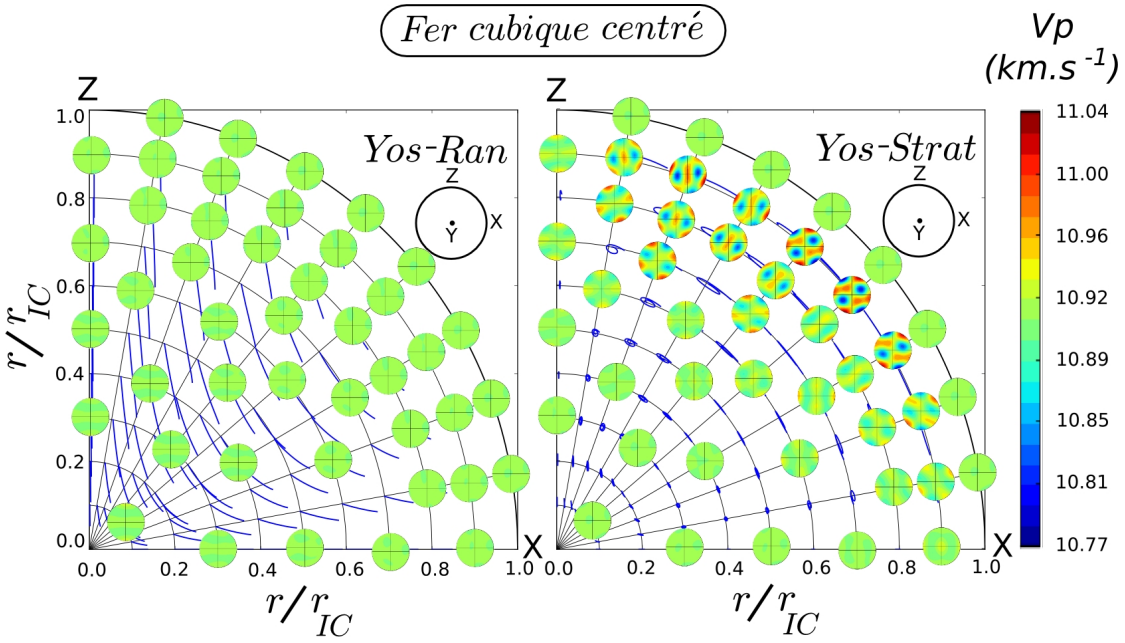



FIGURE 5.9 – Figures de vitesse du fer cc sur un quart de plan méridien pour les deux modèles géodynamiques disponibles : à gauche, *Yos-Ran* ; droite, *Yos-Strat*. Les figures de vitesse des ondes $P$, $v_P$, sont orientées dans le repère principal de la graine avec l'axe de rotation vers le haut.

#### 5.2.2.3 Figures de $v_P$ pour le fer cfc

Nous présentons en Fig. 5.10, les figures de vitesse des ondes $P$ obtenues pour le fer cc sur un quart de plan méridien pour les deux modèles géodynamiques étudiés : *Yos-Ran* et *Yos-Strat*.

La graine texturée avec le modèle *Yos-Ran* est complètement isotrope, pour la même raison que pour la structure cc (Fig. 5.7). Pour le modèle *Yos-Strat* en revanche, on observe une anisotropie forte entre 0 et 45° de l'axe de rotation, proche de l'ICB. Néanmoins, il est impossible de définir une direction principale d'anisotropie pour ces figures. Pour des figures de vitesse plus centrales, il se définit deux directions principales d'anisotropie (avec un maximum de vitesse), à 0 et 90° de l'axe de rotation. Vers 70-80° et proches de l'ICB ($r/r_{IC}$ entre 0,8 et 0,9), on trouve les seules figures de $v_P$ montrant une direction principale d'anisotropie unique, avec un maximum de vitesse entre 30 et 45° de l'axe de rotation de la graine.

### 5.2.3 Résidus sismiques

#### 5.2.3.1 Anisotropie globale Nord-Sud

La Fig. 5.11 présente les profils complets des résidus sismiques synthétiques pour les trois modèles géodynamiques axisymétriques étudiés : De manière générale, on observe que les profils de résidus sismiques varient beaucoup, à la fois en

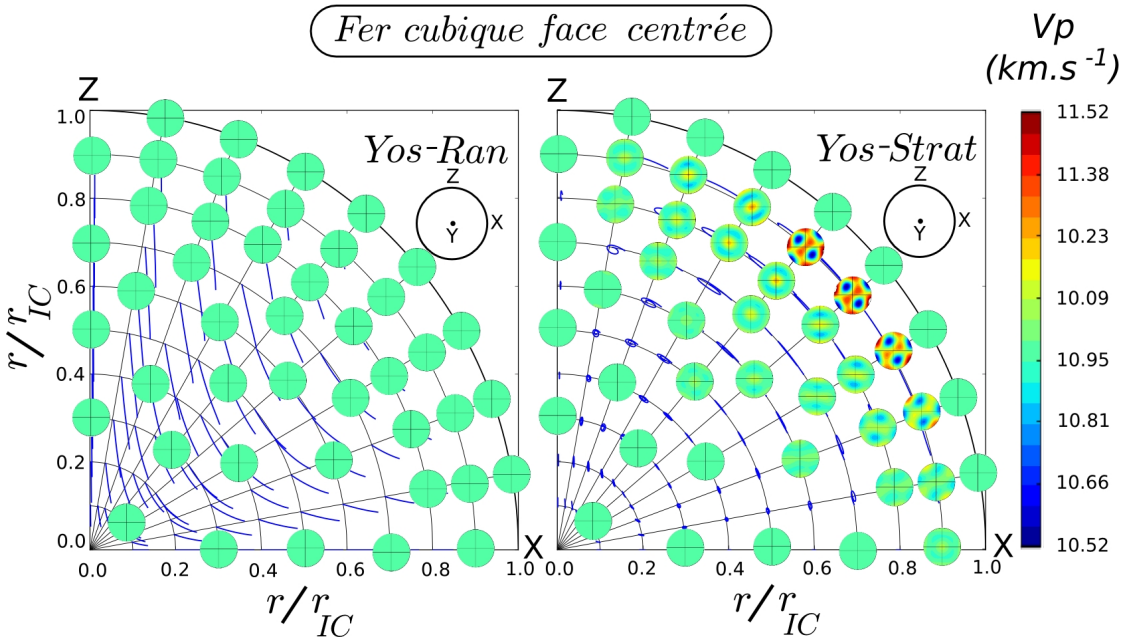



FIGURE 5.10 – Figures de vitesse du fer cfc sur un quart de plan méridien pour les deux modèles géodynamiques disponibles : à gauche, *Yos-Ran* ; droite, *Yos-Strat*. Les figures de vitesse des ondes $P$, $v_P$, sont orientées dans le repère principal de la graine avec l'axe de rotation vers le haut.

fonction du modèle géodynamique et de la phase cristalline. L'aspect "drap" des résidus synthétiques est causé par la discrétisation des profondeurs dans le modèle numérique de propagation de rais.

### Cas du fer hc

Pour le fer hc, les trois modèles géodynamiques produisent une anisotropie Nord-Sud mesurable : de 0,3% pour *Yos-PTex*, à 0,7% pour *Yos-Ran* et 0,8% dans le cas de *Yos-Strat*. On observe que la différence principale entre les trois modèles se résume principalement en termes de dispersion du nuage de points.

Pour le modèle *Yos-Ran*, on a une dispersion très faible pour les résidus de rais se propageant à moins de 45° de l'axe de rotation de la Terre, ensuite la dispersion augmente régulièrement avec l'angle, jusqu'à atteindre son maximum pour les rais équatoriaux. Les rais les plus rapides sont donc polaires, les trajectoires les plus lentes sont équatoriales.

Pour le modèle *Yos-Strat*, la dispersion est beaucoup plus importante en raison des textures plus complexes (Fig. 5.5) qui produisent des figures de $v_P$ avec plusieurs directions rapides et lentes (Fig. 5.8). C'est en particulier le cas entre 14 et 75°, avec un maximum à 45° de l'axe de rotation. C'est en effet à cet angle qu'on trouve les rais les plus rapides du profil, ce qui signifie que la direction rapide moyenne se situe donc à 45° de l'axe de rotation. Du point de vue de l'anisotropie globale, on constate que la tendance moyenne du profil de résidus est compatible avec un axe rapide (pente négative). On observe cependant qu'il existe localement

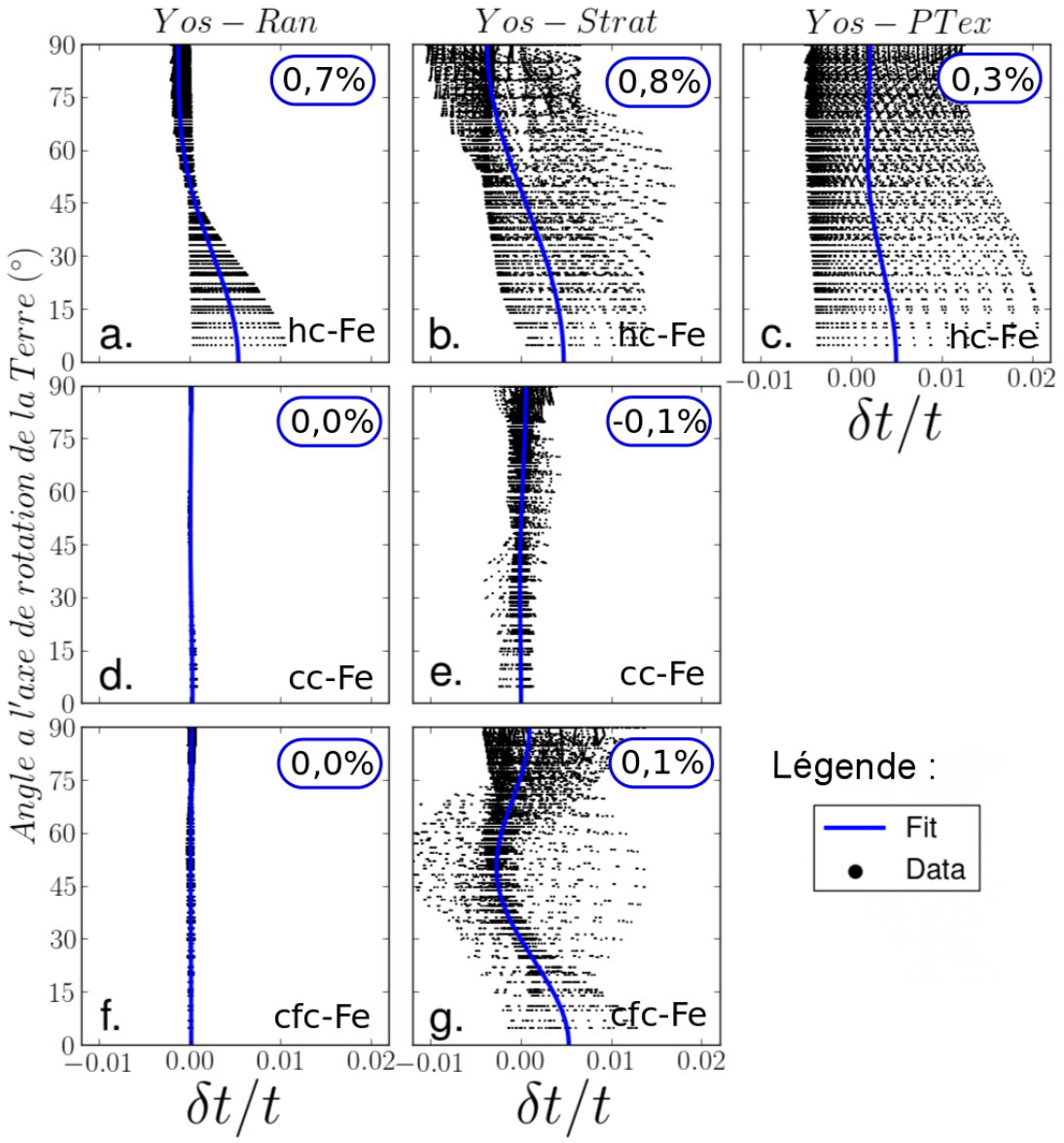



FIGURE 5.11 – Résidus sismiques synthétiques pour l'ensemble des modèles géodynamiques et des modèles élastiques étudiés. En haut, les spectres de résidus sismiques des trois modèles géodynamiques pour le fer hc, de gauche à droite : *Yos-Ran*, *Yos-Strat* et *Yos-PTex*. Les lignes du milieu (fer cc) et du bas (fer cfc) présentent les spectres de résidus sismiques des deux modèles géodynamiques : *Yos-Ran* à gauche et *Yos-Strat* à droite. Les résidus sismiques synthétiques sont indiqués par des points noirs. La ligne bleue correspond au résultat de l'ajustement (fit) sismologique 4.9 sur ces résidus. La valeur de l'anisotropie globale $b + c$ pour chaque ajustement est indiquée en % en hau, à droite de chaque spectre de résidus.

des trajectoires polaires plus lents que certains trajets équatoriaux. L'inverse est également vrai. Le fit sismologique ne tient pas compte de ces variations ponctuelles et analyse la tendance générale du profil.

Pour le dernier modèle *Yos-PTex*, la dispersion est très importante et plus ou

moins uniformément répartie le long du profil. On remarque cependant qu'il existe une certaine anisotropie Nord-Sud avec certains trajectoires polaires plus rapides que l'ensemble des trajets équatoriaux. Le fit sismologique permet de mesurer cette anisotropie, qui est globalement 2,3 (*Yos-Ran*) à 2,6 (*Yos-Ran*) fois plus faible que pour les deux autres modèles proposés.

#### Cas du fer cubique

On observe que les anisotropies mesurées sont plus faibles que pour le fer hexagonal. Pour le modèle *Yos-Ran*, il n'y a même aucune anisotropie mesurable dans le profil.

Pour le modèle *Yos-Strat*, on mesure une anisotropie faible de ±0,1%. Pour le fer cc, elle est négative, ce qui suppose que la vitesse de propagation moyenne des rais équatoriaux est plus rapide que dans le cas des rais polaires. Le nuage de points étant assez resserré autour de $\delta t/t = 0$, il est difficile de se rendre compte de l'évolution locale du profil. On observe cependant que les rais les plus lents se propagent à environ 30-35° de l'axe de rotation, les plus rapides se situant à un angle de 60 à 65°. Ces directions rapide et lente n'étaient pas clairement visibles sur les figures de $v_P$ du modèle. La mesure de l'anisotropie globale par l'ajustement quadratique du fit sismologique semble assez mal adaptée.

Pour le fer cfc, l'ajustement semble mieux adapté au nuage de points mais il ne permet pas de rendre compte de la forte dispersion. Entre 30 et 70°, on trouve à la fois les rais les plus rapides et les plus lents. La grande majorité des résidus se trouvent cependant autour de $\delta t/t = 0$. Les trajectoires polaires et équatoriales sont en moyenne plus rapides que pour les angles intermédiaires. On observe une forte dispersion des points à la fois à 0 et 90°. Le fit sismologique montre qu'en moyenne ce sont les rais polaires qui sont les plus rapides, mais, à l'oeil nu, c'est à peu près équivalent.

### 5.2.3.2 Dépendance à la profondeur

La Fig. 5.12 présente les profils complets des résidus sismiques synthétiques en fonction de la profondeur de retournement des rais pour les trois modèles géodynamiques axisymétriques étudiés : On ne s'intéresse maintenant qu'aux modèles pour lesquels l'anisotropie est mesurable.

#### Cas du fer hc

Pour le fer hc, on observe que la dépendance à la profondeur varie énormément d'un modèle géodynamique à l'autre. Pour le modèle *Yos-Ran*, la tendance est uniforme avec une anisotropie Nord-Sud qui augmente régulièrement avec la profondeur. La couche superficielle isotrope est visible car elle est marquée par des résidus sismique nuls (en jaune). Avec la profondeur, l'anisotropie augmente donc de 0 à 1,2%, à comparer avec les 0,7% fournis par l'ajustement quadratique (Fig. 5.11). Comme les propriétés élastiques sont presque homogènes pour une gamme de profondeur donnée, la dispersion est très faible.

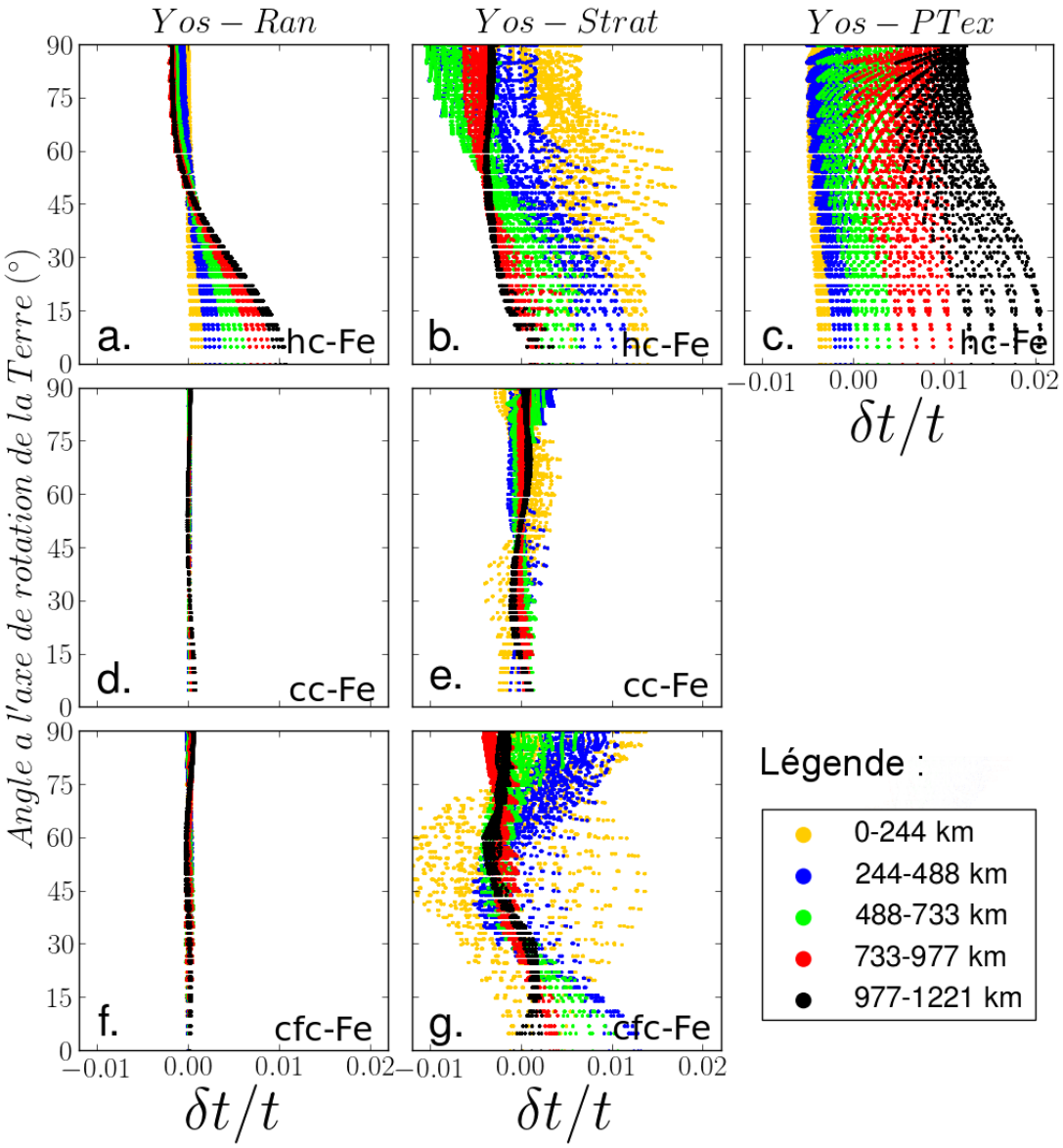



FIGURE 5.12 – Résidus sismiques synthétiques pour l'ensemble des modèles géodynamiques et des modèles élastiques étudiés. En haut, les spectres de résidus sismiques des trois modèles géodynamiques pour le fer hc, de gauche à droite : *Yos-Ran*, *Yos-Strat* et *Yos-PTex*. Les lignes du milieu (fer cc) et du bas (fer cfc) présentent les spectres de résidus sismiques des deux modèles géodynamiques : *Yos-Ran* à gauche et *Yos-Strat* à droite. Les résidus sismiques synthétiques sont indiqués par des points de couleurs différentes, en fonction de la profondeur de retournement des rais sismiques correspondants : des plus superficiels (jaune) aux plus profonds (noir).

Pour le modèle *Yos-Strat* avec le fer hc, l'évolution est moins nette. On ne retrouve pas complètement la couche isotrope superficielle avec des résidus nuls (visibles par transparence sous les résidus rouges). La couche superficielle a une épaisseur fixée à 150 km. Les figures de $v_P$ les plus anisotropes sont situées juste

en dessous de cette couche superficielle. Les rais jaunes les plus profonds échantillonnent cette région fortement anisotrope entre 30 et 70°, ce qui explique les rais très rapides superficielles. Comme le degré d'anisotropie décroît avec la profondeur, les rais plus profonds sondent de plus en plus de matériels peu anisotrope au cours de leurs trajets. Les résidus sont donc de plus en plus négatifs, marquant des vitesses de propagation lentes.

Pour le modèle *Yos-PTex*, il n'y a pas de couche isotrope de surface. On a donc déjà une dispersion pour les résidus superficiels. On observe que l'anisotropie augmente avec la profondeur, ce qui s'explique par l'existence d'un coeur également anisotrope.

#### Cas du fer cubique

Les résidus superficiels sont responsables de la grande dispersion observée sur la Fig. 5.11. C'est en effet pour cette première gamme de profondeurs superficielles qu'on échantillonne le plus (en proportion) la zone très anisotrope, sous la surface isotrope. Ensuite, l'anisotropie ne cesse de diminuer avec la profondeur, à mesure qu'on échantillonne de plus en plus de matériau isotrope.

### 5.2.3.3 Bilan

On peut résumer nos observations de la manière suivante. Pour le fer cubique, il n'est pas possible d'obtenir une anisotropie forte avec ces modèles élastiques. Pour le modèle *Yos-Ran*, il n'y a même aucune anisotropie globale mesurable. Pour le modèle *Yos-Strat* en revanche, il y a une anisotropie mesurable, bien que faible. Il existe pourtant une forte dispersion des résidus sismiques, cependant celle-ci est particulièrement importante aux moyens angles. Comme le fit sismologique ne mesure que la composante Nord-Sud de l'anisotropie, cette dispersion n'entre pas en ligne de compte pour la mesure de l'anisotropie globale.

Pour le fer hexagonal, l'anisotropie globale exprimée est plus forte. En effet, on observe que la dispersion des résidus sismiques est favorable, avec une dispersion soit localisée aux grands angles (*Yos-Ran*), soit également répartie sur le profil angulaire mais avec une certaine pente (*Yos-Strat*). Il n'y a que pour le modèle *Yos-PTex* que cette dispersion soit un frein à l'anisotropie. En effet, le nuage est pratiquement cylindrique, à l'exception de quelques points aux grands angles qui ne permettent pas de compenser pour le manque d'anisotropie aux faibles angles. Le signal d'anisotropie est donc très faible.

## 5.3 Discussion

### 5.3.1 Effet des processus dynamiques sur l'anisotropie sismique

#### 5.3.1.1 Croissance équatoriale

La croissance équatoriale [Yoshida et al., 1996] permet de générer de fortes textures avec une LPO alignée globalement avec l'axe de rotation de la graine. En conséquence, la forme d'anisotropie que l'on obtient ici est compatible avec les observations d'une anisotropie Nord-Sud, avec des rais polaires rapides par rapport à des rais équatoriaux lents Souriau [2003].

D'après la littérature, les 50 à 250 km premiers kilomètres seraient presque isotropes [Shearer, 1994, Song and Helmberger, 1995, Song and Helmberger, 1998, Creager, 2000, Garcia and Souriau, 2000], ce que ce modèle permet de reproduire de manière satisfaisante avec une évolution progressive vers du matériau anisotrope en profondeur. On observe ainsi des résidus superficiels nuls et un accroissement de l'anisotropie avec la profondeur.

Le centre anisotrope produit par ce modèle rappelle les observations d'Ishii and Dziewoński [2002] sur l'existence d'une sous-graine de propriétés élastiques différentes des enveloppes superficielles [Ishii et al., 2002]. Le signal d'anisotropie généré par ce modèle est en accord avec le modèle de Tromp [1995] qui suggère une augmentation de l'anisotropie vers le centre de la graine.

#### 5.3.1.2 Stratification

La stratification inhibe les mouvements verticaux et la déformation [Labrosse et al., 2001, Nimmo, 2007, Deguen and Cardin, 2011], c'est pourquoi les textures les plus fortes sont proches de la surface et les textures les plus profondes sont quasiment aléatoires. Ces premières textures orientées sont complexes, avec des LPOs variables, quelle que soit la structure cristalline, ce qui génère automatiquement de la dispersion sismique. Cette dispersion des résidus sismiques est à l'image de la dispersion des directions rapides de propagation par rapport à l'axe de rotation de la Terre. Etant donné qu'il existe tout-de-même une direction principale de propagation rapide moyenne à 15° de l'axe de rotation, ce modèle permet quand même de produire une anisotropie Nord-Sud compatible avec les observations.

Si le sens de l'anisotropie est bien compatible avec les observations en masse [Irving and Deuss, 2011], il ne reproduit pas l'évolution observée avec la profondeur par Souriau [2003]. Ce modèle géodynamique serait plutôt en accord avec les résultats d'inversions simultanées sur les modes propres et les ondes de volume d'Ishii et al. [2002] qui décrivent une anisotropie constante voire décroissante avec la profondeur. Le centre isotrope de la graine modèle pourrait constituer une sous-graine conforme aux prédictions de Romanowicz and Durek [2000], Ishii and Dziewoński [2002] et [Beghein and Trampert, 2003].

Une autre particularité de ce modèle est que les régions anisotropes se situent juste au dessous de la couche isotrope et que la transition entre les deux se fait

de manière brutale. Cela serait en accord avec les observations d'une discontinuité brusque entre les deux régions faites par Song and Helmberger [1998], Ouzounis and Creager [2001] et Song and Xu [2002].

#### 5.3.1.3 Solidification dendritique

Jusqu'à présent le modèle de texture par cristallisation dendritique proposé par Bergman [1997] constituait un bon candidat pour l'anisotropie sismique puisqu'il permettait en théorie de produire de fortes textures, y compris à la surface de la graine. Comme la contribution des couches superficielles est plus importante en terme de volume échantillonné par les rais que celle du centre du noyau interne, on pouvait en effet penser que le signal d'anisotropie sismique se trouverait amplifié par l'ajout d'une texture superficielle [Deguen and Cardin, 2011].

Néanmoins, nos résultats montrent que la variabilité des orientations cristallographiques, et donc des directions de propagation les plus rapides, produit une très forte dispersion qui s'étale plus ou moins en angle à l'axe de rotation en fonction de la disposition de ces orientations dans l'espace. Si pour le modèle de stratification, on arrive quand même à définir une direction de propagation rapide moyenne proche de l'axe de rotation, ce qui permet une dispersion "favorable" à l'anisotropie Nord-Sud, ce n'est pas le cas du modèle de solidification dendritique. Les directions cristallographiques présentent un éventail d'orientations préférentielles qui s'étale de 0 à 90° par rapport à l'axe de rotation de la graine également réparties sur le volume de la graine. Notons que la direction rapide moyenne serait alors de 45° par rapport à l'axe de rotation, ce qui confirmait le modèle tridimensionnel de Sun and Song [2008]. Cependant, nos résultats montre qu'avec une telle orientation, il est impossible de produire une anisotropie Nord-Sud.

On observe bien une dépendance à la profondeur des rais, mais là encore, celle-ci n'est pas compatible avec les observations [Souriau, 2003]. La vitesse des rais augmente de manière plus ou moins homogène sur l'ensemble des angles à l'axe de rotation. A l'exception des quelques rais les plus profonds, pour lesquels elle reste faible, cela ne crée toujours aucune anisotropie Nord-Sud en profondeur mesurable.

Finalement, on a en effet des textures plus fortes que sans solidification mais leurs orientations sont beaucoup trop variables pour produire une anisotropie Nord-Sud. Le gradient de déformation prévu par le modèle de croissance équatoriale est trop faible pour modifier favorablement cette texture en l'orientation selon l'axe de rotation. En fait, sans cette légère différence d'amplitude d'anisotropie en profondeur entre les régions situées le long de l'axe de rotation et celles qui se trouvent à l'équateur, le profil de résidus sismiques serait exactement le même que celui du modèle de solidification basique présenté en Fig. 4.11 où la vitesse de propagation est complètement indépendante de l'angle à l'axe de rotation.

### 5.3.2 Effet de la nature minéralogique de la graine sur l'anisotropie sismique

D'après nos résultats, il est maintenant clair que l'amplitude de l'anisotropie est plus facilement forte pour du fer hc que pour des structures cubiques. En effet,

pour ces trois modèles géodynamiques, les LPOs sont plus fortes et moins nombreuses avec une structure hexagonale. Pour le fer hc, on précise qu'il faut a priori également un axe $a$ plus rapide que l'axe $c$ pour que l'anisotropie Nord-Sud observée soit dans le bon sens par rapport aux observations sismologiques. Nos résultats ont par ailleurs montré que la variation d'orientations préférentielles provoquait une augmentation de la dispersion que la mesure de l'anisotropie globale par le fit sismologique ne prenait pas forcément en compte. Cela explique la faible anisotropie élastique observée pour les deux modèles élastiques publiés du fer cubique. On obtient cependant une légère anisotropie sismique pour le modèle *Yos-Strat*, ce qui est encourageant.

Nous avons pu voir qu'il n'y a pas de relation directe entre l'amplitude de l'anisotropie élastique du monocristal et l'anisotropie sismique macroscopique exprimée par la graine. De manière générale, l'anisotropie macroscopique est toujours inférieure de 5 à 10% à l'anisotropie du monocristal. Pour obtenir une anisotropie Nord-Sud comparable aux valeurs observées [Irving and Deuss, 2011], il faudra donc une anisotropie monocristalline plus forte que celle que prédisent ces modèles élastiques.

### 5.3.3 Quel est le meilleur modèle ?

Dans cette configuration de modèles élastiques (rappelons que nous n'en avons testé que trois), les modèles *Yos-Ran* et *Yos-Strat* associés au fer hc sont ceux qui reproduisent le mieux la composante Nord-Sud de l'anisotropie, bien qu'ils présentent une amplitude de signal d'anisotropie plus faible [Garcia and Souriau, 2000, Souriau, 2003, Irving and Deuss, 2011] (cf Fig. 1.4, page 11) [Irving and Deuss, 2011]. En ce qui concerne la dépendance à la profondeur en revanche, ces deux modèles ne sont pas équivalents. Le modèle *Yos-Ran* montre bien une augmentation de l'anisotropie avec la profondeur [Souriau, 2003], ce qui est loin d'être le cas pour *Yos-Strat*. On ne parvient cependant pas à reproduire l'amplitude observée de 3 à 4% (Fig. 1.4) [Garcia and Souriau, 2000], ce qui n'est pas complètement satisfaisant.

### 5.3.4 Limites de la méthode

#### 5.3.4.1 Qualité du fit sismologique

Au travers de nos résultats, nous avons pu voir que le fit sismologique ne permettait pas de rendre compte d'un certain nombre d'éléments importants qui caractérisent les spectres de résidus sismiques. Celui-ci ne prend en effet en considération que la forme générale des résidus et la densité du nuage de points.

En premier lieu, la dépendance en profondeur nous apparaît comme une propriété incontournable des profils de résidus sismiques. En deuxième lieu, la dispersion nous semble aussi un bon moyen de discriminer parmi les différents modèles élastiques et géodynamiques puisqu'elle varie énormément d'un profil à un autre. L'anisotropie globale $b + c$ calculée à l'aide du fit sismologique ne dépendant que de la différence entre les extremas à 0 et à 90° par rapport à l'axe de rotation, la dispersion à moyens angles est laissée sous silence.

Ce sont toutes ces différences qui nous permettrait éventuellement d'établir un ordre de préférence entre le modèle *Yos-Ran* et *Yos-Strat* avec le fer hc de Vočadlo et al. [2009], ce qu'on ne peut pas faire actuellement.

#### 5.3.4.2 Grande variabilité des formes d'anisotropie monocristalline pour le fer hc

Nous sommes très limités en termes de modèles publiés pour le fer cubique. Il n'en existe, à ma connaissance, que trois pour l'ensemble des structures cubiques aux conditions de la graine terrestre. On ne peut donc pas effectuer de comparaison exhaustive entre les modèles élastiques qui nous permettrait éventuellement de caractériser une forme d'anisotropie sismique pour le fer cubique, ce que nous ne pouvons pas faire avec les deux modèles élastiques que nous avons utilisés [Vočadlo, 2007, Vočadlo et al., 2008a].

Pour le fer hc à l'inverse, il existe un certain nombre de modèles élastiques différents. Les formes et les degrés d'amplitudes varient fortement les uns par rapport aux autres. Même si nos résultats laissent à penser qu'il faudrait associer un axe $a$ rapide à une forte anisotropie pour reproduire le signal observé avec ces modèles géodynamiques, nous ne pouvons pas l'affirmer complètement.

Finalement, la forme de l'anisotropie monocristalline du fer, quelle que soit sa structure, reste une inconnue.

## 5.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons pu étudier le signal d'anisotropie sismique synthétique obtenu pour des couples de modèles géodynamiques et élastiques publiés. Les résultats se rapprochant le plus des observations ont été obtenus avec le fer hc pour les modèles de croissance équatoriale et de stratification chimique. Néanmoins, il reste un certain nombre d'éléments insatisfaisants, en particulier concernant l'amplitude du signal et la dépendance à la profondeur.

Nous sommes malheureusement limités par le faible nombre de modèles élastiques publiés pour le fer cubique. La forme de l'anisotropie monocristalline reste également une inconnue. Nous ne savons pas à l'heure actuelle si les conclusions que nous avons pu retirer de nos observations sont valables pour d'autres propriétés élastiques du fer.

Étant donnée la grande variabilité de la forme de l'anisotropie monocristalline prédite pour le fer hc aux conditions de la graine terrestre et le peu de références dont nous disposons pour le fer cubique, nous nous proposons de mener une étude de l'anisotropie sismique sans a priori minéralogique autre que le respect des conditions de stabilité du fer et des gammes de vitesse dans la graine pour les mêmes modèles géodynamiques. Nous espérons ainsi établir des fenêtres de conformité de chacun des modèles avec les observations. Nous présentons les résultats de cette étude paramétrique dans le chapitre suivant.

# Chapitre 6

# Application à des modèles axisymétriques types en étude paramétrique

**Sommaire**


**6.1 Introduction à l'étude paramétrique . . . . . 97**
**6.2 Principe de l'étude paramétrique . . . . . 98**
6.2.1 Représentation en paramètres adimensionnels de l'anisotropie monocristalline . . . . . 98
6.2.2 Méthode de tirage aléatoire . . . . . 101
**6.3 Résultats . . . . . 108**
6.3.1 L'anisotropie sismique dans le fer hexagonal . . . . . 108
6.3.2 L'anisotropie sismique pour le fer cubique . . . . . 118
**6.4 Discussion . . . . . 122**
6.4.1 Critique du fit sismologique . . . . . 122
**6.5 Conclusion . . . . . 125**


## 6.1 Introduction à l'étude paramétrique

Dans le chapitre précédent, nous avons étudié l'anisotropie sismique pour des modèles géodynamiques et élastiques publiés. Nous avons mis en évidence les effets des différents processus géodynamiques sur le signal anisotropique de la graine. Cependant, nous avons pu constater que l'amplitude des anisotropies sismiques obtenues étaient toujours bien inférieures à l'anisotropie observée. L'explication peut être de deux ordres : 1) il s'agit d'un problème de processus géodynamiques considérés, et/ou 2) les propriétés élastiques du fer ne sont pas les bonnes. Il s'agit probablement d'un mélange des deux.

Dans ce chapitre, nous avons choisi de considérer la deuxième option. Nous allons donc reprendre le travail précédent sur les modèles géodynamiques axisymétriques *Yos-Ran*, *Yos-Strat* et *Yos-PTex* et les étudier avec des modèles élastiques synthétiques dont la forme et l'amplitude de l'anisotropie monocristalline varient.

Nous espérons ainsi établir une relation directe entre l'anisotropie monocristalline et l'anisotropie sismique exprimée, pour conclure sur les types d'anisotropie monocristalline les plus susceptibles de reproduire les observations sismologiques pour les modèles géodynamiques étudiés.

Je vais commencer par présenter la méthode de tirage aléatoire des propriétés élastiques du fer que nous avons mise en place, en posant des contraintes sur les propriétés physiques et élastiques. Je présenterai ensuite les résultats que nous avons obtenus pour les trois phases cristallines du fer. Enfin, je conclurai sur les apports de l'étude paramétrique pour la compréhension de l'anisotropie de la graine.

## 6.2 Principe de l'étude paramétrique

### 6.2.1 Représentation en paramètres adimensionnels de l'anisotropie monocristalline

Alors qu'il n'existe que quelques modèles publiés du fer cubique aux conditions de la graine terrestre, la littérature offre un assez large panel de comportements élastiques et de formes d'anisotropie monocristalline (Fig. 2.10). Les effets de ces variations de propriétés élastiques monocristallines sur l'anisotropie sismique ne sont pas exactement connus mais probablement non négligeables.

L'étude paramétrique nécessite que l'on produise un grand nombre de modèles. Les représentations traditionnelles de l'anisotropie du monocristal ne sont donc pas forcément les mieux adaptées pour effectuer une comparaison de nombreux modèles élastiques à l'anisotropie sismique de la graine. Elles ne permettent pas par exemple de représenter graphiquement ces deux propriétés, directement l'une en fonction de l'autre.

Nous commençons par définir des paramètres adimensionnels pour les différentes structures du fer afin de caractériser simplement la forme de tous les modèles élastiques.

#### 6.2.1.1 Cas du cristal cubique

Il existe déjà des paramètres adimensionnels pour représenter l'anisotropie monocristalline d'un cristal cubique. Je choisis d'utiliser le paramètre le plus récent qui est celui de Karki et al. [1997]. Les autres modes de représentation ont été présentés en Section 2.4.2.2, page 38.

Je rappelle la forme du paramètre d'anisotropie monocristalline de Karki et al. [1997] :

$$A_{Karki} \;=\; \frac{2c_{44} + c_{12}}{c_{11}} \;-\; 1 \tag{6.1}$$

où $c_{11}$, $c_{12}$ et $c_{44}$ sont les trois constantes élastiques indépendantes du monocristal cubique. Pour un monocristal isotrope, $2c_{44} = c_{11} - c_{12}$ et $A_{Karki}$ vaut 0.

En Fig. 6.1, on montre l'évolution de l'anisotropie monocristalline en fonction de la valeur du paramètre adimensionnel de Karki et al. [1997]. On observe que

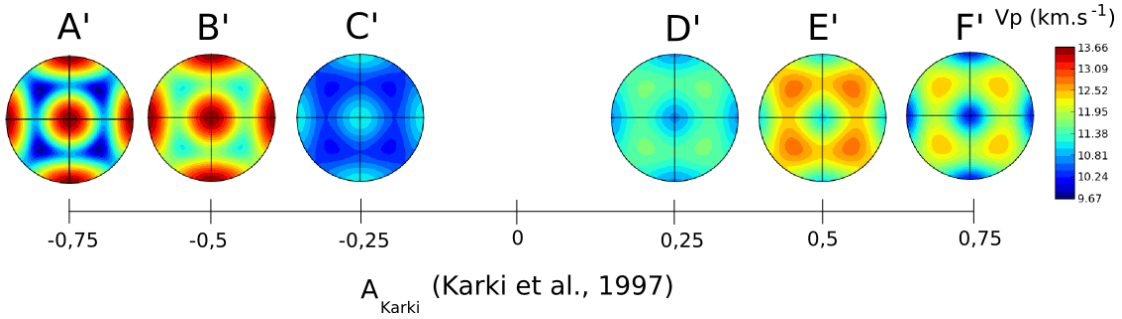



FIGURE 6.1 – Évolution de la forme de l'anisotropie monocristalline d'un cristal cubique en fonction de paramètre adimensionnel de Karki et al. [1997]. On représente ici les figures de $v_P$ du monocristal. L'échelle de couleur est la même pour tous les modèles, de A à F (modèles élastiques synthétiques issus de l'étude paramétrique).

pour des valeurs de $A_{Karki}$ négatives, le maximum de $v_P$ est à 90° de la direction normale à la figure avec un minimum à 45°. Lorsque le paramètre adimensionnel s'annule, l'anisotropie monocristalline s'inverse et le maximum se déplace à un angle de 45° par rapport à la direction normale, tandis que le minimum de vitesse se trouve désormais à 90°. De manière générale, l'anisotropie monocristalline augmente logiquement à mesure qu'on s'éloigne du cristal isotrope à $A_{Karki}$=0.

On peut maintenant directement tracer l'anisotropie globale de la graine en fonction de l'anisotropie monocristalline.

#### 6.2.1.2 Cas du cristal hexagonal

##### Définition des paramètres d'anisotropie monocristalline

Afin de simplifier la comparaison entre les modèles élastiques, synthétiques ou non, nous avons défini deux paramètres adimensionnels, $\Delta V/V|_P^{c-a}$ et $\Delta V/V|_P^{45°}$, qui représentent respectivement l'amplitude de la cloche et la différence entre les vitesses des ondes P le long de l'axe $a$, $v_P^a$, et de l'axe c, $v_P^c$ (Eq. 6.2) :

$$\begin{aligned} \left.\frac{\Delta V}{V}\right|_P^{c-a} &= \frac{v_P^c - v_P^a}{v_P^m} \\ \left.\frac{\Delta V}{V}\right|_P^{45°} &= \frac{v_P^{45°} - \left(v_P^c + v_P^a\right)/2}{v_P^m} \end{aligned} \tag{6.2}$$

où $v_P^m$ est la vitesse moyenne des ondes P dans le monocristal et $v_P^{45°}$ est la vitesse moyenne des ondes P à 45° de l'axe $c$.

En Fig. 6.2, nous montrons l'évolution de la forme de l'anisotropie monocristalline de plusieurs modèles élastiques synthétiques en fonction des valeurs de ces paramètres. Nous utilisons pour cela la représentation traditionnelle de l'anisotropie du monocristal hexagonal.

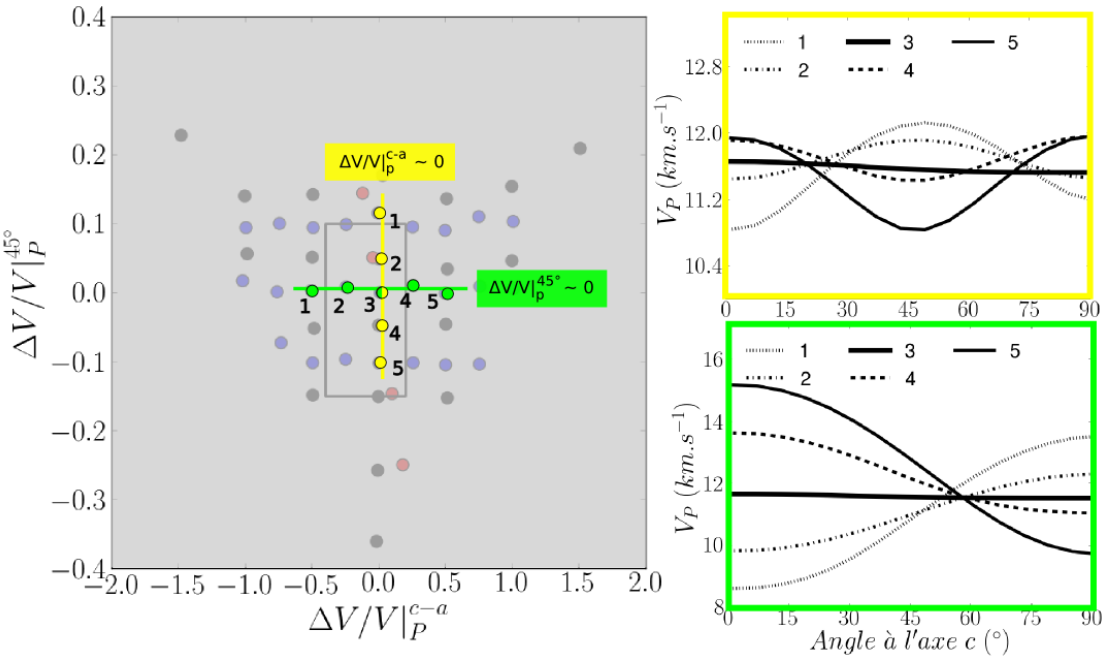



FIGURE 6.2 – Évolution de la forme de l'anisotropie monocristalline en fonction des paramètres adimensionnels dans un cristal hexagonal. Les paramètres adimensionnels des modèles 1 à 5 pour les sections jaune et verte sont directement mis en relation avec leurs représentations graphiques traditionnelles de $v_P$ en fonction de l'angle à l'axe $c$.

Lorsque $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{45°}$ est positif, la vitesse des ondes $P$ à 45° de l'axe $c$ est plus grande que la moyenne entre $v_P^a$ et $v_P^c$. Plus il est grand, plus la cloche est prononcée. On dira que l'amplitude de la cloche augmente avec la valeur de $v_P^{45°}$. A l'inverse, lorsque $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{45°}$ est négatif, la moyenne de $v_P^a$ et $v_P^c$ est plus grande que $v_P^{45°}$. Plus ce paramètre d'amplitude de la cloche est négatif, plus la cloche se creuse.

Il existe une valeur négative minimale pour le paramètre $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{45°}$. En effet, la diminution de la valeur de $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{45°}$ est directement relié à la valeur de $c_{44}$. Celle-ci ne pouvant jamais être inférieure ou égale à 0 pour un cristal hexagonal, cela constitue une limite à l'amplitude négative que la cloche peut atteindre.

Dans le sens positif en revanche, il n'y a pas théoriquement de limite à l'amplitude de la cloche car $c_{44}$ est toujours positif. L'amplitude de la cloche peut donc a priori augmenter indéfiniment. C'est seulement vrai en théorie car son amplitude est automatiquement limitée par les modules élastiques.

Nous avons pu déterminer empiriquement la valeur seuil de $c_{44}$ à laquelle $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{45°}$ s'annule. Il s'agit de :

$$c_44 = \frac{c_{12} - c_{13}}{2} + \frac{c_{11} - c_{12}}{2} + \frac{c_{33} - c_{11}}{4} \tag{6.3}$$

En ce qui concerne le paramètre $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{c-a}$ qui caractérise la différence entre $v_P^a$ et $v_P^c$, on observe bien que lorsqu'il augmente, $v_P^c$ augmente. A l'inverse, quand il diminue, c'est $v_P^a$ qui augmente.

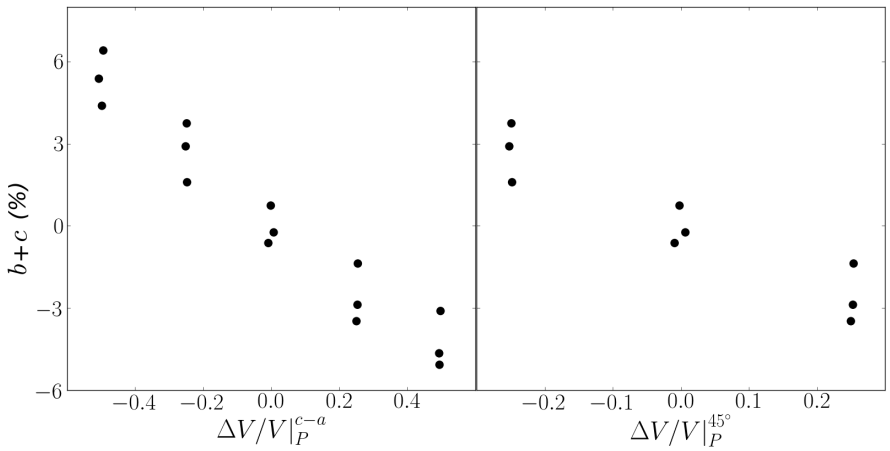



FIGURE 6.3 – Relation linéaire entre l'anisotropie globale $b + c$ et les paramètres élastiques représentant l'anisotropie du monocristal de fer hc. Chaque point correspond à un modèle élastique différent choisi sciemment pour faire évoluer la forme de l'anisotropie monocristalline.

#### Représentation sous forme de carte d'anisotropie

En traçant l'anisotropie globale (Eq. 4.9) en fonction des paramètres d'anisotropie monocristalline, on obtient une relation quasiment linéaire, comme le montre la Fig. 6.3. Pour cette raison, nous avons décidé de représenter l'évolution de l'anisotropie globale sous forme d'une carte bidimensionnelle de l'anisotropie globale en fonction des paramètres adimensionnels élastiques définis précédemment dans l'Eq. 6.2. Il y a une carte d'anisotropie globale par modèle géodynamique.

Pour construire la carte d'anisotropie, on place les modèles élastiques dans un diagramme représentant $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{45^\circ}$ en fonction de $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{c-a}$. Pour chaque modèle élastique, on connaît la valeur de l'anisotropie globale. On procède finalement à une interpolation bilinéaire de l'anisotropie globale, afin d'extrapoler l'anisotropie entre les modèles élastiques et ainsi construire une carte d'anisotropie complète.

Pour le modèle *Yos-Ran*, la carte obtenue est présentée en Fig. 6.4. On observe une tendance dans l'évolution de l'anisotropie globale en fonction des paramètres élastiques des modèles élastiques, qui est caractéristique du modèle géodynamique représenté.

Par la suite, nous choisissons d'effectuer une interpolation par voisins proches avec une grille de 150 points. Il s'agissait pour nous du meilleur compromis entre le lissage des lignes de contour et la justesse de la représentation.

### 6.2.2 Méthode de tirage aléatoire

Nous avons produit plus de 3000 modèles élastiques synthétiques afin de couvrir toutes les formes théoriquement stables de modèles élastiques et étudier précisément l'impact de celles-ci sur la réponse sismologique de la graine. Nous avons pour cela utilisé une approche aléatoire avec un tirage de type Monte-Carlo sur les constantes élastiques du monocristal.

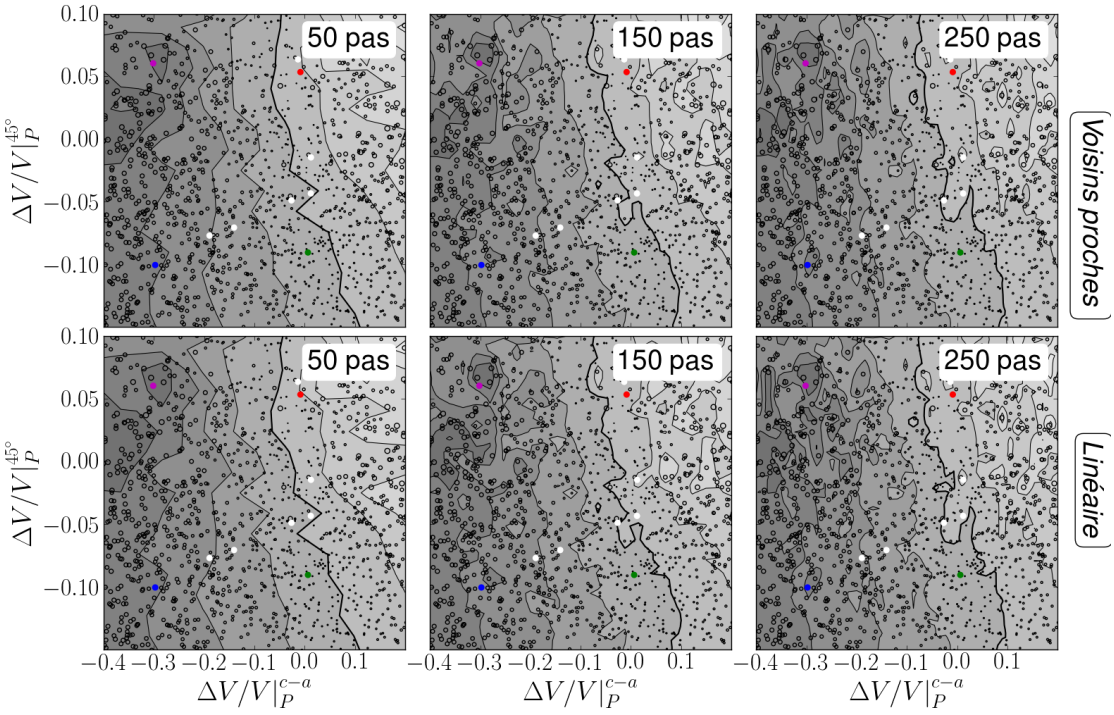



FIGURE 6.4 – Définition des paramètres d'interpolations : modes d'interpolation testés (voisins proches et interpolation bilinéaire), pas du maillage (50, 100, 150). Les modèles, publiés ou élastiques, sont localisés par des points respectivement blancs et colorés. Chaque point noir correspond à un couple modèle géodynamique-modèle élastique. L'échelle de gris représente des niveaux d'anisotropie globale.

#### 6.2.2.1 Conditions initiales

Pour définir les modèles théoriquement stables aux conditions de la graine terrestre, nous avons posé des conditions initiales sur la stabilité mécanique du cristal et les vitesses de propagation des ondes.

Tous les modèles élastiques de notre étude vérifient les critères de stabilité mécanique des cristaux de maille cristallographique de symétrie hexagonale pour le fer hc (Eq. 6.4) et cubique pour cfc et cc (Eq. 6.5) [Wallace, 1972].

$$\begin{aligned} C_{11} - C_{12} &> 0 \\ C_{11} + C_{12} + C_{33} &> 0 \\ (C_{11} + C_{12})C_{33} - 2C_{13}^2 &> 0 \\ C_{44} &> 0 \end{aligned} \tag{6.4}$$

$$\begin{aligned} C_{11} - C_{12} &> 0 \\ C_{11} + 2C_{12}) &> 0 \\ C_{44} &> 0 \end{aligned} \tag{6.5}$$

En parallèle, nous avons également intégré un test systématique sur les valeurs de modules d'élasticité K et de cisaillement G qui devaient obligatoirement, pour

chaque modèle élastique retenu, être comprises dans une fourchette de ±15% par rapport aux valeurs publiées [Dziewoński and Anderson, 1981] : $K = 1384,4$ GPa et $G = 166.4$ GPa. Cette dernière condition revient à imposer des gammes de vitesse d'ondes sismiques, S et P, proches des valeurs observées dans la graine. Les valeurs de $K$ et $G$ peuvent être directement calculées à partir des $c_{IJ}$ du monocristal (cf Section 2.2.3, page 29)

Cette condition sur les modules élastiques restreint fortement les modèles élastiques possibles pour notre graine modèle. A titre d'exemple, on montre en Fig. 6.5 l'évolution du nombre de modèles élastiques acceptés, ainsi que leur disposition dans l'espace des paramètres adimensionnels. On note que la forme du nuage de

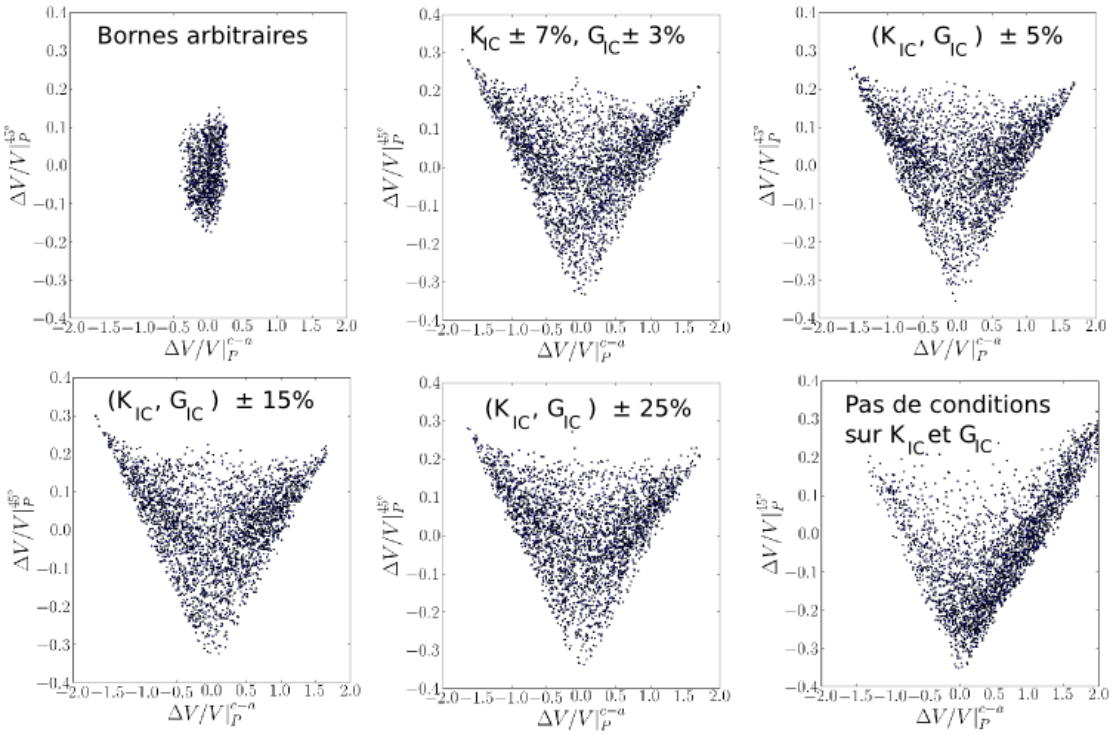



FIGURE 6.5 – Localisation des modèles en fonction des paramètres d'anisotropie monocristalline en fonction des paramètres de tirage aléatoire des $c_{IJ}$.

points est principalement contrôlée par les critères de stabilité mécanique. En effet, on observe que les conditions initiales sur les modules élastiques ne changent pas fondamentalement la forme du nuage de points. Le tirage que nous avons utilisé pour le fer hc est celui de ±15% par rapport aux valeurs publiées, situé en bas, à gauche.

### 6.2.2.2 Critique du mode de tirage aléatoire

#### Instabilités numériques et modèles élastiques malformés

La méthode utilisée implique que nous calculions les propriétés élastiques pondérées par l'*ODF* d'un polycristal texturée en utilisant la moyenne de Hill [Matthies

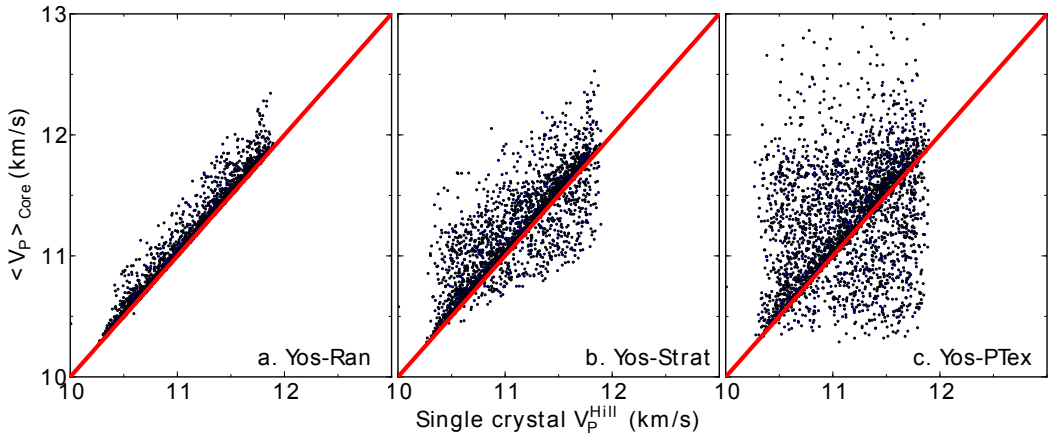



FIGURE 6.6 – Vitesse moyenne des ondes $P$ au sein des points de maillage dans la graine en fonction de la vitesse moyenne de Hill correspondante pour l'ensemble des modèles élastiques pour les modèles géodynamiques *Yos-Ran (a)*, *Yos-Strat (b)* et *Yos-PTex (c)*.

and Humbert, 1995, Matthies et al., 2001] (cf Section 2.2.3). Nous évaluons ensuite la lenteur dans la direction de propagation des rais en résolvant l'Eq. 2.18 (page 36).

Cette méthode suppose une approximation de type Voigt, où le déplacement d'onde impose une déformation uniforme. Cela peut être à l'origine d'instabilités numériques non-négligeables dans notre modèle que nous estimons ici dans le cas du fer hc.

La Fig. 6.6 présente la vitesse moyenne des ondes $P$ dans la graine en fonction de l'anisotropie monocristalline pour tous les modèles élastiques que nous avons générés lors du tirage de Monte-Carlo. Pour chaque couple élastique-géodynamique et pour chaque point de maillage, nous procédons au calcul de la moyenne des $v_P$, obtenues par la résolution de l'équation de Christoffel dans l'ensemble des orientations discrétisées de l'espace. Nous calculons enfin la moyenne $v_P$ correspondant à l'ensemble modèle géodynamique-modèle élastique considérée en moyennant les $v_P$ aux points de maillage. De manière générale, on constate bien un bon accord entre ces $v_P$ moyennes (assimilées Voigt) et les $v_P$ de Hill correspondantes.

Les difficultés apparaissent lorsqu'on étudie plus en détail l'évolution des vitesses des ondes $P$ au sein du maillage pour une même association modèle géodynamique et modèle élastique. La Fig. 6.7 présente la différence entre les vitesses moyennes des ondes $P$ maximale et minimale entre les points de la grille de référence en fonction de $\Delta V/V|_P^{c-a}$ and $\Delta V/V|_P^{45^\circ}$ pour les trois modèles géodynamiques. Pour certains modèles élastiques malformés, celle-ci peut atteindre des valeurs aberrantes jusqu'à 4 $km.s^{-1}$. En conséquence, cela crée une instabilité nette dans le calcul des résidus de temps de trajet qui ne présente pas d'amélioration possible, hormis le calcul des moyennes de Hill uniquement, ce qui n'est pas possible actuellement.

A titre d'exemple, on montre en Fig. 6.8 deux profils de résidus sismiques obtenus pour le même modèle géodynamique, la même phase cristalline (du fer hc,

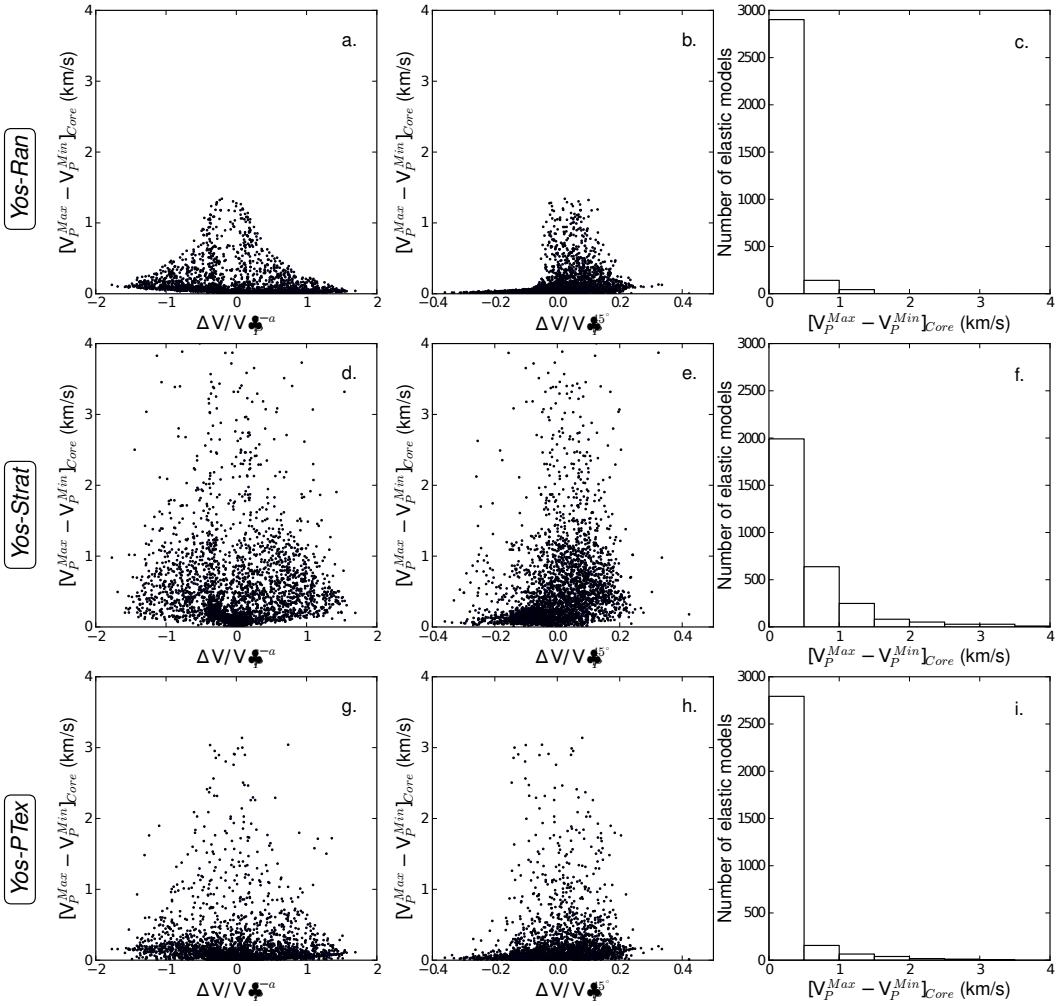



FIGURE 6.7 – *(a,d,g)* Différence entre les vitesses moyennes des ondes $P$ maximale et minimale entre les points de la grille de référence en fonction du nombre adimensionnel $\Delta V/V|_P^{c-a}$. *(b,e,h)* Différence entre les vitesses moyennes des ondes $P$ maximale et minimale entre les points de la grille de référence en fonction de $\Delta V/V|_P^{45^\circ}$. *(c,f,i)* Distribution statistique de ces différences. Les résultats sont présentés pour les trois modèles géodynamiques : *Yos-Ran (a,b,c)*, *Yos-Strat (d,e,f)* and *Yos-PTex (h,i,j)*.

en l'occurrence) et des modèles élastiques différents mais aux paramètres élastiques très proches. Les résidus sismiques synthétiques à droite correspondent à un modèle élastique malformé, avec des vitesses moyennes qui varient beaucoup sur le maillage de référence. Le modèle de gauche est quant à lui bien formé et les vitesses moyennes varient très peu sur la grille. Ces deux modèles élastiques, pourtant très proches, ont donc des comportements différents. Dans la suite du traitement, on ne prend plus en compte le modèle de droite, malformé, et on fait de même pour tous les autres modèles élastiques qui possèdent ce type de comportement. Nous effectuons ainsi un filtrage sur nos modèles élastiques, consistant à retirer de l'étude, pour un modèle géodynamique donné, tout modèle élastique présentant une différence supérieure au seuil défini préalablement à $1km.s^{-1}$. La Fig. 6.7 montre que pour plus de 89 % de nos modèles élastiques, cette différence

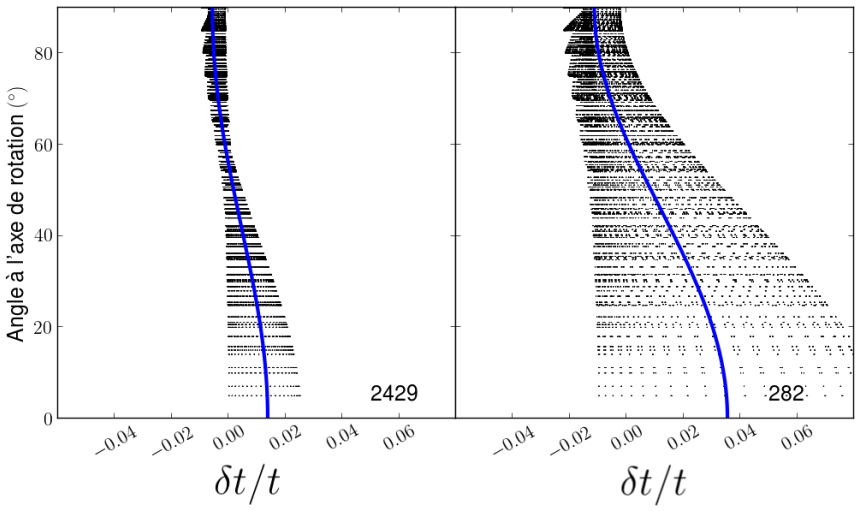



FIGURE 6.8 – Comparaison entre un modèle élastique malformé à droite ($Vp_{min} - Vp_{max} \geq 1km.s^{-1}$) et un modèle bien formé ($Vp_{min} - Vp_{max} < 1km.s^{-1}$). Le modèle de gauche a pour paramètres sans dimension (-0.3040,0.0227) alors que celui de droite (-0.2960, 0.0190).

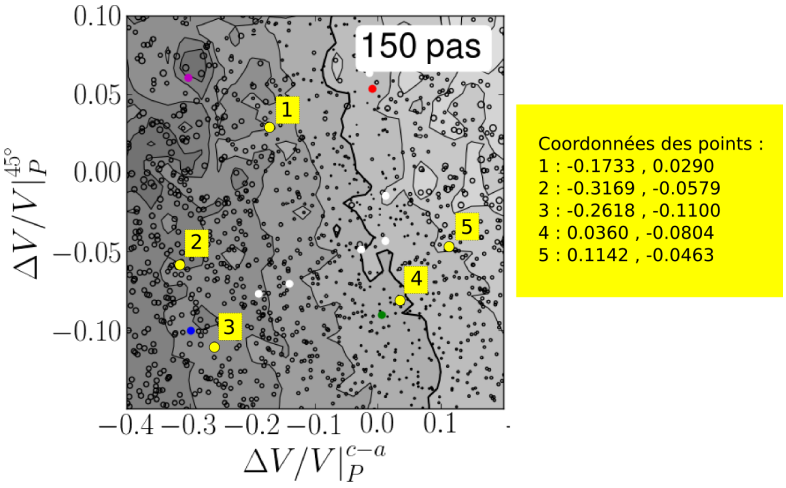



FIGURE 6.9 – Position des points pour la comparaison des spectres de modèles élastiques bien formés pour le fer hc.

demeure dans une gamme acceptable entre 0 et $1km.s^{-1}$. Cette démarche revient donc à éliminer les 11 % restants de sets de constantes élastiques malformés.

Lorsque le filtrage est terminé, on a acquis une très bonne stabilité numérique. En guise d'exemple, nous choisissons au hasard cinq couples de paramètres élastiques, qui définissent chacun une forme particulière d'anisotropie. La Fig. 6.9 montre la position des différents points en fonction des paramètres élastiques pour le monocristal de fer hc. Lorsqu'on représente les résidus sismiques des trois modèles élastiques pour lesquels les paramètres adimensionnels sont les plus proches de chacune des positions ciblées, on constate une bonne concordance entre les différents profils. (Fig. 6.10). Une remarque importante est qu'on vient de mettre en

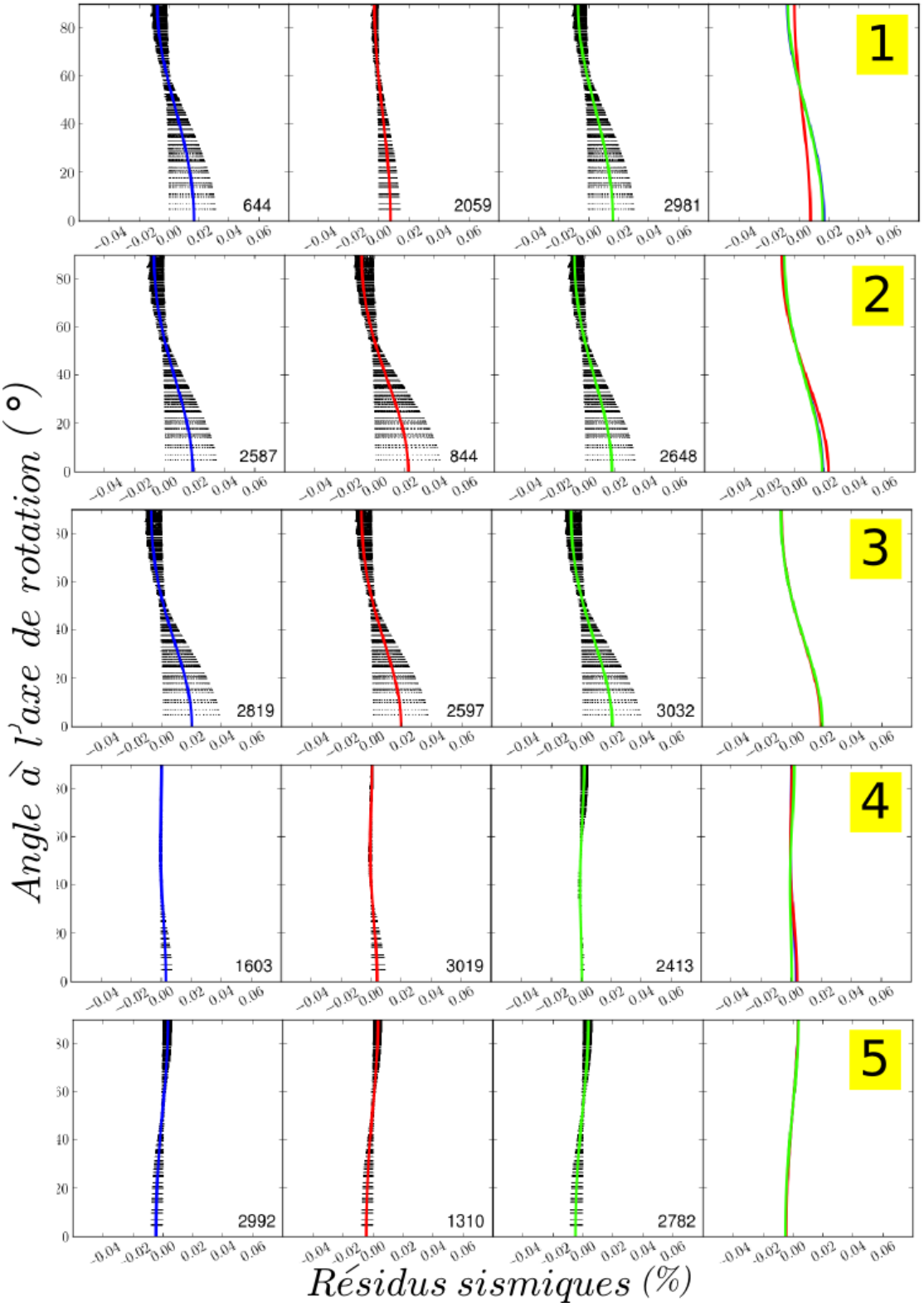



FIGURE 6.10 – Comparaison des spectres de résidus sismiques pour des modèles bien formés très proches en terme de paramètres élastiques. Les modèles sont ceux de la Fig. 6.9.

