



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

10018184

**ISGMP**

**INSTITUT SUPERIEUR DE GENIE MECANIQUE  
ET PRODUCTIQUE**

**THESE**

Présentée à



UNIVERSITE DE METZ

PAR

**Mustapha CHAOU**

Pour l'obtention du grade de :  
**DOCTEUR de L'UNIVERSITÉ de METZ**

**SPECIALITE : SCIENCES DE L'INGENIEUR**

**OPTION : Génie physique et mécanique**

**EVOLUTION DE LA TEXTURE D'UN ALLIAGE A MEMOIRE DE FORME  
Ti-Ni AU COURS DE DIFFERENTS CHARGEMENTS  
THERMOMECHANIQUES**

*Soutenue le 26 Juin 1995 devant le jury composé de:*

|                      |  |                           |
|----------------------|--|---------------------------|
| <b>M. BERVEILLER</b> | <i>Professeur à L'E.N.I. de Metz</i>                 | <i>Président</i>          |
| <b>D. CIOSMAK</b>    | <i>Maitre de Conférences à L'Université de Dijon</i> | <i>Rapporteur</i>         |
| <b>A. EBERHARDT</b>  | <i>Professeur à L'E.N.I. de Metz</i>                 | <i>Examineur</i>          |
| <b>J.J. HEIZMANN</b> | <i>Professeur à l'Université de Metz</i>             | <i>Examineur</i>          |
| <b>R. PENELLE</b>    | <i>Directeur de recherche C.N.R.S. à Orsay</i>       | <i>Rapporteur</i>         |
| <b>B. PRANDY</b>     | <i>Ingénieur Memo Metal Chambéry</i>                 | <i>Examineur</i>          |
| <b>A. VADON</b>      | <i>Maitre de Conférences à L'E.N.I. de Metz</i>      | <i>Directeur de thèse</i> |

~~SMg 95/48~~

**ISGMP**

**INSTITUT SUPERIEUR DE GENIE MECANIQUE  
ET PRODUCTIQUE**

**THESE**

Présentée à



UNIVERSITE DE METZ

PAR

**Mustapha CHAOUI**

|                                      |           |
|--------------------------------------|-----------|
| BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE<br>- METZ |           |
| N° inv.                              | 1995031 S |
| Cote                                 | SMg 95/17 |
| Loc                                  | Magasin   |

Pour l'obtention du grade de :  
**DOCTEUR de L'UNIVERSITÉ de METZ**

**SPECIALITE : SCIENCES DE L'INGENIEUR**

**OPTION : Génie physique et mécanique**

**EVOLUTION DE LA TEXTURE D'UN ALLIAGE A MEMOIRE DE FORME  
Ti-Ni AU COURS DE DIFFERENTS CHARGEMENTS  
THERMOMECHANIQUES**

*Soutenue le 26 Juin 1995 devant le jury composé de:*

|                      |  |                           |
|----------------------|--|---------------------------|
| <b>M. BERVEILLER</b> | <i>Professeur à L'E.N.I. de Metz</i>                 | <i>Président</i>          |
| <b>D. CIOSMAK</b>    | <i>Maitre de Conférences à L'Université de Dijon</i> | <i>Rapporteur</i>         |
| <b>A. EBERHARDT</b>  | <i>Professeur à L'E.N.I. de Metz</i>                 | <i>Examineur</i>          |
| <b>J.J. HEIZMANN</b> | <i>Professeur à l'Université de Metz</i>             | <i>Examineur</i>          |
| <b>R. PENELLE</b>    | <i>Directeur de recherche C.N.R.S. à Orsay</i>       | <i>Rapporteur</i>         |
| <b>B. PRANDY</b>     | <i>Ingénieur Memo Metal Chambéry</i>                 | <i>Examineur</i>          |
| <b>A. VADON</b>      | <i>Maitre de Conférences à L'E.N.I. de Metz</i>      | <i>Directeur de thèse</i> |

*Je dédie cette thèse*

*A*

*Ma grand-mère*

*Mes parents*

*Mon frère et Mes soeurs*

*Mon épouse*

## *Remerciements*

Je tiens à remercier Monsieur le Professeur Jean-Julien HEIZMANN, directeur du Laboratoire de Métallurgie Physique et Chimique pour m'avoir accueilli au sein de son laboratoire, pour m'avoir accordé son temps et toute sa compétence avec une grande générosité tout au long des quatre années nécessaires à l'aboutissement de ces travaux.

Je remercie également Monsieur Albert VADON, Maître de Conférences à l'E.N.I. de Metz de ses conseils constants et son soutien efficace qu'il m'a accordé tout au long de ce travail.

Je remercie Madame Danièle CIOSMAK, Maître de Conférence à Dijon, et Monsieur Richard PENELLE, Directeur de Recherche CNRS à Orsay pour l'honneur d'accepter de juger ce travail en tant que rapporteurs de cette thèse.

J'exprime toute ma gratitude à Messieurs Marcel BERVEILLER, Professeur à l'Université de Metz, André EBERHARDT, Professeur à l'Université de Metz et B. TRANDY, Ingénieur à Mémo Métal qui m'ont fait l'honneur d'être membres de jury.

Je remercie très vivement Monsieur André EBERHARD, pour les conseils judicieux et le soutien efficace qu'il m'a accordé tout au long de ce travail.

Je remercie très vivement Monsieur Jean BESSIERES, Maître de Conférence à l'IUT de Metz, il a été l'origine de ma première expérience dans l'enseignement supérieur, qu'il me soit permis de lui exprimer ma profonde reconnaissance.

Je tiens à remercier Monsieur Christian LARUELLE, ingénieur, qui m'a beaucoup aidé à la résolution des problèmes techniques et informatiques que j'ai rencontré.

Je tiens à remercier Messieurs A. BESSIERES, Maître de Conférence à l'IUT de Metz, A. MODARESSI, Maître de Conférence à l'Université de Metz et A. Tidu Maître de Conférence à l'E.N.I. de Metz pour leur aide et leur soutien tout au long de ces années passées au Laboratoire.

Mes remerciements vont à tous les membres du L.M.P.C., mes camarades, A. ABDELLAOUI, B. BOLLE, K. GHAZOULI, L. JOLLY et F. MOREAU, pour leur discussions et leur aide lors de ces années d'étude. Mes sincères remerciements vont enfin à Madame B. KIELBASA, secrétaire, pour sa sympathie et son soutien.

Sans oublier mon épouse, Madame H. CHAOUNI, pour son soutien tout au long de ces années.

# **SOMMAIRE**

# SOMMAIRE

|  |           |
|--|-----------|
| <b>Introduction.....</b>   | <b>1</b>  |
| <b>Chapitre I: Généralités sur la transformation martensitique des alliages à mémoire de forme</b>           |           |
| <b>I.1/ Transformation martensitique des alliages à mémoire de forme.....</b>                                | <b>3</b>  |
| I.1.1/ Les alliages à mémoire de forme.....  | 3         |
| I.1.2/ Propriétés de la transformation martensitique.....  | 4         |
| I.1.3/ Propriétés thermomécaniques des alliages à mémoire de forme.....                                      | 9         |
| <b>I.2/ La transformation martensitique dans les alliages à mémoire de forme Ti-Ni.....</b>                  | <b>13</b> |
| I.2.1/ Diagramme et phases d'équilibre.....  | 13        |
| I.2.2/ Transformation de phase et structures des alliages Ti-Ni.....   | 14        |
| I.2.2-1/ Transformation prémartensitique.....  | 15        |
| I.2.2-2/ Transformation martensitique.....   | 17        |
| I.2.2-3/ Formation de la martensite.....   | 20        |
| I.2.2-4/ Relation d'orientation entre l'austénite et la martensite.....                                      | 20        |
| I.2.3/ Microstructure et morphologie.....  | 21        |
| I.2.3-1/ Microstructure et morphologie de la phase R.....  | 21        |
| I.2.3-2/ Microstructure et morphologie de la martensite.....   | 23        |
| I.2.4/ Comportement mécanique.....   | 28        |
| I.2.5/ Anisotropie de l'effet mémoire de forme.....  | 29        |
| <b>I. 3/ Conclusion.....</b>   | <b>30</b> |
| <b>Chapitre II: Caractérisation par rayons X des états austénitiques et martensitiques de l'alliage TiNi</b> |           |
| <b>II.1 / Introduction.....</b>  | <b>31</b> |
| <b>II.2 / Mise en forme de l'échantillon.....</b>  | <b>32</b> |

|  |    |
|--|----|
| <b>II.3 / Etude préliminaire</b> .....   | 33 |
| II.3.1 / Phase martensitique.....  | 35 |
| II.3.2 / Phase austénitique.....   | 39 |
| II.3.3 / Conclusion.....   | 42 |
| <b>II.4 / Mesure de la texture</b> .....   | 44 |
| II.4.1/ état austénitique ( $T_A$ ).....   | 44 |
| II.4.2/ état martensitique ( $T_M$ ).....  | 47 |
| II.4.3/ martensite réorientée ( $T_{M_{ré}}$ ).....                                | 51 |
| II.4.4/ martensite orientée à partir de l'austénite ( $T_{M_o}$ ).....             | 56 |
| II.4.5/ Martensite orientée par différentes contraintes.....                       | 61 |
| <b>II.5/ Figures de pôles de l'austénite issue de la martensite orientée</b> ..... | 65 |
| <b>II.6/ Conclusions</b> .....   | 69 |

## **Chapitre III: Analyse quantitative de la texture d'un alliage à mémoire de forme TiNi**

|  |     |
|--|-----|
| <b>III. 1/ Application de la méthode vectorielle aux matériaux du système monoclinique 2/m</b> ..... | 71  |
| III.1.1/ Introduction.....   | 71  |
| III.1.2/ Domaine des axes de fibres.....   | 71  |
| III.1.3/Domaine des orientations.....  | 76  |
| III.1.3-1/ Domaine de variation des paramètres d'une orientation.....                                | 76  |
| III.1.3-2/ Découpage du domaine.....   | 76  |
| III.1.3-3/ Numérotation des orientations.....  | 77  |
| III.1.4/ Correspondance espace des pôles - espace d'orientations.....                                | 79  |
| III.1.5/ Spectre de texture.....   | 80  |
| <b>III. 2/ Analyse quantitative de la texture de l'alliage Ti-Ni</b> .....                           | 82  |
| III.2.1/ Texture $T_A$ de l'austénite initiale.....  | 83  |
| III.2.2/ Texture $T_{M_t}$ de la martensite thermique.....   | 91  |
| III.2.3/ Texture $T_{M_{ré}}$ de la martensite réorientée.....                                       | 98  |
| III.2.4/ Texture $T_{M_o}$ de la martensite orientée.....  | 100 |
| III.2.5/ Texture de l'austénite issue de la martensite déformée.....                                 | 107 |
| <b>III. 3/ Conclusion</b> .....  | 109 |



|   |    |
|---|----|
| 2.2-2/ Les figures de pôles.....                            | vi |
| 2.2-3/ Fonction de distribution des orientations (FDO)..... | ix |

# **INTRODUCTION**

---

## Introduction

Les alliages à mémoire de forme (AMF) sont reconnus depuis plusieurs décennies pour leur propriétés thermomécaniques remarquables et la stabilité de leur effet mémoire. Bien que de telles propriétés soient potentiellement très intéressantes en vue de réaliser et de développer des applications industrielles, ces alliages n'ont cependant connu qu'un essor industriel limité. Ceci est dû au fait qu'il a fallu attendre de nombreuses années avant de comprendre complètement le comportement ainsi que l'influence de certains paramètres sur les propriétés thermomécaniques.

Depuis 1963, année où les alliages à mémoire de forme du type titane-nickel ont été l'objet d'études intensives, nombreux sont les laboratoires et les chercheurs qui ont étudié les comportements de ce type de matériau et les mécanismes structuraux mis en jeu. En dépit de cela, la texture de ces alliages est encore méconnue.

Quand on utilise des alliages à mémoire de forme pour des usages pratiques, ils sont dans un état polycristallin. Il est donc important de connaître leur texture, c'est à dire la fonction de distribution des orientations (FDO) des cristallites.

Pour notre part, nous nous sommes exclusivement intéressés aux alliages titane-nickel, quasi-stoechiométriques, pour répondre à une demande de collaboration avec le laboratoire de recherche LPMM. L'étude de la texture de ces alliages nous a demandé un investissement théorique et expérimental important.

Ainsi, après un premier chapitre consacré aux caractéristiques générales des alliages à mémoire de forme, le second chapitre est réservé à l'étude de la texture des états austénitiques et martensitiques de l'alliage titane-

nickel par des méthodes classiques de goniométrie aux rayons X en fonction de différents chargements thermomécaniques. Dans le chapitre III, nous présentons l'application de la méthode vectorielle aux matériaux monocliniques  $2/m$ , suivie d'une analyse quantitative de la texture des états austénitiques (austénite initiale et austénite issue de la martensite déformée) et martensitiques (martensite thermique, martensite déformée par réorientation ou par transformation selon différentes contraintes). Enfin, le chapitre IV est consacré à la détermination des orientations des variantes cristallographiques de la martensite à partir des orientations de la phase mère (austénite) par l'utilisation de la relation d'orientation mutuelle des deux phases. Par comparaison de la texture obtenue expérimentalement à celle trouvée par calcul, nous déterminons les variantes actives.

## **Chapitre I**

# **Généralités sur la transformation martensitique des alliages à mémoire de forme**

### **I.1/ Transformation martensitique des alliages à mémoire de forme**

I.1.1/ Les alliages à mémoire de forme

I.1.2/ Propriétés de la transformation martensitique

I.1.3/ Propriétés thermomécaniques des alliages à mémoire de forme

### **I.2/ La transformation martensitique dans les alliages à mémoire de forme**

**Ti-Ni**

I.2.1/ Diagramme et phases d'équilibre

I.2.2/ Transformation de phase et structures des alliages Ti-Ni

I.2.2-1/ Transformation prémartensitique

I.2.2-2/ Transformation martensitique

I.2.2-3/ Formation de la martensite

I.2.2-4/ Relation d'orientation entre l'austénite et la martensite

I.2.3/ Microstructure et morphologie

I.2.3-1/ Microstructure et morphologie de la phase R

I.2.3-2/ Microstructure et morphologie de la martensite

I.2.4/ Comportement mécanique

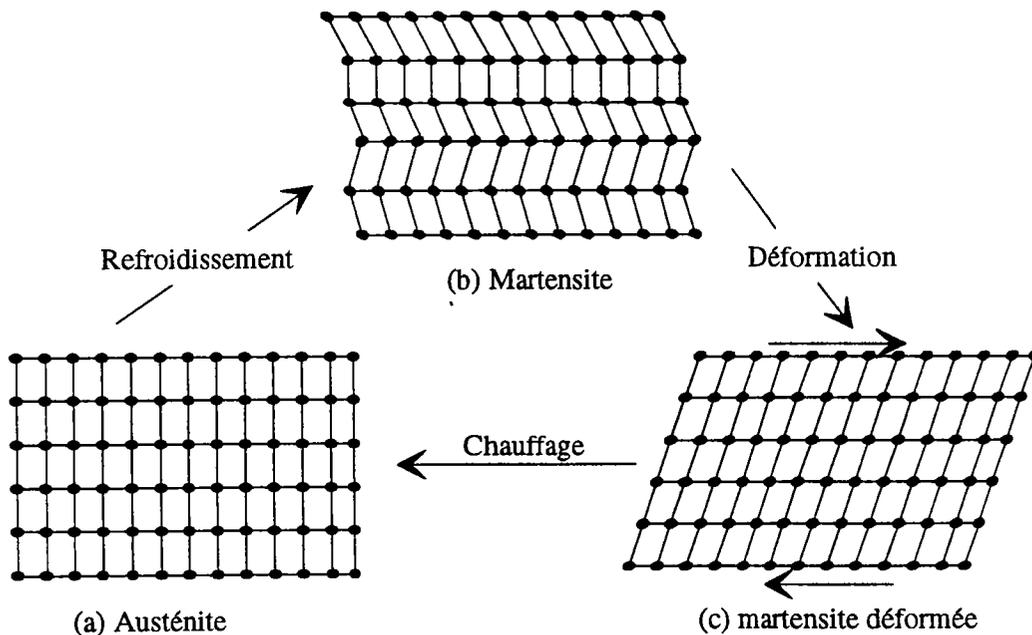
I.2.5/ Anisotropie de l'effet mémoire de forme

### **I. 3/ Conclusion**

## I.1/ Transformation martensitique des alliages à mémoire de forme

### I.1.1/ Les alliages à mémoire de forme

Les alliages à mémoire de forme se caractérisent essentiellement par l'effet mémoire. Quand de tels alliages subissent une déformation plastique dans un état cristallin martensitique M à basse température, ils peuvent retrouver la forme qu'ils avaient dans un état cristallin austénitique A à haute température et cela par simple réchauffage permettant à la transformation  $M \rightarrow A$  de se produire (fig. I. 1). Ce phénomène a été initialement observé dans des alliages présentant une transformation structurale réversible ( $M \leftrightarrow A$ ) sans diffusion des atomes au cours de l'évolution de la température. Ces alliages possèdent donc deux états structuraux, l'un à haute température correspondant à une phase mère austénitique, l'autre à basse température correspondant à une phase fille martensitique.



**Figure I. 1:** (a) état cristallin A, (b) état cristallin M, (c) état cristallin M déformé. Un chauffage à partir de l'état (c) provoque le retour à la structure et à la forme originale (a).

Wayman et Shimizu<sup>/1/</sup> donnent trois conditions théoriques d'obtention de l'effet mémoire, qui sont:

1. La transformation martensitique doit être thermoélastique.
2. La phase mère et la martensite doivent être ordonnées.
3. La martensite doit être maclée.

Cependant, on note que beaucoup d'alliages présentant l'effet mémoire de forme ne satisfont pas toutes ces conditions.

Ces auteurs<sup>/1/</sup> ont conclu que l'effet mémoire de forme est toujours corrélé à une transformation martensitique de nature thermoélastique.

### **I.1.2 / Propriétés de la transformation martensitique<sup>/2/, /3/, /4/</sup>**

A l'origine, le terme transformation martensitique était réservé aux aciers. Ceux-ci présentent à haute température une structure cubique face centrée donnant, après trempe rapide, une structure quadratique centrée appelée martensite (du nom de Martens); il s'agit d'une transformation de phase à l'état solide entre une phase mère appelée austénite, stable à haute température et une phase fille appelée martensite stable à basse température.

La transformation martensitique est une transformation **displacive**: c'est un changement de structure qui se produit par un déplacement coordonné des atomes. Ce déplacement peut être décomposé comme suit:

*Une déformation homogène* du réseau qui convertit un réseau de Bravais en un autre réseau de Bravais. Ce mode de déformation a pour origine un changement des paramètres du réseau cristallin, appelé déformation de Bain,

*Un réarrangement coordonné* des atomes dans la maille, appelé généralement "shuffle" sur une distance relativement faible par rapport à la distance interatomique. Le mouvement des atomes est coopératif, c'est-à-dire que chaque atome se déplace vers sa nouvelle position grâce au déplacement des atomes voisins.

La transformation martensitique est aussi une transformation du **premier ordre** car, au moment de la transformation, il y a discontinuité des grandeurs physiques et la dérivée première de l'enthalpie libre est différente de zéro<sup>[3]</sup>. Une telle transformation ne produit pas de variation de la composition chimique. De plus, le déplacement des atomes ne se faisant que sur des courtes distances, la transformation se produit **sans diffusion**. L'absence de la diffusion rend la transformation quasi instantanée; la création de la martensite se fait à des vitesses comparables à la célérité du son dans le solide ( $\sim$  quelques  $10^3$  m/s).

Au cours d'un refroidissement, la transformation martensitique commence à une température  $M_s$  (martensite start ou début de la transformation) et devient complète à  $M_f$  (martensite finish ou fin de la transformation). Deux autres températures sont définies lors du chauffage ( $A_s$  et  $A_f$ ), correspondant respectivement au début et à la fin de la transformation inverse. On détermine ces températures caractéristiques à l'aide des techniques de mise en évidence de la transformation martensitique. Les techniques les plus couramment utilisées sont les analyses calorimétriques, dilatométriques et les mesures de résistivité, que nous décrivons sommairement:

- \* *La calorimétrie différentielle à balayage ( DSC )* consiste à mesurer la quantité de chaleur dégagée lors d'une réaction exothermique ou absorbée lors d'une réaction endothermique. Au cours du chauffage ou du refroidissement, la quantité de chaleur dégagée ou absorbée  $\Delta Q$  est comparée à celle d'un échantillon de référence ne présentant pas de transformation. La détermination des températures de transformation est usuellement faite selon la figure I. 2.
- \* *La résistivité électrique* de la phase martensitique est généralement différente de celle de la phase mère. La résistivité du matériau composé d'austénite et de martensite dépend de la fraction volumique des deux phases en présence. La courbe de résistivité obtenue permet aussi de déterminer les températures de transformation, voir figure I. 3.

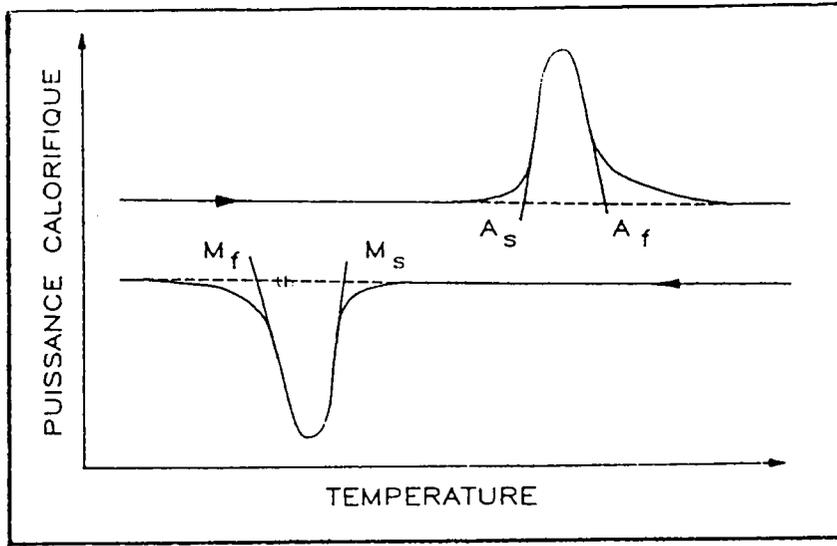


Figure I. 2: Mesure en DSC des températures de transformation martensitique et inverse.

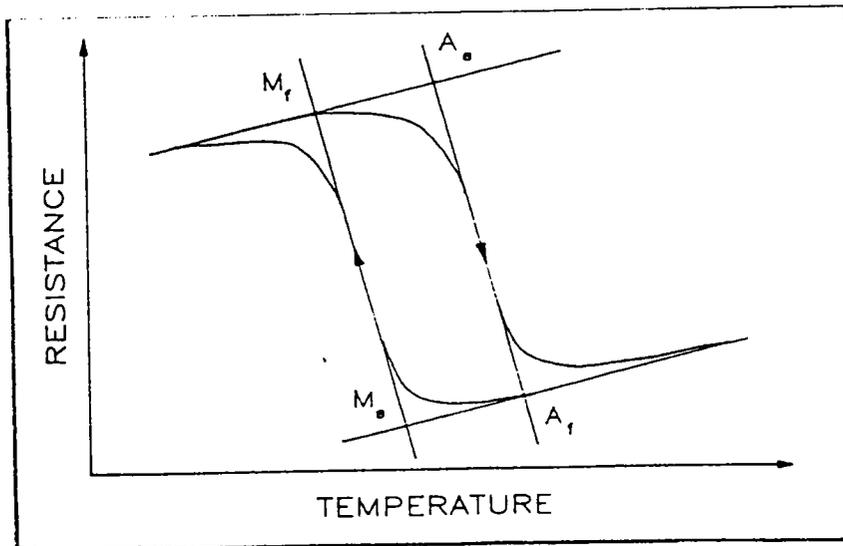
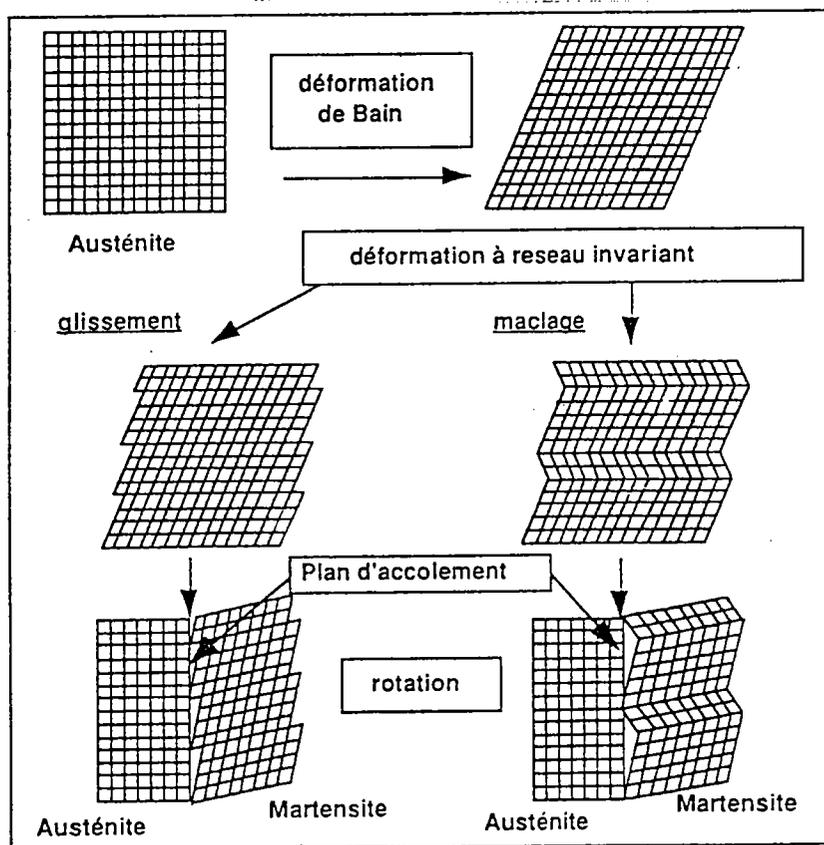


Figure I. 3: Variation de la résistivité électrique en fonction de la température pour un cycle de transformation.

La transformation d'un élément de volume d'austénite en martensite subit une déformation caractérisée par:

- \* Un cisaillement important selon un plan et une direction bien définis.
- \* Une faible variation de volume.

Cette déformation résulte d'une transformation du réseau cristallin (déformation de Bain ) suivie d'une transformation à réseau invariant constituée, soit par un maclage, soit par un glissement (figure I. 4).

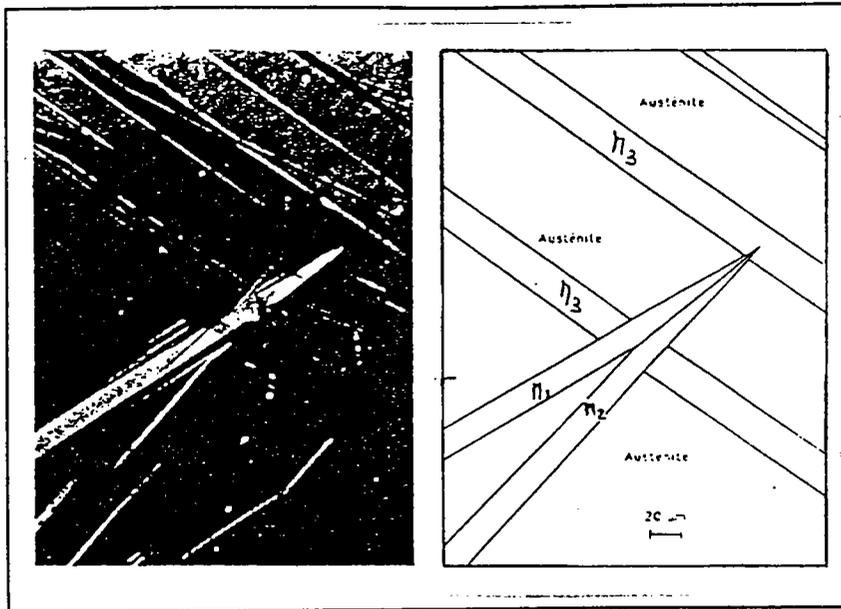


**Figure I. 4:** Décomposition de la déformation totale en déformation de Bain et déformation à réseau invariant

La transformation martensitique possède la propriété particulière d'associer un changement de forme au changement de structure cristalline. Cette déformation est provoquée par un cisaillement le long du plan d'habitats. Comme il n'y a ni déformation, ni rotation du plan d'habitats pendant toute la durée du processus, ce type de déformation est appelé déformation à plan invariant.

Cependant, même si la phase mère est monocristalline, la transformation de phase produira un certain nombre de domaines martensitiques possédant chacun des indices de plans d'habitat différents (mais néanmoins équivalents cristallographiquement) et qui apparaîtront répartis dans tout l'échantillon. Ces domaines martensitiques d'indices de plans d'habitat différents sont appelés variantes de martensite (figure I. 5).

11.