évidence le fait que finalement ce n'est pas les valeurs exactes des constantes élastiques du modèle qui sont les plus importantes, mais bien la forme d'anisotropie qu'elles expriment. Certains de ces modèles, proches en termes de forme de l'anisotropie monocristalline, sont pourtant très éloignés en ce qui concerne les valeurs des $c_{IJ}$. Puisque c'est bien la forme de l'anisotropie qui compte, cela valide en principe notre démarche d'une étude paramétrique où seule la forme et l'amplitude de l'anisotropie du cristal de fer compte.

#### Localisation des modèles malformés et effet du filtrage en $v_P$ sur les résultats d'interpolation

On remarque qu'il existe une répartition précise des modèles malformés en fonction des nombres adimensionnels du fer hc correspondants. Leur localisation est indiquée dans la Fig. 6.11 par des points rouges. On observe une dichotomie entre le haut du profil de l'ensemble des modèles élastiques (Fig. 6.5). Globalement, à quelques exceptions près, on constate que les modèles présentant un paramètre $\Delta V/V|_P^{45^\circ} > 0$ sont plus susceptibles de poser des problèmes en termes de calcul.

Cela n'est pas sans conséquence sur l'interpolation, comme le montre la Fig. 6.12. Le risque est d'imposer un filtrage trop lourd qui produirait une forte densité de modèles élastiques présentant une cloche négative ($\Delta V/V|_P^{45^\circ} < O$) et très peu pour l'inverse. C'est ce qui se passe par exemple si on place le filtre à $0{,}2 km.s^{-1}$. Le filtre que l'on a choisi est de $1 km.s^{-1}$, ce qui est un compromis acceptable.

Précisons que chaque modèle paramétrique filtré par ce biais présentait des valeurs de constantes élastiques très éloignées des valeurs publiées pour $\varepsilon$-Fe et était en conséquence assez peu réalistes.

#### Et qu'en est-il de la stabilité numérique dans le cas du fer cubique ?

Nous ne l'avons pas testée à ce jour. Néanmoins, étant données les textures complexes obtenues pour le fer cubique, il faut s'attendre à ce qu'un certain nombre de modèles élastiques soient malformés. Une fois cette étape mise en place, on pourra retirer de l'analyse également les modèles élastiques malformés pour le fer cubique.

## 6.3 Résultats

### 6.3.1 L'anisotropie sismique dans le fer hexagonal

#### 6.3.1.1 Résidus sismiques

Nous souhaitons d'abord observer la manière dont les profils de résidus varient en fonction des paramètres adimensionnels du monocristal de fer hc. A cette fin, nous avons choisi de travailler sur des spectres de résidus sismiques associés à des modèles qui se situent le long de trois sections transversales parallèles entre elles et avec l'axe des abscisses. Une de ces trajectoires passe par $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{45^\circ} = 0$, les deux autres sont disposées de part et d'autre, à $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{45^\circ} \pm 0,1$. La Fig. 6.13

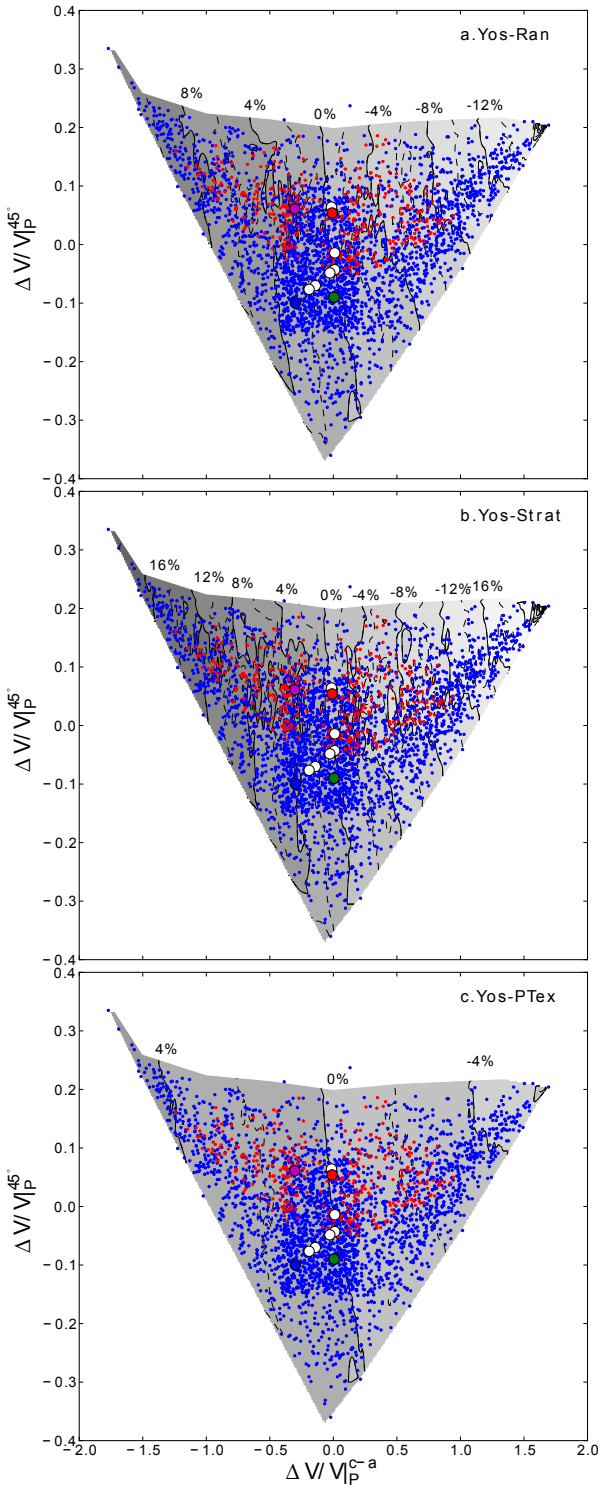



FIGURE 6.11 – Évolution de l'anisotropie globale en fonction des nombres adimensionnels $\Delta V/V|_P^{c-a}$ et $\Delta V/V|_P^{45^\circ}$ pour les trois modèles géodynamiques : *Yos-Ran (a)*, *Yos-Strat (b)* et *Yos-PTex (c)*. Les modèles élastiques malformés (avec une différence entre $V_{max}^P$ et $V_{min}^P$ supérieure à $1km.s^{-1}$) sont indiqués par des points rouges. Ceux qui vérifient les critères sont indiqués par des points bleus. Les plages blanches correspondent aux régions élastiques interdites par les conditions posées en terme de critères de stabilité mécanique et de propriétés physiques.

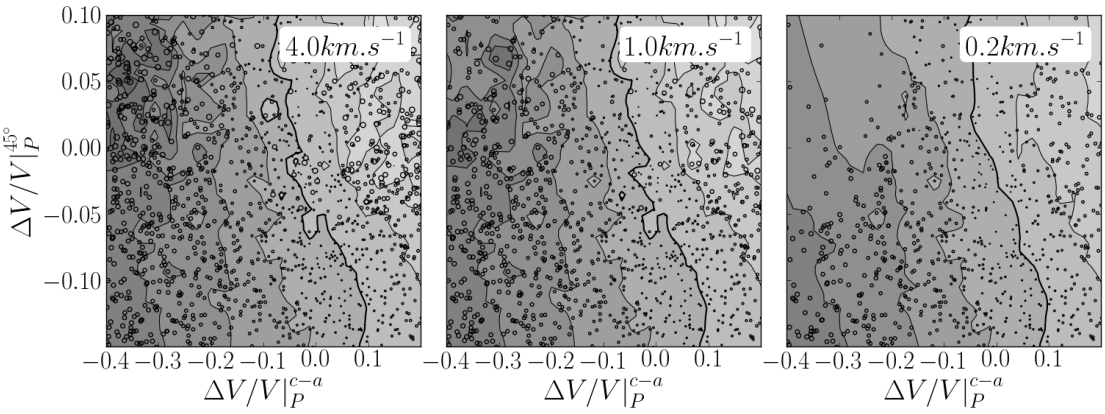



FIGURE 6.12 – Lissage des lignes de contour d'interpolation en imposant une limite maximale entre les vitesses minimales et maximales des ondes $P$ entre les points de maillage d'un plan méridien de référence.

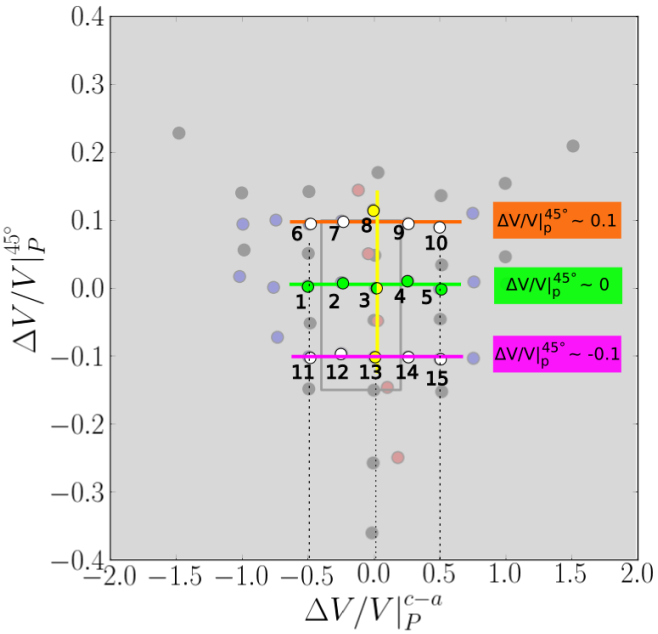



FIGURE 6.13 – Localisation des modèles élastiques choisis, situés le long de trois sections transversales sur la carte complète de tous les modèles élastiques bien formés. Les sections passent toutes par $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{c-a} = 0$. Deux sections sont symétriques par rapport à l'axe $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{45°} = 0$, la dernière est alignée le long de cette direction.

montre la localisation des modèles élastiques qui ont été utilisés sur la carte de modèles élastiques. En Fig. 6.14, nous présentons les résidus sismiques pour tous ces modèles.

#### 6.3.1.2 Relation entre les paramètres adimensionnels et les résidus sismiques du modèle *Yos-Ran*

En première approche, on observe une symétrie assez bien définie des résidus sismiques par rapport à l'axe vertical $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{c-a} = 0$, où l'anisotropie change de sens. Pour des valeurs $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{c-a} > 0$, les résidus sismiques montrent une anisotropie inversée avec des directions équatoriales rapides et des rais polaires lents. Pour des valeurs négatives (à gauche), on retrouve une forme de signal qui nous est plus familière, avec des trajectoires polaires rapides. Les signaux les plus anisotropes correspondent aux points les plus distants de $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{c-a} = 0$. Ce sont aussi ces points qui montrent la plus forte dispersion des données autour du fit. A $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{c-a} = -0,25$ et $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{45°} = 0$, on observe une anisotropie dont l'amplitude est de 3,8%, soit égale à la valeur moyenne généralement acceptée pour la graine. Cela correspond à une anisotropie monocristalline entre l'axe $c$ et l'axe $a$ de l'ordre de 25%.

On observe que malgré les variations de $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{45°}$ (verticalement) les profils sont très similaires avec de légères variations, notamment en termes d'anisotropie globale. A l'exception de $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{c-a} = -0,25$ et $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{c-a} = 0,50$ dans une moindre mesure, on note que l'anisotropie augmente légèrement avec la valeur de $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{45°}$.

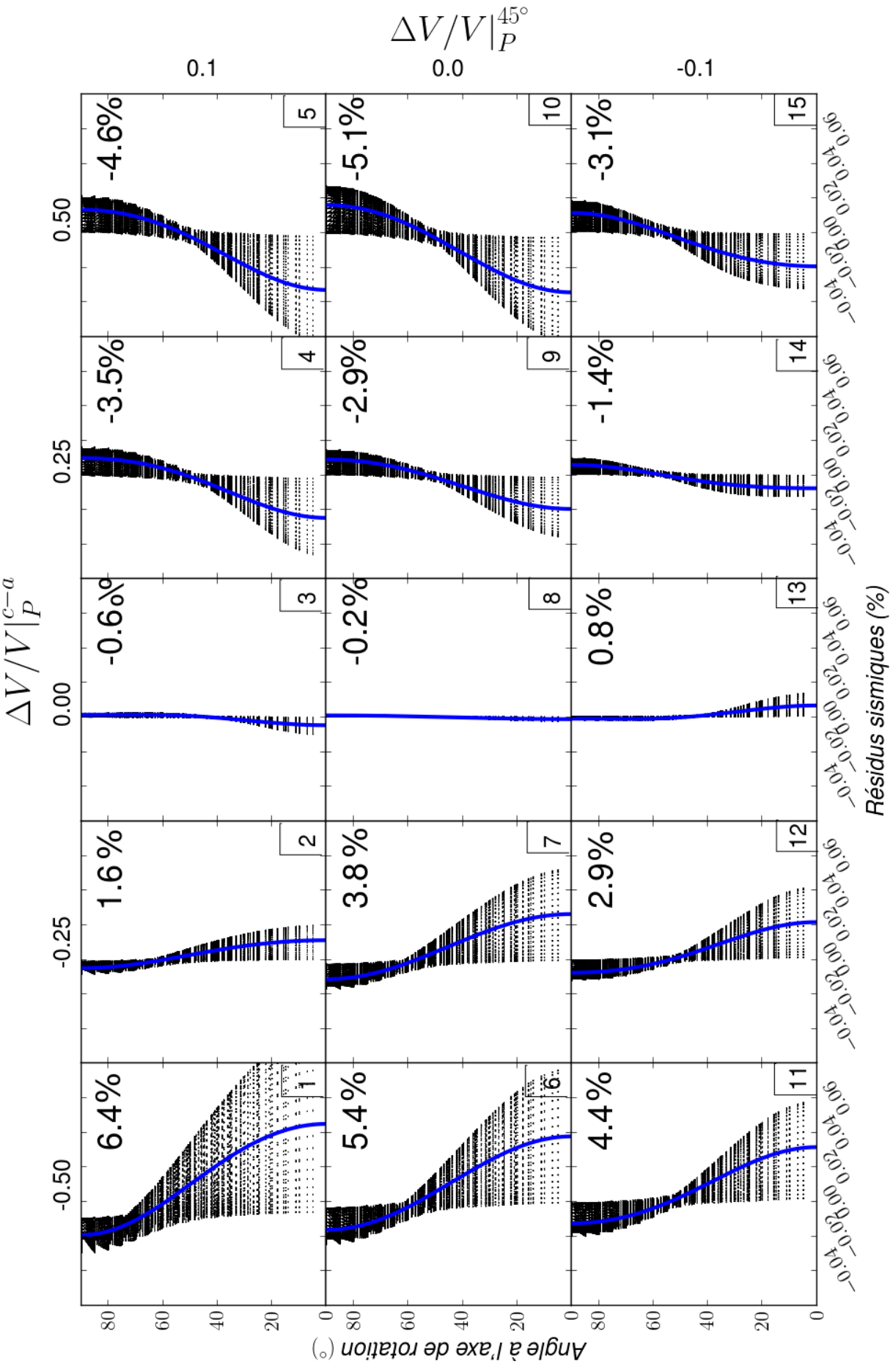



FIGURE 6.14 – Evolution des spectres de résidus sismiques en fonction des paramètres élastiques d'anisotropie monocristalline pour le modèle $Yos - Ran$. Le degré d'anisotropie globale donné par l'ajustement quadratique est indiqué en %.

Ainsi, on peut résumer nos observations de la manière suivante : l'anisotropie semble être particulièrement sensible aux variations du paramètre $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{c-a}$ et moins sensible à celles de $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{45^\circ}$. Ainsi, le degré d'anisotropie augmente (et diminue, selon le sens) plus ou moins parallèlement au paramètre adimensionnel $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{c-a}$. Néanmoins, on constate une légère variabilité de l'anisotropie avec $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{45^\circ}$, on ne peut donc pas totalement négliger ce dernier paramètre qui semble pouvoir amplifier le signal d'anisotropie globale.

#### 6.3.1.3 Étude détaillée pour des modèles élastiques proches des modèles publiés

D'après nos observations préalables, il est apparemment possible de reproduire l'anisotropie sismique observée avec le modèle *Yos-Ran*, ce qui n'était pas évident à partir de l'étude avec un modèle publié [Vočadlo et al., 2009] (cf Chapitre précédent). Néanmoins, il faut bien admettre que 25% d'anisotropie, c'est beaucoup pour un monocristal de fer hc, même aux conditions de la graine. Le modèle publié le plus anisotrope est celui de Steinle-Neumann et al. [2001] à 6000 K et il n'est que de 19% (Tab. 6.1).

Nous allons maintenant nous concentrer sur l'étude des modèles élastiques plus réalistes. Pour le fer hexagonal, nous prenons comme référence cinq modèles publiés [Mao et al., 1998, Steinle-Neumann et al., 2001, Vočadlo et al., 2009, Sha and Cohen, 2010], que nous traçons en fonction de $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{c-a}$ et $\frac{\Delta V}{V}\big|_P^{45^\circ}$ afin de pouvoir les comparer directement à nos modèles élastiques. Nous entourons ensuite ces modèles publiés par quatre modèles élastiques de référence, de *A* à *D*, que l'on choisit parmi les 3000 modèles dont on dispose. Ils correspondent aux coins d'un rectangle encadrant les modèles publiés. Les propriétés élastiques ainsi que les notations des modèles de référence, publiés et élastiques, sont présentées dans le Tab. 6.1.

##### Résidus sismiques

On se concentre maintenant sur l'étude de ces quatre modèles élastiques de référence et étendons notre étude aux deux autres modèles géodynamiques, *Yos-Strat* et *Yos-PTex*. La Fig. 6.15 compare nos résidus de temps de trajets simulés au fit des résidus de temps de trajets différentiels $PKP(bc-df)$ d'Irving and Deuss [2011] (cf Section 4.2.7.4, page 66).

Dans la Fig. 6.15a, on représente les profils de résidus sismiques obtenus avec les modèles *A* et *B* appliqués au modèle géodynamique *Yos-Ran*. Comme précédemment, on retrouve une anisotropie Nord-Sud avec des rais polaires rapides, associée à de la dispersion vers les angles faibles, pour le modèle *A* qui se situe à gauche de $\Delta V/V|_P^{c-a} = 0$. A l'inverse, la dispersion du modèle élastique *B* (avec $\Delta V/V|_P^{c-a} \approx 0$) est faible et présente une anisotropie non mesurable.

Dans la Fig. 6.15b, on retrouve le même type de tendance avec les résidus de temps de trajet des modèles géodynamiques *Yos-Ran* obtenus avec un modèle élastique *C* qui ne produit pas d'anisotropie mesurable et présentant une très

TABLE 6.1 – Constantes élastiques du monocristal (in GPa) et paramètres adimensionnels d'anisotropie monocristalline (eqs. 6.2) des modèles de référence, publiés (*SC* à *VO2*) et élastiques (*A* à *D*), pour le fer hc aux conditions de la graine. *SC* : Sha and Cohen [2010] ; *ST1* et *ST2* pour Steinle-Neumann et al. [2001] à 5000 et 6000 K respectivement ; *VO1* et *VO2* pour Vočadlo et al. [2009] à 5000 et 5500 K.

| Model | $C_{11}$ | $C_{12}$ | $C_{13}$ | $C_{33}$ | $C_{44}$ | $\frac{\Delta V}{V}\Big\vert_P^{c-a}$ | $\frac{\Delta V}{V}\Big\vert_P^{45^\circ}$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *SC* | 1438 | 1035 | 950 | 1470 | 211 | 0,011 | -0,014 |
| *ST1* | 2050 | 1720 | 860 | 1555 | 210 | -0,142 | -0,070 |
| *ST2* | 2130 | 2010 | 925 | 1470 | 140 | -0,191 | -0,076 |
| *MA* | 1533 | 846 | 835 | 1544 | 583 | -0,015 | 0,064 |
| *VO1* | 1689 | 1186 | 990 | 1725 | 216 | 0,011 | -0,043 |
| *VO2* | 1646 | 1253 | 995 | 1559 | 153 | -0,028 | -0,048 |
| *A* | 2338 | 1891 | 866 | 1332 | 64 | -0,299 | -0,100 |
| *B* | 1944 | 1907 | 676 | 1961 | 335 | 0,005 | -0,090 |
| *C* | 1437 | 1119 | 1194 | 1407 | 276 | -0,010 | 0,054 |
| *D* | 2358 | 1632 | 1581 | 1330 | 274 | -0,303 | 0,061 |

faible dispersion et un modèle *D* avec beaucoup de dispersion et une anisotropie forte. Le fit du spectre de résidus du couple *Yos-Ran-A* par l'Eq. 4.9 produit une anisotropie globale de 3.3%, en accord avec les observations sismologiques.

La Fig. 6.16 reprend le modèle *A* et l'applique sur les trois modèles géodynamiques afin d'étudier la dépendance en profondeur des résidus sismiques. Cette figure suit le même principe que la Fig. 5.12. De la même manière, on observe que l'anisotropie augmente régulièrement avec la profondeur pour le modèle *Yos-Ran*. Pour le modèle *Yos-Strat*, la tendance est moins évidente que pour le modèle précédent, cependant on remarque une très forte anisotropie pour les couches superficielles et que cette anisotropie semble décroître avec la profondeur. Ainsi, la tendance est inversée par rapport au modèle de croissance équatoriale simple *Yos-Ran*. Pour *Yos-PTex*, il n'y a pas de réelle augmentation de l'anisotropie avec la profondeur. Les rais se déplacent plus ou moins à la même vitesse sur toutes les trajectoires.

### Evolution de l'anisotropie globale en fonction de l'anisotropie monocristalline

La Fig. 6.17 présente les cartes d'anisotropie associées aux trois modèles géodynamiques : *Yos-Ran* en (a), *Yos-Strat* en (b) et *Yos-PTex* en (c). Ce mode de représentation de l'anisotropie globale en fonction $\Delta V/V|_P^{c-a}$ et $\Delta V/V|_P^{45^\circ}$ pour tous les modèles élastiques générés permet d'avoir une vue d'ensemble de la relation qu'il existe entre l'anisotropie monocristalline et l'anisotropie sismique. On rend compte de la dispersion des résidus autour de la ligne de fit sismologique (Eq. 4.9) en représentant l'amplitude de l'écart-type de la population de résidus synthétiques autour du fit par la taille des marqueurs correspondant aux modèles

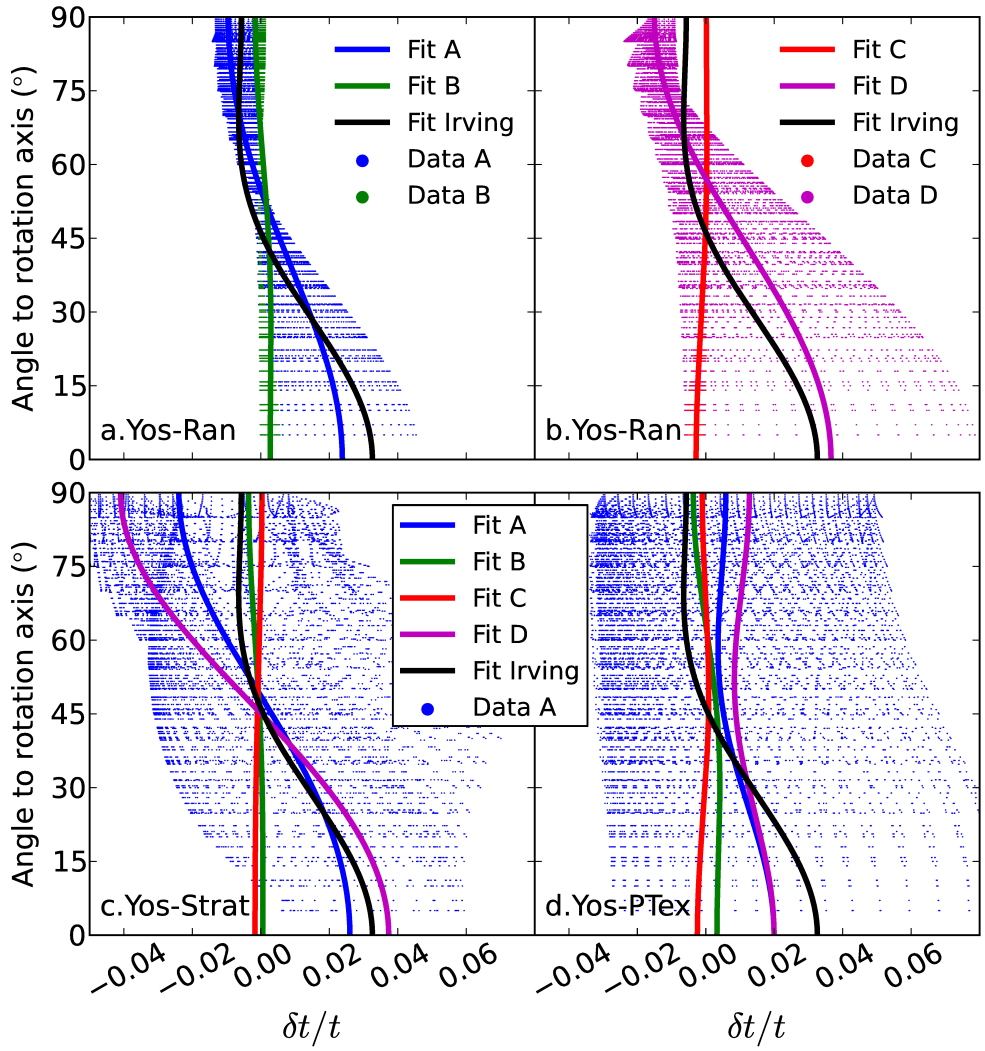



FIGURE 6.15 – Résidus de temps de trajet (i.e. anisotropie globale) en fonction de l'angle entre le rai synthétique et l'axe de rotation, $\zeta$. Chaque point noir du nuage de points correspond au résidu de temps de trajet associé à un rai. Les lignes continues de couleurs correspondent aux fits des données synthétiques (Eq. 4.9) des résidus pour un couple modèle géodynamique-modèle élastique, en faisant l'hypothèse d'une anisotropie uniforme dans la graine. La ligne noire correspond aux résultats d'Irving and Deuss [2011] pour leur set de résidus de temps de trajet différentiels $PKP(bc-df)$. *(a)* Modèle *Yos-Ran* + modèles élastiques $A$ (bleu) et $B$ (vert). *(b)* Modèle *Yos-Ran* + modèles élastiques $C$ (red) et $D$ (purple). *(c)* Modèle *Yos-Strat* + modèles élastiques $A$, $B$, $C$ et $D$. *(d)* Modèle *Yos-PTex* + modèles élastiques $A$, $B$, $C$ et $D$.

élastiques.

On remarque globalement que la qualité du fit diminue rapidement avec l'augmentation de l'anisotropie, avec un écart-type de 2% pour une anisotropie globale de 3% pour *Yos-Ran*.

Nos résultats montrent que, quel que soit le modèle géodynamique, l'anisotropie globale est liée à l'anisotropie monocristalline par l'intermédiaire des paramètres

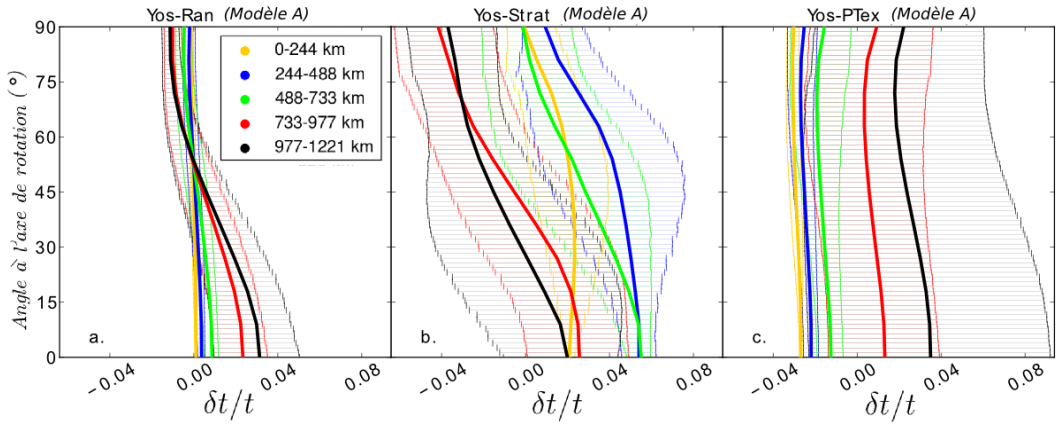



FIGURE 6.16 – Dépendance à la profondeur des résidus de temps de trajet synthétiques pour le modèle *A* couplé à *Yos-Ran* (a), à *Yos-Strat* (b) et finalement à *Yos-PTex* (c). Les barres d'erreur indiquent la largeur de la gamme de résidus couverte par rapport à l'angle de rotation de la graine, $\zeta$, pour chaque enveloppe de profondeur.

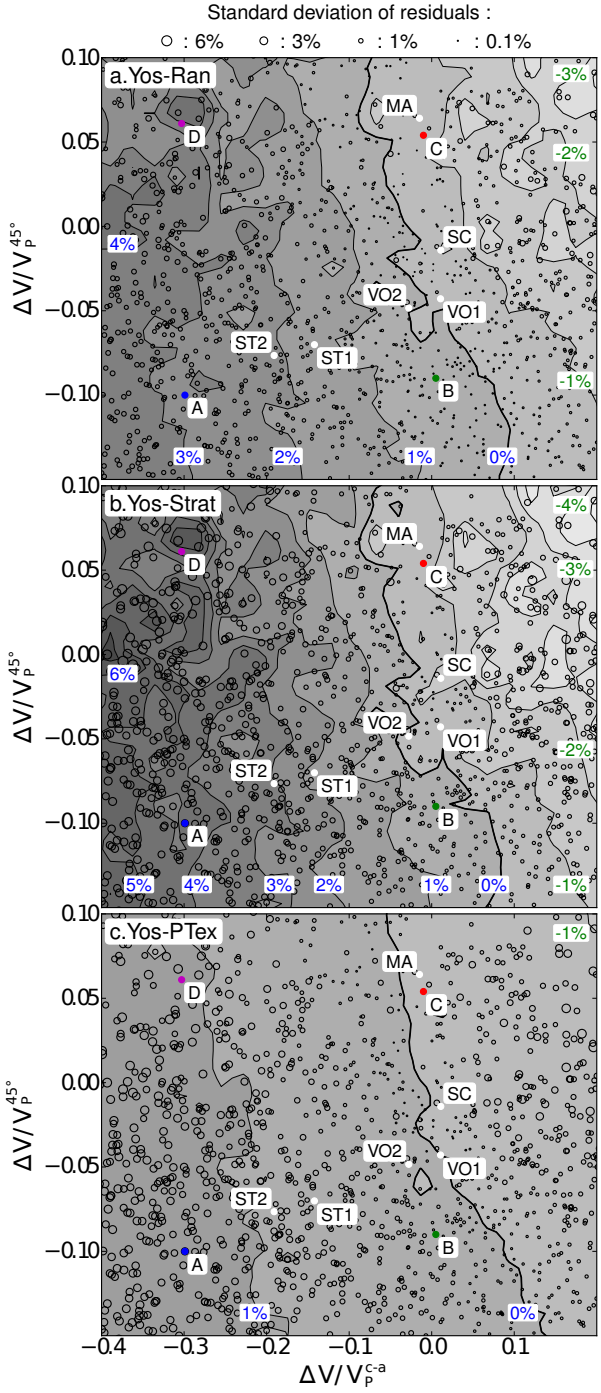



FIGURE 6.17 – Évolution de l'anisotropie globale avec les paramètres adimensionnels élastiques $\Delta V/V|_P^{c-a}$ and $\Delta V/V|_P^{45°}$ pour les modèles géodynamiques *Yos-Ran (a)*, *Yos-Strat (b)* et *Yos-PTex (c)*. Les labels sont définis dans le Tab. 6.1 et la Fig. 5.1, page 76. Les lignes de contour indiquent le degré d'anisotropie en pourcent. Les points representent les positions de tous les modèles élastiques calculés, *Ab Initio* et élastiques, et pour chacun, la taille du marqueur est proportionnelle à l'écart-type de la population de résidus de temps de trajet correspondante. La figure a été réduite et centrée autour des modèles élastiques publiés pour $\varepsilon$-Fe. La figure complète est présentée en Fig. 6.11, page 109.

adimensionnels. Comme le montraient déjà les fits des modèles $A$, $B$, $C$ et $D$ dans les Figs. 6.15a et b, elle est principalement contrôlée par le paramètre élastique définissant la différence entre les vitesses des ondes $P$ le long de l'axe $c$ et le long de $a$ : $\Delta V/V|_P^{c-a}$. Le deuxième paramètre adimensionnel représentant la forme en cloche de l'anisotropie monocristalline se comporte comme un facteur secondaire mais néanmoins non négligeable.

Le modèle *Yos-Ran*, avec une cristallisation rapide et aléatoire dans le plan équatorial, produit des anisotropies globales 7 à 10 fois inférieure à l'anisotropie du monocristal de fer hc. L'ajout d'une texture de solidification dans le matériel nouvellement cristallisé avec *Yos-PTex* (Fig. 6.17c) réduit l'anisotropie globale d'un facteur d'environ 3. Il apparaît ainsi nettement que, même en présence d'une forte anisotropie locale, la symétrie sphérique de la surface de cristallisation (ie. *ICB*) ne permet pas la production d'une anisotropie sismique cylindrique significative pour un modèle géodynamique d'écoulement quadripolaire à grande échelle. La dispersion est de plus encore plus forte que pour le modèle *Yos-Strat* (ce qui n'est pas peu dire : jusqu'à 6% d'écart-type pour une anisotropie globale d'à peine 1%) et est également répartie sur l'ensemble des angles $\zeta$ (Fig. 6.15d).

En ce qui concerne les modèles élastiques publiés, peu d'entre eux présentent une anisotropie monocristalline élastique suffisante pour produire une anisotropie globale dont l'amplitude est celle observée dans la graine. Les récents calculs convergent d'ailleurs tous vers des modèles élastiques ne produisant que peu ou prou d'anisotropie globale à cause de leur faible anisotropie monocristalline [Vočadlo et al., 2009, Sha and Cohen, 2010]. Néanmoins, certains modèles présentent une forme d'anisotropie du monocristal compatible avec la forme de l'anisotropie sismique : il s'agit des modèles de Steinle-Neumann et al. [2001] à 5000 K et en particulier celui calculé à 6000 K. Le fer hc est alors suffisamment anisotrope pour produire une anisotropie comparable aux observations.

## 6.3.2 L'anisotropie sismique pour le fer cubique

### 6.3.2.1 Anisotropie globale et anisotropie monocristalline

Pour le cristal cubique, on définit 8 modèles de référence, dont deux publiés qui correspondent aux modèles de fer cc, *VO1'* [Vočadlo, 2007], et cfc, *VO2'* [Vočadlo et al., 2008a], qui ont été étudiés dans le chapitre précédent. Les six autres modèles élastiques (*A'* à *F'*) sont issus du tirage aléatoire de 3000 jeux de constantes $c_{IJ}$ pour le monocristal cubique. Il s'agit des modèles pour lesquels l'anisotropie monocristalline a été représentée graphiquement en Fig. 6.1.

En Fig. 6.18, on présente les résultats des ajustements sismologiques (Eq. 4.9) pour l'ensemble des modèles élastiques. Les positions des modèles publiés *VO1'* et *VO2'* sont reportées. Nos résultats montrent une anisotropie très faible (fer cc), voire même nulle (fer cfc) pour le modèle *Yos-Ran*. C'est le cas même pour des modèles comme *VO2'* qui est très fortement anisotrope, de l'ordre de 13,5%, alors que *VO2'* ne présente que 3,3% d'anisotropie (Fig. 2.11). Ce résultat était cependant déjà prévisible au vu des figures de vitesses $v_P$ dans le plan méridien de référence (Fig. 5.9 et Fig. 5.10). Dans le cas du fer cfc, celles-ci étaient complètement isotropes, témoignant d'une très forte compensation dans le volume. Pour

TABLE 6.2 – Constantes élastiques du monocristal (en GPa) et paramètres adimensionnels d'anisotropie monocristalline (Eq. 6.1) des modèles de référence, publiés (*VO1'* [Vočadlo, 2007] et *VO2'* [Vočadlo et al., 2008a]) et élastiques (*A'* à *F'*), pour le fer cubique aux conditions de la graine.

| Model | $C_{11}$ | $C_{12}$ | $C_{44}$ | $A_{Karki}$ |
|---|---|---|---|---|
| *VO1'* (fer cc) | 1505 | 1160 | 256 | 0,111 |
| *VO2'* (fer cfc) | 1397 | 1247 | 423 | 0,498 |
| *A'* | 2453 | 600 | 4 | -0,752 |
| *B'* | 2445 | 1190 | 16 | -0,500 |
| *C'* | 1632 | 1026 | 27 | -0,250 |
| *D'* | 1524 | 1328 | 288 | 0,250 |
| *E'* | 1620 | 1553 | 439 | 0,500 |
| *F'* | 1367 | 1354 | 519 | 0,750 |

le fer cc, il existait quelques figures qui n'étaient pas complètement anisotropes, montrant un axe rapide aligné avec l'axe de rotation de la Terre. C'est ce qui explique que le profil ne soit pas complètement nul, comme pour le fer cfc. On observe que le nombre de Karki qui donne le maximum d'anisotropie dans le bon sens (valeur positive, rais polaires rapides) pour le fer cc dans *Yos-Ran* et de 0,9, ce qui correspond à des directions à 45° rapides (Fig. 6.1). C'est en accord avec l'orientation moyenne des cristaux de fer cc déduite des textures (Fig. 5.6).

Pour le modèle *Yos-Strat*, on observe que les deux phases cristallines produisent de l'anisotropie sismique. Les évolutions de l'anisotropie globale pour le fer cc et le fer cfc sont opposées, ce qui s'explique par l'opposition déjà apparente sur les textures (Fig. 5.6). Cette fois-ci, il n'existe pas de compensation dans le volume. Pour le fer cc, le maximum d'anisotropie dans le bon sens se trouve à $A_{Karki}$ -0,75 (Fig. 6.1). On a une anisotropie exprimée de 0,3%±0,3%, ce qui n'est pas très précis. On note en effet que, pour les deux phases cristallines et les deux modèles géodynamiques, la variance est très grande. Pour le fer cfc, l'anisotropie est de de 0,5%±0,3% à $A_{Karki}$ 0,9.

#### 6.3.2.2 Résidus sismiques

##### Anisotropie Nord-Sud

La Fig. 6.19 présente les résidus sismiques synthétiques obtenus pour les phases cristallines du fer cc (goupe du haut) et cfc (groupe du bas). Pour chacune de ces phases, on compare les résidus sismiques obtenus avec le modèle *Yos-Ran* (première ligne) et le modèle *Yos-Strat* (deuxième ligne) en fonction du modèle élastique : de *A'* à *F'*, le paramètre de Karki et al. [1997] augmente (Tab. 6.2).

Pour le modèle *Yos-Ran*, on retrouve sans surprise des résidus presque nuls, témoignant de la très faible anisotropie (plus marquée dans le cas du fer cc) obtenue avec ce modèle géodynamique. Pour le modèle *Yos-Strat*, les résultats sont

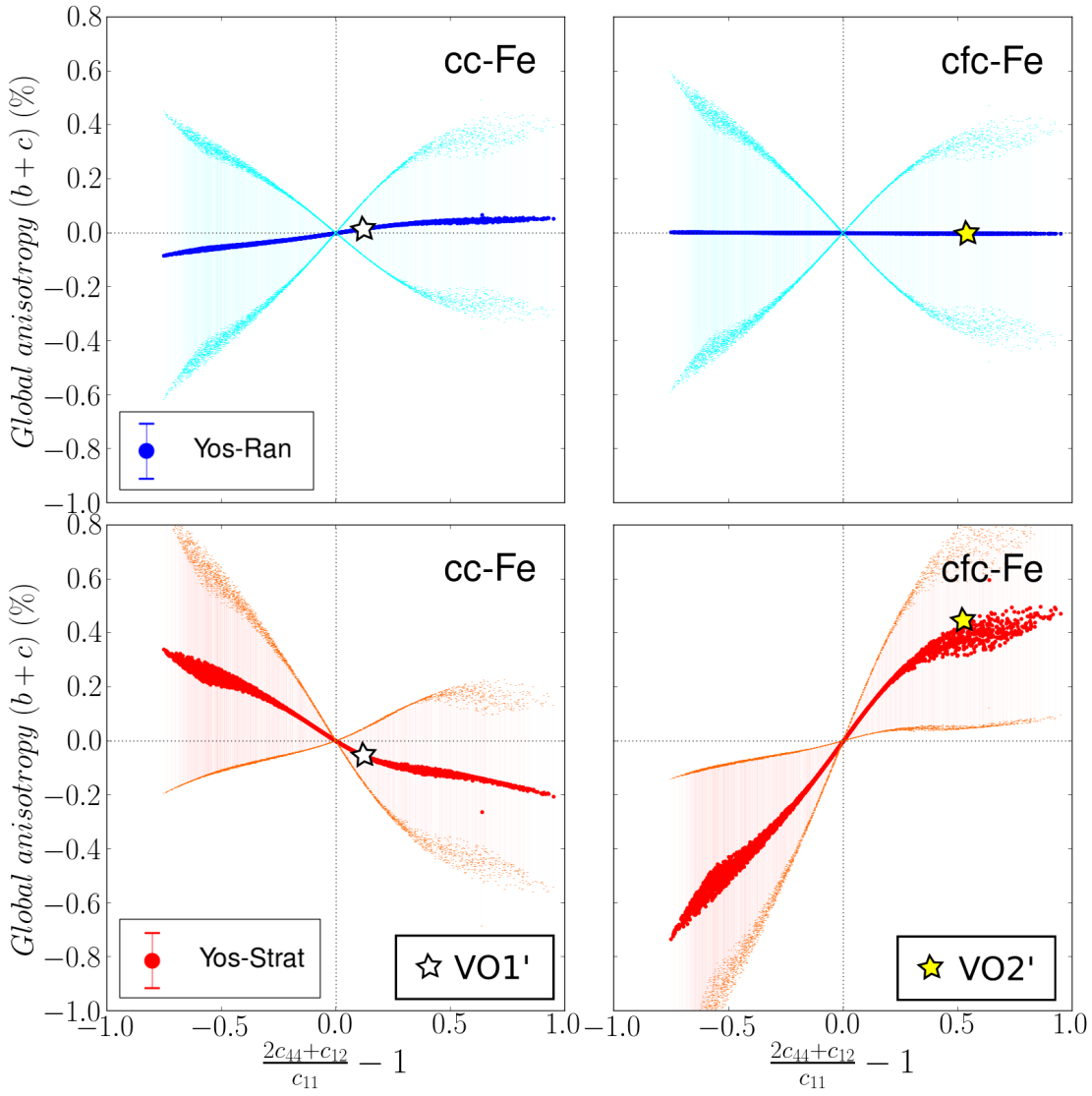



FIGURE 6.18 – Anisotropie globale en fonction du nombre de Karki et al. [1997] pour les deux phases cristallines, le fer cc (à gauche) et le fer cfc (à droite) pour les deux modèles géodynamiques étudiés *Yos-Ran* (en haut) et *Yos-Strat* (en bas). Les barres d'erreur correspondent à l'écart-type des résidus sismiques.

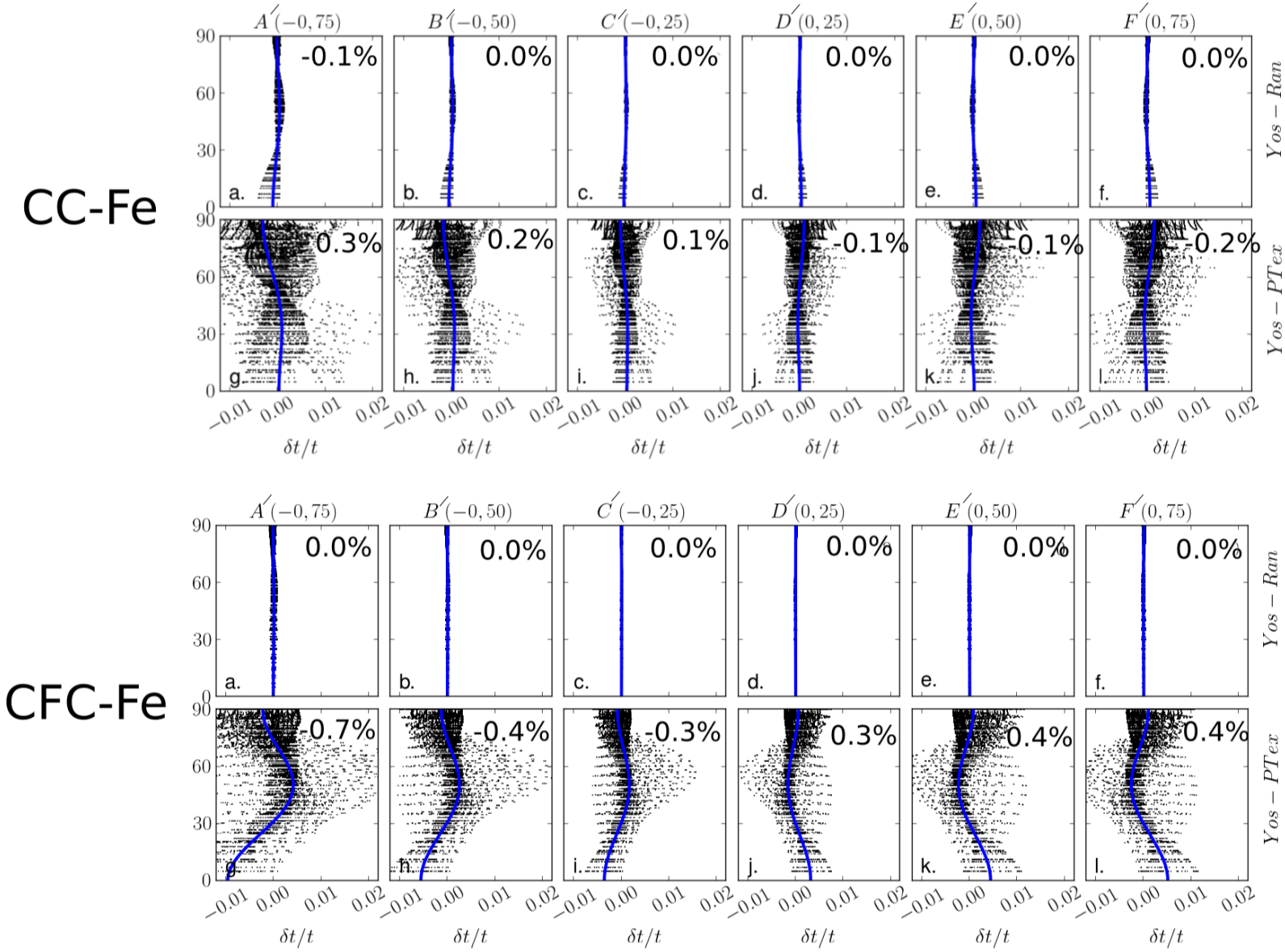



FIGURE 6.19 – Résidus sismiques et fits synthétiques obtenus pour les phases cristallines du fer cc (goupe du haut) et cfc (groupe du bas). Pour chacune de ces phases, on compare les résidus sismiques obtenus avec le modèle *Yos-Ran* (première ligne) et le modèle *Yos-Strat* (deuxième ligne) en fonction du paramètre de Karki et al. [1997]. Le degré d'anisotropie globale donné par l'ajustement quadratique est indiqué en %.

cohérents avec ceux déduits de l'observation de la Fig. 6.18. On constate en effet que l'évolution du degré d'anisotropie globale est inversée entre les deux phases cristallines. Enfin, l'anisotropie obtenue pour le fer cfc est plus importante que pour le fer cc, en accord avec les observations précédentes.

Une observation importante est la mauvaise qualité du fit sismologique, probablement à l'origine des fortes variances de la Fig. 6.18. Pour le modèle *Yos-Strat*, la dispersion est très grande quelle que soit la phase du fer. Le fit n'est donc pas représentatif des variations du profil de résidus. Les directions rapides à 45° de l'axe de rotation de la Terre pour le fer cfc et *Yos-Strat* ne sont, par exemple, pas du tout prises en compte.

#### Dépendance à la profondeur

La Fig. 6.20 présente les mêmes profils de résidus sismiques synthétiques que la Fig. 6.19 mais avec des couleurs différentes en fonction de la profondeur de retournement du rai (du plus superficiel au plus profond : jaune, bleu, vert, rouge, noir).

Ce qui était déjà un peu apparent sur la figure précédente est clairement visible maintenant : le fit sismologique est mal adapté à ce type de résidus sismiques. C'est en particulier vrai pour le fer cc et le modèle *Yos-Strat* où il ne semble y avoir aucune tendance spéciale avec la profondeur. A l'œil nu, il aurait été plus correct d'estimer un degré d'anisotropie pour ces profils de résidus, sinon nul, très faible. Le fit sismologique surestime donc peut être les valeurs de l'anisotropie globale lorsque le profil est "chaotique" comme pour le fer cc.

## 6.4 Discussion

### 6.4.1 Critique du fit sismologique

Le fit obtenu pour les résidus de temps de trajet $PKP$ par l'Eq. 4.9 simplifie trop fortement le spectre de données sismiques. Les Fig. 6.16 et Fig. 6.20 montrent le caractère de dépendance à la profondeur du rai de l'anisotropie pour le modèle élastique $A$ pour la première et pour $A'$ à $F'$ pour la deuxième, allant à l'encontre de l'hypothèse initiale d'homogénéité de l'anisotropie de la graine.

#### 6.4.1.1 L'effet des modèles géodynamiques en fonction des phases cristallines

##### Cas du fer hc

Ce cas a déjà été décrit dans la discussion du chapitre précédent, je vais donc seulement rappeler les grandes lignes.

Pour le fer hc, on constate qu'à chaque profondeur de rai échantillonnée, le modèle *Yos-PTex* produit une anisotropie faible et presque non mesurable. La forme d'anisotropie générée par *Yos-Ran* montre cette fois-ci une augmentation

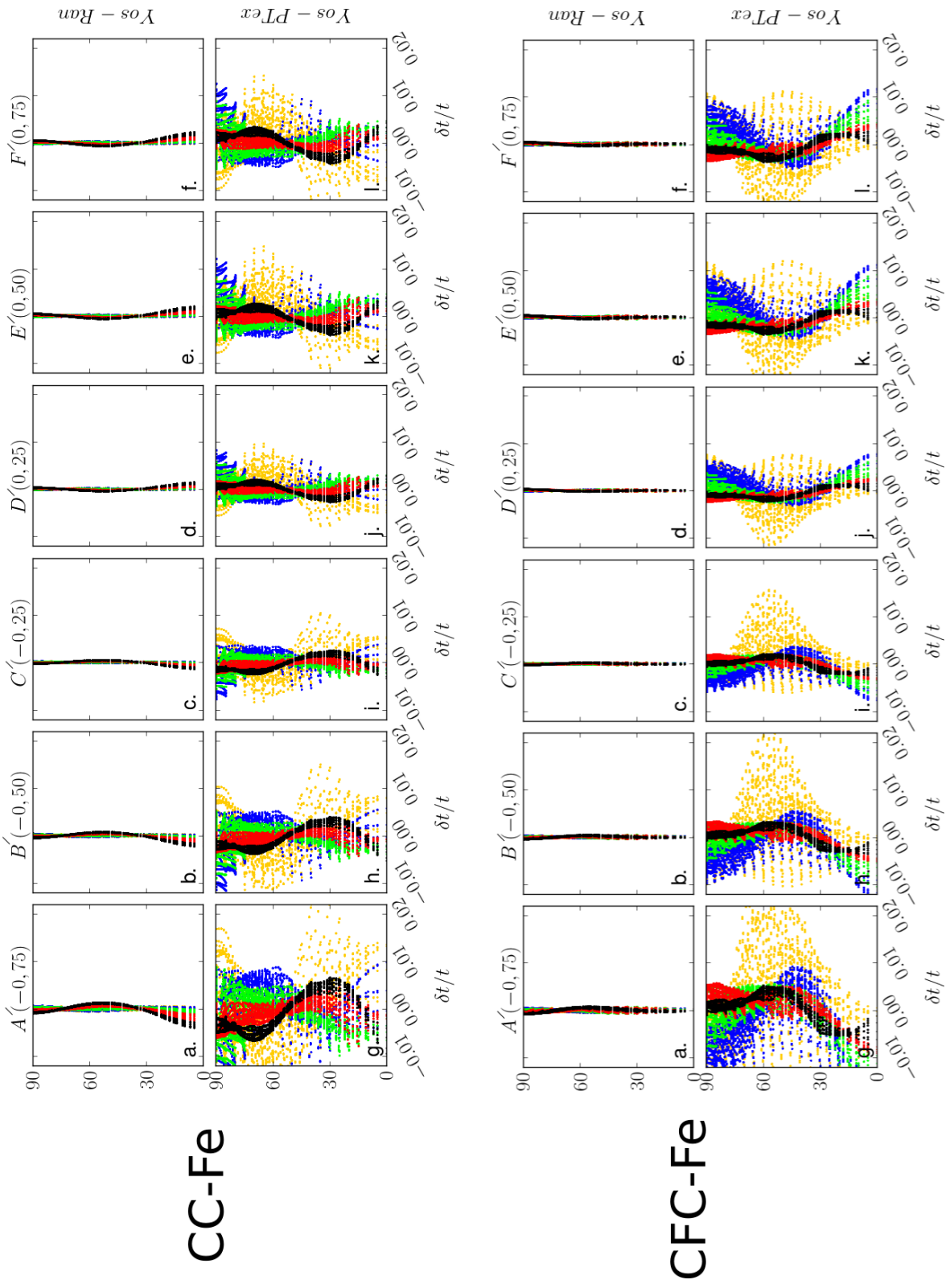



FIGURE 6.20 – Résidus sismiques synthétiques en fonction de la profondeur de retournement du rai obtenus pour les phases cristallines du fer *cc* (groupe du haut) et *cfc* (groupe du bas). Pour chacune de ces phases, on compare les résidus sismiques obtenus avec le modèle *Yos-Ran* (première ligne) et le modèle *Yos-Strat* (deuxième ligne) en fonction du paramètre de Karki et al. [1997].

régulière de celle-ci avec la profondeur, en accord avec les observations de Souriau [2003], mais contredisant les observations sismologiques prédisant des transitions franches en terme d'anisotropie définissant par là-même une possible sous-graine [Ishii and Dziewoński, 2003]. Pour *Yos-Ran*, étant donné qu'il se dégageait une forte direction d'orientation cristalline préférentielle, le moyennage se fait plutôt par l'existence d'une couche superficielle de volume non négligeable presque anisotrope.

L'addition de la stratification avec le modèle *Yos-Strat* (Fig. 6.17b) amplifie l'anisotropie globale d'environ 40%. En conséquence, les modèles élastiques de type $A$ produisent des degrés d'anisotropie globale d'environ 5%. La stratification centralise la déformation dans les couches superficielles de la graine où la *LPO* générée est particulièrement forte. La dispersion des résidus de temps de trajet y est très importante (jusqu'à 6% d'écart-type sur les données synthétiques), en particulier pour les trajectoires équatoriales ($\zeta = 90°$, Fig. 6.15c). Par ailleurs, la stratification permet non seulement d'accroître l'anisotropie globale mais introduit également une dépendance radiale dans l'hétérogénéité de l'anisotropie avec la profondeur, allant d'une couche superficielle isotrope à un coeur anisotrope fossilisé comme le suggèrent les progrès effectués en matière d'interprétation des observations sismologiques.

Avec la stratification et la prétexturation, on observe cette fois-ci un moyennage qui se fait par la grande variabilité des *LPO* locales, c'est en particulier le cas pour *Yos-PTex* où l'orientation des cristaux est globalement radiale.

### Cas du fer cc ou cfc

La différence entre les deux modèles géodynamiques testés est flagrante. Alors que le modèle *Yos-Ran* ne produit quasiment aucune anisotropie mesurable, le modèle *Yos-Strat* produit une forte dispersion avec un certain degré d'anisotropie, bien que la validité du fit soit contestable en particulier pour le fer cc. Parmi les deux modèles géodynamiques, on ne peut espérer produire de l'anisotropie sismique qu'avec *Yos-Strat*. Entre les deux phases cristallines, c'est le fer cfc qui est produira alors le plus grand degré d'anisotropie.

Pour expliquer l'étonnante isotropie obtenue pour le modèle *Yos-Ran* à partir de textures orientées (Fig. 5.6), il faut revenir à la propagation des rais sismiques. L'importante diminution que l'on observe sur le degré d'anisotropie depuis l'échelle du monocristal jusqu'à celle du noyau interne est due à un moyennage des rais effectué sur l'intégralité de son volume. Une anisotropie forte locale, acquise par des processus de déformation et/ou de cristallisation, est réduite fortement à l'échelle globale de la graine par les anisotropies locales plus faibles (voire non mesurables) où orientées différemment (*LPO* différentes, voire opposées qui s'annulent mutuellement) d'autres régions parcourues par les mêmes rais que sont qui y ont "vus" cette anisotropie locale forte au préalable. Comme les lenteurs sont moyennées sur l'ensemble du parcours d'un rai sismique synthétique, les différences de temps de trajet se voient estompées. Dans le cas extrême des phases cubiques et du modèle *Yos-Ran*, surtout pour le fer cfc, on peut même effacer complètement le signal d'anisotropie malgré les fortes textures locales.

## 6.5 Conclusion

Pour le fer hc, seuls les modèles *Yos-Ran* et *Yos-Strat* permettent de reconstruire une anisotropie globale cylindrique dont la forme concorde en apparence avec les observations sismologiques. De manière générale, on constate que pour ces modèles géodynamiques, le degré d'anisotropie monocristalline nécessaire pour reproduire l'amplitude de l'anisotropie sismique observée est trop grand. Parmi toutes les combinaisons testées dans ce chapitre, seuls des modèles de fer hc de type Steinle-Neumann et al. [2001] à 5500 K, couplés à *Yos-Strat* permettraient de produire une anisotropie conforme aux observations (Fig. 6.17b).

Pour le fer cubique, seul *Yos-Strat* produit de l'anisotropie globale. Elle reste cependant faible par rapport au degré d'anisotropie monocristalline.

Nous avons pu remarquer que la plupart des modèles élastiques publiés pour le fer hc étaient plus ou moins alignés selon deux lignes sur les cartes d'anisotropie globale (Fig. 6.21). Pour les points situés le long du profil marqué par des points rouges, l'anisotropie exprimée sera toujours plus ou moins égale à -1%, soit inférieure et opposée à l'anisotropie de la graine. Pour les modèles publiés alignés le long du transect matérialisé par des points bleus, l'anisotropie augmente presque de manière linéaire. Pour les trois modèles géodynamiques et le fer hc, on peut estimer le degré d'anisotropie directement en calculant sa position sur le transect. On peut même imaginer fournir une sorte de charte qui présenterait pour chaque degré d'anisotropie les résidus sismiques synthétiques associés. Ainsi, on présente dans l'annexe 10.5, les profils de résidus sismiques le long de ce transect (chaque point bleu correspondant à un modèle élastique et un profil).

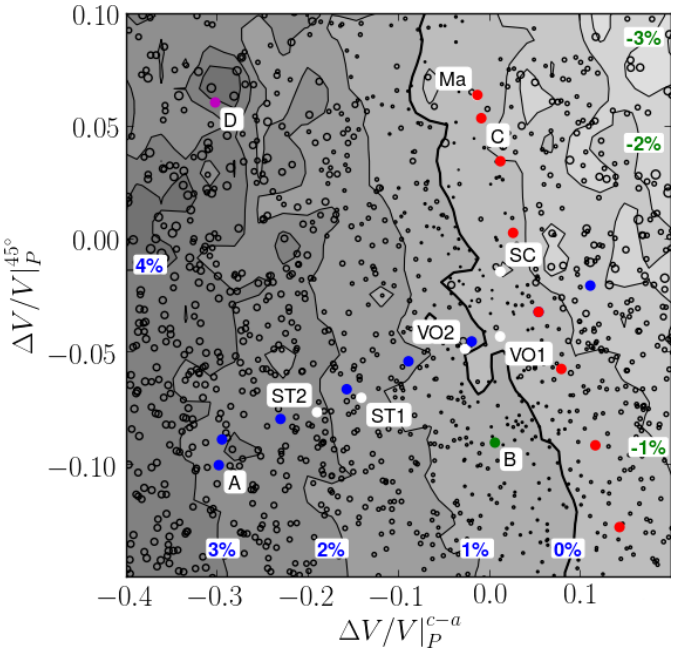



FIGURE 6.21 – Localisation des points de transects symétriques pour évaluer l'effet des paramètres élastiques sur l'évolution des spectres de résidus.

Enfin depuis quelques temps, nous travaillons sur une version non-axisymétrique

du code de propagation de rais afin de pouvoir tester d'autres modèles géodynamiques, susceptibles de produire le degré d'anisotropie et la forme escomptés, mais nos résultats sont trop préliminaire pour être inclus dans cette thèse.

# Troisième partie

# Mécanisme de transition au cours de la transition polymorphique $\alpha$-$\varepsilon$ dans le fer pur

# Chapitre 7

# Introduction

## Sommaire


**7.1 Une transition de phase dans la graine ? . . . . . 129**
7.1.1 Possibilité d'une transformation de phase dans la graine . . 129
7.1.2 Effet sur l'anisotropie . . . . . 130
7.1.3 Modélisation expérimentale . . . . . 131
**7.2 La transition $\alpha$-$\varepsilon$ dans le fer . . . . . 131**
7.2.1 Domaine de pression et hystérésis . . . . . 131
7.2.2 Mécanisme de transformation . . . . . 132


Les transformations de phase sont un des mécanismes permettant de développer une anisotropie dans un polycristal. En effet, il existe des relations géométriques d'orientation entre les cristaux de la phase mère et de la phase fille qui font que les cristaux ne croissent pas aléatoirement. Ainsi, on peut générer tour à tour une texture plus marquée ou la rendre aléatoire en fonction du type de transition. Seule la connaissance précise du chemin de transformation peut permettre de prédire la texture finale d'un échantillon polycristallin ayant subi une transition de phase. L'intérêt d'étudier en particulier les effets des transformations de phase dans le fer sur la texture sont multiples. En plus de permettre d'établir des modèles d'anisotropie de la graine plus complexes, c'est une question capitale en métallurgie où elles sont utilisées pour changer les propriétés physiques des alliages métalliques.

## 7.1 Une transition de phase dans la graine ?

### 7.1.1 Possibilité d'une transformation de phase dans la graine

Etant donné que le diagramme du fer et de ses alliages pour les hautes pressions est fortement incertain, on ne peut pas exclure la possibilité d'une transition de phase dans la graine. Pour illustrer la possibilité d'une transformation de phase dans la graine, je prends l'exemple de Kuwayama et al. [2008]. La composition du point triple cfc–hc–liquide dans le système Fe-Ni suggère que la structure dans laquelle le fer cristallise à l'ICB dépende du contenu en nickel dans le noyau externe liquide. Supposons que la proportion de Ni dans le noyau externe est inférieure à celle du point triple, la graine sera composée de fer hexagonal compact (hc) (Fig.

7.1a). A l'opposé, si la concentration en Ni y est supérieure, alors c'est sous la structure cfc que le fer cristallise lors de la solidification de la graine (Fig. 7.1b). Maintenant, considérons un dernier cas où le fer cristallise initialement sous forme cubique face centrée au début de la formation de la graine. Cependant la graine se refroidit progressivement et la température à l'ICB diminue. On peut alors repasser finalement dans le domaine de stabilité du fer hexagonal compact, ce qui, dans les stades plus avancés de la croissance du noyau interne, implique qu'on cristallise du fer hc à l'ICB (Fig. 7.1c). On aurait alors une graine possédant un cœur de structure cubique face centrée enveloppé dans une écorce hc. La température continuerait cependant à descendre. On s'attend donc à ce qu'il se forme un front de transition de phase du fer cfc→hc qui se propage progressivement de l'ICB vers le cœur de la graine. On peut tout-à-fait appliquer le même schéma sur une graine cristallisant

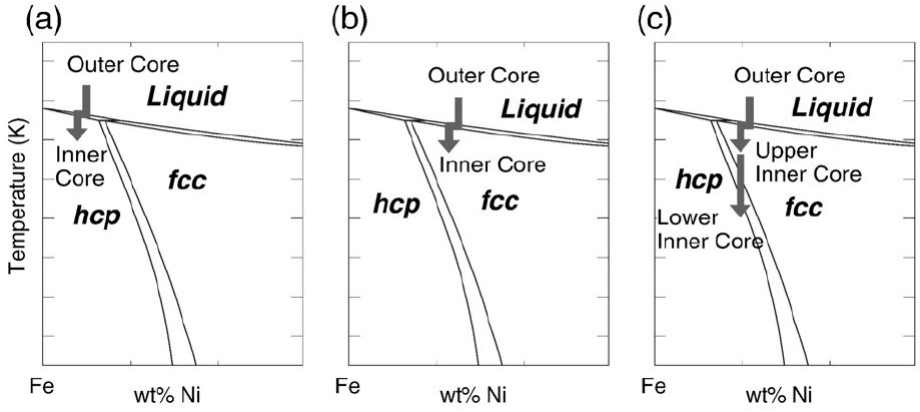



FIGURE 7.1 – Etude de cas : transition de phase cfc→hc dans la graine induite par le refroidissement séculaire (extrait de Kuwayama et al. [2008]).

initialement dans la structure cubique centrée et transitant vers le fer hexagonal au fur et à mesure que la graine refroidit. L'inverse est également possible avec une graine de structure hexagonale compacte transitant vers une structure cubique. Enfin, dans une graine non figée et qui présente un certain chemin de déformation, les mouvements de déformation peuvent aussi transporter les cristaux en dehors de leur domaine de stabilité. Une telle graine serait donc le siège de transformations de phase, éventuellement répétées.

### 7.1.2 Effet sur l'anisotropie

Comme la structure de la graine reste incertaine, l'anisotropie sismique observée [Creager, 1992, Souriau, 2003, Irving and Deuss, 2011] reste difficile à interpréter et ses origines sont floues. On considère généralement que l'anisotropie reflète les orientations préférentielles des cristaux qui composent le noyau interne. Les effets de transitions de phase successives sur la texture dans un polycristal ne sont pas connus. Par exemple, on pourrait imaginer un polycristal de structure hexagonale compacte ayant acquis une texture marquée par déformation et perdant complètement cette information au cours d'une transformation vers une phase cubique centrée. Inversement, un tel polycristal pourrait transmettre ces orientations préférentielles à la phase cc et ainsi préserver une certaine anisotropie et la trace des

déformations précédentes. A l'heure actuelle, l'effet de transformation de phase sur la texture dans le fer sous pression est mal compris mais la littérature de métallurgie regorge de travaux de ce type sur d'autres métaux tels que le titane [Humbert et al., 1995, Divinski et al., 1998, Stanford and Bate, 2004, Davies et al., 2011] ou le zirconium [Gey and Humbert, 2003, Gey et al., 2004]. Ces études démontrent que les textures sont fortement impactées par les transformations de phase. Ainsi, l'anisotropie d'un polycristal pourrait changer drastiquement sous l'effet d'une transition de phase.

### 7.1.3 Modélisation expérimentale

Si on veut espérer pouvoir générer des modèles de graines texturées soumises à des phénomènes de transition de phase, il nous faut au préalable connaître précisément le chemin de transformation (ou mécanisme de transition) d'une phase à l'autre. De plus, il nous faut valider les programmes numériques qui, connaissant un mécanisme de transformation, permettent de simuler son effet sur la texture dans un polycristal. Ces études sont nouvelles sous haute pression. Elles demandent donc le développement d'un protocole expérimental et numérique. Pour aborder ces questions, sous avons choisi ici de retenir la transition $\alpha$-$\varepsilon$ dans le fer. Cette transition se produit à 15 GPa, bien en deçà des conditions de pression de la graine, cependant elle présente de nombreux intérêts qui ont aiguillé notre choix :

- C'est une transformation très bien connue puisque étudiée depuis plus d'un demi-siècle [Bancroft et al., 1956],
- La nature martensitique de la transformation est établie [Jamieson and Lawson, 1962] et de nombreux mécanismes ont été proposés [Mao et al., 1967, Wang and Ingalls, 1998, Wang et al., 2013],
- Elle fait intervenir un changement d'ordre ferromagnétique [Hasegawa and Pettifor, 1983, Ekman et al., 1998], cc-Fe étant ferromagnétique et hc-Fe non magnétique,
- Le fer est le composant principal des aciers et constitue ainsi l'élément fondamental de la métallurgie du fer. Les transformations de phases y sont régulièrement utilisées afin de modifier les propriétés physiques des alliages métalliques,
- Parmi les transitions de phase connues et bien établies dans le fer, il s'agit de la seule transition contrôlée par la pression à température ambiante (Fig. 2.2), ce qui la rend intéressante pour la compréhension de la réponse mécanique des matériaux,
- D'un point de vue expérimental, elle est relativement simple à étudier car située dans une gamme de pression raisonnable (en deçà de 20 GPa) et à température ambiante.

## 7.2 La transition $\alpha$-$\varepsilon$ dans le fer

### 7.2.1 Domaine de pression et hystérésis

La transition est martensitique, réversible [Bancroft et al., 1956, Jamieson and Lawson, 1962, Takahashi and Bassett, 1964] et athermale (i.e. principalement

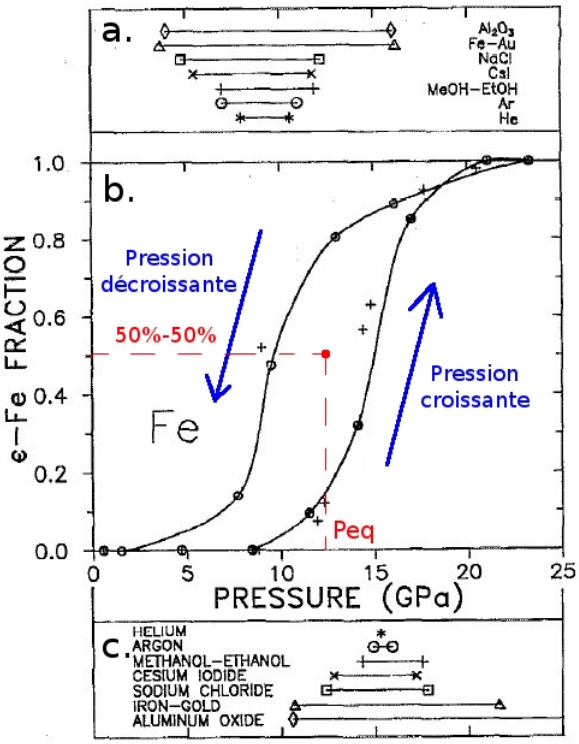



FIGURE 7.2 – Hystérésis de transformation entre les phases $\alpha$ et $\varepsilon$ du fer à 300 K (Fig. 7.2b) (modifié de Taylor et al. [1991]). Les gammes de pression [vonBargen and Boehler, 1990] où les deux phases $\alpha$ et $\varepsilon$ coexistent pour le sens de transition direct $\alpha \rightarrow \varepsilon$ (Fig. 7.2c) et inverse $\varepsilon \rightarrow \alpha$ (Fig. 7.2a) sont indiquées. Les milieux transmetteurs associés sont précisés. Les gammes de pression présentées pour l'hélium correspondent aux résultats de Zou et al. [1981]. $P_{eq}$ est la pression d'équilibre des phases autour de laquelle est centrée l'hystérésis de transformation.

contrôlée par la pression [Giles et al., 1971]). L'augmentation de la pression est donc associée à une transition rapide. La transformation présente une hystérésis de transformation large en pression [Balchan and Drickamer, 1961, Clendenen and Drickamer, 1964, Giles et al., 1971, Basset and Huang, 1987, Taylor et al., 1991, Wang and Ingalls, 1998, Miyagi et al., 2008] centrée autour d'une pression d'équilibre $P_{eq}$ ≈13 GPa [Bancroft et al., 1956, Balchan and Drickamer, 1961, Takahashi and Bassett, 1964, Zou et al., 1981, vonBargen and Boehler, 1990, Taylor et al., 1991] à l'exception près des expériences de Drickamer [1970], Giles et al. [1971], Zou et al. [1981] où l'état de contraintes était plus complexe. La transition s'étale sur une gamme de pression allant de 5 à 20 GPa [Huang et al., 1987, vonBargen and Boehler, 1990, Rueff et al., 1999, Miyagi et al., 2008]. L'hystérésis des proportions de phase de Taylor et al. [1991] est présentée en Fig. 7.2b. Les gammes de pressions des transitions $\alpha \rightarrow \varepsilon$ et $\varepsilon \rightarrow \alpha$ sont précisées respectivement en Fig. 7.2a et Fig. 7.2c en fonction du milieu transmetteur de pression utilisé. On note qu'en conditions quasi-hydrostatiques dans l'hélium, la transition dans le sens direct $\alpha \rightarrow \varepsilon$ se fait brutalement aux alentours de 15,3 GPa et plus progressivement dans le sens inverse $\varepsilon \rightarrow \alpha$ entre 10,6 et 8 GPa.