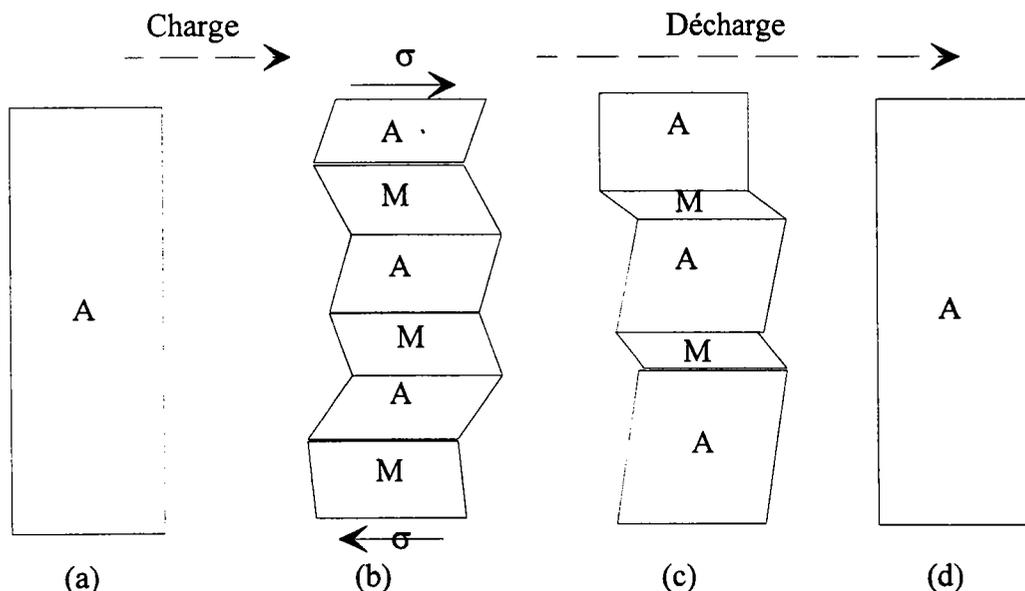
**Figure I. 5:** Micrographie et représentation schématique d'une transformation polyvariante avec  $M_1$ ,  $M_2$ ,  $M_3$  trois variantes de martensite et l'austénite résiduelle.

En partant d'un matériau initialement en phase austénitique, une variation de température a pour effet d'engendrer la transformation martensitique. Les variantes ainsi formées sont équiprobables et n'ont pas d'orientation privilégiée. Celles-ci s'accommodent entre elles pour compenser leurs déformations respectives, ce qui permet de former des variantes de martensite autoaccommodantes.

### I.1.3/ Propriétés thermomécaniques des alliages à mémoire de forme

Dans le paragraphe précédent, nous nous sommes attachés à décrire la transformation martensitique induite thermiquement par un refroidissement sans contrainte. Cependant, il existe d'autres phénomènes faisant intervenir la transformation martensitique, sous l'action d'une contrainte externe mécanique.

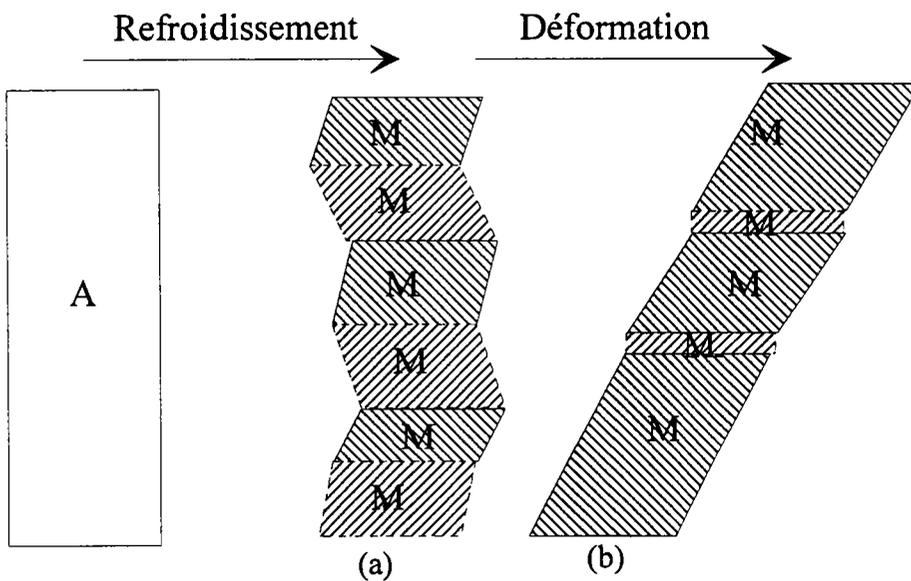
\* On peut, par l'application d'une contrainte externe, former de la martensite orientée. On part d'un matériau initialement en phase austénitique. L'application d'une contrainte a pour effet de générer la transformation martensitique. Les variantes de martensite ainsi formées ont une orientation privilégiée associée à la direction de la contrainte figure I.6-b. Lorsque l'on relâche la contrainte, la transformation inverse martensite  $\rightarrow$  austénite peut se produire (figure I.6-c et d ) car pour les températures supérieures à  $A_f$  la martensite est totalement instable en l'absence de contrainte appliquée. Le fait que les plans d'habitat soient identiques pour la transformation directe ou inverse austénite  $\leftrightarrow$  martensite est un facteur important de réversibilité de la transformation.



**Figure I. 6:** Illustration schématique d'une transformation martensitique induite sous contrainte, et d'une transformation inverse par suppression de cette contrainte

\* On peut, par application d'une contrainte externe, réorienter de façon irréversible les différentes variantes de martensite formées thermiquement. On part d'un matériau initialement en phase martensitique. L'application d'une contrainte externe provoque la réorientation des différentes variantes de martensite ainsi qu'une déformation macroscopique importante. Lors de la décharge cette réorientation est partiellement ou totalement réversible. Lorsque la réorientation n'est que partiellement réversible il subsistera une déformation résiduelle  $\varepsilon_p$ .

La figure I. 7 illustre de façon schématique la croissance d'une variante favorablement orientée aux dépens d'une voisine mal orientée.



**Figure I. 7:** (a) martensite thermique (variante autoaccommodante), (b) déformation par réorientation des variantes.

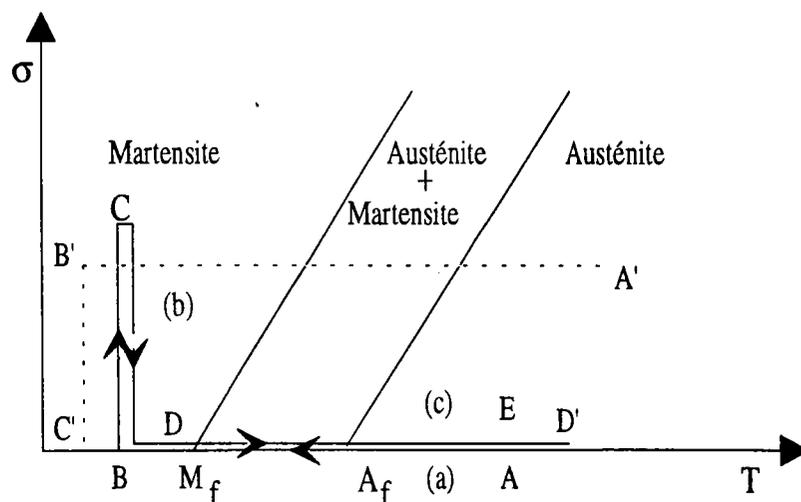
A partir de ces phénomènes et selon le type de chargement thermomécanique ainsi que selon l'histoire de ce chargement on distingue quatre comportements caractéristiques des alliages à mémoire de forme:

\* *L'effet superélastique*: c'est la faculté de pouvoir obtenir, par application d'une charge en phase austénitique, des déformations (de 5 à 10% suivant les alliages) recouvrables en quasi totalité lors de la décharge.

\* *L'effet caoutchoutique*: propriété du matériau qui lui permet d'avoir, à l'état martensitique, une raideur très faible par rapport à un matériau métallique classique. A cette propriété est aussi associée une capacité d'amortissement très importante.

\* *L'effet mémoire de forme simple sens*: faculté du matériau à pouvoir retrouver sa forme initiale par simple chauffage après avoir subi, en phase martensitique, une déformation permanente de quelques %.

Cet effet est à la base de nos études de texture. Aussi nous détaillons un peu ce mécanisme. L'effet mémoire simple sens, fait intervenir successivement plusieurs phénomènes physiques liés à la transformation martensitique. De plus celui-ci nécessite de faire subir au matériau un chargement plus complexe qu'une simple contrainte externe (figure I. 8)



**Figure I. 8:** Chargements séquentiels permettant d'obtenir un effet mémoire de forme simple sens, ABCDE et A'B'C'D'.

(a) l'échantillon est d'abord refroidi à une température inférieure à  $M_f$  sous contrainte macroscopique nulle ( $\sigma = 0$ ); trajet A----> B. Cette séquence provoque une transformation martensitique complète ( $f = 1$ ,  $f$  représente la fraction volumique) pour ( $T < M_f$ ) mais sans déformation macroscopique car les variantes formées ne sont pas orientées par les contraintes appliquées qui sont nulles. Les groupes de variantes auto accommodantes sont les seuls développés.

(b) On applique au matériau une contrainte  $\sigma$  dans l'état martensitique puis on relâche celle ci; trajet B----> C----> D. Dans cette séquence, l'application d'une contrainte modifie la fraction volumique de chacune des différentes variantes par le mécanisme de réorientation tout en conservant la même fraction volumique totale de martensite ( $f = 1$ ). Cette réorientation crée une déformation stable lors de la décharge ( $\sigma = 0$ ). Nous sommes alors en présence d'un état martensitique, mais déformé de  $\epsilon_p$  par rapport à l'état austénitique initial.

(c) On réchauffe l'échantillon à une température supérieure à  $A_f$  sous contrainte nulle ( $\sigma = 0$ ); trajet D----> E. Cette séquence a pour objet la transformation inverse de la martensite vers l'austénite. Puisque la martensite a été orientée par la contrainte  $\sigma$ , sa réversion en austénite provoque une déformation ( $-\epsilon_p$ ) inverse de celle créée par l'application des contraintes  $\sigma$ . Le solide dans l'état D est modifiée et le corps recouvre sa forme initiale dans l'état E.

On peut également obtenir un effet mémoire simple sens par d'autres chargements thermomécaniques séquentiels. Par exemple, on obtient une déformation stable  $\epsilon$  à ( $T < M_f$ ) par refroidissement sous contrainte  $\sigma$  constante (effet super thermique) voir figure I. 8, trajet A'----> B'. La suppression de la contrainte appliquée (B'----> C') ne crée pas de réorientation des variantes. Par un réchauffage à  $T > A_f$  ( séquence C'----> D' ), la martensite orientée par  $\sigma$  au cours du refroidissement se transforme en austénite créant une déformation inverse  $-\epsilon$ .

\* *L'effet mémoire de forme double sens*: faculté du matériau qui, une fois éduqué, peut passer d'une forme basse température (en phase martensitique) à une forme haute température (en phase austénitique) ou l'inverse, respectivement par simple chauffage ou refroidissement. Cette propriété permet donc au matériau de pouvoir mémoriser deux formes différentes. La déformation locale permettant le changement de forme globale est de quelques %.

(1)

## I.2/ La transformation martensitique dans les alliages à mémoire de forme Ti-Ni

### I.2.1/ Diagramme et phases d'équilibre

Le diagramme d'équilibre de l'alliage Ti-Ni (figure I. 9), présente trois phases d'équilibre  $Ti_2Ni$ ,  $TiNi$  et  $TiNi_3$ .

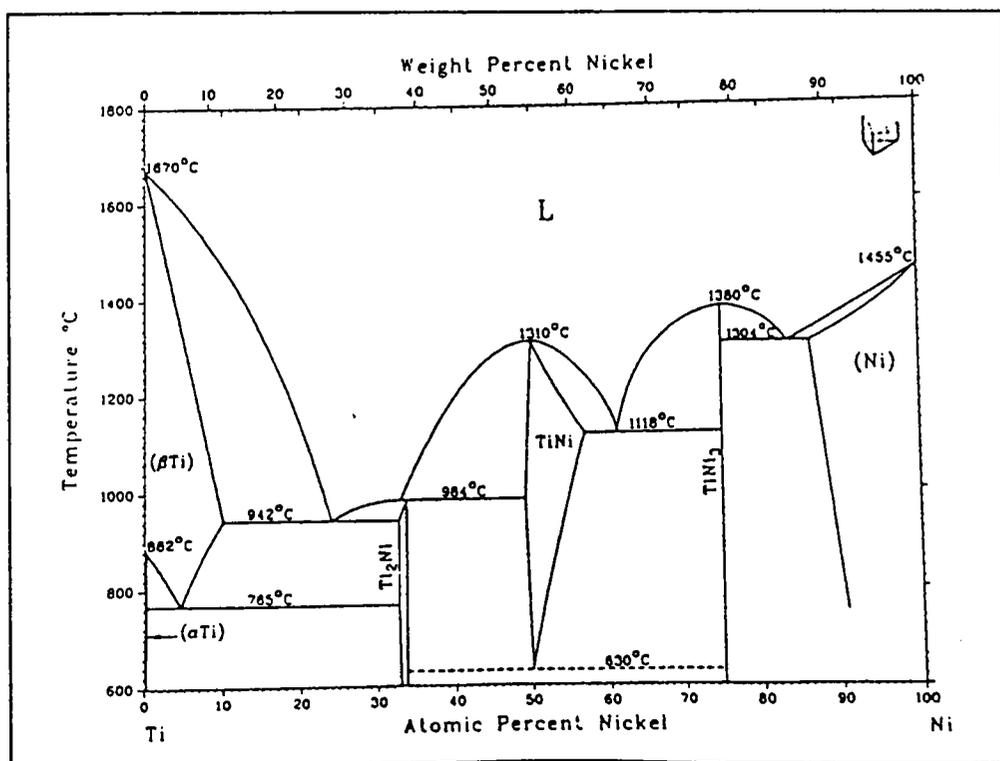


Figure I. 9: Diagramme de phase des alliages Ti-Ni

La phase  $Ti_2Ni$  a une structure ordonnée, cubique à faces centrées à 96 atomes par maille, de paramètre de maille  $a = 1.1319$  nm. Dans les nombreuses études consacrées à cette phase, il n'est jamais fait mention de relations d'orientation avec le réseau de la phase  $TiNi$ .

La phase  $TiNi$  a une structure cubique centrée de type  $CsCl$  et se forme de façon congruente (sans changement de composition) à  $1310^\circ C$ . C'est cette phase qui est le siège de la transformation martensitique à l'origine de l'effet mémoire de forme dans les alliages  $TiNi$ . La frontière du domaine d'existence de cette phase, du côté riche en titane, est pratiquement verticale ce qui est dû à la très faible solubilité du titane dans  $TiNi$  (moins de 1%). Du côté riche en nickel on observe un large domaine où le nickel est soluble dans  $TiNi$ , solubilité qui atteint un maximum de 7% à  $1118^\circ C$ .

La phase  $TiNi_3$  possède une structure hexagonale compacte ordonnée sur quatre plans (ABAC...), ses paramètres de maille sont  $a = 0.510885$  nm et  $c = 0.831874$  nm.

Dans les alliages  $Ti-Ni$  possédant une surstoechiométrie en nickel, la transformation martensitique est précédée d'une transformation de phase intermédiaire<sup>14/</sup> (phase haute température  $\rightarrow$  phase intermédiaire  $\rightarrow$  phase basse température). Cette phase intermédiaire est appelée phase R, elle possède une structure rhomboédrique. Nous verrons par la suite les caractéristiques des différentes phases participant à la transformation martensitique.

### **1.2.2/ Transformation de phase et structures des alliages Ti-Ni**

Au cours de cette transformation le comportement de l'alliage  $Ti-Ni$  est beaucoup plus complexe que celui des autres alliages à mémoire de forme. Des études approfondies ont été effectuées sur la transformation de phase de l'alliage  $Ti-Ni$ <sup>15.6.7/</sup>. Elles ont confirmé la présence de trois phases différentes: une phase cubique centrée (B2) de type  $CsCl$  à haute température, une phase monoclinique

(M) à basse température, et une phase intermédiaire (R) de structure rhomboédrique. Il existe alors trois types de transformations de phase:

phase mère (B2)  $\leftrightarrow$  phase R

phase R  $\leftrightarrow$  phase martensitique M

phase mère (B2)  $\leftrightarrow$  phase martensitique M

La stabilité de ces trois phases dépend de la composition de l'alliage et du traitement thermique. A l'aide des techniques de diffraction d'électrons, de rayons X ou de neutrons, il est établi que la phase mère de l'alliage Ti-Ni a une structure cubique centrée de type CsCl, de groupe d'espace  $P m\bar{3}m$  <sup>/8.9.10.11/</sup>. Le paramètre de la maille élémentaire est  $a_0 = 0.302$  nm.

La transition  $B2 \rightarrow R$  est appelée transformation prémartensitique, ou transition de phase R.

### I.2.2-1/ Transformation prémartensitique

La transformation prémartensitique se manifeste, entre autres, par une augmentation de la résistivité de l'alliage, l'apparition de réflexions supplémentaires sur les spectres de diffraction (des rayons X, des électrons..), le dédoublement de certains pics de l'austénite obtenus par diffraction des rayons X, ainsi que par diminution des constantes d'élasticité du matériau <sup>/6.12.13.14/</sup>.

Pour un alliage Ti-Ni en phase austénitique, une chute de température peut donner naissance à deux phases: la martensite et la phase R. La transformation  $B2 \rightarrow R$  a été appelée prémartensitique, avant que cette phase R ne soit mise en évidence. Il semble aujourd'hui qu'il s'agisse d'une transformation à part entière, c'est ce qui a été montré par Michal et col <sup>/12.15/</sup>.

La phase R est facilement observable sur les alliages TiNiFe, TiNiCu, TiNiAl <sup>/16.17/</sup> et les alliages TiNi de composition proche de la composition équiatomique, ayant subi un traitement d'ordonnement tel qu'un vieillissement <sup>/18.19/</sup> ou un cyclage thermique <sup>/20.21/</sup>. L'existence de la phase R dépend de plusieurs paramètres tels que la composition chimique des alliages,

leur traitement thermique. Récemment Goubaa et col<sup>/22/</sup> ont essayé de clarifier la possibilité de détecter la phase R dans les alliages TiNi, TiNiCu et TiNiCo par plusieurs méthodes expérimentales telles que la microscopie électronique à transmission, la diffraction de rayon X, et la DSC. Ils ont conclu que la phase R se produit et sa détection dépend d'une part, de la technique expérimentale utilisée, et d'autre part, de la possibilité de confusion entre la phase R et la phase martensitique.

Du fait du dédoublement de certains pics de diffraction, il est généralement admis que la phase R apparaît avec une structure rhomboédrique<sup>/5,23/</sup> dont les paramètres de maille sont  $a = 0.903 \text{ nm}$  et  $\alpha = 89.3^\circ$ . Cette structure correspond à la structure  $B_2$  distordue.

D'après Goo et Sinclair<sup>/16/</sup>, la phase R présente une symétrie rhomboédrique, de groupe d'espace  $P3_m$ , et une maille élémentaire hexagonale de paramètres:  $a_R = 0.738 \text{ nm}$  et  $c_R = 0.532 \text{ nm}$ . Les relations d'orientation entre la phase R et la phase mère  $B_2$  sont:

$$(111)B_2 // (0001)R \quad [-211]B_2 // [2-1-10]R$$

D'autres auteurs<sup>/24/</sup> donnent la relation d'orientation suivante:

$$(110)B_2 // (100)R \quad [1-11]B_2 // [001]R$$

la maille de la phase R étant choisie rhomboédrique.

Il a récemment été rapporté par Zhao et col<sup>/25/</sup> que, parallèlement à la transformation en phase R, pouvait avoir lieu une transformation produisant une phase appelée R' dont la structure cristallographique est triclinique de paramètres:  $a = 0.727 \text{ nm}$ ,  $b = 0.889 \text{ nm}$ ,  $c = 0.919 \text{ nm}$ ,  $\alpha = 110.3^\circ$ ,  $\beta = 95.3^\circ$  et  $\gamma = 114.0^\circ$ . Celle-ci n'a fait l'objet que de très peu d'analyses.

### I.2.2-2/ Transformation martensitique

A la suite de la transformation  $B_2 \rightarrow R$  ou directement à partir de la phase mère  $B_2$ , il apparaît au cours du refroidissement, à la température  $M_s$ , une transformation martensitique caractérisée par:

1/ un changement morphologique,

2/ une décroissance de résistivité électrique,

3/ un changement dans le diagramme de diffraction X ou électronique avec réduction de l'intensité, puis disparition totale de la raie (doublet) de diffraction associée au plan  $(110)B_2$  de l'austénite, et l'apparition de nouvelles raies de réflexions <sup>/6.26/</sup>.

En 1971, Otsuka et col<sup>/5/</sup> d'une part, Hehemann et col<sup>/27/</sup> d'autre part ont déterminé une structure de la phase martensitique d'un alliage Ti-Ni équiatomique comme étant orthorombique de type B19 légèrement distordue, ou encore (B'19) de maille monoclinique, avec "shuffle". Ces auteurs donnent les mêmes paramètres de réseau. La différence entre les deux résultats réside dans une variation de la direction et du plan du "shuffle" par rapport à l'angle monoclinique; par conséquent, les structures appartiennent à deux groupes d'espace différents  $P2_1/m$  et  $P2/c$ . Toutes les deux sont également incohérentes avec des réflexions de réseau observées qui sont normalement interdites.

En 1981, Michal et Sinclair<sup>/28/</sup> tiennent compte de ces réflexions interdites et grâce à une analyse plus détaillée, ces auteurs aboutissent à la structure B'19 avec les mêmes paramètres que les investigateurs précédents. En plus ils confirment le groupe d'espace  $P2_1/m$  rapporté par Hehemann et col.

Deux ans plus tard, Buhner et col<sup>/29/</sup>, confirment la nature  $P2_1/m$  du groupe d'espace à l'aide de diffraction des neutrons. En 1985, Kudoh et col<sup>/30/</sup> ont utilisés la diffraction de rayon X sur des monocristaux d'un alliage Ti-Ni 50,8%; ils ont trouvé la même structure B'19 ainsi que le même groupe d'espace

$P2_1/m$  ( tableau I. 1) mais avec des coordonnées atomiques différentes de celles de Michal et col, voir tableau I. 2.

| Paramètres          | H.S (1)  | MS (2)   | OTS (3) | KTMO(4)  |
|---------------------|----------|----------|---------|----------|
| a (Å)               | 2.883    | 2.885    | 2.889   | 2.898    |
| b (Å)               | 4.623    | 4.622    | 4.120   | 4.108    |
| c (Å)               | " 4.117  | 4.120    | 4.622   | 4.646    |
| $\beta$ (°)         |          |          | 96.8    | 97.78    |
| $\gamma$ (°)        | 96.8     | 96.8     |         |          |
| Nombre d'at./maille | 4        | 4        | 4       | 4        |
| Groupe d'espace     | $P2_1/m$ | $P2_1/m$ | $P2/c$  | $P2_1/m$ |

(1) Hehmann et Sandrock (1971).

(2) Michal et Sinclair (1981).

(3) Otsuka, Swamura et Shimizu (1971).

(4) Kudoh, Tokonami, Miyazaki et Otsuka (1985).

**Tableau I.1:** comparaison des données cristallographiques du Ti-Ni martensitique <sup>/30/</sup>

/Michal et Sinclair / Kudoh et col /

|    |   |       |        |
|----|---|-------|--------|
| Ti | X | 0     | 0      |
|    | Y | 0     | 0      |
|    | Z | 0     | 0      |
| Ti | X | 0.055 | 0.1648 |
|    | Y | 0.5   | 0.5    |
|    | Z | 0.558 | 0.5672 |
| Ni | X | 0.58  | 0.6196 |
|    | Y | 0     | 0      |
|    | Z | 0.472 | 0.4588 |
| Ni | X | 0.475 | 0.5452 |
|    | Y | 0.5   | 0.5    |
|    | Z | 0.086 | 0.1084 |

**Tableau I.2:** Coordonnées conventionnelles des atomes

Le cristal monoclinique dont les paramètres de maille ont été déterminés par Otsuka est largement accepté comme structure standard pour la martensite (fig.I. 10).

La figure I. 11 montre une configuration atomique dans une maille conventionnelle vus dans la direction  $[010]_M$ . Dans cette direction, les atomes de Ti et Ni sont empilés suivant deux couches. Selon cette direction, nous ne pouvons pas trouver de plans compacts d'atomes. En d'autres termes, la structure de la martensite n'est pas un empilement de plans compacts bidimensionnels de structure ordonnée, mais plutôt une structure compacte tridimensionnelle<sup>/30/</sup>.

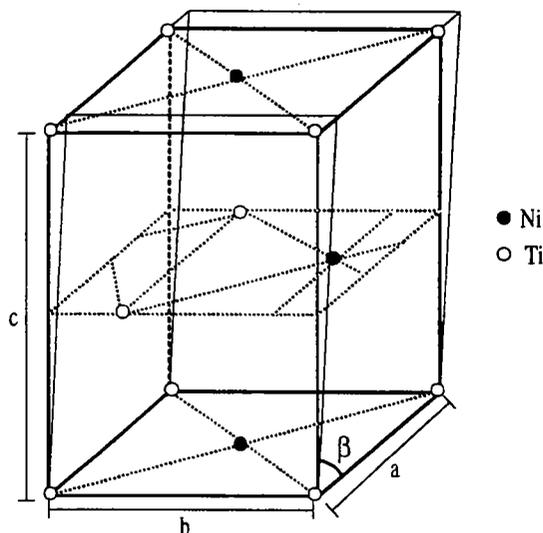


Figure I. 10: Structure cristalline de la martensite dans un l'alliage Ti-Ni

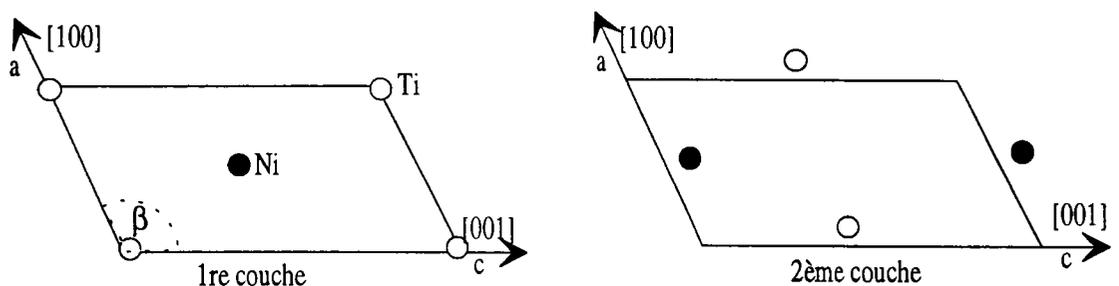


Figure I. 11: Configuration atomique dans une maille conventionnelle vue dans la direction  $[010]_M$ <sup>/30/</sup>.

#### I.2.2-4/Formation de la martensite

Le mécanisme de formation de la phase martensitique, a été décrit<sup>/12.33/</sup>. Il se décompose en trois grandes étapes (qui ne représentent pas forcément les mouvements physiques des atomes):

\* Un cisaillement homogène sur les plans  $\{112\}_{B_2}$  dans les directions  $\langle 111 \rangle_{B_2}$  qui transforme le réseau cubique centré en un réseau plus compact. Cette première étape aboutit à une structure dont le paramètre "a" est réduit, le paramètre "b" augmenté et un des angles devient supérieur à  $90^\circ$ .

\* Un "shuffle" planaire alterné (homogène) des plans équivalents  $(110)_{B_2}$  dans les directions  $\pm [1\bar{1}0]_{B_2}$ . Cette étape aboutit à la structure monoclinique en amenant une contraction selon l'axe "c".

\* Une légère réorganisation des atomes au sein de la maille qui est équivalente à un "shuffle" dans le plan  $(010)_M$  dans la direction  $[100]_M$ .

#### I.2.2-5/ Relation d'orientation entre l'austénite et la martensite

Depuis ces travaux, la structure de la martensite est relativement bien connue. Elle est identifiée comme étant de type B'19. Les relations d'orientation entre la phase mère  $B_2$  et la martensite ont été déterminées aussi par les auteurs précédents<sup>/5.24.33/</sup> à partir des clichés de diffraction électronique. Otsuka et col<sup>/5/</sup> ont trouvé les relations d'orientations suivantes:

$$\begin{aligned} [1-10]_M // \langle 111 \rangle_{B_2} \\ (001)_M // \{101\}_{B_2} \quad \text{à } 6.5^\circ \text{ près.} \end{aligned}$$

De la même manière, Mohamed<sup>/34/</sup> a donné les relations d'orientations suivantes:

$$\begin{aligned} [101]_M // \langle 111 \rangle_{B_2} \\ (010)_M // \{110\}_{B_2} \end{aligned}$$

## **I.2 3/ Microstructure et morphologie**

### **I.2.3-1/ Microstructure et morphologie de la phase R**

Les alliages Ti-Ni montrent une autre transformation de phase (phase R) comme nous l'avons mentionné précédemment. Cette phase R possède les caractéristiques d'une martensite. D'après C. M. Wayman<sup>/13/</sup>, elle a une morphologie quadruple, comportant quatre variantes qui se forment ensemble de manière auto-accomodante, et qui sont distribuées symétriquement autour des pôles {001} de l'austénite. Si la transformation est induite thermiquement sans l'application d'une contrainte d'origine mécanique, un arrangement constitué de 12 variantes de quatre types de phase R se forme (voir tableau I. 3). Cet arrangement ne produit aucun changement de forme macroscopique, ce qui indique qu'il y a auto accommodation parfaite de ces variantes<sup>/31/</sup>.