## 7.2.2 Mécanisme de transformation

### 7.2.2.1 Qu'est-ce qu'une relation d'orientation ?

Lorsque les structures cristallines des deux composés présentent une similitude, le passage d'une structure à l'autre peut se faire sans qu'il y ait un bouleversement notable. Les déplacements des atomes sont faibles et ne requièrent pas une énergie considérable. Dans ce cas la transformation peut avoir lieu dans l'état solide à basses températures. Il existe alors des relations simples entre les axes

cristallographiques des deux structures ou relations d'orientations. On parlera de transformation topotactique. Étant donné la nature martensitique (i.e. displacive, sans phénomène de diffusion, se déroulant à température ambiante et à des pressions relativement faibles) de la transformation $\alpha$-$\varepsilon$ [Giles et al., 1971], celle-ci est bien une transformation topotactique et présente dès lors des relations d'orientations strictes entre les phases $\alpha$ et $\varepsilon$. Celles-ci sont déterminées par le mécanisme de transition.

#### 7.2.2.2 Mécanismes considérés et relations correspondantes

La transformation $\alpha$-$\varepsilon$ est un sujet classique dans le domaine des hautes pressions et un certain nombre d'auteurs s'y sont essayé. Parmi ces travaux, on peut citer ceux de Mao et al. [1967] et Wang and Ingalls [1998] en conditions statiques et ceux de Hawreliak et al. [2006] et Wang et al. [2013] en conditions dynamiques. A travers toutes ces études, la littérature propose finalement trois mécanismes principaux.

**I : Mécanisme de compression-shuffle.**
C'est un mécanisme en deux étapes faisant intervenir une compression (Fig. 7.3b) puis un remaniement atomique sous forme de glissement plan à plan (Fig. 7.3b). La structure cc (en haut) subit une compression dans la direction $[001]_\alpha$ de 18.4%, suivi d'un glissement plan à plan (i.e. shuffle, empilement en couches atomiques subissant un décalage) de tous les plans $(110)_\alpha$ dans la direction $[\bar{1}10]_\alpha$ pour former finalement une maille hc. Le shuffle n'induit aucune variation de la direction cristallographique.

**IIa : Mécanisme de cisaillement-shuffle simple [Burgers, 1934].**
Un mécanisme classique pour une transition $\alpha$-$\varepsilon$ est le mécanisme de Burgers traditionnel (développé originellement pour le zirconium) [Burgers, 1934]. C'est un mécanisme en deux étapes faisant intervenir un cisaillement suivi d'une rotation et d'un shuffle (Fig. 7.3c). Une première étape consiste à cisailler soit dans la direction $[11\bar{2}0]_\varepsilon$ ou le long de la direction opposée $[\bar{1}\bar{1}20]_\varepsilon$ dans le plan $(1\bar{1}00)_\varepsilon$. Cette étape induit une rotation des atomes qui peut se faire dans les deux sens et introduit deux directions cristallographiques possibles à $\pm 5,3°$ par rapport à l'axe $c$. Ainsi, le plan $(2\bar{1}\bar{1}0)_\varepsilon$ forme un angle de $5,3°$ par rapport au plan $(002)_\alpha$ original. Enfin, un glissement plan à plan (i.e. shuffle) de tous les plans $(110)_\alpha$ dans la direction $[\bar{1}10]_\alpha$ termine de former la maille hc. De part la rotation subie, la structure finale de hc présente deux orientations possibles autour une mâcle $(\bar{1}12)_\alpha$ et qui diffèrent d'environ 10° l'une de l'autre.

**IIb : Mécanisme de cisaillement-shuffle avec structure cfc métastable [Wang and Ingalls, 1998].**
En plus du mécanisme précédent, Mao et al. [1967] a proposé un second chemin de transformation en trois étapes faisant intervenir les deux étapes du mécanisme IIa (Fig. 7.3c) et un passage rapide dans une structure cfc métastable avant de former la maille hexagonale. Ainsi, la première étape consiste à nouveau à cisailler soit

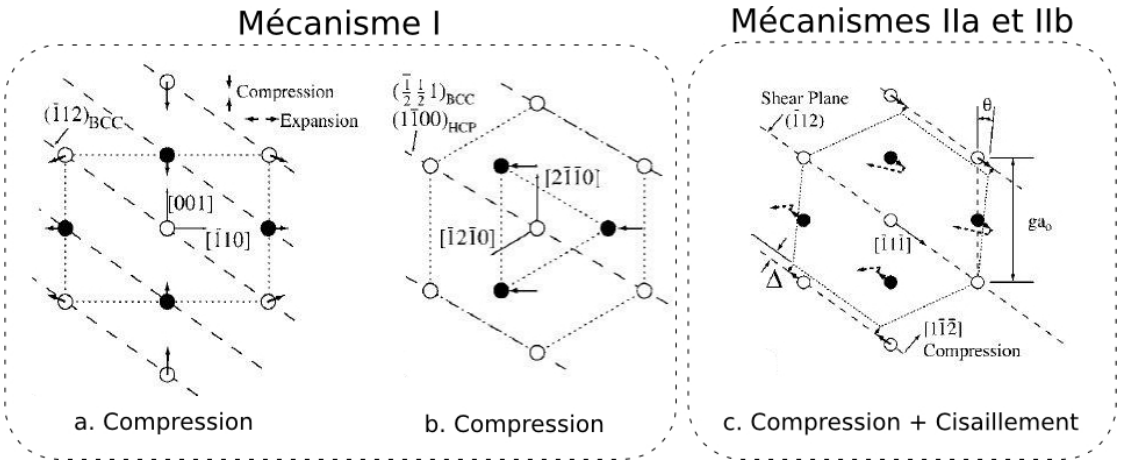



FIGURE 7.3 – Propositions de mécanismes de transition pour la transformation de phase $\alpha \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha$ (extrait et modifié de Hawreliak et al. [2006]). Les plans $(110)_\alpha$ and $(0001)_\varepsilon$ sont confondus avec le plan de la feuille. Les cercles blancs et noirs représentent deux couches atomiques superposées, respectivement confondue et au-dessus du plan de la page. Mécanisme I de compression-shuffle : en (a), compression de la maille cubique centrée (dessinée en pointillées) ; en (b) la maille hexagonale compacte est dessinée en pointillées et La direction du shuffle est indiquée par des flèches. Mécanismes IIa et IIb avec cisaillement-shuffle. En (b), le déplacement total des atomes de la maille cubique centrée est indiqué par des flèches courbes, pleines ou en pointillés. La maille hexagonale finale est dessinée. En plus du cisaillemnent et du shuffle, le mécanisme IIb introduit une structure cfc métastable.

dans la direction $[11\bar{2}0]_\varepsilon$ ou le long de la direction opposée $[\bar{1}\bar{1}20]_\varepsilon$ (ligne inférieure) dans le plan $(1\bar{1}00)$hc. Cela introduit une rotation des atomes de $\pm 5,3°$. Esuite, on a à nouveau un glissement plan à plan (i.e. shuffle) de tous les plans $(110)_\alpha$ dans la direction $[\bar{1}10]_\alpha$. Néanmoins contrairement au mécanisme IIb, il existe une troisième étape supplémentaire avant de former la maille hc. Après le shuffle et la rotation, la maille est déstabilisée et se transforme transitivement dans une structure cfc métastable. En dernier lieu, le fer cfc se transforme finalement en fer hc. Les orientations finales des mailles hc sont rigoureusement les mêmes que pour le mécanisme IIa avec une mâcle $(\bar{1}12)_\alpha$ et deux orientations possibles écartées de 10°. Pour chacun de ces mécanismes, les relations topotactiques ont été calculées et sont présentées dans le Tab. 7.1.

#### 7.2.2.3 Qu'est-ce qu'un variant ?

Dans la plupart des cas pour une transition solide-solide, les cristaux de la nouvelle phase peuvent présenter une symétrie cristalline différente de la phase qui disparaît. C'est le cas ici pour la transformation $\alpha$-$\varepsilon$ dans le fer. La symétrie de la phase disparaissant crée alors plusieurs variants symétriquement équivalents des relations d'orientations. Il s'agit des différentes orientations possibles des cristaux de la nouvelle phase présentant la même déviation faible mais non négligeable par rapport à l'orientation idéale. Ces variants sont tous équivalents par rapport à

TABLE 7.1 – Mécanismes de transition $\alpha \rightarrow \varepsilon$. Pour la transformation inverse, les étapes du chemin de transition sont les mêmes en ordre inverse. Les relations d'orientation entre les phases $\alpha$ et $\varepsilon$ sont indiquées. Les notations des mécanismes I, IIa et IIb sont celles définies par Hawreliak et al. [2006] et correspondent aux notations I, II et III de Wang and Ingalls [1998].

| Mécanisme (notation)<br>Wang and Ingalls [1998]<br>Hawreliak et al. [2006] | I<br>I | II<br>IIa | III<br>IIb |
|---|---|---|---|
| Nombre d'étapes | 2 | | 3 |
| Chemin de transition | Compression,<br>Shuffle | Cisaillement,<br>Shuffle | Cisaillement,<br>Shuffle,<br>$\alpha \rightarrow \gamma$-Fe<br>métastable |
| Relations d'orientation | $(0002)_\varepsilon \| (110)_\alpha$<br>$[2\bar{1}\bar{1}0]_\varepsilon \| [110]_\alpha$<br>$(2\bar{1}\bar{1}0)_\varepsilon \| (002)_\alpha$<br>$[0002]_\varepsilon \| [110]_\alpha$ | $(0002)_\varepsilon \| (110)_\alpha$<br>$[11\bar{2}0]_\varepsilon \| [\bar{1}1\bar{1}]_\alpha$<br>$(1\bar{1}00)_\varepsilon \| (\bar{1}\bar{1}2)_\alpha$<br>$[0002]_\varepsilon \| [110]_\alpha$ | |
| Nombre de variants | 12 | 24 | |

la symétrie cristalline de l'ancienne phase. C'est pourquoi en théorie, tous sont équiprobables.

De manière générale, les relations d'orientation entre la structure cubique centrée et la structure hexagonale compacte font que lorsqu'on comprime la maille cc, il existe 6 principaux variants d'orientation. Ensuite, chaque mécanisme de transition peut apporter des des critères d'orientations supplémentaires. Le shuffle par exemple double le nombre de variants pour la transformation directe $\alpha \rightarrow \varepsilon$ puisqu'il peut se produire dans les deux sens. Ainsi pour le mécanisme I de compression-shuffle, on trouve 6 ($\varepsilon \rightarrow \alpha$) ou 12 ($\alpha \rightarrow \varepsilon$) variants (i.e. orientations équivalentes différentes possibles de cristaux fils) à partir d'une orientation donnée d'un grain de la phase parent. Les mécanismes IIa et IIb introduisent quant à eux une étape supplémentaire de rotation qui double la quantité de variants et porte le nombre d'orientations possibles à 12 dans le sens direct $\varepsilon \rightarrow \alpha$ et 24 dans le sens inverse $\alpha \rightarrow \varepsilon$ (Tab. 7.1).

Dans notre étude, nous choisissons de nous concentrer sur le mécanisme IIa [Burgers, 1934]. Comme le shuffle n'introduit pas de changement de direction cristallographique, seuls 6 ($\varepsilon \rightarrow \alpha$) et 12 ($\alpha \rightarrow \varepsilon$) variants peuvent être discernés en diffraction des rayons X. Les relations d'orientation pour les 12 variants $\alpha \rightarrow \varepsilon$ (cc→hc) détectables en diffraction sont décrites dans le Tab. 7.2. Ces mêmes variants sont explicités dans la Fig. 7.4. Il existe 6 couples de variants classés selon la direction de croissance du cristal hexagonal fils notés de V1.X à V6.X. Il s'agit des 6 variants principaux dérivant des relations d'orientation entre le fer $\alpha$ et le fer $\varepsilon$ (Tab. 7.1). Chaque couple contient deux variants qui diffèrent uniquement par le sens de la rotation ($\pm 5,3°$) et sont notés VX.1 et VX.2. Les notations sont

TABLE 7.2 – Variants et relations d'orientation entre les plans cristallographiques (1e colonne) et les directions (2e colonne) de cc- et hc-Fe au cours de la transition $cc \rightarrow hc$, pour le mécanisme de Burgers [1934]. Colonne de droite : 12 variants cc→hc.

| Relations d'orientation pour la transition $\alpha \leftrightarrow \varepsilon$ | | |
|---|---|---|
| Plans cristallographiques | Directions cristallographiques | Variants cc→hc |
| $(110)_\alpha \parallel (0001)_\varepsilon$ | $[1\bar{1}1]_\alpha \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_\varepsilon$<br>$[\bar{1}11]_\alpha \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_\varepsilon$ | V1.1<br>V1.2 |
| $(101)_\alpha \parallel (0001)_\varepsilon$ | $[11\bar{1}]_\alpha \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_\varepsilon$<br>$[1\bar{1}\bar{1}]_\alpha \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_\varepsilon$ | V2.1<br>V2.2 |
| $(011)_\alpha \parallel (0001)_\varepsilon$ | $[11\bar{1}]_\alpha \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_\varepsilon$<br>$[1\bar{1}1]_\alpha \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_\varepsilon$ | V3.1<br>V3.2 |
| $(\bar{1}10)_\alpha \parallel (0001)_\varepsilon$ | $[111]_\alpha \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_\varepsilon$<br>$[11\bar{1}]_\alpha \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_\varepsilon$ | V4.1<br>V4.2 |
| $(\bar{1}01)_\alpha \parallel (0001)_\varepsilon$ | $[1\bar{1}1]_\alpha \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_\varepsilon$<br>$[111]_\alpha \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_\varepsilon$ | V5.1<br>V5.2 |
| $(0\bar{1}1)_\alpha \parallel (0001)_\varepsilon$ | $[111]_\alpha \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_\varepsilon$<br>$[\bar{1}11]_\alpha \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_\varepsilon$ | V6.1<br>V6.2 |

les mêmes que dans le Tab. 7.2. Pour la transformation inverse, on retrouve les 6 variants d'orientation principaux étant que le shuffle n'est pas discernable en diffraction. Un exemple de variant de fer $\alpha$ formé par la transition $\varepsilon \rightarrow \alpha$ est montré en Fig. 7.5. Les 5 autres variants principaux sont les équivalents de symétrie du cristal cubique obtenus par rotation.

#### 7.2.2.4 Pourquoi Burgers ?

**Dans d'autres métaux :** Tous les travaux menés sur la transition de phase $\alpha \leftrightarrow \varepsilon$ pour d'autres métaux tels que le barium [Chen et al., 1988], le titane [Stanford and Bate, 2004, Cayron, 2008] ou le zirconium [Wenk et al., 2004] ont désigné le mécanisme de Burgers [1934] comme chemin de transition. Par ailleurs, les expériences en conditions dynamiques de Dougherty et al. [2009] sur de l'acier ont confirmé le mécanisme de Burgers aux dépens des deux autres mécanismes, I et IIb.

**Dans le fer :** Il n'existe pas à ma connaissance de travaux traitant d'une étude texturale sur le fer pur, ce qui serait a priori le meilleur moyen de discriminer entre le mécanisme de Burgers [1934] et ceux de Wang and Ingalls [1998]. De manière générale, le mécanisme communément admis est donc le IIa [Kalantar et al., 2005, Miyagi et al., 2008, Dougherty et al., 2009, Wang et al., 2013]. Que ce soit théoriquement [Moroni and Jarlborg, 1996, Vočadlo et al., 1997, Caspersen et al., 2004, Johnson and Carter, 2008, Liu and Johnson, 2009, Dupé et al., 2013] ou

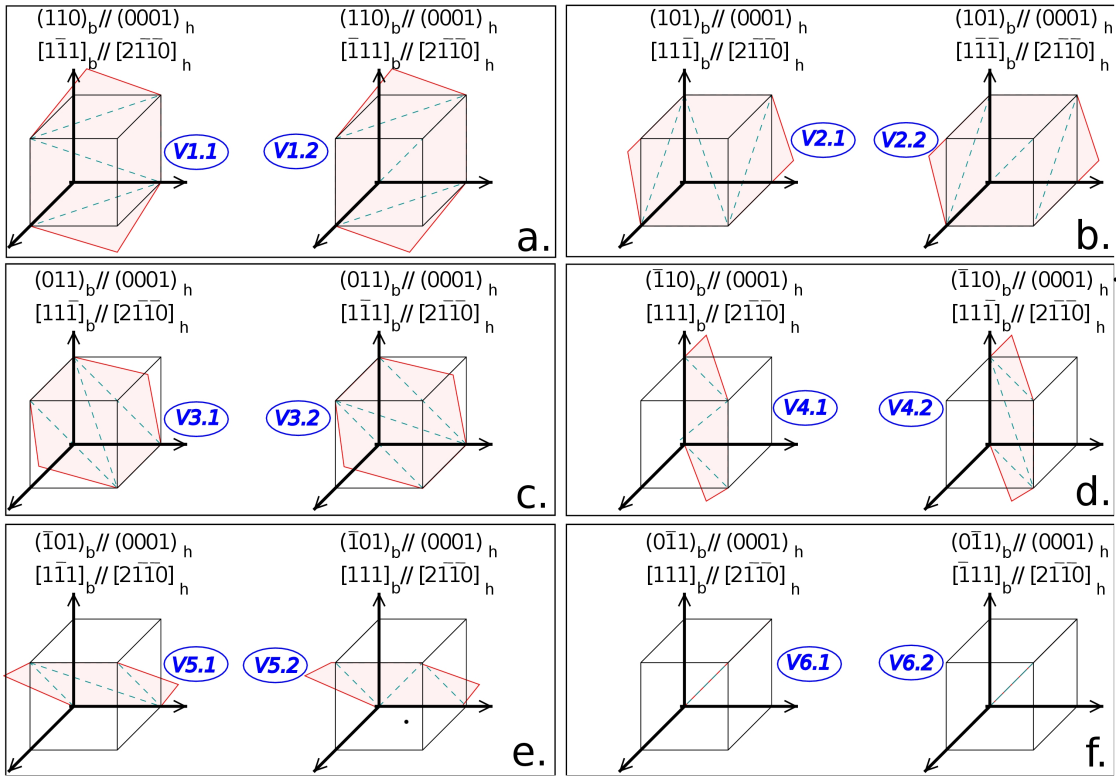



FIGURE 7.4 – Représentation des variants de la transformation cc→hc.

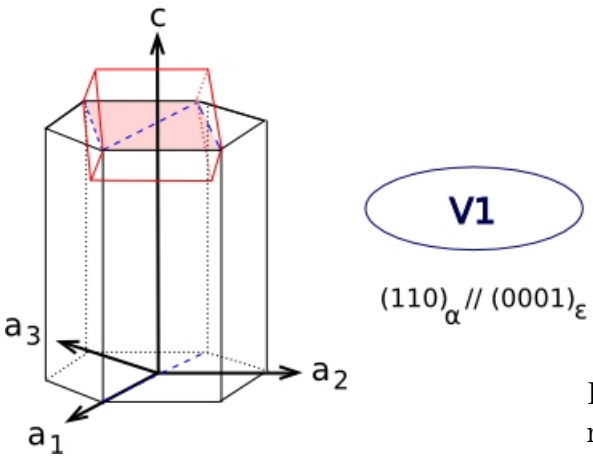



FIGURE 7.5 – Représentation d'un variant de la transformation hc→cc..

expérimentalement en conditions statiques [Miyagi et al., 2008] ou dynamiques [Kalantar et al., 2005], la plupart des publications sur le fer confirment en effet le mécanisme de Burgers [1934] avec quelques variations et généralisations [Hawreliak et al., 2006, Liu and Johnson, 2009, Dupé et al., 2013] qui ne changent pas pour autant le chemin de transition. Dans les grandes lignes, c'est toujours le mécanisme de Burgers [1934] qui est décrit. Quant aux autres mécanismes I et IIb, ils semblent moins probables. Il semble en effet que le mécanisme IIb faisant intervenir une phase $\gamma$ intermédiaire Wang et al. [2009, 2010] ne s'active que pour des circonstances expérimentales particulières. Bien que la phase $\gamma$ ait bien été observée en mesures XAFS par Wang and Ingalls [1998] et confirmée ensuite par les calculs de dynamique moléculaire de Kadau et al. [2005], il reste donc assez

peu mis en avant. Communément, on considère donc que le mécanisme activé lors de la transformation $\alpha \leftrightarrow \varepsilon$ dans le fer pur est le IIa [Burgers, 1934]. Quel que soit le mécanisme activé, on note cependant que les trois mécanismes sont proches au niveau des relations d'orientation et que c'est cela qui contrôle en grande partie la texture. Ainsi on peut espérer arriver à simuler la transformation $\alpha$-$\varepsilon$ en appliquant les relations d'orientations de Burgers [1934] même si ce n'est pas le mécanisme activé. Nous allons donc procéder à une étude texturale afin de vérifier si ce mécanisme permet bien de reproduire la transformation et s'il est possible de la simuler de manière fine.

# Chapitre 8

# Étude expérimentale de la transition $\alpha$-$\varepsilon$ du fer

## Sommaire


**8.1 Méthode . . . . . 140**
8.1.1 Synchrotron et cellule à enclumes de diamant (DAC) . . . . 140
8.1.2 Préparation et confinement des échantillons . . . . . 141
8.1.3 Protocole expérimental . . . . . 143
8.1.4 Traitement des données . . . . . 146
**8.2 Résultats . . . . . 147**
8.2.1 Hystérésis de transformation . . . . . 147
8.2.2 Paramètres microstructuraux . . . . . 148
8.2.3 Textures observées . . . . . 151
**8.3 Effet de la transformation sur la texture du fer polycristallin 153**
8.3.1 Etude de cas : effet de la transition de phase sur les orientations dans un polycristal très orienté . . . . . 153
8.3.2 Simulation sans sélection de variant . . . . . 155
8.3.3 Simulation avec sélection de variant . . . . . 157
8.3.4 Bilan des simulations . . . . . 161
**8.4 Discussion . . . . . 164**
8.4.1 Mécanisme de transition . . . . . 164
8.4.2 Quels effets agissent sur la transformation $\alpha$-$\varepsilon$ et sur les textures ? . . . . . 164
8.4.3 Limites de l'analyse texturale . . . . . 173
8.4.4 Et dans les autres métaux ? . . . . . 173
8.4.5 Et s'il y avait des phénomènes de transition de phase dans la graine terrestre ? . . . . . 174
**8.5 Conclusions . . . . . 176**


Nous avons souhaité mettre en place un protocole expérimental pour l'étude de texture lors des transitions de phase et des mécanismes associés, afin de constater les effets de ceux-ci sur l'anisotropie des échantillons polycristallins. Si ce type de procédure existe déjà aux conditions ambiantes, il n'a jamais été mis en place sous pression. Enfin, si les résultats le permettent, nous conclurons sur l'effet de transitions de phase dans la graine terrestre.

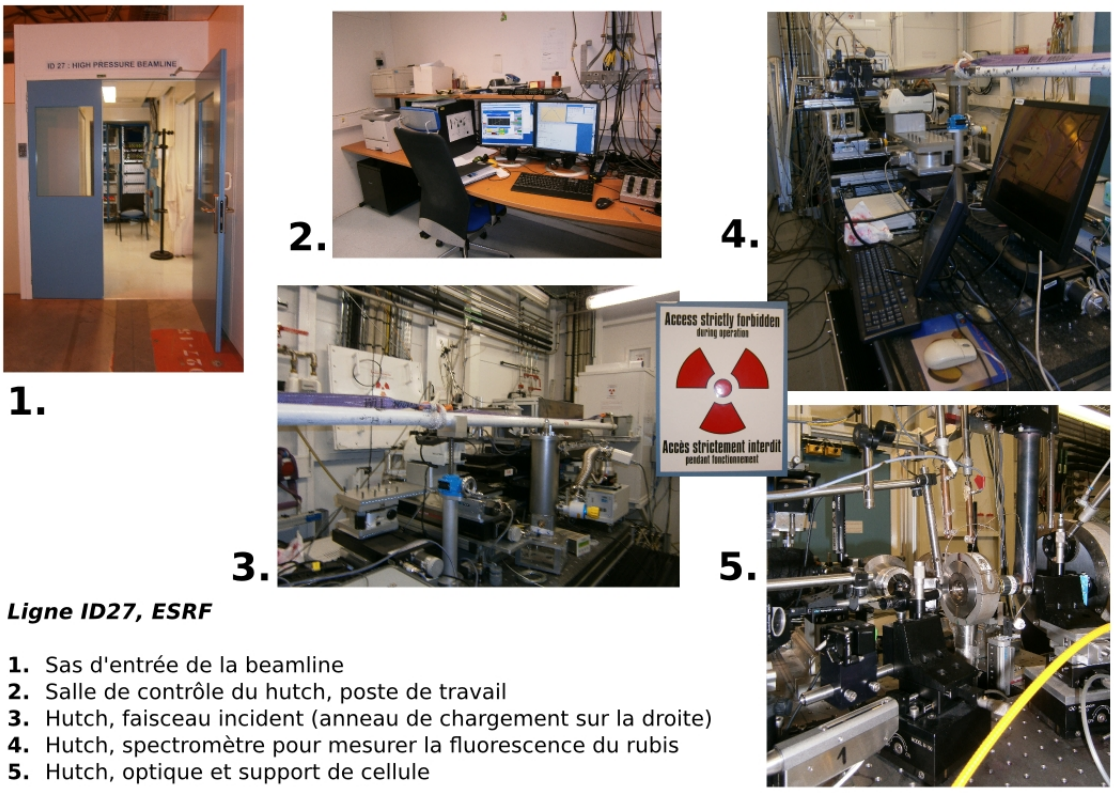



FIGURE 8.1 – Ligne de lumière ID27 pour les hautes pressions. Les différentes unités structurales et ressources expérimentales, mis à part le laboratoire de haute-pression pour la préparation des échantillons, sont présentées.

## 8.1 Méthode

### 8.1.1 Synchrotron et cellule à enclumes de diamant (DAC)

Nous avons procédé à des expériences de compression statique en conditions quasi-hydrostatiques. Pour atteindre les gammes de pression qui nous intéressent [vonBargen and Boehler, 1990, Taylor et al., 1991, Klotz et al., 2009], nous avons utilisé des cellules à enclumes de diamant (DAC). Les expériences ont été réalisées à l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) à Grenoble sur la ligne de haute pression, ID27 (Fig. 8.1).

Dans la perspective d'effectuer des cycles en pression, nous avons utilisé des DAC à membrane pressurisée (MDAC) (Fig. 8.2) [LeToullec et al., 1988, 1992] qui permettent un contrôle précis de la pression dans la cellule à distance depuis la salle de contrôle à l'aide d'un dispositif automatique de gonflage relié à la micro-valve de la membrane (Fig. 8.2) placé dans le hutch (Fig. 8.1). Ce montage nous a permis de suivre l'échantillon de fer en continu pendant toute la transformation entre les phases $\alpha$ et $\varepsilon$, sans arrêter le dispositif entre les points de mesure.

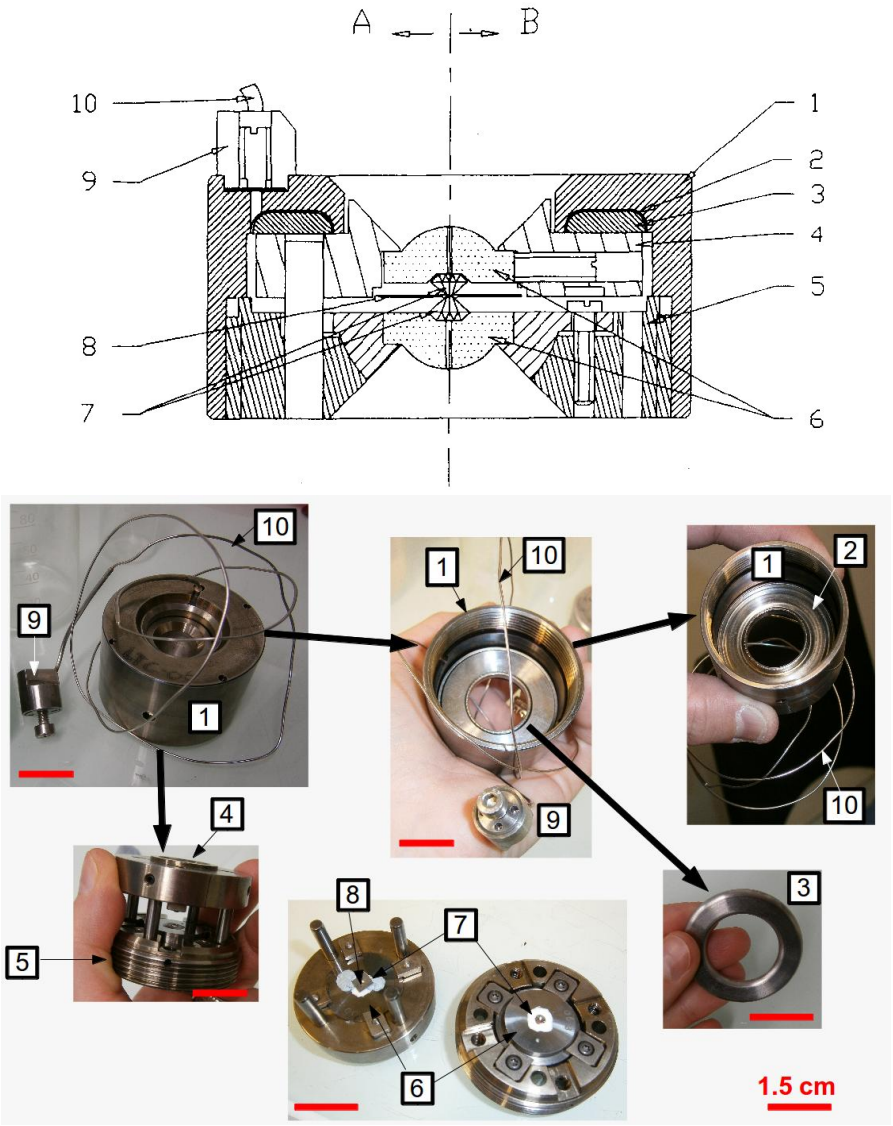



FIGURE 8.2 – Schéma de principe et photos de la MDAC [LeToullec et al., 1988, 1992]. : A, coupe à travers les repères ; B, coupe à travers les vis d'alignement. (1) coque de maintien ; (2) membrane ; (3) disque permettant de transférer la poussée au piston : (4) piston ; (5) plateau inférieur (corps de la cellule) ; (6) sièges en carbure de tungstène ; (7) enclumes de diamant ; (8) joint ; (9) connexion biconique à la micro-valve ; (10) tube capillaire. Le diamètre de la cellule est de 5cm, sa hauteur est de 2.5cm. Schéma explicatif extrait de LeToullec et al. [1992].

### 8.1.2 Préparation et confinement des échantillons

Les échantillons que nous avons utilisés sont des morceaux de feuille de fer de 30$\mu$m x 30$\mu$m pour une épaisseur de 25 ou de 5$\mu$m. Les échantillons ont été placés dans un joint de rhénium indenté à une épaisseur de 40$\mu$m et placé entre des faces de diamants d'un diamètre de 300$\mu$m ou 250/300$\mu$m. Une photo d'un chargement effectué est présenté en Fig. 8.3c. Pour pouvoir mesurer la pression in situ au cours de l'expérience, nous avons inséré des sphères de rubis d'un diamètre entre 3 et 5$\mu$m à l'intérieur du joint. Il s'agit d'un très bon calibrant de la pression aux gammes

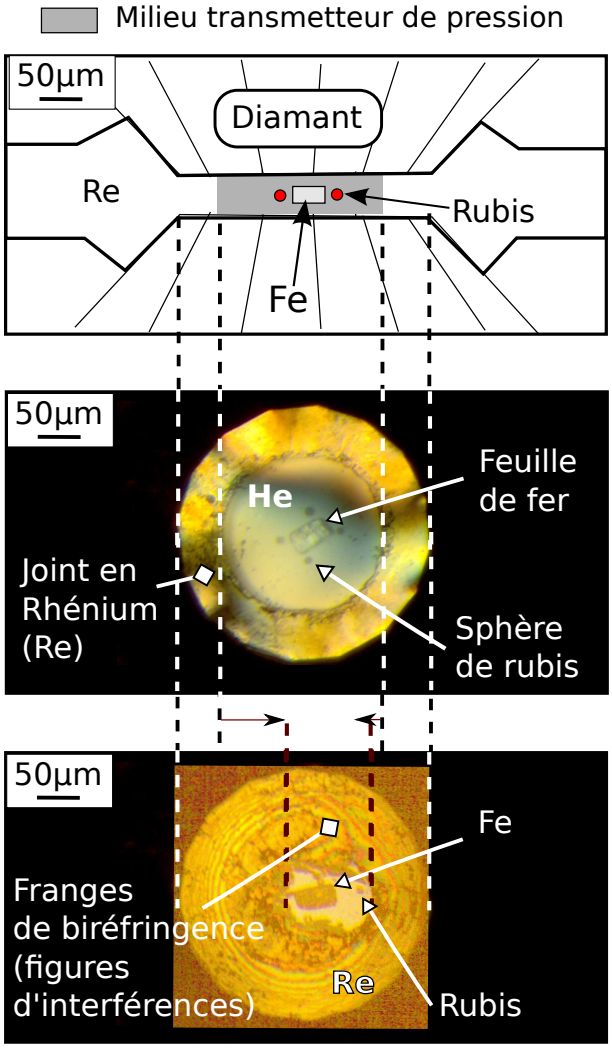



FIGURE 8.3 – Schéma de chargement et photo d'un échantillon de notre étude. Échantillon = feuille de fer de 25$\mu$m d'épaisseur. Indentation du joint en rhénium (Re) à une épaisseur de 40$\mu$m . Le rubis est utilisé comme marqueur de pression. Dans cet exemple de chargement, le milieu transmetteur de pression est l'hélium. ($a$) Schéma transversal du chargement. Le trou percé dans le joint en rhénium mesure $\approx$100$\mu$m de diamètre. ($b$) Photo de l'échantillon correspondant au schéma ($a$). ($c$) Photo de l'échantillon après augmentation de la pression. Le trou s'est beaucoup refermé. La pression est de $\approx$ 12 GPa, l'hélium est en train de se solidifier et le trou n'évolue plus. Des franges d'interférences sont la preuve de l'application de contraintes sur les faces des diamants.

de pression auxquelles nous opérons, entre 5 et 20 GPa. En effet, Dewaele et al. [2006] estime sa précision $P_{rubis} = P_{reelleDAC} \pm 0,05$ GPa jusqu'à 10 GPa, seuil à partir duquel celle-ci diminue régulièrement mais lentement pour atteindre $\pm$1,5 GPa pour des pressions $P_{reelleDAC}$ de l'ordre de 100 GPa [Dewaele et al., 2008]. Le hutch étant équipé d'un spectromètre pour mesurer la fluorescence du rubis commandé à distance, toutes les mesures peuvent toujours être réalisées depuis la salle de contrôle afin de ne pas interrompre inutilement le cours de l'expérience.

Dans notre étude, nous souhaitions en premier lieu suivre l'évolution des textures dans des conditions les plus hydrostatiques possibles afin de ne pas compliquer l'interprétation des données. C'est pourquoi le choix de milieu transmetteur pour confiner l'échantillon est fondamental. C'est tout naturellement que l'hélium, un gaz rare, s'est imposé à nous puisqu'il est incontestablement le milieu transmetteur le plus hydrostatique aux pressions auxquelles nous opérons [Zou et al., 1981, vonBargen and Boehler, 1990, Boehler et al., 1990, Taylor et al., 1991, Takemura, 2001, Tateiwa and Haga, 2009, Klotz et al., 2009] même après sa solidification à 12.1 GPa. En deuxième lieu, nous avons voulu étudier les effets de non-hydrostaticité sur la transition, dans l'optique d'explorer les propriétés physiques de la transformation $\alpha \leftrightarrow \varepsilon$. Nous avons donc choisi un deuxième milieu transmetteur traditionnel (pour les expériences en DAC), un mélange 4 :1 de

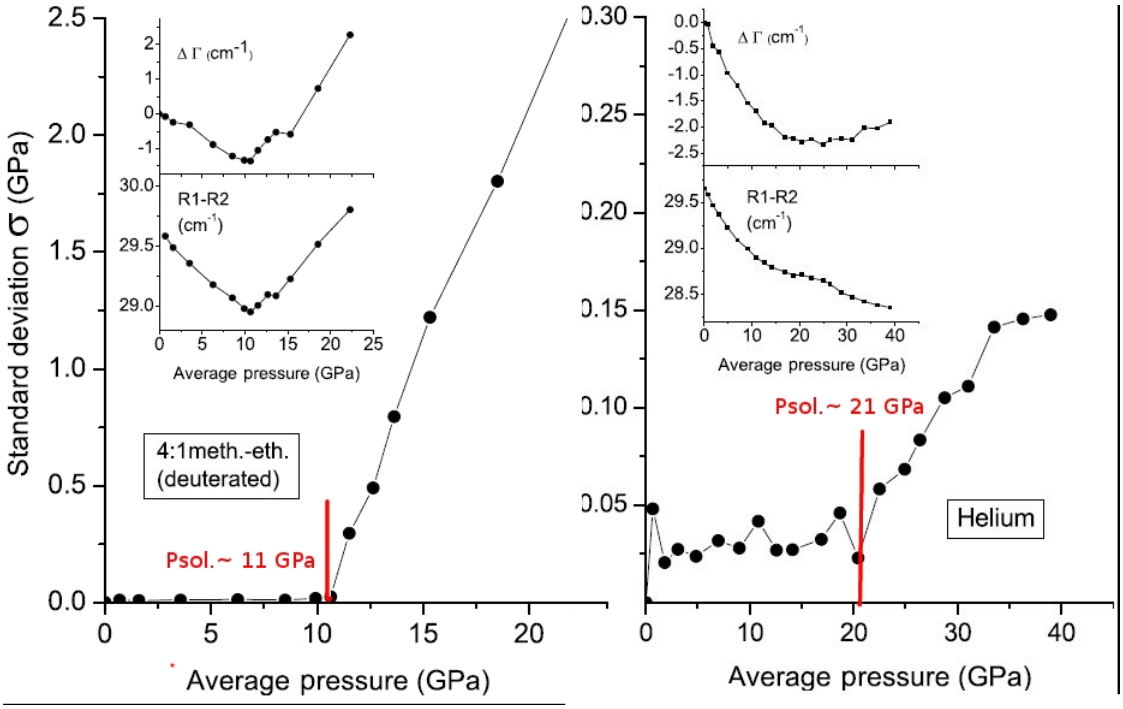



FIGURE 8.4 – Dépendance de l'écart-type standard $\sigma$ (figures principales), variation moyenne de l'évolution de la ligne R1 et de la moyenne R1-R2 pour un mélange 4 :1 methanol-ethanol (à gauche) et l'hélium (à droite). Modifié de Klotz et al. [2009].

méthanol-éthanol, liquide aux conditions ambiantes [Jayaraman, 1983, Piermarini and Braun, 1973, vonBargen and Boehler, 1990, Klotz et al., 2009]. Ce milieu transmetteur est quasi-hydrostatique jusque 10 GPa [Klotz et al., 2009]. Au delà, il se solidifie et la contrainte différentielle au sein de l'échantillon augmente rapidement. Dans la Fig. 8.4, nous présentons la dépendance de l'écart-type standard R1-R2 (entre les pressions mesurées sur différents rubis) en fonction de la pression hydrostatique pour chaque milieu transmetteur où R1 et R2 sont les pics de fluorescence du rubis. Cette figure met en relief les gammes de quasi-hydrostaticité de chacun des milieux transmetteurs choisis.

### 8.1.3 Protocole expérimental

En tout, nous avons effectué trois séries d'expériences dont les paramètres sont précisés dans le Tab. 8.1. Pour chaque série d'expériences, nous avons effectué trois cycles complets en pression autour de la transition $\alpha \leftrightarrow \varepsilon$ entre 5 et 25 GPa numérotés de C1 à C3. La durée et la fréquence des paliers de pression a été adaptée en fonction du stade de la transformation. Pendant les transitions (cf Fig. 7.2, page 132), la fréquence de collecte était d'une image de diffraction (Fig. 8.5) tous les 0,5 GPa avec un temps d'acquisition fixé à 10s sur la caméra CCD.

En dehors des gammes de pression de transition, la fréquence de collecte était réduite à une diffraction tous les 1 à 2 GPa. Les plaques images pouvaient tout au

TABLE 8.1 – Paramètres des séries d'expériences.

| MDAC | Milieu transmetteur | Epaisseur échantillon | Diamants |
|---|---|---|---|
| LTC06 | méthanol-éthanol 4 :1 | 25$\mu$m | 300$\mu$m |
| LTC09 | hélium | 25$\mu$m | 250/300$\mu$m |
| LTC06p | hélium | 5$\mu$m | 250/300$\mu$m |

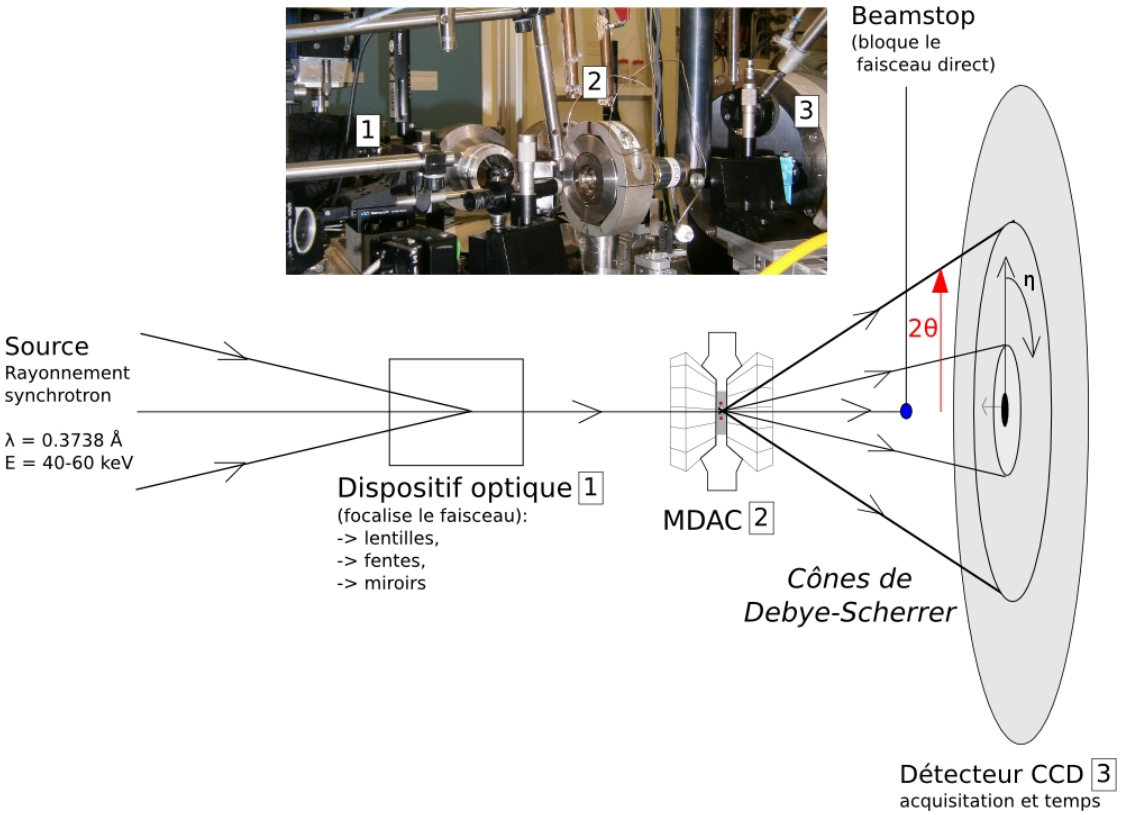



FIGURE 8.5 – Schéma de principe de diffraction des rayons X sous rayonnement synchrotron. La photo montre une MDAC contenant un échantillon de feuille de fer et chargée à l'hélium entre deux collectes d'images. $2\theta$ correspond au diamètre du cône de Debye-Scherrer associé à chaque pic de diffraction de l'échantillon. $\eta$ est l'angle de diffraction sur le détecteur.

long de l'expérience être consultées avec le logiciel de diffraction Fit2d installé sur les ordinateurs d'ID27. A titre d'exemple, une image de diffraction avec coexistence des phases hc et cc est présentée dans la Fig. 8.6. Le fait que les anneaux de diffraction ne soient pas continus est caractéristique d'une texture orientée.

Des exemples de pics de profils de diffraction moyens dans l'hélium sont présentés en Fig. 8.7 pour la phase de chargement C3.1 du cycle C3.

FIGURE 8.6 – Image de diffraction collectée au cours du cycle C3.1 dans He à une pression de 15,4 GPa à l'équilibre entre les deux phases, cc et hc.

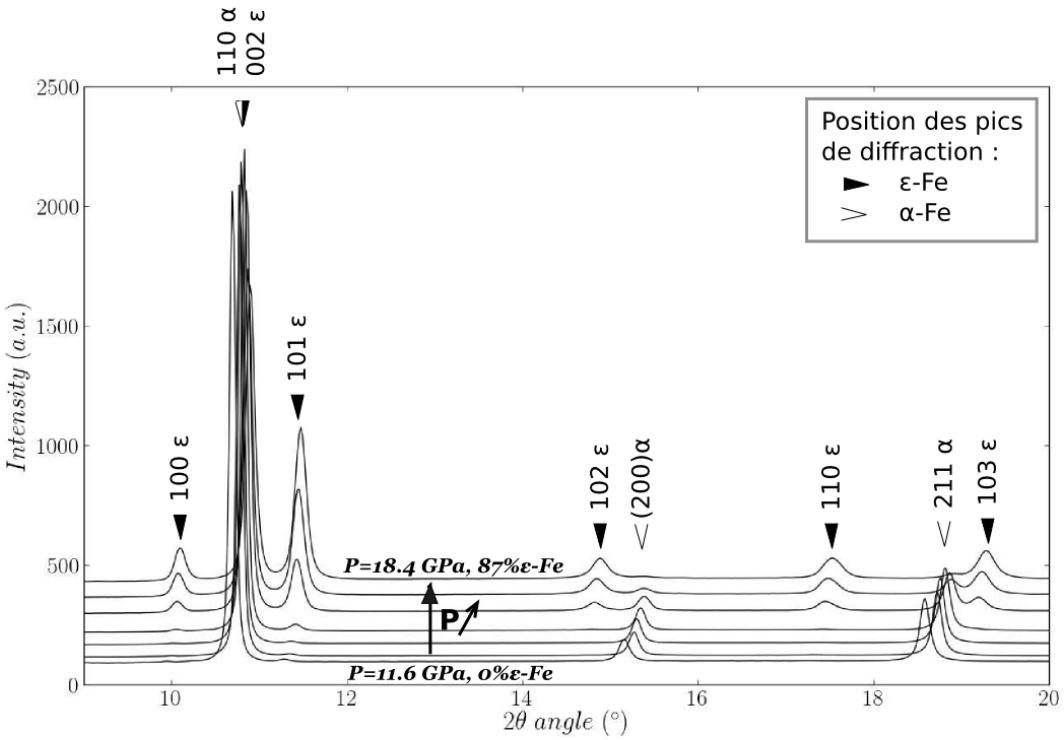



FIGURE 8.7 – Évolution de la position des pics de diffraction lors de la transition $\alpha \rightarrow \varepsilon$. Ces données correspondent aux diffractions obtenues pour la première MDAC chargée à l'hélium, LTC09, lors de la montée du troisième cycle de pression, C3.1. La troisième ligne noire en partant du haut correspond au diffractogramme moyenné sur $\eta$ de l'image de diffraction de la Fig. 8.6. Les pics de diffraction sont référencés en fonction de la phase cristalline et des indices de Miller des plans cristallographiques correspondants. Pour la phase hexagonale, la correspondance entre la notation d'indices de Miller à trois chiffres, (hkl), et la notation de Bravais-Miller à quatre chiffres (hkil) est la suivante : i=-(h+k). On a donc (100) ∥ (10$\bar{1}$0), (002) ∥ (0002), (101) ∥ (10$\bar{1}$1), (102) ∥ (10$\bar{1}$2) et (103) ∥ (10$\bar{1}$3).

A l'évidence, travailler uniquement sur les diffractogrammes 1D moyens imposerait une perte importante d'information angulaire ne permettant pas une analyse de texture. dans notre cas où les textures sont orientées. Pour ce faire, nous avons travaillé directement sur les images de diffraction 2D avec le logiciel MAUD [Lutterotti et al., 1999, Lutterotti and Bortolotti, 2003, Wenk et al., 2004, Ischia et al., 2005, Lonardelli et al., 2005, Lutterotti et al., 2007].

### 8.1.4 Traitement des données

#### 8.1.4.1 Principe

Nous avons donc traité nos données avec MAUD afin d'extraire un certain nombre d'informations utiles pour la suite de notre étude texturale :

- Evolution des proportions de phase,
- Paramètres de maille,
- Tailles de grains,
- (last but not least) Textures.

Le logiciel fait appel à la méthode Rietveld qui consiste à affiner directement les paramètres microstructuraux des phases cristallines sans passer par l'intégration des pics de diffraction du diffractogramme moyen.

> Des rappels sur 1) les conventions d'angles d'Euler, et 2) la construction des figures de pôle sont fournis en Annexe.
> ***Pour en savoir plus :*** Un powerpoint explicatif de la méthode Rietveld est disponible sur le site `http://www.ccp14.ac.uk/ccp/web-mirrors/lutterotti/~luttero/laboratoriomateriali/Rietveld.pdf` et vous trouverez un tutoriel complet du logiciel MAUD sur `http://merkel.zoneo.net/RDX/index.php?n=Maud.RadialDiffraction`.

#### 8.1.4.2 Exemple d'affinement

On affine sur MAUD l'image de diffraction correspondant à une mesure effectuée à une pression rubis de 15,4 GPa au cours de C3.1 dans LTC09 (He) (cf Figs. 8.6 et 8.7). On commence par affiner tour à tour dans $\varepsilon$ et $\alpha$ l'intensité incidente, les proportions de phase, les paramètres de mailles, les tailles de grains et les microcontraintes. Lorsque c'est fait, on peut affiner la texture à partir du modèle E-WIMW intrinsèque à MAUD. A nouveau, on affine pas à pas le diffractogramme 2D simulé jusqu'à ce qu'il soit fidèle aux résultats expérimentaux (Fig. 8.8).

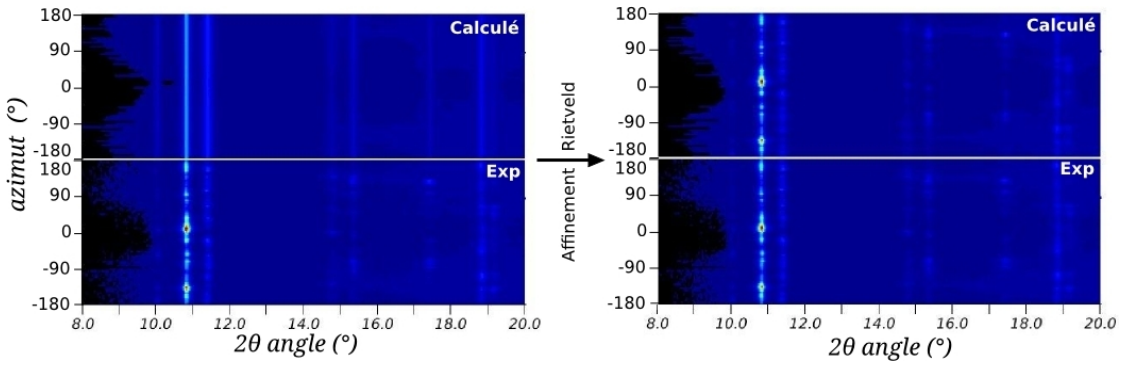



FIGURE 8.8 – Diffractogramme 2D expérimental et simulé en fonction de l'azimut $\eta$ (angle au détecteur) avant et après affinement par la méthode Rietveld avec le logiciel MAUD.

Dès que le résultat de l'affinement est fidèle aux données expérimentales, on peut récupérer, les proportions de phase, les valeurs des paramètres de maille et des tailles de grains. On enregistre enfin les ODFs (fonctions de distributions des orientations cristallines) de fer $\varepsilon$ et/ou $\alpha$ qui décrivent la texture au sein de l'échantillon. Pour exemple, les figures de pôle des plans cristallographiques principaux du fer $\alpha$ sont montrées en Fig. 8.9. Le repère principal de l'échantillon est précisé. Par convention, les figures de pôle sont présentées en projection stéréographique par rapport à la direction de compression. L'axe de compression est donc au centre des figures de pôle.

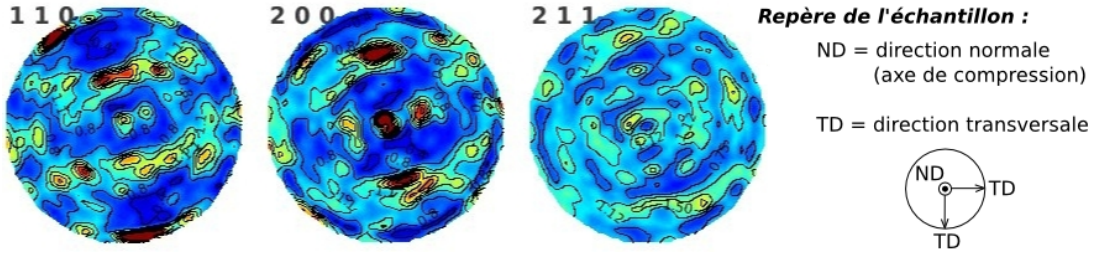



FIGURE 8.9 – Figures de pôle extraites de MAUD pour le fer $\alpha$ pour un point de mesure à P=15,4 GPa pendant la montée C3.1 dans LTC09.

## 8.2 Résultats

### 8.2.1 Hystérésis de transformation

La Fig. 8.10 présente l'évolution de la proportion de phase de hc-Fe au cours des expériences pour LTC09 ($a$) et LTC06 ($b$) (Tab. 8.1). Pour un échantillon plongé dans l'hélium, l'hystérésis de transformation est large, bien marquée et en accord avec la littérature [Taylor et al., 1991] (cf Fig. 7.2, page 132). De plus, on remarque que les cycles d'hystérésis sont stables au cours des transitions successives avec des courbes de proportion de phase qui sont plus ou moins confondues. L'hystérésis est centrée autour d'une pression d'équilibre des phases d'environ 12,5 GPa, ce qui est proche des 13 GPa généralement acceptés [Zou et al., 1981, vonBargen and Boehler, 1990]. Les gammes de pression de transition sont également proches des valeurs publiées : entre 12 et 17 GPa dans le sens direct $\alpha \rightarrow \varepsilon$ et entre 10 et 5 GPa pour la transformation inverse, $\varepsilon \rightarrow \alpha$. Notons que la gamme de pression de transition pour la transition $\alpha \rightarrow \varepsilon$ est assez étendue et semblable en amplitude à celle de la transition inverse. Ces pressions de transitions sont moins étendues que celles présentées par Rueff et al. [1999] avec $N_2$ : dans le sens direct, la transformation se déroulait de 10 à 16GPa, celle-ci commençait donc pour des pressions plus faibles.

Pour une transformation dans un mélange méthanol-éthanol, la gamme de pression de transition varie légèrement d'un cycle à l'autre, surtout dans le sens direct. La phase cc se transforme dans la phase hexagonale entre entre 10 et 20 GPa. Par rapport aux résultats de Rueff et al. [1999], on accuse un retard de 4 GPa

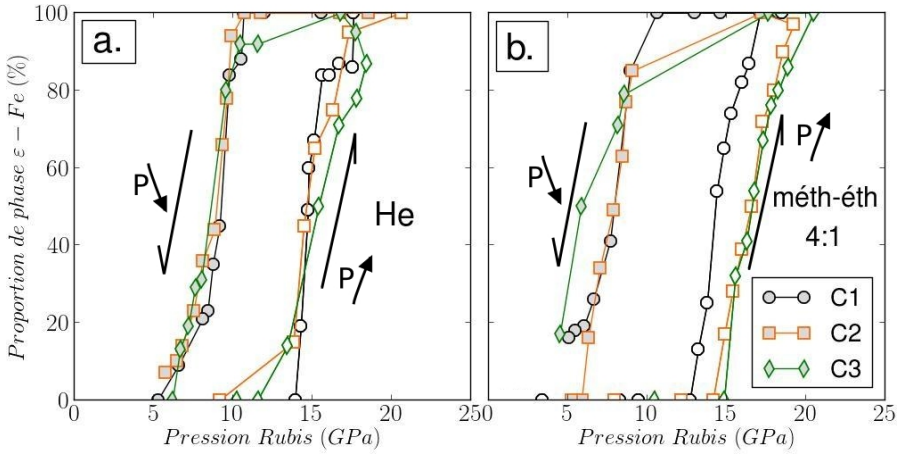



FIGURE 8.10 – Hystérésis expérimentale de transformation. La proportion de cristaux de fer $\varepsilon$ (%) est exprimée en fonction de la pression (GPa) pour LTC09 ($a$) et LTC06p ($b$). Les trois cycles de pression consécutifs sont représentés, de C1 à C3. Les phases de montée en pression sont indiquées par des marqueurs vides, les phases de descente sont en gris.

environ, ce qui place bien le diazote avant le mélange méthanol-éthanol en termes de qualité de quasi-hydrostaticité. Au retour, le fer $\varepsilon$ se transforme en fer $\alpha$ entre 10 et 3 GPa environ. Ces gammes de pression dessinent globalement une hystérésis plus large que pour l'hélium. La pression d'équilibre est abaissée à ≈11 GPa et se rapproche des valeurs avancées par Giles et al. [1971].

## 8.2.2 Paramètres microstructuraux

### 8.2.2.1 Volumes de maille

L'affinement Rietveld des paramètres microstructuraux a été effectué pour l'intégralité des données de diffraction sur l'ensemble des trois cycles de pression. Les paramètres de maille ($a$ pour le fer $\alpha$, $a$ et $c$ pour $\varepsilon$) dépendent de la position des pics. Il s'agit donc d'éléments robustes dont l'évolution peut être étudiée à la fois d'un point de vue qualitatif et quantitatif. Néanmoins, afin de limiter les erreurs (déjà faibles) d'affinement sur les valeurs des paramètres de maille obtenus, on choisit de calculer les volumes de maille par atome de la maille élémentaire (en $Å^3$/atome) pour chaque phase en présence.

$$Vmaille(\alpha)/atome = \frac{a^3}{2}$$
$$Vmaille(\varepsilon)/atome = \frac{\sqrt{3}a^2c}{4}$$

Les résultats des affinements pour LTC09 (à g.) et LTC06 (à d.) sont présentés sur la Fig. 8.11. Les gammes de pression de transition sont les suivantes : de 15 à 20 GPa pour la transformation $\alpha \rightarrow \varepsilon$, de 10 à 5 GPa pour $\varepsilon \rightarrow \alpha$. On observe une évolution régulière dans l'hélium, à la fois pour le fer $\alpha$ et $\varepsilon$, qui n'est pas retrouvée dans le méthanol-éthanol. Les points expérimentaux des deux phases dans l'hélium

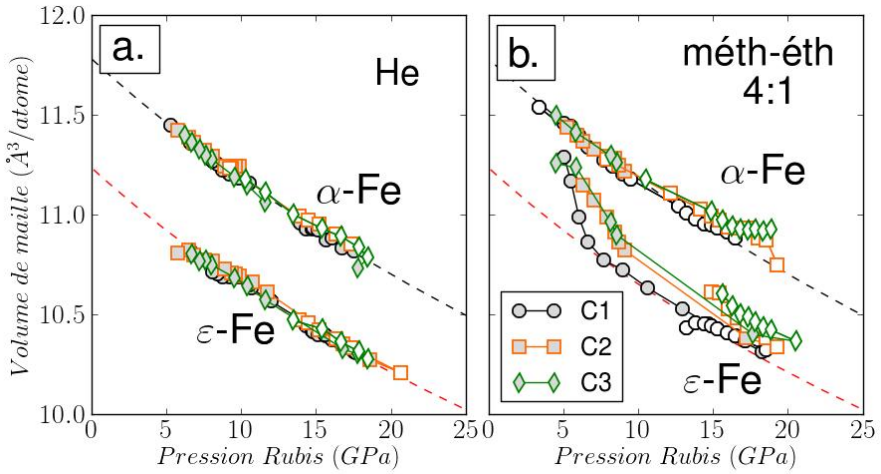



FIGURE 8.11 – Évolution des volumes de maille par atome de la maille élémentaire pour les phases $\alpha$ et $\varepsilon$ au cours du cyclage en pression pour pour LTC09 (à g.) et LTC06 (à d.). Les phases de montée en pression sont indiquées par des marqueurs vides, les phases de décompression sont en gris. Les lignes noire et rouge en pointillés correspondent aux équations d'état de Dewaele et al. [2008] respectivement pour les phases $\varepsilon$ et $\alpha$ à pression ambiante et T = 298K.

sont superposés avec l'équation d'état (EOS) de Dewaele et al. [2008] en conditions (quasi-)hydrostatiques, dans l'hélium également. Les volumes de maille sont stable au cours des transitions successives, dénotant une bonne reproductibilité de nos résultats avec le cyclage. On note une chute brutale du volume de maille entre les deux phases de fer dans l'hélium caractéristique d'un plus fort taux de compaction de la maille hc par rapport à la maille cubique centrée, de l'ordre de 6%.

Pour le méthanol-éthanol en revanche, seuls les points de données du fer $\alpha$ coïncident parfaitement avec l'EOS Dewaele et al. [2008]. On remarque en effet que les points de mesure pour la phase $\varepsilon$ divergent fortement du tracé de l'EOS publiée. C'est en particulier vrai pour les pressions les plus basses pour lesquelles les proportions de cristaux de structure hc sont les plus faibles. On constate également que l'évolution des volumes de maille n'est pas stable au cours des cycles. Si pour la montée en pression du premier cycle, les points de mesures se rapprochait de plus en plus de l'EOS jusqu'à la suivre, on remarque que plus on avance dans le cyclage, plus nos points divergent de l'EOS en dérivant vers le haut. Contrairement à l'hélium, on n'observe de réel saut de volume que pour la transition directe. Dans le sens inverse en revanche, tout se passe comme si la transformation se faisait plus graduellement. Au cours de l'expérience, nous avons remarqué l'existence de grains métastables de fer $\varepsilon$ persistant bien en dehors de la gamme de pression de transition. Au fur et à mesure des cycles, la pression de disparition de ces grains était plus basse. Pour le troisième cycle, il restait encore des grains de fer $\varepsilon$ à 4 GPa. Il est probable que ce soit ces grains qui induisent la disparition apparente du saut de volume dans le méthanol-éthanol.

#### 8.2.2.2 Tailles de grains

La taille des cristallites dépend principalement de la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction. Sans calibration propre préalable, que nous n'avons pas effectuée, il s'agit plus d'un paramètre mathématique que d'une véritable estimation des tailles de grains. Cela ne permet pas d'interprétations quantitative de ces paramètres. On peut tout de même représenter leur évolution en fonction de la pression afin de pouvoir définir une tendance. Les résultats des tailles des cristallites pour LTC09 (colonne de gauche) et LTC06 (colonne de droite) sont présentés en Fig. 8.12. Dans les deux cas, on observe des tailles de grains variant entre 50

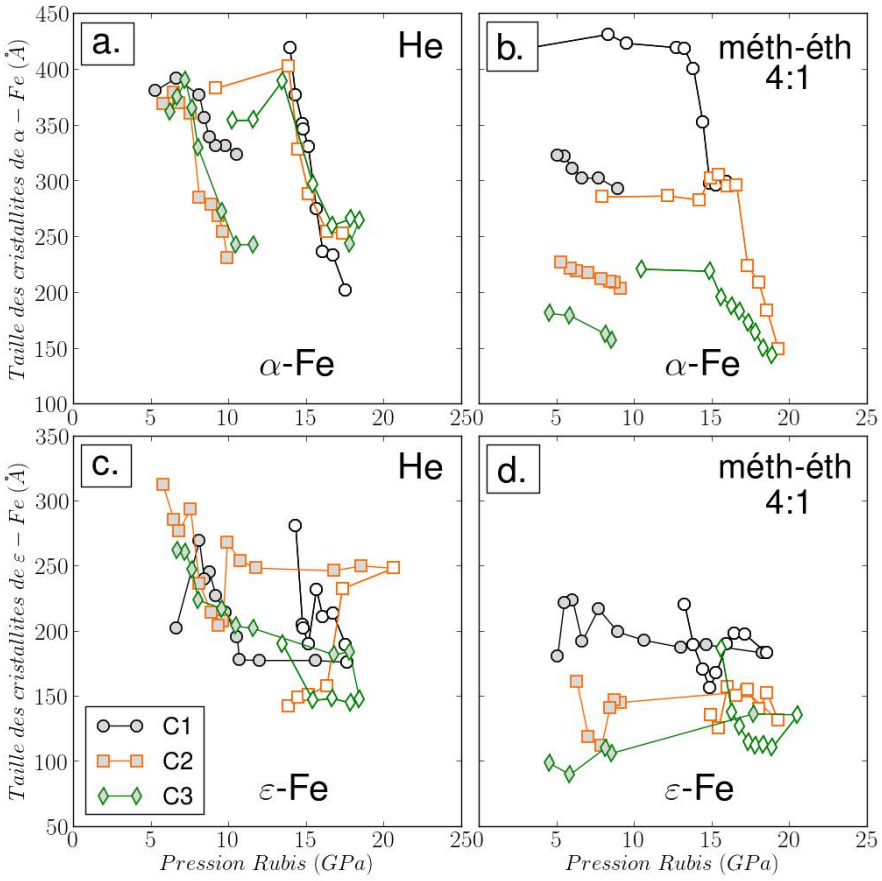



FIGURE 8.12 – Évolution de la taille des cristallites de fer $\alpha$ et $\varepsilon$ pour les trois cycles pour LTC09 (à gauche) et LTC06 (à droite). Les phases de montée en pression sont indiquées par des marqueurs vides, les phases de décompression sont en gris.

et 450Å. On remarque que les tailles de cristallites de fer $\varepsilon$ sont généralement plus petites que pour la phase $\alpha$. De manière générale, on observe que les tendances sont sensiblement les mêmes pour les deux phases cristallines pour un même milieu transmetteur bien que ce soit plus apparent pour avec le fer $\alpha$. Il existe des différences nettes de tendance entre l'hélium et le méthanol-éthanol. Pour LTC09, on voit une superposition approximative des courbes de tailles de grains selon une tendance qui est réminiscente de l'hystérésis de transformation (Fig. 8.10). Dans le méthanol-éthanol, les tailles de grains diminuent cycle après cycle et l'évolution n'est pas stable, contrairement à ce qui était observé pour l'hystérésis.

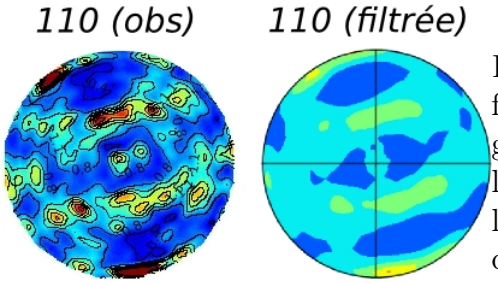



FIGURE 8.13 – Comparaison des figures de pôle expérimentale (à gauche) et filtrée (à droite) pour les plans cristallographiques 110 de l'exemple de la Fig. 8.9. L'échelle de couleur est la même.

### 8.2.3 Textures observées

Les textures obtenues sont complexes et très orientées. Afin de simplifier nos résultats, on filtre les textures expérimentales pour mettre en relief les orientations prépondérantes à l'aide d'un filtre gaussien de largeur (Fig. 8.13). Les ODFs qu'on récupère à la sortie de MAUD contiennent un nombre d'orientations cristallographiques discrètes très grand et donc très détaillé. Nous réduisons ce nombre d'orientations à 3000. Cela permet de filtrer les orientations préférentielles principales en lissant les orientations secondaires pour faciliter la comparaison entre les textures simulées et les textures mesurées. Les résultats des affinements des textures observées (i.e. expérimentales ou mesurées) pour les phases pures sont présentés en Fig. 8.14.

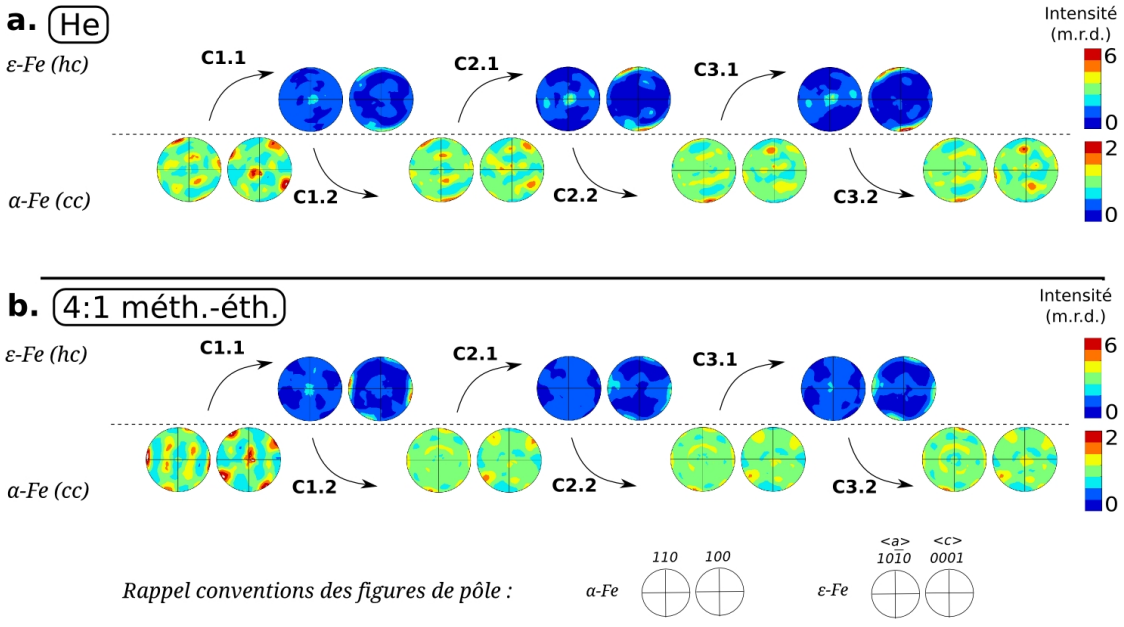



FIGURE 8.14 – Figures de pôles observées pour le fer $\alpha$ et $\varepsilon$ au cours des différentes étapes de l'expérience. C1, C2 et C3 : cycles C1, C2 et C3. (.1) figures après compression, (.2) figures après décompression. En haut, expérience dans l'hélium (LTC09) ($a$). En bas, expérience dans le méthanol-éthanol (LTC06) ($b$). Les intensités sont exprimées en m.r.d (multiples of a random distribution).

La texture initiale de la feuille de fer (début de C1.1) est une texture industrielle typique de laminage [Wenk and Houtte, 2004]. Elle est la même bien que légère-

ment tournée pour les deux milieux transmetteurs. C'est logique puisque les deux échantillons proviennent de la même feuille de fer. Les textures de transformation de fer cubique centré (cc) sont issues des diffractions de début de chaque cycle (avant les chargements CX.1). Les textures de fer hexagonal (cc) correspondent à un maximum de pression à la fin d'une étape de chargement (notée CX.2) avant d'entamer la descente en pression. Pour la texture de fer $\alpha$ à la fin du troisième cycle, il restait encore quelques grains persistants de $\varepsilon$ mais il n'était pas possible de descendre en deçà de 4 GPa puisqu'on risquait d'ouvrir la cellule.

Quel que soit le milieu transmetteur de pression et le cycle, on observe des textures dans le fer $\varepsilon$ très fortes et très orientées. Les textures observées dans le fer $\alpha$ sont plus faibles, y compris la texture initiale de laminage (intensité entre 0 et 2 m.r.d. pour le fer $\alpha$ contre 0 à 6 m.r.d. avec $\varepsilon$).

On observe que la transition directe $\alpha \rightarrow \varepsilon$ produit une (He) ou deux (méthanol-éthanol) famille(s) de grains majoritaire(s). Quel que soit le milieu transmetteur de pression, on remarque le regroupement des réflexions des axes $c$ à 90° de la direction de compression. Dans le méthanol-éthanol, les deux familles de grains sont orthogonales, ce qui peut être un effet de géométrie dans la cellule. Les intensités des réflexions sont les mêmes, ce qui indique qu'elles contiennent environ la même proportion de grains de fer $\varepsilon$ à l'exception du cycle 1 où la famille de grain dans la direction transversale de l'échantillon est dominante. Les axes $a$ montrent quant à eux des orientations plus diffuses en raison de la symétrie hexagonale, néanmoins on retrouve bien les réflexions perpendiculaires à celles des axes $c$. Dans l'hélium, on constate que la texture s'intensifie au cours du temps. Cela s'accompagne de la disparition des orientations secondaires diffuses des axes $c$ centrés autour de la direction de compression. Dans le méthanol-éthanol en revanche, l'intensité des textures apparaît sensiblement identique pour tous les cycles à partir du cycle 2.

La transition inverse $\varepsilon \rightarrow \alpha$ ne produit pas le même type de texture en fonction du milieu transmetteur. Dans le méthanol-éthanol, la texture est relativement simple avec une orientation préférentielle apparente des grains de fer $\alpha$ avec les plans latéraux perpendiculaires à la direction de compression. On remarque une symétrie hexagonale dans la disposition des réflexions des plans $110_\alpha$ héritées de la texture très orientés des grains parents de fer $\varepsilon$. Dans l'hélium, les figures de pôle observées sont plus complexes et les orientations décrites pour les plans cristallographiques ne correspondent pas à celles mesurées dans le méthanol-éthanol. Elles ne présentent aucune symétrie hexagonale héritée de la phase mère. Les textures du fer $\alpha$ semblent stables au cours des cycles, notamment dans le cas du méthanol-éthanol. Il existe cependant des différences en terme d'intensité, notamment pour la texture observée dans le fer $\alpha$ au début du cycle 2. Dans l'hélium cependant, le déplacement des maximas d'intensité dans les textures observées entre la texture de fer $\alpha$ à la fin du cycle 1 et la texture de fin du cycle 2 montre que les textures ne sont pas stabilisées avant au moins le troisième cycle en pression. En résumé, on note que pour chaque milieu transmetteur il y a une stabilisation des textures de transformation du fer $\alpha$ à partir de la fin du cycle C2.2.

## 8.3 Effet de la transformation sur la texture du fer polycristallin

Afin de simuler les textures, nous avons appliqué le mécanisme de Burgers [1934]. On utilise comme point de départ de chaque simulation l'ODF expérimentale d'une phase pure mesurée expérimentalement à laquelle on applique les relations d'orientation de Burgers [1934] pour simuler l'effet de la transition de phase sur les orientations dans le polycristal.

### 8.3.1 Etude de cas : effet de la transition de phase sur les orientations dans un polycristal très orienté

On prend le cas parfait de deux échantillons polycristallins, un de fer $\alpha$ (en haut), l'autre $\varepsilon$ (en bas) (Fig. 8.15) d'orientation arbitraire forte. Un grain est montré pour chaque échantillon. Dans le cas idéal de l'exemple, on suppose que tous les autres grains sont parfaitement alignés avec ceux-ci. Les directions trans-

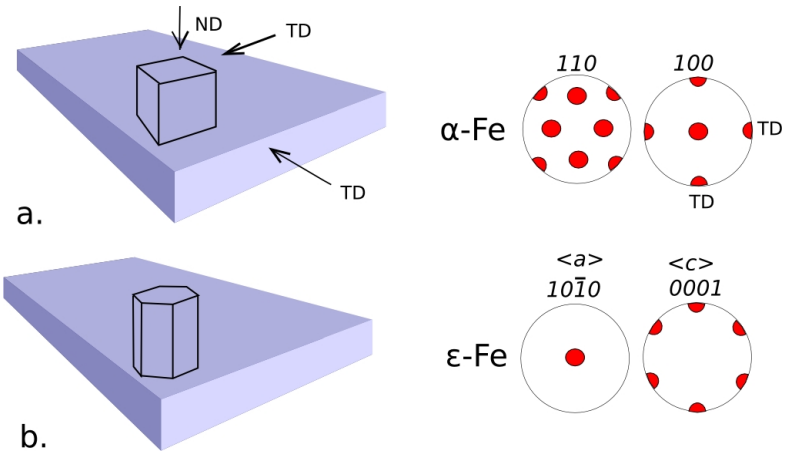



FIGURE 8.15 – Etude de cas : définition d'une orientation préférentielle unique arbitraire pour un polycristal de fer $\alpha$ (a) et $\varepsilon$ (b). Les figures de pôle de ces phases sont reportées à droite. (RD,TD,ND).

versales (TD) du repère principal de l'échantillon sont rappelées en haut. La direction normale correspondant à la direction de compression est perpendiculaire au plan de la feuille. A droite, je présente les figures de pôle parfaites des plans cristallographiques principaux pour ces échantillons fictifs. Les orientations sont nettes et caractéristiques d'un alignement des pôles latéraux du fer $\alpha$ et basaux du fer $\varepsilon$ perpendiculairement à l'axe de compression. Les symétries cubiques et hexagonales apparaissent clairement. J'effectue maintenant une transformation de phase sur ces deux échantillons. Sur l'échantillon cubique, je procède à la simulation de la transformation dans le sens direct $\alpha \rightarrow \varepsilon$ à l'aide de notre modèle de transition. Celui-ci est purement mécanique et ne prend en compte que les relations d'orientation entre les deux phases. Pour l'échantillon hexagonal idéal, je simule cette fois-ci la transformation dans le sens inverse $\varepsilon \rightarrow \alpha$.

Les relations géométriques relatives au mécanisme de Burgers (Tab. 7.2) vont définir 12 variants possibles dans le sens direct, 6 dans le sens inverse. J'impose comme condition initiale l'hypothèse selon laquelle seul un variants est activé par simulation. Après avoir choisi le variant, je simule les figures de pôle de la phase fille qu'on obtiendrait si tous les grains de la phase mère produisait ce seul variant. Je réitère cette étape pour chacun des variants. J'obtiens donc 12 textures simulées dans le sens direct et 6 dans le sens inverse. La Fig. 8.16 présente les figures de pôles produites pour chacun des variants à partir des deux échantillons d'orientation arbitraire présentés en (Fig. 8.15).

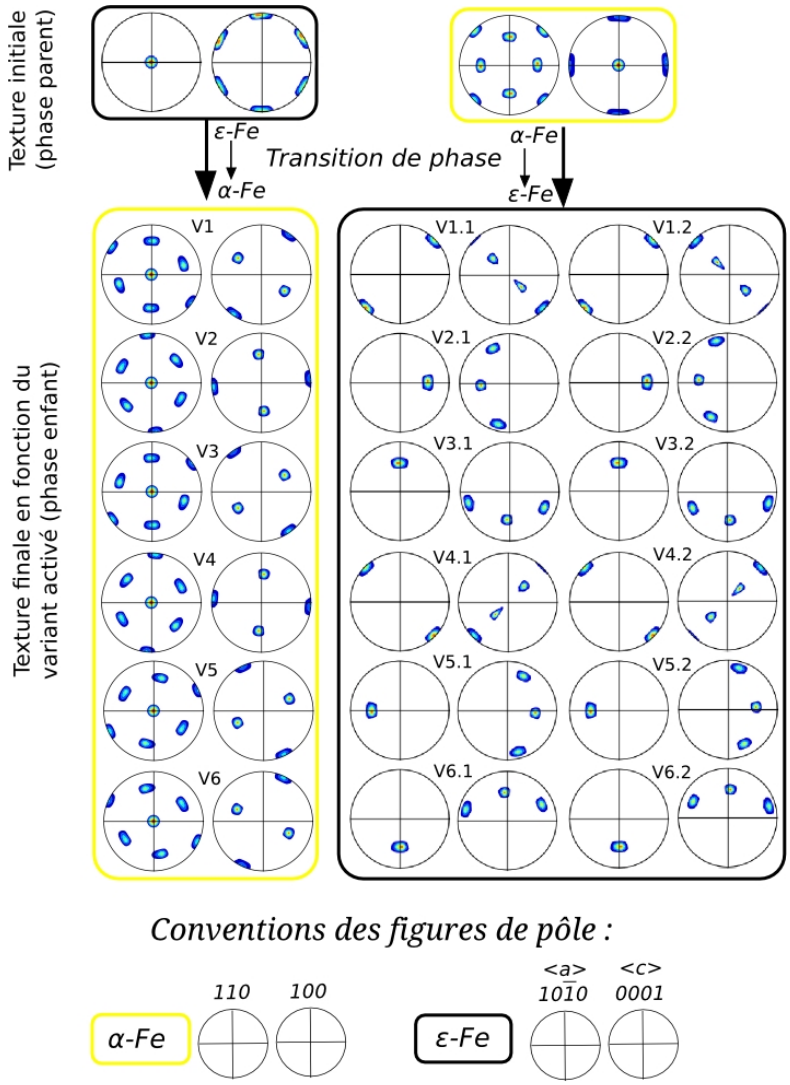



FIGURE 8.16 – Simulation de transformation selon chaque variant à partir d'une texture simple de la phase parente. En haut à gauche, texture initiale de fer $\varepsilon$. En bas à gauche, figures de pôles unitaires des 6 variants de fer $\alpha$ produits par la transition $\varepsilon \rightarrow \alpha$. En haut à droite, texture initiale orientée de fer $\alpha$. Dessous : les 12 variants et les figures de pôle de fer $\varepsilon$ associées. Les notations des variants sont celles de Tab. 7.2.

Dans les deux sens de transformation, il apparaît que chaque variant présente une signature caractéristique en terme d'orientations cristallines. Comme on est

dans un cas idéal avec des textures très orientées, on peut séparer les variants en fonction de la texture finale. Les variants présentant des directions cristallographiques différentes (notés VX et VY) montrent des réflexions d'orientations différentes. Dans ce cas idéal, on observe également un léger décalage entre les réflexions des figures de pôles des variants proches avec la même direction cristallographique (VX.1 et VX.2). Ce petit déplacement correspond au shuffle et correspond à une rotation de $\pm 5,3°$.

Dans la réalité, il est rare de ne sélectionner qu'un seul variant. Les figures de pôle finales après transition sont alors la somme des orientations cristallines produites par tous les variants activés au cours de la transformation. Si on reprend l'échantillon de fer $\alpha$ avec une texture simple de l'exemple et qu'on considère tous les variants équiprobables (i.e. on ne fait aucune sélection de variants), les figures de pôle finales de la phase hexagonale sont alors la somme de l'ensemble des 12 orientations possibles (Fig. 8.17a.). Il arrive cependant assez couramment que certains variants soient sélectionnés aux dépens d'autres (*b.*), sous l'effet d'une contrainte par exemple. Dans ce cas, les figures de pôles de la phase $\varepsilon$ sont des composites des orientations des seuls variants activés.

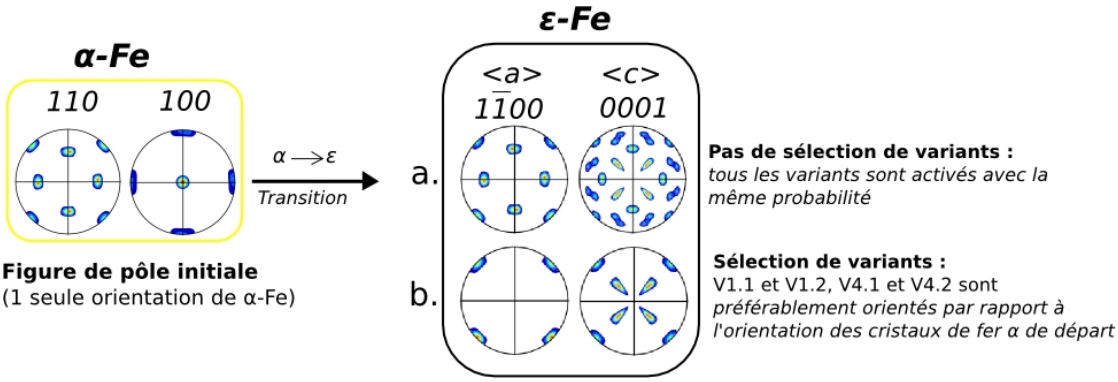



FIGURE 8.17 – Signature en texture d'une sélection de variant. Les figures de pôles finales de la nouvelle phase, ici $\varepsilon$, présentent une texture de transformation qui dépend des variants activés. (*a*) pas de sélection de variant, (*b*) sélection de 4 variants parmi les 12 possibles.

Dans les deux cas avec ou sans sélection de variant (*a.* et *b.*), le mécanisme de Burgers [1934] est toujours vérifié, bien que les textures finales soient très différentes. De manière générale, si le mécanisme de transition supposé est le bon, on peut simuler les textures expérimentales issues de la transition en modulant en entrée les conditions de sélection de variant si nécessaire.

### 8.3.2 Simulation sans sélection de variant

Dans un premier temps, on suppose que tous les variants du mécanisme de Burgers sont équiprobables dans les deux sens de la transition $\alpha \leftrightarrow \varepsilon$. Les résultats des simulations sont présentés en Fig. 8.18. Les textures simulées de fer $\alpha$ et $\varepsilon$ sont

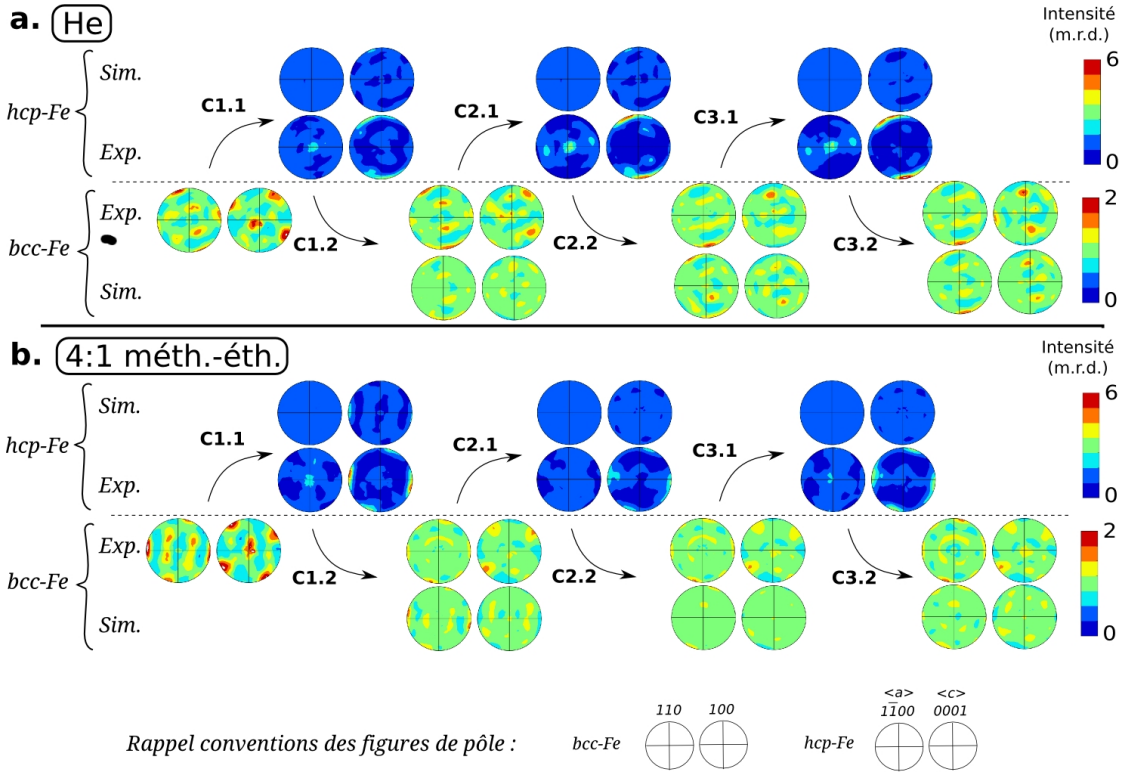



FIGURE 8.18 – Simulation sans sélection de variant de la transition $\alpha \leftrightarrow \varepsilon$ dans l'hélium ($a$) et dans le méthanol-éthanol ($b$) sur l'ensemble des trois cycles de pression par le mécanisme de Burgers [1934]. Les textures expérimentales filtrées sont reportées sur les lignes marquées 'Exp' et les textures simulées correspondantes sur les lignes 'Sim'. Les notations des cycles sont les mêmes que pour la Fig. 8.14. Les intensités des pics sont exprimées en m.r.d (multiples of a random distribution).

présentées respectivement en dessous et au dessus des lignes de textures expérimentales de correspondantes extraites de la Fig. 8.14. Le bilan de la simulation de la transition $\alpha \leftrightarrow \varepsilon$ est mitigé. Dans le sens direct $\alpha \rightarrow \varepsilon$, les textures simulées de fer $\varepsilon$ sont faibles (de 0 à 2 m.r.d.) quel que soit le milieu transmetteur de pression, ce qui n'est pas en accord avec les textures expérimentales fortes (jusqu'à 10 m.r.d. localement). Les fortes orientations préférentielles des textures expérimentales ne sont pas du tout reproduites. Il n'y a aucune amélioration avec le cyclage, il semble même que cela rende encore plus aléatoires les textures dans l'hélium et dans une moindre mesure dans le méthanol-éthanol.

Dans le sens inverse, les résultats de simulation sont plus satisfaisants bien que cela varie en fonction du milieu. Tout d'abord, on constate que l'écart entre les intensités expérimentales est plus réduit, la diminution n'est que de ≈0.5 m.r.d. Dans l'hélium, on observe que les orientations cristallines dans les figures de pôle simulées du fer $\alpha$ concordent assez bien avec les textures expérimentales filtrées, malgré l'intensité moindre. On remarque que l'intensité de ces textures simulées augmente avec le cyclage et se rapproche peu à peu de celles mesurées expérimentalement. A la fin du cycle C3, les intensités des textures cc-Fe simulée et expérimentale sont pratiquement identiques. La simulation est dès lors assez bien

représentative des textures expérimentales. Dans le méthanol-éthanol en revanche, le manque d'intensité des textures simulées n'est pas la seule différence puisque les orientations simulées sont elles-aussi incompatibles avec les résultats expérimentaux. Si les textures expérimentales montrent un regroupement des plans $(001)_{cc}$ perpendiculairement à la direction de compression, les orientations simulées sont plutôt aléatoires. Cela ne s'améliore pas vraiment non plus avec le cyclage, avec une petite incertitude pour le cycle 3 où les orientations simulées semblent correspondre légèrement plus à celles mésurées expérimentalement.

### 8.3.3 Simulation avec sélection de variant

***Point méthode : simulation avec sélection de variant***
On procède en deux étapes. On commence par appliquer les critères de sélection de variant sur toutes les orientations cristallines de la phase mère. Lorsqu'un grain parent ne présente aucune solution de variant vérifiant les critères géométriques fixés, il est mis de côté. Les autres cristallites qui possèdent un ou plusieurs variant(s) favorisé(s) transitent directement vers la phase finale en générant un exemplaire de chaque variant sélectionné. Les orientations cristallines correspondantes sont enregistrées. Lorsque tous les grains parents favorables ont été traités, on procède à une simulation de la transition sans sélection de variant sur les grains rejetés restants. Les nouvelles orientations sont ajoutées aux orientations préalablement déterminées, créant ainsi une ODF discrète pour la nouvelle phase. On calcule pour finir la texture simulée de la phase cristalline fille à partir de cette ODF.

#### 8.3.3.1 Critères de sélection

##### Une forte sélection de variant pour la transformation directe $\alpha \rightarrow \varepsilon$

Si les résultats sans sélection de variant pour la transition $\varepsilon \rightarrow \alpha$ dans l'hélium sont dans l'ensemble cohérents avec les observations, pour la transformation inverse dans l'hélium et pour l'ensemble des simulations dans le méthanol-éthanol, il existe un écart important entre les textures simulées et mesurées. Selon toute logique et dans le cas d'une transition de phase comme celle-ci qui présente un grand nombre de variants possibles, s'il n'y a aucune sélection de variant qui s'opère au cours du cyclage, l'intensité des textures diminue progressivement jusqu'à devenir aléatoire. A l'évidence, ce n'est pas le cas ici. Pour le fer hexagonal, les textures de transformation sont trop intenses pour qu'il n'y ait eu aucune sélection de variant à l'origine [Stanford and Bate, 2004].

Dans l'exemple simplifié de la Fig. 8.17, on montre qu'il est tout-à-fait possible de générer des textures avec une orientation préférentielle qui corresponde aux observations si on sélectionne systématiquement les variants qui présente un axe $c$ inclus dans le plan de l'échantillon, soit perpendiculaire à la direction de compression (Fig. 8.19). Pour une quelconque orientation cristallographique d'un grain de la phase mère, on calcule donc les angles d'Euler ($\phi1$,$\Phi$,$\phi2$) des variants qui lui correspondent. On applique un filtre $\Phi \in [0; \Phi_0]$, où $\Phi_0 = 10°$ dans l'hélium

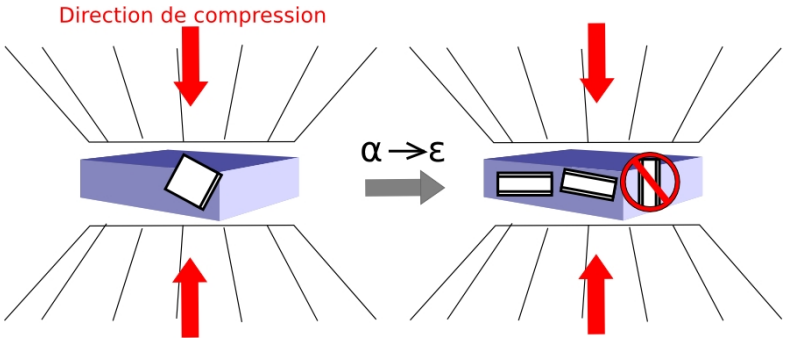



FIGURE 8.19 – Critère de sélection de variant pour la transition $\alpha \rightarrow \varepsilon$. Les variants de fer $\varepsilon$ sélectionnés sont ceux qui présentent un axe $c$ dans le plan de l'échantillon, soit perpendiculaire à la direction de compression. Une marge d'erreur est appliquée sous forme de fenêtre angulaire sur les angles d'Euler des variants. Trois exemples de variants sont indiqués à droite, dont un qui est interdit par les critères de sélection et est donc barré.

et $\Phi_0 = 5°$ dans le méthanol-éthanol. Les variants qui vérifient ces conditions sont sélectionnées au détriment de ceux qui sont à l'extérieur de la fourchette et sont systématiquement ignorés.

On remarque que les conditions sont plus strictes pour le méthanol-éthanol et que le nombre de variants favorisés est encore plus faible que dans l'hélium. On note également que, bien que ce critère angulaire ne définisse qu'une petite fenêtre de variants sélectionnables, En moyenne les grains rejetés (i.e. grains ne présentant aucun variant d'orientation favorable) ne représentent que seulement 13% du total des grains de fer $\alpha$ avant transformation. Ces critères angulaires ont été déterminés empiriquement avec un grand nombre de simulations. Trop stricts, les textures simulées auraient été beaucoup trop intenses par rapport aux observations. Trop large, elles auraient été trop faibles. Il s'agit ici des meilleurs compromis. On applique maintenant ces critères de sélection de variant à toutes les orientations discrètes des ODFs mesurées de fer $\alpha$ pour la transition $\alpha \rightarrow \varepsilon$ à la fois dans l'hélium et dans le méthanol-éthanol.

### Une faible sélection de variant pour la transformation directe $\varepsilon \rightarrow \alpha$

On constate que les textures de fer $\alpha$ simulées sont différentes en fonction du milieu transmetteur alors que les textures de laminage de l'échantillon de départ étaient logiquement similaires. Il y a donc probablement un phénomène de sélection de variant qui intervient. On note une organisation plus fine des réflexions mesurées de plans cristallographiques [001]$\alpha$ perpendiculairement et le long de la direction de compression dans le méthanol-éthanol que dans l'hélium où elles semblent moins ordonnées. Il est donc probable que s'il y a sélection de variant, celle-ci se déroule dans le méthanol-éthanol et qu'elle soit à l'origine de cette organisation des réflexions. On décrit donc une sélection de variant pour le méthanol-éthanol uniquement qui favorise la croissance des variants de fer $\alpha$ ne présentant pas d'axe $a$ à $\approx$45° de la direction de compression (Fig. 8.20).

Le critère angulaire exact de sélection est ($\phi 1 \notin [42.5; 47.5]$,$\Phi \notin [42.5; 47.5]$,$\phi 2 \notin$

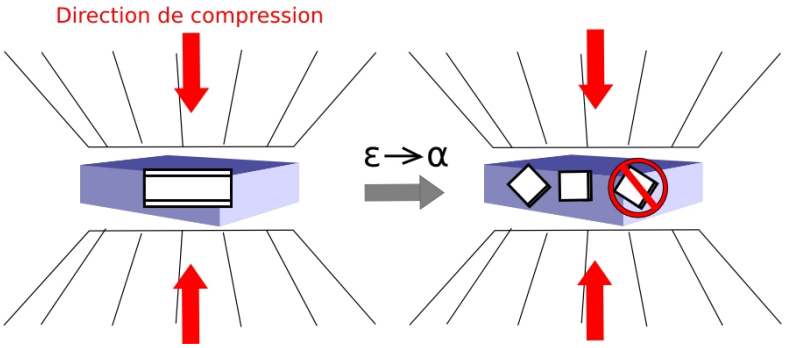



FIGURE 8.20 – Critère de sélection de variant pour la transition $\varepsilon \rightarrow \alpha$. Les variants de fer $\alpha$ sélectionnés sont ceux qui ne présentent pas d'axe $a$ à $\approx 45°$ de la direction de compression. Une marge d'erreur est appliquée sous forme de fenêtre angulaire sur les angles d'Euler des variants. Trois exemples de variants sont indiqués à droite, dont un qui est interdit par les critères de sélection et est donc barré.

[42.5; 47.5]). Il a été déterminé empiriquement en fonction de la qualité de la reproduction des textures mesurées par la simulation. Il représente un très large éventail d'orientations favorisées. Aucun grain de fer $\varepsilon$ n'est rejeté car il existe toujours au moins un variant compatible pour chaque orientation mère de grain hexagonal.

#### 8.3.3.2 Simulation avec sélection de variant systématique (cas *b*)

La Fig. 8.22 montre les résultats des simulations de transition de phase dans l'hélium. Pour le méthanol-éthanol, le compte-rendu des simulations se trouve en Fig. 8.23. Pour la transformation $\varepsilon \rightarrow \alpha$, le cas $(a)$ est un rappel des textures simulées obtenues sans sélection de variants. Le cas $(b)$ présente les résultats des sélections strictes de variants selon les critères qui ont été définis précédemment. Pour la transition inverse $\varepsilon \rightarrow \alpha$ dans le méthanol-éthanol uniquement où les simulations sans sélection (rappelées en $a$) n'étaient pas cohérentes avec les observations, nous présentons les résultats d'une seconde simulation avec sélection de variant systématique (cas $b$). Après plusieurs simulations de transition $\varepsilon \rightarrow \alpha$ avec sélection dans l'hélium, il s'est en effet avéré que le meilleur compromis (i.e. orientations et intensité) correspondait toujours à n'appliquer aucune sélection de variant.

On constate que les critères de sélection stricts appliqués pour la transition directe $\alpha \rightarrow \varepsilon$ permettent de reproduire les textures mesurées beaucoup plus fidèlement que sans sélection de variant. Quel que soit le milieu transmetteur, on retrouve bien, dans l'ensemble, les caractéristiques des orientations expérimentales. Cependant, on note que les textures simulées dans l'hélium sont trop intenses par rapport aux valeurs mesurées. Pour le méthanol-éthanol en revanche, les intensités concordent plus ou moins avec les observations expérimentales.

On constate que l'existence des familles de grains principales, une dans le méthanol-éthanol ou deux dans l'hélium est principalement une conséquence de l'orientation du matériau d'origine. En effet, la simple application du mécanisme de Burgers avec sélection de variant permet de recréer ces familles de grains majoritaires.

Néanmoins, on remarque qu'il existe une orientation secondaire orthogonale à la première qui n'est pas visible sur les textures expérimentales, en particulier pour la texture du fer $\varepsilon$ simulée à la fin de la montée en pression du premier cycle. Cette deuxième famille de grains, prédite dans l'hélium mais qui n'existe pas, apparaît à la fois dans les textures simulées et mesurées dans le méthanol-éthanol. Il y a donc également un effet lié à la géométrie de la cellule que notre modèle ne prend pas en compte et qui génère ces réflexions supplémentaires. On peut peut-être également relier l'existence d'une couronne de réflexions simulées sur 360° de $(0002)\varepsilon$ à 90° de la direction de compression et qui est absente des textures expérimentales à cet effet de géométrie. On remarque que l'intensité cumulée de ces réflexions correspond à celle des réflexions des plans basaux perpendiculaires à la direction de compression. Ces réflexions centrales n'apparaissent pas dans les simulations.

Les résultats des simulations avec sélection de variant systématique pour la transformation inverse $\varepsilon \rightarrow \alpha$ ne sont présentés que pour le méthanol-éthanol. On remarque que les textures simulées sont globalement proches des textures observées mais que l'accord n'est pas parfait. Si on retrouve plus ou moins la réflexion centrée à 0° et les quatre réflexions symétriques à 90° de la direction de compression des plans latéraux des cristaux cubiques, les intensités et les orientations ne concordent pas tout-à-fait. Cependant, ces simulations sont déjà nettement plus convaincantes que celles effectuées sans sélection de variant.

#### 8.3.3.3 Simulation avec sélection de variant modérée par un aléa statistique (cas *c*)

##### Définition de l'aléa statistique

Si les résultats des simulations précédentes sont globalement satisfaisants dans le sens de la transformation inverse, ils ne le sont pas dans le sens direct. Nous avons constaté de trop fortes intensités simulées exprimées pour les deux milieux transmetteurs. Pour le méthanol-éthanol, cela peut s'expliquer par l'existence d'une grande quantité de réflexions des plans basaux de fer $\varepsilon$ perpendiculairement à la direction de compression que les simulations ne reproduisent pas. Cependant pour l'hélium, il n'y a pas d'explication convaincante hormis celle qui implique que la sélection de variant appliquée est trop systématique. Nous avons donc décidé d'appliquer un biais statistique sur le critère de sélection de variant de la transformation $\alpha \rightarrow \varepsilon$. Celui-ci permet de modérer de fait l'ampleur de la sélection en considérant qu'il existe une certaine probabilité exprimée en % qu'il n'y ait aucune sélection de variant pour un grain de la phase mère $\alpha$, et ce quelle que soit son orientation (Fig. 8.21).

##### Résultats des simulations

Les résultats de ces sélections statistiques non strictes sont reportés dans le cas $(c)$ des Fig. 8.22 et Fig. 8.23. De manière générale, on constate que les textures de fer $\varepsilon$ n'ont pas changé d'orientation mais que leur intensité a diminué. Les

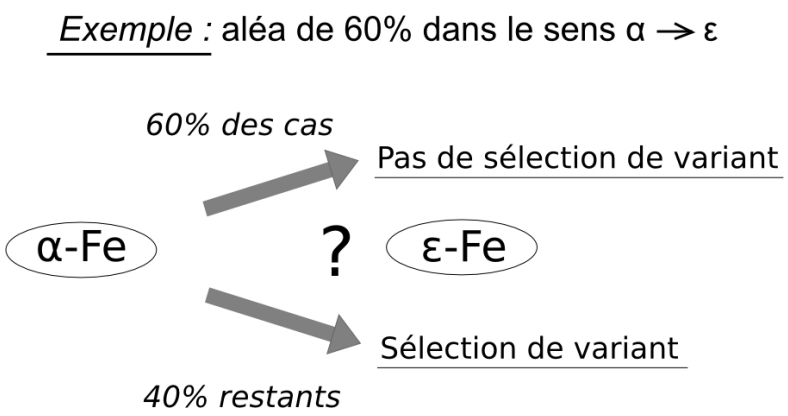



FIGURE 8.21 – Exemple d'application d'un aléa statistique systématique de 60% pour la tranformation directe $\alpha \rightarrow \varepsilon$. Quelle que soit l'orientation de ses variants de fer $\varepsilon$, favorable ou non, chaque grain de fer $\alpha$ a une probabilité de seulement 40% de subir une sélection de variant et de 60% pour que tous ces variants soient équiprobables (i.e. pas de sélection de variant).

valeurs d'aléa allant de 70% à 20% ont été affinées afin de trouver le meilleur accord entre les textures expérimentales et simulées dans l'hélium. On remarque que l'aléa diminue régulièrement au cours des cycles et qu'il efface en grande partie l'orientation préférentielle secondaire en couronne périphérique des réflexions de plans basaux visible sur les textures simulées de fer $\varepsilon$. Pour l'hélium, on a donc réussi à reproduire de manière très satisfaisante les textures expérimentales. Pour le méthanol-éthanol, c'est en revanche toujours la simulation ($b$) qui reproduit le plus fidèlement les textures expérimentales du fer hexagonal. On note que l'aléa ne se justifie pas puisque les textures produites présentent une intensité trop faible comparée aux textures mesurées.

### 8.3.4 Bilan des simulations

De manière générale, les simulations qui permettent de reproduire le plus fidèlement les textures mesurées expérimentalement sont les suivantes :

*Dans l'hélium*

- $\alpha \rightarrow \varepsilon$ : (cas $c$) simulation avec sélection de variant mais limitée statistiquement,
- $\varepsilon \rightarrow \alpha$ : simulation sans sélection de variant.

*Dans le méthanol-éthanol*

- $\alpha \rightarrow \varepsilon$ : (cas $b$) simulation avec sélection de variant forte et systématique,
- $\varepsilon \rightarrow \alpha$ : (cas $a$) simulation avec sélection de variant faible mais systématique.

On remarque cependant qu'aucune de ces simulations ne permet de reproduire les réflexions des plans basaux de fer $\varepsilon$ perpendiculaires à la direction de compression ni à estomper complètement la couronne périphérique associée. De plus, les résultats de simulation de la transformation inverse ne sont pas parfaitement représentatives des textures mesurées.

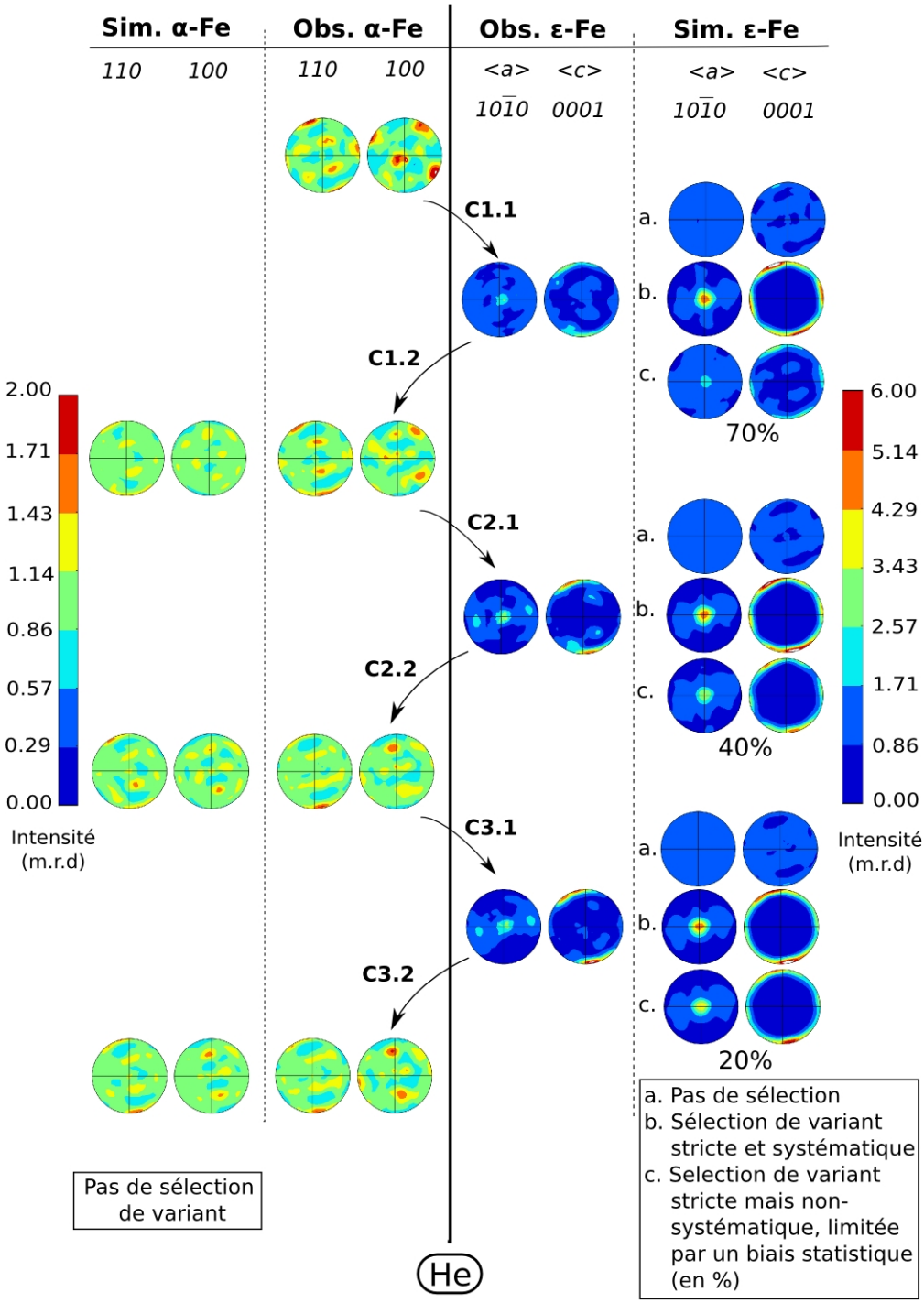



FIGURE 8.22 – Simulation avec sélection de variant de la transition $\alpha \rightarrow \varepsilon$ et sans sélection de variant de $\varepsilon \rightarrow \alpha$ dans l'hélium par le mécanisme de Burgers [1934]. Les textures expérimentales filtrées sont reportées dans les deux colonnes centrales. Les colonnes extérieures comportent les textures simulées associées. $\varepsilon \rightarrow \alpha$ : pas de sélection de variant. $\alpha \rightarrow \varepsilon$, trois simulations : $(a)$ pas de sélection de variants, $(b)$ sélection systématique des variants présentant un axe $c$ perpendiculaire $\pm 10°$ à la direction de compression, $(c)$ même critère de sélection de variant que précédemment mais avec un aléa statistique (en %). Les intensités des pics sont exprimées en m.r.d (multiples of a random distribution).

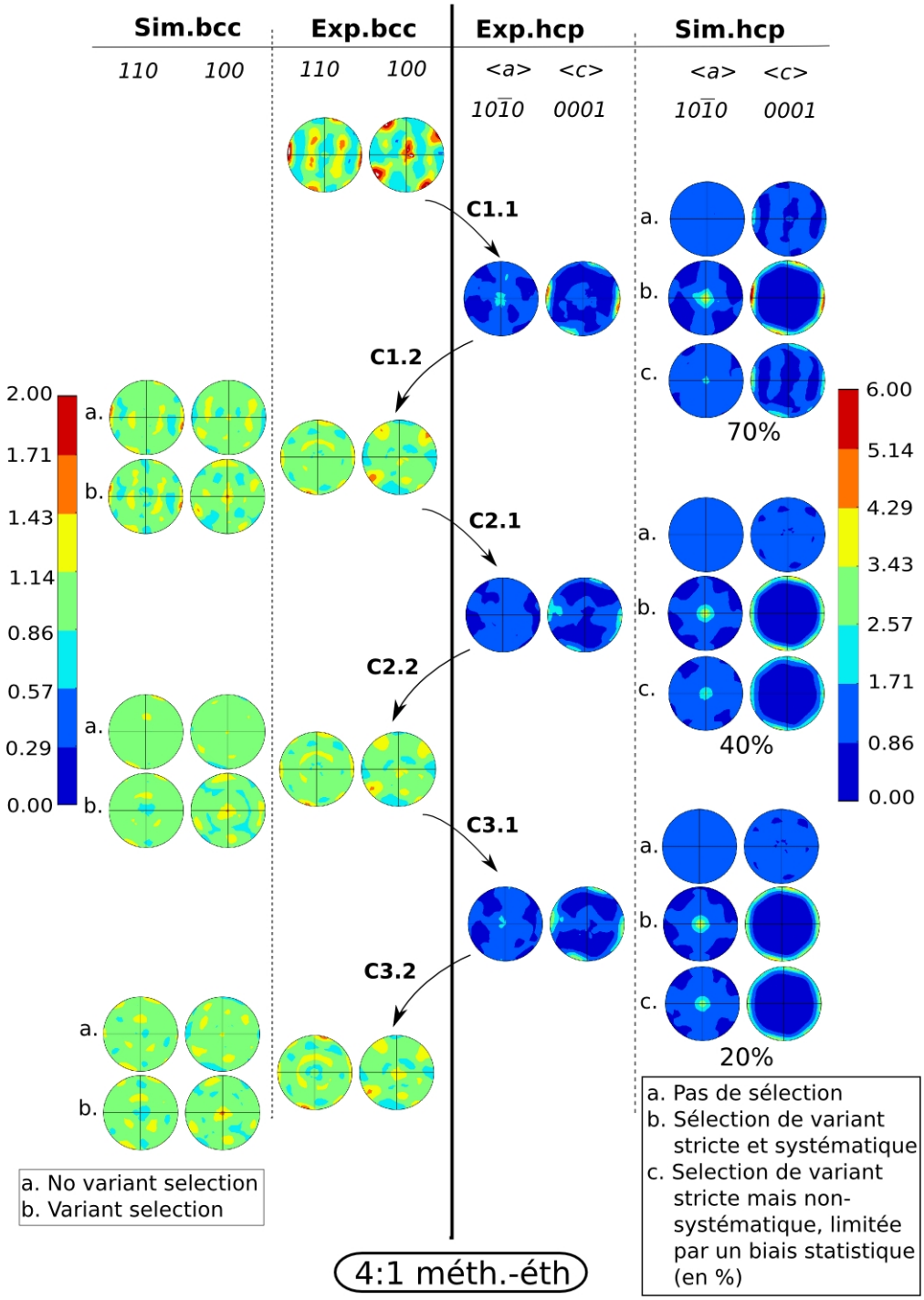



FIGURE 8.23 – Simulation avec sélection de variant de la transition $\alpha \rightarrow \varepsilon$ et sans sélection de variant de $\varepsilon \rightarrow \alpha$ dans le méthanol-éthanol par le mécanisme de Burgers [1934]. Les textures expérimentales filtrées sont reportées dans les deux colonnes centrales. Les colonnes extérieures comportent les textures simulées associées. $\varepsilon \rightarrow \alpha$ : (a) pas de sélection de variant, (b) sélection de variant légère avec des conditions angulaires de sélection larges (axes $a$ interdits entre $45 \pm 2.5°$ par rapport à la direction de compression). $\alpha \rightarrow \varepsilon$, trois simulations : (a) pas de sélection de variants, (b) sélection systématique des variants présentant un axe $c$ perpendiculaire à la direction de compression, (c) même critère de sélection de variant que précédemment mais avec un aléa statistique (en %). Les intensités des pics sont exprimées en m.r.d (multiples of random texture).

## 8.4 Discussion

En procédant à cette série d'expériences, nous avions plusieurs objectifs, à savoir :

- Vérifier le mécanisme de transition,
- Déterminer s'il était possible de simuler précisément la transition $\alpha$-$\varepsilon$ dans le fer,
- Identifier les effets de la transformation sur les textures,
- Transposer, dans la mesure du possible, nos observations dans le cas macroscopique de transitions de phase dans la graine terrestre pour en déduire les effets sur l'anisotropie sismique.

### 8.4.1 Mécanisme de transition

Les seuls résultats de simulation sans sélection de variant ne permettent pas de valider strictement le mécanisme de Burgers [1934]. En effet, nous n'avons retenu qu'une seule simulation sans sélection de variant pour la transformation $\varepsilon \rightarrow \alpha$ dans l'hélium. Pourtant même pour cette transition, bien que les textures simulées semblent être assez représentatives, elles ne concordent pas tout-à-fait avec les textures mesurées. Pour la transformation directe dans l'hélium et l'ensemble des transitions de phase dans le méthanol-éthanol, il a été nécessaire d'imposer un critère de sélection de variant étant donné l'écart manifeste entre les intensités des textures mesurées et simulées sans sélection (cf Fig. 8.22 et Fig. 8.23). Nos résultats avec simulation de variant valident le mécanisme de Burgers [1934] car il permet de reproduire de manière tout-à-fait satisfaisante les textures mesurées. On montre ainsi que, d'une part, la transformation $\alpha$-$\varepsilon$ dans le fer est bien une transition martensitique puisqu'on arrive à la simuler en appliquant des relations d'orientations entre les deux phases et, d'autre part, que ces relations correspondent à celles du mécanisme de Burgers [1934]. On confirme donc ici les études précédentes de Merkel et al. [2004], Jourdan et al. [1991], Gey and Humbert [2002], Miyagi et al. [2008] sur le fer. Cependant, cela n'écarte pas pour autant les deux autres mécanismes (I et IIb) puisque les différences en termes de texture polycristalline sont minimes.

### 8.4.2 Quels effets agissent sur la transformation $\alpha$-$\varepsilon$ et sur les textures ?

#### 8.4.2.1 L'effet de la contrainte non-hydrostatique

##### Impact sur l'évolution des paramètres microstructuraux par cyclage en pression

*Hystérésis de transformation*

En première approche, nos résultats confirment les observations précédentes selon lesquelles la transformation martensitique $\alpha - \varepsilon$ dans le fer pur est marquée par une hystérésis de transformation large en pression et dont l'étendue dépend de l'hydrostaticité du milieu transmetteur (Fig. 8.10) [vonBargen and Boehler,

1990, Klotz et al., 2009]. L'hystérésis dans le méthanol-éthanol est en effet plus large que dans l'hélium du fait de sa moins bonne hydrostaticité [Zou et al., 1981, Huang et al., 1987, Taylor et al., 1991]. Cela s'accompagne d'un abaissement de la pression d'équilibre de 12.5 à 11 GPa associé encore une fois à la moins bonne hydrostaticité du milieu [Zou et al., 1981, vonBargen and Boehler, 1990, Boehler, R., 1993, Taylor et al., 1991]. On constate néanmoins qu'il existe une différence notable entre nos résultats et ceux de vonBargen and Boehler [1990]. Elle réside dans le fait que, d'après nos observations, l'hystérésis est parfaitement symétrique. Quel que soit le milieu transmetteur de pression, les domaines où les deux phases cristallines coexistent sont de l'ordre de 5GPa. Cela semble donc être plus ou moins indépendant de la qualité des conditions de quasi-hydrostaticité du milieu.

*Volumes de mailles et EOS*

L'accord entre l'évolution des volumes de maille élémentaire et les équations d'état de Dewaele et al. [2008] dépend principalement du milieu transmetteur de pression utilisé et par conséquent de la contrainte non-hydrostatique. Pour le fer $\alpha$, on constate que les volumes de mailles suivent bien l'EOS publiées quel que soit le milieu transmetteur. Pour la phase $\varepsilon$ par contre, on a un bon accord dans l'hélium mais pas dans le méthanol-éthanol. On remarque que nos points expérimentaux pour le fer $\varepsilon$ semblent changer d'équation d'état au cours du cyclage. Le saut de volume de maille entre les deux phases cristallines est également moins marqué que dans l'hélium en particulier pour la transformation inverse $\varepsilon \rightarrow \alpha$ entre 5 et 10 GPa. De manière générale, on peut affirmer que les meilleures conditions hydrostatiques dans l'hélium sont marquées par une meilleure stabilité, et donc reproductibilité, des courbes de volume de mailles au cours du cyclage.

*Tailles de grains*

Si les valeurs effectives des tailles de grains sont difficilement interprétables, leur évolution qualitative peut être étudiée. On constate une nette différence de comportement en fonction du milieu transmetteur. La contrainte non-hydrostatique est apparemment à l'origine d'une décroissance apparente de la taille des grains de fer $\alpha$ dans le méthanol-éthanol au cours du cyclage, opposée à une pseudo-hystérésis dans l'hélium. Dans la Fig. 8.24, on présente l'évolution au cours du cyclage des tailles de grains de fer $\alpha$ et $\varepsilon$ en phase pure, soit au début où à la fin d'un cycle en pression. On montre également l'évolution des tailles de grains de fer $\alpha$ et $\varepsilon$ moyennées sur l'ensemble d'un cycle, en phase pure et lorsqu'on a coexistence des deux phases pendant la transition.

On arrive à expliquer logiquement le comportement observé dans le méthanol-éthanol par le fait que chaque transformation s'accompagne d'une diminution de la taille des grains. Par exemple, si l'échantillon de départ avait été monocristallin, la première transformation vers le fer hexagonal aurait été accompagnée d'une réduction nette de la taille de grains liée à la formation d'un polycristal de fer $\varepsilon$. La transformation inverse aurait continué d'amplifier ce phénomène en produisant un polycristal de fer $\alpha$. Ainsi, l'évolution dans le méthanol-éthanol de la taille de grain tend à confirmer l'hypothèse selon laquelle les transformations de phase sont irréversibles en termes de microstructures et s'accompagnent d'une réduction de taille de grains.

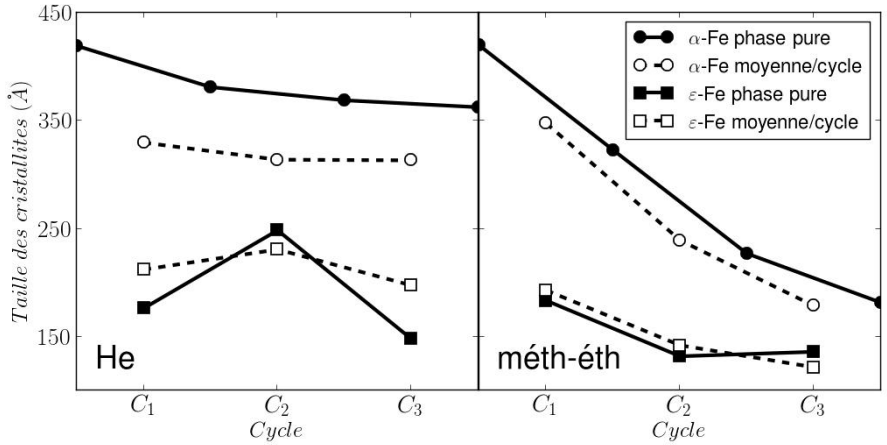



FIGURE 8.24 – Évolution des tailles des grains en phase pure et moyennées par cycles. Les marqueurs carrés correspondent à la phase $\varepsilon$-Fe, les cercles sont pour $\alpha$-Fe. Les lignes noires continues correspondent aux phases pures, celles en pointillés correspondent aux moyennes sur l'ensemble d'un cycle.

Dans l'hélium cependant, tout se passe comme si on avait un retour apparent à l'état original. Pour reprendre l'exemple du monocristal initial, la transformation $\alpha \rightarrow \varepsilon$ s'accompagnerait bien de la formation d'un polycristal de fer $\varepsilon$ et d'une réduction de taille de grain, mais la transformation inverse permettrait de reformer un monocristal de fer $\alpha$. Si celui-ci possède la même orientation que le monocristal initial, alors la transformation $\alpha$-$\varepsilon$ pourrait bien être complètement réversible, y compris à l'échelle microscopique.

### Moteur de la sélection de variant

Quel que soit le milieu transmetteur de pression, nous avons démontré qu'il était nécessaire d'introduire des critères de sélection de variant pour pouvoir simuler la transformation. Dans des conditions parfaitement hydrostatiques, il n'y a pas de sélection de variant. Ainsi, les sélections de variant que nous avons mises en évidence sont très certainement induite par l'existence d'une contrainte non-hydrostatique dans l'échantillon. Étant donné que l'hélium est le meilleur milieu transmetteur de pression dans nos conditions d'étude [vonBargen and Boehler, 1990, Klotz et al., 2009], il nous a fallu vérifier que nos observations expérimentales de sélection de variants n'étaient pas des artefacts causés par la formation d'un pont entre l'échantillon et une des faces de diamant. C'est pour ôter ce doute que nous avons effectué une expérience complémentaire dans l'hélium (LTC06p) avec rigoureusement le même protocole que pour LTC06 mais avec un échantillon beaucoup plus fin ($5\mu m$ au lieu de $25\mu m$). Les résultats ont confirmés les mesures de texture de transformation et la sélection de variant. On en déduit donc que la contrainte non-hydrostatique est bien le moteur des sélections de variants observées qui favorisent les variants dont l'orientation est la plus stable mécaniquement par rapport à la direction de compression au détriment des autres.

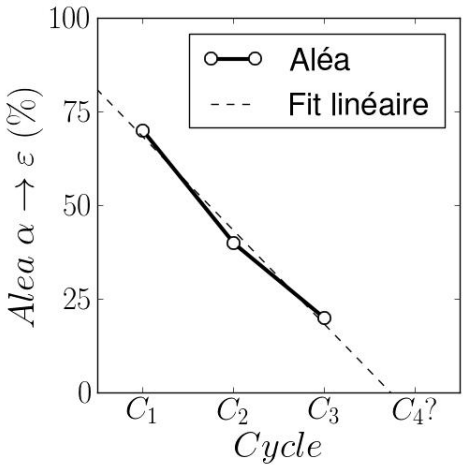



FIGURE 8.25 – Diminution du caractère aléatoire de la sélection de variant pour la transition $\alpha \rightarrow \varepsilon$ au cours des cycles. La droite de tendance linéaire associée est de pente -25, ce qui prédit une annulation de l'aléa à partir de C4.

#### La transformation $\alpha \rightarrow \varepsilon$ très sensible à la contrainte non-hydrostatique

La transformation $\alpha \rightarrow \varepsilon$ est particulièrement sensible à la contrainte non-hydrostatique. Même avec l'hélium, la faible contrainte non-hydrostatique est suffisante pour activer une forte sélection de variant. Cependant, on note que la différence d'hydrostaticité entre les deux milieux transmetteurs est marquée par l'existence ou non de l'aléa statistique. Alors que dans le méthanol-éthanol la sélection de variant est systématique dès le premier cycle, ce stade n'est jamais atteint dans l'hélium. On remarque cependant que la valeur de l'aléa statistique diminue régulièrement voire linéairement (Fig. 8.25). En extrapolant l'évolution de l'aléa sur un hypothétique quatrième cycle, on peut prédir l'annulation de l'aléa. Ainsi, à partir du quatrième cyclage en pression, la sélection de variant deviendrait systématique au même titre que dans le méthanol-éthanol.

D'une certaine manière, plus la contrainte non-hydrostatique est faible, plus on retarde le moment où la sélection de variant deviendra systématique. Cela confirme l'observation de l'évolution des textures mesurées qui montre une stabilisation (i.e. reproductibilité) dans l'hélium à partir d'environ la fin du cycle 3, alors que dans le méthanol-éthanol, celle-ci semble effective dès la fin du premier cycle. Il faut donc trois cycles dans l'hélium pour que tous les grains de l'échantillon "voient" la contrainte non-hydrostatique. On peut donc parler des ces 3 cycles de textures transitoires dans l'hélium comme des cycles limites. Une vue de l'esprit de ce qu'est l'évolution du volume "aveugle" dans l'échantillon de fer est proposée en Fig. 8.26.

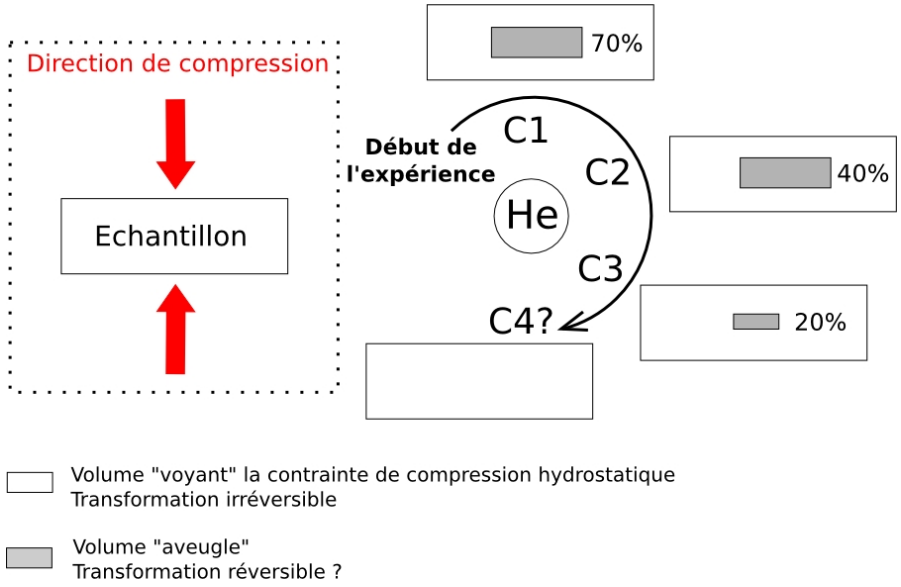



FIGURE 8.26 – Evolution du volume "aveugle" à la contrainte non-hydrostatique lors du cyclage en pression. Pour chaque cycle, les volumes "voyant" et ne "voyant" pas la contrainte sont indiqués respectivement en blanc et en gris. Les chiffres exprimés en % correspondent aux valeurs d'aléas associées à chaque cycle et pouvant représenter le rapport entre le volume "aveugle" et le reste du volume de l'échantillon.

*Un volume "aveugle" où la transformation se fait sans sélection de variant ?* Il serait logique que ce volume "aveugle" à la contrainte non-hydrostatique correspondent aux régions les plus internes de l'échantillon. Dans le méthanol-éthanol, il n'y aurait aucun volume "aveugle" ce qui rendrait la sélection de variant systématique en tout point de l'échantillon. Dans l'hélium cependant, les zones centrales épargnées par la contrainte non-hydrostatique autoriseraient les grains de fer $\alpha$ à se transformer sans sélection de variant particulière. Ainsi, la valeur de l'aléa statistique serait une estimation directe de la proportion relative du volume de grains qui se transforment en fer hexagonal sans sélection de variant. A l'inverse, le pourcentage opposé à l'aléa statistique correspondrait au volume de l'échantillon soumis à une sélection de variant systématique. Au fur et à mesure des cycles et des réorganisations atomiques qui en découlent, ce volume augmenterait jusqu'à constituer la totalité de l'échantillon de fer.

### La transformation $\varepsilon \rightarrow \alpha$ peu sensible à la contrainte non-hydrostatique

Dans le méthanol-éthanol, il existe une sélection de variant au cours de la transformation $\varepsilon \rightarrow \alpha$. Elle est globalement très faible mais suffit pour affecter la texture de transformation. Dans l'hélium, on ne détecte pas cette sélection de variants. Cela ne veut pas dire pour autant qu'elle n'existe pas mais simplement que s'il y a sélection, celle-ci est trop faible pour qu'elle puisse être isolée par une analyse texturale. On peut ainsi affirmer que la contrainte non-hydrostatique affecte de manière générale assez peu la transition de phase inverse.

Les deux sens de transition ne sont donc pas équivalents vis-à-vis de la contrainte

non-hydrostatique. La transformation directe $\alpha \rightarrow \varepsilon$ est nettement plus sensible et la moindre non-hydrostaticité induit une sélection de variant forte tandis que la transition inverse est à peine affectée. Il est possible que ce soit une conséquence de la différence de symétries entre les systèmes cristallins hexagonal et cubique, qui rendraient les grains de fer $\alpha$ plus "équivalents" par rapport à la compression que ceux de fer $\varepsilon$. Une autre explication serait que l'effet de la sélection de variant soit moins visible sur les textures de transformation de fer $\alpha$ que sur celles du fer hexagonal étant donné son plus haut degré de symétrie, comme suggéré par Stanford and Bate [2005] d'après leurs expériences de transition sur du laiton.

#### 8.4.2.2 Un effet de mémoire de texture partiel

##### Qu'est-ce qu'un effet de mémoire de texture ?

Dans la métallurgie du fer et par extension dans celle des aciers et des alliages, les processus de transitions de phase sont régulièrement utilisés afin d'améliorer les propriétés physiques des matériaux. Certains matériaux dits à "mémoire de texture" présentent la particularité de conserver partiellement ou totalement la mémoire de la texture initiale avant un processus de transition de phase. Dans les transitions martensitiques, il se traduit généralement par une récupération totale ou partielle de la texture de la phase mère initiale au terme d'un cycle de transformation aller-retour complet. Par exemple, si on considère un échantillon de phase cristalline A et qu'on le soumet aux transformations successives phase A $\rightarrow$ phase B $\rightarrow$ phase A, la texture exprimée dans la phase A finale peut présenter des similitudes voire être rigoureusement identique à la texture de la phase A initiale. On parlera des orientations héritées de la phase mère en terme d'orientations résiduelles ou fossiles. De manière générale, plus la texture initiale est forte et orientée, plus l'effet de mémoire peut être important.

Un schéma explicatif est montré en Fig. 8.27 pour illustrer simplement l'effet de mémoire de texture. Trois cas arbitraires et hypothétiques sont présentés.

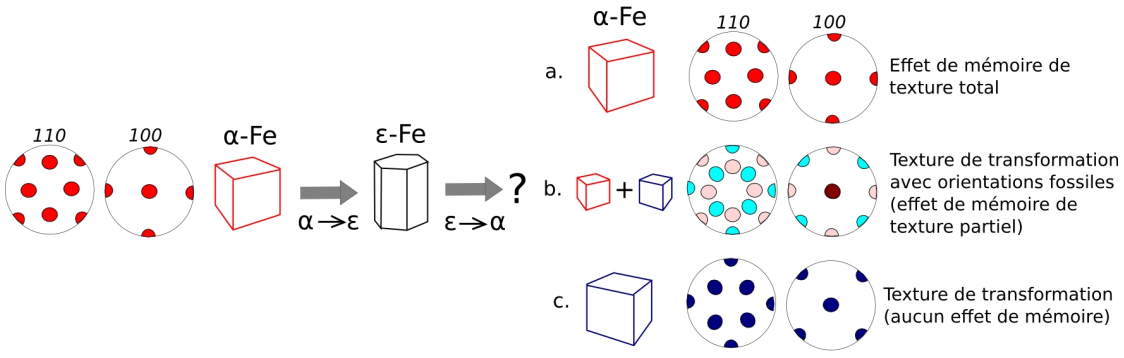



FIGURE 8.27 – Effet de mémoire de texture. On suppose un échantillon initial de fer $\alpha$ de texture simple et très orientés (cf figures de pôle associées) auquel on fait subir un cycle de transformation complet $\alpha \rightarrow \varepsilon$. Trois cas : (a) mémoire de texture totale, (b) mémoire de texture partielle et (c) pas d'effet de mémoire. Pour chacun des cas, les figures de pôles imaginaires associées sont indiquées.

Dans le cas a, la mémoire de texture est totale. La texture de fer $\alpha$ est donc identique à la texture de l'échantillon initial. En b, on a un effet de mémoire de texture partiel. Seule une partie des orientations cristallographiques sont héritées de l'échantillon initial (i.e. orientations fossiles) et les autres sont découlent soit de la transformation $\varepsilon \rightarrow \alpha$ (i.e. texture de transformation), soit d'autres effets tels que la nucléation ou la croissance orientée. Finalement en c, on suppose qu'il n'existe aucun effet de mémoire et la texture finale de l'échantillon de fer $\alpha$ est principalement liée à la transformation.

### Un effet de mémoire transitoire

A ma connaissance, l'effet de mémoire de texture dans la transition $\alpha$-$\varepsilon$ dans le fer est peu référencé et a priori relativement faible [Otsuka et al., 2011]. Dans nos résultats, il s'exprime de plusieurs manières. L'effet de mémoire partiel est particulièrement visible dans l'hélium (Fig. 8.14) où on observe que dans le sens de la transition inverse $\varepsilon \rightarrow \alpha$, la texture du fer $\alpha$ à la fin du premier cycle présente les mêmes orientations de plans $(110)_\alpha$ aux moyens angles dans la direction longitudinale que celles de la texture de laminage de l'échantillon de départ (Fig. 8.28). Celles-ci perdent de leur intensité dans les cycles suivants au profit d'une nouvelle orientation à ≈90° par rapport à la direction de compression. Ces orientations fossiles semblent avoir complètement disparu à la fin du troisième cycle. Dans le sens de la transition directe $\alpha \rightarrow \varepsilon$, l'effet de mémoire est moins percep-

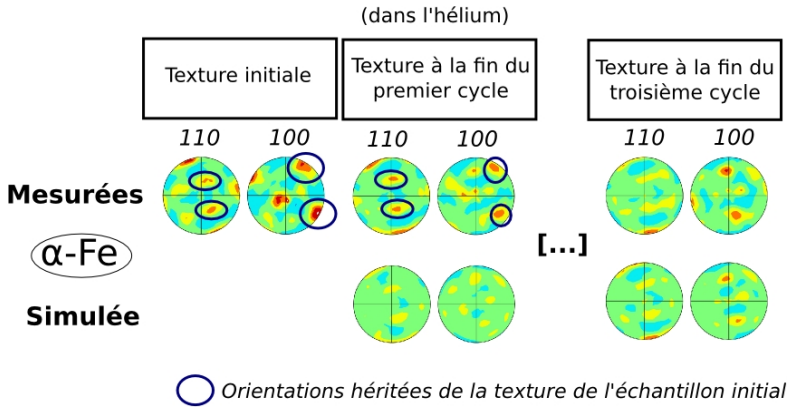



FIGURE 8.28 – Localisation des orientations héritées de la texture de laminage de l'échantillon initial pour le fer $\alpha$ dans l'hélium (LTC06). Les orientations fossiles sont pointées par des ellipses bleues.

tible étant données les textures de transformation très orientées du fer hexagonal. Il s'exprime cependant dans l'hélium sous la forme d'une augmentation progressive de l'intensité de la texture de $\varepsilon$-Fe au cours des cycles à mesure que les réflexions des plans basaux perpendiculaires à la direction de compression disparaissent au profit de celles à 90° qui correspondent aux grains de fer $\varepsilon$ couchés dans le plan de l'échantillon. En parallèle, on observe un regroupement progressif des réflexions des plans pyramidaux dans le plan de l'échantillon et selon la direction transversale. Les simulations avec sélection de variant dans l'hélium confirment ainsi l'existence d'un faible effet de mémoire.

On remarque que la disparition des orientations héritées de la texture de laminage va de pair avec la diminution de l'aléa statistique. Ils sont donc très probablement liés. En effet, alors qu'on prédit un aléa nul à partir du quatrième cycle, cela correspond approximativement au moment où on estime que les textures de transformation exprimées par les phases cristallines du fer ne présenteront plus d'orientations cristallographiques fossiles héritées de l'échantillon de départ. Le réarrangement graduel des grains cycle après cycle décrit par Sandoval and Urbassek [2009] apparaît donc ici comme le vecteur d'une stabilisation progressive des textures de transformation, à la fois pour le fer $\alpha$ et $\varepsilon$.

Dans le méthanol-éthanol, on observe également un léger effet de mémoire de texture mais celui-ci est fortement inhibé par la contrainte non-hydrostatique et disparaît dès le deuxième cycle en pression. On a donc une irréversibilité complète des textures dès la fin du premier cycle, ce que confirme l'évolution des tailles de grains (Figs. 8.12 et 8.24). De plus, il n'est pas nécessaire non plus d'appliquer un aléa pour ajuster les textures expérimentales (Fig. 8.23).

*Qu'est-ce qui provoque la perte de mémoire ?*

En résumé, il existe bien une mémoire texturale qui dépend principalement des conditions hydrostatiques du milieu et s'applique sur les premiers cycles de pression. Celle-ci s'estompe à la faveur des cycles successifs car au niveau microstructural, la transition devient peu à peu irréversible. Cela se traduit à la fois dans les textures de transformation et dans l'évolution des paramètres microstructuraux (sauf pour les tailles de grain dans l'hélium où le comportement semble en apparence réversible). Wenk et al. [2006] explique cela par des réarrangements et réorientations [Romero et al., 2009b] au sein de la fabrique cristalline accompagnés de processus de mâclage et de nucléation orientée [Jourdan et al., 1991] considérables qui imposent un oubli progressif des textures.

Nous avons pu constater lors de nos expériences que pour les cycles les plus avancés, il restait encore des grains qui tardaient à transiter bien en dehors de leur domaine de stabilité supposé (Fig. 8.10). Par exemple, à 3 GPa après C3.2 dans l'hélium, il restait encore quelques grains de fer $\varepsilon$ métastables sur les images de diffraction en proportion trop faibles pour être pris en compte dans le traitement de données mais suffisants pour induire une croissance orientée non négligeable. Une observation vient entériner le fait que la croissance orientée peut être la cause de la perte de mémoire progressive. Comme toutes les mesures de diffraction ont été analysées sur MAUD, nous avons pu procéder à une étude plus détaillée des textures intermédiaires du fer $\alpha$ et du fer $\varepsilon$ au cours de la transition. L'exemple donné dans la Fig. 8.29 est celui des textures des phases mixtes au cours du cycle C3 dans l'hélium (LTC06). Nos résultats montrent que dans les deux sens, les grains de fer $\varepsilon$ qui persistent le plus longtemps présentent des textures qui sont les mêmes que celles observées dans l'hélium mais bien plus intenses et donc plus orientées. Ce sont donc probablement ces grains qui servent de point de départ de la nucléation orientée comme suggéré par Wenk et al. [2004], Lonardelli et al. [2007], Romero et al. [2009b]. La sélection de variant est ainsi de plus en plus facilitée au fur et à mesure des cycles.

On note également que les grains de fer $\alpha$ qui persistent aux pressions les plus élevées montrent une texture très orientée et qui rappelle celles qu'on observe

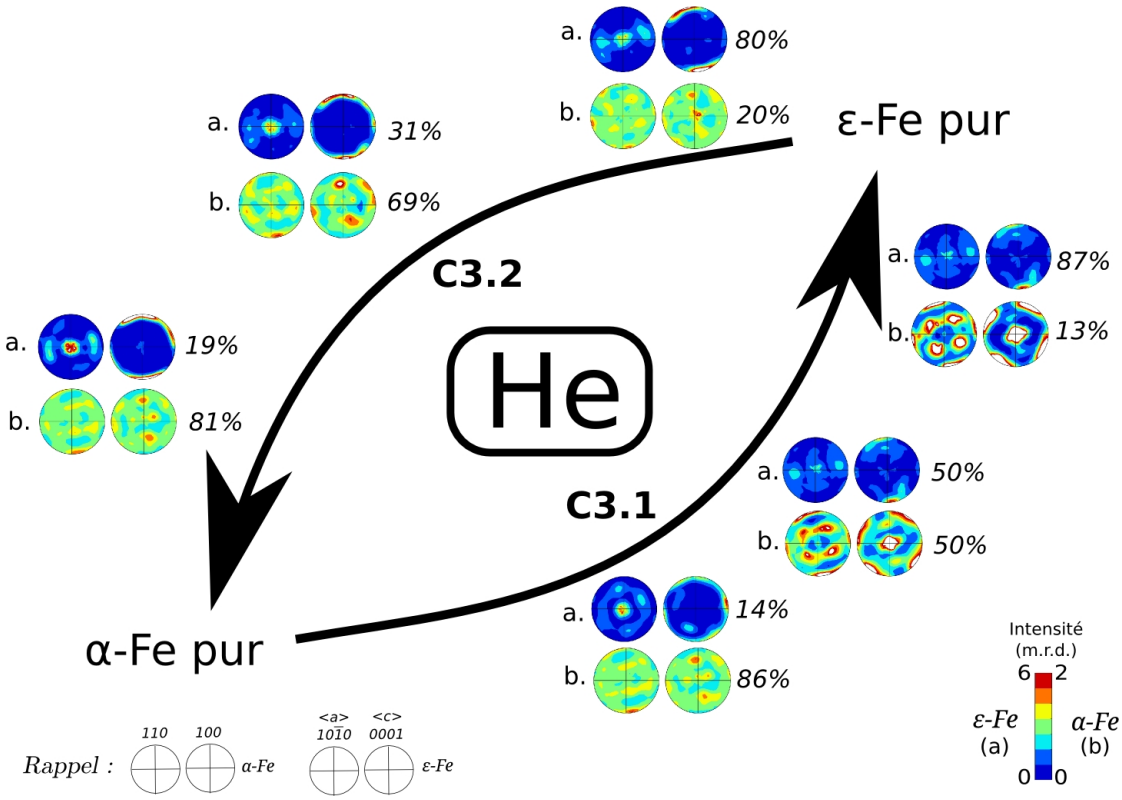



FIGURE 8.29 – Evolution de la texture du fer $\alpha$ et $\varepsilon$ pendant la transformation. Les textures sont extraites des mesures de diffraction effectuées lors du troisième cycle de pression dans l'hélium (LTC09). En $(a)$, les textures de fer $\varepsilon$. En $(a)$, celles du fer $\alpha$. Pour chaque point de mesure, les pourcentages de chaque phase sont indiqués. Les échelles d'intensités sont en m.r.d (multiples of a random distribution).

dans le méthanol-éthanol. Ainsi la contrainte non-hydrostatique, plus forte dans le méthanol-éthanol, pourrait activer une nucléation orientée à partir de ces grains. C'est cela qui serait à l'origine de la sélection de variant observée dans le sens $\varepsilon \rightarrow \alpha$. Comme cette contrainte est plus faible dans l'hélium, la nucléation orientée, si elle existe, est bien plus faible et ne suffit alors pas pour induire une sélection de variant qui soit détectable en analyse texturale.