Selon ces auteurs, ces quatre variantes sont reliées par des relations de maillage, (voir tableau I. 4). Comme dans le cas de la martensite la phase R peut, dans une moindre mesure, accommoder une déformation et donner lieu à un effet mémoire. La figure I. 12 présente un exemple de morphologie auto-accomodante de la phase R.

|          |                 |                 |                 |
|----------|-----------------|-----------------|-----------------|
| Variante | $[100]_R$       | $[010]_R$       | $[001]_R$       |
| A        | $[\bar{1}00]_A$ | $[001]_A$       | $[010]_A$       |
| B        | $[100]_A$       | $[010]_A$       | $[001]_A$       |
| C        | $[\bar{1}00]_A$ | $[0\bar{1}0]_A$ | $[001]_A$       |
| D        | $[\bar{1}00]_A$ | $[010]_A$       | $[00\bar{1}]_A$ |

u.

Tableau I. 3: Les quatre variantes de la phase R <sup>/31/</sup>

| Type de maillage composé | K1            | $\eta_1$      | K2                  | $\eta_2$      | s      |
|--------------------------|---------------|---------------|---------------------|---------------|--------|
|                          | (011)         | $[100]$       | (100)               | $[100]$       | 0.0265 |
|                          | $(\bar{1}00)$ | $[\bar{1}00]$ | $(0\bar{1}\bar{1})$ | $[\bar{1}00]$ |        |

Tableau I. 4: Modes de maillage observés dans la phase R <sup>/31/</sup>

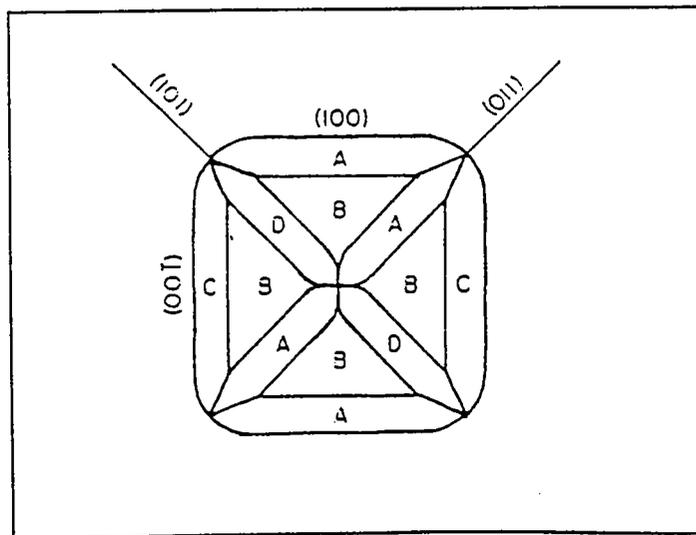


Figure I. 12: Groupe auto-accomodant dans la phase R <sup>/31/</sup>

### I.2.3-2/ Microstructure et morphologie de la martensite.

La structure cristalline de la phase martensitique est considérée comme une distorsion monoclinique de la structure orthorhombique B19 (AuCd), avec maillage interne. L'identification des modes de maillage dans l'alliage Ti-Ni a été étudiée par plusieurs auteurs à l'aide de la diffraction des électrons et du microscope électronique. Otsuka et col<sup>/26/</sup> ont trouvé le maillage de type I  $\{ \bar{1} \bar{1} 1 \}$  et des fautes d'empilement sur le plan basal. Dans le maillage type I, le plan  $K_1$  et la direction  $\eta_1$  sont représentés par des indices rationnels et les deux cristaux maclés se déduisent l'un de l'autre par une symétrie miroir par rapport au plan  $K_1$ .

Knowles et Smith<sup>/33/</sup> ont observé le mode de maillage type II  $\langle 011 \rangle$ , et peu fréquemment le maillage (001), mais il n'ont pas observé le maillage  $\{ \bar{1} \bar{1} 1 \}$ . Dans le maillage type II  $\langle 011 \rangle$  le plan  $K_2$  et la direction  $\eta_2$  sont représentés par des indices rationnels et les deux cristaux maclés sont reliés par une rotation de  $\pi$  autour de l'axe  $\eta_1$ . Des calculs effectués par ces auteurs en utilisant la théorie phénoménologique de Liebermann, Wechler et Read concernant le cisaillement à réseau invariant des trois types de maillage ( type I, type II et le maillage (001) ) montrent que le maillage (001) ne peut pas produire un cisaillement à réseau invariant. Le tableau I. 5 résume tous les modes de maillages observés dans l'alliage Ti-Ni. Du fait de la symétrie monoclinique, les maillages  $(\bar{1} \bar{1} 1)$  et (111) ne sont pas équivalents. Ceci est confirmé par les valeurs de cisaillement S qui figurent dans le tableau I. 5.

| Type de maillage                       | K1                     | $\eta_1$                  | K2                        | $\eta_2$               | s     | sol* | Ref |
|--|------------------------|---------------------------|---------------------------|------------------------|-------|------|-----|
| $\{\bar{1}\bar{1}1\}$<br>Type I        | $(\bar{1}\bar{1}1)$    | $[0.54 \ 0.45 \ 1]$       | $(0.24 \ 0.50 \ 1)$       | $[\bar{2}\bar{1}1]$    | 0.309 | oui  | 33  |
|  | $(\bar{1}11)$          | $[0.54 \ 0.45 \ 1]$       | $(0.24 \ 0.50 \ 1)$       | $[\bar{2} \ 1 \ 1]$    | 0.309 | oui  | 33  |
| $\{1 \ 1 \ 1\}$<br>Type I              | $(111)$                | $[\bar{1}.51 \ 0.51 \ 1]$ | $(\bar{0}.66 \ 0.33 \ 1)$ | $[2 \ 1 \ 1]$          | 0.142 | non  | 36  |
|  | $(1\bar{1}1)$          | $[\bar{1}.51 \ 0.51 \ 1]$ | $(\bar{0}.66 \ 0.33 \ 1)$ | $[\bar{2} \ 1 \ 1]$    | 0.142 | non  | 36  |
| $\{0 \ 1 \ 1\}$<br>Type I              | $(011)$                | $[1.57 \ 1 \ \bar{1}]$    | $(0.72 \ 1 \ \bar{1})$    | $[0 \ 1 \ 1]$          | 0.28  | oui  |     |
|  | $(0\bar{1}1)$          | $[\bar{1}.57 \ 1 \ 1]$    | $(\bar{0}.72 \ 1 \ 1)$    | $[0 \ 1 \ \bar{1}]$    | 0.28  | oui  |     |
| $\langle 0 \ 1 \ 1 \rangle$<br>Type II | $(0.72 \ 1 \ \bar{1})$ | $[011]$                   | $(0 \ 1 \ 1)$             | $[1.75 \ 1 \ \bar{1}]$ | 0.28  | oui  | 33  |
|  | $(\bar{0}.72 \ 1 \ 1)$ | $[01\bar{1}]$             | $(0 \ 1 \ \bar{1})$       | $[\bar{1}.57 \ 1 \ 1]$ | 0.28  | oui  | 33  |
| composé                                | $(001)$                | $[100]$                   | $(1 \ 0 \ 0)$             | $[0 \ 0 \ 1]$          | 0.23  | non  | 33  |
|  | $(100)$                | $[001]$                   | $(0 \ 0 \ 1)$             | $[1 \ 0 \ 0]$          | 0.23  | non  | 35  |

\*La solution existe par le calcul théorique phénoménologique.

Tableau I. 5: Modes de maillage observés dans la martensite<sup>/35/</sup>

| Variante       | $[100] M$      | $[010] M$            | $[001] M$            |
|----------------|----------------|----------------------|----------------------|
| 1              | $[100]A$       | $[011]A$             | $[0\bar{1}1]A$       |
| 1'             | $[\bar{1}00]A$ | $[0\bar{1}\bar{1}]A$ | $[0\bar{1}1]A$       |
| 2              | $[100]A$       | $[0\bar{1}1]A$       | $[0\bar{1}\bar{1}]A$ |
| 2'             | $[\bar{1}00]A$ | $[01\bar{1}]A$       | $[0\bar{1}\bar{1}]A$ |
| 3              | $[010]A$       | $[101]A$             | $[10\bar{1}]A$       |
| 3'             | $[0\bar{1}0]A$ | $[\bar{1}0\bar{1}]A$ | $[10\bar{1}]A$       |
| 4              | $[010]A$       | $[10\bar{1}]A$       | $[\bar{1}0\bar{1}]A$ |
| 4'             | $[0\bar{1}0]A$ | $[\bar{1}01]A$       | $[\bar{1}0\bar{1}]A$ |
| 5              | $[001]A$       | $[110]A$             | $[\bar{1}10]A$       |
| 5'             | $[00\bar{1}]A$ | $[\bar{1}\bar{1}0]A$ | $[\bar{1}10]A$       |
| 6              | $[001]A$       | $[\bar{1}\bar{1}0]A$ | $[\bar{1}\bar{1}0]A$ |
| 6'             | $[00\bar{1}]A$ | $[1\bar{1}0]A$       | $[\bar{1}\bar{1}0]A$ |
| Désorientation | 1.42°          | 1.12°                | 8.23°                |

Tableau I. 6: Relations d'orientation entre l'austénite et 12 variantes de la martensite<sup>/36/</sup>.

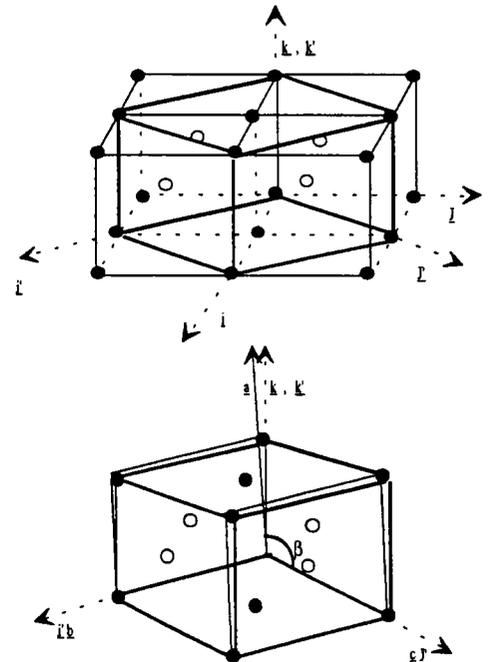


Figure I. 13: réseau qui correspond à la variante 6'

La différence de symétrie qui existe entre la phase mère et la phase martensitique montre qu'il existe 12 manières d'orienter les deux réseaux l'un par rapport à l'autre (figure I. 13), c'est à dire, 12 variantes de martensite (voir tableau I. 6 ). La notation utilisée dans le tableau est celle introduite par Matsumoto et col<sup>/36/</sup> et elle est telle que les variantes  $x$  et  $x'$  possèdent des distorsions monocliniques opposées ce qui permet de mettre en évidence leur symétrie miroir selon les plans de maillage  $(001)_M^u$  ou  $(100)_M$ .

Les calculs théoriques phénoménologiques effectués par ces auteurs<sup>/36.33.37.38/</sup> montrent que le cisaillement à réseau invariant dans la transformation en question est un maillage de type  $\Pi$   $\langle 011 \rangle$  puisqu'il permet de prévoir les indices des plans d'habitat entre l'austénite et la martensite. Ce sont les résultats de ces calculs qui sont présentés dans le tableau I. 7 .

Lorsque la martensite se forme par simple refroidissement, les plaquettes de martensite ont tendance à se regrouper de façon à accommoder leurs déformations mutuelles. Ce regroupement donne naissance à une structure auto-accomodante, c'est-à-dire que la déformation macroscopique de l'échantillon est nulle. Le mécanisme d'auto-accomodation associé à la transformation martensitique dans les alliages à mémoire de forme Ti-Ni a été expliqué récemment<sup>/37/</sup> en utilisant des monocristaux. Ces auteurs ont montré comment le regroupement de trois variantes de martensite, peut conduire à la minimisation de la déformation induite par la transformation tout en assurant des jonctions cristallographiques raisonnables entre ces variantes. On assiste alors à la formation de morphologies triangulaires bien définie consistant en trois variantes de martensite (voir figure I. 14). Ces trois variantes forment des groupes de plaquettes rassemblés autour des pôles  $\{100\}_{B2}$  de l'austénite. La figure I. 15 présente une projection stéréographique de l'austénite où sont reportés les pôles des plans d'habitat, pour les 24 variantes dans un monocristal ce qui permet de situer les plaquettes pouvant former des groupes auto-accomodants.

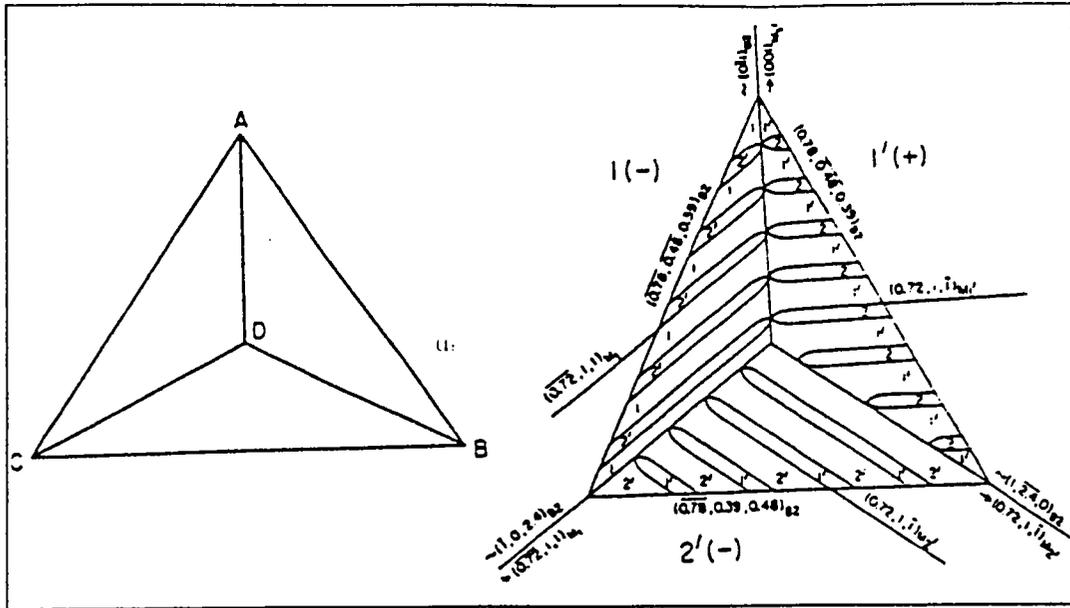


Figure I. 14: Exemple de groupe auto-accommodant

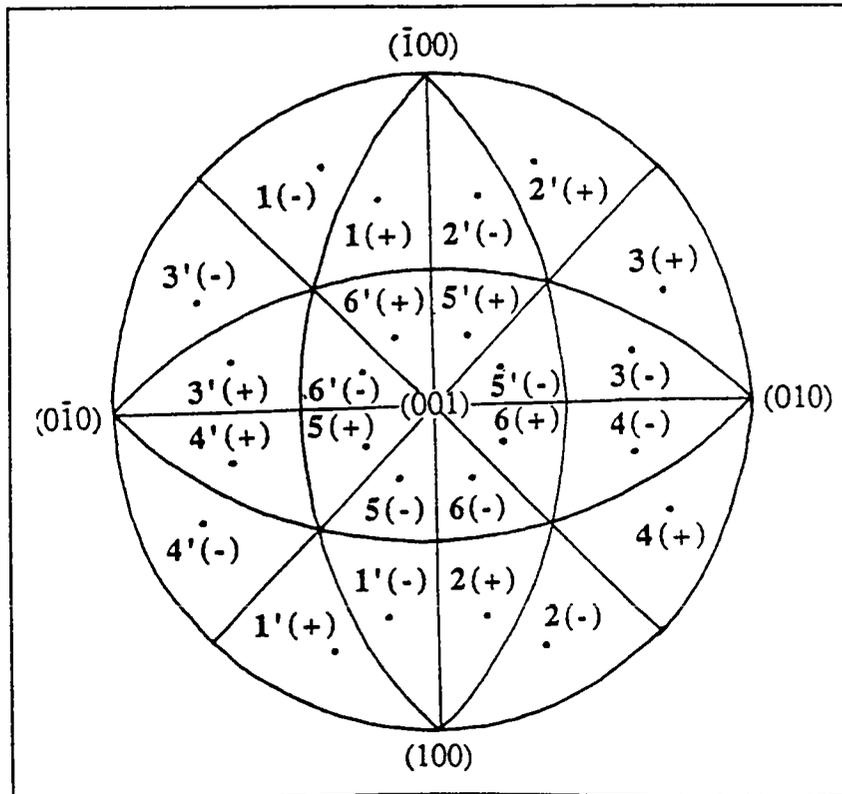


Figure I. 15: Plaquettes de martensite et groupe auto-accommodant

| Plaquettes de martensite | Plan d'habitat  | Direction de la déformation                               |
|--------------------------|---|---|
| 1(+)                     | $(\overline{0.8888} \overline{0.2152} \overline{0.4044})$ | $[\overline{0.4315} \overline{0.7574} \overline{0.4874}]$ |
| 1(-)                     | $(\overline{0.8888} \overline{0.4044} \overline{0.2152})$ | $[\overline{0.4315} \overline{0.4874} \overline{0.7574}]$ |
| 1'(+) <sup>u:</sup>      | $(\overline{0.8888} \overline{0.4044} \overline{0.2152})$ | $[\overline{0.4315} \overline{0.4874} \overline{0.7574}]$ |
| 1'(-)                    | $(\overline{0.8888} \overline{0.2152} \overline{0.4044})$ | $[\overline{0.4315} \overline{0.7574} \overline{0.4874}]$ |
| 2(+)                     | $(\overline{0.8888} \overline{0.2152} \overline{0.4044})$ | $[\overline{0.4315} \overline{0.7574} \overline{0.4874}]$ |
| 2(-)                     | $(\overline{0.8888} \overline{0.4044} \overline{0.2152})$ | $[\overline{0.4315} \overline{0.4874} \overline{0.7574}]$ |
| 2'(+) <sup>u:</sup>      | $(\overline{0.8888} \overline{0.4044} \overline{0.2152})$ | $[\overline{0.4315} \overline{0.4874} \overline{0.7574}]$ |
| 2'(-)                    | $(\overline{0.8888} \overline{0.2152} \overline{0.4044})$ | $[\overline{0.4315} \overline{0.7574} \overline{0.4874}]$ |
| 3(+)                     | $(\overline{0.4044} \overline{0.8888} \overline{0.2152})$ | $[\overline{0.4874} \overline{0.4315} \overline{0.7574}]$ |
| 3(-)                     | $(\overline{0.2152} \overline{0.8888} \overline{0.4044})$ | $[\overline{0.7574} \overline{0.4315} \overline{0.4874}]$ |
| 3'(+) <sup>u:</sup>      | $(\overline{0.2152} \overline{0.8888} \overline{0.4044})$ | $[\overline{0.7574} \overline{0.4315} \overline{0.4874}]$ |
| 3'(-)                    | $(\overline{0.4044} \overline{0.8888} \overline{0.2152})$ | $[\overline{0.4874} \overline{0.4315} \overline{0.7574}]$ |
| 4(+)                     | $(\overline{0.4044} \overline{0.8888} \overline{0.2152})$ | $[\overline{0.4874} \overline{0.4315} \overline{0.7574}]$ |
| 4(-)                     | $(\overline{0.2152} \overline{0.8888} \overline{0.4044})$ | $[\overline{0.7574} \overline{0.4315} \overline{0.4874}]$ |
| 4'(+) <sup>u:</sup>      | $(\overline{0.2152} \overline{0.8888} \overline{0.4044})$ | $[\overline{0.7574} \overline{0.4315} \overline{0.4874}]$ |
| 4'(-)                    | $(\overline{0.4044} \overline{0.8888} \overline{0.2152})$ | $[\overline{0.4874} \overline{0.4315} \overline{0.7574}]$ |
| 5(+)                     | $(\overline{0.2152} \overline{0.4044} \overline{0.8888})$ | $[\overline{0.7574} \overline{0.4874} \overline{0.4315}]$ |
| 5(-)                     | $(\overline{0.4044} \overline{0.2152} \overline{0.8888})$ | $[\overline{0.4874} \overline{0.7574} \overline{0.4315}]$ |
| 5'(+) <sup>u:</sup>      | $(\overline{0.4044} \overline{0.2152} \overline{0.8888})$ | $[\overline{0.4874} \overline{0.7574} \overline{0.4315}]$ |
| 5'(-)                    | $(\overline{0.2152} \overline{0.4044} \overline{0.8888})$ | $[\overline{0.7574} \overline{0.4874} \overline{0.4315}]$ |
| 6(+)                     | $(\overline{0.2152} \overline{0.4044} \overline{0.8888})$ | $[\overline{0.7574} \overline{0.4874} \overline{0.4315}]$ |
| 6(-)                     | $(\overline{0.4044} \overline{0.2152} \overline{0.8888})$ | $[\overline{0.4874} \overline{0.7574} \overline{0.4315}]$ |
| 6'(+) <sup>u:</sup>      | $(\overline{0.4044} \overline{0.2152} \overline{0.8888})$ | $[\overline{0.4874} \overline{0.7574} \overline{0.4315}]$ |
| 6'(-)                    | $(\overline{0.2152} \overline{0.4044} \overline{0.8888})$ | $[\overline{0.7574} \overline{0.4874} \overline{0.4315}]$ |

Tableau I. 7: Les 24 plaquettes de martensite <sup>137/</sup>

#### I.2.4/ Comportement mécanique

Les études des propriétés mécaniques des alliages Ti-Ni ont couvert un large domaine de recherche, notamment en ce qui concerne le comportement associé à la transformation martensitique en phase R, la transformation martensitique induite ainsi que la réorientation des variantes<sup>/39.40.41.42/</sup>, et la déformation maximale recouvrable par effet mémoire simple.

La déformation des<sup>u</sup> alliages Ti-Ni peut se produire soit par transformation induite sous contrainte en phase R ou en phase martensitique, soit par réorientation des variantes de phase R ou de martensite. La transformation induite ou la réorientation des variantes provoquent une déformation qui est recouvrable lors de la décharge ou lors d'un chauffage.

Le matériau se trouve en phase martensitique si la température est inférieure à  $M_F$ . Dans cet état, les variantes de martensite s'arrangent de façon auto-accommodante.

La mise sous contrainte d'une telle structure provoque la réorientation de la martensite de façon à accommoder la déformation imposée; la structure déformée ainsi créée, qui se maintient après la décharge peut être totalement détruite par un simple chauffage pendant lequel le matériau retrouve son état austénitique: c'est l'effet mémoire simple. Les mécanismes de déformation qui permettent de réorienter cette martensite sont multiples dans les alliages Ti-Ni et cette déformation peut se produire par:

- \* un mouvement des plans de maillage qui séparent les deux variantes d'une même plaquette, ce qui peut éventuellement conduire à un "démaillage" et un "remaillage" par une variante différente de celle qui l'a précédée.

- \* le mouvement des plans d'interface entre plaquettes de martensite qui permet à la mieux orientée d'entre elles de croître aux dépens des plaquettes les moins orientées vis à vis de la déformation à accommoder.

### I.2.5/ Anisotropie de l'effet mémoire de forme

L'effet mémoire de forme lié à la transformation martensitique dans le Ti-Ni proche de l'équiatomique est connu depuis plusieurs décennies. La relation d'orientation définie entre le réseau cristallin de l'austénite et de la martensite conduit au fait que l'effet mémoire de forme (EMF) est dépendant de la direction de sollicitation. L'EMF d'un matériau polycristallin doit donc être relié à la texture, cependant le nombre d'actuels de publications sur les textures et l'anisotropie de l'EMF d'un alliage Ti-Ni polycristallin est limité. De Lang et col<sup>/43/</sup> ont trouvé différentes textures après tension ou compression de tôles laminées à ou après flexion de tôles, et ils ont relié l'apparition de ces différentes textures à une sélection préférentielle des variantes de martensite. Monasevich et col<sup>/44/</sup> ont trouvé que la texture de tôle de Ti-Ni laminée à chaud est  $\{112\}\langle 1\bar{1}0\rangle B2$  et ils ont mesuré l'anisotropie de déformation. Euck et Hirsch<sup>/45.46/</sup> ont rapporté qu'une déformation dans la direction de laminage d'une tôle laminée à chaud ayant la texture  $\{110\}\langle 1\bar{1}0\rangle B2$  peut conduire à un matériau favorable à l'effet mémoire de forme.

Le maximum de déformation récupérable pour un monocristal peut être prédit théoriquement<sup>/47/</sup>. Pour l'alliage Ti-Ni proche de l'équiatomique les valeurs prédites sont: l'allongement récupérable est plus grand le long de la direction  $[233]$  ou il est de 10.7%, l'allongement récupérable est de 9.8% le long de  $[111]$ , de 8.4% le long de  $[011]$  et de 2.7% le long de  $[011]$ . Ces valeurs prédites ont été confirmées par des essais de traction en utilisant des monocristaux comme échantillons<sup>/48.49/</sup>.

Ces auteurs montrent que l'anisotropie propre de l'EMF dans le Ti-Ni est important, la déformation à mémoire de forme en traction varie d'un facteur de 3.9 en fonction de la direction cristallographique.

### **I.3/ Conclusion**

A partir d'une étude purement bibliographique, nous avons décrit au cours de la première partie de ce chapitre les propriétés principales de la transformation martensitique ainsi que le comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme. La deuxième partie de ce chapitre décrit la transformation martensitique dans les alliages à mémoire de forme Ti-Ni, les phases qui se forment, leur structures ainsi que leur morphologie. Dans la dernière partie de ce chapitre, nous avons présenté le comportement mécanique de cet alliage et enfin l'anisotropie de l'effet mémoire de forme.

## **Chapitre II**

# **Caractérisation par rayons X des états austénitiques et martensitiques de l'alliage TiNi**

### **II.1 / Introduction**

### **II.2 / Mise en forme de l'échantillon**

### **II.3 / Etude préliminaire**

II.3.1 / Phase martensitique

II.3.2 / Phase austénitique

II.3.3 / Conclusion

### **II.4 / Mesure de la texture**

II.4.1/ état austénitique ( $T_A$ )

II.4.2/ état martensitique ( $T_M$ )

II.4.3/ martensite réorientée ( $T_{Mré}$ )

II.4.4/ martensite orientée à partir de l'austénite ( $T_{Mo}$ )

II.4.5/ Martensite orientée par différentes contraintes

### **II.5/ Figures de pôles de l'austénite issue de la martensite orientée**

### **II.6/ Conclusions**

## II / Caractérisation par rayons X des états austénitiques et martensitiques de l'alliage Ti-Ni

### II.1/ Introduction

La diffraction des rayons X est une méthode d'analyse non destructive et sans influence sur le processus de la transformation martensitique. L'échantillon n'est soumis ni à une contrainte ni à un important apport de chaleur de la part des rayons X. Cette technique permet une caractérisation des phases présentes ainsi que de leur texture. L'utilisation de la technique des rayons X appliquée aux diffractogrammes et figures de pôles est rappelée en annexe.

Ce chapitre sera consacré à l'étude expérimentale de la texture d'un échantillon polycristallin d'un alliage à mémoire de forme Ti-Ni de composition quasi-équiatomique, dans les états suivants représentés sur la figure II. 1:

$T_A$  : état austénitique

$T_{Mt}$  : martensite induite thermiquement

$T_{Mré}$  : martensite réorientée ( charge et décharge à l'état martensitique)

$T_{Mo}$  : martensite orientée ( refroidissement sous charge constante à partir de l'état austénitique) pour différentes valeurs de contraintes.

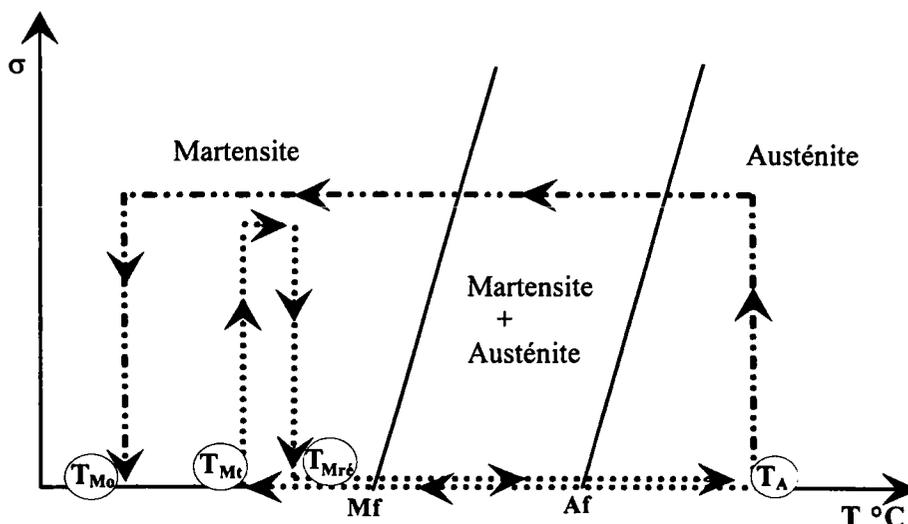


Figure II. 1: Les points de mesure sur le diagramme ( $\sigma$ , T)

Pour commencer, nous présentons le procédé de mise en forme de l'échantillon suivi d'une étude préliminaire permettant la caractérisation des deux phases.

## II.2/ Mise en forme de l'échantillon

L'échantillon est initialement sous forme d'une barre circulaire de diamètre 6.5 mm. Pour obtenir une éprouvette de traction plane facile à étudier aux rayons X, nous laminons à froid le barreau selon sa direction axiale, en changeant le sens d'introduction du barreau mais sans changer l'écartement des rouleaux. Après ces deux passes, l'échantillon est recuit à 900°C pendant 10 minutes pour réarranger les dislocations introduites au cours du laminage. On recommence de tels cycles ( laminage - recuit ) jusqu'à obtenir une épaisseur de 0.8 mm. On fait un décapage chimique pour enlever la pellicule d'oxyde qui s'est formée pendant le recuit. En cours d'opération, il n'est pas nécessaire de décapier, la pellicule d'oxyde se brise au cours du laminage.

La solution de décapage est composée de 1/3 d'acide fluorhydrique et 2/3 d'acide nitrique en volume.

La tôle est ensuite usinée sous forme d'éprouvettes planes de traction classiques (fig. II. 2). Nous tirons deux éprouvettes pour lesquelles le sens long est parallèle à la direction de laminage.

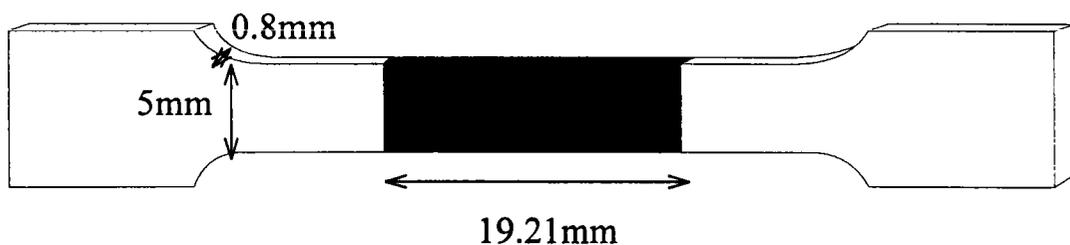


Figure II. 2: Forme et dimensions des éprouvettes utilisées.

### II.3/ Etude préliminaire

Une étude préliminaire de spectre de diffraction a été faite sur un échantillon issu de la même barre, de dimension 20\*8\*0.8 mm.

Tous les spectres de diffraction sont effectués dans les mêmes conditions expérimentales. Nous utilisons le tube à anticathode de fer ( $\lambda = 1.9373 \text{ \AA}$ ) avec un balayage de l'ensemble des orientations possibles de l'échantillon. Nous effectuons donc des diffractogrammes "intégrés" c'est à dire en sommant les intensités diffractées au cours des deux mouvements de rotation (déclinaison de 0 à 70°, rotation azimutale de 0 à 360°).

L'échantillon a été recuit à 900°C pendant 10 mn sous atmosphère d'argon, trempé à l'eau puis à l'azote liquide. Il est ensuite chauffé à l'air libre jusqu'à retour à la température ambiante. Le but est d'obtenir 100% de martensite à cette température. La figure II. 3 montre le spectre (a) mesuré dans cet état de l'échantillon. Il révèle la présence des raies les plus intenses de l'austénite  $(110)_A$ ,  $(200)_A$  et  $(211)_A$ . Elles sont situées respectivement aux angles 54.14°, 80.53° et 104,16° en 2  $\theta$ . Conformément aux données de la fiche ASTM de l'austénite (18-0899), le pic  $\{110\}_A$  est le plus intense et les pics  $\{200\}_A$  et  $\{211\}_A$  correspondent respectivement à 40 et 60% du pic le plus intense. Aucune autre raie de diffraction n'est présente sur le spectre. Le matériau est donc dans un état totalement austénitique (fig. II. 3-a).

De nombreux auteurs relèvent, sans s'y attarder, la persistance, même au dessous de  $M_f$  d'une certaine quantité d'austénite. s'il est souvent constaté, le phénomène de stabilisation de l'austénite est assez mal compris. Il a été montré par Goubaa <sup>/50/</sup> que ce phénomène se produit après mise en forme et traitement thermique et par Hanaki et col <sup>/51/</sup> que plus la température du traitement thermique consécutif à la mise en forme est élevée plus ce phénomène est important.

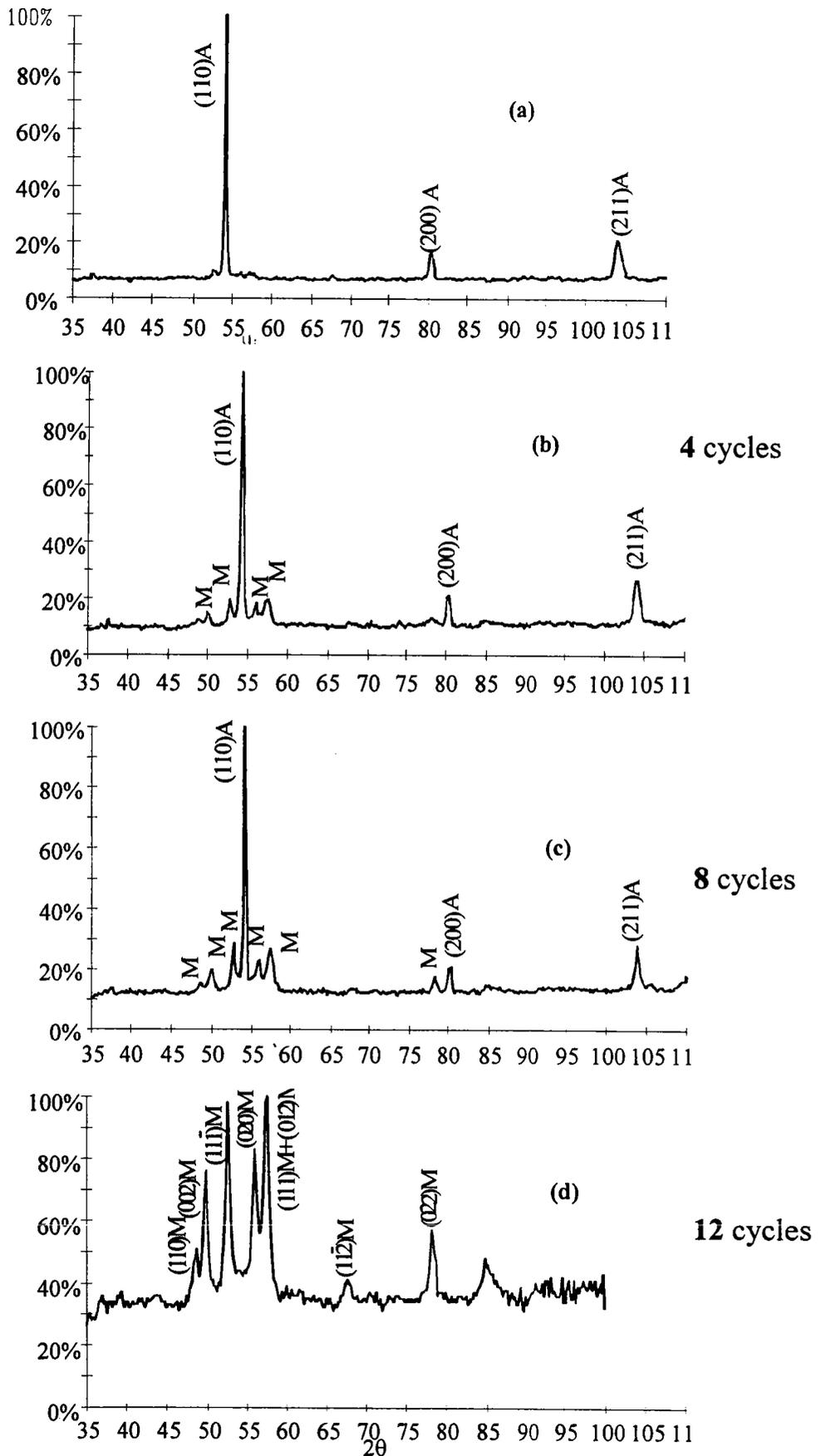


Figure II. 3: Spectres de diffraction en fonction du nombre de cycle

Pour obtenir un état totalement martensitique, il nous a fallu refroidir l'échantillon au-dessous de  $M_f$  et maintenir cette température, en particulier en cours de mesure sur le goniomètre. N'ayant ni plaque refroidissante à effet Peltier ou à gaz froid, nous avons dû trouver une autre solution. Nous avons eu l'idée d'effectuer sur l'échantillon des cycles thermiques (chauffage-refroidissement) entre  $150^\circ\text{C}$  et  $-169^\circ\text{C}$ . Les paragraphes suivants expliquent comment nous avons procédé. <sup>11</sup>

### II.3.1/ Phase martensitique

La figure II. 3-b présente le spectre de diffraction obtenu sur le même échantillon, après 4 cycles thermiques (chauffage-refroidissement) entre  $150^\circ\text{C}$  et la température de l'azote liquide. Ce spectre de diffraction, réalisé à température ambiante, montre toujours la présence des pics les plus intenses de l'austénite, et la naissance très nette des raies de la martensite situées au voisinage des pics  $(110)_A$ , et  $(200)_A$ .

L'analyse des raies de diffraction des deux phases, montre que les raies de l'austénite ont diminué en intensité et que celles de la martensite ont vu leur intensité augmenter. C'est pourquoi nous avons décidé d'effectuer une deuxième série de 4 cycles thermiques. Le spectre (c) de la figure II. 3 effectué après cette deuxième série, confirme que la transformation austénite  $\rightarrow$  martensite ( $B_2 \rightarrow B'19$ ) se poursuit après le cyclage thermique sous contrainte nulle. Nous avons donc poursuivi le cyclage thermique en espérant obtenir un échantillon totalement martensitique. C'est ce qui s'est produit après une troisième série de 4 cycles sur le même échantillon. Le matériau se trouve alors dans un état totalement martensitique. Ceci se traduit sur le spectre de diffraction (figure II. 3-d) par la disparition des raies de l'austénite au profit des raies de la martensite ( $B'19$ ).

Les raies de diffraction obtenues correspondent à la phase martensitique de structure monoclinique de type B'19, de paramètres de maille  $a = 0.2889$  nm,  $b = 0.412$  nm,  $c = 0.4622$  nm et d'angle  $\beta = 96.8^\circ$  (cf chap. I).

| <b>h k l</b> | <b>d<sub>cal</sub></b> | <b>d<sub>obs</sub></b><br><small>μ.</small> | <b>2θ<sub>cal</sub></b> | <b>2θ<sub>obs</sub></b> | <b>I/I<sub>0 obs</sub>(%)</b> | <b>I/I<sub>0 cal</sub>(%)</b> |
|--------------|------------------------|---|-------------------------|-------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| 011          | 3.07                   | 3.09  | 36.84                   | 36.79                   |                               | 5.8                           |
| 100          | 2.86                   | 2.87  | 39.53                   | 39.45                   |                               | 2.67                          |
| 10 $\bar{1}$ | 2.57                   |   | 44.27                   |                         |                               | 15.44                         |
| 110          | 2.35                   | 2.36  | 48.64                   | 48.50                   | 17                            | 11.46                         |
| 101          | 2.31                   |   | 49.58                   |                         |                               | 2.11                          |
| 002          | 2.29                   | 2.30  | 49.94                   | 49.72                   | 44                            | 53.91                         |
| 11 $\bar{1}$ | 2.18                   | 2.19  | 52.74                   | 52.49                   | 96                            | 100                           |
| 020          | 2.06                   | 2.06  | 56.10                   | 55.94                   | 64                            | 55.02                         |
| 111          | 2.02                   | 2.01  | 57.46                   | 57.38                   | 100                           | 96.90                         |
| 012          | 2.00                   |   | 57.76                   |                         |                               | 28.30                         |
| 11 $\bar{2}$ | 1.73                   | 1.74  | 68.16                   | 67.58                   | 12                            | 11.07                         |
| 12 $\bar{1}$ | 1.61                   |   | 74.11                   |                         |                               | 6.70                          |
| 022          | 1.53                   | 1.53  | 78.38                   | 78.17                   | 33                            | 27.75                         |
| <b>200</b>   | 1.43                   | 1.43  | 85.11                   | 85.02                   |                               | 11.99                         |

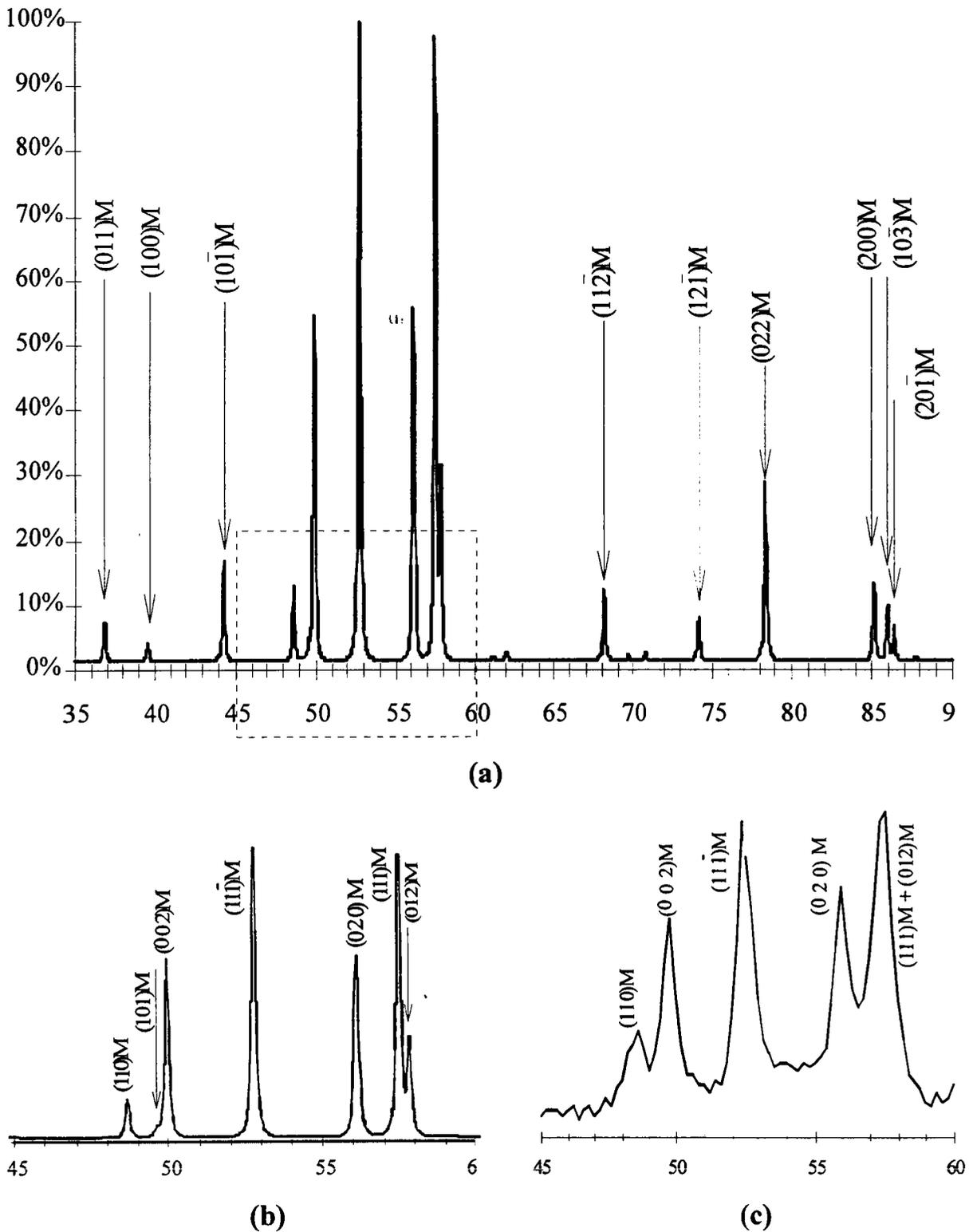
**Tableau II. 1:** distances interréticulaires et angles de diffraction expérimentales et calculés

Les distances  $d_{hkl}$  et les angles de diffraction sont en bon accord avec les résultats de Otsuka et col<sup>/26/</sup>, ainsi qu'avec les fiches ASTM d'un alliage TiNi équiatomique fournies par Michal et col<sup>/12/</sup>. Le tableau II. 1, montre les valeurs calculées des distances interréticulaires  $d_{hkl}$  et des angles de diffraction ainsi que celles que nous avons observées par diffraction des rayons X. Sur le spectre (figure II. 3-d) de la phase martensitique, le chevauchement des raies empêche d'identifier les raies en présence ainsi que leurs intensités relatives. Pour cela, nous avons utilisé le logiciel de calcul théorique de diffractogramme mis au point par F. Moreau<sup>/52/</sup>, et nous avons adopté les paramètres de la maille et les coordonnées conventionnelles des atomes trouvés par Michal et col (cf chap. II, tableau II. 2).

La figure II. 4-a montre le diffractogramme théorique. Celui-ci confirme les raies trouvées par Michal et col, ainsi que celle observées dans le présent travail. Mais on remarque que les intensités relatives (en %) des raies  $(111)_M$  et  $(11\bar{1})_M$  ne coïncident ni avec les intensités relatives mesurées, ni avec celles trouvées par Michal et col. En effet, l'intensité maximale (100%) est obtenue pour le plan  $(11\bar{1})_M$ , sur le spectre théorique ( figure II. 4-b) alors que sur le spectre mesuré elle est obtenue pour le plan  $(111)_M$  ( figure II. 4-c).

Ceci est dû au fait que la raie  $(111)$  est jouxtée par la raie  $(012)$  qui se trouve à une distance angulaire ( $\Delta 2\theta = 0.33^\circ$ ) de celle ci. Cette raie ne figure pas dans les spectres expérimentaux car elle est masquée par la raie  $(111)_M$  qui voit son intensité augmenter.

En conclusion nous pouvons dire qu'après 12 cycles thermiques, l'échantillon est totalement en phase martensitique à l'ambiante.



**Figure II. 4:** a) diffractogramme théorique, b) zoom sur les raies les plus intenses du diffractogramme théorique , c) zoom sur les raies les plus intenses du diffractogramme expérimental

### II.3.2/ Phase austénitique

Afin de mettre le matériau dans un état totalement austénitique à partir de l'état martensitique obtenu précédemment, nous avons utilisé une plaque chauffante posée sur la tête goniométrique. L'utilisation de cette plaque nous a permis:

- \* de caractériser l'évolution de la transformation B'19 → B2 à l'aide des spectres de diffraction obtenus à différentes températures, et cela en chauffant l'échantillon.

- \* de déterminer la texture de l'état austénitique d'un échantillon initialement martensitique, ceci fera partie du paragraphe II. 4.

Les températures caractéristiques de cet échantillon ont été déterminées par les techniques de DSC. Nous avons obtenu, à partir de la courbe de la figure II. 5, ces températures :  $A_s = 58^\circ\text{C}$ ,  $A_f = 83^\circ\text{C}$ ,  $M_s = 46^\circ\text{C}$ ,  $M_f = 14^\circ\text{C}$ .

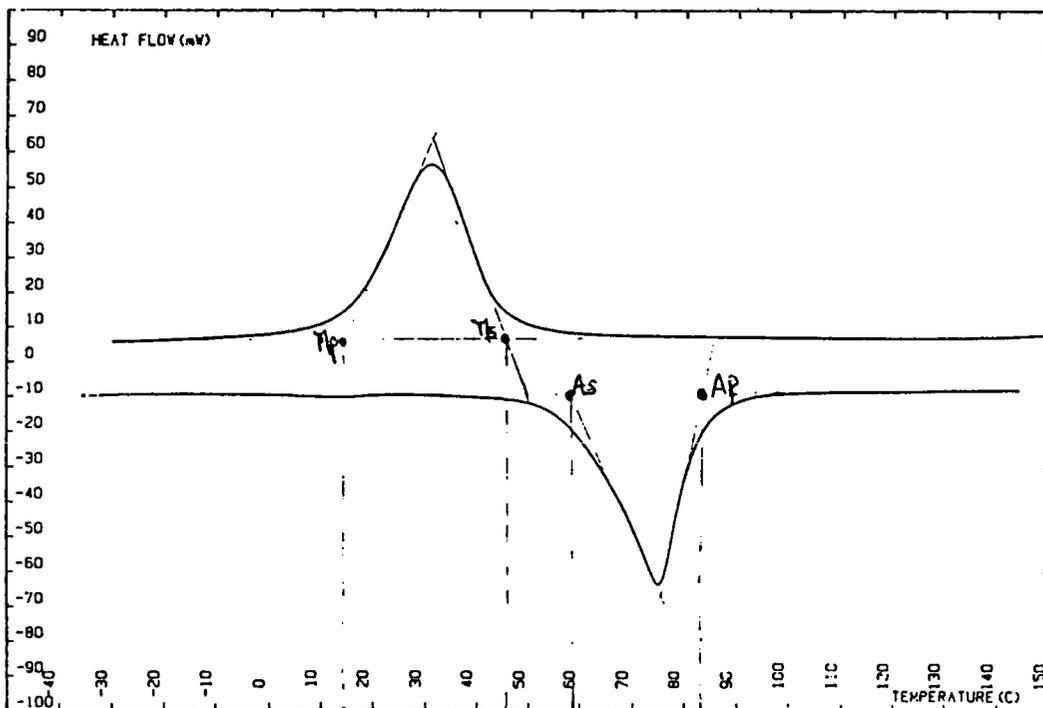


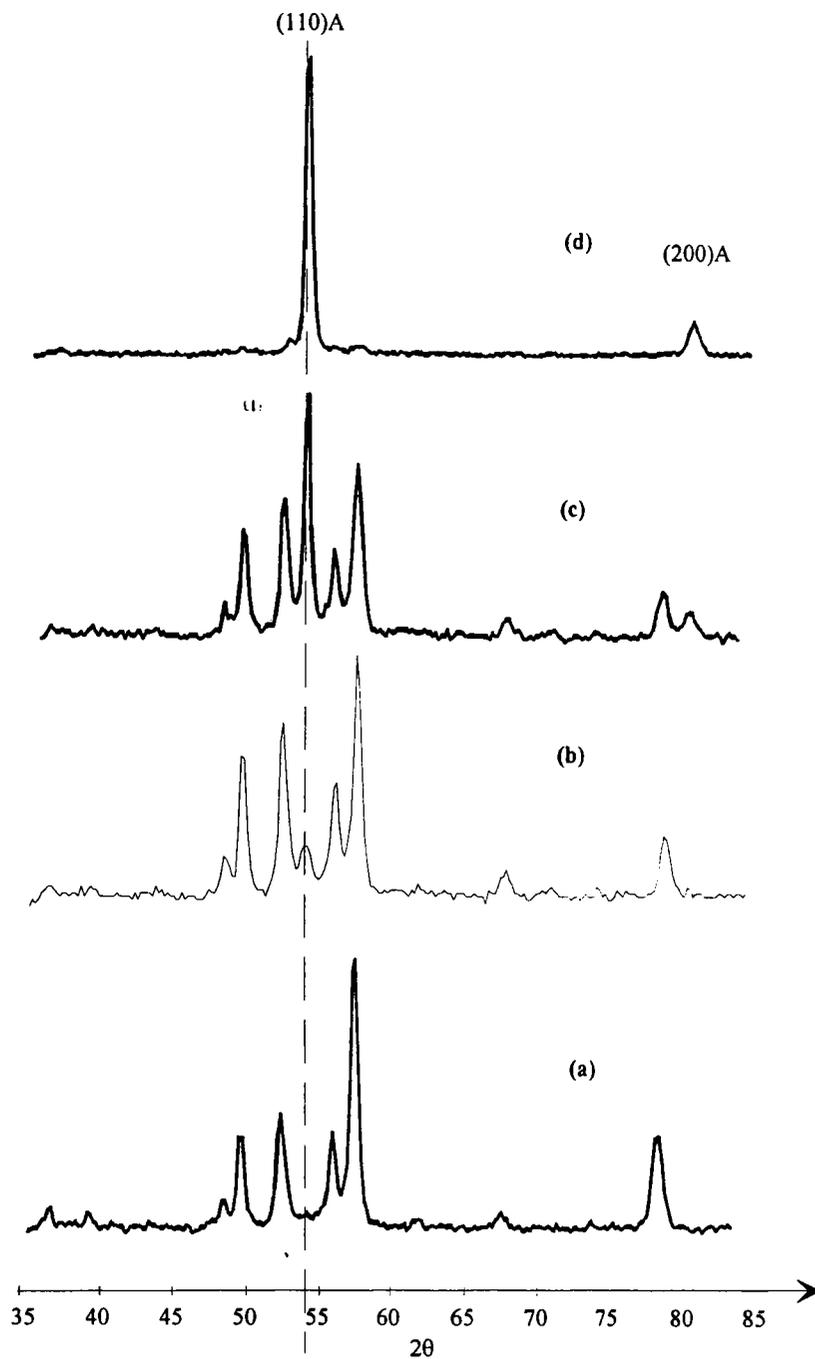
Figure II. 5: Courbe de DSC obtenue pour l'alliage Ti-Ni

L'échantillon est initialement dans un état martensitique (B19') comme le montre le spectre (a) de la figure II. 6. En chauffant l'échantillon et en effectuant des diffractogrammes en maintenant l'échantillon à des températures constantes à  $\pm 6^\circ\text{C}$ , nous constatons l'apparition très nette des raies  $(110)_A$  et  $(200)_A$  correspondants à la phase austénitique. L'amplitude de ces raies augmente rapidement au cours du chauffage:

\* A une température voisine de  $48^\circ\text{C}$  (spectre b), en plus des raies de diffraction de la martensite déjà présentes, les raies de l'austénite ( $(110)_A$ ,  $(200)_A$ ) commencent à apparaître avec une faible intensité. Nous sommes donc au début de l'austénisation.

\* Au voisinage de  $60^\circ\text{C}$  (spectre c), l'intensité relative des raies de l'austénite croît, par contre celle des raies de la phase martensitique décroît.

\* Quand l'échantillon atteint une température supérieure à  $90^\circ\text{C}$  (spectre d), on observe la disparition des raies de la martensite. Les raies de l'austénite  $(110)_A$ ,  $(200)_A$  ont des positions angulaires  $2\theta$  égales respectivement à  $54.14^\circ$  et  $80.53^\circ$ .



**Figure II. 6:** évolution des raies de diffraction de l'austénite à différentes températures: (a) température ambiante, (b)  $48^\circ\text{C}$ , (c)  $60^\circ\text{C}$ , (d)  $>90^\circ\text{C}$ .

### II.3.3/ Conclusion

On peut tirer de cette étude préliminaire les constatations suivantes:

\* Dans un domaine angulaire restreint, entre  $46.64^\circ$  et  $60^\circ$  en  $2\theta$ , se trouvent les raies les plus intenses qui caractérisent les deux phases  $B_2$  et  $B'19$ .

Leurs positions angulaires sont:

$$2\theta = 48.50 \text{ pour la raie } (110)_M$$

$$2\theta = 49.72 \text{ pour la raie } (002)_M$$

$$2\theta = 52.72 \text{ pour la raie } (11\bar{1})_M$$

$$2\theta = 54.14 \text{ pour la raie } (110)_A$$

$$2\theta = 55.94 \text{ pour la raie } (020)_M$$

$$2\theta = 57.38 \text{ pour la raie } (111)_M$$

\* La transformation austénite  $\rightarrow$  martensite peut se produire par cyclage thermique. Après les cyclages thermiques (chauffage-refroidissement) le retour à l'ambiante par chauffage à l'air libre stabilise la martensite.

Lin et col <sup>/53/</sup> ont observé un phénomène semblable par laminage à température ambiante. Ces auteurs montrent que le laminage à froid stabilise la martensite formée, par ancrage aux interfaces des dislocations et lacunes induites par la déformation. La vitesse de la transformation martensitique diminue corrélativement. Leurs mesures de frottement intérieur et de module de cisaillement ainsi que leurs essais de duretés et les observations au MET confirment cette hypothèse.

On peut penser que le cyclage thermique qui conduit au même phénomène est produit par le même effet d'ancrage des dislocations et lacunes.

Les études concernant les effets d'un cyclage thermique ont principalement été consacrées à la variation des températures de transformation <sup>/53.54.55/</sup>. Ces auteurs concluent que le changement des températures de transformation est bien dû à l'introduction de dislocations et non à un effet de vieillissement, ou à un changement du degré d'ordre au cours du cyclage thermique.

On peut dire également que le cyclage thermique réduit la mobilité des interfaces entre variantes de martensite.

La figure II. 7 résume les cycles thermiques subis par l'échantillon, ainsi que les spectres de diffraction obtenus après chaque cycle.