Si on reprend le concept de volume "aveugle", on peut expliquer le retard de perte de mémoire dans l'hélium par la propagation de la perte de mémoire superficielle en profondeur qui va de paire avec les réorientations cristallines et la nucléation orientée. Aussi un modèle purement mécanique comme le nôtre et qui ne prend en compte que les relations géométriques entre phase mère et enfant permet bien d'expliquer la perte des informations de texture initiale mais pas leur conservation, d'où la nécessité d'appliquer un aléa supplémentaire et la difficulté que l'on rencontre à reproduire fidèlement les textures de transformation pendant les cycles limites.

*Un volume aveugle où la transformation $\alpha$-$\varepsilon$ est réversible ?*
Dans le volume central supposé "aveugle" à la contrainte non-hydrostatique, on peut donc localement conserver certaines orientations fortes de la texture de lami-

nage de façon transitoire. Cela suppose qu'on suive exactement le même chemin de transformation lors de la transition directe et inverse en miroir, ce qui indique une réversibilité complète de la transformation. Cela peut être possible s'il existe au cours des premiers cycles limites dans l'hélium des phénomènes de croissance orientée issus des contraintes intergranulaires et qui permettent d'aiguiller la croissance des nouveaux cristaux selon le chemin préalablement parcouru. En quelque sorte, il s'agirait d'une véritable sélection de variant qui serait cette fois-ci complètement indépendante de la contrainte non-hydrostatique. Cette dernière hypothèse est en opposition avec le postulat formulé précédemment selon lequel il n'y aurait aucune sélection de variant dans le volume "aveugle" de l'échantillon. Il m'est cependant impossible de trancher définitivement entre ces deux hypothèses avec une simple analyse texturale.

### 8.4.3 Limites de l'analyse texturale

Certains effets ne peuvent pas être pris en compte dans la simulation. Notre modèle étant purement mécanique, la géométrie de la cellule, la nucléation orientée (qui peut renforcer la sélection de variant), les contraintes intergranulaires ne peuvent peut-être pris en ligne de compte. Ainsi même si on arrive bien à reproduire les textures mesurées, des éléments probablement liés à de la nucléation orientée comme les réflexions centrales des plans basaux des cristaux de fer $\varepsilon$ ne peuvent pas être simulés. Tous ces effets satellites qui affectent la texture de transformation font de la transformation $\alpha$-$\varepsilon$ un phénomène non-linéaire, loin de la simplicité apparente d'une application stricte de Burgers [1934]. Ainsi, il est impossible en l'état d'effectuer une inversion numérique qui serait plus objective que l'estimation empirique des paramètres qui décrivent les sélections de variants (aléa, critère angulaire). En dernier lieu, le modèle impose de filtrer les textures mesurées pour pouvoir travailler dessus. Si le filtre permet bien de reproduire les principales réflexions des plans cristallographiques, l'intensité des textures peut être fortement diminuée. C'est peut-être la raison pour laquelle les textures simulées de fer $\alpha$ ont toujours été plus faible que les textures mesurés, quelques soient les paramètres de sélection de variant imposés.

### 8.4.4 Et dans les autres métaux ?

Le mécanisme de Burgers [1934] a été validé comme étant le chemin de transition des transformations martensitiques du titane [Humbert et al., 1995, Divinski et al., 1998, Stanford and Bate, 2004, Lonardelli et al., 2007, Davies et al., 2011] et du zirconium [Gey and Humbert, 2003, Gey et al., 2004, Tewari et al., 2008, Romero et al., 2009b,a, Daymond et al., 2010]. D'après nos résultats, nous avons mis en évidence une sensibilité différence à la contrainte non-hydrostatique en fonction du sens de transition. Ceci avant déjà été mis en avant par Lonardelli et al. [2007] dans le titatne et Romero et al. [2009a] dans des alliages de zirconium. D'après leurs expériences de transition sur du laiton, Stanford and Bate [2005] a fourni une autre explication à cette apparente différence de sensibilité. Ainsi quel que soit le sens de transition il y aurait bien une sélection de variant, seulement elle serait moins visible sur les textures de transformation de fer $\alpha$ que sur celles du fer $\varepsilon$

étant donné le plus haut degré de symétrie. L'effet de mémoire de texture a lui aussi été observé dans les autres métaux de transition [Wenk et al., 2004, Lonardelli et al., 2007] et dans des assemblages naturels de type quartzites [Barton and Wenk, 2007, Wenk et al., 2009].

### 8.4.5 Et s'il y avait des phénomènes de transition de phase dans la graine terrestre ?

#### 8.4.5.1 Quel effet sur les textures préexistantes à l'échelle microscopique ?

Nous avons modélisé les transitions de phase dans la graine terrestre par la transition de phase $\alpha$-$\varepsilon$ dans le fer. Il était évident qu'elles affecteraient fortement les textures préexistantes. Nous pouvons maintenant résumer la manière dont les textures évolues lorsque les grains se transforment (Fig. 8.30). D'après nos observations, la moindre contrainte déviatorique est suffisante pour provoquer une forte sélection de variant lorsqu'on passe d'une structure cubique centrée à une structure hexagonale compacte. Cette transition génère donc des textures très fortes de fer hexagonal avec une LPO très marquée. Dans le sens inverse en revanche, il n'y a aucune sélection de variant et la texture devient très faible voire aléatoire.

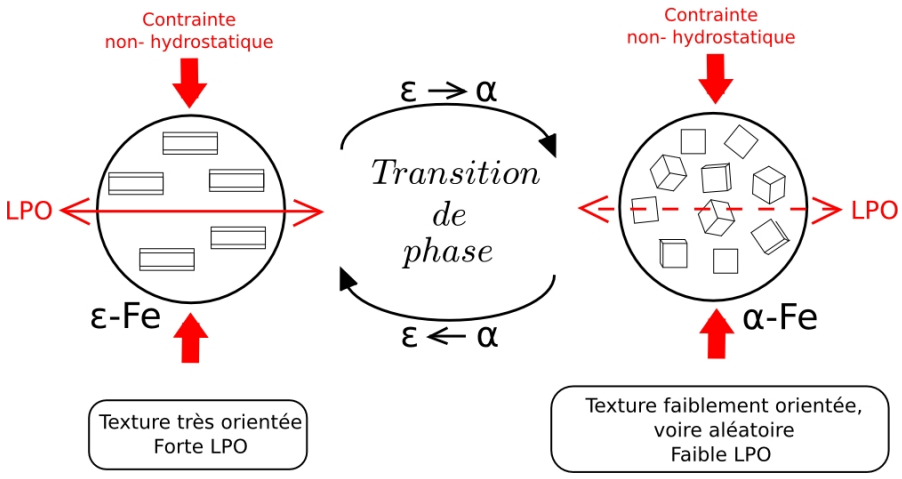



FIGURE 8.30 – Effet des transformations $\alpha \rightarrow \varepsilon$ et $\varepsilon \rightarrow \alpha$ sur la texture d'un polycristal de fer.

#### 8.4.5.2 Quel effet sur les textures préexistantes à l'échelle macroscopique ?

Pour transposer nos observations dans la graine terrestre, il faut prendre en compte uniquement les résultats obtenus dans l'hélium puisqu'il est le milieu qui reproduit le mieux les conditions isostatiques au centre de la Terre. Précisons que les informations que l'on pourra en extraire supposent que les alliages de fer à HT-HP aient le même comportement que le fer pur à basses T et P.

Chaque modèle géodynamique présente son propre gradient de déformation qui texture la graine terrestre (cf Introduction de la thèse). Le modèle de Yoshida et al.

[1996] de croissance équatorial génère un mouvement de déformation quadripolaire de large amplitude qui crée un alignement des cristaux de fer hexagonal avec l'axe de rotation. En Fig. 8.31, nous présentons une comparaison schématique entre le gradient de déformation (à gauche) et la localisation des fortes texture dans le corps du noyau interne pour des cristaux de structure hexagonale compacte (au centre). Pour ce modèle géodynamique simple, les textures très orientées sont situées en profondeur et les couches plus superficielles sont isotropes. On se place

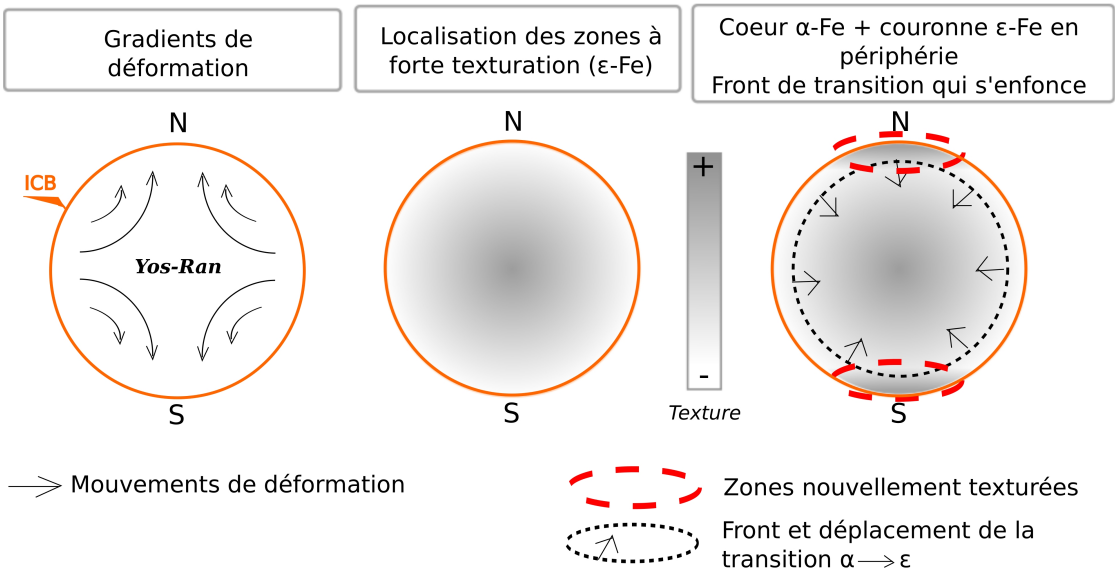



FIGURE 8.31 – Relation entre gradient de déformation et transitions de phase cubique vers hexagonal et effet sur la texture dans la graine.

maintenant dans le cas d'étude ($c$) de la Fig. 7.1, page 130. Dans un premier temps, le noyau interne cristallise dans la structure cubique face centrée. Au fur et à mesure que la graine cristallise, la température à l'ICB diminue et on commence à cristalliser le fer dans laa structure hexagonale compacte. Le refroidissement séculaire fait également diminuer la température dans le volume de la graine. On a donc formation d'un front de transition de phase $\gamma \rightarrow \varepsilon$ qui s'enfonce peu à peu à l'intérieur du noyau. Etant donné la sensibilité de la transformation cubique vers hexagonal couplé au gradient de déformation qui prévoie un fort taux de déformation à l'aplomb de l'axe de rotation, on prédit la formation d'une région de texture très orientée au niveau des pôles, là où le matériel était auparavant isotrope. Dans ce cas particulier, la composante d'anisotropie sismique nord-sud s'en trouve donc amplifiée.

De manière générale, on peut résumer ce qu'on sait maintenant de l'effet des transitions de phase dans la graine de la sorte :

- La transformation $\alpha \rightarrow \varepsilon$ peut générer de fortes textures sous l'action d'une très faible contrainte non-hydrostatique. Celle-ci peut être produite assez simplement par des mouvements de déformation. On peut donc espérer créer de la texture dans des volumes où les modèles géodynamiques n'en prévoient pas. Éventuellement, si les alignements et l'anisotropie monocristalline des

cristaux de hc-Fe sont favorables, cela peut être l'élément qui manquait pour comprendre l'amplitude de l'anisotropie sismique observée,

- La transformation $\varepsilon \rightarrow \alpha$ efface la texture des grains de fer hexagonaux parents et génère une texture de fer cubique plus ou moins aléatoire. On ne peut donc pas générer de textures orientées de fer cubique par cette transition de phase. Maintenant, celle-ci se déroule dans certaines régions de la graine uniquement idéalement localisées (de textures orientées incompatibles avec l'anisotropie observée), elle peut augmenter l'anisotropie globale.
- Des transitions de phase successives ne permettent pas d'augmenter l'intensité de la texture. Dès que la perte de mémoire de texture est totale soit après quelques cycles limites, on atteint un maximum d'intensité et la texture de transformation n'évolue plus.
- La déformation et les transitions de phases sont en concurrence/opposition. Si la déformation détruit les textures de transformation, les transitions de phase effacent en retour les textures de déformation. On ajoute à cela le fait que des mouvements de cisaillement stabilise fortement la structure hexagonale compacte inhibant de fait les transitions de phases vers des structures cubiques [Caspersen et al., 2004].

En conclusion, la transition $\alpha \rightarrow \varepsilon$ est donc favorable à l'amplification de l'anisotropie sismique sous réserve que l'élasticité et la géodynamique soient compatibles. La transition inverse pourrait éventuellement l'être également mais dans des conditions très précises et de fait assez peu probables.

Par ailleurs, comme la transition de phase la plus probable dans la graine terrestre reste la transformation de phase $\gamma$-$\varepsilon$ (cfc-hc), il faudrait également étudier les effets de la transformation de phase sur la texture. Pour simuler la transition, il suffira de changer simplement les les relations d'orientation de Burgers par celles qui associées au mécanisme de transition de la transformation $\gamma$-$\varepsilon$. On pourra ainsi transposer ces nouvelles observations avec prudence sur le cas macroscopique de la graine terrestre et son anisotropie sismique.

Enfin et pour aller plus loin dans la compréhension de l'effet des transitions sur l'anisotropie sismique, il apparaît clairement qu'il faut maintenant se concentrer sur l'équilibre entre la déformation et transitions de phase afin de produire des modèles de graine plus complexes mais aussi plus réalistes.

## 8.5 Conclusions

On sait désormais simuler la transition de phase $\alpha - \varepsilon$ dans le fer pur en utilisant le mécanisme de Burgers [1934]. Des effets de contrainte non-hydrostatique ont été détectés y compris dans l'hélium. Ils sont le moteur des sélections de variants observées. A travers les résultats des simulation que nous avons effectuées, nous avons mis en évidence un degré de sensibilité variable des transformations directe et inverse par rapport aux contraintes déviatoriques dans l'échantillon ainsi que des phénomènes de nucléation et de croissance orientée.

De manière générale, on peut affirmer qu'il existe une sélection de variant dans le sens $\alpha \rightarrow \varepsilon$ stricte et qui est facilement activée par la contrainte non-hydrostatique. En revanche dans le sens inverse $\varepsilon \rightarrow \alpha$, la sélection de variants est

très faible et ne rejette que les quelques variants les plus instables mécaniquement. Dans l'hélium, elle est n'est pas détectée.

Nos résultats montrent clairement que les seules transitions de phase ne peuvent pas permettre de produire l'anisotropie sismique observée car on atteint un maximum de texture qui ne serait probablement pas supérieur à celui que prédit par exemple le modèle de Yoshida et al. [1996]. Toutefois, les transformations peuvent créer de la texture supplémentaire dans des zones prédites comme isotropes et amplifier ainsi le signal d'anisotropie globale. Les récentes estimations de température à l'ICB et la convection thermique rendent plausible l'existence de phénomènes de transition de phase dans la graine. Ceux-ci pourraient donc fournir l'explication qui manquait à l'amplitude de l'anisotropie sismique observée par les sismologues. Il serait donc intéressant de les prendre en compte dans les modèles géodynamiques et minéralogiques à venir. Leur mise en place numérique ne sera cependant pas chose aisée car en plus des conditions thermodynamiques complexes, il faudra également prendre en compte la stabilisation de la phase hc par les mouvements de déformation.

# Quatrième partie

# Le fer pur en cisaillement à haute pression

# Chapitre 9

# Effet du cisaillement sur une transformation de phase

## Sommaire


**9.1 Étude de la déformation à haute pression : de nouvelles perspectives . . . . . 182**

9.1.1 Un dispositif récent : la cellule en cisaillement . . . . . 182

9.1.2 Caractéristiques techniques . . . . . 183

**9.2 Effet du cisaillement sur une transformation de phase . . 188**

9.2.1 Abaissement des pressions de transition et activation de la transformation . . . . . 188

9.2.2 Degré de désorganisation et résistance à la déformation . . . 189

9.2.3 Effet intrinsèque de multiplication de pression . . . . . 189

9.2.4 Simulation de l'effet du cisaillement sur une transition de phase : application à la transformation $\alpha \rightarrow \varepsilon$ du fer . . 190


Dans la partie précédente, nous avons étudié l'effet de la transition de phase $\alpha$-$\varepsilon$ dans le fer, dans l'optique de transposer nos observations dans le cas macroscopique de la graine terrestre. Nous connaissons maintenant l'effet de la transformation et de la contrainte non-hydrostatique sur les textures. Étant que les modèles géodynamiques prévoient également de la déformation, il reste maintenant à étudier un dernier point qui est l'effet de celle-ci sur la transformation et les propriétés structurales du fer.

Dans cette partie, nous allons continuer à travailler sur la transformation de phase $\alpha$-$\varepsilon$ en utilisant un dispositif permettant l'étude de la déformation à haute pression.

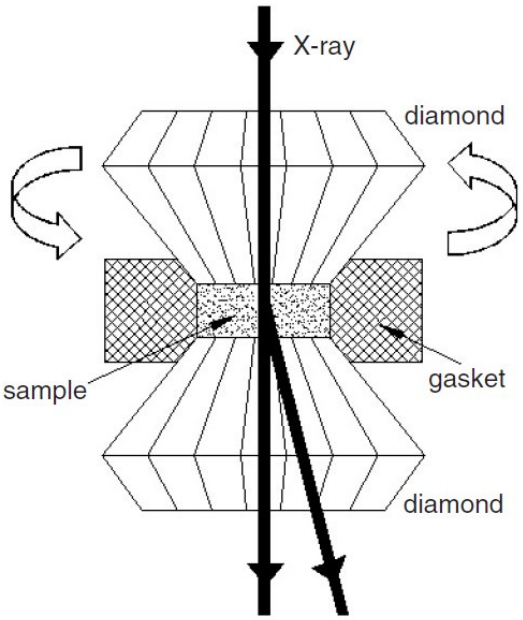



FIGURE 9.1 – Schéma de principe d'une RDAC, montrant les deux enclumes de diamant en opposition, la chambre de l'échantillon, le joint qui l'entoure, et l'alignement du faisceau incident de rayons X pour les mesures de diffraction des rayons X in situ. La rotation de l'enclume est indiquée par des flèches (extrait de Ma et al. [2006b]).

## 9.1 Étude de la déformation à haute pression : de nouvelles perspectives

### 9.1.1 Un dispositif récent : la cellule en cisaillement

Un dispositif expérimental récent, capable de produire de la déformation à haute pression, est la cellule à enclumes de diamant en cisaillement ou rotative (RDAC, pour rotational diamond anvil cell en anglais, aussi appelée shear DAC). Il s'agit d'une DAC de type piston-cylindre modifiée qui permet de faire tourner une enclume de diamant par rapport à l'autre, fixe (Fig. 9.1). En général, l'enclume en rotation est celle qui est reliée au piston [Ma et al., 2006b,a].

Cette caractéristique rend possible l'exploration des propriétés fondamentales des matériaux, telles que l'élasticité, la plasticité, la rhéologie et les transformations de phase, qui sont de première importance pour les applications technologiques.

La première expérience de diffraction des rayons X avec une RDAC est relativement récente et correspond aux expériences de suivi in situ de la transformation de phase hexagonal-wurtzite dans le nitrure de bore de Levitas et al. [2004]. Depuis, la technique est en développement et on envisage des études comme les changements microstructuraux, du degré de désordre atomique, et de la plasticité.

## 9.1.2 Caractéristiques techniques

### 9.1.2.1 Gradient de pression

#### Gradient fort en compression

Généralement, on étudie les phénomènes de transformation de phase dans des conditions les plus hydrostatiques possibles. On utilise donc généralement des milieux transmetteurs de pression, dans l'idée de limiter le plus possible l'effet de la contrainte non-hydrostatique dans la DAC [vonBargen and Boehler, 1990, Klotz et al., 2009]. Néanmoins, l'existence d'une contrainte non-hydrostatique peut présenter un intérêt pour étudier l'élasticité d'un échantillon à haute pression.

En l'absence de milieu transmetteur, la compression plastique d'un échantillon en DAC produit un gradient fort, centré autour de l'axe de rotation de la cellule. Ce gradient suit l'équation d'équilibre simplifiée suivante [Ma et al., 2006b] :

$$\frac{\partial p}{\partial r} = -\frac{2\tau_r}{h} \tag{9.1}$$

où $\frac{\partial p}{\partial r}$ est le gradient de pression dans la direction radiale, $r$ est la distance radiale par rapport au centre de l'échantillon, $\tau_r$ est la contrainte cisaillante le long de la direction radiale, et $h$ est l'épaisseur de l'échantillon.

D'après cette équation, la pression est plus forte au centre de l'échantillon et diminue régulièrement en allant vers la périphérie de l'échantillon.

#### Distribution de pression homogène dans la cellule

D'après Levitas et al. [2004], ce fort gradient complique la caractérisation des transitions de phase [Levitas et al., 2004, 2005, 2006] à cause de la forte augmentation de la pression pendant la transformation vers une phase plus résistante (Fig. 7.2 et Fig. 8.10). Levitas et al. [2004] ont donc développé théoriquement une procédure permettant d'obtenir une distribution homogène de la pression dans la chambre de l'échantillon. Ils ont pu ensuite valider expérimentalement cette théorie.

La solution proposée est assez simple. Il s'agit de placer l'échantillon que l'on souhaite étudier dans un joint, qui l'entoure étroitement. On peut ainsi fortement limiter l'écoulement radial, du centre vers la périphérie, qui a lieu dans l'échantillon lors de la déformation. On obtient alors un gradient de pression quasiment nul sur l'ensemble de l'échantillon [Levitas et al., 2004, 2005, Ma et al., 2006b,a, Levitas et al., 2006].

Néanmoins, l'utilisation d'un joint ne suffit pas à garantir une distribution de pression homogène lorsqu'il se produit un phénomène de changement de phase vers une structure plus résistante. Dans le cas où la transformation s'active en même temps sur l'ensemble de l'échantillon, on garde une distribution de pression homogène [Levitas et al., 2004]. Dans le cas contraire, cela créé une variation latérale de la pression dans l'échantillon [Ma et al., 2006b].

A titre d'exemple, nous montrons en Fig. 9.2 les gradients de pression expérimentaux obtenus par Ma et al. [2006b] pour la transformation $\alpha \rightarrow \varepsilon$ dans le fer.

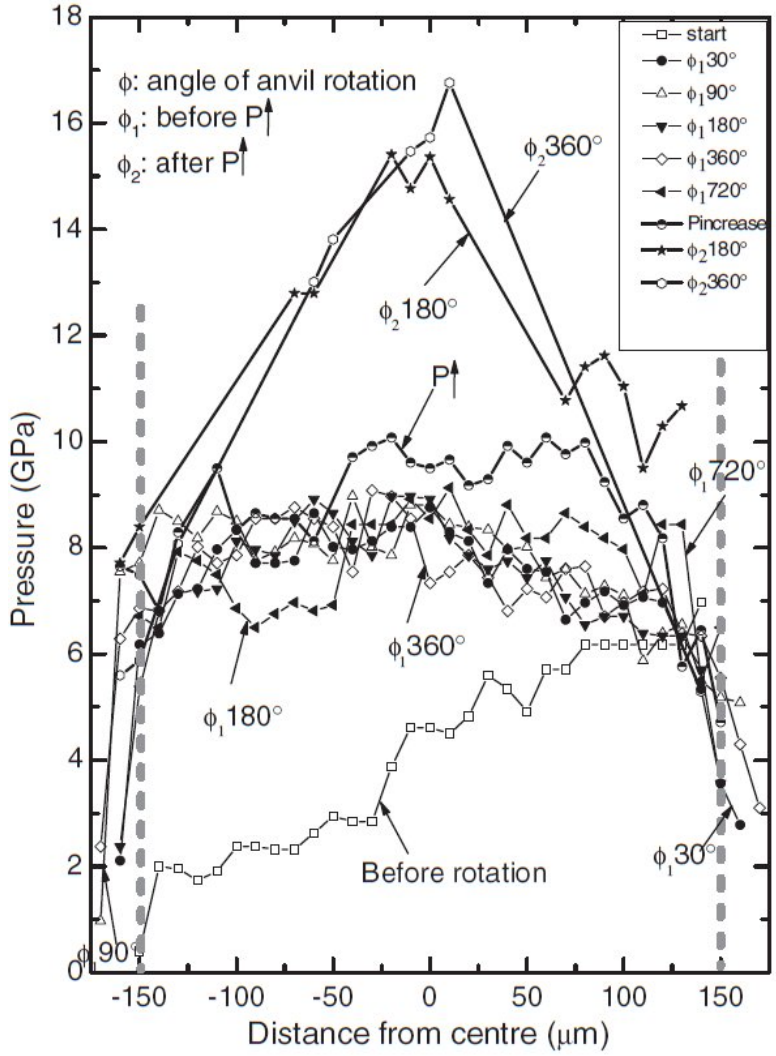



FIGURE 9.2 – Distribution de la pression dans la chambre de l'échantillon le long d'un diamètre de l'échantillon (extrait de Ma et al. [2006b]). $\varphi$ représente la rotation cumulée de l'enclume en rotation. $\varphi 1$ correspond aux rotations effectuées après une première montée en pression. $\varphi 2$ indiquent celles qui se déroulées après une seconde montée en pression. P↑ signifie montée en pression. Les lignes grises correspondent aux positions des bords des facettes des enclumes.

On remarque que pour les rotations suivant la première montée en pression, on a bien une distribution de pression homogène le long de la section. Cependant, on note qu'après la deuxième montée en pression (qui est marquée par une transition de phase $\alpha \rightarrow \varepsilon$ au centre), ce n'est plus le cas. Il existe un pic de pression dans la région qui s'est transformée vers la phase de haute pression. Le profil longitudinal obtenu montre un gradient fort de pression, très proche du cas décrit dans le paragraphe précédent.

Ainsi, un problème récurrent dans l'étude et la caractérisation des transformations de phase activées par la déformation à haute pression dans une RDAC est donc de produire un champ de pression uniforme sur l'ensemble de l'échantillon, y compris dans la région déjà transformée [Levitas et al., 2006].

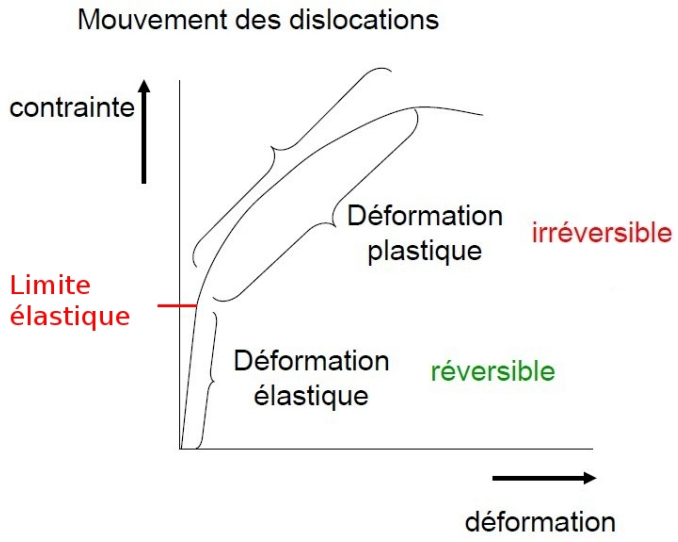



FIGURE 9.3 – Localisation de la limite d'élasticité et des comportements mécaniques des matériaux sur un diagramme représentant la contrainte en fonction de la déformation. La région de déformation élastique présente la plupart du temps une relation linéaire entre la contrainte et la déformation. Cela correspond au domaine élastique où la loi de Hooke (Eq. 2.1) s'applique et où la déformation est réversible. Au delà de la limite d'élasticité, on entre dans le domaine plastique et les déformations sont permanentes.

#### 9.1.2.2 La déformation dans une RDAC

##### Bref rappel d'élasticité et de plasticité

###### Relation déformation-contrainte : domaines élastiques et plastiques

En étude des matériaux, la résistance d'un matériau est sa capacité à supporter l'application d'une contrainte sans se casser. Avant la rupture, il existe deux types de comportements différents : la déformation élastique (réversible) puis la déformation plastique (irréversible). La limite entre ces deux comportements est appelée la limité d'élasticité (yield strength en anglais) (Fig. 9.3). Elle correspond à la contrainte à partir de laquelle un matériau arrête de se déformer d'une manière élastique, réversible et commence donc à se déformer de manière irréversible. En pratique, il est possible d'observer ces deux types de comportements mécaniques dans un même échantillon, en particulier dans le cas d'une transition de phase où la résistance de la phase fille n'est pas la même que celle de la phase mère.

###### Mécanismes de déformation plastique

Dans les métaux, la déformation plastique à température ambiante se produit principalement par les mouvements des dislocations [Colombié, 2008]. Il s'agit de défauts linéaires correspondant à des discontinuités dans l'organisation de la structure cristalline (Fig. 9.4b). La contrainte nécessaire pour mettre en mouvement une

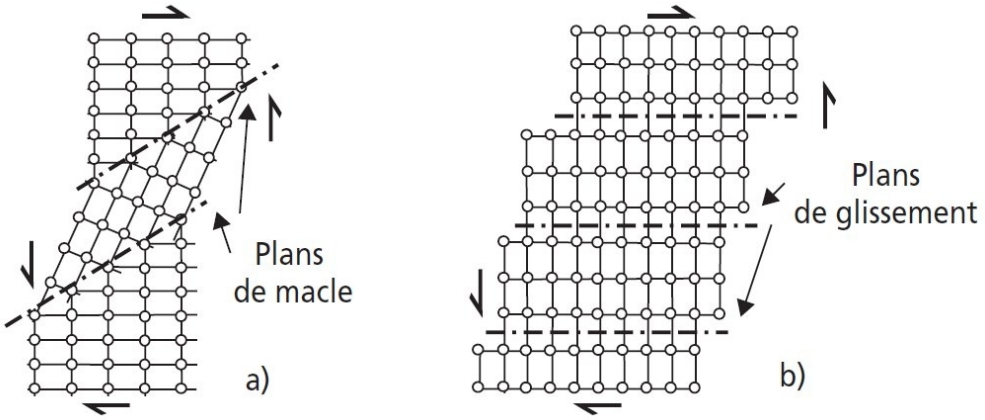



FIGURE 9.4 – Mécanismes de déformation plastique des matériaux. En (a), maclage. En (b), propagation des dislocations.

dislocation dépend en grande partie de la structure cristalline et de l'orientation et la densité des autres dislocations. Par exemple, il peut arriver que les dislocations ne se propagent pas localement car leur densité est trop importante et elles se bloquent mutuellement, empêchant finalement leur propagation. On parle alors de phénomène de durcissement structural. La mobilité des dislocations dépend également de l'orientation des grains dans le polycristal. Si l'orientation des autres grains n'est pas compatible, sa propagation s'arrête. En effet, pour un métal, les lignes de dislocation ne se propagent que dans les plans denses. De même, les directions préférentielles de glissement sont également les directions les plus denses.

Un autre mécanisme, le maclage, peut également jouer un rôle important dans la déformation plastique de certains matériaux et, en particulier, pour les métaux de structure hc à température peu élevée (Fig. 9.4a) : une partie du cristal est ainsi cisaillée entre deux plans qui vont former les interfaces avec la partie non déformée. Le taux de cisaillement induit est donné par la géométrie du système de maclage (plan et direction cristallographiques de maclage) dans la maille cristalline. On observe surtout le maclage dans les matériaux dont le nombre de systèmes de glissement est réduit, par exemple ceux de structure hexagonale compacte.

### Comportements fragiles et ductiles

Ces deux domaines, élastique et plastique, définissent également deux grands types de comportements mécaniques : la ductilité et la fragilité des matériaux (Fig. 9.5). Ces comportements peuvent changer en fonction des conditions de pression et de température [Murry, 2010].

Le phénomène de ductilité est la conséquence de la facilité de la mise en jeu du glissement multiple à l'intérieur des grains. La déformation ductile est donc caractérisée par une forte déformation plastique après la phase élastique et elle correspond au cas où les dislocations sont mobiles.

Si la contrainte nécessaire pour permettre le mouvement d'une dislocation est

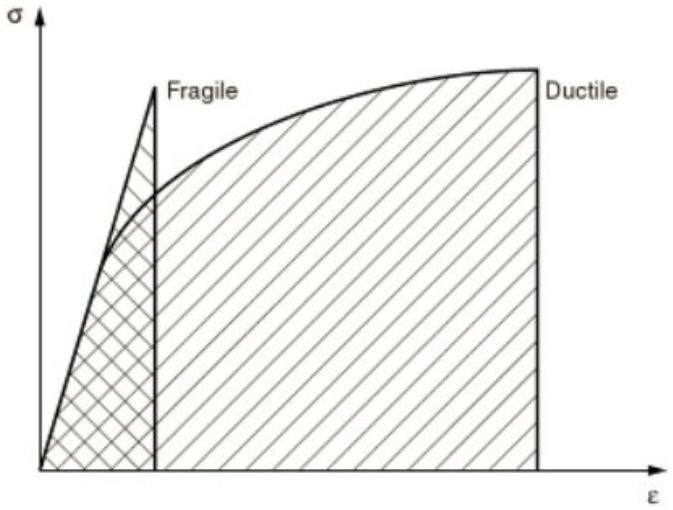



FIGURE 9.5 – Localisation des domaines ductile et fragile sur le diagramme contrainte/déformation (extrait de Murry [2010]). La limite élastique du matériau fragile est plus haute que celle du matériau ductile.

trop importante, il se forme des fissures dans le métal et la rupture est fragile. Cette dernière est caractérisée par une cassure sans déformation plastique ou avec une déformation plastique très faible. Généralement, la fragilité augmente avec la limite d'élasticité, par l'action d'un durcissement structural, par exemple. Ainsi, pour deux polymorphes de transition de phase, le matériau le plus fragile est aussi celui qui possède la plus haute limite d'élasticité. Cela correspond en général à la phase de haute pression [Ma et al., 2006b].

Ainsi, en fonction du processus qui nécessite la plus faible contrainte appliquée pour les phases cristallines en présence dans la RDAC, on aura soit de la déformation plastique (comportement ductile), soit de la propagation de fissures (comportement fragile).

### Etat de contrainte

Par définition, le mouvement de déformation dans une RDAC correspond à un cisaillement simple en surface, qui induit une torsion dans les profondeurs de l'échantillon, du côté de l'enclume fixe.

En Fig. 9.6, on montre l'état de contrainte supposé dans l'échantillon de la RDAC. En (a), on voit que le gradient de déformation est plus fort en périphérie de l'échantillon qu'au centre car le taux de déformation y est plus important. Au centre, le gradient de déformation s'annule, bien que les contraintes y soient très fortes. En (b), on montre la resserrement de la zone déformée en profondeur, au fur et à mesure qu'on se rapproche de l'enclume fixe.Le taux de déformation y est aussi plus fort. En conséquence, on a un maximum de déformation en surface, directement au contact de l'enclume en rotation.

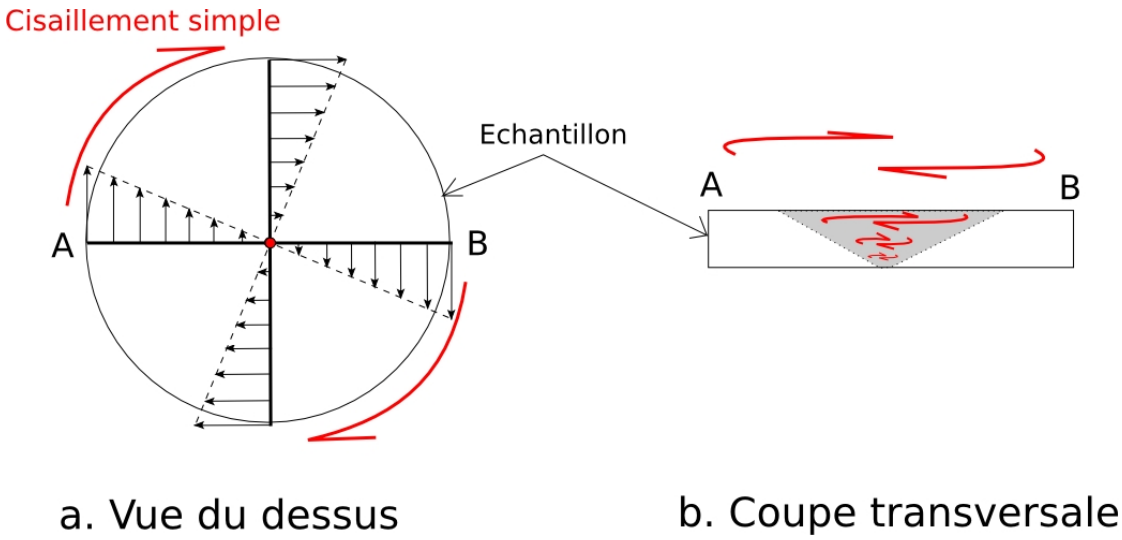



FIGURE 9.6 – Cisaillement simple dans l'échantillon placé en RDAC. En (a), vue de dessus : les directions transversales de l'échantillon sont dans le plan de la feuille, la direction normale est la direction de compression. En (b), coupe transversale le long du diamètre $[AB]$. La cellule en rotation est au dessus. Le triangle gris délimite la zone déformée par le mouvement de torsion.

## 9.2 Effet du cisaillement sur une transformation de phase

Il a été proposé que l'application d'un cisaillement simple de grande amplitude sur un échantillon en RDAC à haute pression change provoque des changements importants en termes de microstructure, de thermodynamique et de cinétique des transformations de phase [Blank and Konyaev, 1984, Blank et al., 1994, Serebryanaya et al., 1995, Novikov et al., 1999, Levitas et al., 2004]. Pour certaines transformations de phase, le cisaillement est à l'origine de l'abaissement de la pression de transition, de la formation de nouvelles phases cristallines, de changements irréversibles de la microstructure et pourrait même contrôler la cinétique de la transformation [Levitas et al., 2006].

### 9.2.1 Abaissement des pressions de transition et activation de la transformation

D'après les expériences de Levitas et al. [2004] sur la transformation hBN → wBN, le cisaillement provoque la baisse des pressions de transition. Cette observation est confirmée par les travaux expérimentaux de Ma et al. [2006b] et Ma et al. [2006a]. Levitas et al. [2006] ont évoqué une diminution de la pression de transition d'un facteur 2 à 5 dans le cas d'un cisaillement de grande ampleur, ce qui est très (trop ?) important. Leurs résultats ont montré qu'une rotation importante de l'enclume mobile suffisait à activer la transition de phase, même avec des pressions inférieures à la pression de début de transition, 13 GPa. En accord avec ceci, Mao

et al. [2006] ont trouvé que la transformation directe débutait aux alentours de 10,6 GPa.

Ces observations font écho aux raisons évoquées pour expliquer la variabilité de la forme de l'hystérésis de transformation selon le milieu transmetteur (Fig. 7.2) [vonBargen and Boehler, 1990]. Plus la contrainte non-hydrostatique est importante (et donc les cisaillements internes), plus la phase $\varepsilon$ persiste longtemps en dehors de son domaine de stabilité usuel, à basses pressions. De la même manière, la pression de début de la transition directe se trouve également diminuée tout comme Caspersen et al. [2004] l'ont montré. Ils ont en effet mis en évidence une stabilisation de la phase hexagonale compacte sous l'effet d'un cisaillement. La transition inverse débute alors pour des volumes de maille plus grands et à des pressions inférieures à celles qui sont communément acceptées. Caspersen et al. [2004] ont justifié, qu'au même titre que les écarts entre les pressions de transition d'un milieu transmetteur à l'autre, cet abaissement notable des pressions de transition était lié à une microstructure complexe dans les domaines de coexistence des phases cristallines.

Pour expliquer ce phénomène, Levitas et al. [2006] ont suggéré une autre solution, directement lié au mode de croissance des cristaux de la nouvelle phase. Ils ont suggéré que l'augmentation de pression résultant du cisaillement, à compression constante, favorisait la transformation de phase [Levitas et al., 2006]. La transition commencerait principalement au niveau de défauts préexistants pour lesquels les contraintes externes ne dépasseraient pas la limite d'élasticité du matériau. A l'inverse, lorsque la transformation est activée par la déformation, la nucléation des grains de la nouvelle phase se ferait sur de nouveaux défauts, créés par la déformation plastique Levitas et al. [2006].

Ainsi, toute transformation de phase (martensitique, tout du moins) à la fois contrôlée par la pression (compression) et par la torsion (déformation plastique). Aussi, ces deux modes, complémentaires et similaires, ne feraient cependant pas appel aux mêmes phénomènes de croissance cristalline.

### 9.2.2 Degré de désorganisation et résistance à la déformation

En opposition à l'effet du cisaillement, un autre phénomène vient contrebalancer la montée en pression. Il s'agit du degré de désordre atomique qui augmente avec le degré de rotation. On sait que les transitions de phase se déclenchent plutôt dans les régions où l'arrangement cristallin est bien ordonné, on retarde ainsi localement la transformation [Levitas et al., 2006]. Un autre élément pouvant augmenter le désordre atomique est la transformation elle-même puisqu'elle génère habituellement des grains de taille plus petite que la phase mère.

### 9.2.3 Effet intrinsèque de multiplication de pression

Déjà mis en évidence par les expériences de Blank and Konyaev [1984] sur d'autres matériaux non métalliques, il existe un effet intrinsèque de multiplication de pression (pressure self-multiplication effect en anglais), qui fait qu'il y a

formation d'un fort gradient au centre pendant et après la transition de phase [Ma et al., 2006b]. La raison théorique à cette augmentation est fournie par Levitas et al. [2004]. Au cours de la rotation de l'enclume, l'épaisseur de l'échantillon diminue, à compression constante. La réduction d'épaisseur sous un champ de contraintes compressives constant se traduit par une augmentation de la pression au niveau de la phase cristalline qui présente la plus haute limite d'élasticité. C'est généralement la phase de haute pression.

### 9.2.4 Simulation de l'effet du cisaillement sur une transition de phase : application à la transformation $\alpha \rightarrow \varepsilon$ du fer

#### 9.2.4.1 Comportement des structures cc et hc face à la déformation

Dans le cas qui nous intéresse, à savoir la transition $\alpha$-$\varepsilon$, les deux structures du fer, cc et hc, ne présentent pas le même comportement vis à vis de la contrainte.

##### Le comportement possiblement ductile du fer cc

Pour les structures comme cc ou cfc, qui ont bien plus de cinq plans de glissement indépendants (12 en tout), le polycristal conserve le caractère ductile du monocristal. Néanmoins, contrairement à la structure fcc, le fer cc ne possède pas réellement de plans denses. Or, c'est dans ces plans que les dislocations se propagent généralement. Le fer cc ne se comporte donc pas toujours de manière ductile face à la déformation plastique, surtout pour des températures basses. Cependant, il est probable que pour des expériences de déformation à haute pression et température ambiante (en vrai, 300 K), il soit bien ductile.

##### Le comportement fragile du fer hc

Le nombre de plans de glissement indépendants actifs pour le fer hc est très limité par rapport aux structures cubiques. Il adopte donc un comportement fragile. La déformation, faible, peut toutefois se faire à travers des phénomènes de maclage.

De manière générale, on conclue que le fer hc, étant fragile, présente très probablement une limite élastique supérieure à celle du fer cc. En vertu de quoi, on peut choisir la simulation de Levitas and Zarechnyy [2010a] la mieux adaptée à la transformation qui nous intéresse.

#### 9.2.4.2 Simulation de l'effet du cisaillement sur la transformation [Levitas and Zarechnyy, 2010a]

Pour l'instant, les seules simulations portant sur l'effet du cisaillement sur la transformation sont celles de Levitas and Zarechnyy [2009] et Levitas and Zarechnyy [2010a]. Elles permettent de simuler une expérience de cisaillement sur un

échantillon sans joint. Récemment, Levitas et al. [2006] ont pris le parti de s'essayer à la simulation de l'effet du cisaillement sur les transformations de phase, à l'aide d'un code en éléments finis [Levitas and Zarechnyy, 2007, 2009, 2010b,a].

### Conditions aux limites du modèle

D'après leurs travaux expérimentaux précédents [Levitas et al., 2004, 2006], Levitas and Zarechnyy [2010b] ont suggéré que les transformations de phase induites par une déformation peuvent être caractérisées en termes de cinétique contrôlée par la déformation et dépendante de la pression. En effet, même s'il y a rotation, si la pression est loin de la gamme de transition usuelle, la transition ne pourra pas être activée.

De cette hypothèse initiale, ils ont développé un modèle tri-dimensionnel de simulation de transformations de phase d'un matériau sous l'effet d'une compression et d'une torsion, dont la cinétique est contrôlée par la déformation.

D'un point de vue pratique, le problème est présenté de la manière suivante. Puisque les facettes des enclumes de diamants sont au nombre de 8 à 32, l'enclume est assimilée à un cône. Levitas and Zarechnyy [2010a] ont considéré une symétrie axisymétrique autour de l'axe de rotation de la RDAC. Le problème est donc formulé dans un repère cylindrique, centré autour de la direction de rotation.

En conditions initiales, ils ont fixé spécifiquement l'épaisseur initiale de l'échantillon, l'épaisseur initiale de la partie de l'échantillon qui n'est pas coincée entre les enclumes, le rayon externe de l'échantillon. Dans cette simulation, il n'y a pas de joint : l'échantillon est directement placé entre les enclumes. Son rayon est choisi beaucoup plus grand que le rayon des enclumes.

L'échantillon est ensuite soumis successivement à une compression axiale, puis à une torsion imprimée par une enclume avec une compression constante.

### Transformations de phase vers une structure plus résistante

Étant donné ce qu'on sait de la rhéologie des structures cc et hc du fer, il est évident que la simulation de Levitas and Zarechnyy [2010a] la plus adaptée est celle qui considère une phase fille plus résistante, soit avec une limite d'élasticité plus haute. Nous choisissons d'étudier le cas où il n'y a que de la rotation (et donc, de la torsion), sans étape intermédiaire de compression.

Les résultats de leurs simulations sont présentés en Fig. 9.7 pour les quarts de coupes transversales simulées de l'échantillon et en Fig. 9.8 pour les gradients de pression, de concentration et de contraintes.

On constate qu'à l'état initial, il y a déjà une certaine proportion de la phase de haute pression dans l'échantillon (Fig. 9.7c, stade 1). A chaque rotation, la concentration en phase de haute pression augmente, jus'à atteindre les 100% dès le stade 3. On remarque également qu'il y a déplacement de l'interface entre les deux phases vers la périphérie de l'échantillon. Dès le stade 2, le front de transition se superpose au domaine où les transitions de phase sont normalement interdites. A partir du stade 3, il l'a dépassé. On constate cependant que la transition de

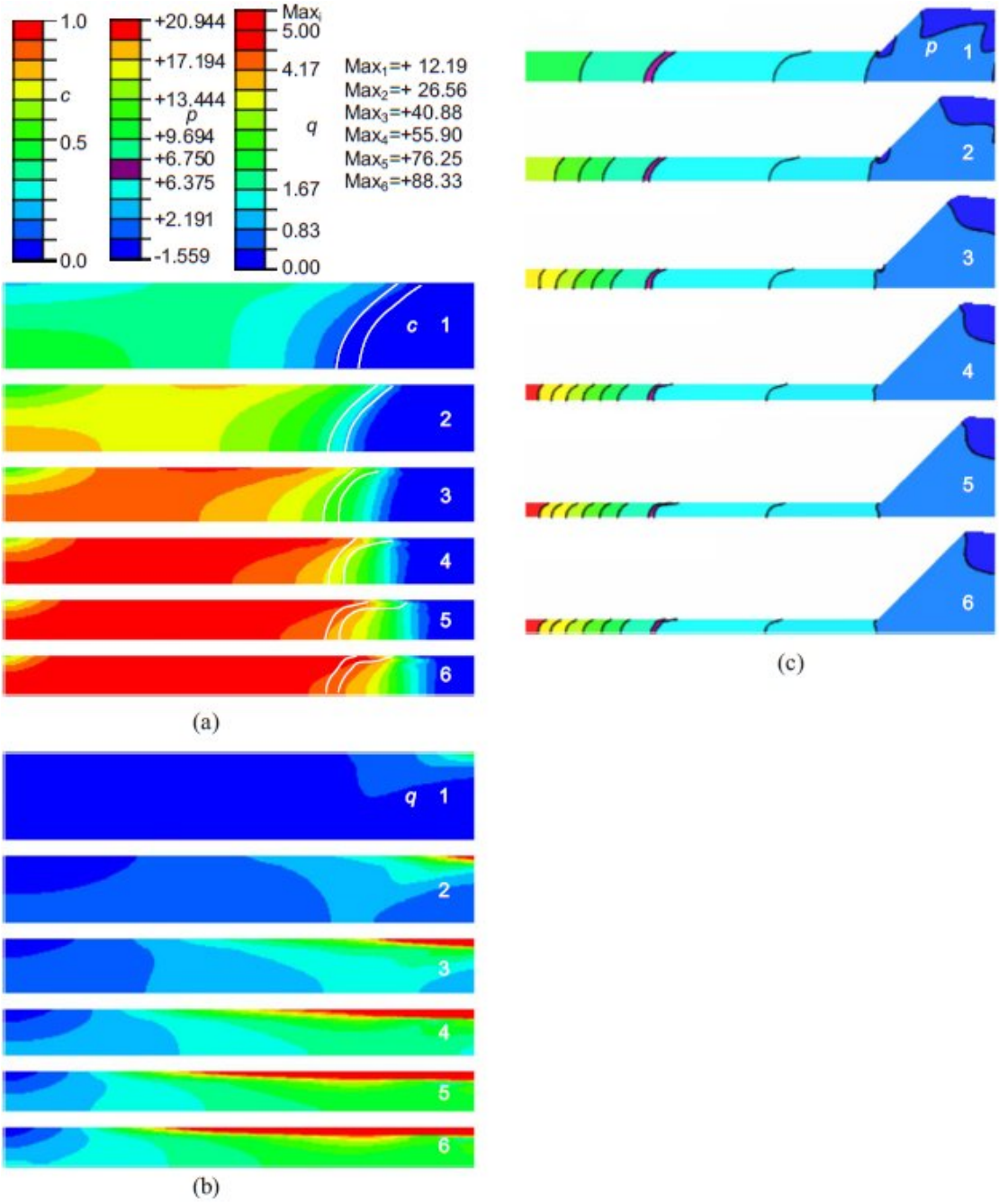



FIGURE 9.7 – Quarts de coupe transversale de l'échantillon à plusieurs stades de la déformation (extrait de Levitas and Zarechnyy [2010a]). En (a), distribution de la concentration de la phase de haute pression, c ; en (b), déformation plastique cumulée, q ; et en (d), distribution de la pression. Les lignes blanches dans (a) et les régions en magenta en (c) correspondent au domaine où toute transition de phase, directe ou inverse, est interdite. A droite de cette région limite, la transition inverse se produit automatiquement. A gauche, c'est la transition directe. Les numéros 1 à 6 correspondent aux incréments successifs de rotation.

phase vers la structure de haute pression se poursuit au centre, y compris dans

cette région qui normalement ne devrait voir aucune transition.

Le fait que le front de transition se déplace est très probablement un effet de l'écoulement radial intense qui se produit à chaque rotation. Cela se confirme lorsqu'on regarde la figure Fig. 9.7b qui représente la déformation plastique cumulée. En effet, celle-ci est maximale vers l'extérieur de l'échantillon, soit là où la matière est chassée par la rotation centrale et se retrouve bloquée par le rebord extérieur de l'échantillon. Cela génère un excédent de déformation localement.

Enfin, on remarque que le rebord de matière à l'extérieur des enclumes (Fig. 9.7c) augmente en épaisseur à mesure que l'épaisseur de l'échantillon entre les diamants diminue.

Lorsqu'on regarde plus précisément le profil de pression le long du rayon de l'échantillon (Fig. 9.8a), on voit une augmentation manifeste de la pression avec la torsion alors que la force de compression appliquée ne varie pas. C'est une parfaite illustration de l'effet intrinsèque de multiplication de pression abordé précédemment [Blank and Konyaev, 1984, Blank et al., 1994, Levitas et al., 2004, 2006]. En plus d'une augmentation importante de la pression, celui-ci se caractérise également par la formation d'un plateau (ou coude) au niveau de la région limite, documenté pour d'autres matériaux mais pas pour KCl [Blank and Konyaev, 1984].

On remarque également que l'évolution de la concentration de la phase de haute pression est très rapide (Fig. 9.8b). En trois rotations seulement, on a entièrement retiré la phase de basse pression au centre de l'échantillon. L'interface entre les deux phases est également beaucoup plus tranché.

De manière générale, Levitas and Zarechnyy [2010a] ont souligné les points suivants :

- La localisation de la phase de haute pression et des déformations cumulées est très tranchée,
- On observe un plateau dans la gradient de pression, correspondant à la région où la thermodynamique ne permet normalement aucune transition,
- On retrouve numériquement l'effet intrinsèque de multiplication de pression,
- L'écoulement radial permet de rendre l'interface entre les deux phases franc,
- On obtient rapidement 100% de phase de haute pression au centre, sans que la compression ne soit augmentée. La même chose n'est apparemment pas possible en compression.

Nous avons souhaité nous intéresser à l'effet du cisaillement sur la transformation $\alpha$-$\varepsilon$ dans le fer. En reproduisant expérimentalement le montage numérique de Levitas and Zarechnyy [2010a], nous avons pu comparer nos résultats expérimentaux aux simulations, tout en testant un nouveau prototype de cellule en cisaillement. Dans le chapitre suivant, je vais présenter les résultats de cette étude préalable.

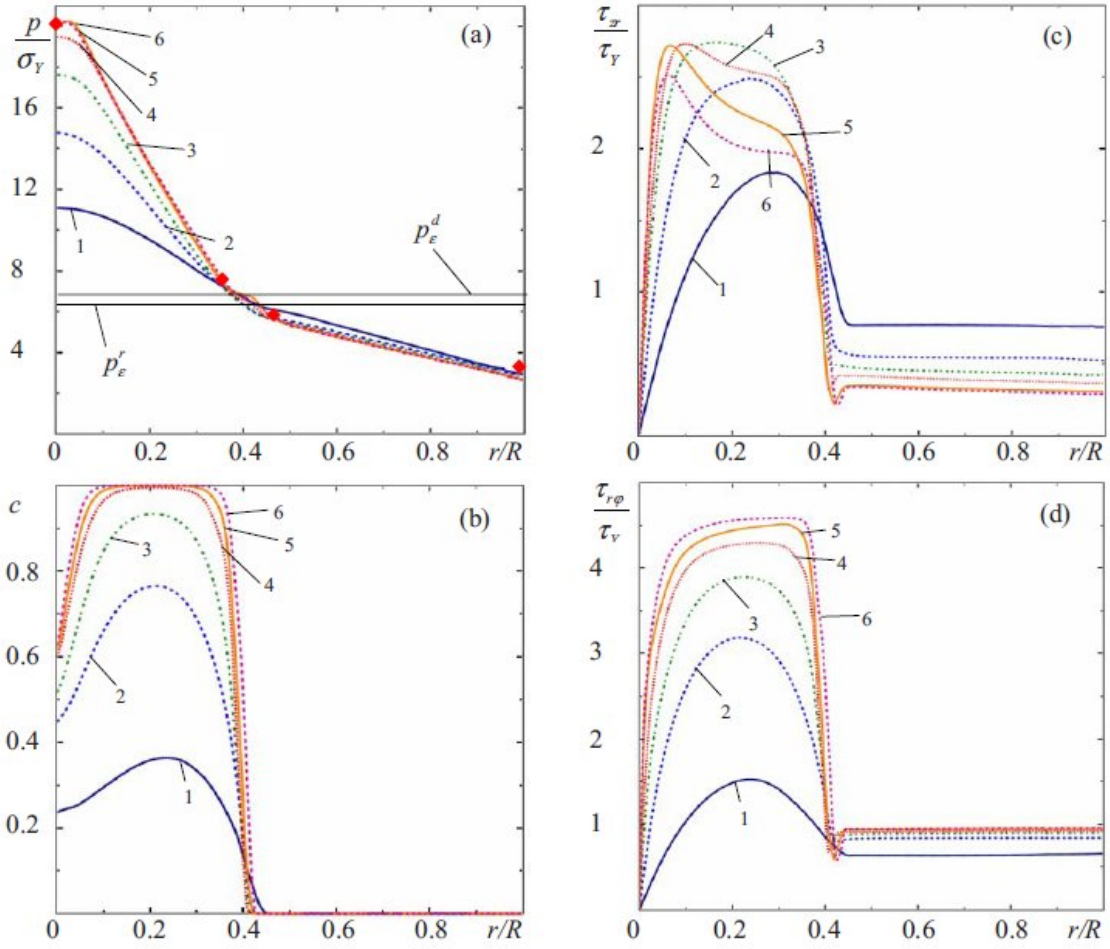



FIGURE 9.8 – Évolution fine des propriétés physiques dans l'échantillon en fonction de la distance au centre de l'échantillon (extrait de Levitas and Zarechnyy [2010a]). En (a), distribution de la pression ; en (b), évolution de la concentration en phase de haute pression ; en (c), contrainte cisaillante radiale, $\tau_{zr}$ ; et en (d), la contrainte cisaillante $\tau_{r\varphi}$.

# Chapitre 10

# Étude expérimentale d'un prototype de cellule en cisaillement

**Sommaire**


**10.1 Objectifs . . . . . 195**
**10.2 Méthode . . . . . 196**
10.2.1 Prototype de cellule en cisaillement . . . . . 196
10.2.2 Protocole expérimental . . . . . 197
**10.3 Résultats . . . . . 199**
10.3.1 Microscopie optique . . . . . 199
10.3.2 Proportions de phase . . . . . 201
10.3.3 Paramètres microstructuraux : gradient de pression et tailles de grain . . . . . 202
10.3.4 Textures observées . . . . . 206
10.3.5 Simulation de la transition . . . . . 208
10.3.6 Etat de contraintes . . . . . 209
**10.4 Discussion . . . . . 210**
10.4.1 Effet du cisaillement sur un échantillon de composition mixte 210
10.4.2 Retour sur le nouveau prototype de RDAC . . . . . 214
**10.5 Conclusions . . . . . 215**


## 10.1 Objectifs

Au début de ma thèse, Andreas Zerr nous a proposé de prendre part au test expérimental du prototype de RDAC qu'il avait mis au point. C'était pour moi l'occasion de rentrer dans mon sujet, tout en travaillant sur l'effet de la déformation, cisaillante ici, sur la transition $\alpha$-$\varepsilon$ dans le fer qui constitue une partie de mon travail de thèse.

Dans le cas de la graine, nous avons pu voir dans les parties précédentes que les transitions de phase étaient peu probable aux conditions extrêmes de la graine

terrestre. Cependant, d'après les résultats de la litérature [Blank and Konyaev, 1984, Blank et al., 1994, Novikov et al., 1999, Levitas et al., 2004, 2005, 2006, Levitas and Zarechnyy, 2007, 2009, 2010a], il est possible que la déformation permette d'amorcer des phénomènes de transformation de phase. Comme la plupart des modèles géodynamiques de formation font intervenir des mouvements de déformation, l'hypothèse de l'existence de phénomènes de transition de phase dans la graine doit être considérée de paire avec la déformation.

De plus, le développement de cellules diamant rotatives permet d'envisager des expériences de déformation contrôlées à des pressions largement supérieures à celles accessibles dans les dispositifs actuels, tels que la RDA. Il présente donc un intérêt évident pour l'étude de la rhéologie du manteau terrestre. Cependant, l'appareil, ainsi que les mesures que l'on peut y effectuer, restent mal maîtrisés. Dans cette section, nous allons donc chercher à tester ses capacités et le type de mesure que l'on peut y effectuer.

Nous avons donc réalisé des expériences de cisaillement sur un échantillon de fer en compression statique afin, à la fois, de tester le nouveau prototype d'Andreas, et d'étudier l'effet de la déformation sur la transition. Nous conclurons sur les perspectives en termes d'utilisation de la RDAC et sur les implications géophysiques de nos observations.

## 10.2 Méthode

Nous avons procédé à des expériences de compression statique en conditions non-hydrostatiques. Les expériences ont été réalisées à l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) à Grenoble sur la ligne de haute pression, ID09, en compagnie d'Andreas Zerr, qui a mis à notre disposition son prototype de cellule en cisaillement.

### 10.2.1 Prototype de cellule en cisaillement

Tous les modèles de cellule en cisaillement partent du même principe. On prend comme modèle de départ une cellule piston-cylindre classique. On modifie ensuite l'outillage de cette cellule afin d'y intégrer la rotation d'une des enclumes de diamant par rapport à l'autre, l'autre restant fixe.

Pour le prototype de Ma et al. [2006b], les auteurs ont installé un système de fermeture au dessus du piston afin de maintenir la pression dans la cellule. Un système de rondelles métalliques joue le rôle de ressort afin de transmettre la pression aux enclumes de diamants. Un bras de levier, accroché au système de fermeture le maintient en place [Ma et al., 2006b,a]. La rotation du piston se fait manuellement

Le prototype que nous présentons en Fig. 10.1 utilise un autre système pour effectuer la rotation. Une fois la cellule fermée, on ne touche plus directement au piston. Le piston est percé de 10 trous, espacés d'environ 36° les uns des autres. Deux encoches ont été prédécoupées dans le cylindre. L'ouverture de celles-ci est de l'ordre de 36° également afin de permettre une rotation complète. Au moment

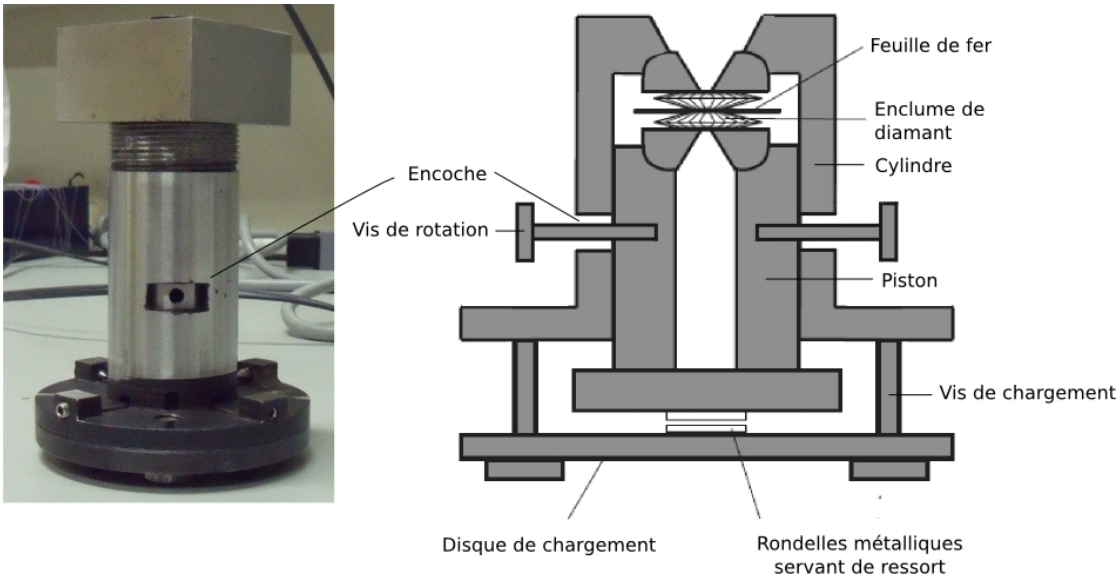



FIGURE 10.1 – Prototype de RDAC à vis opposées d'Andreas Zerr. Chaque rotation fait environ 36°.

de charger la cellule, il faut bien faire attention à ce que deux des 10 trous de vis soient alignés sur le bord de chacune des encoches, tête-bêche.

Pour effectuer une rotation, on visse les deux vis dans chacun des trous opposés, puis on pousse lentement les vis jusqu'à buter sur l'autre côte de chaque encoche. La rotation est alors de 36°.

Les avantages techniques de ce prototype sont de permettre un meilleur contrôle de l'angle de cisaillement, tout en appliquant la contrainte cisaillante de manière plus ou moins continue (dans l'idéal, mais cela nécessite pas mal de doigté) et douce (pour éviter d'arracher la surface de l'échantillon). Un autre avantage notable est que ce dispositif ne nécessite pas d'ouvrir le système de fermeture et que la rotation peut se faire directement sur la ligne de lumière, sans avoir à défaire le montage expérimental. L'angle de rotation est modulable : ce prototype permet en particulier d'effectuer jusqu'à 360° de rotation en une fois, ce qui n'était pas possible avant [Ma et al., 2006b].

### 10.2.2 Protocole expérimental

Nous avons effectué huit séries d'expériences, dont six sur des échantillons de feuille de fer de 50 $\mu$m d'épaisseur et d'un peu moins de 5mm de diamètre. Les échantillons ont été placés directement entre les faces des enclumes de diamant (de 500 $\mu$m de diamètre), en accord avec le protocole numérique décrit par Levitas and Zarechnyy [2010a]. On ajoute quelques sphères de rubis à la surface de l'échantillon pour mesurer la pression in situ. Pour chacune des quatre expériences sur le fer, les conditions expérimentales ont été modifiées afin de tester différentes combinaisons d'étapes de compression ou de torsion, à des pressions différentes. Les expériences sont toutes effectuées à température ambiante. Les paramètres expérimentaux des

quatre séries sur le fer sont présentés dans le Tab. 10.1. Les pressions indiquées correspondent aux mesures in situ prises au centre de l'échantillon par fluorescence du rubis [Dewaele et al., 2006] après une étape de compression.

TABLE 10.1 – Paramètres des séries d'expérience effectuées sur des échantillons de fer sur le prototype de RDAC. Les étapes notées 'MX' correspondent aux stades de montée en pression ou compression. Les étapes 'SX' correspondent aux rotations successives d'environ 36° (shear) entre deux étapes de compressions.

| Echantillon | Prubis (GPa) | Etapes | Phases du fer |
|---|---|---|---|
| 1 | 3 | M1 | $\alpha$ |
| | 6 | M2 | |
| | | - S1 | |
| | 7 | M3 | |
| 2 | 9 | M1 | $\alpha$ |
| | | - S1 | |
| | | - S2 | |
| | | - S3 | |
| 3 | 12 | M1 | $\alpha$ |
| | | - S1 | |
| | 11,4 | M2 | |
| 4 | 16 | M1 | $\alpha$ et $\varepsilon$ |
| | | - S1 | |
| | | - S2 | |
| | | - S3 | |
| 8 | 10 | M1 | $\alpha$ et $\varepsilon$ |
| | 20 | M2 | |

On effectue des mesures de diffraction aux rayons X in situ le long d'une section transversale (ou transect) d'un diamètre de l'échantillon, avec un pas d'échantillonnage de 20 $\mu$m. A chaque itération, on prend également une mesure directe de la pression du rubis.

Étant donné que nous souhaitons tester à la fois le prototype et l'effet du cisaillement sur la transition de phase, seul un échantillon parmi les six répond à nos critères de sélection : l'échantillon 4. Nous n'avons effectué de traitement de données que sur ce seul échantillon. La méthode d'affinement sur MAUD était la même que dans la Section 8.1.4, page 146, à la différence qu'il fallait appliquer en plus des contraintes pour affiner la déformation subie par la matériau. Notons que ce traitement de données s'est révélé être autrement plus complexe que pour le cas simple de la compression hydrostatique étudié dans la partie précédente. L'application de contrainte déformant la maille cristalline a compliqué considérablement l'affinement.

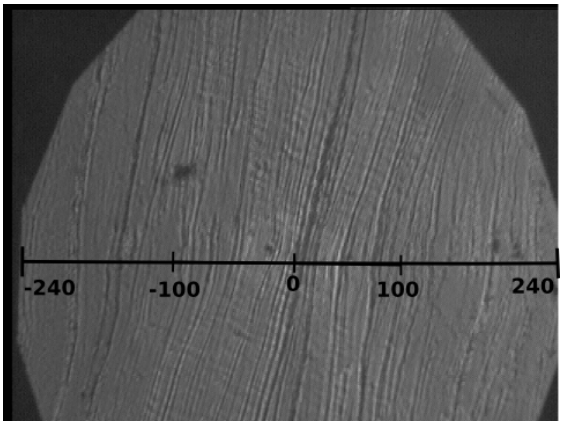



FIGURE 10.2 – Photo du transect "Est-Ouest" le long du diamètre de l'échantillon 4 avant cisaillement. Le centre est par convention 0. L'unité de la distance au centre est le $\mu$m.

## 10.3 Résultats

### 10.3.1 Microscopie optique

La taille de l'échantillon permet d'observer directement le cisaillement grâce au dispositif de microscopie optique monté sur la ligne de haute pression.

#### 10.3.1.1 Indices de réfraction et localisation des structures cristallines

La Fig. 10.3 montrent les photos en microscopie optique de l'échantillon pour chaque étape de l'expérience.

Le fer hc et le fer cc ne possèdent pas le même indice de réfraction. Sur la Fig. 10.3, sans cisaillement, on observe une tache plus claire au centre de l'échantillon, de l'ordre de 100 $\mu$m sur 50 environ. Il peut s'agir de fer $\varepsilon$, les zones plus "sombres" autour pouvant correspondre à du fer $\alpha$. On peut suivre la rotation de la région centrale au cours du cisaillement grâce aux différents indices de réfraction des deux structures cristallines. Avec la rotation, la différence entre les indices de réfraction de la phase externe et de la phase centrale est accentuée et le suivi qualitatif de la déformation est facilité.

#### 10.3.1.2 Glissement du plan de l'échantillon et cisaillement réel

On note que les laminations résiduelles périphériques issues de la texture initiale de laminage de l'échantillon ne sont pas fixes et tournent dans la direction du cisaillement. L'échantillon en surface, en contact avec l'enclume diamant, a donc été entraîné par l'enclume en rotation et il se peut que la rotation apparente ne représente pas le cisaillement réel exercé sur l'échantillon.

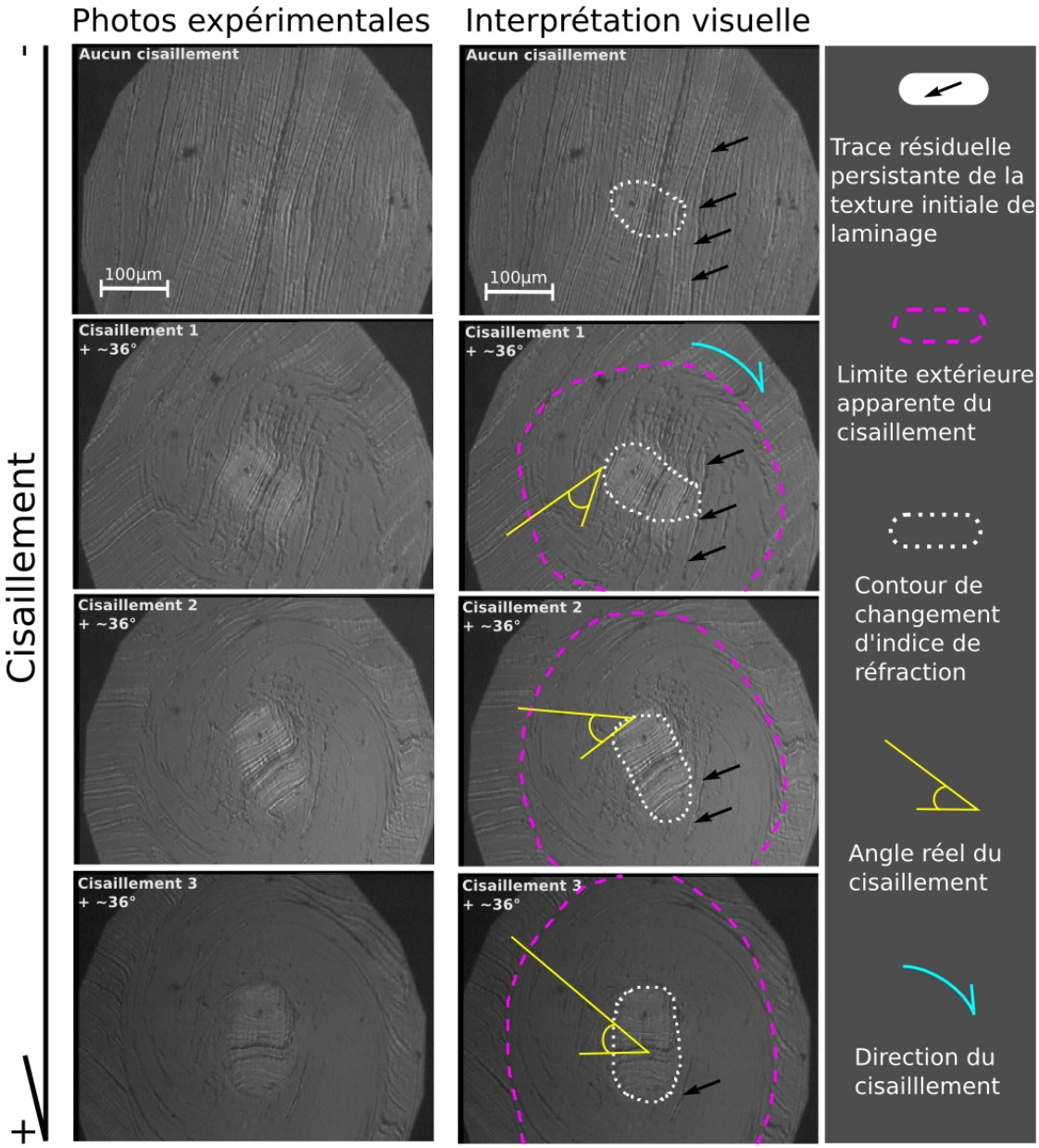



FIGURE 10.3 – Résultats de microscopie optique pour l'échantillon 4.