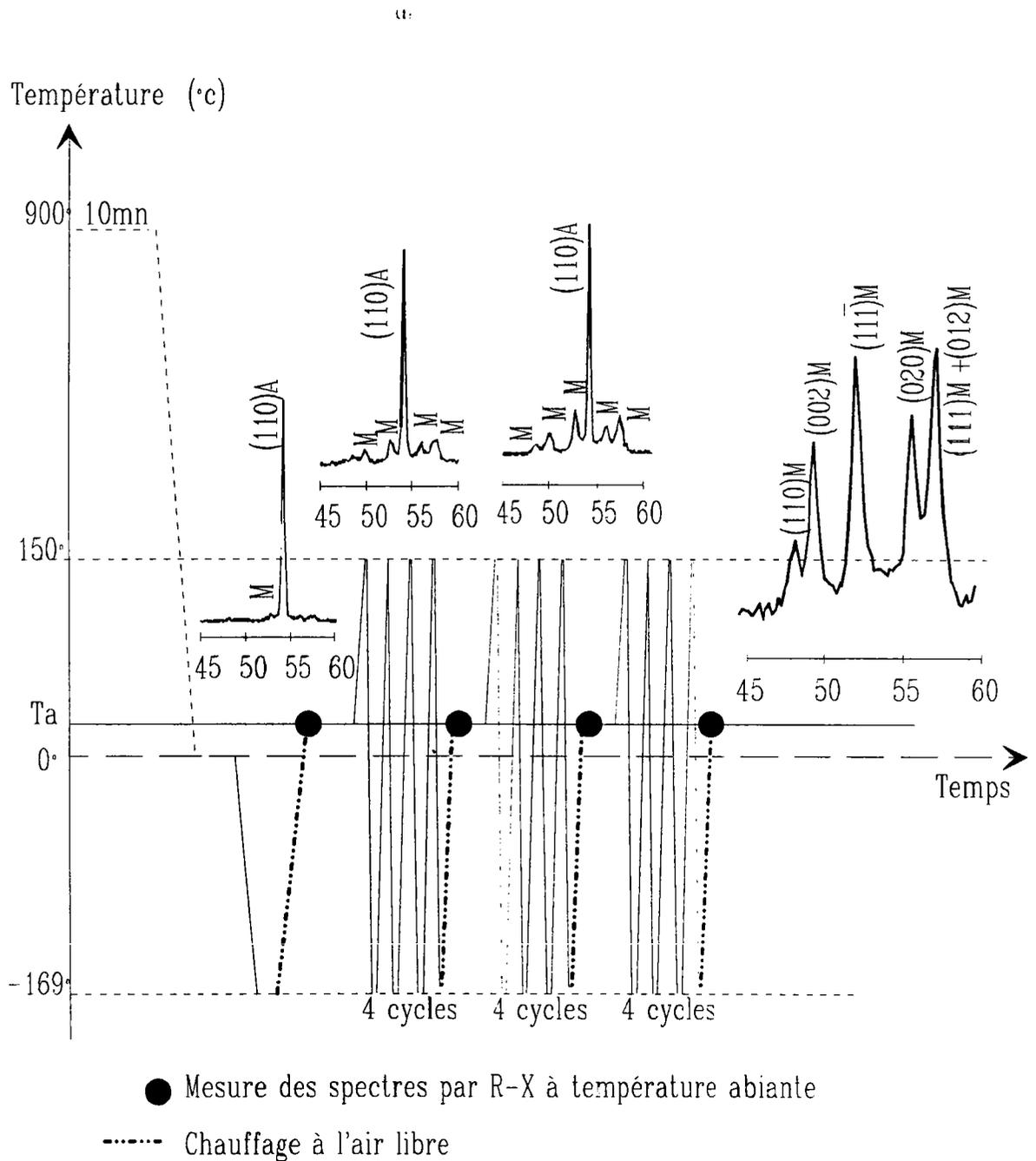


Figure II. 7: Transformation B2-----> B'19 par cyclage thermique

## II.4/ Mesure de la texture

Pour caractériser la texture, nous avons mesuré les figures de pôles sur la même éprouvette dans les quatre états précédemment définis (fig. II. 1).

Pour effectuer les figures de pôles, nous avons utilisé un goniomètre de texture <sup>156/</sup> équipé d'un détecteur courbe à localisation spatiale (CPS120 INEL) permettant de mesurer plusieurs figures de pôles simultanément (jusqu'à six figures) ainsi que le bruit de fond sur un domaine angulaire de 120°, d'où l'appellation de multi-figure de pôles (M.F.D.P). Pour plus de détails, se référer à l'annexe .

Toutes les figures de pôles sont effectuées dans les conditions géométriques suivantes:

- \* les pas de mesures sont de 2.5° en déclinaison et de 5° en azimut,
- \* le temps de comptage est de 10 secondes par case,
- \* l'ouverture du faisceau de rayons X est  $H = L = 0.5$  mm.

En plus de la "standardisation" des figures de pôles dont les plans ne sont pas en position de Bragg Brentano, nous avons effectué une correction de bruit de fond.

Afin d'avoir le même volume diffractant pour toutes les mesures, nous avons gardé les mêmes conditions géométriques durant toute l'étude qui suit.

### II.4.1/ Etat austénitique (TA)

L'éprouvette a été soumise à un recuit à 900°C pendant 10 mn suivie d'une trempe à l'eau chaude (100°C). Elle est retirée de l'eau puis refroidie à l'ambiante ( point de mesure  $T_A$ ). Le spectre de diffraction obtenu dans ce stade montre les trois raies les plus intenses de la structure B2. Ces raies correspondent aux plans (200), (110) et (211) de la phase austénitique. Nous

avons effectué des figures de pôles sur ces 3 plans. Le plan (110) est en position de réflexion de Bragg-Brentano et (200) et (211) hors Bragg Brentano.

La planche II.1 présente les figures de pôles (110), (200) et (211) expérimentales après correction du bruit de fond.

### Examen des figures de pôles

La figure de pôle (110) montre l'existence de deux taches situées à environ  $35^\circ$  du centre, réparties sur une demi-couronne couvrant un secteur de  $180^\circ$  environ. Sur la figure de pôle (200), on note la présence de trois taches situées sur une couronne à  $50^\circ$  environ. La présence d'une zone aveugle importante ( $\omega = 25^\circ$ ) sur la figure de pôles (211) nous empêche de voir la présence d'un pic central. Ainsi nous avons effectué une nouvelle mesure en prenant le plan (211) en position de Bragg Brentano (voir figure de pôles (211)). Cette figure montre la présence de deux pics à  $17^\circ$  du centre de la figure ainsi qu'une couronne plus intense située à  $64^\circ$ .

L'austénite initiale possède une orientation bien marquée, nous verrons ultérieurement dans le chapitre V l'analyse plus précise de cette texture en utilisant la méthode vectorielle.

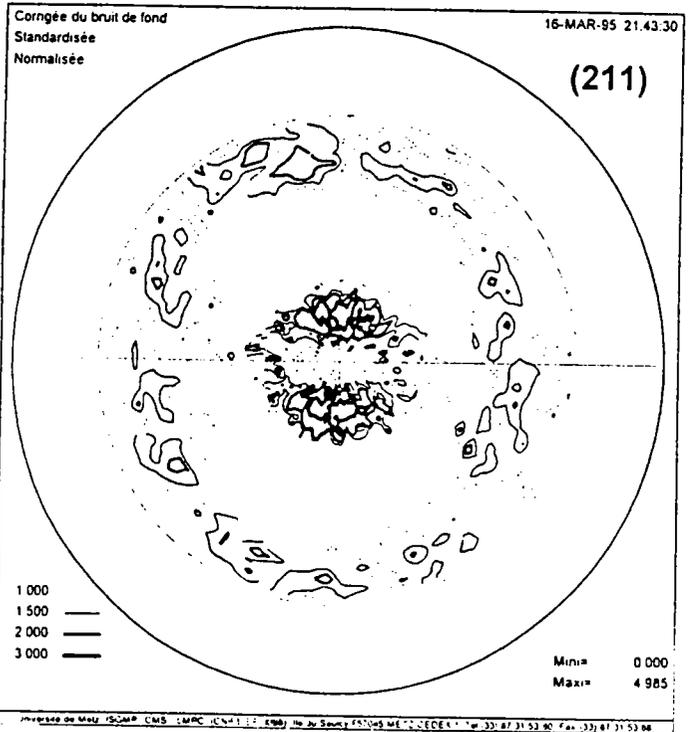
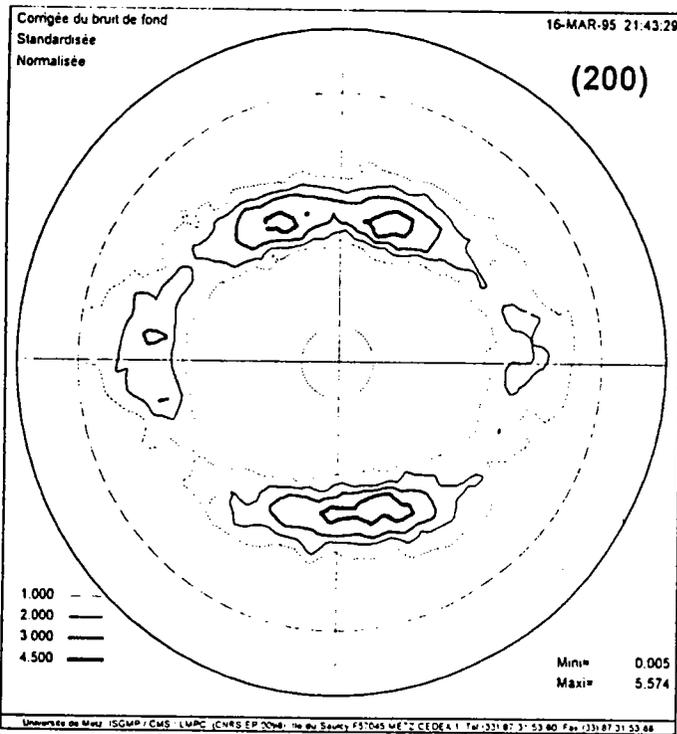
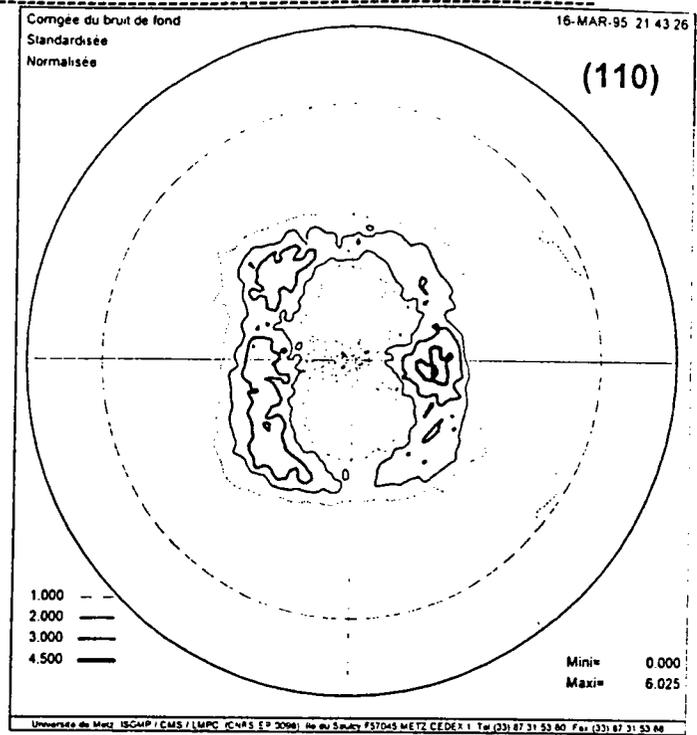
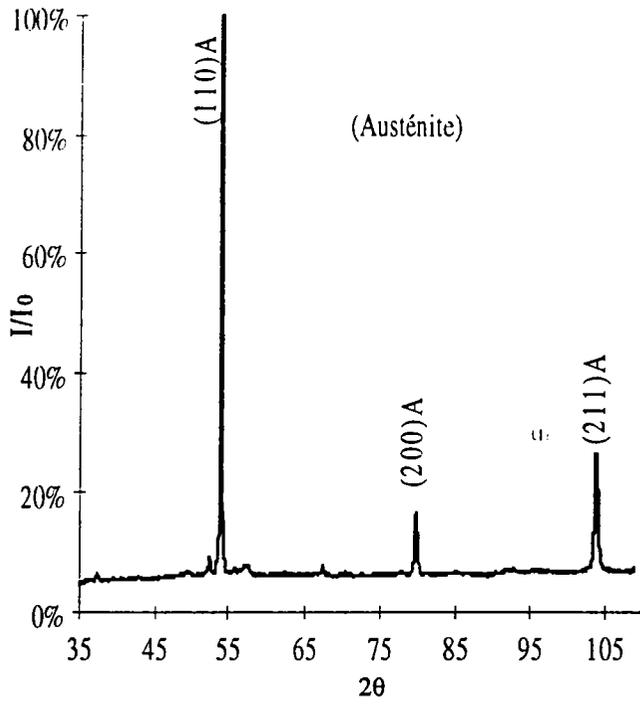


Planche II.1:

Figures de pôles expérimentales de l'austénite.

### II.4.2 / Etat martensitique ( $T_{Mt}$ )

Partant de l'état austénitique, l'éprouvette est traitée comme indiqué dans l'étude préliminaire (12 cycles de chauffage-refroidissement entre 150°C et la température de l'azote liquide). Elle est ainsi dans un état martensitique (point de mesure  $T_{Mt}$ ).

Le spectre de diffraction effectué sur cette éprouvette ( planche II.2.a) présente un état martensitique ( $B'19$ ). Celui ci montre un recouvrement partiel et/ou total des raies de diffraction. En effet, les 5 raies les plus intenses de cette phase (110), (002), ( $11\bar{1}$ ), (020), (111)) sont situées dans un intervalle de 10° en deux thêta. Le tableau II. 2 montre l'écart entre les raies de diffraction de la phase B'19.

|        |       |       |                 |       |       |
|--------|-------|-------|-----------------|-------|-------|
| (hkl)  | (110) | (002) | ( $11\bar{1}$ ) | (020) | (111) |
| 2θ (°) | 48.50 | 49.72 | 52.49           | 55.94 | 57.38 |
| Δ2θ    | 1.22  | 2.77  | 3.45            | 1.44  |       |

**Tableau II. 2:** écart entre les positions des raies de la martensite

L'écart maximal entre deux raies contiguës atteint 3.45° en deux thêta. Ces raies ne sont donc pas séparables expérimentalement. Un tel rapprochement empêche une mesure correcte d'une figure de pôles sur chaque raie.

La meilleure solution nous a semblé être le traitement avec un regroupement des raies de diffraction. Nous avons donc effectué six figures de pôles:

\* Trois figures simples effectuées sur les plans ( $11\bar{1}$ ), ( $11\bar{2}$ ) et (022) (planche II.2-a). Signalons que la raie ( $11\bar{1}$ ) est une raie intense, d'intensité

relative de 96% et que la raie  $(11\bar{2})$  est de faible intensité (12%), et celle de la raie (022) est de 33%.

\* Trois figures multiples; (planche II.②-b)

1<sup>ère</sup> FP avec le massif de raies  $\{(110)+(002)+(11\bar{1})+(020)+(111)\}$

2<sup>ème</sup> FP avec les deux raies  $\{(110)+(002)\}$

3<sup>ème</sup> FP avec les deux raies  $\{(020)+(111)\}$

La raie  $(11\bar{1})$  ( $2\theta = 52.43$ ) est relativement bien séparée des raies voisines. La FP de cette raie est mesurée en position de Bragg-Brentano, les autres FP sont hors Bragg.

On peut noter que le massif comporte certainement plus de 5 raies, car il y a des raies masquées; la raie (012) par exemple fait partie du massif et se confond avec la raie (111).

### **Examen des figures de pôles:**

Sur la figure de pôle  $(11\bar{1})$ , on note la présence de deux taches de diffraction ayant une intensité importante à  $27^\circ$  environ, réparties sur deux demi-couronnes couvrant un secteur de  $180^\circ$ . Les pôles (022) sont situés sur une couronne à  $50^\circ$  du centre. La figure de pôles  $(11\bar{2})$  ne semble pas présenter d'orientation préférentielle, ce qui peut s'expliquer par le fait que la raie  $(11\bar{2})$  émerge très peu du le bruit de fond.

On constate une grande ressemblance entre les figures de pôles suivantes:  $(11\bar{1})$ ,  $\{(020)+(111)\}$  et celle du massif de raies.

De plus on constate également une grande ressemblance entre:

\* les FP (110) de l'austénite et  $(11\bar{1})$  de la martensite

\* les FP (200) de l'austénite et (022) de la martensite

Ceci doit être dû à des relations d'orientations entre les deux phases.

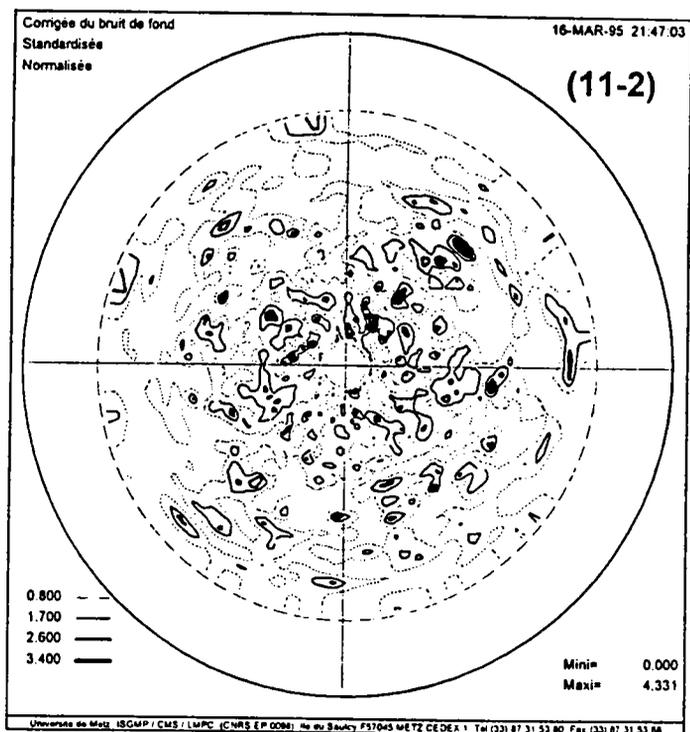
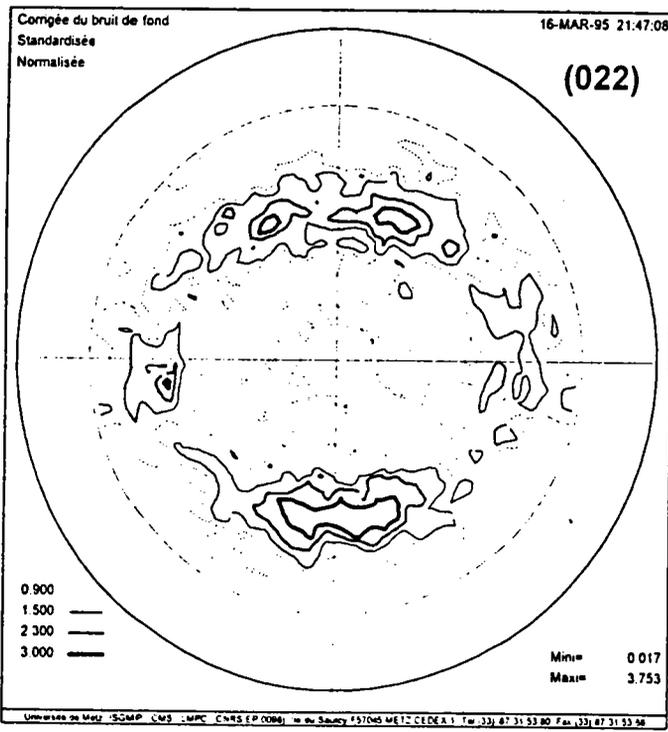
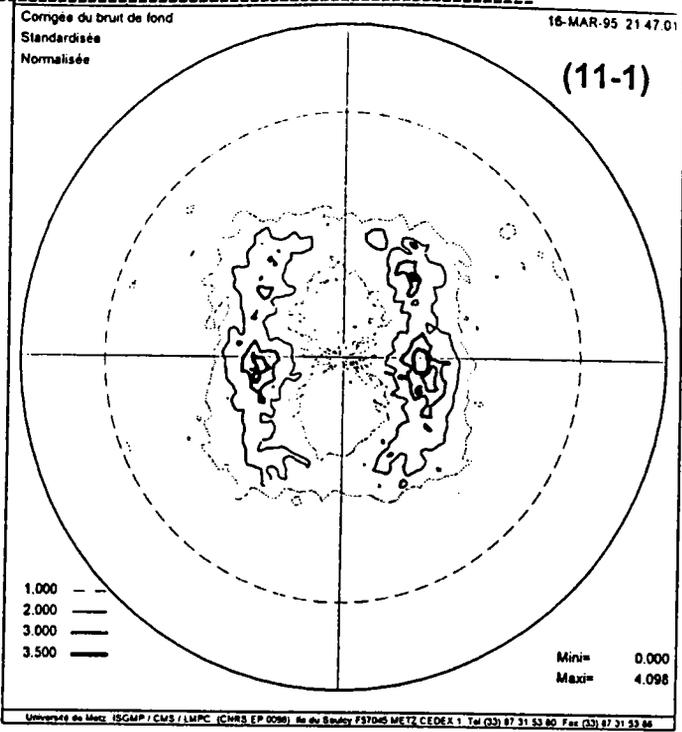
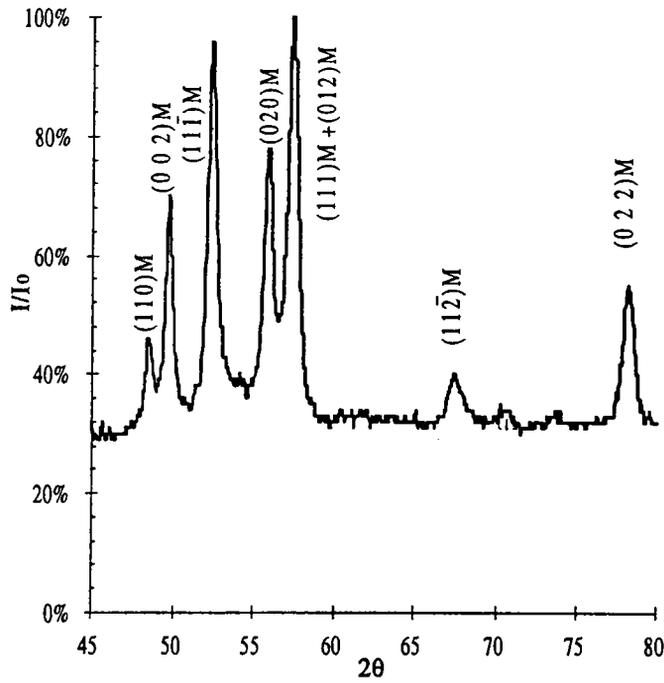
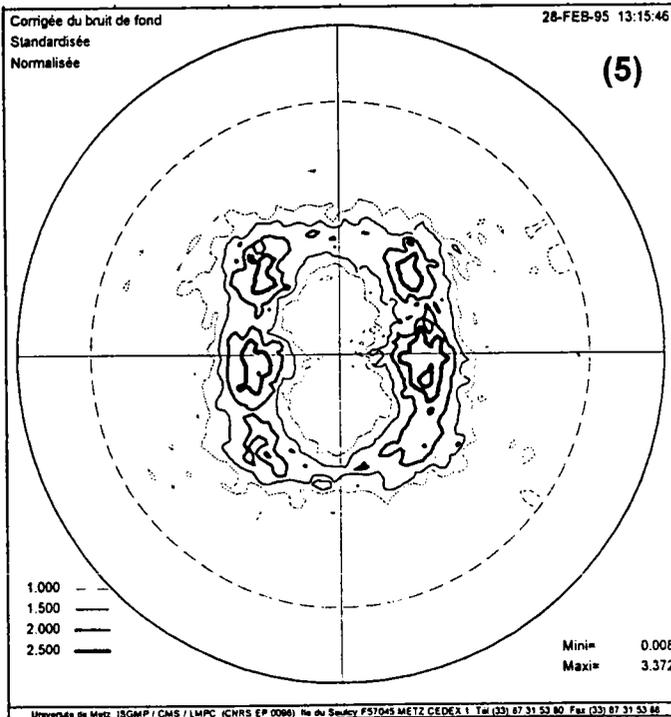
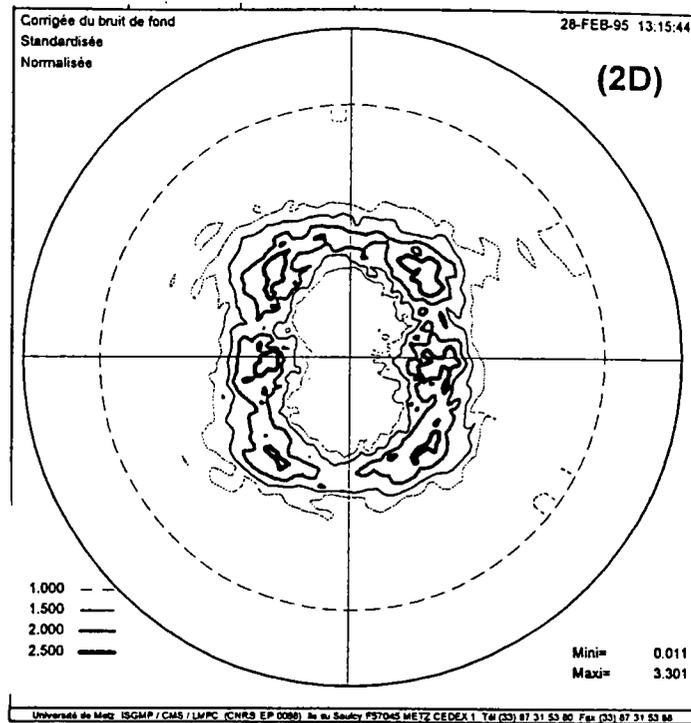
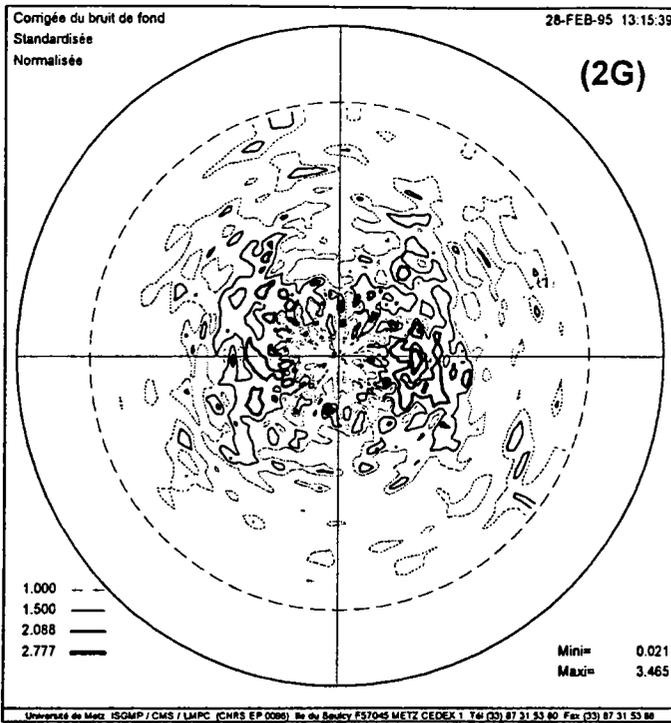


Planche II. 2-a:

Figures de pôles expérimentales de la martensite thermique.