#### 10.3.1.3 Rhéologie dans la cellule

On observe un fort comportement ductile dans les zones les plus externes de l'échantillon et qui sont aussi les plus "sombres". Pour la zone centrale, plus claire au centre de la cellule, on ne reconnaît aucun marqueur de la déformation plastique.

D'après ce qu'on sait des différentes propriétés mécaniques exprimées par les deux structures cristallines en présence (cf Section 9.2.4.1), on peut maintenant affirmer que la zone centrale contient du fer $\varepsilon$ en grande proportion. Par ailleurs, comme le fer $\alpha$ peut-être ductile sous certaines conditions, la zone extérieure sombre est donc probablement en majorité composée de fer $\alpha$.

Vers le centre de l'échantillon, on observe que la déformation plastique diminue

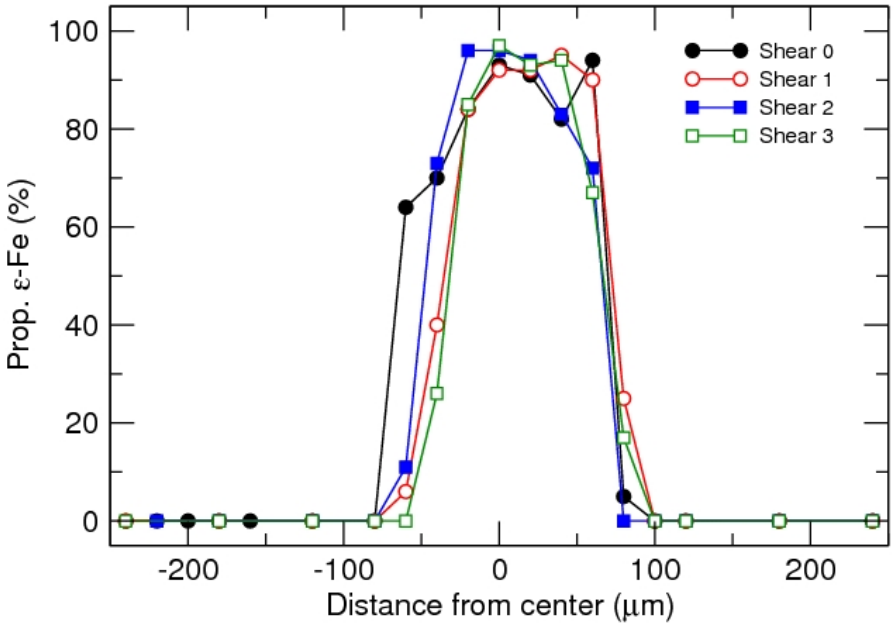



FIGURE 10.4 – Proportions de phase de fer $\varepsilon$ en fonction de la distance au centre de l'échantillon (qui est aussi le centre de rotation de la RDAC).

progressivement d'intensité en se rapprochant de la zone centrale constituée de fer $\varepsilon$, qui semble tourner de manière plus ou moins rigide. On remarque qu'il existe entre la zone externe très ductile, et la zone centrale, peu déformable, une sorte de zone de transition où on observe de la déformation plastique mais où les laminations de la texture initiale de laminage persistent. On remarque, qu'après une série de trois cisaillements consécutifs, cette zone est presque entièrement déformée, à l'exception de quelques laminations fossiles (flèches noires).

On observe que la déformation plastique est d'abord concentrée dans la première moitié de l'échantillon (fin du cisaillement 1). La bordure extérieure de la zone cisaillée se déporte ensuite progressivement, au fur et à mesure des rotations, vers la périphérie de l'échantillon. A la fin de l'expérience, les zones les plus périphériques (fer $\alpha$) ne sont toujours pas visiblement cisaillées. La texture de laminage de l'échantillon initial y est toujours visible.

## 10.3.2 Proportions de phase

### 10.3.2.1 Localisation des structures cristallines dans l'échantillon, variations latérales apparentes de concentration

Les proportions de phase de fer $\varepsilon$ le long de la coupe transversale définie en Fig. 10.2 sont présentées en Fig. 10.4.

De manière générale, on peut globalement déterminer des domaines d'existence pour chacune des phases cristallines en présence. On constate que la région centrale, entre $\approx$-50 et $\approx$50 $\mu$m environ, est en effet principalement constituée de fer $\varepsilon$ avec une concentration très faible en fer $\alpha$. On observe que la proportion initiale de fer $\varepsilon$ avant l'application d'un premier cisaillement, S1, est proche de 100% au centre

de l'échantillon et que la distribution de concentration autour de ce maxima est assez asymétrique. A partir du premier cisaillement, on observe un plateau entre ≈-50 et ≈50 $\mu$m présentant des proportions de fer $\varepsilon$ minimales de 90%.

Bien que les différents profils de concentration de la phase de haute pression, hc, soient plus ou moins superposés, il existe des différences entre chacune des distributions. Ces différences sont principalement dues à la rotation solide de la zone transformée, visible sur les photos de microscopie optique.

En dehors de cette zone, le profil de concentration du fer $\varepsilon$ est nul. La seule phase en présence vers l'extérieur est donc le fer $\alpha$.

L'interface entre les deux phases est nette et brutale, en particulier à partir du premier cisaillement.

#### 10.3.2.2 Fluage radial et fin de la transition de phase $\alpha \rightarrow \varepsilon$ au centre

Lorsque l'on reporte sur la Fig. 10.3 les positions des interfaces entre les phases $\alpha$ et $\varepsilon$, on remarque que ces points sont situés à l'extérieur de la zone marquée par une différence d'indice de réfraction.

En (Fig. 10.5), on a reporté les points correspondant à l'interface entre les deux phases cristallines sur le profil transversal de l'échantillon. En faisans l'hypothèse que l'interface réel entre les deux phases de fer est parallèle à l'interface visible, on trace une ligne de contour (noire), parallèle à la ligne (blanche) délimitant la frontière de réfraction. On observe qu'on peut maintenant expliquer les variations de position ainsi que les variations d'épaisseur apparentes, qui sont dues à l'asymétrie de la zone centrale, riche en fer $\varepsilon$.

On remarque que la taille de l'enveloppe noire de l'étape de cisaillement nul (compression uniquement) correspond plus ou moins à la taille de la zone cerclée de blanc après le premier cisaillement. Dans la suite de l'expérience, on note que cette zone blanche évolue peu avec le cisaillement, tandis que la zone noire s'étale un peu en direction des régions externes de l'échantillon.

### 10.3.3 Paramètres microstructuraux : gradient de pression et tailles de grain

#### 10.3.3.1 Gradient de pression

A partir des paramètres de maille, on peut calculer les volumes de maille élémentaire qu'on peut représenter directement selon la coupe transversale de l'échantillon. Cependant, ce n'est pas ici la représentation la plus pratique. Lorsqu'on effectue des essais à l'aide d'une RDAC, il est commode de représenter le gradient de pression en fonction de la distance au centre de l'échantillon, qui peut être directement calculé à partir de la distribution transversale des volumes de mailles en utilisant une EOS.

En Fig. 10.6, nous montrons l'évolution du gradient de pression au cours de l'expérience, obtenu en utilisant l'EOS de Dewaele et al. [2006] pour le fer $\alpha$. Le

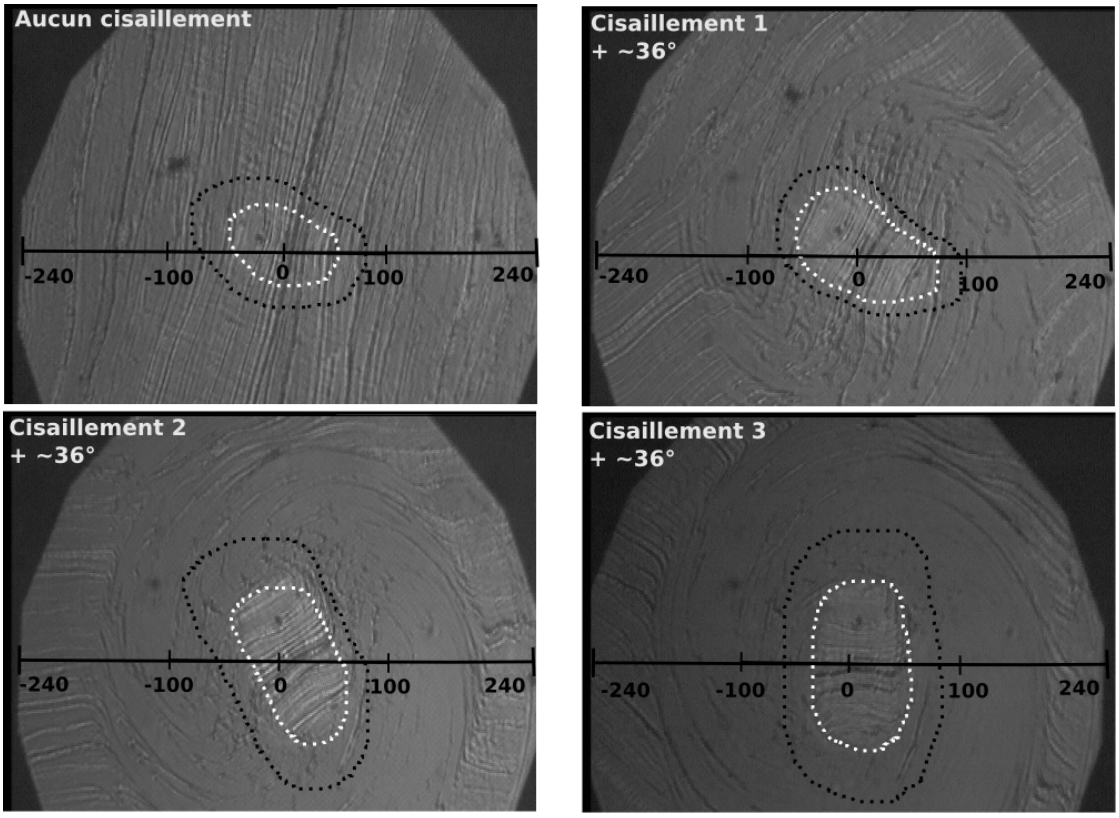



FIGURE 10.5 – Lignes de contour visible (en blanc) et réel (en noir, d'après les courbes de proportion de phase de fer $\varepsilon$) en fonction du degré de cisaillement.

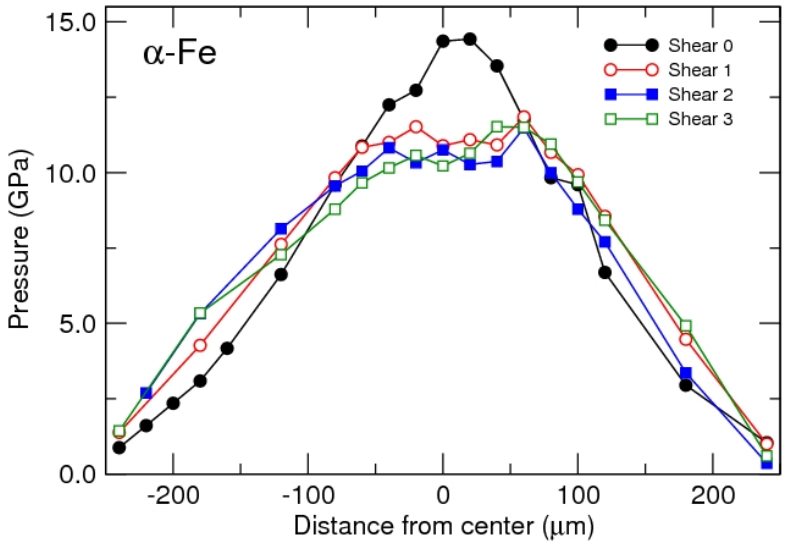



FIGURE 10.6 – Gradient de pression obtenu le long d'un profil transversal dans un échantillon avec le prototype de RDAC de A. Zerr. La notation utilisée pour décrire les différents stades de l'expérience sont celles du Tab. 10.1.

profil de volume de maille correspondant est anti-symétrique : pour une pression

importante, le volume de maille est petit, et vice-versa.

Quel que soit le stade, le gradient de pression est plus ou moins symétrique et centré autour de 0, avec des pressions maximales au centre et minimales pour les distances au centre les plus élevées. La gamme de pression parcourue varie de 1 à 14 GPa pour M1 (compression initiale), et de 1,5 à seulement 12 GPa pour les trois cisaillements suivants.

Pour la compression initiale M1, on observe un gradient de pression fort, bien symétrique, avec un pic important autour de 0. Il s'agit d'un gradient typique de compression non-hydrostatique. On observe deux plateaux symétriques entre 2,5 et 5 GPa pour des distances au centre de l'ordre de (-)150 à (-)200 $\mu$m, dans la région composée principalement de fer $\alpha$. Ils définissent une rupture de pente entre la région externe avec un gradient plus faible, et la région centrale avec un fort gradient de pression.

Les gradients de pression des stades de cisaillement 1 (S1) à 3 (S3) montrent une tendance différente de celle obtenue pour le gradient en compression non-hydrostatique, avant le début du cisaillement. Néanmoins, ils présentent entre eux une allure similaire. On observe une chute de pression au centre de l'échantillon (fer $\varepsilon$), entre -50 et 50 $\mu$m, dès le premier cisaillement et qui se répète sur les deux stades de cisaillement suivants. Cela forme une sorte de plateau au centre de l'échantillon à 12 GPa. Cette pression est inférieure à la pression de début de transition dans le sens direct $\alpha \rightarrow \varepsilon$ mais supérieure à la pression de début de la transformation inverse $\varepsilon \rightarrow \alpha$. Il est possible cependant que le cisaillement ait abaissé la pression de début de transition $\alpha \rightarrow \varepsilon$, ainsi que la pression de fin de transition. Il aurait alors permis de terminer la transformation directe pour des pressions moins élevées que dans des conditions hydrostatiques, stabilisant la phase de haute pression. En périphérie de l'échantillon, on constate une hausse de pression entre 2,5 et 7,5 GPa. Cette augmentation de pression se produit là où le gradient de compression non-hydrostatique présente un plateau. L'évolution est inverse : au lieu d'avoir un gradient plus faible vers l'extérieur, c'est le gradient intérieur qui est diminué. A l'inverse, le gradient fort vers le centre de l'échantillon est un peu atténué. Les trois gradients de cisaillement montrent globalement la même évolution à quelques éléments près. On note en effet qu'à gauche du centre, vers les distances négatives, le gradient qui montre la plus forte hausse de pression est S3, ensuite vient S2 puis le cisaillement 1, S1. A l'opposé, vers les distances positives à droite du centre, S1 et S3 montrent tous deux une hausse de pression supérieure à S2. On observe également que le gradient S3 est moins symétrique que les autres par rapport au centre de l'échantillon.

On observe que les gradients de pression pour les étapes de cisaillement sont plus lisses et plus doux que le gradient de compression non-hydrostatique du stade de montée en pression, M1.

#### 10.3.3.2 Tailles de grain moyennes des phases pures et mixtes

On étudie maintenant qualitativement l'évolution de la taille de grain le long du profil transversal. Les résultats des tailles des cristallites sont présentés en Fig. 10.7.

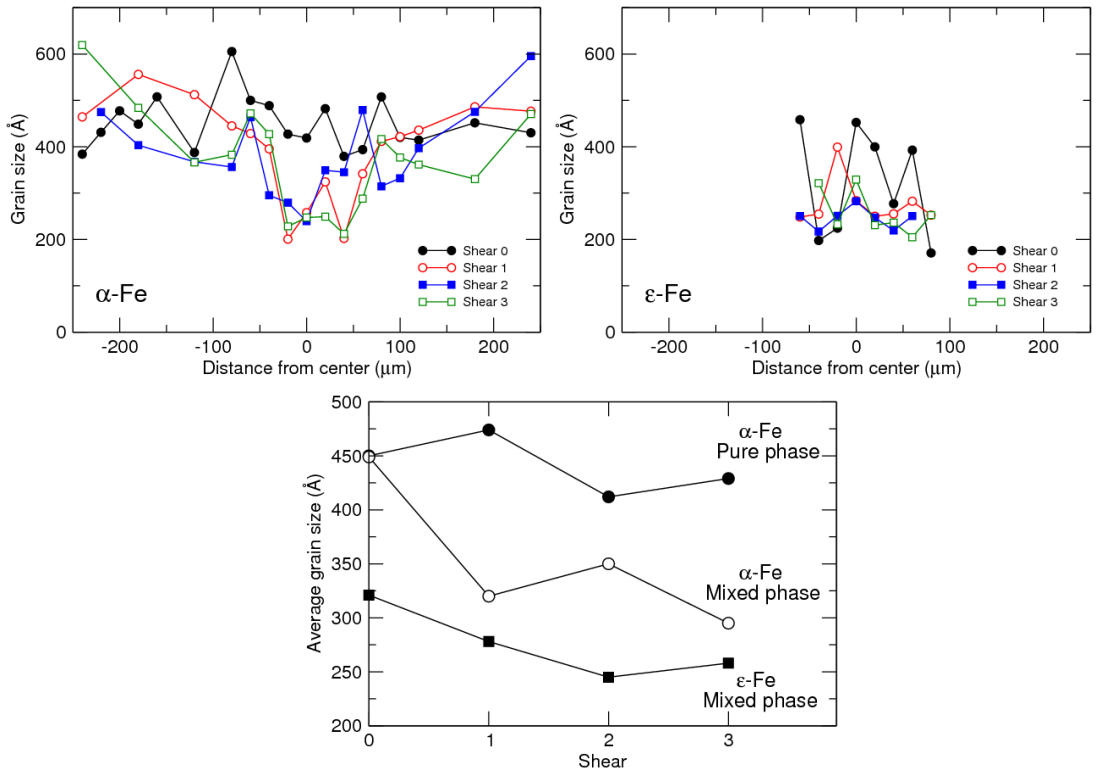



FIGURE 10.7 – Évolution des tailles de grain en phase pure et mixte avec le cisaillement. En haut, à gauche : évolution de la distribution des tailles des cristallites de fer $\alpha$ le long du profil transversal de référence avec le cisaillement ; En haut, à droite : évolution de la distribution des tailles des cristallites de fer $\varepsilon$ le long du profil transversal avec le cisaillement ; En bas : évolution des tailles de grains moyennes du fer $\alpha$ en phase pure, du fer $\alpha$ en coexistence avec du fer $\varepsilon$ (phase mixte), et du fer $\varepsilon$ en phase mixte, en fonction de l'étape de déformation. Les shears 1 à 3 correspondent aux cisaillements 1 à 3 (S1 à S3).

On commence par regarder la distribution des tailles des cristallites de fer $\alpha$ en phase pure, c'est-à-dire en dehors du domaine de coexistence de l'autre structure cristalline, le fer $\varepsilon$. Notons qu'il n'existe pas d'équivalent inverse. Alors qu'il est possible d'étudier en phase pure le fer $\alpha$ pour les distances au centre supérieures à 100 $\mu$m, il n'existe pas de domaine de stabilité pour la seule phase $\varepsilon$. Pour cela, il aurait fallu des pressions supérieures à 20 GPa, voire plus, tandis que la gamme de pression dans la cellule se limite à un maximum de 14 GPa.

Nous avons pu obtenir la distribution de la tailles de cristallines du fer $\alpha$ pur sur l'ensemble du profil transversal le long de l'échantillon. On observe que les tailles de grains varient entre 200 et 600Å. Lorsqu'on regarde les tendances de chacune des distributions proposées entre -250 et ≈-75 $\mu$m et entre ≈75 et 250 $\mu$m, on constate que les distributions de taille de grains sont similaires et plus ou moins constantes. En revanche, dans la région centrale, on observe une tendance différente entre la courbe correspondant à la compression, et celles qui représentent les échantillons après cisaillement. Alors que la première ne montre pas de tendance différente du

reste du profil transversal, il semble que les courbes correspondant aux cisaillements 1 à 3 présentent un minimum au centre de l'échantillon, toujours entre -50 et 50 $\mu$m.

Les tailles de cristallites de fer $\varepsilon$ en phase mixte ne sont distribuées que sur une fenêtre très restreinte autour du centre, entre -50 et 50 $\mu$m. Il n'y a pas de tendance claire, néanmoins la distribution des tailles de cristallines semblent plus faible et plus homogène après application d'un premier cisaillement. Le profil se lisse de plus en plus avec l'augmentation du degré de cisaillement.

Afin de définir une tendance, on calcule les tailles moyennes des cristallines à chaque étape de la déformation. On obtient trois moyennes différentes : une première correspond à la taille moyenne des cristallites de fer $\alpha$ en phase pure, soit dans les parties les plus périphériques de l'échantillon. On constate une diminution régulière, bien que modérée de la taille moyenne des cristallites de fer $\alpha$ au cours de l'expérience, avec peut-être une stabilisation à partir du cisaillement 2.

La taille moyenne des cristallites de fer $\alpha$ en phase mixte, centraux, montre une diminution très forte de la taille des cristallites avec le premier cisaillement. Elle ne varie ensuite plus au cours du cisaillement.

La dernière moyenne dont nous disposions correspond à la moyenne des tailles de cristallites de fer $\varepsilon$ en phase mixte (au centre). Jusqu'au cisaillement 2, la diminution est régulière. A partir de la deuxième rotation de la cellule, la taille moyenne est stabilisée.

### 10.3.4 Textures observées

En Fig. 10.8, on montre la distribution des textures le long du profil transversal. Le pas d'échantillonnage est de 60 $\mu$m. En phase mixte, on montre les figures de pôles du fer $\alpha$ et du fer $\varepsilon$. Les proportions de chaque phase sont indiquées en pourcentage. Les conventions de figures de pôle sont rappelées en bas de la figure. En phase pure de fer $\alpha$, on ne montre en toute logique que les figures de pôle du fer $\alpha$.

La texture initiale de la feuille de fer est une texture industrielle typique de laminage [Wenk and Houtte, 2004].

Pour l'étape 1, sans cisaillement (qui clôture la montée en pression initiale) on retrouve la texture initiale de laminage pour les points de mesures sur le fer $\alpha$ en phase pure, soit en dehors de la zone centrale mixte. Par ailleurs, on observe que les textures dans le fer $\varepsilon$ correspondent à des textures de transformation sous l'effet d'une contrainte non-hydrostatique (cf Partie précédente) avec les axes $c$ cristallographiques orientés perpendiculairement à la direction de compression. A l'inverse, les axes $a$ sont regroupés à 0 et à 60° de l'axe de compression, qui est aussi l'axe de rotation de la cellule. Ces textures de transformation sont à la fois très fortes et très orientées. Les textures observées dans le fer $\alpha$ sont plus faibles, y compris la texture initiale de laminage (intensité entre 0 et 3 m.r.d. pour le fer $\alpha$ contre 0 à 12 m.r.d. avec $\varepsilon$).

Pour le cisaillement 1, on ne retrouve complètement la texture de laminage du fer $\alpha$ en grande périphérie de l'échantillon, $\pm$240 $\mu$m. Entre la périphérie et la zone centrale en revanche, la texture du fer $\alpha$ pur a nettement diminué d'intensité (de 0 à 1,5 m.r.d. en moyenne), bien qu'on retrouve certaines orientations

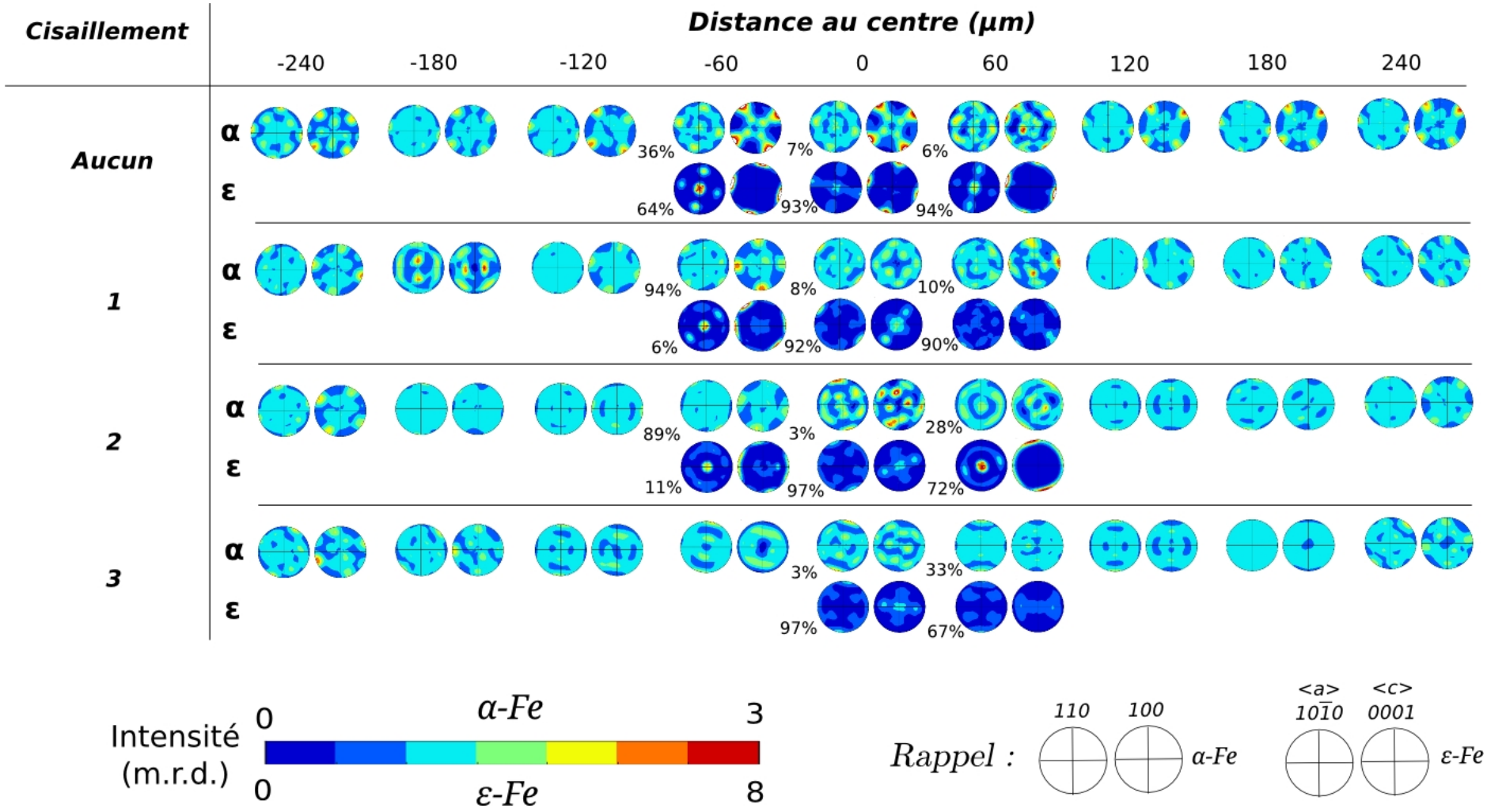



FIGURE 10.8 – Distribution des textures observées en fonction du degré de cisaillement et de la distance au centre. En phase mixte, on montre les figures de pôle des deux phases. En phases pures, seulement celles du fer $\alpha$. Les conventions de figures de pôle sont rappelées en bas de la figure. Par convention, la direction normale est la direction de compression. Les directions transversales sont celles de l'échantillon. L'unité de l'intensité de la texture est le m.r.d. (multiples of a random texture).

cristallographiques de la texture de laminage. Pour le fer $\varepsilon$ également, on observe également des changements. Si la texture à -60 $\mu$m est similaire, bien que moins intense (de l'ordre de 8,5 m.r.d. seulement, par rapport à 12 m.r.d. avant cisaillement), les textures de fer $\varepsilon$ à 0 et 60 $\mu$m sont complètement inversées, avec un alignement des axes $c$ le long la direction de compression, alors que les axes $a$ sont maintenant perpendiculaires à cette même direction. Cela correspond à une texture de compression [Rollett and Wright, 1998], classique dans le fer hc [Wenk et al., 2000b, Merkel et al., 2004]. Cette texture est particulièrement orientée au centre de l'échantillon et un peu moins orientée à 60 $\mu$m.

Pour le cisaillement 2, on retrouve à nouveau les textures de laminage à la périphérie, à $\pm$240 $\mu$m. Entre cette périphérie et la zone centrale mixte, les textures sont maintenant presque aléatoires. Pour le fer $\varepsilon$, la texture au centre de l'échantillon est représentative de la texture de tous les points compris entre les textures à -60 et 60 $\mu$m, qui sont des textures qu'on ne retrouve qu'à la limite avec le fer $\alpha$ pur. La texture à 0 $\mu$m est toujours une texture de compression, mais elle est moins intense qu'après le cisaillement 1. De même, on retrouve en bordure (à -60 et 60 $\mu$m) des textures similaires à celle situé à -60 $\mu$m pour le cisaillement 1, en moins intense.

Finalement, pour le cisaillement 3, on commence à perdre la texture de laminage en périphérie : l'intensité diminue et des orientations aléatoires s'ajoutent aux orientations héritées de la texture initiale. Pour le fer $\alpha$ pur, non périphérique, on constate que les textures sont toujours très faibles mais qu'elles sont un peu plus intenses qu'après le cisaillement 2. On distingue l'ébauche d'une orientation préférentielles marquée par un alignement restreint des plans cristallographiques 100 selon une direction perpendiculaire à la direction transversale (radiale). Les textures de fer $\varepsilon$ sont des textures de compression. Leur intensité a à nouveau diminué par rapport au cisaillement 2.

Si on regarde maintenant plus particulièrement les textures de fer $\alpha$ à $\pm$240 $\mu$m (texture initiale de laminage) et celles du fer $\varepsilon$ au centre, on voit une rotation importante des orientations cristallographiques à chaque étape de cisaillement. Les angles de rotation sont élevés, de l'ordre de 30-35°. Il s'agit plutôt d'une observation de l'entraînement de l'échantillon par l'enclume que d'une estimation de l'angle de cisaillement réel (Fig. 10.3).

Pour conclure sur les textures, on note que le cisaillement a pour effet d'inverser l'orientation des textures de fer $\varepsilon$ centrales, en diminuant notablement leur intensité. Pour le fer $\alpha$ fortement déformé plastiquement, la texture initiale de laminage est complètement effacée et on récupère des textures aléatoires, avec peut être l'apparition d'une nouvelle orientation après le cisaillement 3.

### 10.3.5 Simulation de la transition

Nous vérifions ici si les observations de la Partie précédente en conditions quasi-hydrostatiques s'appliquent également pour des conditions expérimentales clairement non-hydrostatiques. Nous faisons donc une simulation de la transition de phase à partir de la texture initiale de laminage (on prend le point de mesure à -240 $\mu$m au stade M1, avec aucun cisaillement). On compare ensuite nos résultats de simulations avec la texture de transformation obtenue pour le fer $\varepsilon$ à 0 $\mu$m.

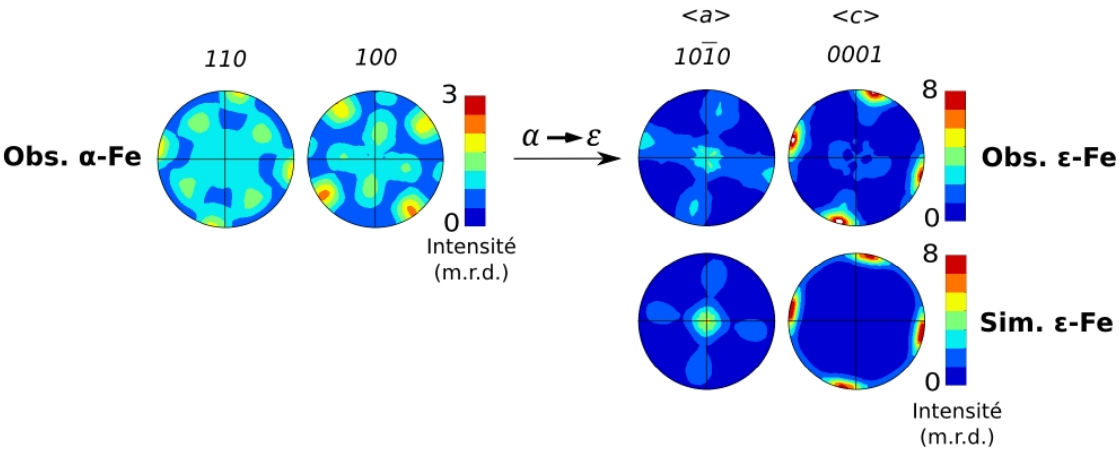



FIGURE 10.9 – Ligne de lumière ID27 pour les hautes pressions. Les différentes unités structurales et ressources expérimentales, mis à part le laboratoire de haute-pression pour la préparation des échantillons, sont présentées.

Étant donné que la texture du fer $\varepsilon$ est très orientée, avec des axes $c$ perpendiculaires à la direction de compression, on décide d'appliquer les critères de simulation de la transition $\alpha \rightarrow \varepsilon$ avec sélection de variant (cf Section 8.3.3.1, page 157). Les résultats de la simulation avec sélection de variant avec le mécanisme de Burgers [1934] et un critère angulaire de 8° sont présentés en Fig. 10.9.

La comparaison entre la texture simulée de fer $\varepsilon$ et la texture observée est très convaincante. Les orientations préférentielles principales simulées sont cohérentes et globalement bien représentatives des orientations réelles. De manière générale, notre modèle de simulation des textures permet donc également de simuler la transition de phase $\alpha \rightarrow \varepsilon$, y compris en conditions non-hydrostatiques.

Le critère angulaire utilisé est de 8°, ce qui est entre 5 (méthanol-éthanol) et 10 (hélium). C'est à première vue assez surprenant car on s'attendrait à être plus proche de la valeur du méthanol-éthanol, étant le milieu transmetteur de pression le moins hydrostatique des deux. Cependant, lorsqu'on applique un critère de 5°, la texture de fer $\varepsilon$ obtenue est trop faible par rapport à la texture expérimentale. Il est possible que la texture initiale de laminage de cet échantillon soit moins favorable à ce critère de sélection de variant.

### 10.3.6 Etat de contraintes

En utilisant la variation radiale des distances interréticulaires des différents pics de diffraction, on peut reconstituer l'état de contrainte dans l'échantillon et construire le vecteur représentatif de la contrainte de cisaillement. En théorie, un même point de mesure de diffraction doit donner la même orientation et la même amplitude pour tous les pics de diffraction.

En Fig. 10.10, on présente l'évolution de l'état de contrainte cisaillante le long du profil transversal avec le cisaillement.

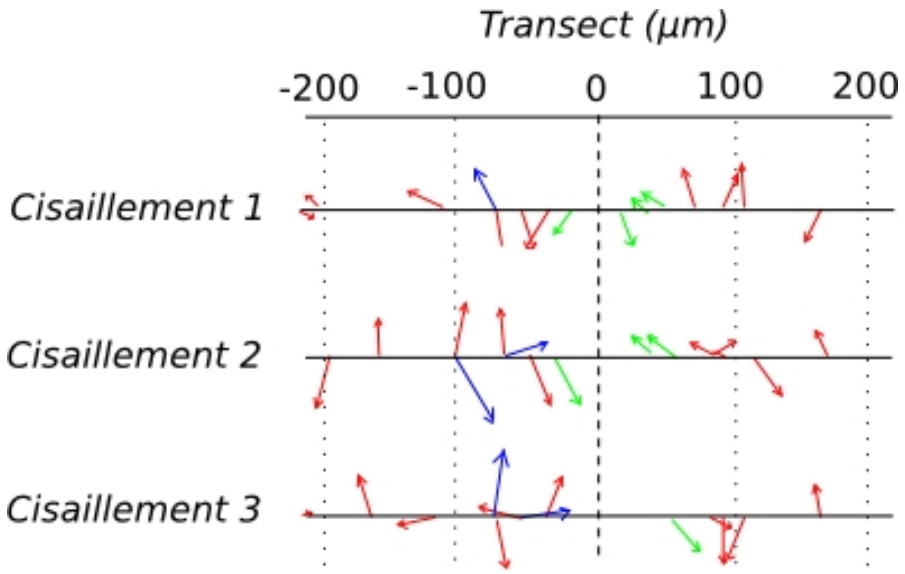



FIGURE 10.10 – Etat de contraintes de cisaillement au cours de l'expérience. Les trois étapes de cisaillement sont présentées. Les flèches représentent les gradients de déplacement. En rouge, les gradients calculés à partir de l'ajustement de la variation de la distance interréticulaire des plans cristallographiques 110 (cc) et $11\bar{2}0$ (hc) ; en bleu, ceux de 200 (cc) et/ou $20\bar{2}0$ (hc) ; en vert, ceux de 002 (cc) et/ou 0002 (hc).

On voit que, quel que soit l'avancement du cisaillement, l'état de contrainte est plutôt chaotique. Pour un même point de mesure, les différents pics de diffraction nous donnent des contraintes radicalement différentes. On ne parvient pas à définir de tendance.

## 10.4 Discussion

En procédant à cette série d'expériences, nous avions plusieurs objectifs, à savoir :

- Déterminer l'effet du cisaillement sur la transition de phase,
- Tester un nouveau prototype de cellule en cisaillement.

### 10.4.1 Effet du cisaillement sur un échantillon de composition mixte

#### 10.4.1.1 Impact sur l'évolution des paramètres microstructuraux

**Proportion de phase**

La proportion de phase de phase du fer $\varepsilon$ présente une évolution très tranchée. Complètement absent des zones externes, il n'est présent que dans un petit intervalle autour du centre, entre -50 et 50 $\mu$m environ. Néanmoins sa proportion y est très forte, et ce même sans cisaillement, ce qui va à l'encontre des résultats de

Levitas and Zarechnyy [2010a] pour lesquels il est impossible d'obtenir quasiment 100% de phase pure avec la compression seule.

On note cependant qu'avec le cisaillement, l'interface entre la phase pure de fer $\alpha$ et la phase riche en fer $\varepsilon$ centrale se redresse et devient plus franche, ce qui est en accord avec les simulations de Levitas and Zarechnyy [2007, 2009, 2010a] qui mettent en avant un fluage centrifuge fort avec le cisaillement. La phase de haute pression, sous l'effet de la torsion et de la forte diminution d'épaisseur de l'échantillon, est entraîné du centre vers l'extérieur. Ce mouvement est celui qui permet de redresser le front de distribution entre la phase de haute pression et la phase de basse pression [Levitas and Zarechnyy, 2010a]. C'est exactement ce qu'on observe dans notre expérience.

Ce fluage est aussi visible dans nos observations. En effet, la différence entre les deux contours intérieur (tracé à partir de l'indice de réfraction) et extérieur (positionnement de l'interface grâce aux proportions de phase) définissant la zone centrale est probablement un effet de fluage. La diffraction des rayons X permet de détecter la présence en grande quantité de fer $\varepsilon$ sous la surface de l'échantillon, là où l'œil est limité.

Enfin, le cisaillement ne permet pas de finir complètement la transformation $\alpha \rightarrow \varepsilon$ dans la zone centrale, ce qui est en opposition avec les simulations de Levitas and Zarechnyy [2010a].

### Gradient de pression

Pour la compression initiale, on observe un gradient fort, caractéristique d'une compression non-hydrostatique. De manière général, on doit observer des plateaux correspondant au domaine (3D : il forme une couronne sur le pourtour de l'échantillon) où il n'y a aucune transition de phase possible, ni directe, ni inverse [Levitas and Zarechnyy, 2010a]. Les deux plateaux repérées en périphérie de l'échantillon pourraient en théorie constituer des candidats valables. Cependant, cela supposerait que la gamme de pression au niveau de ce plateau soit inférieure à la pression de début de transition directe, et supérieure à celle du début de la transition inverse, ce qui est loin d'être le cas. On est plutôt autour de 2 à 5 GPa, plutôt qu'à 11-13 GPa. On n'observe donc pas dans ce gradient les plateaux caractéristiques.

Pour les gradients de pression des étapes de cisaillement, on observe un curieux écrasement de la pression au centre du profil, vers 12 GPa, tandis que les bords du profil remontent sous l'effet d'une hausse de la pression en périphérie. Cette dernière est très certainement un effet d'un apport en matériau qui s'écrase contre le bourrelet extérieur de l'échantillon, dû au fluage centrifuge généré par la torsion. Cette fuite de matériau vers la périphérie pourra également expliquer la baisse de pression au centre de l'échantillon.

Si on compare nos gradients de pression avec ceux de Levitas and Zarechnyy [2010a], le comportement que l'on obtient est complètement inverse. En effet, au lieu d'observer une augmentation de la pression au centre (effet intrinsèque de multiplication de pression), on a une chute de la pression manifeste. Le fait qu'on n'observe pas d'augmentation de pression au centre n'est pas tellement gênant. En effet, la torsion induit un fluage de matière du centre de l'échantillon vers

l'extérieur. Cela provoque une chute de pression au centre et une augmentation de pression sur les parties latérales. L'effet de multiplication de pression proposé dans la littérature n'est tout simplement pas observé [Levitas et al., 2004, Ma et al., 2006b, Levitas and Zarechnyy, 2010a].

#### Tailles de grains

Si les valeurs effectives des tailles de grains sont difficilement interprétables, leur évolution qualitative peut être étudiée. On constate une stabilisation apparente des tailles de cristallites à partir du cisaillement 2. Le réarrangement cristallin qui a eu lieu au cours des deux premiers cisaillements a donc peut-être permis d'atteindre un état où la taille de grain n'évolue plus.

Dans le cas du fer $\alpha$, il faut séparer la réflexion en deux parties. En premier lieu, on se concentre sur le cas du fer $\alpha$ pur dans la zone ductile. La taille des cristallites reste globalement constante, ce qui semble assez logique puisque la déformation plastique est accommodée par la propagation de dislocations et non pas par celles de fractures qui finiraient par casser les grains. En deuxième lieu, dans la partie centrale, les cristallites de fer $\alpha$ sont plus petits que dans le reste de l'échantillon. Une explication simple serait de dire que cela est dû au fait qu'il s'agit de grains résiduels, qui ne se sont pas encore transformés en fer $\varepsilon$, et que le premiers grains à s'être transformés étaient les gros. Il ne resterait donc plus que les petits grains, expliquant ainsi la baisse de granulométrie. Cependant, cette explication n'est qu'à demi convaincante. En effet, on s'aperçoit que les petits grains centraux sont aussi plus petits que les plus petits grains sur l'ensemble du profil transversal. Comme il n'y a aucune raison pour que la distribution granulométrique n'ait pas été homogène dans l'échantillon avant la transformation, on ne peut expliquer la présence de plus petits grains de fer $\alpha$ au centre que par le mécanisme de transformation du fer cc en fer hc. Celui-ci entraîne une division des grains de cc en domaines de tailles plus petites. Quand la transformation n'est pas encore terminée, il reste certains de ces domaines qui n'ont pas encore été transformés en fer hc, et dont la taille est donc inférieure à celle des grains de départ.

Pour le fer $\varepsilon$, l'application d'une contrainte se traduit souvent par des phénomènes de maclage importants. C'est probablement cela qui est à l'origine de la diminution et le resserrement de la taille de grain avec le cisaillement.

De manière générale, le troisième cisaillement ne semble pas apporter de contribution notable à l'évolution de la distribution de la taille de grains.

### 10.4.1.2 Impact sur les textures

Le cisaillement n'a pas le même effet sur les textures selon qu'on se trouve dans la zone périphérique à comportement ductile et en fer $\alpha$ pur, et la zone centrale, fragile et riche en fer $\varepsilon$.

#### Perte de mémoire de la texture initiale de laminage pour le fer cc

On observe la perte de mémoire totale de la texture initiale de laminage avec le

cisaillement. Les zones périphériques conservent plus longtemps la mémoire de la texture de laminage mais ne permettent pas de la préserver indéfiniment. La perte de mémoire est rapide et irréversible à partir du moment où la zone commence à être cisaillée.

#### Perte de la texture de transformation du fer hc

On observe un alignement des axes $c$ cristallographiques le long de la direction de compression, ce qui est caractéristique d'une texture de compression [Rollett and Wright, 1998]. Dans cette région centrale, le cisaillement est faible. On propose que ce "redressement" des axes $c$ en texture de compression est lié à la fuite de matériel sous l'effet de la torsion et de la diminution d'épaisseur de l'échantillon. Au fur et à mesure que le matériel s'écoule vers la périphérie, les contraintes aux joints de grain ne permettent plus de contenir la réorientation des grains de fer $\varepsilon$ selon la compression.

#### Diminution globale de l'intensité des textures et création de nouvelles orientations

D'après nos résultats, on constate que l'intensité initiale de l'échantillon a été globalement très fortement diminuée. Il existe peut-être un début de réorientation des grains de fer $\alpha$ après le cisaillement 3 mais celui-ci reste de très faible ampleur. Ainsi, l'intensité moyenne de l'échantillon de départ a été réduite d'un facteur 3 à 4.

### 10.4.1.3 Bilan : quel accord avec les simulations de Levitas and Zarechnyy [2010a] ?

Les concentrations élevées de fer $\varepsilon$ au centre du profil avant même de commencer le cisaillement sont bien au dessus des 54% initiaux que prévoit la simulation de Levitas and Zarechnyy [2010a]. La compression seule permet donc bien d'atteindre une phase de haute pression, sinon pure, clairement majoritaire, au centre. Cela est toutefois cohérent avec les résultats de Levitas and Zarechnyy [2010a] qui indiquent que la compression seule ne permet pas d'obtenir 100% de fer hc au centre de l'échantillon.

Nous n'avons pas mis en évidence d'effet positif du cisaillement sur la transformation de phase. En effet, nous avons observé que la proportion de grains de fer $\alpha$ dans la zone mixte n'a pas évoluée au cours du temps. Cette observation est incohérente avec les résultats de simulation de Levitas and Zarechnyy [2010a] qui montrent que l'application d'un cisaillement supplémentaire après compression permet d'atteindre rapidement la phase pure. Notons cependant qu'on se trouve peut-être trop bas en pression (12 GPa) pour que le cisaillement puisse jouer son rôle d'activateur de la transformation. A ce sujet, nous ne pouvons pas non plus confirmer la stabilisation du fer $\varepsilon$ par le cisaillement pour deux raisons : 1) la pression au centre, bien que faible, est supérieure à la pression de début de la transition inverse, et 2) la contrainte cisaillante est très faible au centre de l'échantillon.

Dans leurs simulations, Levitas and Zarechnyy [2010a] ont mis en avant le fait que la torsion était à l'origine d'un fort fluage du centre vers la périphérie du matériau, qui aboutit à une rapide décroissance de l'épaisseur de l'échantillon. Nous avons également pu montrer l'existence de ce fluage, notamment en termes de son effet sur les gradients de pression et sur l'amincissement de l'interface entre les phases cristallines. Les proportions de phase ont également pu mettre en évidence l'existence d'un déplacement du fer $\varepsilon$ vers la périphérie de l'échantillon, en accord avec les observations de Levitas and Zarechnyy [2010a].

Un dernier point très important concerne l'état de contrainte. Contrairement à l'état de contrainte (de cisaillement) simple décrit par Levitas and Zarechnyy [2010a], celui qu'on trouve est extrêmement complexe. Cela ne saurait s'expliquer uniquement par l'existence d'un rebond aux extrémités de l'échantillon dû à un excès de matière apportée depuis le centre. La déformation plastique dans le fer $\alpha$ est apparemment autrement plus compliquée que ce que prévoit un état de contrainte de cisaillement simple.

### 10.4.2 Retour sur le nouveau prototype de RDAC

#### Points positifs

Le point positif majeur de ce prototype est sa facilité d'uilisation (rotation possible sans retirer la cellule de la ligne, ni l'ouvrir), notamment par rapport à l'appareillage de Ma et al. [2006b,a]. Le cisaillement est également homogène comme le montrent les photos de microscopie électronique, bien que l'état de contrainte soit complexe.

On dispose également peut-être d'un dispositif qui permette de créer des gradients de pression homogènes sans nécessité de placer l'échantillon dans un joint [Levitas et al., 2004, 2005, Ma et al., 2006b,a, Levitas et al., 2006]. En effet, si l'écrasement en pression observé sur les gradients de pression correspond aux plateaux où toute transition est interdite, on peut obtenir au centre d'un échantillon une plage où la pression est quasiment constante. Néanmoins, en plus des conditions expérimentales difficiles à recréer exactement, cette hypothèse reste peu crédible. Il est effectivement plus probable que ces gradients de cisaillement ne soient que des gradients de pression en conditions de compression non-hydrostatique.

#### 10.4.2.1 Limitations du dispositif

L'observation des photos de microscopie optique montre que l'échantillon a été entraîné par l'enclume de diamant en cisaillement en raison d'un trop fort couplage mécanique entre l'échantillon et la facette du diamant. C'est un problème couramment rencontré avec les cellules en cisaillement et qui n'est donc pas spécifique à celle-ci.

La déformation réelle subie est plus faible que la rotation observée ne le laisse à penser. On peut estimer le cisaillement réel subi qui est inférieur à $3x36°$, la valeur obtenue en l'absence de glissement. Pour estimer l'angle réel de la déformation plastique, on mesure l'angle entre les laminations extérieures et celles qui sont

conservées dans la zone centrale après chaque cisaillement. La dernière étape de cisaillement donne l'angle correspondant à la rotation cumulée sur l'ensemble des trois rotations successives. Si on effectue la même mesure sur les rotations précédentes, cela permet également d'estimer le pourcentage de déformation à chaque rotation, rapporté à la déformation totale.

Sur l'ensemble de l'expérience, on totalise 40° de rotation cumulée, dont la majorité se produit pendant le premier cisaillement ($> 22°$). Les cisaillements 2 et 3 sont donc de faible amplitude, de l'ordre de 9°, ce qui explique la faible contribution du cisaillement 3 dans nos résultats. Il est donc difficile avec cette cellule de répéter des cisaillements de même amplitude angulaire, même avec une rotation d'angle fixe. Des observations complémentaires effectuées au microscope électronique à balayage par A. Zerr ont confirmé cette observation.

## 10.5 Conclusions

D'un point de vue technique, nous avons pu mettre en évidence le fait que l'état de contrainte dans une cellule en cisaillement était très loin d'être simple. Pour modéliser le cisaillement dans une RDAC, il faudra donc en tenir compte par la suite. En ce qui concerne l'effet du cisaillement sur les textures, nous avons montré qu'il diminuait très fortement l'intensité des textures, et provoquait un oubli complet de la texture préexistante, ce qui n'est pas une surprise en soi. Nous n'avons pas pu mettre en évidence d'activation de la transformation par le cisaillement. Ce mouvement de déformation ne peut donc pas être utilisé dans des modèles de graine terrestre texturée pour activer des phénomènes de transition de phase.

backmatter

# Conclusion générale

## Modèle direct d'anisotropie de la graine terrestre

Nous avons mis en place une méthode de simulation de la propagation des rais sismiques à travers une graine numérique de propriétés élastiques et de dynamique connues, afin de reproduire un signal d'anisotropie synthétique et le comparer aux observations sismologiques. Dans le cadre de nos hypothèses, nous pouvons maintenant dire quelles sont les conditions à remplir pour que l'anisotropie exprimée par la graine modèle soit compatible avec les observations d'une d'une anisotropie Nord-Sud, de direction rapide [Souriau, 2003]. Les modèles géodynamiques de grande échelle doivent être préférés à ceux de petite échelles (panaches par exemple) qui produisent des textures d'orientations préférentielles très variables. Ces derniers produisent en effet immanquablement une forte dispersion des résidus sismiques et donc une faible anisotropie résultante. C'est en particulier le cas avec un modèle de croissance équatoriale hétérogène avec prétexturation [Bergman, 1997]. Les modèles de croissance équatoriale [Yoshida et al., 1996] avec ou sans stratification [Deguen et al., 2011] peuvent générer une anisotropie mesurable, cohérente avec les observations d'une anisotropie polaire et éventuellement d'une sous-graine [Romanowicz and Durek, 2000, Ishii and Dziewoński, 2002, Ishii et al., 2002, Beghein and Trampert, 2003]. Néanmoins l'anisotropie monocristalline doit être bien plus importante que celle des modèles élastiques récents publiés Vočadlo et al. [2009], Sha and Cohen [2010], quelle que soit la phase cristalline du fer considérée.

A ce stade, on ne peut pas conclure sur l'origine exacte de l'anisotropie sismique de la graine. D'un point de vue minéralogique, nous avons pu montrer que la phase hexagonal compact était la plus compatible avec les observations mais il nous faut encore trouver les processus dynamiques qui pourraient générer l'anisotropie sismique observée. De nombreux autres processus restent à être étudiés, tels que la translation-convection [Alboussière et al., 2010, Monnereau et al., 2010] et les forces de Lorentz [Karato, 1999]. Avec des modèles non-axisymétriques, il serait également possible de reproduire la composante hémisphérique que nous commençons seulement à prendre en compte dans nos modèles de propagation. Enfin, il faudrait utiliser un catalogue sismologique de rais pour pouvoir pleinement comparer les résidus sismiques synthétiques et réels, avec le même échantillonnage géographique.

## Transition de phase $\alpha$-$\varepsilon$ dans le fer pur

Dans le but de simuler la transition de phase $\alpha$-$\varepsilon$ dans le fer, nous avons procédé à une analyse texturale détaillée sur nos données de diffraction à haute pression. Nous savons maintenant simuler la transition en utilisant les relations d'orientation du mécanisme de Burgers [1934]. Nous avons mis en évidence une différence de sensibilité à la contrainte non-hydrostatiques en fonction du sens de la transition, imposant une forte sélection de variant dans le sens direct. On a pu confirmer l'existence d'une mémoire de texture partielle associée à une perte de mémoire progressive au cours des cycles en pression. Nous avons également effectué des expériences sur l'effet du cisaillement dans le fer pur. Les résultats ont montré un abaissement des pressions de début et de fin de la transition directe $\alpha \rightarrow \varepsilon$, induisant une stabilisation de la phase de haute pression, le fer hexagonal. Nous avons pu mettre en évidence un état de contraintes complexe dans la cellule, en opposition avec les simulations de Levitas and Zarechnyy [2010a].

Ces expériences nous ont permis d'obtenir une meilleure compréhension du mécanisme de transition $\alpha$-$\varepsilon$ dans le fer. La méthode que nous avons appliquée pour simuler l'effet de la transition sur la texture peut être utilisée en changeant les relations d'orientations pour d'autres matériaux. La cellule rotative que nous avons testée est un appareil en développement dont les perspectives d'application sont nombreuses, notamment en termes d'étude de la rhéologie du manteau.

## Un modèle de transition de phase pour expliquer l'anisotropie sismique ?

Au début de ma thèse, il était question de produire au cours des trois ans un modèle minéralogique et géophysique de transitions de phase dans la graine terrestre. Sa mise en place devait être l'occasion de joindre les deux grandes parties de ma thèse, en alliant à la fois l'expérience à haute pression et la géodynamique dans le processus de construction du code numérique. Cette idée s'inscrivait tout-à-fait dans notre démarche d'étudier les origines minéralogiques et dynamiques de l'anistropie de la graine. Les transitions de phase constituaient alors de bons candidats.

Cependant, les expériences que nous avons réalisées ont montré que, dans l'hypothèse où les mécanismes de transitions sont les mêmes aux conditions de la graine, les transitions de phase tendraient à effacer les textures préexistantes. Ainsi, les processus de transformation seraient plutôt destructeurs de texture, et entreraient en compétition avec les mouvements de déformation dans la graine, créateurs de texture. En tout état de cause, les transitions de phase ne peuvent pas être considérées comme des processus pouvant expliquer l'amplitude de l'anisotropie sismique. Néanmoins en ce qui concerne l'existence d'une sous-graine, il reste un intérêt géophysique à intégrer les transitions de phase dans des modèles de graine texturée.

# Bibliographie


T. J. Ahrens, K. G. Holland, and G. Q. Chen. Phase diagram of iron, revised-core temperatures. *Geophysical Research Letters*, 29(7) :54–1–54–4, 2002. ISSN 1944-8007. doi: 10.1029/2001GL014350. URL `http://dx.doi.org/10.1029/2001GL014350`.

T. Alboussière, R. Deguen, and M. Melzani. Melting induced stratification above the Earth's inner core due to convective translation. *Nature*, 466 :744–747, 2010.

T. Alboussiere, R. Deguen, and M. Melzani. Melting-induced stratification above the Earth's inner core due to convective translation. *NATURE*, 466(7307) :744–U9, AUG 5 2010. ISSN 0028-0836. doi: {10.1038/nature09257}.

D. Alfè, G. Price, and M. J. Gillan. Oxygen in the earth's core : a first-principles study. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 110(3–4) :191 – 210, 1999. ISSN 0031-9201. doi: http://dx.doi.org/10.1016/S0031-9201(98)00134-4. URL `http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0031920198001344`.

D. Alfè, M. Gillan, and G. Price. Composition and temperature of the earth's core constrained by combining ab initio calculations and seismic data. *Earth and Planetary Science Letters*, 195 (1–2) :91 – 98, 2002. ISSN 0012-821X. doi: http://dx.doi.org/10.1016/S0012-821X(01)00568-4. URL `http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0012821X01005684`.

D. Alfè, M. J. Gillan, and G. D. Price. Temperature and composition of the earth's core. *Contemporary Physics*, 48(2) :63–80, 2007. doi: 10.1080/00107510701529653. URL `http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/00107510701529653`.

D. Alfè. Temperature of the inner-core boundary of the earth : Melting of iron at high pressure from first-principles coexistence simulations. *Phys. Rev. B*, 79 :060101, Feb 2009. doi: 10.1103/PhysRevB.79.060101. URL `http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.79.060101`.

D. Alfè, M. J. Gillan, and G. D. Price. Ab initio chemical potentials of solid and liquid solutions and the chemistry of the Earth's core. *J. Chem. Phys.*, 116 :7127–7136, 2002.

D. Alfè, G. D. Price, and M. J. Gillan. Iron under earth's core conditions : Liquid-state thermodynamics and high-pressure melting curve from *ab initio* calculations. *Phys. Rev. B*, 65 : 165118, Apr 2002. doi: 10.1103/PhysRevB.65.165118. URL `http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.65.165118`.

C. J. Allègre, J.-P. Poirier, E. Humler, and A. W. Hofmann. The chemical composition of the Earth. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 134 :515–526, 1995.

D. Andrault, G. Fiquet, M. Kunz, F. Visocekas, and D. Häusermann. The orthorhombic structure of iron : An in situ study at high-temperature and high-pressure. *Science*, 278(5339) :831–834, 1997. doi: 10.1126/science.278.5339.831. URL `http://www.sciencemag.org/content/278/5339/831.abstract`.

D. Antonangeli, F. Occelli, H. Requardt, J. Badro, G. Fiquet, and M. Krisch. Elastic anisotropy in textured hcp-iron to 112 {GPa} from sound wave propagation measurements. *Earth and Planetary Science Letters*, 225(1–2) :243 – 251, 2004. ISSN 0012-821X. doi: http://dx.doi.org/10.1016/j.epsl.2004.06.004. URL `http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0012821X04003826`.

D. Antonangeli, S. Merkel, and D. L. Farber. Elastic anisotropy in hcp metals at high pressure and the sound wave anisotropy of the Earth's inner core. *Geophys. Res. Lett.*, 33 :L24303, 2006.

D. Antonangeli, J. Siebert, J. Badro, D. L. Farber, G. Fiquet, G. Morard, and F. J. Ryerson. Composition of the earth's inner core from high-pressure sound velocity measurements in fe–ni–si alloys. *Earth and Planetary Science Letters*, 295(1–2) :292 – 296, 2010. ISSN 0012-821X. doi: http://dx.doi.org/10.1016/j.epsl.2010.04.018. URL `http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0012821X10002566`.

S. Anzellini, A. Dewaele, M. Mezouar, P. Loubeyre, and G. Morard. Melting of iron at earth's inner core boundary based on fast x-ray diffraction. *Science*, 340(6131) :464–466, 2013. doi: 10.1126/science.1233514. URL `http://www.sciencemag.org/content/340/6131/464.abstract`.

H. Asanuma, E. Ohtani, T. Sakai, H. Terasaki, S. Kamada, N. Hirao, N. Sata, and Y. Ohishi. Phase relations of fe-si alloy up to core conditions : Implications for the earth inner core. *Geophysical Research Letters*, 35(12) :n/a–n/a, 2008. ISSN 1944-8007. doi: 10.1029/2008GL033863. URL `http://dx.doi.org/10.1029/2008GL033863`.

J. Badro, G. Fiquet, F. Guyot, E. Gregoryanz, F. Occelli, D. Antonangeli, and M. d'Astuto. Effect of light elements on the sound velocities in solid iron : Implications for the composition of earth's core. *Earth and Planetary Science Letters*, 254(1) :233–238, 2007.

J. Badro, G. Fiquet, F. Guyot, E. Gregoryanz, F. Occelli, D. Antonangeli, and M. D'Astuto. Effect of light elements on the sound velocities in solid iron : Implications for the composition of Earth's core. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 254 :233–238, 2007.

A. S. Balchan and H. G. Drickamer. High pressure electrical resistance cell, and calibration points above 100 kilobars. *Review of Scientific Instruments*, 32(3) :308–313, 1961. doi: 10.1063/1.1717350. URL `http://link.aip.org/link/?RSI/32/308/1`.

D. Bancroft, E. L. Peterson, and S. Minshall. Polymorphism of iron at high pressure. *Journal of Applied Physics*, 27(3) :291–298, 1956. doi: 10.1063/1.1722359. URL `http://link.aip.org/link/?JAP/27/291/1`.

N. R. Barton and H.-R. Wenk. Dauphiné twinning in polycrystalline quartz. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 15(3) :369, 2007.

W. A. Basset and E. Huang. Mechanism of the body-centered cubic—hexagonal close-packed phase transition in iron. *Science*, 238(4828) :780–783, 1987. doi: 10.1126/science.238.4828.780. URL `http://www.sciencemag.org/content/238/4828/780.abstract`.

C. Beghein and J. Trampert. Robust normal mode constraints on inner-core anisotropy from model space search. *Science*, 299(5606) :552–555, 2003. doi: 10.1126/science.1078159. URL `http://www.sciencemag.org/content/299/5606/552.abstract`.

A. Belonoshko, R. Ahuja, and B. Johansson. Stability of the body-centred-cubic phase of iron in the earth's inner core. 424(3631) :1032–1034, 2003. doi: 10.1038/nature01954. URL `http://dx.doi.org/10.1038/nature01954`.

A. B. Belonoshko, R. Ahuja, and B. Johansson. Quasi-*Ab Initio* molecular dynamic study of fe melting. *Phys. Rev. Lett.*, 84 :3638–3641, Apr 2000. doi: 10.1103/PhysRevLett.84.3638. URL `http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.84.3638`.

A. B. Belonoshko, S. Arapan, and A. Rosengren. An ab initio molecular dynamics study of iron phases at high pressure and temperature. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 23(48) : 485402, 2011. URL `http://stacks.iop.org/0953-8984/23/i=48/a=485402`.

M. Bergman. Estimates of the Earth's inner core grain size. *Geophys. Res. Lett.*, 25 :1593–1596, MAY 15 1998. ISSN 0094-8276. doi: {10.1029/98GL01239}.

M. Bergman, D. Cole, and J. Jones. Preferred crystal orientations due to melt convection during directional solidification. *J. Geophys. Res.*, 107 :2201, SEP 2002. ISSN 0148-0227. doi: {10.1029/2001JB000601}.

M. I. Bergman. Measurements of elastic anisotropy due to solidification texturing and the implications for the Earth's inner core. *Nature*, 389 :60–63, 1997.

M. I. Bergman, L. Giersch, M. Hinczewski, and V. Izzo. Elastic and attenuation anisotropy in directionally solidified (hcp) zinc, and the seismic anisotropy in the Earth's inner core. *Phys. Earth Planet. Inter.*, 117 :139–151, 2000.

M. I. Bergman, S. Agrawal, M. Carter, and M. Macleod-Silberstein. Transverse solidification textures in hexagonal close-packed alloys. *J. Crystal Growth*, 255 :204–211, 2003.

M. I. Bergman, M. MacLeod-Silberstein, M. Haskel, B. Chandler, and N. Akpan. A laboratory model for solidification of Earth's core. *Phys. Earth Planet. Inter.*, 153 :150–164, 2005.

M. I. Bergman, D. J. Lewis, I. H. Myint, L. Slivka, S.-i. Karato, and A. Abreu. Grain growth and loss of texture during annealing of alloys, and the translation of Earth's inner core. *GEOPHYSICAL RESEARCH LETTERS*, 37, NOV 30 2010. ISSN 0094-8276. doi: {10.1029/2010GL045103}.

J. Bhattacharyya, P. Shearer, and G. Masters. Inner core attenuation from short-period pkp(bc) versus pkp(df) waveforms. *Geophysical Journal International*, 114(1) :1–11, 1993. doi: 10.1111/j.1365-246X.1993.tb01461.x. URL `http://gji.oxfordjournals.org/content/114/1/1.abstract`.

F. Birch. Elasticity and constitution of the earth's interior. *Journal of Geophysical Research*, 57 (2) :227–286, 1952. ISSN 2156-2202. doi: 10.1029/JZ057i002p00227. URL `http://dx.doi.org/10.1029/JZ057i002p00227`.

F. Birch. Density and composition of mantle and core. *Journal of Geophysical Research*, 69(20) : 4377–4388, 1964. ISSN 2156-2202. doi: 10.1029/JZ069i020p04377. URL `http://dx.doi.org/10.1029/JZ069i020p04377`.

V. Blank and Y. S. Konyaev. Pressure self-multiplication effect at phase transition under quasi-hydrostatic conditions. 1984.

V. Blank, M. Popov, S. Buga, V. Davydov, V. Denisov, A. Ivlev, B. Marvin, V. Agafonov, R. Ceolin, H. Szwarc, and A. Rassat. Is {C60} fullerite harder than diamond ? *Physics Letters A*, 188(3) :281 – 286, 1994. ISSN 0375-9601. doi: http://dx.doi.org/10.1016/0375-9601(94)90451-0. URL `http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0375960194904510`.

R. Boehler, N. von Bargen, and A. Chopelas. Melting, thermal expansion, and phase transitions of iron at high pressures. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 95(B13) :21731–21736, 1990. ISSN 2156-2202. doi: 10.1029/JB095iB13p21731. URL `http://dx.doi.org/10.1029/JB095iB13p21731`.

Boehler, R. Temperatures in the earth's core from melting-point measurements of iron at high static pressures. *Nature*, 363 :534–536, 1993. doi: 10.1038/363534a0. URL `http://dx.doi.org/10.1038/363534a0`.

A. Bower. *Applied Mechanics of Solids*. CRC Press, U.S., 2010.

L. Bréger, B. Romanowicz, and S. Rousset. New constraints on the structure of the inner core from p'p'. *Geophysical Research Letters*, 27(17) :2781–2784, 2000. ISSN 1944-8007. doi: 10.1029/1999GL008467. URL `http://dx.doi.org/10.1029/1999GL008467`.

D. Brito, D. Elbert, and P. Olson. Experimental crystallization of gallium : ultrasonic measurements of elastic anisotropy and implications for the inner core. *Phys. Earth Planet. Inter.*, 129 :325–346, FEB 25 2002. ISSN 0031-9201. doi: {10.1016/S0031-9201(01)00298-9}.

J. M. Brown and R. G. McQueen. Phase transitions, grüneisen parameter, and elasticity for shocked iron between 77 gpa and 400 gpa. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth (1978–2012)*, 91(B7) :7485–7494, 1986.

M. J. Brown. The equation of state of iron to 450 gpa : Another high pressure solid phase ? *Geophysical Research Letters*, 28(22) :4339–4342, 2001. ISSN 1944-8007. doi: 10.1029/2001GL013759. URL http://dx.doi.org/10.1029/2001GL013759.

B. Buffett. Geodynamic estimates of the viscosity of the Earth's inner core. *NATURE*, 388 (6642) :571–573, AUG 7 1997. ISSN 0028-0836. doi: {10.1038/41534}.

B. Buffett and J. Bloxham. Deformation of earth's inner core by electromagnetic forces. *GEOPHYSICAL RESEARCH LETTERS*, 27(24) :4001–4004, DEC 15 2000. ISSN 0094-8276. doi: {10.1029/2000GL011790}.

B. A. Buffett. Onset and orientation of convection in the inner core. *Geophys. J. Int.*, 179 : 711–719, 2009.

B. A. Buffett and H.-R. Wenk. Texturing of the Earth's inner core by Maxwell stresses. *Nature*, 413 :60–63, 2001.

H. J. Bunge. *Texture Analysis in Materials Sciences*. Buttleworth, London, 1982.

W. Burgers. On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium. *Physica*, 1(7–12) :561 – 586, 1934. ISSN 0031-8914. doi: 10.1016/S0031-8914(34)80244-3. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0031891434802443.

F. H. Busse. Thermal instabilities in rapidly rotating systems. *J. Fluid Mech.*, 44 :441–460, 1970.

M. Calvet and L. Margerin. Constraints on grain size and stable iron phases in the uppermost inner core from multiple scattering modeling of seismic velocity and attenuation. *Earth and Planetary Science Letters*, 267(1–2) :200 – 212, 2008. ISSN 0012-821X. doi: http://dx.doi.org/10.1016/j.epsl.2007.11.048. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0012821X07007716.

M. Calvet, S. Chevrot, and A. Souriau. P-wave propagation in transversely isotropic media : II. Application to inner core anisotropy : Effects of data averaging, parametrization and a priori information. *Phys. Earth Planet. Inter.*, 156 :21–40, 2006.

A. Cao and B. Romanowicz. Hemispherical transition of seismic attenuation at the top of the earth's inner core. *Earth and Planetary Science Letters*, 228(3–4) :243 – 253, 2004. ISSN 0012-821X. doi: 10.1016/j.epsl.2004.09.032. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0012821X04005862.

A. Cao and B. Romanowicz. Constraints on shear wave attenuation in the Earth's inner core from an observation of PKJKP. *GEOPHYSICAL RESEARCH LETTERS*, 36, MAY 1 2009. ISSN 0094-8276. doi: {10.1029/2009GL038342}.

Y. Capdeville and J.-J. Marigo. Second order homogenization of the elastic wave equation for non-periodic layered media. *Geophysical Journal International*, 170(2) :823–838, 2007. ISSN 1365-246X. doi: 10.1111/j.1365-246X.2007.03462.x. URL http://dx.doi.org/10.1111/j.1365-246X.2007.03462.x.

P. Cardin and P. Olson. Chaotic thermal convection in a rapidly rotating spherical shell : consequences for flow in the outer core. *Phys. Earth Planet. Inter.*, 82 :235–259, 1994.

K. J. Caspersen, A. Lew, M. Ortiz, and E. A. Carter. Importance of shear in the bcc-to-hcp transformation in iron. *Phys. Rev. Lett.*, 93 :115501, Sep 2004. doi: 10.1103/PhysRevLett.93.115501. URL http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.93.115501.

O. Castelnau, D. K. Blackman, and T. W. Becker. Numerical simulations of texture development and associated rheological anisotropy in regions of complex mantle flow. *GEOPHYSICAL RESEARCH LETTERS*, 36, JUN 17 2009. ISSN 0094-8276. doi: {10.1029/2009GL038027}.

C. Cayron. Importance of the $\alpha \rightarrow \beta$ transformation in the variant selection mechanisms of thermomechanically processed titanium alloys. *Scripta Materialia*, 59(5) :570 – 573, 2008. ISSN 1359-6462. doi: 10.1016/j.scriptamat.2008.05.013. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359646208003618.

W. che Yu and L. Wen. Inner core attenuation anisotropy. *Earth and Planetary Science Letters*, 245(3–4) :581 – 594, 2006. ISSN 0012-821X. doi: http://dx.doi.org/10.1016/j.epsl.2006.03.043. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0012821X06002767.

Y. Chen, K. M. Ho, and B. N. Harmon. First-principles study of the pressure-induced bcc-hcp transition in ba. *Phys. Rev. B*, 37 :283–288, Jan 1988. doi: 10.1103/PhysRevB.37.283. URL http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.37.283.

R. Clendenen and H. Drickamer. The effect of pressure on the volume and lattice parameters of ruthenium and iron. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 25(8) :865 – 868, 1964. ISSN 0022-3697. doi: 10.1016/0022-3697(64)90098-8. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0022369764900988.

M. Colombié. *Matériaux métalliques - 2ème édition.* Matériaux. Dunod, 2008. ISBN 9782100539185. URL http://books.google.fr/books?id=3-EV2ay_S18C.

V. F. Cormier. Short-period {PKP} phases and the anelastic mechanism of the inner core. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 24(4) :291 – 301, 1981. ISSN 0031-9201. doi: http://dx.doi.org/10.1016/0031-9201(81)90116-3. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0031920181901163.