(2G) = 2raies à gauche de  $(11\bar{1})$   
=  $(110) + (002)$

(2D) = 2raies à droite de  $(11\bar{1})$   
=  $(020) + \{(111) + (012)\}$

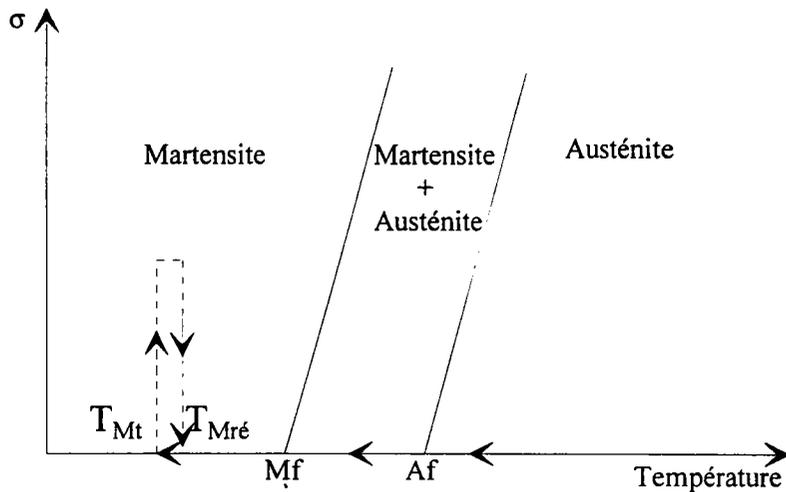
(5) = Massif des 5 raies y  
compris  $(11\bar{1})$

Planche II. 2-b:

Figures de pôles expérimentales de la martensite thermique

### II.4.3/ Martensite réorientée ( $T_{Mré}$ )

Le matériau se trouve en phase martensitique. Dans cet état  $T_{Mt}$ , il se présente sous forme de variantes dont l'arrangement est tel qu'elles compensent mutuellement les déformations que leur apparition provoque (martensite auto-accommodante). La mise sous contrainte d'une telle structure provoque la réorientation de la martensite: l'éprouvette qui est d'abord déformée jusqu'à une certaine déformation totale ( $\epsilon_t$ ) correspondant à  $\sigma$ , est ensuite déchargée jusqu'à retour à une contrainte nulle. Il subsiste alors une déformation macroscopique résiduelle ( $\epsilon_p$ ) <sup>157/</sup>. La figure II. 8 schématise ce chargement thermomécanique



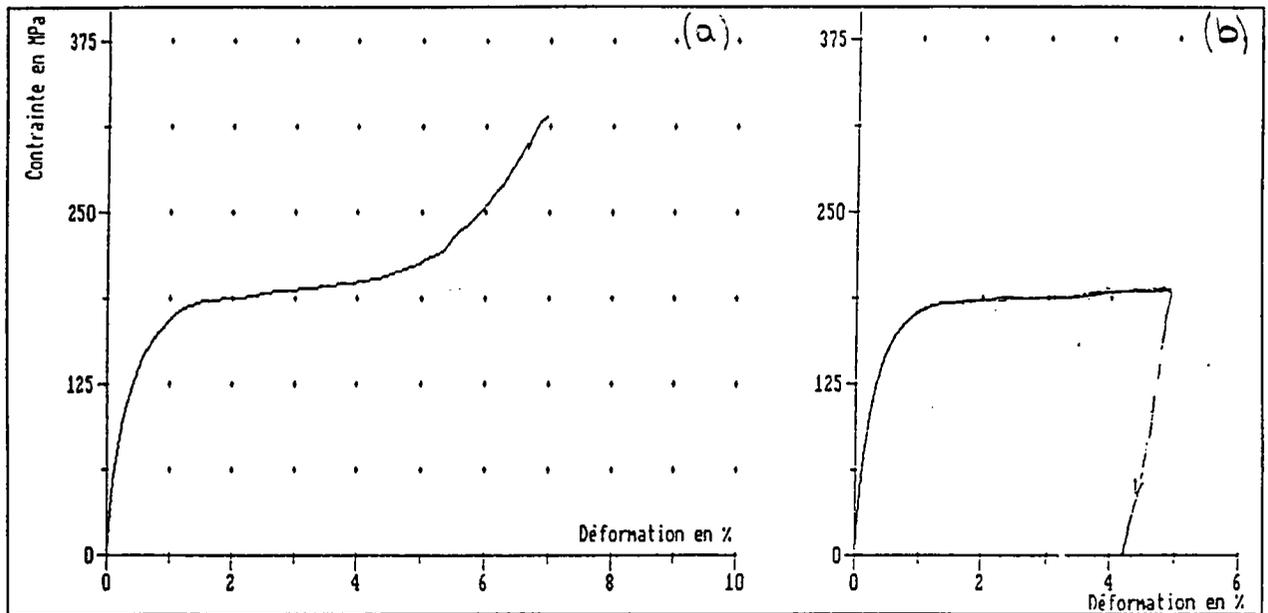
**Figure II. 8:** Chargement séquentiel permettant d'obtenir de la martensite réorientée ( $T_{Mré}$ ).

Pour réorienter la martensite sans déformation plastique, nous avons effectué un essai de traction sur une autre éprouvette issue de la même barre, ayant subi le même traitement que celle utilisée pour les mesures. La courbe contrainte-déformation déduite de cet essai, nous permet de déterminer la contrainte macroscopique nécessaire pour la réorientation de la martensite (fig. II. 9-a). Cette contrainte est comprise entre le début et la fin du plateau:

\* Le début de la réorientation des variantes martensitiques (début du plateau) correspond à  $\sigma \approx 172$  MPa.

\* La fin de la réorientation des variantes martensitiques (fin du plateau) correspond à  $\sigma \approx 204$  MPa.

Sur l'éprouvette destinée aux mesures de la texture, nous avons appliqué puis relâché une contrainte macroscopique  $\sigma = 180$  MPa selon la direction de laminage. On est alors en présence d'un état martensitique déformé de 4.3 % par rapport à l'état initial (fig. II. 9-b).



**Figure II. 9:** évolution de la contrainte en fonction de la déformation

Le spectre (b) de diffraction effectué dans cet état de l'éprouvette, point de mesure  $T_{Mré}$ , est donné sur la planche II.3-a. Celui-ci montre les raies de diffraction de la phase martensitique, mais on constate que les intensités relatives des raies se trouvent changées par rapport à celles obtenues dans l'état martensitique non déformé, spectre de la planche II. 2-a (point de mesure  $T_{Ml}$ ).

On observe l'augmentation de l'amplitude de la raie  $(020)_M$  au détriment des autres raies.

Pour étudier la texture, nous avons réalisé des figures de pôles sur les mêmes plans et avec les mêmes conditions expérimentales que celles de la martensite induite thermiquement (point de mesure  $T_{Mt}$ ). Ces FP sont représentées sur la planche II.3-a.

Examen des figures de pôles:

Les figures de pôles avant et après charge-décharge sont qualitativement similaires. Les mêmes zones de concentration sont observées, mais on remarque une disparition d'un certain nombre de taches, et une augmentation de deux taches sur la figure de pôle (2D). Cette figure multiple contient la raie  $(020)_M$ . Il y a une forte densité de plans  $(020)_M$  après charge-décharge. Sur le diffractogramme (planche II.3-a), cette raie présente l'intensité maximale. Sur la FP  $(11\bar{1})_M$ , on remarque une rotation des taches de l'ordre de 45 à 90° autour de la normale, alors que la FP (022) reste pratiquement identique.

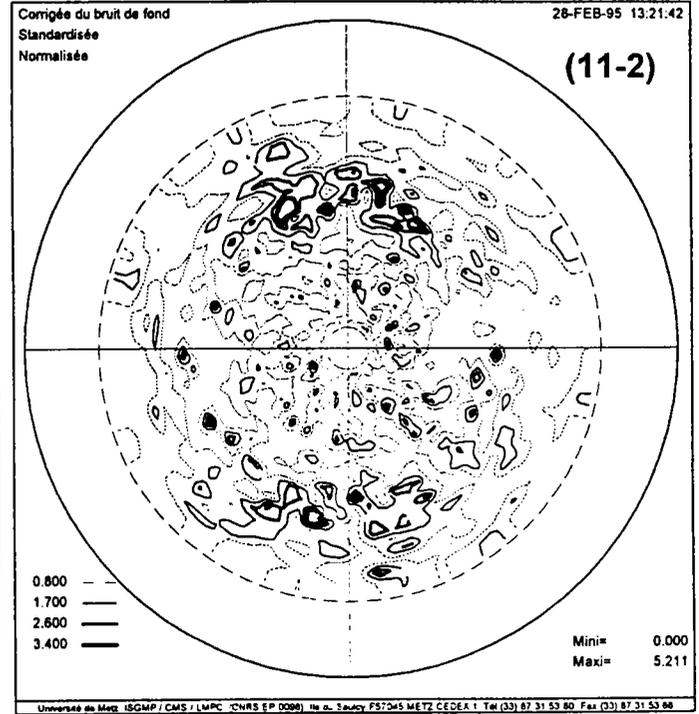
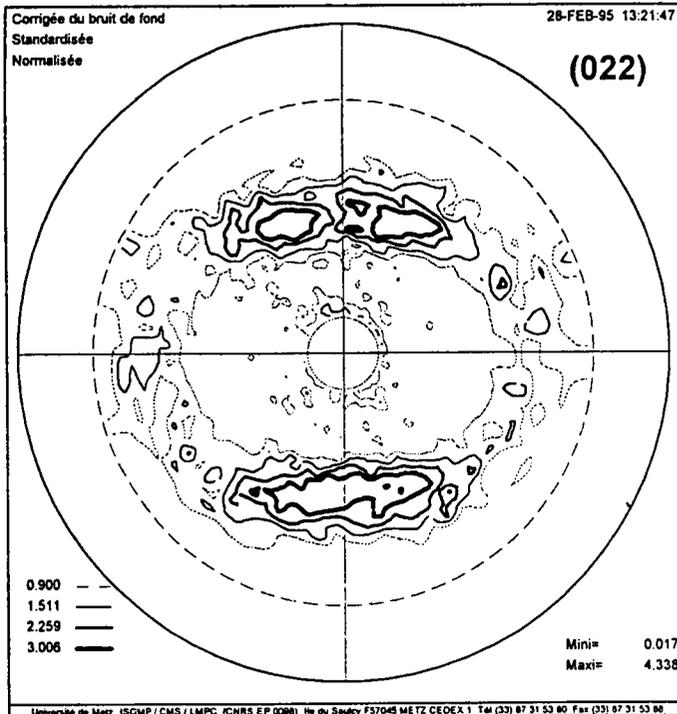
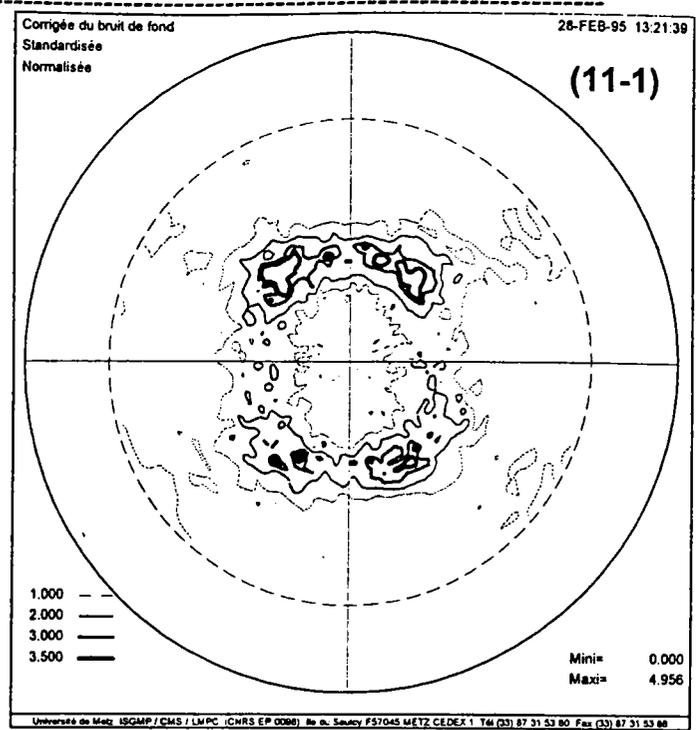
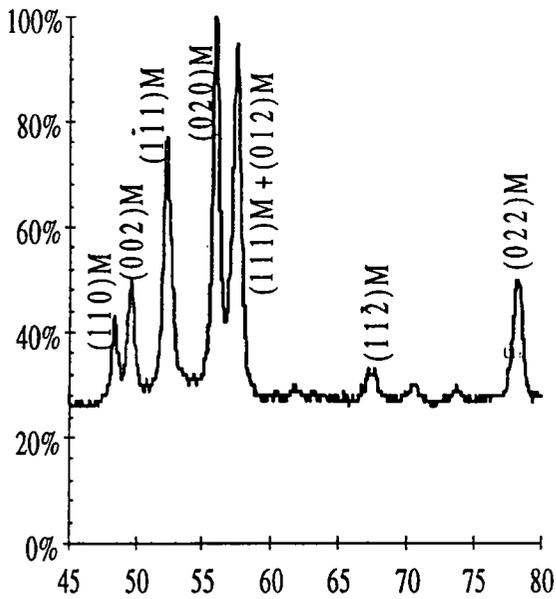
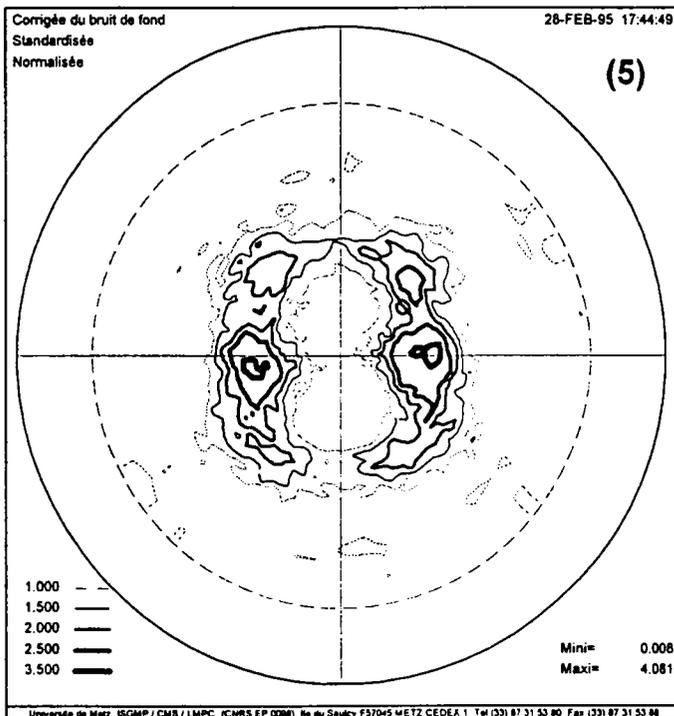
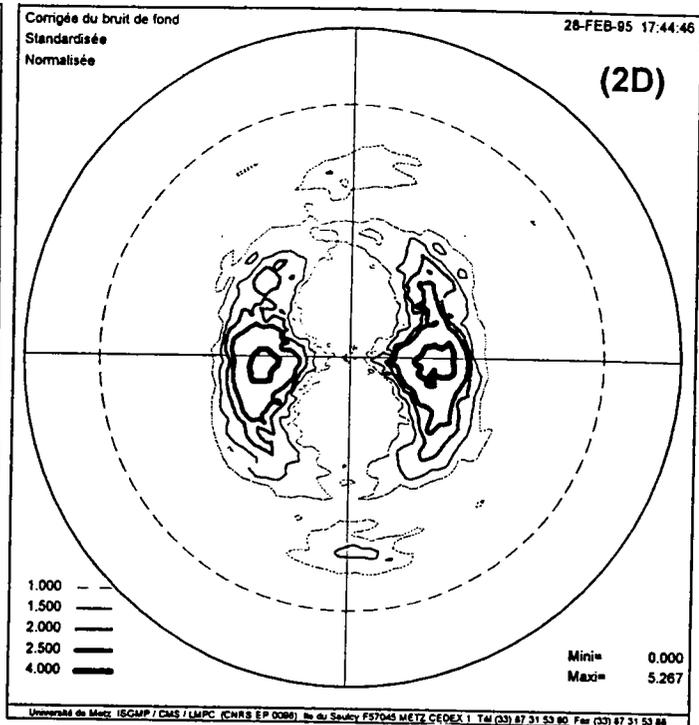
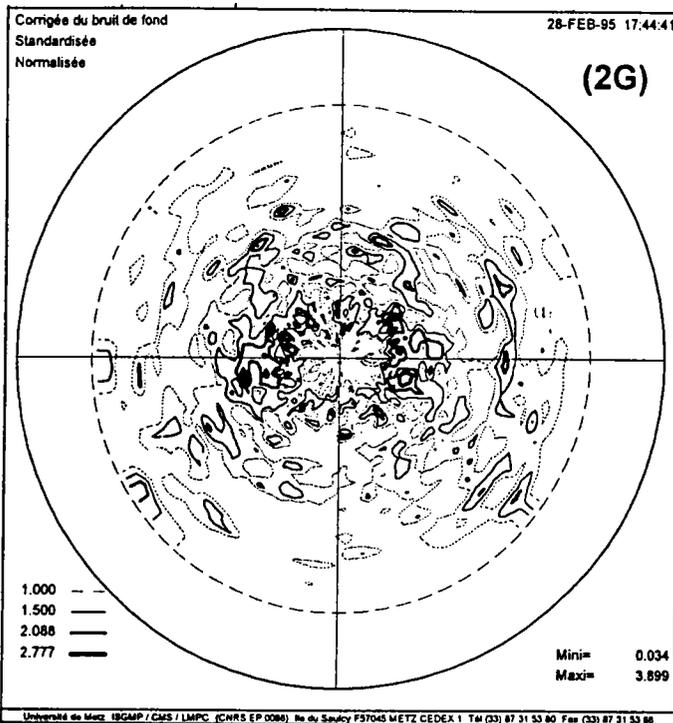


Planche II. 3-a

Après charge décharge de la martensite thermique



(2G) = 2raies à gauche de  $(11\bar{1})$   
=  $(110) + (002)$

(2D) = 2raies à droite de  $(11\bar{1})$   
=  $(020) + \{(111) + (012)\}$

(5) = Massif des 5 raies y  
compris  $(11\bar{1})$

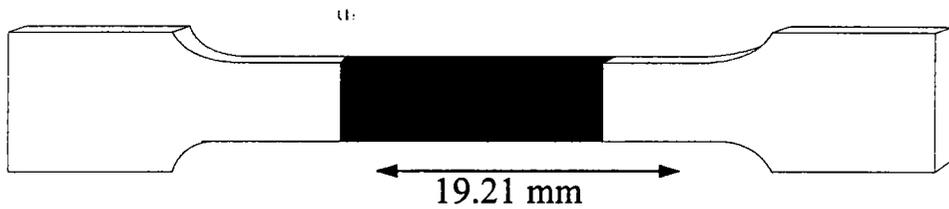
Planche II. 3-b:

Après charge décharge de la martensite thermique

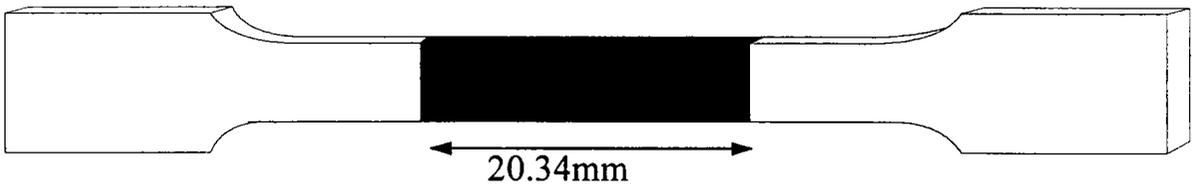


Après ce chargement thermomécanique, l'éprouvette se trouve dans un état martensitique avec une déformation stable  $\epsilon_p$ . A l'aide du microscope optique, nous avons mesuré cette déformation résiduelle de la manière suivante:

\* mesure de la longueur initiale de l'éprouvette avant l'essai;  
 $l_0=19.21\text{mm}$ .



\* mesure de la longueur après refroidissement sous contrainte constante ( $\sigma = 200\text{MPa}$ ) et retour à l'ambiante;  $l_1^{200} = 20.34\text{mm}$



L'éprouvette se trouve ainsi dans un état martensitique avec une déformation stable  $\epsilon_p = \frac{\Delta l}{l_0} = 5.88\%$ .

Comme le chauffage de l'éprouvette permet de retrouver plus ou moins la forme initiale, nous avons vérifié si cette déformation (5.88%) est récupérable. Après chauffage de l'éprouvette à  $150^\circ\text{C}$  et retour à l'ambiante on obtient  $l_2^{200} = 19.28\text{mm}$ . la valeur ainsi trouvée montre qu'on a peu de déformation plastique puisqu'elle est de l'ordre de 0.36 %, d'où récupération de la déformation de transformation  $\epsilon_{tr} = 5.5\%$ .

Le spectre de diffraction et les figures de pôles obtenus, dans l'état de l'éprouvette déformée à 5.88%, sont qualitativement similaires à ceux de l'état martensitique après charge- décharge (martensite réorientée).

Si nous comparons ces FP ( point de mesure  $T_{Mo}$ ), avec celles obtenues au point de mesure  $T_{Mré}$ , nous remarquons immédiatement qu'elles se ressemblent. Sur les FP simples (planche II 4-a) l'intensité est plus forte en état  $T_{Mo}$  qu'en  $T_{Mré}$ , par contre sur les FP multiples (planche II 4-b) l'intensité a aussi augmenté sauf sur celle du massif. On peut donc en conclure que la transformation sous contrainte constante conduit à une texture plus "pointue" que celle obtenue sur la martensite réorientée sous une charge approximativement équivalente.

Ce genre de chargement thermomécanique permettant d'obtenir un effet mémoire simple sens n'a pas fait l'objet d'études ultérieures, c'est pourquoi nous nous sommes penchés sur l'étude de l'évolution de la texture de la martensite orientée à différentes valeurs de contrainte.

Pour cela, nous avons mesuré des diffractogrammes et des figures de pôles sur la même éprouvette ayant subi un chargement thermomécanique identique à celui décrit précédemment à différentes contraintes. Les déformations stables qui en résultent sont aussi mesurées avec la même technique (microscope optique).

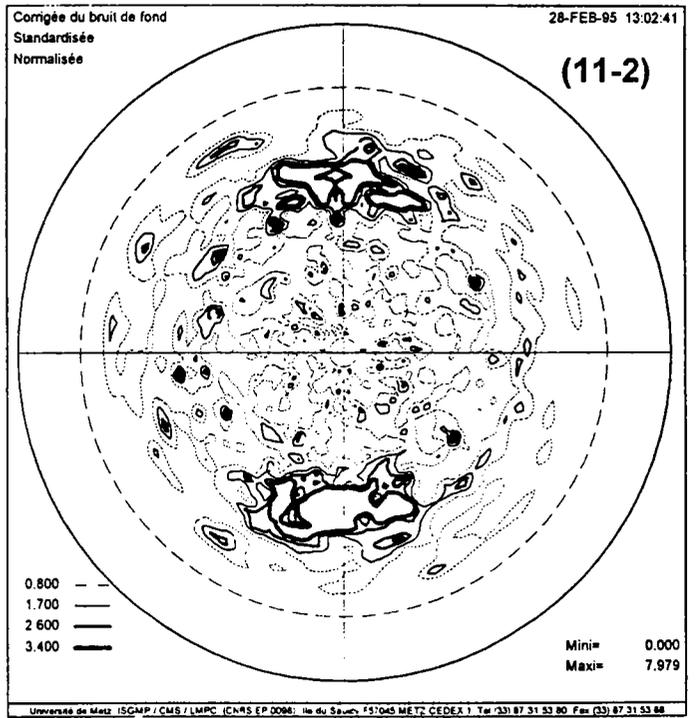
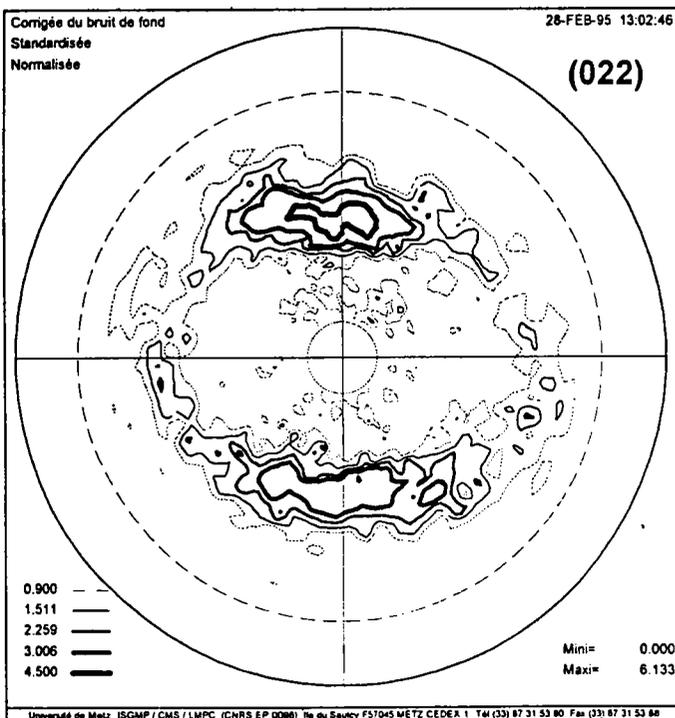
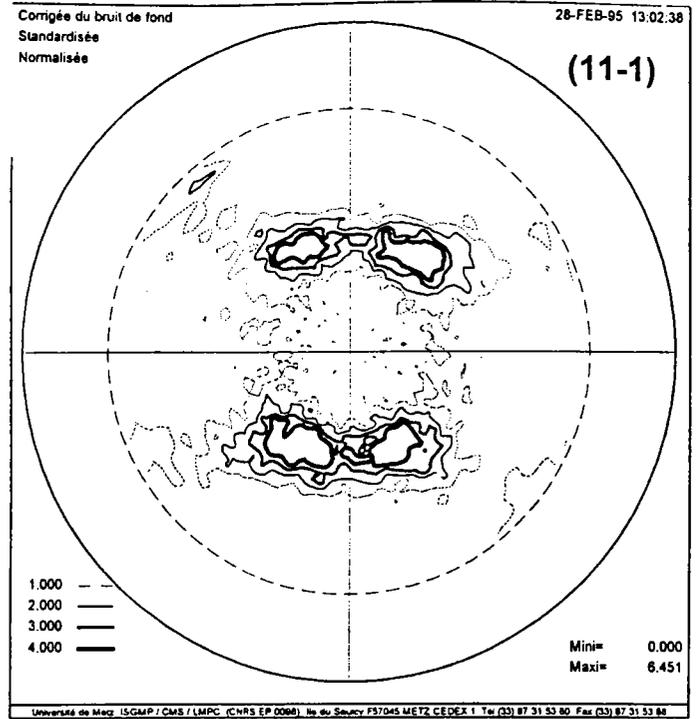
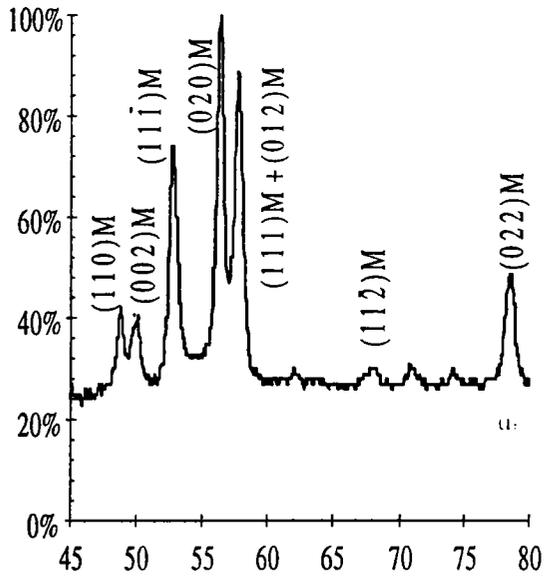
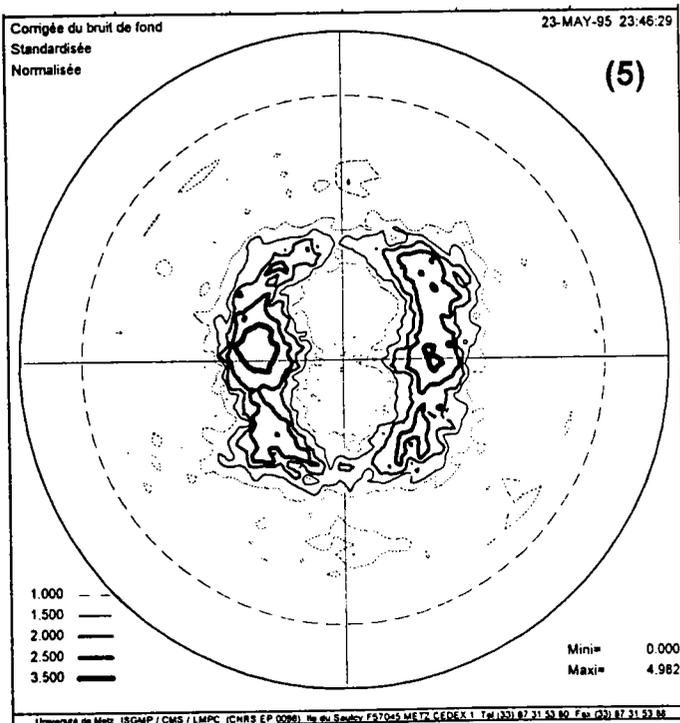
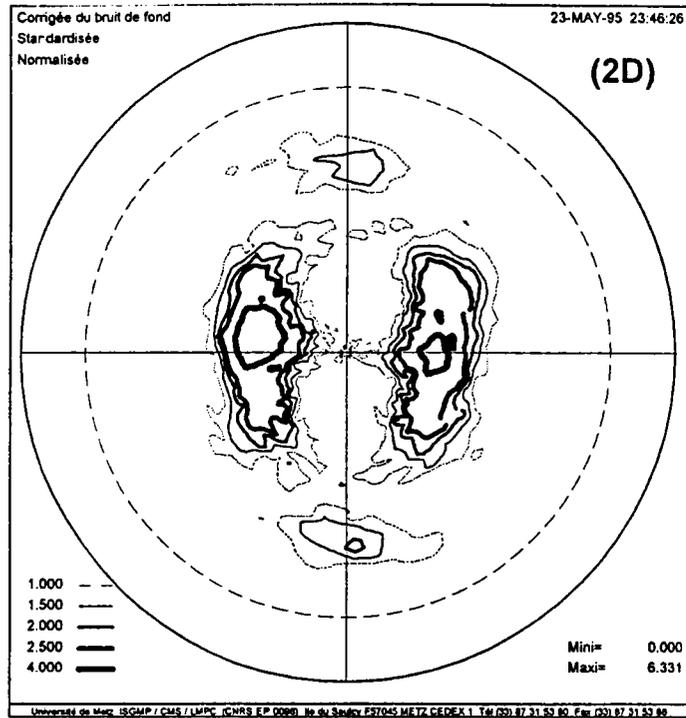
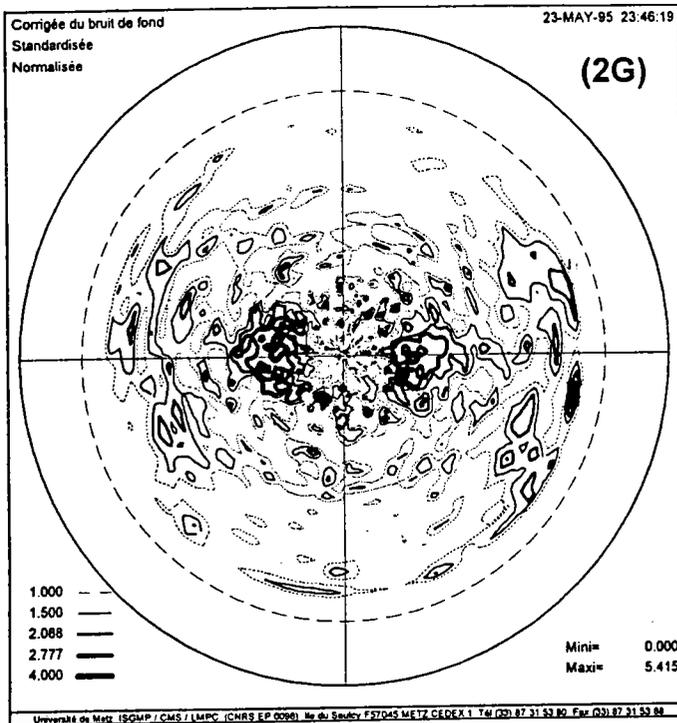


Planche II 4-a:

Martensite déformée par transformation sous contrainte constante  $\sigma = 200$  MPa.



(2G) = 2raies à gauche de  $(11\bar{1})$   
 =  $(110) + (002)$   
 (2D) = 2raies à droite de  $(11\bar{1})$   
 =  $(020) + \{(111) + (012)\}$   
 (5) = Massif des 5 raies y  
 compris  $(11\bar{1})$

Planche II 4-a:

Martensite déformée par transformation sous contrainte constante  $\sigma = 200$  MPa

#### II.4.5/ Martensite orientée par différentes contraintes

\*  $\sigma = 94.7\text{MPa}$

La martensite ainsi obtenue est déformée de  $\varepsilon_{tr} = 4.1\%$ . On note que cette déformation de 4.1% est totalement récupérable après chauffage.

\*  $\sigma = 50\text{MPa}$

La déformation de transformation qui résulte de cette charge est  $\varepsilon_{tr} = 2.6\%$ . Cette déformation est également récupérable après chauffage.

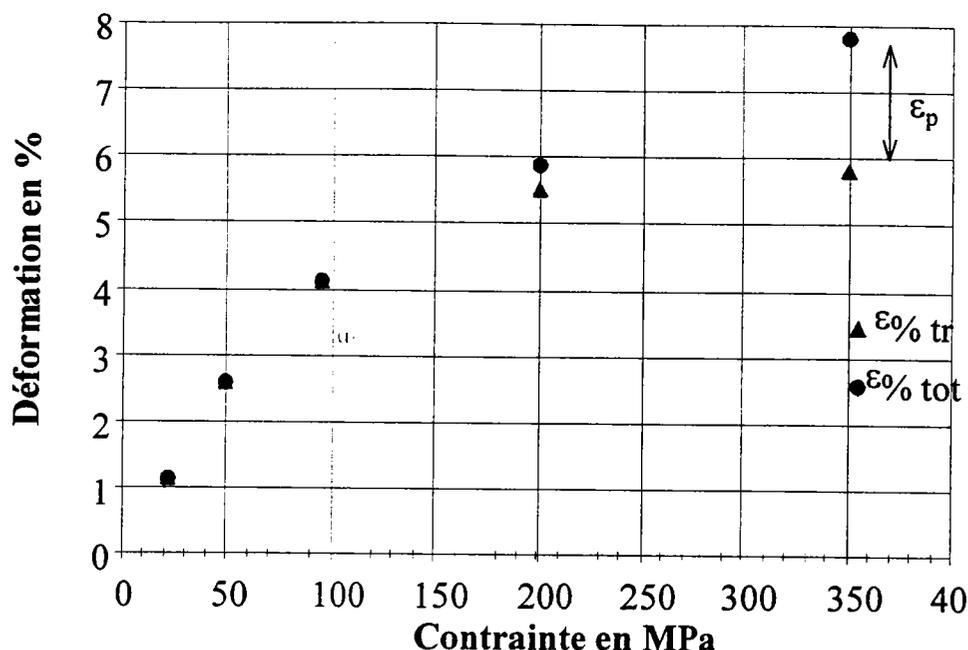
\*  $\sigma = 22.5\text{MPa}$

Sous cette contrainte, il résulte une déformation de transformation égale à 1.12%. Après chauffage, cette déformation est récupérable.

\*  $\sigma = 350\text{MPa}$

Après refroidissement sous cette charge jusqu'à une température inférieure à  $M_f$  suivi d'une décharge, la martensite est déformée de 7.8%. Après chauffage, la récupération de cette déformation n'est pas totale, il résulte une déformation plastique  $1.6\% \leq \varepsilon_p \leq 1.9\%$  et donc une déformation de transformation  $5.8\% \leq \varepsilon_{tr} \leq 6.1\%$ .

La déformation totale obtenue par un refroidissement sous contrainte constante  $\sigma$  dépend fortement de  $\sigma$  (figure II.11). Lorsque  $\sigma = 0$  (refroidissement sans contrainte appliquée), la transformation de phase austénite  $\rightarrow$  martensite a bien lieu (point de mesure  $T_{Mt}$ ), la déformation de transformation obtenue  $\varepsilon_{tr}$  est nulle. Lorsqu'on augmente la contrainte appliquée la déformation totale augmente. On remarque que pour des contraintes  $\sigma \geq 200\text{MPa}$  il y a saturation de la déformation de transformation ( $\varepsilon_{tr}$ ), bien que la déformation totale continue à augmenter.  $\varepsilon_{tot} - \varepsilon_{tr}$  représente la déformation plastique de l'austénite (figure II. 11).



**Figure II. 11:** évolution de la déformation totale et de la déformation de transformation au refroidissement avec la contrainte appliquée.

Les planches II. 5-1 et II. 5-2 présente respectivement les figures de pôles ( $11\bar{1}$ ) et (022) correspondants à ces états.

Examen des figures de pôles:

L'analyse des figures de pôles obtenues sous ces différentes contraintes montre les mêmes zones de concentration mais on note une nette croissance de l'intensité des figures de pôles en fonction de la contrainte. Une analyse quantitative de la texture est donc nécessaire, celle-ci fera l'objet du chapitre suivant.

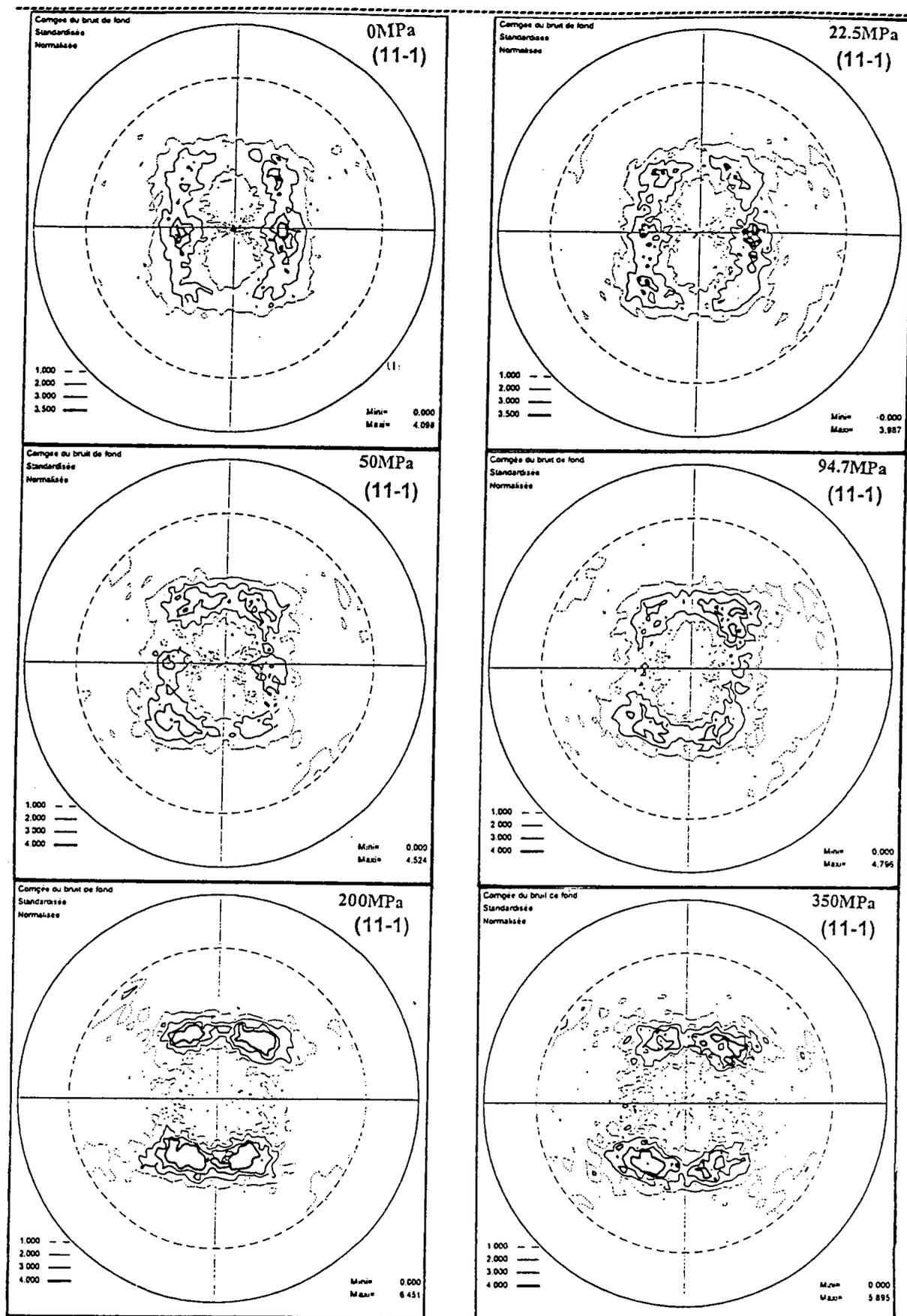


Planche II. 5-1

Figures de pôles (11  $\bar{1}$ ) correspondants aux différentes contraintes

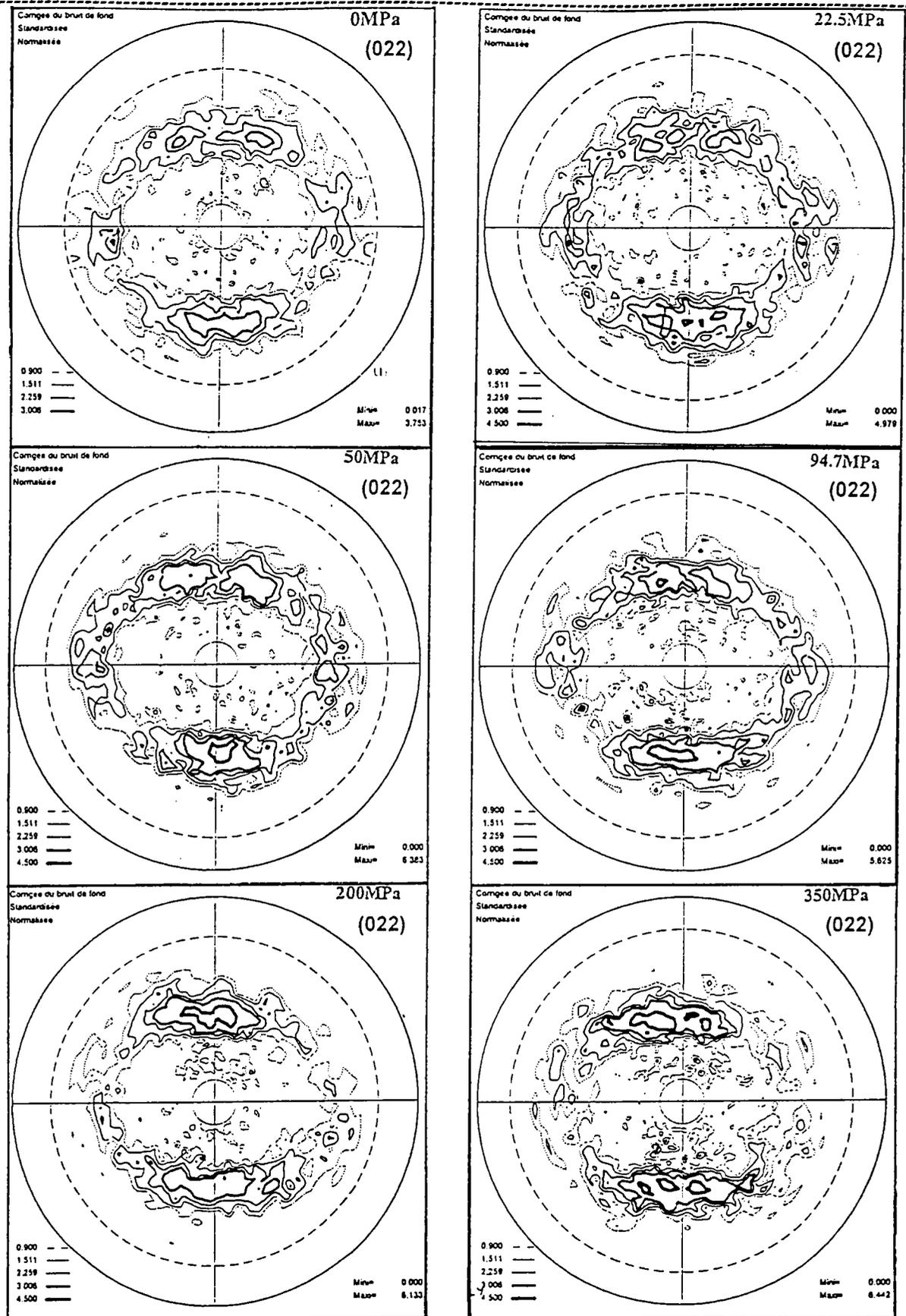


Planche II. 5-2

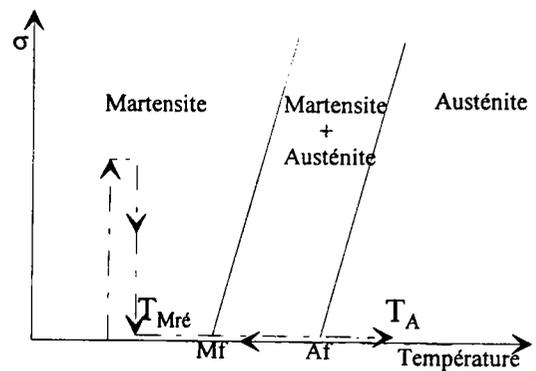
Figures de pôles (022) correspondants aux différentes contraintes

## II.5/ Figures de pôles de l'austénite issue de la martensite orientée

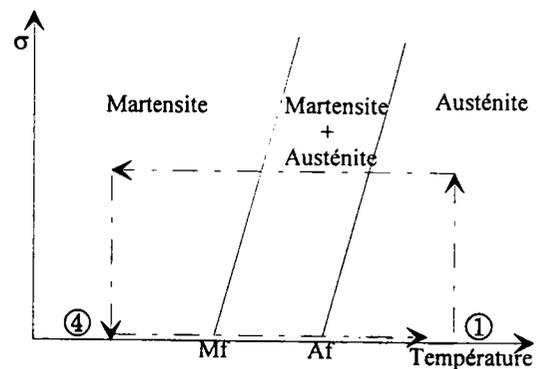
Nous venons de voir que l'éprouvette d'austénite initiale qui a subi différents chargements thermomécaniques recouvre partiellement ou totalement sa forme et sa dimension initiales après un simple chauffage. En est-il de même pour la texture ?

Pour observer un éventuel changement de texture, nous avons effectué deux mesures de figures de pôles sur l'éprouvette dans les états austénitiques suivants:

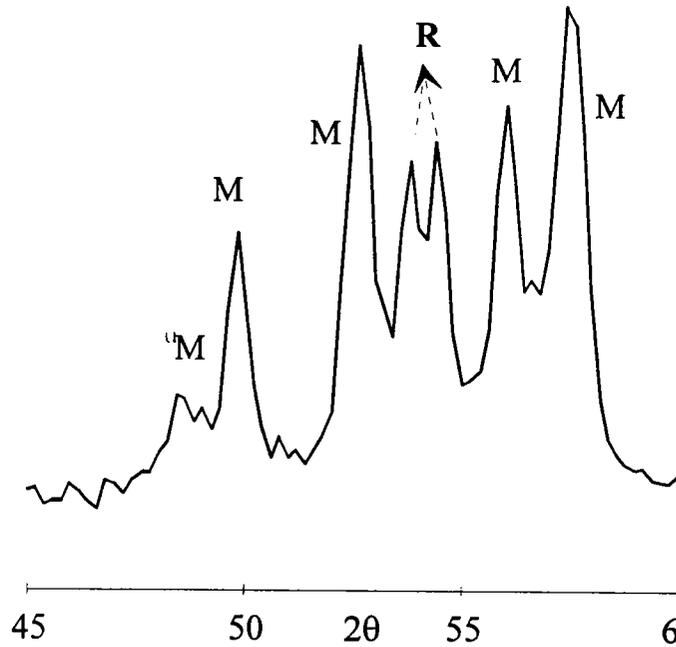
1/ austénite issue de la martensite déformée par réorientation ( charge et décharge de la martensite thermique, du point de mesure  $T_{Mré}$  aboutissant à  $T_A$ ).



2/ austénite issue de la martensite déformée, (refroidissement sous contrainte  $\sigma = 350\text{MPa}$ , point de mesure  $T_{M0}$  aboutissant à  $T_A$ ).



Dans les deux cas, l'éprouvette est chauffée jusqu'à une température de  $150^\circ\text{C}$ , puis refroidie à l'air libre jusqu'à la température ambiante. Les deux spectres obtenus sont identiques, ils montrent la présence de la phase martensitique mais montrent également la présence de la phase R (fig. II. 12). Cette dernière se traduit sur le spectre par deux raies issues de la division de la raie  $(110)_{B2}$  de l'austénite.



**Figure II. 12:** Spectre de diffraction montrant la présence de la phase R

Un chauffage et retour à l'ambiante ne permettent pas de retrouver l'état austénitique. Par contre un maintien de l'éprouvette à une température de 100°C (supérieure à  $A_f$ ) pendant les mesures des diffractogrammes et des figures de pôles doit permettre de retrouver l'état austénitique. Ce maintien est réalisé à l'aide de la plaque chauffante fixée sur la tête goniométrique.

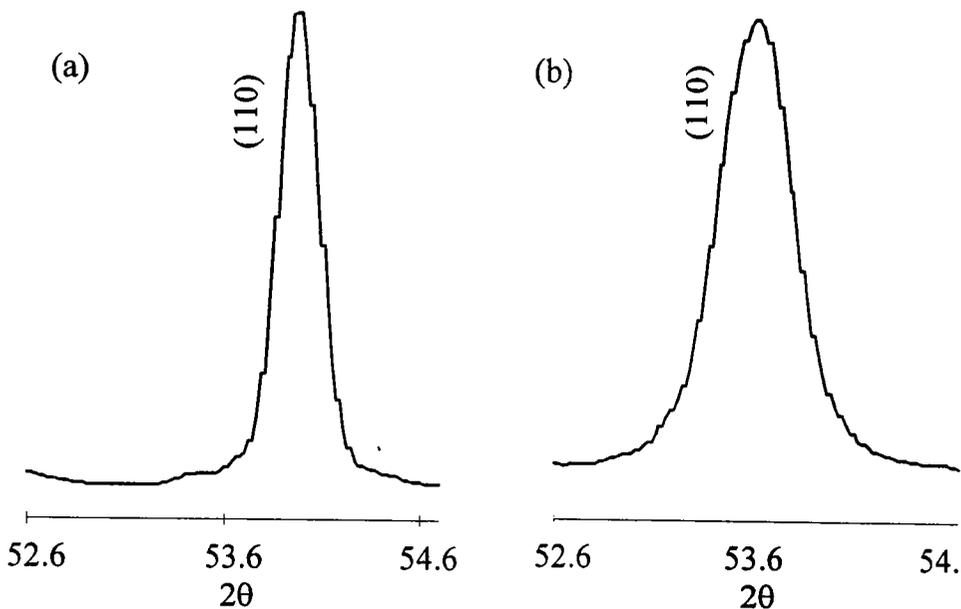
Les résultats obtenus sont les suivants:

\* d'une part l'éprouvette qui après le chargement thermomécanique (point de mesure  $T_{Mré}$ ) présentait une déformation macroscopique résiduelle, a retrouvé sa forme initiale (celle qu'elle avait à l'origine au point de mesure  $T_A$ ). Par contre, après chauffage de l'éprouvette en état martensitique orienté sous 350MPa (point de mesure  $T_{Mo}$ ) ne retrouve pas sa forme initiale, il subsiste une déformation  $1.6\% \leq \epsilon_p \leq 1.9\%$  de l'austénite.

\* d'autre part, les diffractogrammes et les FP montrent les mêmes raies de diffraction et les mêmes figures de pôles que l'état austénitique initial.

La position des raies de diffraction de l'austénite n'a pas changée. Les FP montrent les mêmes zones de concentration que celle de l'état austénitique initiale (planche II. 5 -3).

La figure II. 13-a et b présente la raie (110)A de l'austénite initiale et celle de l'austénite issue de la martensite orientée sous 350MPa. L'analyse du profil de ces 2 raies montre un élargissement de la raie de l'austénite déformée. Cet élargissement est certainement dû à la présence d'une densité de dislocations supérieure à celle de l'austénite initiale que l'on peut associer à la déformation plastique de l'austénite que nous avons pu mesurer ( $1.6\% \leq \epsilon_p \leq 1.9\%$ ).



**Figure II. 13:** profil des raies de diffraction de l'austénite; (a) austénite initiale, (b) austénite issue de la martensite déformée de 7.8%

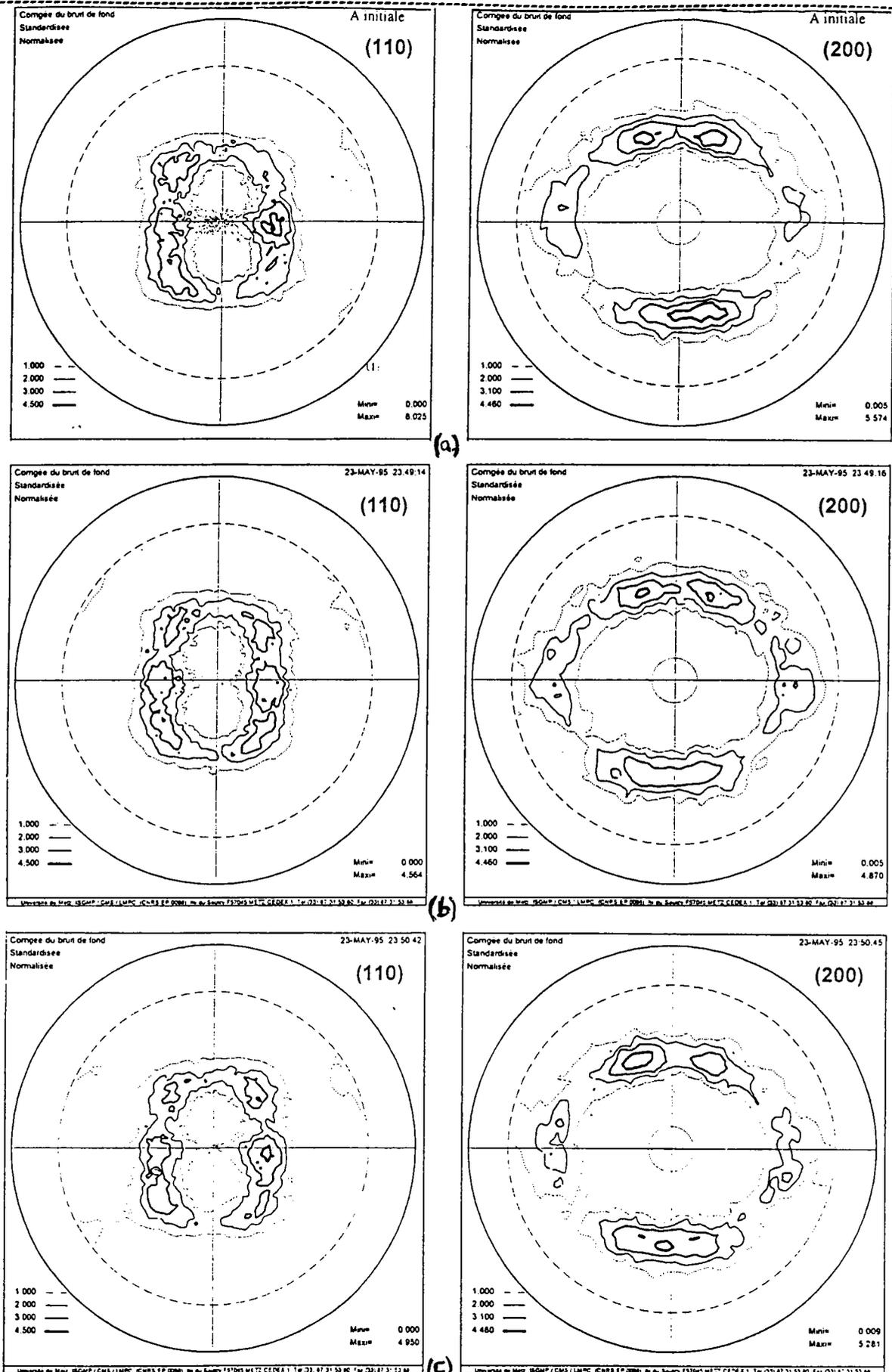


Planche II. 5-3.

Figures de pôles de l'austénite: (a) initiale  $T_A$ , (b) issue de  $T_{Mré}$ , (c) issue de  $T_{M0}$

## II.6/ Conclusions

La caractérisation de l'alliage Ti-Ni par rayons X nous a permis de mettre en évidence les phases en présence après chaque chargement thermomécanique. Nous avons montré qu'à partir d'un état austénitique à température ambiante on peut stabiliser la martensite à cette température par cyclage thermique. Une analyse qualitative de la texture nous montre que:

\* L'effet d'une charge et décharge en phase martensitique influe sur la texture, ceci conduit à penser à une réorientation des variantes auto-accomodantes.

\* La texture de la martensite déformée par refroidissement sous contrainte constante  $\sigma$  dépend de cette contrainte.

\* L'austénite issue de la martensite déformée par transformation sous contrainte constante  $\sigma = 350\text{MPa}$  ne retrouve pas sa forme initiale après chauffage à une température supérieure à  $A_F$ . L'éprouvette présente une texture semblable à celle de l'austénite initiale.

## **Chapitre III**

# **Analyse quantitative de la texture d'un alliage à mémoire de forme TiNi**

### **III. 1/ Application de la méthode vectorielle aux matériaux du système monoclinique 2/m**

III.1.1/ Introduction

III.1.2/ Domaine des axes de fibres

III.1.3/ Domaine des orientations

III.1.3-1/ Domaine de variation des paramètres d'une orientation

III.1.3-2/ Découpage du domaine

III.1.3-3/ Numérotation des orientations

III.1.4/ Correspondance espace des pôles - espace d'orientations

III.1.5/ Spectre de texture

### **III. 2/ Analyse quantitative de la texture de l'alliage Ti-Ni**

III.2 1/ Texture  $T_A$  de l'austénite initiale

III.2 2/ Texture  $T_{M_t}$  de la martensite thermique

III.2 3/ Texture  $T_{M_r}$  de la martensite réorientée

III.2 4/ Texture  $T_{M_o}$  de la martensite orientée

III.2 5/ Texture de l'austénite issue de la martensite déformée

### **III. 3/ Conclusion**

Nous avons vu au cours du chapitre III que la texture de la martensite déformée dépend du chargement thermomécanique subi par le matériau. Pour décrire la texture de la façon la plus complète possible, nous avons fait appel à la méthode vectorielle. Cette méthode a été introduite par D. Ruer<sup>/58/</sup> et développée par A. Vadon<sup>/59/</sup>.

La façon la plus complète de décrire une texture quelconque est de donner la fonction de distribution des orientations  $F(g)$  définie par:

$$f(g).dg \therefore \frac{dv(g)}{v}$$

avec 
$$\frac{dv(g)}{v} = \frac{\text{Volume de l'échantillon ayant l'orientation } g \pm dg}{\text{Volume de l'échantillon}}$$

Pour définir l'orientation  $g$ , il nous faut choisir deux repères et une orientation de référence du cristallite.

\* le repère macroscopique classique  $K_E$  lié à l'échantillon.

\* le repère microscopique  $K_C$  lié au cristal.

L'orientation de référence du cristal est telle que les directions microscopiques  $\vec{h}_1, \vec{h}_2, \vec{h}_3$  coïncident respectivement avec  $\vec{DL}, \vec{DT}, \vec{DN}$ .

L'orientation  $g$  est la rotation qui fait passer le repère du cristal en position de référence à ce même repère lorsque le cristallite est en orientation quelconque.

Pour définir une orientation la méthode vectorielle utilise le triplet:

$$g = \{\psi, \lambda, \zeta\}.$$

\*  $(\psi, \lambda)$  sont les coordonnées polaires dans le repère cristallographique de l'axe de fibre;

\*  $\zeta$  est l'angle de la rotation autour de la normale à l'échantillon qui amène les deux repères en coïncidence.