V. F. Cormier and A. Stroujkova. Waveform search for the innermost inner core. *Earth and Planetary Science Letters*, 236(1–2) :96 – 105, 2005. ISSN 0012-821X. doi: http://dx.doi.org/10.1016/j.epsl.2005.05.016. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0012821X05003274.

K. C. Creager. Anisotropy of the inner core from differential travel times of the phases PKP and PKIKP. *Nature*, 356 :309–314, 1992.

K. C. Creager. Large-scale variations in inner core anisotropy. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 104(B10) :23127–23139, 1999. ISSN 2156-2202. doi: 10.1029/1999JB900162. URL http://dx.doi.org/10.1029/1999JB900162.

K. C. Creager. Inner core anisotropy and rotation. *Geophysical Monograph Series*, 117 :89–114, 2000.

A. S. Côté, L. Vočadlo, D. P. Dobson, D. Alfè, and J. P. Brodholt. Ab initio lattice dynamics calculations on the combined effect of temperature and silicon on the stability of different iron phases in the earth's inner core. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 178 (1–2) :2 – 7, 2010. ISSN 0031-9201. doi: 10.1016/j.pepi.2009.07.004. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0031920109001502. <ce :title>2008 {IUGG} {SEDI} Symposium</ce :title>.

A. S. Côté, L. Vočadlo, and J. P. Brodholt. Ab initio simulations of iron–nickel alloys at earth's core conditions. *Earth and Planetary Science Letters*, 345–348(0) :126 – 130, 2012. ISSN 0012-821X. doi: 10.1016/j.epsl.2012.06.025. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0012821X12003093.

P. Davies, B. Wynne, W. Rainforth, M. Thomas, and P. Threadgill. Development of microstructure and crystallographic texture during stationary shoulder friction stir welding of ti-6al-4v. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42(8) :2278–2289, 2011. ISSN 1073-5623. doi: 10.1007/s11661-011-0606-2. URL http://dx.doi.org/10.1007/s11661-011-0606-2.

M. Daymond, R. Holt, S. Cai, P. Mosbrucker, and S. Vogel. Texture inheritance and variant selection through an hcp–bcc–hcp phase transformation. *Acta Materialia*, 58(11) : 4053 – 4066, 2010. ISSN 1359-6454. doi: 10.1016/j.actamat.2010.03.012. URL `http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645410001576`.

N. de Koker, G. Steinle-Neumann, and V. Vlcek. Electrical resistivity and thermal conductivity of liquid Fe alloys at high P and T, and heat flux in Earth's core. *PROCEEDINGS OF THE NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES OF THE UNITED STATES OF AMERICA*, 109 (11) :4070–4073, MAR 13 2012. ISSN 0027-8424. doi: {10.1073/pnas.1111841109}.

R. Deguen. *Dynamique de la Cristalisation de la Graine : Expériences et Modèles*. PhD thesis, Université Joseph Fourier, 2009.

R. Deguen and P. Cardin. Tectonic history of the Earth's inner core preserved in its seismic structure. *Nature. Geosci.*, 2 :419–422, 2009.

R. Deguen and P. Cardin. Thermo-chemical convection in Earth's inner core. *Geophys. J. Int.*, 187 :1101–1118, 2011.

R. Deguen, T. Alboussière, and D. Brito. On the presence and structure of a mush at the inner core boundary of the Earth. *Phys. Earth Planet. Inter.*, 274 :1887–1891, 2007.

R. Deguen, T. Alboussière, and P. Cardin. Thermal convection in earth's inner core with phase change at its boundary. *Geophysical Journal International*, 2013. doi: 10.1093/gji/ggt202. URL `http://gji.oxfordjournals.org/content/early/2013/06/21/gji.ggt202.abstract`.

R. Deguen, P. Cardin, S. Merkel, and R. A. Lebensohn. Texturing in Earth's inner core due to preferential growth in its equatorial belt. *Phys. Earth Planet. Inter.*, 188 :173–184, OCT 2011. ISSN 0031-9201. doi: {10.1016/j.pepi.2011.08.008}.

A. Deuss, J. Irving, and J. Woodhouse. Regional variation of inner core anisotropy from seismic normal mode observations. *Science*, 328 :1018–1020, 2010.

A. Deuss, J. Woodhouse, H. Paulssen, and J. Trampert. The observation of inner core shear waves. *GEOPHYSICAL JOURNAL INTERNATIONAL*, 142(1) :67–73, JUL 2000. ISSN 0956-540X. doi: {10.1046/j.1365-246x.2000.00147.x}.

A. Dewaele, C. Sanloup, and P. Gillet. *L'intérieur de la Terre et des planètes*. Belin, 2005.

A. Dewaele, P. Loubeyre, F. Occelli, M. Mezouar, P. I. Dorogokupets, and M. Torrent. Quasihydrostatic equation of state of iron above 2 mbar. *Phys. Rev. Lett.*, 97 :215504, Nov 2006. doi: 10.1103/PhysRevLett.97.215504. URL `http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.97.215504`.

A. Dewaele, F. Datchi, P. Loubeyre, and M. Mezouar. High pressure–high temperature equations of state of neon and diamond. *Phys. Rev. B*, 77 :094106, Mar 2008. doi: 10.1103/PhysRevB.77.094106. URL `http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.77.094106`.

S. Divinski, V. Dnieprenko, and O. Ivasishin. Effect of phase transformation on texture formation in ti-base alloys. *Materials Science and Engineering : A*, 243(1–2) :201 – 205, 1998. ISSN 0921-5093. doi: 10.1016/S0921-5093(97)00801-0. URL `http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509397008010`.

D. J. Doornbos. The anelasticity of the inner core. *Geophysical Journal of the Royal Astronomical Society*, 38(2) :397–415, 1974. ISSN 1365-246X. doi: 10.1111/j.1365-246X.1974.tb04131.x. URL `http://dx.doi.org/10.1111/j.1365-246X.1974.tb04131.x`.

D. J. Doornbos. Observable effects of the seismic absorption band in the earth. *Geophysical Journal of the Royal Astronomical Society*, 75(3) :693–711, 1983. ISSN 1365-246X. doi: 10.1111/j.1365-246X.1983.tb05006.x. URL `http://dx.doi.org/10.1111/j.1365-246X.1983.tb05006.x`.

E. Dormy, A. M. Soward, C. A. Jones, D. Jault, and P. Cardin. The onset of thermal convection in rotating spherical shells. *J. Fluid Mech.*, 501 :43–70, 2004.

L. Dougherty, G. G. III, E. Cerreta, R. McCabe, R. Field, and J. Bingert. Rare twin linked to high-pressure phase transition in iron. *Scripta Materialia*, 60(9) :772 – 775, 2009. ISSN 1359-6462. doi: 10.1016/j.scriptamat.2009.01.014. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359646209000414.

H. G. Drickamer. Revised calibration for high pressure electrical resistance cell. *Review of Scientific Instruments*, 41(11) :1667–1668, 1970. doi: 10.1063/1.1684377. URL http://link.aip.org/link/?RSI/41/1667/1.

L. Dubrovinsky, N. Dubrovinskaia, O. Narygina, I. Kantor, A. Kuznetzov, V. B. Prakapenka, L. Vitos, B. Johansson, A. S. Mikhaylushkin, S. I. Simak, and I. A. Abrikosov. Body-Centered Cubic Iron-Nickel Alloy in Earth's Core. *Science*, 316 :1880–1883, 2007.

L. S. Dubrovinsky, S. K. Saxena, and P. Lazor. High-pressure and high-temperature in situ x-ray diffraction study of iron and corundum to 68 gpa using an internally heated diamond anvil cell. *Physics and Chemistry of Minerals*, 25(6) :434–441, 1998. ISSN 0342-1791. doi: 10.1007/s002690050133. URL http://dx.doi.org/10.1007/s002690050133.

L. S. Dubrovinsky, S. K. Saxena, F. Tutti, S. Rekhi, and T. LeBehan. *In Situ* x-ray study of thermal expansion and phase transition of iron at multimegabar pressure. *Phys. Rev. Lett.*, 84 :1720–1723, Feb 2000. doi: 10.1103/PhysRevLett.84.1720. URL http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.84.1720.

B. Dupé, B. Amadon, Y.-P. Pellegrini, and C. Denoual. Mechanism for the $\alpha \rightarrow \epsilon$ phase transition in iron. *Phys. Rev. B*, 87 :024103, Jan 2013. doi: 10.1103/PhysRevB.87.024103. URL http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.87.024103.

A. M. Dziewoński and D. L. Anderson. Preliminary reference Earth model. *Phys. Earth Planet. Inter.*, 25 :297–356, 1981.

M. Ekman, B. Sadigh, K. Einarsdotter, and P. Blaha. Ab initio study of the martensitic bcc-hcp transformation in iron. *Phys. Rev. B*, 58 :5296–5304, Sep 1998. doi: 10.1103/PhysRevB.58.5296. URL http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.58.5296.

A. G. Every and A. J. Stoddart. Phonon focusing in cubic crystals in which transverse phase velocities exceed the longitudinal phase velocity in some direction. *Phys. Rev. B*, 32 :1319–1322, Jul 1985. doi: 10.1103/PhysRevB.32.1319. URL http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.32.1319.

D. Fearn, D. Loper, and P. Roberts. Structure of the Earth's inner core. *Nature*, 292 :232–233, 1981.

D. R. Fearn and D. E. Loper. Compositional convection and stratification of Earth's core. *Nature*, 289 :393–394, 1981.

G. Fiquet, J. Badro, F. Guyot, H. Requardt, and M. Krisch. Sound velocities in iron to 110 gigapascals. *Science*, 291(5503) :468–471, 2001. doi: 10.1126/science.291.5503.468. URL http://www.sciencemag.org/content/291/5503/468.abstract.

R. A. Fischer, A. J. Campbell, D. M. Reaman, N. A. Miller, D. L. Heinz, P. Dera, and V. B. Prakapenka. Phase relations in the fe–fesi system at high pressures and temperatures. *Earth and Planetary Science Letters*, 373(0) :54 – 64, 2013. ISSN 0012-821X. doi: http://dx.doi.org/10.1016/j.epsl.2013.04.035. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0012821X13002239.

M. Friák and M. Šob. *Ab initio* study of the bcc-hcp transformation in iron. *Phys. Rev. B*, 77 : 174117, May 2008. doi: 10.1103/PhysRevB.77.174117. URL http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.77.174117.

R. Garcia. Constraints on upper inner-core structure from waveform inversion of core phases. *Geophys. J. Int.*, 150 :651–664, 2002.

R. Garcia and A. Souriau. Inner core anisotropy and heterogeneity level. *Geophys. Res. Lett.*, 27 :3121–3124, 2000.

N. Gey and M. Humbert. Characterization of the variant selection occurring during the $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ phase transformations of a cold rolled titanium sheet. *Acta Materialia*, 50(2) :277 – 287, 2002. ISSN 1359-6454. doi: 10.1016/S1359-6454(01)00351-2. URL `http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645401003512`.

N. Gey and M. Humbert. Specific analysis of ebsd data to study the texture inheritance due to the $\beta \rightarrow \alpha$ phase transformation. *Journal of Materials Science*, 38(6) :1289–1294, 2003. ISSN 0022-2461. doi: 10.1023/A:1022842712172. URL `http://dx.doi.org/10.1023/A%3A1022842712172`.

N. Gey, M. Humbert, E. Gautier, and J. Béchade. Study of the $\beta \rightarrow \alpha$ variant selection for a zircaloy-4 rod heated to the $\beta$ transus in presence or not of an axial tensile stress. *Journal of Nuclear Materials*, 328(2–3) :137 – 145, 2004. ISSN 0022-3115. doi: 10.1016/j.jnucmat.2004.03.003. URL `http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S002231150400114X`.

P. M. Giles, M. H. Longenbach, and A. R. Marder. High pressure martensitic transformation in iron. *Journal of Applied Physics*, 42(11) :4290–4295, 1971. ISSN 0021-8979. doi: 10.1063/1.1659768.

H. Hasegawa and D. G. Pettifor. Microscopic theory of the temperature-pressure phase diagram of iron. *Phys. Rev. Lett.*, 50 :130–133, Jan 1983. doi: 10.1103/PhysRevLett.50.130. URL `http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.50.130`.

J. Hawreliak, J. D. Colvin, J. H. Eggert, D. H. Kalantar, H. E. Lorenzana, J. S. Stölken, H. M. Davies, T. C. Germann, B. L. Holian, K. Kadau, P. S. Lomdahl, A. Higginbotham, K. Rosolankova, J. Sheppard, and J. S. Wark. Analysis of the x-ray diffraction signal for the $\alpha - \epsilon$ transition in shock-compressed iron : Simulation and experiment. *Phys. Rev. B*, 74 :184107, Nov 2006. doi: 10.1103/PhysRevB.74.184107. URL `http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.74.184107`.

R. Hill. The elastic behaviour of a crystalline aggregate. *Proc. Phys. Soc. A*, 65 :349, 1952.

K. Hirose, H. Gomi, D. Labrosse S., and J. Hernlund. The high conductivity of iron and thermal evolution of the Earth's core. *Mineral. Mag.*, 75 :1027, 2011.

E. Huang, W. A. Bassett, and P. Tao. Pressure-temperature-volume relationship for hexagonal close packed iron determined by synchrotron radiation. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 92(B8) :8129–8135, 1987. ISSN 2156-2202. doi: 10.1029/JB092iB08p08129. URL `http://dx.doi.org/10.1029/JB092iB08p08129`.

E. Huang, W. A. Bassett, and M. S. Weathers. Phase diagram and elastic properties of fe 30synchrotron radiation. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 97(B4) :4497–4502, 1992. ISSN 2156-2202. doi: 10.1029/92JB00020. URL `http://dx.doi.org/10.1029/92JB00020`.

M. Humbert, F. Wagner, H. Moustahfid, and C. Esling. Determination of the Orientation of a Parent $\beta$ Grain from the Orientations of the Inherited $\alpha$ Plates in the Phase Transformation from Body-Centred Cubic to Hexagonal Close Packed. *Journal of Applied Crystallography*, 28(5) :571–576, Oct 1995. doi: 10.1107/S0021889895004067. URL `http://dx.doi.org/10.1107/S0021889895004067`.

J. C. E. Irving and A. Deuss. Hemispherical structure in inner core velocity anisotropy. *J. Geophys. Res.*, 116 :B04307, APR 14 2011. ISSN 0148-0227. doi: {10.1029/2010JB007942}.

G. Ischia, H.-R. Wenk, L. Lutterotti, and F. Berberich. Quantitative Rietveld texture analysis of zirconium from single synchrotron diffraction images. *Journal of Applied Crystallography*, 38(2) :377–380, Apr 2005. doi: 10.1107/S0021889805006059. URL http://dx.doi.org/10.1107/S0021889805006059.

M. Ishii and A. M. Dziewoński. The innermost inner core of the Earth : Evidence for a change in anisotropic behavior at the radius of about 300 km. *Proc. Natl. Acad. Sci.*, 99 :14026–14030, 2002.

M. Ishii and A. M. Dziewoński. The innermost inner core of the earth : Evidence for a change in anisotropic behavior at the radius of about 300 km. *Proc. Nat. Acad. Sc.*, 99 :14026 14030, 2003. doi: 10.1073/pnas.172508499.

M. Ishii, J. Tromp, A. M. Dziewoński, and G. Ekström. Joint inversion of normal mode and body wave data for inner core anisotropy 1. laterally homogeneous anisotropy. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 107(B12) :ESE 20–1–ESE 20–16, 2002. ISSN 2156-2202. doi: 10.1029/2001JB000712. URL http://dx.doi.org/10.1029/2001JB000712.

J. M. Jackson, W. Sturhahn, M. Lerche, J. Zhao, T. S. Toellner, E. E. Alp, S. V. Sinogeikin, J. D. Bass, C. A. Murphy, and J. K. Wicks. Melting of compressed iron by monitoring atomic dynamics. *Earth and Planetary Science Letters*, 362(0) :143 – 150, 2013. ISSN 0012-821X. doi: 10.1016/j.epsl.2012.11.048. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0012821X12006747.

J. C. Jamieson and A. Lawson. Ray diffraction studies in the 100 kilobar pressure range. *Journal of Applied Physics*, 33(3) :776–780, 1962. ISSN 0021-8979. doi: 10.1063/1.1777167. URL http://link.aip.org/link/?JAP/33/776/1.

A. Jayaraman. Diamond anvil cell and high-pressure physical investigations. *Rev. Mod. Phys.*, 55 :65–108, Jan 1983. doi: 10.1103/RevModPhys.55.65. URL http://link.aps.org/doi/10.1103/RevModPhys.55.65.

R. Jeanloz. The nature of the earth's core. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences*, 18 : 357–386, 1990.

R. Jeanloz and H. R. Wenk. Convection and anisotropy of the inner core. *Geophys. Res. Lett.*, 15 :72–75, 1988.

A. Jephcoat and P. Olson. Is the inner core of the Earth pure iron ? *Nature*, 325 :332–335, 1987. doi: 10.1038/325332a0. URL http://dx.doi.org/10.1038/325332a0.

D. F. Johnson and E. A. Carter. Nonadiabaticity in the iron bcc to hcp phase transformation. *The Journal of Chemical Physics*, 128(10) :104703, 2008. doi: 10.1063/1.2883592. URL http://link.aip.org/link/?JCP/128/104703/1.

C. Jourdan, J. Gastaldi, P. Marzo, and G. Grange. In situ statistical study of the nucleation, the variant selection and the orientation memory effect during the $\alpha \leftrightarrow \beta$ titanium martensitic transformation. *Journal of Materials Science*, 26(16) :4355–4360, 1991. ISSN 0022-2461. doi: 10.1007/BF00543651. URL http://dx.doi.org/10.1007/BF00543651.

K. Kadau, T. C. Germann, P. S. Lomdahl, and B. L. Holian. Atomistic simulations of shock-induced transformations and their orientation dependence in bcc fe single crystals. *Phys. Rev. B*, 72 :064120, Aug 2005. doi: 10.1103/PhysRevB.72.064120. URL http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.72.064120.

D. H. Kalantar, J. F. Belak, G. W. Collins, J. D. Colvin, H. M. Davies, J. H. Eggert, T. C. Germann, J. Hawreliak, B. L. Holian, K. Kadau, P. S. Lomdahl, H. E. Lorenzana, M. A. Meyers, K. Rosolankova, M. S. Schneider, J. Sheppard, J. S. Stölken, and J. S. Wark. Direct observation of the $\alpha - \epsilon$ transition in shock-compressed iron via nanosecond x-ray diffraction. *Phys. Rev. Lett.*, 95 :075502, Aug 2005. doi: 10.1103/PhysRevLett.95.075502. URL http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.95.075502.

E. Kaminski, N. Ribe, and J. Browaeys. D-Rex, a program for calculation of seismic anisotropy due to crystal lattice preferred orientation in the convective upper mantle. *GEOPHYSICAL JOURNAL INTERNATIONAL*, 158(2) :744–752, AUG 2004. ISSN 0956-540X. doi: {10.1111/j.1365-246X.2004.02308.x}.

S. Karato. Seismic anisotropy of the Earth's inner core resulting from flow induced by Maxwell stresses. *Nature*, 402 :871–873, 1999.

S.-i. Karato, H. Jung, I. Katayama, and P. Skemer. Geodynamic significance of seismic anisotropy of the upper mantle : New insights from laboratory studies. *ANNUAL REVIEW OF EARTH AND PLANETARY SCIENCES*, 36 :59–95, 2008. ISSN 0084-6597. doi: {10.1146/annurev.earth.36.031207.124120}.

B. Karki, L. Stixrude, S. Clark, M. Warren, G. Ackland, and J. Crain. Structure and elasticity of mgo at high pressure. *American Mineralogist*, 82(1) :51–60, 1997.

B. Kennett. Seismological tables : ak135. *Research School of Earth Sciences, Australian National University Canberra, Australia*, pages 1–289, 2005.

B. L. N. Kennett, E. R. Engdahl, and R. Buland. Constraints on seismic velocities in the earth from traveltimes. *Geophysical Journal International*, 122(1) :108–124, 1995. doi: 10.1111/j.1365-246X.1995.tb03540.x. URL `http://gji.oxfordjournals.org/content/122/1/108.abstract`.

S. Klotz, J.-C. Chervin, P. Munsch, and G. L. Marchand. Hydrostatic limits of 11 pressure transmitting media. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 42(7) :075413, 2009. URL `http://stacks.iop.org/0022-3727/42/i=7/a=075413`.

T. Komabayashi and Y. Fei. Internally consistent thermodynamic database for iron to the earth's core conditions. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 115(B3) :n/a–n/a, 2010. ISSN 2156-2202. doi: 10.1029/2009JB006442. URL `http://dx.doi.org/10.1029/2009JB006442`.

T. Komabayashi, Y. Fei, Y. Meng, and V. Prakapenka. In-situ x-ray diffraction measurements of the $\gamma$-$\varepsilon$ transition boundary of iron in an internally-heated diamond anvil cell. *Earth and Planetary Science Letters*, 282(1-4) :252 – 257, 2009. ISSN 0012-821X. doi: 10.1016/j.epsl.2009.03.025. URL `http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0012821X09001678`.

L. T. Kong, J. F. Li, Q. W. Shi, H. J. Huang, and K. Zhao. Dynamical stability of iron under high-temperature and high-pressure conditions. *EPL (Europhysics Letters)*, 97(5) :56004, 2012. URL `http://stacks.iop.org/0295-5075/97/i=5/a=56004`.

Y. Kuwayama, K. Hirose, N. Sata, and Y. Ohishi. Phase relations of iron and iron-nickel alloys up to 300 gpa : Implications for composition and structure of the earth's inner core. *Earth and Planetary Science Letters*, 273(3-4) :379 – 385, 2008. ISSN 0012-821X. doi: 10.1016/j.epsl.2008.07.001. URL `http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0012821X08004287`.

S. Labrosse, J.-P. Poirier, and J.-L. Le Mouël. The age of the inner core. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 190 :111–123, 2001.

A. Laio, S. Bernard, G. L. Chiarotti, S. Scandolo, and E. Tosatti. Physics of iron at Earth's core conditions. *Science*, 287 :1027–1030, 2000.

R. A. Lebensohn and C. N. Tomé. A selfconsistent anisotropic approach for the simulation of plastic deformation and texture development of polycrystals : application to zirconium alloys. *Acta Metall. Mater.*, 41 :2611–2624, 1993.

I. Lehmann. P', bur. *Cent. Seismol. Int. Trav. Sci., Ser. A*, 14 :3–31, 1936.

R. LeToullec, J. P. Pinceaux, and P. Loubeyre. The membrane diamond anvil cell : A new device for generating continuous pressure and temperature variations. *High Pressure Research*, 1(1) : 77–90, 1988. doi: 10.1080/08957958808202482. URL `http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/08957958808202482`.

R. LeToullec, P. Loubeyre, J. P. Pinceaux, H. K. Mao, and J. Hu. Single crystal x-ray diffraction with a synchrotron source in a mdac at low temperature. *High Pressure Research*, 8(5-6) : 691–696, 1992. doi: 10.1080/08957959208206321. URL http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/08957959208206321.

V. I. Levitas and O. M. Zarechnyy. Plastic flow under compression and shear in rotational diamond anvil cell : Finite-element study. *Applied Physics Letters*, 91(14) :141919–141919–3, 2007. ISSN 0003-6951. doi: 10.1063/1.2794431.

V. I. Levitas and O. M. Zarechnyy. Modeling and simulation of mechanochemical processes in a rotational diamond anvil cell. *EPL (Europhysics Letters)*, 88(1) :16004, 2009. URL http://stacks.iop.org/0295-5075/88/i=1/a=16004.

V. I. Levitas and O. M. Zarechnyy. Modeling and simulation of strain-induced phase transformations under compression and torsion in a rotational diamond anvil cell. *Phys. Rev. B*, 82 : 174124, Nov 2010a. doi: 10.1103/PhysRevB.82.174124. URL http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.82.174124.

V. I. Levitas and O. M. Zarechnyy. Modeling and simulation of strain-induced phase transformations under compression in a diamond anvil cell. *Phys. Rev. B*, 82 :174123, Nov 2010b. doi: 10.1103/PhysRevB.82.174123. URL http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.82.174123.

V. I. Levitas, J. Hashemi, and Y. Z. Ma. Strain-induced disorder and phase transformation in hexagonal boron nitride under quasi-homogeneous pressure : In situ x-ray study in a rotational diamond anvil cell. *EPL (Europhysics Letters)*, 68(4) :550, 2004. URL http://stacks.iop.org/0295-5075/68/i=4/a=550.

V. I. Levitas, Y. Ma, and J. Hashemi. Transformation-induced plasticity and cascading structural changes in hexagonal boron nitride under high pressure and shear. *Applied Physics Letters*, 86(7) :071912–071912–3, 2005. ISSN 0003-6951. doi: 10.1063/1.1866226.

V. I. Levitas, Y. Ma, J. Hashemi, M. Holtz, and N. Guven. Strain-induced disorder, phase transformations, and transformation-induced plasticity in hexagonal boron nitride under compression and shear in a rotational diamond anvil cell : In situ x-ray diffraction study and modeling. *The Journal of Chemical Physics*, 125(4) :044507, 2006. doi: 10.1063/1.2208353. URL http://link.aip.org/link/?JCP/125/044507/1.

X. Li and V. F. Cormier. Frequency-dependent seismic attenuation in the inner core, 1. a viscoelastic interpretation. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 107(B12) :ESE 13–1–ESE 13–20, 2002. ISSN 2156-2202. doi: 10.1029/2002JB001795. URL http://dx.doi.org/10.1029/2002JB001795.

J.-F. Lin, D. L. Heinz, A. J. Campbell, J. M. Devine, and G. Shen. Iron-silicon alloy in earth's core ? *Science*, 295(5553) :313–315, 2002. doi: 10.1126/science.1066932. URL http://www.sciencemag.org/content/295/5553/313.abstract.

J.-F. Lin, A. J. Campbell, D. L. Heinz, and G. Shen. Static compression of iron-silicon alloys : Implications for silicon in the earth's core. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 108 (B1) :n/a–n/a, 2003. ISSN 2156-2202. doi: 10.1029/2002JB001978. URL http://dx.doi.org/10.1029/2002JB001978.

J. B. Liu and D. D. Johnson. bcc-to-hcp transformation pathways for iron versus hydrostatic pressure : Coupled shuffle and shear modes. *Phys. Rev. B*, 79 :134113, Apr 2009. doi: 10.1103/PhysRevB.79.134113. URL http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.79.134113.

I. Lonardelli, H.-R. Wenk, L. Lutterotti, and M. Goodwin. Texture analysis from synchrotron diffraction images with the Rietveld method : dinosaur tendon and salmon scale. *Journal of Synchrotron Radiation*, 12(3) :354–360, May 2005. doi: 10.1107/S090904950500138X. URL http://dx.doi.org/10.1107/S090904950500138X.

I. Lonardelli, N. Gey, H.-R. Wenk, M. Humbert, S. Vogel, and L. Lutterotti. In situ observation of texture evolution during $\alpha \rightarrow \beta$ and $\beta \rightarrow \alpha$ phase transformations in titanium alloys investigated by neutron diffraction. *Acta Materialia*, 55(17) :5718 – 5727, 2007. ISSN 1359-6454. doi: 10.1016/j.actamat.2007.06.017. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645407004223.

D. E. Loper. Structure of the inner core boundary. *Geophys. and Astrophys. Fluid Dyn.*, 25 : 139–155, 1983.

O. T. Lord, M. J. Walter, D. P. Dobson, L. Armstrong, S. M. Clark, and A. Kleppe. The fesi phase diagram to 150 gpa. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 115(B6) :n/a–n/a, 2010. ISSN 2156-2202. doi: 10.1029/2009JB006528. URL http://dx.doi.org/10.1029/2009JB006528.

A. Love. *A Treatise on the Mathematical Theory of Elasticity.* Cambridge Univ. Press, Cambridge, 1927.

L. Lutterotti and M. Bortolotti. Object oriented programming and fast computation techniques in Maud, a program for powder diffraction analysis written in java. *IUCr :CompcommNewsletter*, (1) :43–50, 2003. URL http://www.iucr.org/resources/commissions/crystallographic-computing/newsletters/1/object-oriented-programming-in-maud.

L. Lutterotti, S. Matthies, and H. Wenk. Maud (material analysis using diffraction) : a user friendly java program for rietveld texture analysis and more. In *Proceeding of the Twelfth International Conference on Textures of Materials (ICOTOM-12)*, volume 1, page 1599. NRC Press Ottawa, Canada, 1999.

L. Lutterotti, M. Bortolotti, G. Ischia, I. Lonardelli, and H.-R. Wenk. Rietveld texture analysis from diffraction images. *Z. Kristallogr. Suppl.*, 26 :125–130, Nov 2007. doi: 10.1524/zksu.2007.2007.suppl_26.125.

Y. Ma, M. Somayazulu, G. Shen, H. kwang Mao, J. Shu, and R. J. Hemley. In situ x-ray diffraction studies of iron to earth-core conditions. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 143–144(0) :455 – 467, 2004. ISSN 0031-9201. doi: 10.1016/j.pepi.2003.06.005. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0031920104000767. New Developments in High-Pressure Mineral Physics and Applications to the Earth's Interior.

Y. Ma, V. I. Levitas, and J. Hashemi. X-ray diffraction measurements in a rotational diamond anvil cell. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 67(9-10) :2083 – 2090, 2006a. ISSN 0022-3697. doi: 10.1016/j.jpcs.2006.05.052. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022369706003003. <ce :title>SMEC 2005</ce :title> <xocs :full-name>Study of matter under extreme conditions</xocs :full-name>.

Y. Ma, E. Selvi, V. I. Levitas, and J. Hashemi. Effect of shear strain on the $\alpha$-$\varepsilon$ phase transition of iron : a new approach in the rotational diamond anvil cell. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 18(25) :S1075, 2006b. URL http://stacks.iop.org/0953-8984/18/i=25/a=S14.

D. Mainprice. A fortran program to calculate seismic anisotropy from the lattice preferred orientation of minerals. *Computers & Geosciences*, 16 :385–393, 1990. doi: 10.1016/0098-3004(90)90072-2.

D. Mainprice. Seismic anisotropy of the deep earth from a mineral and rock physics perspective. *Treatise on Geophysics*, 2 :579–630, 2007.

D. Mainprice and M. Humbert. Methods of calculating petrophysical properties from lattice preferred orientation data. *Surveys in Geophysics*, 15 :575–592, 1994.

H.-K. Mao, W. A. Bassett, and T. Takahashi. Effect of pressure on crystal structure and lattice parameters of iron up to 300 kbar. *Journal of Applied Physics*, 38(1) :272–276, 1967. doi: 10.1063/1.1708965. URL http://link.aip.org/link/?JAP/38/272/1.

H.-K. Mao, J. Shu, G. Shen, R. J. Hemley, B. Li, and A. K. Singh. Elasticity and rheology of iron above 220GPa and the nature of the Earth's inner core. *Nature*, 396 :741–743, 1998.

W. L. Mao, A. J. Campbell, D. L. Heinz, and G. Shen. Phase relations of fe–ni alloys at high pressure and temperature. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 155(1–2) :146 – 151, 2006. ISSN 0031-9201. doi: 10.1016/j.pepi.2005.11.002. URL `http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0031920105002487`.

W. L. Mao, V. V. Struzhkin, A. Q. R. Baron, S. Tsutsui, C. E. Tommaseo, H.-R. Wenk, M. Y. Hu, P. Chow, W. Sturhahn, J. Shu, R. J. Hemley, D. L. Heinz, and H.-K. Mao. Experimental determination of the elasticity of iron at high pressure. *J. Geophys. Res.*, 113 :B09213, 2008. doi: 10.1029/2007JB005229,2008.

M. Matsui. Molecular dynamics study of iron at earth's inner core condition. *AIP Conference Proceedings*, 309(1) :887–890, 1994. doi: 10.1063/1.46176. URL `http://link.aip.org/link/?APC/309/887/1`.

M. Matsui and O. L. Anderson. The case for a body-centered cubic phase ($\alpha$') for iron at inner core conditions. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 103(1–2) :55 – 62, 1997. ISSN 0031-9201. doi: 10.1016/S0031-9201(97)00020-4. URL `http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0031920197000204`.

S. Matthies and M. Humbert. On the principle of a geometric mean of even-rank symmetric tensors for textured polycrystals. *J. Appl. Cryst.*, 28 :254–266, 1995. doi: 10.1107/S0021889894009623.

S. Matthies, H. G. Priesmeyer, and M. R. Daymond. On the diffractive determination of single-crystal elastic constants using polycrystalline samples. *J. Appl. Cryst.*, 34 :585–601, 2001. doi: 10.1107/S0021889801010482.

V. Maupin. *Treatise on Geophysics : Seismology and structure of the Earth*, volume 1, chapter Wave Propagation in Anisotropie Media, pages 289–321. Elsevier, 2009.

W. McDonough and S. s. Sun. The composition of the earth. *Chemical Geology*, 120(3–4) : 223 – 253, 1995. ISSN 0009-2541. doi: 10.1016/0009-2541(94)00140-4. URL `http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0009254194001404`. <ce :title>Chemical Evolution of the Mantle</ce :title>.

T. J. McSweeney, K. C. Creager, and R. T. Merrill. Depth extent of inner-core seismic anisotropy and implications for geomagnetism. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 101(1–2) : 131 – 156, 1997. ISSN 0031-9201. doi: http://dx.doi.org/10.1016/S0031-9201(96)03216-5. URL `http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0031920196032165`.

S. Merkel, H. Wenk, P. Gillet, H. Mao, and R. J. Hemley. Deformation of polycrystalline iron up to 30 GPa and 1000 K. *Phys. Earth Planet. Inter.*, 145 :239–251, 2004. doi: 10.1016/j.pepi.2004.04.001.

S. Merkel, C. Tomé, and H.-R. Wenk. A modeling analysis of the influence of plasticity on high pressure deformation of hcp-Co. *Phys. Rev. B*, 79 :064110, 2009. doi: 10.1103/PhysRevB.79.064110.

S. Merkel, M. Gruson, Y. Wang, N. Nishiyama, and 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. doi: 10.1088/0965-0393/20/2/024005.

L. Miyagi, M. Kunz, J. Knight, J. Nasiatka, M. Voltolini, and H. Wenk. In situ phase transformation and deformation of iron at high pressure and temperature. *J. Appl. Phys.*, 104 : 103510, 2008. doi: 10.1063/1.3008035.

L. Miyagi, M. Kunz, J. Knight, J. Nasiatka, M. Voltolini, and H.-R. Wenk. In situ phase transformation and deformation of iron at high pressure and temperature. *Journal of Applied Physics*, 104(10) :103510–103510–9, 2008. ISSN 0021-8979. doi: 10.1063/1.3008035.

M. Monnereau, M. Calvet, L. Margerin, and A. Souriau. Lopsided growth of Earth's inner core. *Science*, 328 :1014–1017, 2010.

M. Monnereau, M. Calvet, L. Margerin, and A. Souriau. Lopsided Growth of Earth's Inner Core. *SCIENCE*, 328(5981) :1014–1017, MAY 21 2010. ISSN 0036-8075. doi: {10.1126/science.1186212}.

A. Morelli, A. M. Dziewonski, and J. H. Woodhouse. Anisotropy of the inner core inferred from PKIKP travel times. *Geophys. Res. Lett.*, 13 :1545–1548, 1986.

E. G. Moroni and T. Jarlborg. B.c.c. and h.c.p. phase competition in fe. *EPL (Europhysics Letters)*, 33(3) :223, 1996. URL http://stacks.iop.org/0295-5075/33/i=3/a=223.

S. Morse. No mushy zones in the earth's core. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 66(12) :2155 – 2165, 2002. ISSN 0016-7037. doi: http://dx.doi.org/10.1016/S0016-7037(02)00843-8. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0016703702008438.

S. A. Morse. Adcumulus growth of the inner core. *Geophysical Research Letters*, 13(13) :1557–1560, 1986. ISSN 1944-8007. doi: 10.1029/GL013i013p01557. URL http://dx.doi.org/10.1029/GL013i013p01557.

J. Mound and B. Buffett. Detection of a gravitational oscillation in length-of-day. *EARTH AND PLANETARY SCIENCE LETTERS*, 243(3-4) :383–389, MAR 30 2006. ISSN 0012-821X. doi: {10.1016/j.epsl.2006.01.043}.

W. W. Mullins and R. Sekerka. Stability of a planar interface during solidification of a dilute binary alloy. *Journal of Applied Physics*, 35(2) :444–451, 1964.

G. Murry. *Aide-mémoire de métallurgie - 2éme édition - Métaux - Alliages - Propriétés : Métaux - Alliages - Propriétés*. Sciences et Techniques. Dunod, 2010. ISBN 9782100548248. URL http://books.google.fr/books?id=h0GTQun-7YsC.

J. H. Nguyen and N. C. Holmes. Melting of iron at the physical conditions of the earth's core. *Nature*, 427 :339–342, 2004.

M. Niazi and L. Johnson. Q in the inner core. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 74(1–2) :55 – 62, 1992. ISSN 0031-9201. doi: http://dx.doi.org/10.1016/0031-9201(92)90067-6. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0031920192900676. <ce :title>Special Issue Physical Properties of the Earth's Interior : Mantle to Core</ce :title>.

F. Nimmo. *Treatise on Geophysics*, volume 8, chapter Energetics of the Core, pages 31–65. Elsevier, 2007.

F. Niu and L. Wen. Hemispherical variations in seismic velocity at the top of the Earth's inner core. *Nature*, 410 :1081–1084, 2001.

F. Niu and L. Wen. Seismic anisotropy in the top 400 km of the inner core beneath the "eastern" hemisphere. *Geophysical Research Letters*, 29(12) :53–1–53–5, 2002. ISSN 1944-8007. doi: 10.1029/2001GL014118. URL http://dx.doi.org/10.1029/2001GL014118.

N. Novikov, S. Polotnyak, L. Shvedov, and V. Levitas. Regularities of phase transformations and plastic straining of materials in compression and shear on diamond anvils : experiments and theory. *JOURNAL OF SUPERHARD MATERIALS C/C OF SVERKHTVERDYE MATERIALY*, 21(3) :36–48, 1999.

E. Okal and Y. Cansi. Detection of PKJKP at intermediate periods by progressive multi-channel correlation. *EARTH AND PLANETARY SCIENCE LETTERS*, 164(1-2) :23–30, DEC 15 1998. ISSN 0012-821X. doi: {10.1016/S0012-821X(98)00210-6}.

P. Olson. Geophysics : Tectonics in the earth's core. *Nature Geoscience*, 2(6) :379–380, 2009.

S. I. Oreshin and L. P. Vinnik. Heterogeneity and anisotropy of seismic attenuation in the inner core. *Geophysical Research Letters*, 31(2) :n/a–n/a, 2004. ISSN 1944-8007. doi: 10.1029/2003GL018591. URL http://dx.doi.org/10.1029/2003GL018591.

K. Otsuka, A. Saxena, J. Deng, and X. Ren. Mechanism of the shape memory effect in martensitic alloys : an assessment. *Philosophical Magazine*, 91(36) :4514–4535, 2011. doi: 10.1080/14786435.2011.608735. URL http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/14786435.2011.608735.

A. Ouzounis and K. C. Creager. Isotropy overlying anisotropy at the top of the inner core. *Geophysical Research Letters*, 28(22) :4331–4334, 2001. ISSN 1944-8007. doi: 10.1029/2001GL013341. URL http://dx.doi.org/10.1029/2001GL013341.

G. J. Piermarini and A. B. Braun. Crystal and molecular structure of ccl[sub 4] iii : A high pressure polymorph at 10 kbar. *J. Chem. Phys.*, 58(5) :1974–1982, 1973. doi: 10.1063/1.1679460. URL http://link.aip.org/link/?JCP/58/1974/1.

J. Poirier. *Introduction to the Physics of the Earth's Interior*. Cambridge University Press, 2000. ISBN 9780521663922. URL http://books.google.fr/books?id=_YOCl86XPHoC.

D. A. Porter and K. E. Easterling. *Phase transformations in metals and alloys*. CRC press, 1992.

G. Poupinet, R. Pillet, and A. Souriau. possible heteregeneity of the Earth's core deduced from PKIKP travel-times. *Nature*, 305 :204–206, 1983. ISSN 0028-0836.

M. Pozzo, C. Davies, D. Gubbins, and D. Alfe. Thermal and electrical conductivity of iron at Earth's core conditions. *NATURE*, 485(7398) :355–U99, MAY 17 2012. ISSN 0028-0836. doi: {10.1038/nature11031}.

M. Pozzo, C. Davies, D. Gubbins, and D. Alfe. Transport properties for liquid silicon-oxygen-iron mixtures at Earth's core conditions. *PHYSICAL REVIEW B*, 87(1), JAN 22 2013. ISSN 1098-0121. doi: {10.1103/PhysRevB.87.014110}.

A. Reuss. Berechnung der fliessgrenze von mischkristallen auf grund der plastizitätsbedingung für einkristalle. *Zeitschrift fur Angewandte Mathematik und Mechanik*, 9 :49–58, 1929.

A. Rollett and S. Wright. Typical textures in metals. In U. Kocks, C. Tomé, and H. Wenk, editors, *Texture and Anisotropy : Preferred Orientations in Polycrystals and Their Effect on Materials Properties*. Cambridge University Press, Cambridge, 1998.

B. Romanowicz and J. J. Durek. *Seismological Constraints on Attenuation in the Earth : a Review*, pages 161–179. American Geophysical Union, 2000. ISBN 9781118668474. doi: 10.1029/GM117p0161. URL http://dx.doi.org/10.1029/GM117p0161.

B. Romanowicz, X.-D. Li, and J. Durek. Anisotropy in the inner core : Could it be due to low-order convection ? *Science*, 274(5289) :963–966, 1996. doi: 10.1126/science.274.5289.963. URL http://www.sciencemag.org/content/274/5289/963.abstract.

B. Romanowicz, H. Tkalčić, and L. Bréger. On the origin of complexity in pkp travel time data. *Geodynamics Series*, 31 :31–44, 2003.

J. Romero, M. Preuss, and J. Q. da Fonseca. Texture memory and variant selection during phase transformation of a zirconium alloy. *Acta Materialia*, 57(18) :5501 – 5511, 2009a. ISSN 1359-6454. doi: 10.1016/j.actamat.2009.07.046. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645409004819.

J. Romero, M. Preuss, and J. Quinta da Fonseca. Capturing the texture changes in a zirconium alloy during the allotropic phase transformation. *Scripta Materialia*, 61(4) :399–402, 2009b.

M. Ross, D. A. Young, and R. Grover. Theory of the iron phase diagram at earth core conditions. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 95(B13) :21713–21716, 1990. ISSN 2156-2202. doi: 10.1029/JB095iB13p21713. URL http://dx.doi.org/10.1029/JB095iB13p21713.

J. P. Rueff, M. Krisch, Y. Q. Cai, A. Kaprolat, M. Hanfland, M. Lorenzen, C. Masciovecchio, R. Verbeni, and F. Sette. Magnetic and structural $\alpha$-$\epsilon$ phase transition in fe monitored by x-ray emission spectroscopy. *Phys. Rev. B*, 60 :14510–14512, Dec 1999. doi: 10.1103/PhysRevB.60.14510. URL http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.60.14510.

J. Rutter. Imperfections resulting from solidification. *Liquid Metals and Solidification, ed. Maddin, R., et al*, 243 :262, 1958.

T. Sakai, E. Ohtani, N. Hirao, and Y. Ohishi. Stability field of the hcp-structure for fe, fe-ni, and fe-ni-si alloys up to 3 mbar. *Geophysical Research Letters*, 38(9) :n/a–n/a, 2011. ISSN 1944-8007. doi: 10.1029/2011GL047178. URL http://dx.doi.org/10.1029/2011GL047178.

L. Sandoval and H. M. Urbassek. Transformation pathways in the solid-solid phase transitions of iron nanowires. *Applied Physics Letters*, 95(19) :191909–191909–3, 2009. ISSN 0003-6951. doi: 10.1063/1.3258002.

S. K. Saxena, G. Shen, and P. Lazor. Experimental evidence for a new iron phase and implications for earth's core. *Science*, 260(5112) :1312–1314, 1993. doi: 10.1126/science.260.5112.1312. URL http://www.sciencemag.org/content/260/5112/1312.abstract.

S. K. Saxena, L. S. Dubrovinsky, P. Häggkvist, Y. Cerenius, G. Shen, and H. K. Mao. Synchrotron x-ray study of iron at high pressure and temperature. *Science*, 269(5231) :1703–1704, 1995. doi: 10.1126/science.269.5231.1703. URL http://www.sciencemag.org/content/269/5231/1703.abstract.

S. K. Saxena, L. S. Dubrovinsky, and P. Häggkvist. X-ray evidence for the new phase $\beta$-iron at high temperature and high pressure. *Geophysical Research Letters*, 23(18) :2441–2444, 1996. ISSN 1944-8007. doi: 10.1029/96GL02258. URL http://dx.doi.org/10.1029/96GL02258.

N. Serebryanaya, V. Blank, and V. Ivdenko. Gete-phases under shear deformation and high pressure up to 56 {GPa}. *Physics Letters A*, 197(1) :63 – 66, 1995. ISSN 0375-9601. doi: http://dx.doi.org/10.1016/0375-9601(94)00886-T. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/037596019400886T.

X. Sha and R. E. Cohen. Elastic isotropy of $\epsilon$-Fe under Earth's core conditions. *Geophys. Res. Lett.*, 37 :L10302, 2010. doi: 10.1029/2009GL042224.

P. M. Shearer. Constraints on inner core anisotropy from pkp(df) travel times. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 99(B10) :19647–19659, 1994. ISSN 2156-2202. doi: 10.1029/94JB01470. URL http://dx.doi.org/10.1029/94JB01470.

P. M. Shearer, C. A. Rychert, and Q. Liu. On the visibility of the inner-core shear wave phase PKJKP at long periods. *GEOPHYSICAL JOURNAL INTERNATIONAL*, 185(3) :1379–1383, JUN 2011. ISSN 0956-540X. doi: {10.1111/j.1365-246X.2011.05011.x}.

G. Shen, H.-k. Mao, R. J. Hemley, T. S. Duffy, and M. L. Rivers. Melting and crystal structure of iron at high pressures and temperatures. *Geophysical Research Letters*, 25(3) :373–376, 1998. ISSN 1944-8007. doi: 10.1029/97GL03776. URL http://dx.doi.org/10.1029/97GL03776.

G. Shen, V. B. Prakapenka, M. L. Rivers, and S. R. Sutton. Structure of liquid iron at pressures up to 58 gpa. *Phys. Rev. Lett.*, 92 :185701, May 2004. doi: 10.1103/PhysRevLett.92.185701. URL http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.92.185701.

H. Shimizu, J.-P. Poirier, and J.-L. Le Mouël. On crystallization at the inner core boundary. *Phys. Earth Planet. Inter.*, 151 :37–51, 2005.

J. Siebert, J. Badro, D. Antonangeli, and F. J. Ryerson. Terrestrial accretion under oxidizing conditions. *Science*, 339(6124) :1194–1197, 2013. doi: 10.1126/science.1227923. URL http://www.sciencemag.org/content/339/6124/1194.abstract.

P. Söderlind, J. A. Moriarty, and J. M. Wills. First-principles theory of iron up to earth-core pressures : Structural, vibrational, and elastic properties. *Phys. Rev. B*, 53 :14063–14072, Jun 1996. doi: 10.1103/PhysRevB.53.14063. URL http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.53.14063.

E. Sola, J. P. Brodholt, and D. Alfè. Equation of state of hexagonal closed packed iron under earth's core conditions from quantum monte carlo calculations. *Phys. Rev. B*, 79 :024107, Jan 2009. doi: 10.1103/PhysRevB.79.024107. URL http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.79.024107.

X. Song and D. V. Helmberger. Depth dependence of anisotropy of Earth's inner core. *J. Geophys. Res.*, 100 :9805–9816, 1995. doi: 10.1029/95JB00244.

X. Song and D. V. Helmberger. Seismic evidence for an inner core transition zone. *Science*, 282(5390) :924–927, 1998. doi: 10.1126/science.282.5390.924. URL http://www.sciencemag.org/content/282/5390/924.abstract.

X. Song and X. Xu. Inner core transition zone and anomalous pkp(df) waveforms from polar paths. *Geophysical Research Letters*, 29(4) :1–1–1–4, 2002. ISSN 1944-8007. doi: 10.1029/2001GL013822. URL http://dx.doi.org/10.1029/2001GL013822.

A. Souriau. The seismological picture of the inner core : structure and rotation. *C. R. Geosci.*, 335 :51–63, 2003. doi: 10.1016/S1631-0713(03)00010-5.

A. Souriau. *Treatise on Geophysics*, volume 1, chapter The Earth's Core, pages 655–693. Elsevier, 2007.

A. Souriau. *Treatise on Geophysics : Seismology and structure of the Earth*, volume 1, chapter The Earth's Cores, pages 655–693. Elsevier, 2009.

A. Souriau. Inner core structure : Constraints from frequency dependent seismic anisotropy. *Comptes Rendus Geoscience*, 341(6) :439–445, 2009.

A. Souriau, P. Roudil, and B. Moynot. Inner core differential rotation : Facts and artefacts. *Geophysical Research Letters*, 24(16) :2103–2106, 1997. ISSN 1944-8007. doi: 10.1029/97GL01933. URL http://dx.doi.org/10.1029/97GL01933.

F. Stacey. Thermodynamics of the earth. *Reports on Progress in Physics*, 73(4) :046801, 2010. URL http://stacks.iop.org/0034-4885/73/i=4/a=046801.

F. Stacey and O. Anderson. Electrical and thermal conductivities of Fe-Ni-Si alloy under core conditions. *PHYSICS OF THE EARTH AND PLANETARY INTERIORS*, 124(3-4) :153–162, AUG 2001. ISSN 0031-9201. doi: {10.1016/S0031-9201(01)00186-8}.

N. Stanford and P. Bate. Crystallographic variant selection in ti–6al–4v. *Acta Materialia*, 52 (17) :5215 – 5224, 2004. ISSN 1359-6454. doi: 10.1016/j.actamat.2004.07.034. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645404004434.

N. Stanford and P. Bate. Crystallographic variant selection in $\alpha\breve{}\beta$ brass. *Acta Materialia*, 53(3) :859 – 867, 2005. ISSN 1359-6454. doi: 10.1016/j.actamat.2004.10.043. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645404006561.

G. Steinle-Neumann, L. Stixrude, and R. E. Cohen. First-principles elastic constants for the hcp transition metals fe, co, and re at high pressure. *Phys. Rev. B*, 60 :791–799, Jul 1999. doi: 10.1103/PhysRevB.60.791. URL http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.60.791.

G. Steinle-Neumann, L. Stixrude, R. E. Cohen, and O. Gülseren. Elasticity of iron at the temperature of the Earth's inner core. *Nature*, 413 :57–60, 2001.

L. Stixrude and R. E. Cohen. High-pressure elasticity of iron and anisotropy of Earth's inner core. *Science*, 267 :1972–1975, 1995.

L. Stixrude and R. E. Cohen. High-pressure elasticity of iron and anisotropy of earth's inner core. *Science*, 267(5206) :1972–1975, 1995. doi: 10.1126/science.267.5206.1972. URL `http://www.sciencemag.org/content/267/5206/1972.abstract`.

L. Stixrude, E. Wasserman, and R. E. Cohen. Composition and temperature of earth's inner core. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 102(B11) :24729–24739, 1997. ISSN 2156-2202. doi: 10.1029/97JB02125. URL `http://dx.doi.org/10.1029/97JB02125`.

W. Su and A. M. Dziewonski. Inner core anisotropy in three dimensions. *J. Geophys. Res.*, 100 : 9831–9852, 1995.

I. Sumita. *Treatise on Geophysics*, volume 8, chapter Inner-Core Dynamics, pages 299–318. Elsevier, 2007.

I. Sumita and S. Yoshida. Thermal interactions between the mantle, outer and inner cores, and the resulting structural evolution of the core. *Geodynamics Series*, 31 :213–231, 2003.

I. Sumita, S. Yoshida, Y. Hamano, and M. Kumazawa. A model for the structural evolution of the earth's core and its relation to the observations. In T. Yukutake, editor, *The Earth's central part : Its structure and dynamics*, pages 232–260. 1995.

I. Sumita, S. Yoshida, M. Kumazawa, and Y. Hamano. A model for sedimentary compaction of a viscous media and its application to inner-core growth. *Geophys. J. Int.*, 124 :302–324, 1996.

X. Sun and X. Song. Tomographic inversion for three-dimensional anisotropy of earth's inner core. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 167(1–2) :53 – 70, 2008. ISSN 0031-9201. doi: http://dx.doi.org/10.1016/j.pepi.2008.02.011. URL `http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0031920108000332`.

T. Takahashi and W. A. Bassett. High-pressure polymorph of iron. *Science*, 145(3631) :483–486, 1964. doi: 10.1126/science.145.3631.483. URL `http://www.sciencemag.org/content/145/3631/483.abstract`.

K. Takemura. Evaluation of the hydrostaticity of a helium-pressure medium with powder x-ray diffraction techniques. *Journal of Applied Physics*, 89(1) :662–668, 2001. ISSN 0021-8979. doi: 10.1063/1.1328410.

S. Tanaka and H. Hamaguchi. Degree one heterogeneity and hemispherical variation of anisotropy in the inner core from PKP(BC)-PKP(DF) times. *J. Geophys. Res.*, 102 :2925–2938, 1997. doi: 10.1029/96JB03187.

N. Tateiwa and Y. Haga. Evaluations of pressure-transmitting media for cryogenic experiments with diamond anvil cell. *Review of Scientific Instruments*, 80(12) :123901–123901–7, 2009. ISSN 0034-6748. doi: 10.1063/1.3265992.

S. Tateno, K. Hirose, Y. Ohishi, and Y. Tatsumi. The structure of iron in Earth's inner core. *Science*, 330 :359–361, 2010.

S. Tateno, K. Hirose, T. Komabayashi, H. Ozawa, and Y. Ohishi. The structure of fe-ni alloy in earth's inner core. *Geophysical Research Letters*, 39(12), 2012.

R. D. Taylor, M. P. Pasternak, and R. Jeanloz. Hysteresis in the high pressure transformation of bcc- to hcp-iron. *Journal of Applied Physics*, 69(8) :6126–6128, 1991. ISSN 0021-8979. doi: 10.1063/1.348779.

R. Tewari, D. Srivastava, G. Dey, J. Chakravarty, and S. Banerjee. Microstructural evolution in zirconium based alloys. *Journal of Nuclear Materials*, 383(1–2) :153 – 171, 2008. ISSN 0022-3115. doi: 10.1016/j.jnucmat.2008.08.041. URL `http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022311508004923`. <ce :title>Advances in Nuclear Materials : Processing, Performance and Phenomena</ce :title> <xocs :full-name>Proceedings of the International Conference on Advances in Nuclear Materials : Processing, Performance and Phenomena</xocs :full-name>.

T. Ting. *Anisotropic Elasticity : Theory and Applications*. Oxford University Press, Oxford, U.K., 1996.

J. Tromp. Support for anisotropy of the earth's inner core from free oscillations. *Nature*, 366 (6456) :678–681, 1993.

J. Tromp. Normal-mode splitting due to inner-core anisotropy. *Geophysical Journal International*, 121(3) :963–968, 1995.

T.-L. Tseng, B.-S. Huang, and B.-H. Chin. Depth-dependent attenuation in the uppermost inner core from the taiwan short period seismic array pkp data. *Geophysical Research Letters*, 28 (3) :459–462, 2001. ISSN 1944-8007. doi: 10.1029/2000GL012118. URL http://dx.doi.org/10.1029/2000GL012118.

K. Tsuno, D. J. Frost, and D. C. Rubie. Simultaneous partitioning of silicon and oxygen into the earth's core during early earth differentiation. *Geophysical Research Letters*, 40(1) :66–71, 2013. ISSN 1944-8007. doi: 10.1029/2012GL054116. URL http://dx.doi.org/10.1029/2012GL054116.

J. A. Van Orman. On the viscosity and creep mechanism of Earth's inner core. *Geophys. Res. Lett.*, 31 :L20606, 2004.

L. Vočadlo, D. Alfè, M. Gillan, and G. Price. The properties of iron under core conditions from first principles calculations. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 140(1–3) : 101 – 125, 2003. ISSN 0031-9201. doi: http://dx.doi.org/10.1016/j.pepi.2003.08.001. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0031920103001675. Geophysical and Geochemical Evolution of the Deep Earth.

L. Vočadlo. Ab initio calculations of the elasticity of iron and iron alloys at inner core conditions : Evidence for a partially molten inner core ? *Earth and Planetary Science Letters*, 254(1–2) : 227 – 232, 2007. ISSN 0012-821X. doi: http://dx.doi.org/10.1016/j.epsl.2006.09.046. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0012821X06007229.

L. Vočadlo, D. Alfè, M. Gillan, I. Wood, J. Brodholt, and G. D. Price. Possible thermal and chemical stabilization of body-centred-cubic iron in the earth's core. *Nature*, 424(6948) : 536–539, 2003.

W. Voigt. *Lehrbuch der Kristallphysik*. Teubner-Verlag, Leipzig, 1928.

N. vonBargen and R. Boehler. Effect of non-hydrostaticity on the $\alpha - \varepsilon$ transition of iron. *High Pressure Research*, 6(2) :133–140, 1990. doi: 10.1080/08957959008203204. URL http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/08957959008203204.

L. Vočadlo, D. Alfè, M. J. Gillan, I. Wood, J. Brodholt, and G. D. Price. Possible thermal and chemical stabilization of body-centred-cubic iron in the Earth's core. *Nature*, 424 :536–539, 2003.

L. Vočadlo, D. P. Dobson, and I. G. Wood. Ab initio calculations of the elasticity of hcp-Fe as a function of temperature at inner-core pressure. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 288 :534–538, 2009. doi: 10.1016/j.epsl.2009.10.015.

L. Vočadlo. Core composition revealed. *Nature*, 495(B10) :177–178, 2013. doi: 10.1038/495177a. URL http://dx.doi.org/10.1038/495177a.

L. Vočadlo, G. A. de Wijs, G. Kresse, M. Gillan, and G. D. Price. First principles calculations on crystalline and liquid iron at earth's core conditions. *Faraday Discuss.*, 106 :205–218, 1997. doi: 10.1039/A701628J. URL http://dx.doi.org/10.1039/A701628J.

L. Vočadlo, I. G. Wood, D. Alfè, and G. Price. Ab initio calculations on the free energy and high p–t elasticity of face-centred-cubic iron. *Earth and Planetary Science Letters*, 268(3–4) :444 – 449, 2008a. ISSN 0012-821X. doi: 10.1016/j.epsl.2008.01.043. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0012821X0800068X.

L. Vočadlo, I. G. Wood, M. J. Gillan, J. Brodholt, D. P. Dobson, G. D. Price, and D. Alfè. The stability of bcc-fe at high pressures and temperatures with respect to tetragonal strain. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 170(1–2) :52 – 59, 2008b. ISSN 0031-9201. doi: 10.1016/j.pepi.2008.07.032. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0031920108001878.

D. C. Wallace. *Thermodynamics of Crystals*. Wiley, New York, 1972.

B. T. Wang, J. L. Shao, G. C. Zhang, W. D. Li, and P. Zhang. Molecular dynamics simulations of hcp/fcc nucleation and growth in bcc iron driven by uniaxial compression. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 21(49) :495702, 2009. URL http://stacks.iop.org/0953-8984/21/i=49/a=495702.

B. T. Wang, J. L. Shao, G. C. Zhang, W. D. Li, and P. Zhang. Nucleation of hcp and fcc phases in bcc iron under uniform compression : classical molecular dynamics simulations. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 22(43) :435404, 2010. URL http://stacks.iop.org/0953-8984/22/i=43/a=435404.

F. M. Wang and R. Ingalls. Iron bcc-hcp transition : Local structure from x-ray-absorption fine structure. *Phys. Rev. B*, 57 :5647–5654, Mar 1998. doi: 10.1103/PhysRevB.57.5647. URL http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.57.5647.

S. Wang, M. Sui, Y. Chen, Q. Lu, E. Ma, X. Pei, Q. Li, and H. Hu. Microstructural fingerprints of phase transitions in shock-loaded iron. *Sci. Rep.*, 3(1086) :1–6, 2013. doi: 10.1038/srep01086. URL http://dx.doi.org/10.1038/srep01086.

L. Waszek, J. Irving, and A. Deuss. Reconciling the hemispherical structure of earth/'s inner core with its super-rotation. *Nature Geoscience*, 4(4) :264–267, 2011.

P. Weber and P. Machetel. Convection within the inner-core and thermal implications. *Geophys. Res. Lett.*, 19 :2107–2110, 1992. doi: 10.1029/92GL02148.

L. Wen and F. Niu. Seismic velocity and attenuation structures in the top of the earth's inner core. *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, 107(B11) :ESE 2–1–ESE 2–13, 2002. ISSN 2156-2202. doi: 10.1029/2001JB000170. URL http://dx.doi.org/10.1029/2001JB000170.

H.-R. Wenk and P. V. Houtte. Texture and anisotropy. *Reports on Progress in Physics*, 67(8) : 1367, 2004. URL http://stacks.iop.org/0034-4885/67/i=8/a=R02.

H. R. Wenk, J. R. Baumgardner, R. A. Lebensohn, and C. N. Tomé. A convection model to explain anisotropy of the inner core. *J. Geophys. Res.*, 105 :5663–5678, 2000a. doi: 10.1029/1999JB900346.

H. R. Wenk, S. Matthies, R. J. Hemley, H. K. Mao, and J. Shu. The plastic deformation of iron at pressures of the Earth's inner core. *Nature*, 405 :1044–1047, 2000b. doi: 10.1038/35016558.

H.-R. Wenk, I. Lonardelli, and D. Williams. Texture changes in the hcp→bcc→hcp transformation of zirconium studied in situ by neutron diffraction. *Acta Materialia*, 52(7) : 1899 – 1907, 2004. ISSN 1359-6454. doi: 10.1016/j.actamat.2003.12.029. URL http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645403007778.

H.-R. Wenk, I. Lonardelli, S. Merkel, L. Miyagi, J. Pehl, S. Speziale, and C. E. Tommaseo. Deformation textures produced in diamond anvil experiments, analysed in radial diffraction geometry. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 18(25) :S933, 2006. URL http://stacks.iop.org/0953-8984/18/i=25/a=S02.

H.-R. Wenk, N. Barton, M. Bortolotti, S. Vogel, M. Voltolini, G. Lloyd, and G. Gonzalez. Dauphiné twinning and texture memory in polycrystalline quartz. part 3 : texture memory during phase transformation. *Physics and Chemistry of Minerals*, 36(10) :567–583, 2009. ISSN 0342-1791. doi: 10.1007/s00269-009-0302-6. URL http://dx.doi.org/10.1007/s00269-009-0302-6.

Q. Williams, R. Jeanloz, J. Bass, B. Svendsen, and T. J. Ahrens. The melting curve of iron to 250 gigapascals : A constraint on the temperature at earth's center. *Science*, 236(4798) : 181–182, 1987.

J. H. Woodhouse, D. Giardini, and X.-D. Li. Evidence for inner core anisotropy from free oscillations. *Geophys. Res. Lett.*, 13 :1549–1552, 1986.

M. G. Worster. Convection in mushy layers. *Annu. Rev. Fluid Mech.*, 29 :91–122, 1997.

C. Yoo, P. Söderlind, J. Moriarty, and A. Cambell. dhcp as a possible new $\epsilon$' phase of iron at high pressures and temperatures. *Physics Letters A*, 214(1–2) :65 – 70, 1996. ISSN 0375-9601. doi: 10.1016/0375-9601(96)00160-0. URL `http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0375960196001600`.

C. S. Yoo, J. Akella, A. J. Campbell, H. K. Mao, and R. J. Hemley. Phase diagram of iron by in situ x-ray diffraction : Implications for earth's core. *Science*, 270(5241) :1473–1475, 1995. doi: 10.1126/science.270.5241.1473. URL `http://www.sciencemag.org/content/270/5241/1473.abstract`.

S. Yoshida, I. Sumita, and M. Kumazawa. Growth model of the inner core coupled with the outer core dynamics and the resulting elastic anisotropy. *J. Geophys. Res.*, 101 :28085–28104, 1996. doi: 10.1029/96JB02700.

W. Yu and L. Wen. Seismic velocity and attenuation structures in the top 400 km of the Earth's inner core along equatorial paths. *J. Geophys. Res.*, 111 :B07308, 2006. doi: 10.1029/2005JB003995.

T. Yukutake. Implausibility of thermal convection in the Earth's solid inner core. *Phys. Earth Planet. Inter.*, 108 :1–13, 1998.

C. Zener and R. R. Heikes. Exchange interactions. *Rev. Mod. Phys.*, 25 :191–198, Jan 1953. doi: 10.1103/RevModPhys.25.191.2. URL `http://link.aps.org/doi/10.1103/RevModPhys.25.191.2`.

K. Zhang. Spiralling columnar convection in rapidly rotating spherical fluid shells. *J. Fluid Mech.*, 236 :535–556, 1992. doi: 10.1017/S0022112092001526.

G. Zou, P. Bell, and H. Mao. Application of the solid-helium pressure medium in a study of the $\alpha - \epsilon$ fe transition under hydrostatic pressure. *Year Book Carnegie Inst. Washington*, 80 : 272–274, 1981.

# Annexes

# Charte d'estimation de l'anisotropie globale à partir de l'anisotropie monocristalline

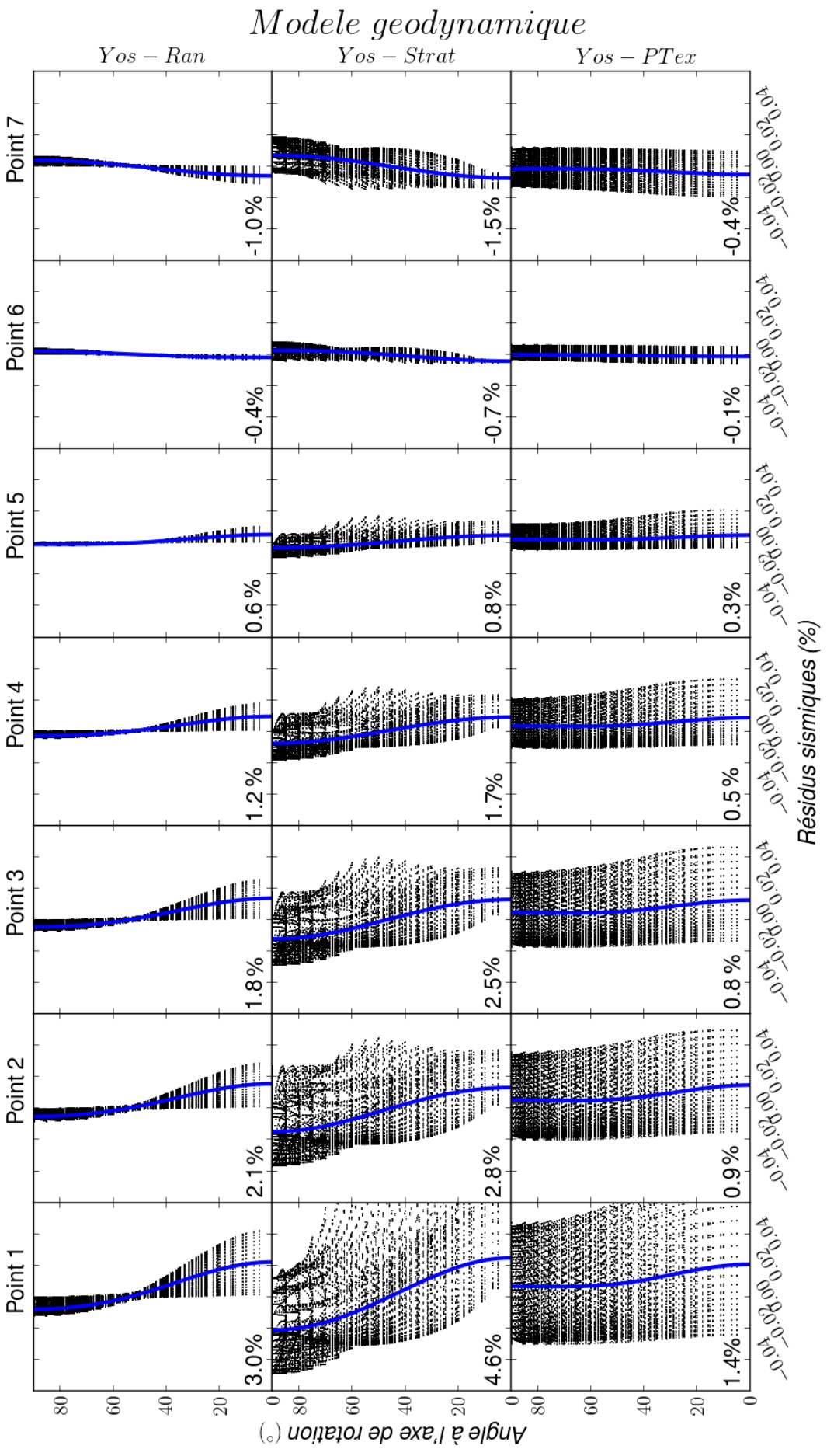



FIGURE 11 – Evolution des spectres de résidus sismiques en fonction des paramètres élastiques d'anisotropie monocristalline pour le modèle $Yos - Ran$.

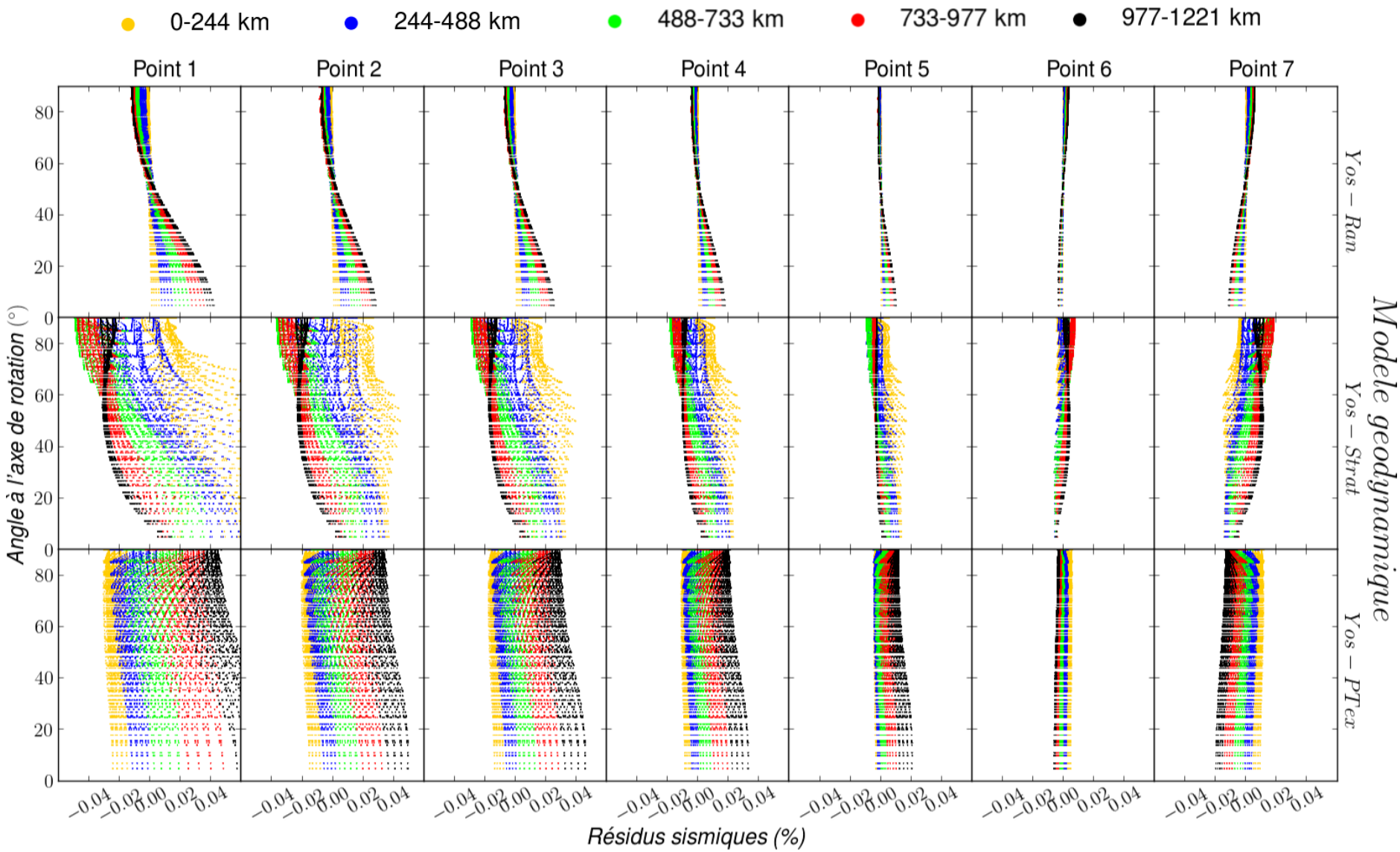



FIGURE 12 – Evolution des spectres de résidus sismiques en fonction des paramètres élastiques d'anisotropie monocristalline pour le modèle $Yos - Ran$.

# Forward Model of Seismic Anisotropy in the Earth's Inner Core

A. Lincot,[1,2], R. Deguen[3], S. Merkel,[2], P. Cardin,[1]

Seismological studies reveal a 3 to 3.8% cylindrical anisotropy in the Earth's inner core resulting from processes affecting properties of its constituent polycrystals. We use a numerically grown inner core composed of $\epsilon$-Fe to study the development of texture and elastic anisotropy at the microscopic level and simulate the measurement of seismic anisotropy through the model. In models with flow generated from an excess of crystallization in the equatorial belt, the global inner core anisotropy is 7 to 10 times smaller than that of the single crystal. Compositional stratification amplifies the global anisotropy by 40% while the addition of solidification textures reduces it by a factor of 3. Growth models involving stratification produce a complex, depth-dependent anisotropy that is more consistent with observations. The depth dependence of the seismic anisotropy and its variance hold important information that is a key for revealing the dynamics and history of the inner core.

## 1. Introduction

$PKP_{df-bc}$ and $PKP_{df-ab}$ differential traveltime residuals and free oscillations reveal a large scale cylindrical anisotropy in the Earth's inner core: seismic waves travel faster along the north-south axis than within the equatorial plane [*Poupinet et al.*, 1983; *Morelli et al.*, 1986; *Woodhouse et al.*, 1986]. Evidences for additional complexities have accumulated over the years and a much more complex picture of the inner core has emerged. There is strong evidence for both hemispherical [*Tanaka and Hamaguchi*, 1997; *Deuss et al.*, 2010; *Irving and Deuss*, 2011] and radial variations of the anisotropy level and geometry, with an almost isotropic layer at the top of the inner core surrounding a more anisotropic region [*Song and Helmberger*, 1995; *Souriau*, 2003] and possibly an innermost inner core with yet different properties [*Ishii and Dziewoński*, 2003].

These observations motivated models with a layered structure, with homogeneous elastic properties in each layer [*Stixrude and Cohen*, 1995; *Calvet et al.*, 2006], but the main cylindrical symmetry of seismic anisotropy is difficult to reconcile with a spherical inner core growth. Indeed, models producing a cylindrical component of anisotropy involve solidification [*Bergman*, 1997] and stress-induced recrystallization or plastic deformation resulting from either convection [*Jeanloz and Wenk*, 1988], heterogeneous growth of the inner core [*Yoshida et al.*, 1996], or magnetic forcings [*Karato*, 1999; *Buffett and Wenk*, 2001; *Takehiro*, 2010].

Models often produce a complex, depth and orientation dependent pattern of anisotropy, inherently connected to the elastic and plastic properties of its main crystalline phase, that is difficult to compare with observations of global north-south anisotropy. In this paper, we address the issue of scaling microscopic properties such as single-crystal elasticity to the macroscopic observations of seismic travel times. According to the procedure described in *Deguen et al.* [2011], we couple a dynamical model of inner core formation with a numerical model of texture development in $\epsilon$-Fe and compute the time evolution of lattice preferred orientations (LPO) in different samples in the inner core. We then simulate the measurement of seismic anisotropy through each model, using the actual procedure used in seismological studies.

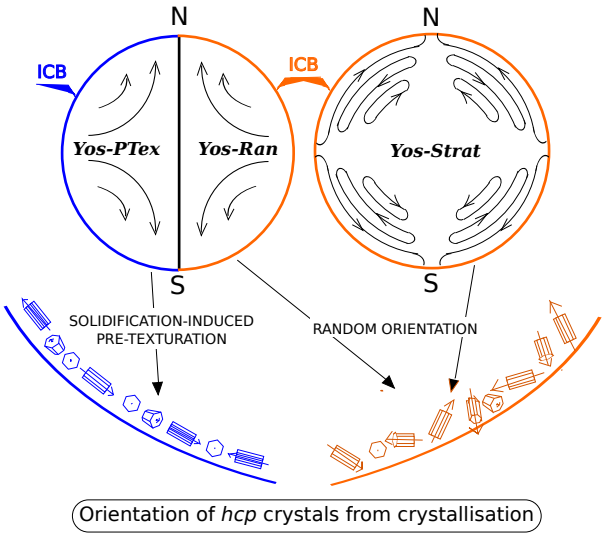



**Figure 1.** Schematic view of the geodynamical models. *Yos-Ptex* and *Yos-Ran* are deduced form the quadripolar *Yoshida et al.* [1996] model. In *Yos-PTex*, hcp cristals solidify at the ICB with their *c*-axes lying preferentially in the horizontal plane (blue) while in *Yos-Ran*, the orientations of the *hcp* crystals are random (red). *Yos-Strat* takes into account the stable density stratification with no initial texture (random).

For each investigated geodynamical model, we then evaluate the most relevant single-crystal elastic anisotropy parameter and investigate how the dynamics of inner core formation affects the scaling between anisotropy at the single-crystal scale and that measured using seismic waves. This analysis leads us to propose two simple dimensionless parameters that can be used to evaluate the effect of single-elastic moduli on global inner core anisotropy. Our results also demonstrate that the depth dependence of the seismic anisotropy and its variance hold important information that is a key for revealing the dynamics and history of the inner core and that it should be used for a better characterization of processes of inner core formation.

[1]Institut des Sciences de la Terre (ISTerre), Université de Grenoble 1, CNRS, Grenoble, France.
[2]Unité Matériaux et Transformations (UMET), Université Lille 1, CNRS, Villeneuve d'Ascq, France.
[3]Earth and Planetary Sciences, Johns Hopkins University, Baltimore, Maryland, USA.

Copyright 2013 by the American Geophysical Union.
0094-8276/13/$5.00

**Table 1.** Single crystal elastic moduli (in GPa) and dimensionless single crystal anisotropy parameters (Eqs. 2, 3) of reference models for $\varepsilon$-Fe at inner core conditions. Labels are the same than those of Fig. 2. Note *SC, ST, MA, VO* are presented for reference and are not used in our analysis that relies solely on the 3000 random models.

| Model | $C_{11}$ | $C_{12}$ | $C_{13}$ | $C_{33}$ | $C_{44}$ | $\frac{\Delta V}{V}\Big\|_P^{c-a}$ | $\frac{\Delta V}{V}\Big\|_P^{45^\circ}$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *SC* | 1438 | 1035 | 950 | 1470 | 211 | 0.011 | -0.014 |
| *ST* | 2130 | 2010 | 925 | 1470 | 140 | -0.191 | -0.076 |
| *MA* | 1533 | 846 | 835 | 1544 | 583 | -0.015 | 0.064 |
| *VO* | 1646 | 1253 | 995 | 1559 | 153 | -0.028 | -0.048 |
| *A* | 2338 | 1891 | 866 | 1332 | 64 | -0.299 | -0.100 |
| *B* | 1944 | 1907 | 676 | 1961 | 335 | 0.005 | -0.090 |
| *C* | 1437 | 1119 | 1194 | 1407 | 276 | -0.010 | 0.054 |
| *D* | 2358 | 1632 | 1581 | 1330 | 274 | -0.303 | 0.061 |

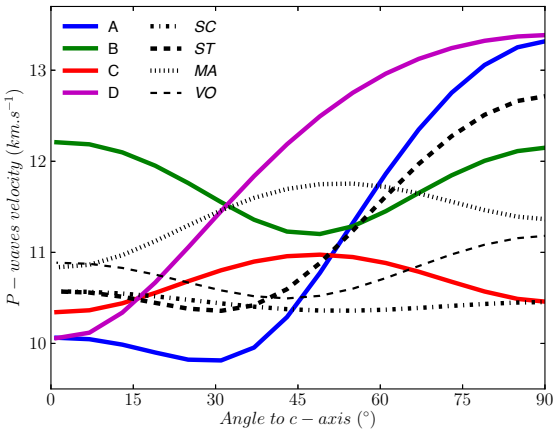



**Figure 2.** *P*-wave velocity profiles for $\varepsilon$-Fe single crystal at inner core conditions. Black lines are from *Ab initio* calculations and experiments: *SC*, back dashed-dotted line [*Sha and Cohen*, 2010], *ST*, thick black dashed line [*Steinle-Neumann et al.*, 2001, 6000 K], *VO*, thin black dashed line [*Vočadlo et al.*, 2009, 5500 K], *MA*, thick black dotted line [*Mao et al.*, 1998]. Thick coloured lines display four end-members elastic models *A*, *B*, *C* and *D*, selected from the 3000 random draws, and listed in Table 1.

## 2. Methods

Although other phases have been proposed [*Vočadlo et al.*, 2003; *Dubrovinsky et al.*, 2007; *Kuwayama et al.*, 2008; *Belonoshko et al.*, 2008], we consider a pure hcp- or $\varepsilon$-Fe, in agreement with recent experimental studies [*Tateno et al.*, 2010] and assume dominant basal slip, with contributions of prismatic and pyramidal slip [*Merkel et al.*, 2012]. Three different geodynamical models, derived from that of *Yoshida et al.* [1996], are considered: *Yos-Ran*, *Yos-Strat* and *Yos-PTex*.

All three models are based on the assumption that geostrophic convection in the outer core results in faster crystallization in the equatorial belt of the inner core, the resulting topography being continuously relaxed by a quadrupolar viscous flow within the inner core [*Yoshida et al.*, 1996]. In models *Yos-Ran* and *Yos-PTex*, the density profile in the inner core is assumed to be neutrally stratified, as assumed by *Yoshida et al.* [1996], and the topography relaxation generates a large scale, pure shear, deformation gradient increasing with depth. This does not produce more than 100% of cumulated plastic deformation and, hence, produces relatively weak textures. Models *Yos-Ran* and *Yos-PTex* differ in the initial conditions of the iron agregates at the ICB, with no initial texture (random orientation of the *hcp* crystals) in model *Yos-Ran* and a solidification induced pre-texturation in model *Yos-PTex*, with the *c*-axes lying preferentially in the horizontal plane [*Bergman et al.*, 2002; *Deguen et al.*, 2011] (see Fig. 1) . Finally, model *Yos-Strat* considers the effect of a stable density stratification induced by the gradual evolution of the chemical composition of the outer core during crystallization [*Deguen and Cardin*, 2009]. Stratification inhibits radial motions but enhances deformation in the uppermost layers, resulting in a larger cumulated strain of up to a few 100%. Model *Yos-Strat* assumes an initially random orientation of the iron grains (see Fig. 1).

Elastic properties of $\varepsilon$-Fe at inner core conditions from ab initio calculations and experiments are still debated (see models of *Mao et al.* [1998]; *Steinle-Neumann et al.* [2001]; *Vočadlo et al.* [2009]; *Sha and Cohen* [2010] in Table 1 and Fig. 2) . We therefore generate a large number ($> 3000$) of random sets of single crystal elastic moduli. During this process, we impose an Hill average of the bulk and shear moduli of the single crystal matching that of the inner core within 15% [*Dziewoński and Anderson*, 1981]. We also impose conditions for mechanical stability defined as [*Wallace*, 1972]

$$C_{11} - C_{12} > 0;$$

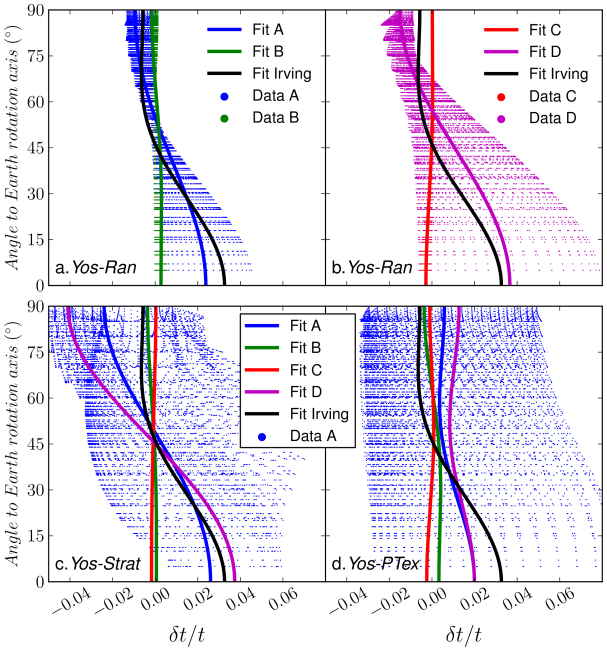



**Figure 3.** Travel times residuals (i.e. seismic anisotropy) as a function of angle between the ray and the Earth rotation axis. Individual travel time residuals for all simulated rays are indicated by small dots. Full coloured lines are fits of the data assuming a uniform inner core anisotropy (Eq. 1). The black line is the seismic results of *Irving and Deuss* [2011]. *(a)* Model *Yos-Ran* and elastic models *A* (blue) and *B* (green). *(b)* Model *Yos-Ran* and elastic models *C* (red) and *D* (purple). *(c)* Model *Yos-Strat* and elastic models *A*, *B*, *C* and *D*. *(d)* Model *Yos-PTex* and elastic models *A*, *B*, *C* and *D*.

$C_{11} + C_{12} + C_{33} > 0$;
$(C_{11} + C_{12})C_{33} - 2\,C_{13}^2) > 0$;
$C_{44} > 0$.

These conditions impose severe restrictions on the shape of the single crystal anisotropy (see Fig 1 of Supplementary Information).

Along with results from the literature, four end-members sets (A-D, Table 1, Fig. 2) are selected from the random draw to ease the discussion.

For each geodynamical model and each elastic model, and according to the procedure described previously [*Deguen et al.*, 2011], meridional maps of anisotropy are generated for a present day inner core, with a spherical grid resolution of 120 km in depth and 10° in latitude. At each point of the grid, the full elastic tensor of the corresponding polycrystal is stored for later use.

More than 300000 synthetic seismic rays are then generated to probe the whole inner core and simulate seismic measurements. According to the procedure used in seismic studies, the rays are classified using 3 scalars: the depth of its turning point, $\alpha$, (the deepest point of the ray) [0-1220 km], the latitude of its turning point, $\beta$ [0-180°], and the angle between the ray at its turning point and the meridional plane containing the turning point, $\gamma$ [0-360°]. The length of the ray is divided into straight [*Stixrude and Cohen*, 1995] segments on a 20x72x72 regular grid in $\alpha$, $\beta$, and $\gamma$.

For each segment, we evaluate the slowness of the material by solving the Christoffel equation with a local elastic tensor estimated from a bilinear interpolation of the meridional maps of anisotropy generated above. Finally, for each ray, we estimate the normalized seismic travel times residual $\delta t/t = (s - s^0)/s^0$ where $s$ is the simulated slowness of the seismic ray, and $s^0$ is the slowness of that same ray for an homogeneous and fully isotropic inner core.

Our model allows for a detailed analysis of anisotropy, including the depth and orientation dependence of the travel time residuals. However, seismological studies usually do not have the resolution to investigate such details and use averaging procedures with travel times residuals fitted to [*Irving and Deuss*, 2011]

$$\delta t/t = a + b\cos^2\zeta + c\cos^4\zeta, \tag{1}$$

where $a$, $b$ and $c$ are adjustable parameters and $\zeta$ is the angle between the ray and the Earth rotation axis. The quantity $b+c$ is the difference between polar ($\zeta = 0°$) and equatorial ($\zeta = 90°$) residuals, and is a measure of the global inner core anisotropy often reported in the literature.

In hexagonal single-crystals, anisotropy can be described by the difference in P-waves velocities along the $a$- and $c$-axes, $V_P^a$ and $V_P^c$, and the amplitude of the "bell-like" shape of P-waves velocities 45° away from the $c-$axis (Fig. 2). We therefore introduce the two following dimensionless anisotropic parameters:

$$\left.\frac{\Delta V}{V}\right|_P^{c-a} = \frac{V_P^c - V_P^a}{V_P^m}, \tag{2}$$

$$\left.\frac{\Delta V}{V}\right|_P^{45^\circ} = \frac{V_P^{45^\circ} - \left(V_P^c + V_P^a\right)/2}{V_P^m}, \tag{3}$$

where $V_P^m$ is the average $P$-wave velocity and $V_P^{45^\circ}$ is the $P$-wave velocity 45° away from $c$.

## 3. Results

Fig. 3 compares our simulated travel time residuals to a fit to actual PKP seismic measurements [*Irving and Deuss*, 2011]. In Fig 3a, for geodynamical model *Yos-Ran* and elastic model $B$ (with $\Delta V/V|_P^{c-a} \approx 0$), the scatter of the travel time residuals is small with a non-measurable anisotropy. The same geodynamical model with elastic model $A$ induces a large scatter of travel time residuals, indicating a high degree of depth and geographical dependence of the anisotropy. Fit of model $A$ residuals by Eq. 1 results in a 3.3% global anisotropy, in line with seismic measurements. Similar con-

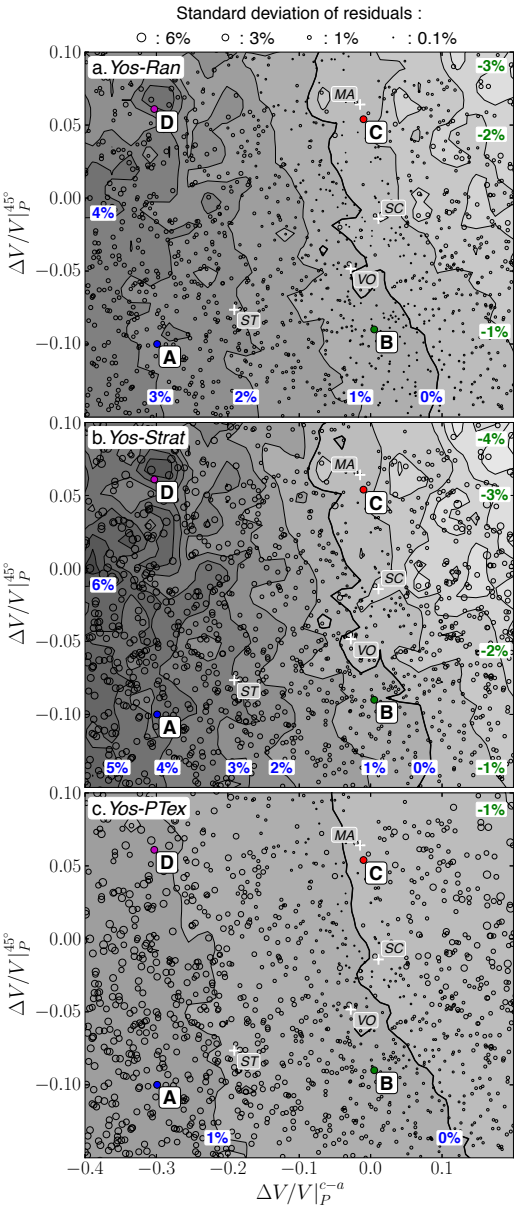



**Figure 4.** Evolution of the fitted global inner core anisotropy with single crystal elastic parameters $\Delta V/V|_P^{c-a}$ and $\Delta V/V|_P^{45^\circ}$ for geodynamical models *Yos-Ran (a)*, *Yos-Strat (b)* and *Yos-PTex (c)*. Contour lines (and the associated gray scale) indicate the percentage of global seismic anisotropy, interpolated from the global anisotropy fitted to the 3000 models. Each model is indicated by an open circle which size indicates the standard deviations of the fit. The figure has been reduced around the 4 published sets *SC, ST, MA, VO* of elastic moduli for $\varepsilon$-Fe , shown for reference. Full version is available in the Supplementary Information

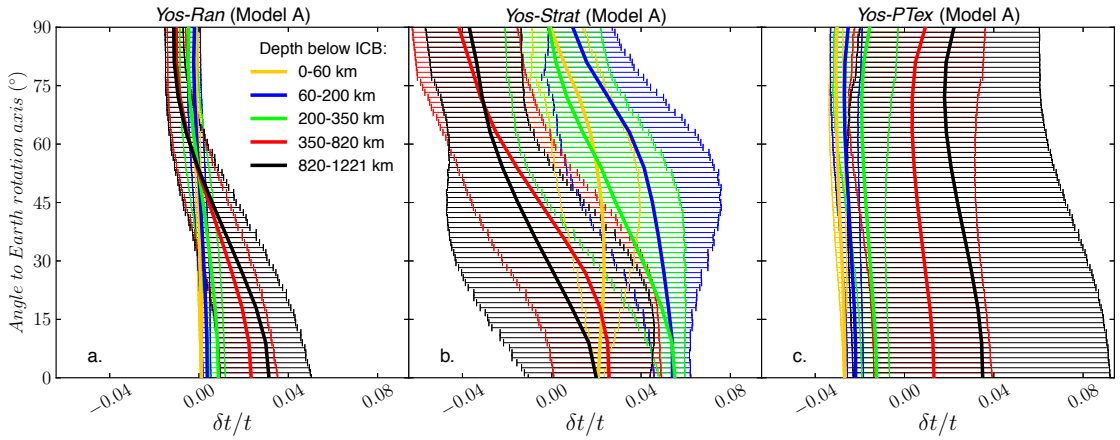



**Figure 5.** Travel times residuals (i. e. seismic anisotropy) in different shell layers in the inner core (60 km below ICB, yellow, 60 to 200 km below ICB, blue, 200 to 350 km below ICB, green, 350 to 820 km below ICB, red, and below 820 km, black) for elastic model $A$ and geodynamical models *Yos-Ran* (a), *Yos-Strat* (b), *Yos-PTex* (c). Solid lines are average residuals for each shell layer and each angle to rotation axis and error bars indicate the scatter of the residuals.

clusions could be drawn from Fig. 3b and elastic models $C$ and $D$, showing that the resulting global anisotropy is mainly controlled by $\Delta V/V|_P^{c-a}$.

Fig. 4 presents the fitted global seismic anisotropy $(b+c)$ as a function of the single crystal anisotropic parameters $\Delta V/V|_P^{c-a}$ and $\Delta V/V|_P^{45^\circ}$ for all models we generated. The general trend of the global anisotropy variations is shown by the contour lines resulting from the interpolation between each random models. Model *Yos-Ran*, with fast crystallization in the equatorial plane and random crystallization textures, produces global anisotropies 7 to 10 times smaller than that of the single crystal. The interpolation of the global anisotropy data reveals parallel isocontour mainly controlled by $\Delta V/V|_P^{c-a}$. The bell like shape anisotropy of the single crystal acts as a secondary but non negligible factor. As observed in Fig. 3a and 3b, the scatter of the data residuals away from the seismic fit of Eq. 1 can be large. The amplitude of the standard deviation of the fit is shown in Fig. 4 by the size of the symbols. The quality of the fit decreases rapidly as the global anisotropy increases, with standard deviation around 2% for a 3% global anisotropy, indicating a strong depth and latitudinal dependence of the residuals.

This general behaviour is fairly independent of the geodynamical model. For all, elastic models with $\Delta V/V|_P^{c-a} \approx 0$ produce negligible global anisotropy. Large negative $\Delta V/V|_P^{c-a}$ elastic models are necessary to produce a measurable global anisotropy, but this also results in a large scatter of the travel time residuals. The addition of stratification in *Yos-Strat* (Fig. 4b) amplifies the global anisotropy by about 40%. Consequently, $A$ type elastic models produce a global anisotropy around 5%. Stratification focuses the deformation in superficial layers where a strong LPO is generated. The scatter of the residual times is very large (up to 6% of standard deviation), especially for equatorial paths ($\zeta = 90°$, Fig. 3c).

The addition of a solidification texture in *Yos-PTex* (Fig. 4c) reduces the global anisotropy by a factor of $\approx 3$. Even if the anisotropy is locally strong, the spherical symmetry of the crystallizing boundary prohibits the emergence of a significant global cylindrical anisotropy for quadrupolar flows. The scatter of the residuals is even larger than for model *Yos-Strat* (up to 6% of standard deviation for 1% of global anisotropy) and is distributed for every angle $\zeta$ (Fig. 3d).

## 4. Discussion and Conclusion

The large reduction of the anisotropy from the single crystal to the inner core is due to the averaging along the seismic rays. A strong local anisotropy, acquired by deformation or crystallization processes, is reduced at the global scale by other regions where the anisotropy has a different orientation. Models with random and fast crystallization at the equator provide a simple deformation geometry with less reduction of anisotropy between the local and the global scale. Stratification produces a complex and localized deformation and anisotropy, stronger than in *Yos-Ran*. In spite of the averaging effect, stratification does strengthen a global anisotropy with an apparent symmetry around the Earth rotation axis.

Few of the published sets of elastic moduli for $\varepsilon$-Fe provide enough elastic anisotropy to match that of the inner core [*Steinle-Neumann et al.*, 2001] and the most recent calculations all converge towards fairly isotropic moduli [*Vočadlo et al.*, 2009; *Sha and Cohen*, 2010]. It is doubtful that $\varepsilon$-Fe alone is sufficiently anisotropic to match the inner core anisotropy in such models. In the future, anisotropy in elastic models could be increased by including the effects of light elements (or Ni) coupled with pressure and temperature on iron phases stability [*Vočadlo et al.*, 2003; *Dubrovinsky et al.*, 2007; *Kuwayama et al.*, 2008; *Belonoshko et al.*, 2008]. In the framework of our study, the difference in P-waves velocity along the $c-$ ans $a-axis$ is the key factor while the the "bell like" shape is secondary.

Fig. 5 shows the averages of travel time residuals (elastic model $A$) for different shell layers in the inner core. We observe a strong depth dependence of the PKP wave travel time residuals in average (solid lines) but also in scattering (errors bars). A fit of Eq. 1 through those datasets oversimplifies the data as it tends to smooth out the depth dependence and the scatter of the time residuals. Here, the scatter and depth-dependence of the time residuals do not arise from errors in the fitting procedures, but are deeply related to the tectonics of the inner core. Model *Yos-PTex* (Fig 5c), for instance, produces weak and inconsistent anisotropy at all depths. Model *Yos-Ran* (Fig 5a) anisotropy gradually increases with depth, in agreement with observations [*Souriau*, 2003], but is not consistent with observations of fast transitions of anisotropy [*Ishii and Dziewoński*, 2003]. Stratification (Fig 5b), on the other hand, not only

increases global anisotropy, but also implies an heterogeneous radial dependence and variance of anisotropy from a superficial isotropic layer to a fossilized anisotropic central region, as suggested by seismic measurements. We therefore suggest that the analysis and parametrization of seismic data progress towards this direction to allow a better characterization of processes of inner core formation.

**Acknowledgments.** The authors wish to thank the rewievers and the Geodynamo group for useful discussions. This work has been financed by the program PNP of CNRS/INSU and the doctorate program of Université Joseph Fourier. Calculations have been made at Centre de Calcul Commun of OSUG. RD was supported by grant EAR-0909622 from the National Science Foundation.

## References

Belonoshko, A. B., N. V. Skorodumova, A. Rosengren, and B. Johansson, Elastic anisotropy of earth's inner core, *Science*, *319*, 797–800, 2008.

Bergman, M., D. Cole, and J. Jones, Preferred crystal orientations due to melt convection during directional solidification, *J. Geophys. Res.*, *107*, 2201, doi:10.1029/2001JB000601, 2002.

Bergman, M. I., Measurements of elastic anisotropy due to solidification texturing and the implications for the Earth's inner core, *Nature*, *389*, 60–63, 1997.

Buffett, B. A., and H.-R. Wenk, Texturing of the Earth's inner core by Maxwell stresses, *Nature*, *413*, 60–63, 2001.

Calvet, M., S. Chevrot, and A. Souriau, P-wave propagation in transversely isotropic media: II. Application to inner core anisotropy: Effects of data averaging, parametrization and a priori information, *Phys. Earth Planet. Inter.*, *156*, 21–40, 2006.

Deguen, R., and P. Cardin, Tectonic history of the Earth's inner core preserved in its seismic structure, *Nature. Geosci.*, *2*, 419–422, 2009.

Deguen, R., P. Cardin, S. Merkel, and R. A. Lebensohn, Texturing in Earth's inner core due to preferential growth in its equatorial belt, *Phys. Earth Planet. Inter.*, *188*, 173–184, doi:10.1016/j.pepi.2011.08.008, 2011.

Deuss, A., J. Irving, and J. Woodhouse, Regional variation of inner core anisotropy from seismic normal mode observations, *Science*, *328*, 1018–1020, 2010.

Dubrovinsky, L., et al., Body-Centered Cubic Iron-Nickel Alloy in Earth's Core, *Science*, *316*, 1880–1883, 2007.

Dziewoński, A. M., and D. L. Anderson, Preliminary reference Earth model, *Phys. Earth Planet. Inter.*, *25*, 297–356, 1981.

Irving, J. C. E., and A. Deuss, Hemispherical structure in inner core velocity anisotropy, *J. Geophys. Res.*, *116*, B04,307, doi:10.1029/2010JB007942, 2011.

Ishii, M., and A. M. Dziewoński, The innermost inner core of the earth: Evidence for a change in anisotropic behavior at the radius of about 300 km, *Proc. Nat. Acad. Sc.*, *99*, 14,026 14,030, doi:10.1073/pnas.172508499, 2003.

Jeanloz, R., and H. R. Wenk, Convection and anisotropy of the inner core, *Geophys. Res. Lett.*, *15*, 72–75, 1988.

Karato, S., Seismic anisotropy of the Earth's inner core resulting from flow induced by Maxwell stresses, *Nature*, *402*, 871–873, 1999.

Kuwayama, Y., K. Hirose, N. Sata, and Y. Ohishi, Phase relations of iron and iron–nickel alloys up to 300 GPa: Implications for composition and structure of the earth's inner core, *Earth Planet. Sci. Lett.*, *273*, 379–385, 2008.

Mao, H.-K., J. Shu, G. Shen, R. J. Hemley, B. Li, and A. K. Singh, Elasticity and rheology of iron above 220GPa and the nature of the Earth's inner core, *Nature*, *396*, 741–743, 1998.

Merkel, S., M. Gruson, Y. Wang, N. Nishiyama, and C. N. Tom, 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*, 024,005, doi:10.1088/0965-0393/20/2/024005, 2012.

Morelli, A., A. M. Dziewonski, and J. H. Woodhouse, Anisotropy of the inner core inferred from PKIKP travel times., *Geophys. Res. Lett.*, *13*, 1545–1548, 1986.

Poupinet, G., R. Pillet, and A. Souriau, possible heteregeneity of the Earth's core deduced from PKIKP travel-times, *Nature*, *305*, 204–206, 1983.

Sha, X., and R. E. Cohen, Elastic isotropy of $\epsilon$-Fe under Earth's core conditions, *Geophys. Res. Lett.*, *37*, L10,302, doi:10.1029/2009GL042224, 2010.

Song, X., and D. V. Helmberger, Depth dependence of anisotropy of Earth's inner core, *J. Geophys. Res.*, *100*, 9805–9816, doi:10.1029/95JB00244, 1995.

Souriau, A., The seismological picture of the inner core: structure and rotation, *C. R. Geosci.*, *335*, 51–63, doi:10.1016/S1631-0713(03)00010-5, 2003.

Steinle-Neumann, G., L. Stixrude, R. E. Cohen, and O. Gülseren, Elasticity of iron at the temperature of the Earth's inner core, *Nature*, *413*, 57–60, 2001.

Stixrude, L., and R. E. Cohen, High-pressure elasticity of iron and anisotropy of Earth's inner core, *Science*, *267*, 1972–1975, 1995.

Stixrude, L., and R. E. Cohen, High-pressure elasticity of iron and anisotropy of Earth's inner core, *Science*, *267*, 1972–1975, 1995.

Takehiro, S., Fluid motions induced by horizontally heterogeneous Joule heating in the Earth's inner core, *Phys. Earth Planet. Inter.*, *184*, 134–142, 2010.

Tanaka, S., and H. Hamaguchi, Degree one heterogeneity and hemispherical variation of anisotropy in the inner core from PKP(BC)-PKP(DF) times, *J. Geophys. Res.*, *102*, 2925–2938, doi:10.1029/96JB03187, 1997.

Tateno, S., K. Hirose, Y. Ohishi, and Y. Tatsumi, The structure of iron in Earth's inner core, *Science*, *330*, 359–361, 2010.

Vočadlo, L., D. Alfè, M. J. Gillan, I. Wood, J. Brodholt, and G. D. Price, Possible thermal and chemical stabilization of body-centred-cubic iron in the Earth's core, *Nature*, *424*, 536–539, 2003.

Vočadlo, L., D. P. Dobson, and I. G. Wood, Ab initio calculations of the elasticity of hcp-Fe as a function of temperature at inner-core pressure, *Earth Planet. Sci. Lett.*, *288*, 534–538, doi:10.1016/j.epsl.2009.10.015, 2009.

Wallace, D. C., *Thermodynamics of Crystals*, Wiley, New York, 1972.

Woodhouse, J. H., D. Giardini, and X.-D. Li, Evidence for inner core anisotropy from free oscillations., *Geophys. Res. Lett.*, *13*, 1549–1552, 1986.

Yoshida, S., I. Sumita, and M. Kumazawa, Growth model of the inner core coupled with the outer core dynamics and the resulting elastic anisotropy, *J. Geophys. Res.*, *101*, 28,085–28,104, doi:10.1029/96JB02700, 1996.

Ainhoa Lincot, ISTerre, Université de Grenoble 1, BP 53, 38041 Grenoble CEDEX 9, France.

Renaud Deguen, EPS, Johns Hopkins University, Baltimore, MD 21218, U.S.A.

Sbastien Merkel, UMET, Université Lille 1, 59655 Villeneuve d'Ascq, France.

Philippe Cardin, ISTerre, Université de Grenoble 1, BP 53, 38041 Grenoble CEDEX 9, France. (philippe.cardin@ujf-grenoble.fr)

# Supplementary information on "Forward Model of Seismic Anisotropy in the Earth's Inner Core"

A. Lincot[1,2], R. Deguen[3], S. Merkel[2], and P. Cardin[1]

[1]Institut des Sciences de la Terre (ISTerre), CNRS, Université de Grenoble 1, Grenoble, France.
[2]Unité Matériaux et Transformations (UMET), ENSCL, CNRS, Université Lille 1, Villeneuve d'Ascq, France.
[3]Earth and Planetary Sciences, Johns Hopkins University, Baltimore, Maryland, USA.

The orientation distribution function weighted elastic properties of the textured polycrystals are calculated using Hill average [*Matthies and Humbert*, 1995; *Matthies et al.*, 2001]. Later, we evaluate the slowness of the material by solving the Christoffel equation for wave propagation [*Mainprice*, 1990]. However, this resolution is inherently linked to a Voigt-type approximation, where uniform deformation is imposed by the wave displacement, and this can lead to numerical instabilities within our model.

Fig. 2 presents the average $P$-wave velocity in the inner core vs. that of the single crystal, calculated using the Hill average, for all elastic models that were generated. For each elastic model, each geodynamical model, and each point of the inner core grid, we average $P$-wave velocities obtained by solving the Christoffel equation in all orientations and obtain a local average $P$-wave velocity. The average $P$-wave velocity for the corresponding elastic and geodynamical model is calculated by averaging all these results. Overall, there is a fair agreement between average $P$-wave velocities obtained using this procedure and those obtained using the Hill average of single crystal elastic moduli.

Difficulty arises when investigating the dispersion of average $P$-wave velocity among grid points for a single elastic and geodynamical model. Fig. 3 presents the difference between the maximum and minimum average $P$-wave velocity among grid points vs. $\Delta V/V|_P^{c-a}$ and $\Delta V/V|_P^{45^\circ}$ for our three geodynamical models. For some malformed sets of single elastic moduli, those can reach up to 4 km/s. This later generates an instability in the calculation of travel time residuals that can not be solved.

Fig. 3 also shows that, for more than 89 %, of our models, this difference remains below 1 km/s, a level that is acceptable for the rest of the analysis. We therefore decided to eliminate the remaining 11 % sets of elastic models from the model. The location of the points that were removed are shown as red dots in Fig. 1. It should be noted that, for all sets of elastic moduli we removed, the value of at least one individual elastic modulus is extremely far from any published set of elastic moduli for $\epsilon$-Fe. Those are, hence, very unlikely to be relevant for inner core studies.

## References

Mainprice, D., A fortran program to calculate seismic anisotropy from the lattice preferred orientation of minerals, *Computers & Geosciences*, *16*, 385–393, doi:10.1016/0098-3004(90)90072-2, 1990.

Matthies, S., and M. Humbert, On the principle of a geometric mean of even-rank symmetric tensors for textured polycrystals, *J. Appl. Cryst.*, *28*, 254–266, doi: 10.1107/S0021889894009623, 1995.

Matthies, S., H. G. Priesmeyer, and M. R. Daymond, On the diffractive determination of single-crystal elastic constants using polycrystalline samples, *J. Appl. Cryst.*, *34*, 585–601, doi:10.1107/S0021889801010482, 2001.

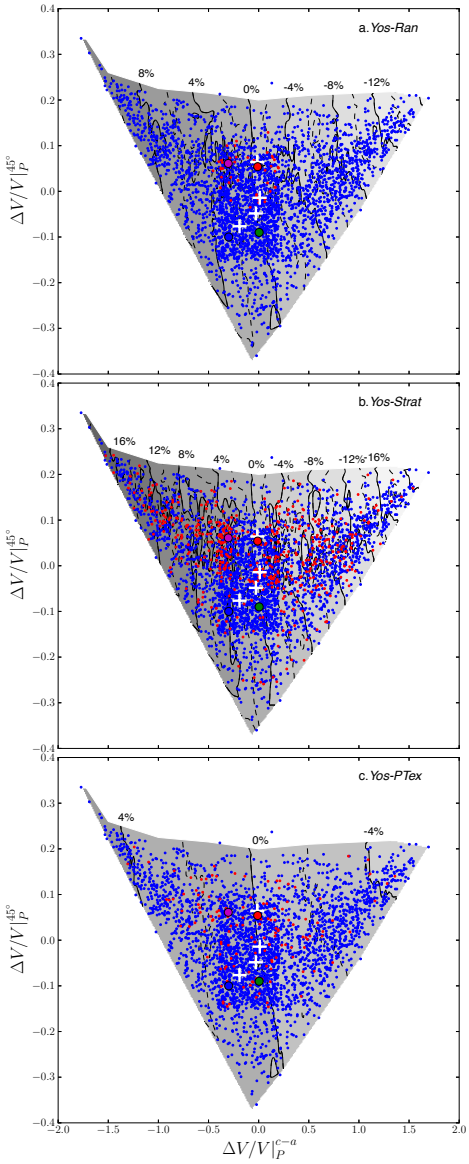



Figure 1: Evolution of the global inner core anisotropy with $\Delta V/V|_P^{c-a}$ and $\Delta V/V|_P^{45°}$ for geodynamical models *Yos-Ran (a)*, *Yos-Strat (b)* and *Yos-PTex (c)*. White regions were forbidden by our conditions for mechanical stability and average properties matching those of the inner core. Contour lines indicate the degree of global inner core anisotropy, in percent. Large circles indicate the location of elastic models defined in Table 1 of the main manuscript. Blue dots indicate indicate the location of all random sets of elastic models used in the paper. Red dots indicate indicate the location of random sets of elastic models that were removed because of a numerical instability (see text).

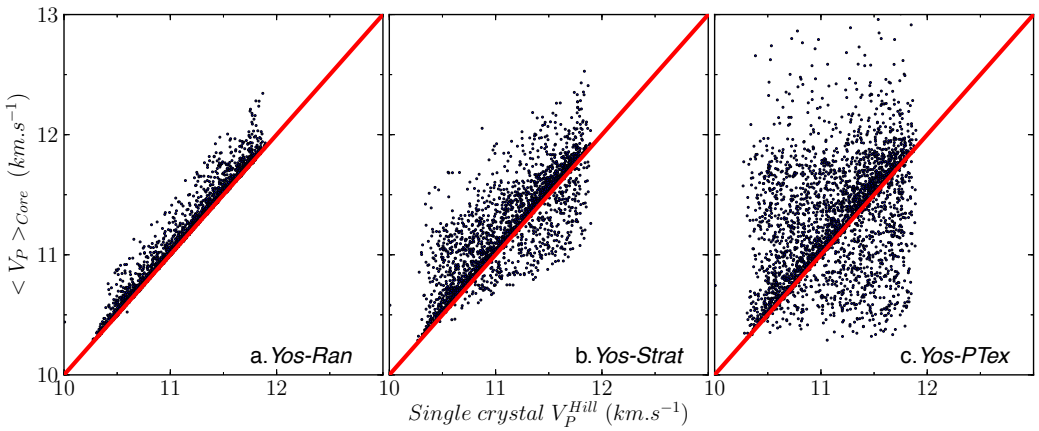



Figure 2: Average $P$-wave velocity among elements of the inner core grid vs. single cristal Hill average $P$-wave velocity for all random elastic models and for geodynamical models *Yos-Ran (a)*, *Yos-Strat (b)* and *Yos-PTex (c)*.

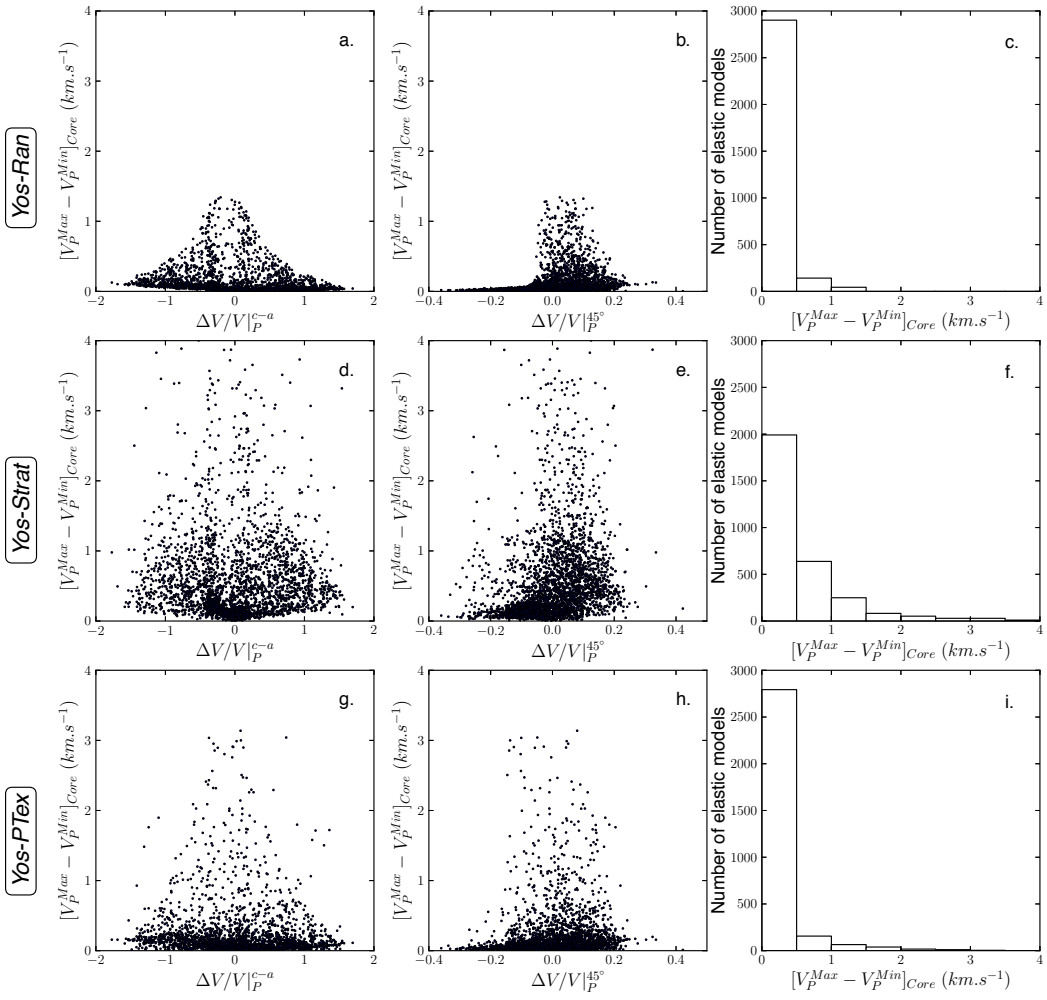



Figure 3: *(a,d,g)* Difference between the maximum and minimum average $P$-wave velocity within the inner core grid vs. $\Delta V/V|_P^{c-a}$. *(b,e,h)* Difference between the maximum and minimum average $P$-wave velocity within the inner core grid vs. $\Delta V/V|_P^{45^\circ}$. *(c,f,i)* Distribution of differences between the maximum and minimum average $P$-wave velocity within our inner core grid. Results are presented for geodynamical models *Yos-Ran (a,b,c)*, *Yos-Strat (d,e,f)* and *Yos-PTex (g,h,i)*.

# Phase Transition mechanisms in $\alpha$-$\epsilon$ transformation of pure iron

Lincot, Ainhoa,[1,*] Merkel, Sébastien,[2] and Petitgirard, Sylvain[3]

[1] *ISTerre, Université de Grenoble 1, BP 53, 38041 Grenoble CEDEX 9, France.*
[2] *UMET, Université Lille1, 59655 Villeneuve d'Ascq, France.*
[3] *European Synchrotron Radiation Facility BP 220, F-38043 Grenoble, France.*

(Dated: June 3, 2013)

The characterization of iron phase transition mechanisms is key in understanding deep Earth dynamics as well as in physical and industrial applications. We made three consecutive pressure cycles between 1 and 25GPa at room temperature and crossed repetitively the phase transition range of pure iron. We perfomed a textural study on x-ray diffraction measurements and simulated the phase transition considering Burgers mechanism [1]. Our results confirm Burgers mechanism as the active mechanism during $\alpha \leftrightarrow \epsilon$ phase transition of Fe. Helium is found to be a slightly non-hydrostatic and induces a strong variant selection during the $\alpha \rightarrow \epsilon$ transformation. The three cycles are found to be limit cycles. Complete transformation textures are expected to be achieved after three cycles, describing from that moment a fully reversible phase transition path.

Iron is one of the most abundant metals on Earth and it is considered as a dominant component of the terrestrial planetary cores. It is also a widely used technological material and the principal element within steels where all kinds of phase transformations are used to improve the physical properties of the material by either creating new orientations or randomizing the crystallographic texture. More generally, understanding texture evolution during transition is critically relevant to many applications of iron and steels as well as in geodynamical processes in the Earth's inner core [2]. There are currently intensive efforts to understand the phase diagram of iron [3–6] and the transition mechanisms inherent to it. Out of all polymorphic transformations in iron, the $\alpha$-$\epsilon$ transition presents both a physical and a geophysical importance. This transformation was first observed under shock-waves rather than static compression by Bancroft et al. in 1956 [7]. At ambient conditions, the ground state crystal structure of Fe is its $\alpha$-phase, ferromagnetic body-centered cubic (bcc). Upon pressure, it undergoes a pressure-induced phase transformation to the $\epsilon$ form, switching to an hexagonal-closed-packed (hcp) lattice at about 13 GPa under quasi-hydrostatic conditions and room temperature [4, 8, 9], with a hysteresis [10–12] that is characteristic of a martensitic phase transition [13, 14]. A good characterization of this pressure-driven phase transformation is important for understanding the mechanical response of iron and its alloys upon compression. Finally, the possible stability of bcc-Fe under extreme conditions of the inner core [15–17] as well as the higher degree of single crystal anisotropy of bcc compared to hcp-Fe [18] may aggree well with observations of a seismic anisotropy. For all these reasons, texture changes in iron and alloys during the $\alpha$-$\epsilon$ phase transformation are of longstanding interest [19–21]. Since these pioneering experiments, the transformation has been extensively studied. Many attempts have been made to characterize this transition and accurately simulate the transformation textures. Several mechanisms have been suggested for the $\alpha$-$\epsilon$ transition in iron, as described by Wang and Ingalls [22, 23]. The first atomic path corresponds to the compression-shuffle mechanism presented by Burgers [1]. Wang and Ingalls described two other atomic pathways achieving the close-packed structure both through the activation of a shear-shuffle mechanism, one of them involving an additional third step with a transformation to a metastable face-centered-cubic (fcc) structure. Although the exact mechanism of the $\alpha$-$\epsilon$ transition remains controversial [22, 24, 25], there is a large body of evidence both experimental [20, 23, 26–29] and theoretical [28, 30–34] that the transformation follows Burgers relationships in aggreement with observations in other metals like Zr [35, 36] and Ti [37–39]. To ascertain what is the exact transformation path has proven to be quite the challenge. It is our ambition to perform a detailed texture analysis of the $\alpha$-$\epsilon$ transition as it has, to our knowledge, not yet been done for iron. Thus we may remove the current indeterminacy since transformation textures depend on the activated mechanism.

In this Letter we report results of complete texture analysis on x-ray diffraction data of Fe at room temperature under hydrostatic conditions for three consecutive pressure cycles from 5 to 20 GPa, i.e., over the entire range of the onset-to-completion of the $\alpha$-$\epsilon$ phase transition. We compare these data with our simulations of the transformation considering Burgers mechanism (see Tab. I for crystallographic orientation relationships between the two phases) from which conclusions can be drawn on the transition path. Observations can then be applied with some caution to the macroscopic Earth and bring new insights for the properties of the Earths core.

The experiments were performed on high-pressure beam line ID27 at the European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) (Grenoble, France). In the principal run, a sample 30x30$\mu$m of 25$\mu$m-thick iron foil (99.5% purity) was embedded into a rhenium gasket along with ruby spheres (3-4$\mu$m diameter) and loaded in a membrane diamond anvil cell [40, 41]. A second run following the

TABLE I. Cristallographic orientation relationships between the crystalline phases for the bcc-hcp ($\alpha$-$\epsilon$) transformation following Burgers mechanism. The 12 variants of the forward bcc→hcp transition (right column) are numbered from V1.1 to V6.2, the first digit corresponding to the orientation relationship between the crystallographic planes (2nd column) and the second digit to the relationships between directions (3rd column). The 6 variants of the reverse hcp→bcc (left column) are numbered from V1 to V6.

| hcp→bcc | Planes | Directions | bcc→hcp |
|---|---|---|---|
| V1 | $(110)_{bcc} \parallel (0001)_{hcp}$ | $[1\bar{1}1]_{bcc} \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_{hcp}$ | V1.1 |
| | | $[\bar{1}11]_{bcc} \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_{hcp}$ | V1.2 |
| V2 | $(101)_{bcc} \parallel (0001)_{hcp}$ | $[11\bar{1}]_{bcc} \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_{hcp}$ | V2.1 |
| | | $[1\bar{1}\bar{1}]_{bcc} \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_{hcp}$ | V2.2 |
| V3 | $(011)_{bcc} \parallel (0001)_{hcp}$ | $[11\bar{1}]_{bcc} \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_{hcp}$ | V3.1 |
| | | $[1\bar{1}1]_{bcc} \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_{hcp}$ | V3.2 |
| V4 | $(\bar{1}10)_{bcc} \parallel (0001)_{hcp}$ | $[111]_{bcc} \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_{hcp}$ | V4.1 |
| | | $[11\bar{1}]_{bcc} \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_{hcp}$ | V4.2 |
| V5 | $(\bar{1}01)_{bcc} \parallel (0001)_{hcp}$ | $[1\bar{1}1]_{bcc} \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_{hcp}$ | V5.1 |
| | | $[111]_{bcc} \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_{hcp}$ | V5.2 |
| V6 | $(0\bar{1}1)_{bcc} \parallel (0001)_{hcp}$ | $[111]_{bcc} \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_{hcp}$ | V6.1 |
| | | $[\bar{1}11]_{bcc} \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_{hcp}$ | V6.2 |

same experimental setup was performed this time with a 5$\mu$m-thick iron foil to avoid bridging the diamond anvils. Helium was chosen as a pressure transmitting medium for it provides the best quasihydrostatic pressurizing conditions in the experimental conditions [9, 42]. The pressure was measured in-situ from the luminescence of a ruby gauge. We performed three consecutive complete pressure cycles from 1 up to 25 GPa at room temperature. Diffraction data were collected with fine incident x-ray beam (8x9$\mu$m$^2$) of 0.3738Åwavelength on a Fast Scan CCD detector. The collected images were unrolled in order to obtain the two-dimensional diffraction spectra of the $\alpha$ and $\epsilon$ pure phase, respectively. The image data were entered into the program MAUD (Materials Analysis Using Diffraction) and refined using the Rietveld method [43–48] to extract the bcc and hcp orientation distribution functions (ODF) (Fig.1) which were finally filtrated in order to reduce the number of crystallographic orientations to 3000 grains.

As the refinement on diffraction data of the 5$\mu$m-thick sample strictly confirms the principal run observations, we will focus only on presenting the results of the texture analysis for the static compression performed on the 25$\mu$m-thick iron foil. The proportion of the $\epsilon$ phase during increasing and decreasing pressure is shown in Fig. 2. The large hysteresis and phase coexistence range are stable through pressure cycling. The onset pressure of the forward $\alpha \rightarrow \epsilon$ transition is 14 GPa and the mixed phase is all converted to $\epsilon$-Fe by ≈18 GPa. The reverse transformation onset-to-completion is 10 to 5 GPa. This is consistent with literature [8–11]. However we observe that a few grains of hcp-Fe and bcc-Fe persist until over 20 GPa and below 4.5 GPa, respectively, particularly for the last two pressure cycles. This is in agreement with observations of small remnants of both phases persisting well outside the mixed phase pressure range in iron by Taylor et al., 1991 [11]. This was also reported for other metals [38, 49–51]. In Fig. 3 we report the results for texture analysis performed on the pure phases in the 25$\mu$m-thick iron sample. For each cycle, experimental textures of the pure phases of bcc and hcp derivating from diffractions collected outside the onset-to-completion range of the transition are presented in the central columns. From the orientation distribution, pole figures (0001) and (10$\bar{1}$0) for the $\epsilon$ phase and (110) and (100) for the $\alpha$ phase were calculated and are shown in the direction of compression. The starting sample of bcc

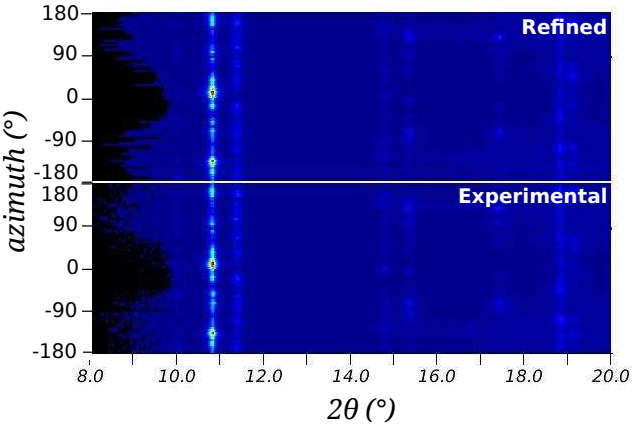



FIG. 1. Refined and experimental unrolled two-dimensional diffraction spectra for the 25$\mu m$-thick iron foil using MAUD Rietveld method for refinement.

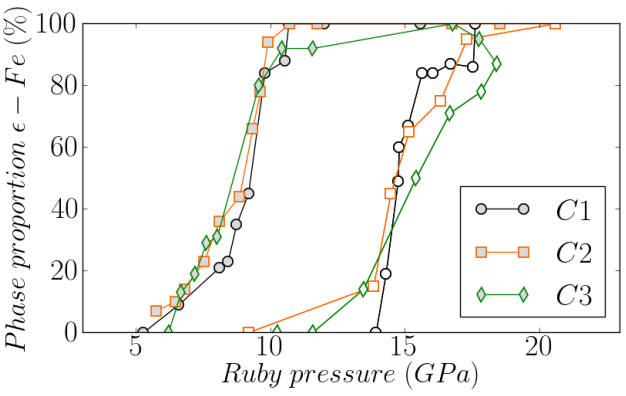



FIG. 2. Evolution of phase proportion of $\epsilon$-Fe during pressure cycling. Pressure cycles are numbered in chronological order, C1 to C3. Black stars are for C1, orange squares are for C2 and green diamonds for C3. Empty markers corresponds to a loading step, grey full markers stand for unloading.

shows a typical rolled Fe texture [45, 52]. Preliminary examination reveals strong preferred orientations for the $\epsilon$-Fe pure phase transformation textures. The $c$-axes are preferentially aligned perpendicular to the compression direction similar to texture documented in case of uniaxial compression [52, 53] with a strong maximum of ≈8 m.r.d., more than three times stronger than the higher orientation intensity for the initial bcc texture. The high texture strength of $\epsilon$-Fe clearly indicates a variant selection during the forward $\alpha \rightarrow \epsilon$ transition. This indicates that there is an active variant selection during both the forward $\alpha \rightarrow \epsilon$ transformation. For the $\alpha$ phase though, the transformation $\epsilon \rightarrow \alpha$ produces weaker textures than the initial rolling texture and far weaker than the hcp texture. The ODF maximum is about 1.5 indicating that a substantial number of crystallites are randomly oriented. Thus there is no clear evidence that a variant selection occurs during the reverse transition. This is consistent with previous works for other transition metals like Ti [51] and Zr [36, 38] where a dependency of the variant selection on the transformation was already pointed out. For both crystalline phases, we note a remarkable evolution of the transformations textures throughout the end of the experiment. While the first simulated bcc texture shows all features of the last simulation, we observe remnant orientations that were clearly inherited from the starting rolling texture. Through pressure cycling, other orientations inherited from the $\epsilon$-$\alpha$ increase in intensity, gradually smoothing out the remnant orientations. After the last cyle, they prevail clearly and we reach a sort of stable state of the transformation texture of bcc produced by the reverse transition. The same observation can be raised from examination of the experimental hcp textures as their strength increases cycle after cycle as the central orientations of (0001) disappear in favour of higher angles. In order to understand the observed texture patterns, we simulated the $\alpha$-$\epsilon$ transformation using Burgers mechanism. Simulated textures for bcc-Fe and hcp-Fe are presented on the left and right columns, respectively. For the reverse $\epsilon \rightarrow \alpha$ transformation, no particular variant selection was needed in order to match experimental bcc transformation textures. Simulations reproduce all important features particularly for the last cycle such as an almost random orientation of (110) planes and the principal preferred orientations of (100) planes. Despite the fairly good aggreement with observations, the simulation produces weaker textures which could be due to the initial filtration applied to experimental ODFs before simulation. However simulations with no variant selection of the forward transition $\alpha \rightarrow \epsilon$ (case a.) could not by any means match experimental results as the simulated hcp textures are random thus no way close to reproducing the high intensity of the experimental textures. We applied a variant selection favoring variants perpendicular within 10° to the compression direction (b.). The simulated patterns show a striking resemblance with those that are

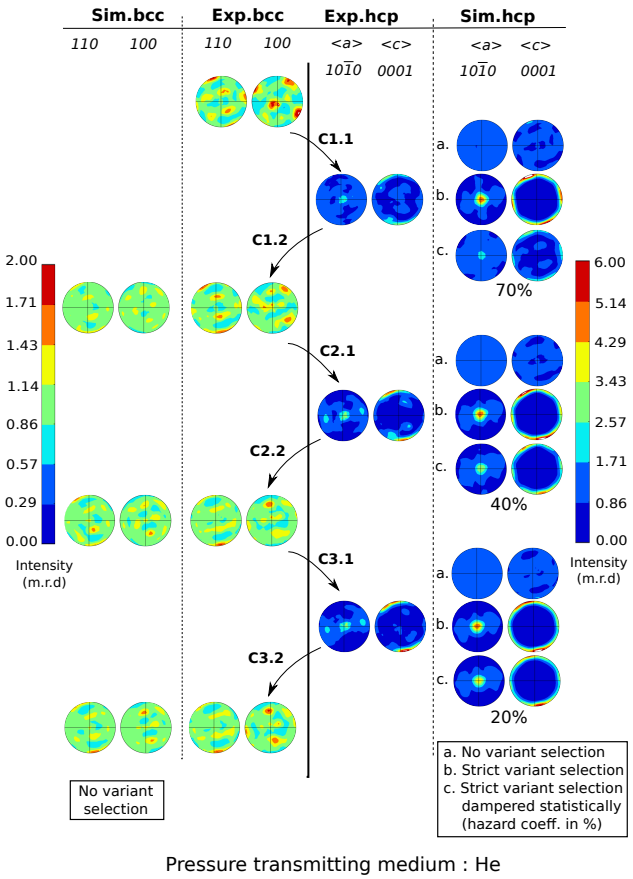



FIG. 3. Experimental and simulated pole figures of the $\alpha \leftrightarrow \epsilon$ phase transition. Left color scale for intensity is for bcc only, right is for hcp (unit is m.r.d. as in multiplicates of random texture). Notation for pressure cycles is the same as in Fig. 2: C1 to C3. Loading step is marked ".1", unloading step is ".2". 1 simulation run for $\epsilon \rightarrow \alpha$: no variant selection. 3 simulations run for $\alpha \rightarrow \epsilon$: no variant selection (a.), strict variant selection (b.) and same strict variant selection dampered statistically (bias in %) (c.).

actually observed, including the (0001) maximum in the transverse direction other albeit too intense. In (c.), we apply a variable statistical bias forcing a certain percentage of bcc grains with favorably oriented hcp variants to undergo no variant selection during the transition. In this case, simulation patterns are coherent with observations. Another interesting observation to point out is that the empirical value of the bias decreases gradually through cycling. A simple linear interpolation predicts no statistical bias starting C4, thus (b.) should reproduce adequately both the texture patterns and strength indicating that the variant selection is always favored.

Both the forward and reverse transitions can be simulated using Burgers crystallographic orientation relationships. We confirm here the Burgers atomic path as the mechanism activated during the $\alpha$-$\epsilon$ transformation in

iron. Conversely, the shear-shuffle mechanisms [22, 23] may not reproduce our experimental textures as they double the number of variants and thus the simulated textures are bound to differ from Burgers transformation textures. Also no intermediate fcc phase was detected for the duration of the experiment. This is coherent with most previous works [20, 23, 26–28, 30–34, 53]. We find direct evidence of variant selection during the forward transformation to the high pressure phase controlled by non-hydrostatic stresses in the cell as the seemingly compression transformation textures of hcp suggest [52, 53]. A possible bridge between the sample and a diamond face may cause systematic errors in our experiments and bias the x-ray diffraction measurements by creating deviatoric stresses in the sample [54]. Nevertheless, since the same variant selection is also found in the second experiment with a much thinner sample, it seems highly improbable that this variant selection is in fact an artefact due to bridging. On the basis of the present data, we can safely assume that the variant selection we found is robust. While it has been shown that using helium as a pressure transmitting medium along with tiny samples provides the best quasihydrostatic pressurizing conditions [9, 42], it appears that even the slightest non-hydrostaticity within the sample will affect the forward transition, more sensitive to deviatoric stresses than the reverse transformation. It has been suggested that the variant selection is a direct consequence of an orientation-selective $\alpha \rightarrow \epsilon$ transformation, favoring new orientations produced during nucleation and preferential grain growth as evidenced in other metals [49, 50]. A general confirmation is given by Wenk et al. [45], supported by Lonardelli et al. [38], who found that stress fields arising from interactions among neighboring grains are responsible for variant selection favoring common variants between adjacent bcc grains, probably to minimize the grain boundary energy. A close examination of our mixed phase experimental textures brought to light that the $\epsilon$ grains persisting long after the transition domain is achieved present the same orientation pattern as the transformation textures of $\epsilon$ pure phase but much sharper and stronger. It is thus highly probable that those grains provide nuclei for preferential growth [49] that will ultimately dominate the fabric and make it impossible to restore the original $\alpha$ orientation patterns. This explained the increasing strength of $\epsilon$ texture through pressure cycling as the grains are slowly reoriented. This reorganization affects the reverse transition as well. By C4, stable transformation textures are achieved for both crystalline phases. The three initial cycles can be interpreted in a way as limit cycles for they still preserve remnant some orientations of the initial bcc rolling texture. Transformations thus resulted in a partial texture memory in spite of dramatic morphological changes and irreversibility in the microstructure [51, 55]. Thus our present work provides evidence for a texture memory effect which while being profusely documented for other transition metals [38] remained, to our knowledge, to be isolated in iron and was deemed unlikely [56].

To sum up, the $\alpha$-$\epsilon$ transformation in iron can be modelized by the generally accepted compression-shuffle mechanism. However, a strict application of Burgers crystallographic orientation relationships may not reproduce all features of the transformation patterns and may not account for nucleation and preferred grain growth induced by the non-hydrostatic stresses in the sample during the forward transition $\alpha \rightarrow \epsilon$. As a consequence, even the slightest non-hydrostaticity within the sample will induce strong variant selection. A limited texture memory effect was brought into light and can be erased through pressure cycling. Helium being the best pressure hydrostatic medium, our results can be applied with some caution to the Earth's inner core dynamics. We can only recommend that future geodynamical growth models predicting phase transitions include both nucleation and texture memory effects. As a matter of fact, while the forward $\alpha \rightarrow \epsilon$ may produce supplementary texture, the opposite will occur with the reverse transition where an almost complete randomization is to be expected. As a conclusion, the yet surprisingly strong seismic anisotropy in the inner core may not be explained by the occurence of a phase transition from hcp to bcc iron.

We acknowledge support from ESRF. We are thankful to S. Petitgirard for his useful help in preparing and assisting our experiments. Comments from two reviewers are much appreciated.

* ainhoa.lincot@ujf-grenoble.fr

[1] W. Burgers, Physica **1**, 561 (1934).
[2] R. Deguen, P. Cardin, S. Merkel, and R. A. Lebensohn, Phys. Earth Planet. Inter. **188**, 173 (2011).
[3] S. Saxena and L. Dubrovinsky, American Mineralogist **85**, 372 (2000).
[4] Boehler, R., Nature **363**, 534 (1993).
[5] J. H. Nguyen and N. C. Holmes, Nature **427**, 339 (2004).
[6] S. Tateno, K. Hirose, Y. Ohishi, and Y. Tatsumi, Science **330**, 359 (2010).
[7] D. Bancroft, E. L. Peterson, and S. Minshall, Journal of Applied Physics **27**, 291 (1956).
[8] G. Zou, P. Bell, and H. Mao, Year Book Carnegie Inst. Washington **80**, 272 (1981).
[9] N. von Bargen and R. Boehler, High Pressure Research **6**, 133 (1990).
[10] E. Huang, W. A. Bassett, and P. Tao, Journal of Geophysical Research: Solid Earth **92**, 8129 (1987).
[11] R. D. Taylor, M. P. Pasternak, and R. Jeanloz, Journal of Applied Physics **69**, 6126 (1991).
[12] J. P. Rueff, M. Krisch, Y. Q. Cai, A. Kaprolat, M. Hanfland, M. Lorenzen, C. Masciovecchio, R. Verbeni, and F. Sette, Phys. Rev. B **60**, 14510 (1999).
[13] J. C. Jamieson and A. Lawson, Journal of Applied

Physics **33**, 776 (1962).
[14] P. M. Giles, M. H. Longenbach, and A. R. Marder, Journal of Applied Physics **42**, 4290 (1971).
[15] A. B. Belonoshko, P. M. Derlet, A. S. Mikhaylushkin, S. I. Simak, O. Hellman, L. Burakovsky, D. C. Swift, and B. Johansson, New Journal of Physics **11**, 093039 (2009).
[16] W. Luo, B. Johansson, O. Eriksson, S. Arapan, P. Souvatzis, M. I. Katsnelson, and R. Ahuja, Proceedings of the National Academy of Sciences **107**, 9962 (2010).
[17] T. Komabayashi and Y. Fei, Journal of Geophysical Research: Solid Earth **115**, n/a (2010).
[18] X. Sha and R. E. Cohen, Geophys. Res. Lett. **37**, L10302 (2010).
[19] H.-R. Wenk, Reviews in mineralogy and geochemistry **51**, 291 (2002).
[20] S. Merkel, H.-R. Wenk, P. Gillet, H. kwang Mao, and R. J. Hemley, Physics of the Earth and Planetary Interiors **145**, 239 (2004).
[21] S. Merkel, M. Gruson, Y. Wang, N. Nishiyama, and C. N. Tom, Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering **20**, 024005 (2012).
[22] F. M. Wang and R. Ingalls, Phys. Rev. B **57**, 5647 (1998).
[23] S. J. Wang, M. L. Sui, Y. T. Chen, Q. H. Lu, E. Ma, X. Y. Pei, Q. Z. Li, and H. B. Hu, Sci. Rep. **3**, 1 (2013).
[24] K. Kadau, T. C. Germann, P. S. Lomdahl, and B. L. Holian, Phys. Rev. B **72**, 064120 (2005).
[25] B. Yaakobi, T. R. Boehly, D. D. Meyerhofer, T. J. B. Collins, B. A. Remington, P. G. Allen, S. M. Pollaine, H. E. Lorenzana, and J. H. Eggert, Phys. Rev. Lett. **95**, 075501 (2005).
[26] S. Klotz and M. Braden, Phys. Rev. Lett. **85**, 3209 (2000).
[27] D. H. Kalantar, J. F. Belak, G. W. Collins, J. D. Colvin, H. M. Davies, J. H. Eggert, T. C. Germann, J. Hawreliak, B. L. Holian, K. Kadau, P. S. Lomdahl, H. E. Lorenzana, M. A. Meyers, K. Rosolankova, M. S. Schneider, J. Sheppard, J. S. Stölken, and J. S. Wark, Phys. Rev. Lett. **95**, 075502 (2005).
[28] J. Hawreliak, J. D. Colvin, J. H. Eggert, D. H. Kalantar, H. E. Lorenzana, J. S. Stölken, H. M. Davies, T. C. Germann, B. L. Holian, K. Kadau, P. S. Lomdahl, A. Higginbotham, K. Rosolankova, J. Sheppard, and J. S. Wark, Phys. Rev. B **74**, 184107 (2006).
[29] L. Dougherty, G. G. III, E. Cerreta, R. McCabe, R. Field, and J. Bingert, Scripta Materialia **60**, 772 (2009).
[30] E. G. Moroni and T. Jarlborg, EPL (Europhysics Letters) **33**, 223 (1996).
[31] K. J. Caspersen, A. Lew, M. Ortiz, and E. A. Carter, Phys. Rev. Lett. **93**, 115501 (2004).
[32] D. F. Johnson and E. A. Carter, The Journal of Chemical Physics **128**, 104703 (2008).
[33] J. B. Liu and D. D. Johnson, Phys. Rev. B **79**, 134113 (2009).
[34] B. Dupé, B. Amadon, Y.-P. Pellegrini, and C. Denoual, Phys. Rev. B **87**, 024103 (2013).
[35] H.-R. Wenk, I. Lonardelli, and D. Williams, Acta Materialia **52**, 1899 (2004).
[36] M. Daymond, R. Holt, S. Cai, P. Mosbrucker, and S. Vogel, Acta Materialia **58**, 4053 (2010).
[37] N. Stanford and P. Bate, Acta Materialia **52**, 5215 (2004).
[38] I. Lonardelli, N. Gey, H.-R. Wenk, M. Humbert, S. Vogel, and L. Lutterotti, Acta Materialia **55**, 5718 (2007).
[39] C. Cayron, Scripta Materialia **59**, 570 (2008).
[40] R. Le Toullec, J. P. Pinceaux, and P. Loubeyre, High Pressure Research **1**, 77 (1988).
[41] R. Le Toullec, P. Loubeyre, J. P. Pinceaux, H. K. Mao, and J. Hu, High Pressure Research **8**, 691 (1992).
[42] S. Klotz, J.-C. Chervin, P. Munsch, and G. L. Marchand, Journal of Physics D: Applied Physics **42**, 075413 (2009).
[43] L. Lutterotti, S. Matthies, and H. Wenk, *MAUD (material analysis using diffraction): a user friendly Java program for Rietveld texture analysis and more*, in *Proceeding of the Twelfth International Conference on Textures of Materials (ICOTOM-12)* Vol. 1, p. 1599, NRC Press Ottawa, Canada, (1999).
[44] L. Lutterotti and M. Bortolotti, IUCr: Compcomm Newsletter , 43 (2003).
[45] H.-R. Wenk and P. V. Houtte, Reports on Progress in Physics **67**, 1367 (2004).
[46] G. Ischia, H.-R. Wenk, L. Lutterotti, and F. Berberich, Journal of Applied Crystallography **38**, 377 (2005).
[47] I. Lonardelli, H.-R. Wenk, L. Lutterotti, and M. Goodwin, Journal of Synchrotron Radiation **12**, 354 (2005).
[48] L. Lutterotti, M. Bortolotti, G. Ischia, I. Lonardelli, and H.-R. Wenk, Z. Kristallogr. Suppl. **26**, 125 (2007).
[49] C. Jourdan, J. Gastaldi, P. Marzo, and G. Grange, Journal of Materials Science **26**, 4355 (1991).
[50] J. Romero, M. Preuss, and J. Quinta da Fonseca, Scripta Materialia **61**, 399 (2009).
[51] J. Romero, M. Preuss, and J. Q. da Fonseca, Acta Materialia **57**, 5501 (2009).
[52] A. D. Rollett and S. I. Wright, Typical textures in metals, in *Texture and Anisotropy: Preferred Orientations in Polycrystals and Their Effect on Materials Properties*, edited by U. F. Kocks, C. Tomé, and H. Wenk, Cambridge University Press, Cambridge, 1998.
[53] L. Miyagi, M. Kunz, J. Knight, J. Nasiatka, M. Voltolini, and H.-R. Wenk, Journal of Applied Physics **104**, 103510 (2008).
[54] A. Dewaele, P. Loubeyre, F. Occelli, M. Mezouar, P. I. Dorogokupets, and M. Torrent, Phys. Rev. Lett. **97**, 215504 (2006).
[55] S. Klotz and M. Braden, Nature **428**, 55 (2004).
[56] K. Otsuka, A. Saxena, J. Deng, and X. Ren, Philosophical Magazine **91**, 4514 (2011).