Au cours de ce chapitre nous présentons d'abord l'application de la méthode vectorielle aux matériaux du système monoclinique 2/m puis l'étude de la texture des états austénitiques (austénite initiale et austénite issue de la martensite déformée) et martensitiques (martensite thermique et martensite déformée) de l'alliage Ti-Ni et nous terminons par l'étude de l'évolution de la texture de la martensite déformée par transformation sous différentes charges constantes.

u.

### **III. 1/ Application de la méthode vectorielle aux matériaux du système monoclinique 2/m**

#### **III.1. 1/ Introduction**

La basse symétrie des matériaux monoclinique 2/m conduit à une faible multiplicité des plans  $\{hkl\}$ , à des distances réticulaires très voisines et donc à un chevauchement des raies de diffraction. De plus, pour l'analyse quantitative en MV, cette basse symétrie conduit à des tailles de la matrice densité de probabilité  $\sigma_{pn}\{hkl\}$  élevées, ce qui nécessite un ordinateur rapide (Processeur de type 486 ou 586) avec une RAM de 16 ou 32 Mo.

La méthode vectorielle est une méthode discrète qui définit dans le domaine des axes de fibres et dans le domaine des orientations, des classes d'équivalence.

#### **III.1. 2/Domaine des axes de fibres**

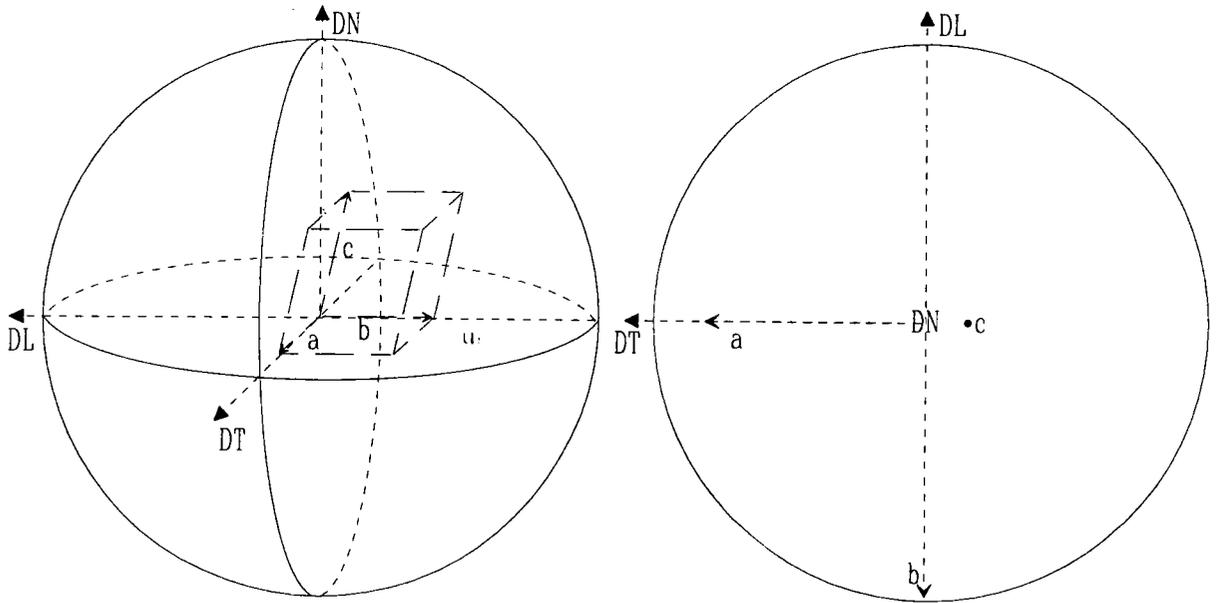
Un système cristallin ne possédant aucun élément de symétrie voit ses axes de fibre  $G^*$  couvrir toute la sphère des pôles  $\Sigma_p$  qui constitue donc le domaine de définition de ses axes de fibre. Ce domaine se réduit en fonction de la symétrie du cristal. La position de ce domaine dépend de la position de référence du cristal dans le repère macroscopique.

Utilisons le repère cristallin auquel nous associons la sphère  $\Sigma_C$ . Le domaine de variation de  $\vec{ON}$  est la sphère  $\Sigma_C$  entière. L'angle  $\zeta$  varie pour chaque position de  $\vec{ON}$ , de 0 à  $2\pi$  ( $0 \leq \zeta < 2\pi$ ). Il faut donc choisir deux domaines de définition pour les axes de fibre sur  $\Sigma_C$ , l'un  $G^*_1$  pour  $\vec{ON}^+$  l'autre  $G^*_2$  pour  $\vec{ON}^-$ . Ces deux domaines sont centrosymétriques.

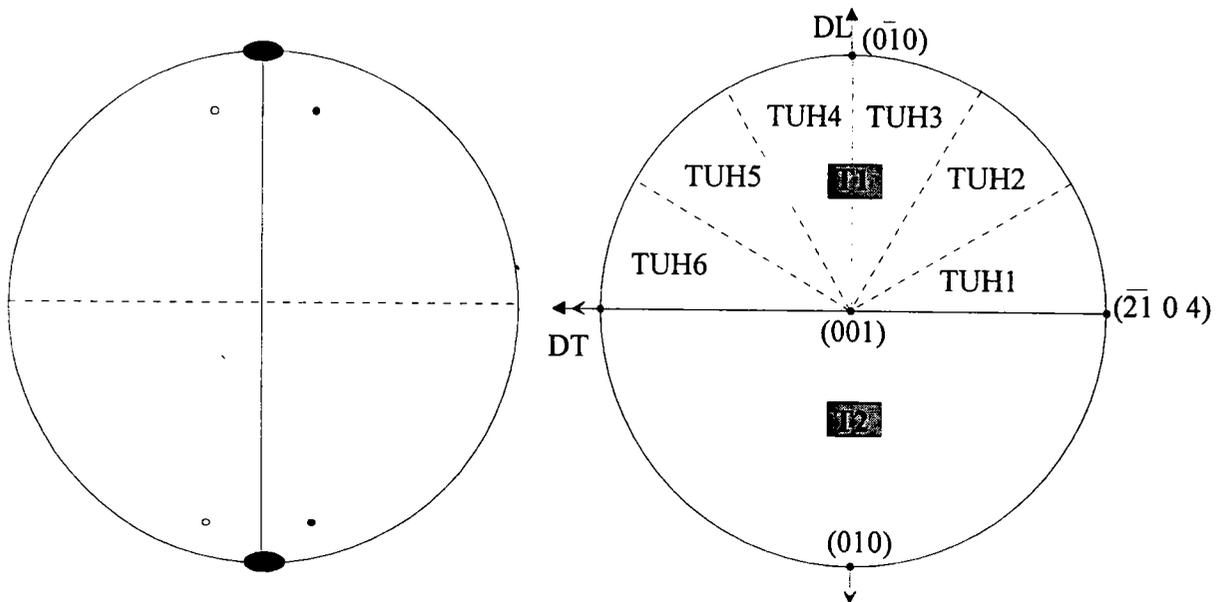
$$G^* = G^*_1 + G^*_2$$

En classe 2/m, l'axe  $\vec{b}$  est le seul axe d'ordre 2, le plan (ac) est un plan de symétrie. Tout élément de symétrie du cristal qui est axe de rotation d'ordre n engendre n orientations géométriquement distinctes, mais cristallographiquement équivalentes. Il réduit donc le domaine de définition  $G^*$  à 1/n de sa valeur initiale.

Pour profiter de cette réduction, il faut que l'axe 2 coïncide avec un axe macroscopique. Nous choisissons alors la position de référence pour le cristal 2/m telle que le plan de symétrie du cristal coïncide avec le plan transverse ( $\vec{DN}$ ,  $\vec{DT}$ ). Alors  $\vec{DL}$  est parallèle à la rangée  $[0\bar{1}0]$  (voir figure III.1). Cette position fixe la position de  $\Sigma_C$  par rapport à  $\Sigma_E$ . L'axe d'ordre 2 de la classe 2/m réduit donc le domaine des axes de fibre en sa moitié, c'est à dire l'hémisphère nord entier.



**Figure III.1:** Le cristal monoclinique en position de référence



**Figure III.2:** a) éléments de symétrie du réseau monoclinique 2/m. b) domaine des axes de fibre  $\{T1 = T2\}$ , avec découpage du triangle T1 en 6 TUH

### Choix du découpage

Le domaine d'axe de fibres  $G^*$  peut se découper selon les deux découpages utilisés en MV.

\* le découpage cubique, pour lequel le domaine  $G^*$  est un multiple du triangle unitaire cubique (TUC).

\* le découpage hexagonal, pour lequel le domaine  $G^*$  est un multiple du triangle unitaire hexagonal (TUH).

Le triangle T1 multiple du triangle TUH ( multiplicité 6) est aussi multiple du TUC. Nous avons choisi de découper T1 (et T2) en 6 TUH, car le découpage hexagonal est plus simple (voir figure III. 2-b). Chaque TUH est découpé en 20 cases d'aire égale. Il y a donc 120 cases d'aire égale sur T1, soit sur l'ensemble  $\{T1+T2\}$  du domaine d'axe de fibres, 240 cases. La figure III. 3 montre le découpage du triangle T1 monoclinique en 120 cases d'aire égale, avec leur numérotation.

A titre d'exemple, nous montrons comment les triangles T1 et T2 se déplacent sur la sphère des pôles lorsque l'on passe de l'orientation de référence  $\{0, 0, 0\}$  à une orientation quelconque  $\{43, 34, 57\}$ , par le produit de deux rotations de la MV.

$$(0, 0, 0) \xrightarrow{\text{Rot}(\vec{OD}, \lambda)} (\psi, \lambda, 0) \xrightarrow{\text{Rot}(\vec{ON}_0, \zeta)} (\psi, \lambda, \zeta)$$

La première rotation autour de l'axe  $\vec{OD}$  (43, 90) amène l'axe de fibre de coordonnées polaires (43, 34) dans l'ensemble  $\{T1+T2\}$  à coïncider avec  $\vec{ON}$ .

La deuxième rotation autour de  $\vec{ON}$ , d'angle  $\xi = 57$ , amène le cristal dans son orientation finale.

Les figures III.4 montre successivement, en projection stéréographique, les trois orientations  $\{0, 0, 0\}, \{43, 34, 0\}, \{43, 34, 57\}$ . Nous avons tracé l'équateur et les six méridiens qui délimitent les six TUH pour bien montrer la nouvelle position de l'ensemble  $\{T1+T2\}$ .

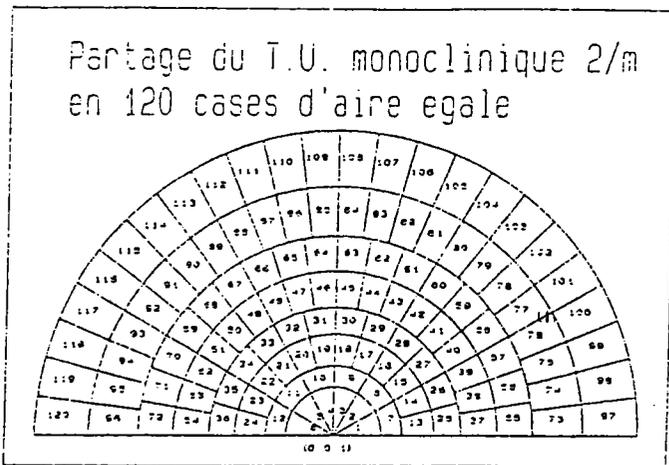
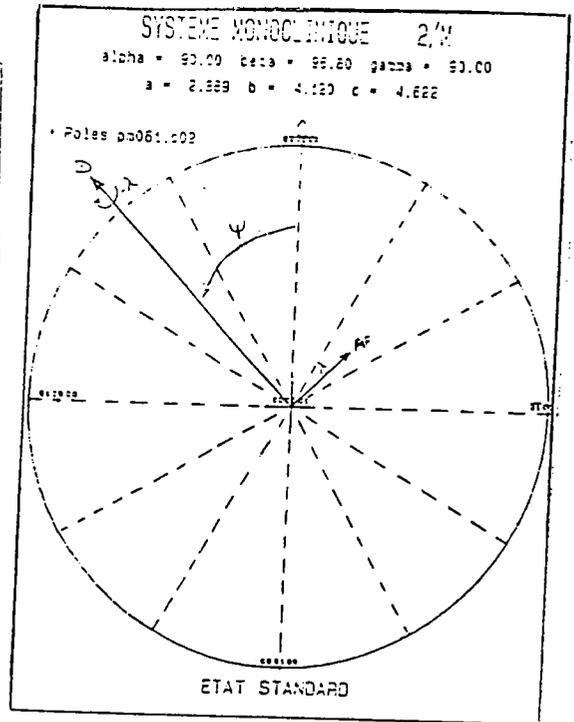
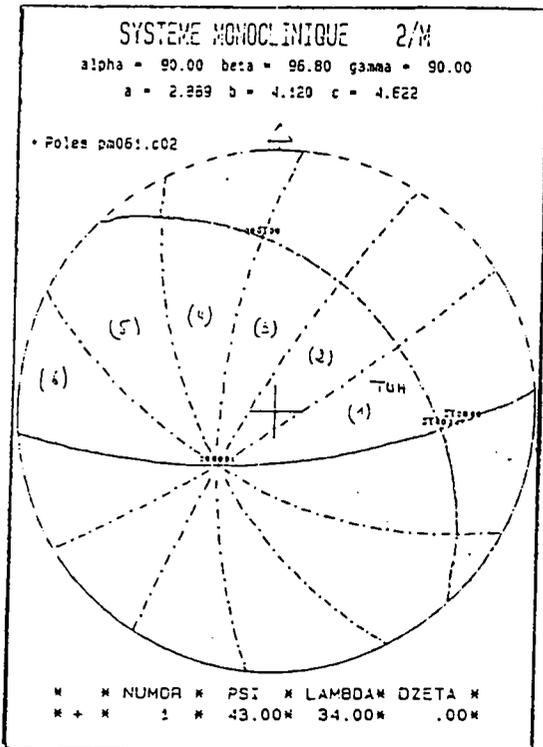


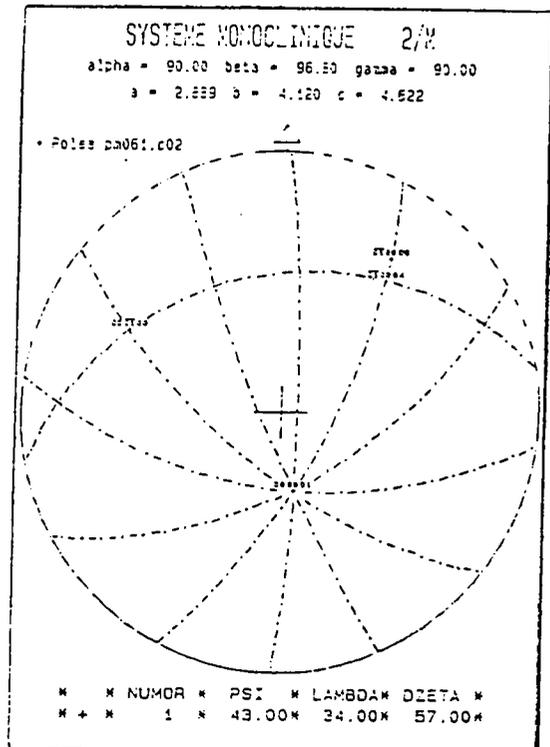
Figure IV.3: découpage du triangle T1 monoclinique en 120 cases



(a)



(b)



(c)

Figure III.4: a) Le cristal Ti-Ni en position de référence (orientation (0, 0, 0)),  
 b) L'orientation (43, 34, 0), c) L'orientation (43, 34, 57).

### III.1. 3/Domaine des orientations

#### III.1.3-1/ Domaine de variation des paramètres d'une orientation.

L'espace des orientations étant ainsi réduit, les triangles sphériques T1 et T2 couvrent l'hémisphère  $\Sigma_E^+$ . Une orientation  $(\psi \lambda \zeta)$  est définie comme l'orientation appartenant à la fibre d'axe  $(\psi \lambda)$  et qui se déduit de l'orientation  $(\psi \lambda 0)$  par la rotation d'amplitude  $\zeta$  autour de  $\vec{ON}$ . L'ensemble de toutes les orientations d'une fibre complète correspond à une variation de 0 à  $2\pi$  du paramètre  $\zeta$ . Nous conviendrons de faire varier  $\zeta$  de 0 à  $2\pi$  si l'axe  $\vec{ON}$  se trouve dans le triangle T1 et de 0 à  $-2\pi$  si l'axe ON est dans le triangle T2. Les triangles T1 et T2 sont symétriques par rapport au plan transverse  $(\vec{ON}, \vec{OT})$ , et deux orientations  $(\psi \lambda \zeta)$  et  $(-\psi \lambda -\zeta)$  sont également symétriques par rapport au plan  $(\vec{ON}, \vec{OT})$ .

Le domaine de variation des paramètres d'une orientation en classe 2/m est défini par:

$$\text{Pour le triangle T1: } 0 \leq \lambda \leq \pi/2 \quad 0 \leq \psi < \pi \quad \text{avec } 0 \leq \zeta < 2\pi$$

$$\text{Pour le triangle T2: } 0 \leq \lambda \leq \pi/2 \quad -\pi \leq \psi < 0 \quad \text{avec } -2\pi \leq \zeta < 0$$

#### III.1.3-2/ Découpage du domaine

Le nombre de cases de l'espace des orientations N, c'est à dire la dimension du vecteur (Y), doit avoir une valeur inférieure à P, nombre de cases de pôles utilisées pour le traitement. Cette valeur N doit être un multiple du nombre de cases du découpage du triangle monoclinique en cases d'aire égale. L'analyse va s'effectuer avec 3 figures de pôles incomplètes. Sachant qu'une figure de pôles complète, mesurée avec un découpage  $2.5 * 5$ , correspond à  $36 * 72 = 2596$  cases de pôles, pour trois figures il y aura 7776 cases de pôles. Avec trois figures de pôles incomplètes, nous aurons environ 5700 à 5800 cases de pôles.

1- Chacun des triangles sphériques T1 et T2 est découpé en 120 cases ( $\mu$ ) d'aire égale, ce qui fait 240 cases sur l'ensemble  $\{T1+T2\}$  du domaine d'axes de fibres.

2- Chaque prisme droit, ayant pour base une case d'axe de fibre et une hauteur égale à  $2\pi$ , est divisé en 18 tranches de 20.

Le domaine des orientations est donc divisé en 4320 classes d'équivalence de volume égal. (Voir figure III. 5-a)

Rappelons que l'axe de coordonnée  $\lambda$  coïncide avec  $-\vec{DT}$  et que l'axe de coordonnée  $\zeta$  coïncide avec  $\vec{DN}$ .

### III.1 3-3/Numérotation des orientations

Elle se fait de la même manière que celle utilisée en classe hexagonale 6/mmm.

Chaque case d'axe de fibre est numérotée par  $\psi$  croissant sur une couronne, puis lorsqu'une couronne est pleine, on passe à la suivante. Cette numérotation par couronne permet d'attribuer des numéros voisins aux axes de fibre centraux.

Les orientations sont numérotées à partir des axes de fibres par  $n^\circ$  croissants. Le prisme supérieur de base T1 et de hauteur  $2\pi$ , contient 120 prismes de même hauteur et de base une case d'axe de fibre. Les 18 premières OR appartiennent au prisme de base  $\mu = 1$  seront donc numérotées de 1 à 18. Les 18 suivantes seront les OR symétriques par rapport au plan transverse, c'est à dire appartenant à la même case  $\mu=1$  mais correspondant à une rotation autour de l'AF en sens opposé du sens trigonométrique. Elles sont numérotées de 19 à 36, et appartiennent au prisme inférieur (Voir figure III. 5-b). Puis on passe à  $\mu=2$ .

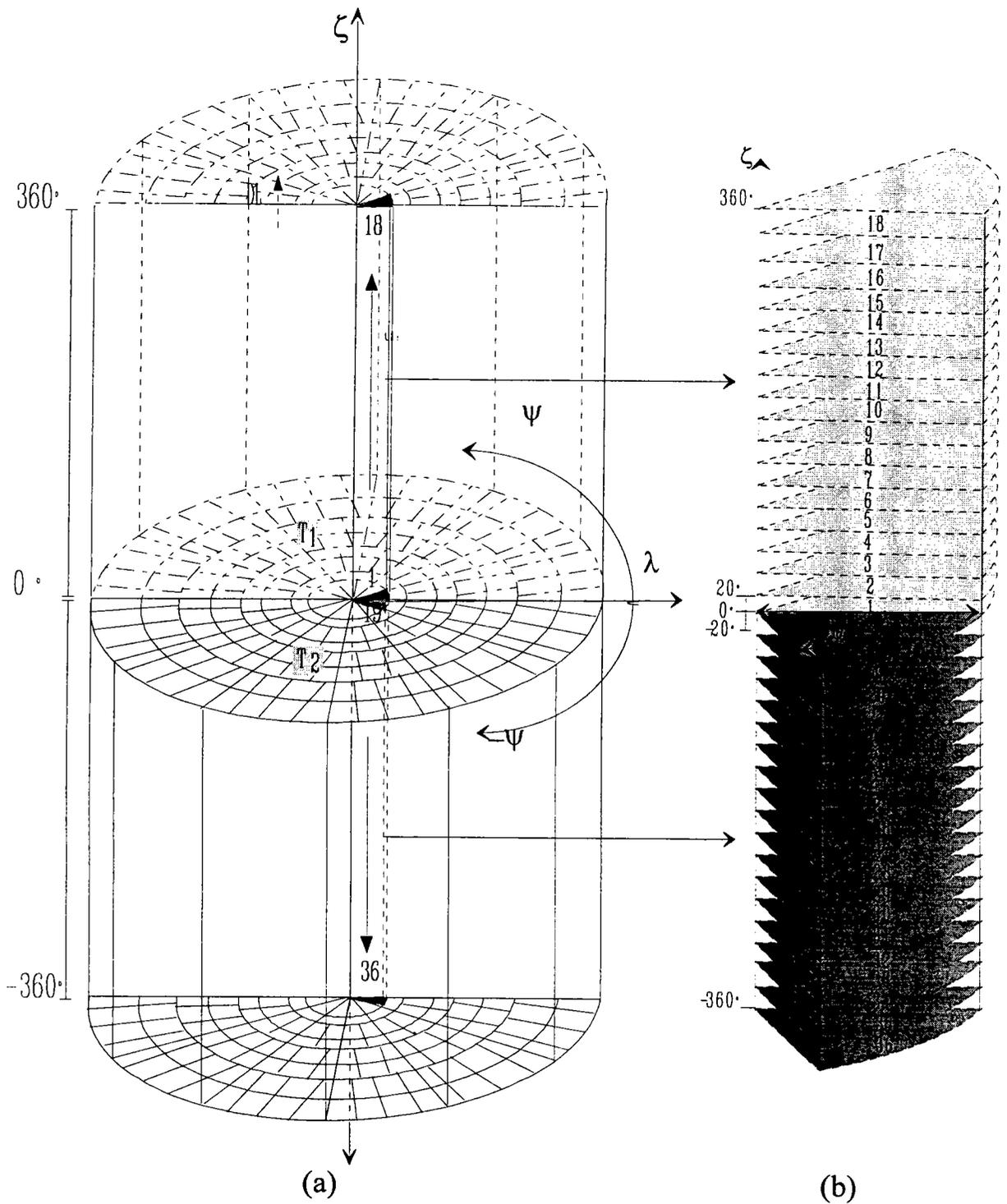


Figure III.5: a) Découpage de l'espace figuratifs des orientation en classe 2/m  
 b) numérotation des cases d'orientation

**III.1. 4/Correspondance espace des pôles - espace d'orientations**

La discrétisation de l'espace des pôles par couronnes et secteurs en P éléments et de l'espace des orientations par prismes et tranches en N éléments fait apparaître une relation linéaire entre densité de pôles sur la figure de pôles et densité d'orientations dans l'espace figuratif des orientations.

Ces deux espaces se correspondent par une application linéaire traduite par la relation matricielle suivante:

$$(X_p) = [ \sigma_{pn} \{hkl\} ]. (Y_n) \quad (1)$$

entre densité de pôles  $X_p$  dans les cases p de pôles et densité d'orientation  $Y_n$  dans les cases n d'orientations.

Plus explicitement, la relation s'écrit:

$$\begin{pmatrix} X_p \\ \vdots \\ X_p \end{pmatrix}_p = \begin{bmatrix} \sigma_{11} & \dots & \sigma_{n1} & \dots & \sigma_{N1} \\ \vdots & & \vdots & & \vdots \\ \sigma_{1p} & \dots & \sigma_{np} & \dots & \sigma_{Np} \\ \vdots & & \vdots & & \vdots \\ \sigma_{1p} & \dots & \sigma_{np} & \dots & \sigma_{Np} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} Y_n \\ \vdots \\ Y_n \end{pmatrix}_N$$

La matrice  $\sigma_{pn} \{hkl\}$  est la matrice densité de probabilité correspondant à la distribution uniforme des pôles des plans  $\{hkl\}$  d'un cristal donné.

Dans notre cas  $(X_p)$  représentent l'ensemble de trois figures de pôles incomplètes écrites en colonnes. Les matrices sont bâties de la manière suivante:

$$\begin{array}{l}
 1^{\text{ère}} \text{ Figure} \\
 2^{\text{ème}} \text{ Figure} \\
 3^{\text{ème}} \text{ Figure}
 \end{array}
 \begin{array}{l}
 (X_1) \\
 (X_2) \\
 (X_3)
 \end{array}
 =
 \begin{array}{l}
 [\sigma_{1pn} \{h_1 k_1 l_1\}] \\
 [\sigma_{2pn} \{h_2 k_2 l_2\}] \\
 [\sigma_{3pn} \{h_3 k_3 l_3\}]
 \end{array}
 \cdot (Y)$$

La matrice rectangulaire résulte de l'empilement ligne par ligne des matrices correspondant aux figures à analyser. Ces matrices sont calculées à l'aide des programmes fait par A. Vadon<sup>/59/</sup>.

### III.1.5/Spectre de texture

En méthode vectorielle, la distribution des orientations est représentée par un vecteur dont les composantes figurent le poids relatif de chacune des orientations. Pour trouver le vecteur texture Y, il faut inverser la relation (1). La méthode d'inversion utilisée est celle décrite par E. Durand<sup>/60/</sup>.

Le vecteur texture obtenu est représenté par un spectre avec en abscisse les orientations  $g = \{\psi, \lambda, \zeta\}$ , en ordonnée les fractions volumiques  $f(g)$  correspondantes (figure III. 6-b). De part et d'autre du point central O, l'axe des abscisses est découpé en segments égaux représentant les cases du triangle T1 à droite et du triangle T2 à gauche.

Pour mettre en évidence les symétries macroscopiques de l'échantillon, nous partageons le volume figuratif des composantes de texture en 4 sous-domaines symétriques par rapport aux faces du trièdre macroscopique (voir figure III. 6). Le spectre correspondant à chacun de ces sous - volumes est tracé dans l'un des quadrants délimité par les axes de coordonnées rectangulaires. Chaque graduation sur OX représente le numéro de l'axe de fibre à laquelle appartient l'orientation.

\* 2 composantes symétriques par rapport au plan  $(\vec{DL}, \vec{DN})$  sont représentées par 2 segments d'égale longueur, opposés par rapport à l'axe  $\vec{DL}$  (figure III. 7-a).

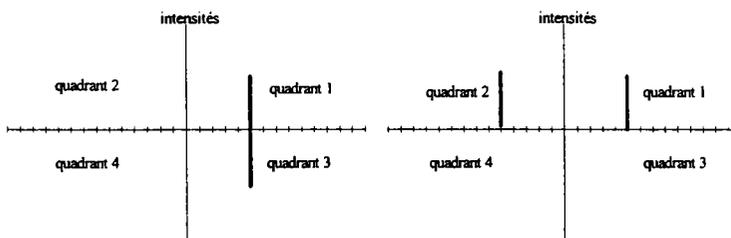
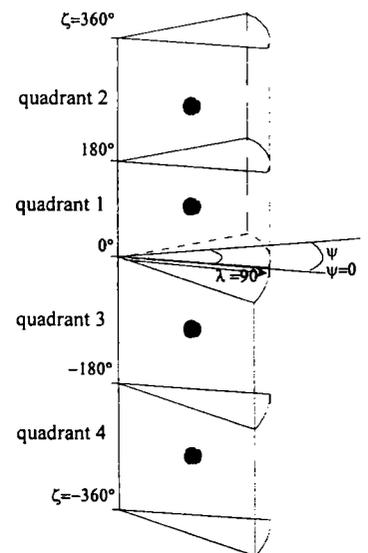
\* 2 composantes symétriques par rapport au plan  $(\vec{DT}, \vec{DN})$  sont représentées par 2 segments d'égale longueur, dont les pieds sont opposés par rapport à l'axe  $\vec{DT}$  (figure III. 7-b).

En effet;

- deux orientations telles que  $g_{\bullet} = \{\psi, \lambda, \zeta\}$ , et  $g_{\bullet} = \{-\psi, \lambda, -\zeta\}$ , sont symétriques par rapport au plans transverse  $(\vec{DT}, \vec{DN})$  ce qui se traduit sur le spectre par une symétrie par rapport  $\vec{DT}$  (figure III. 7-a).

- deux orientations telles que  $g_{\bullet} = \{\psi, \lambda, \zeta\}$ , et  $g_{\bullet} = \{-\psi, \lambda, 2\pi - \zeta\}$ , sont symétriques par rapport au plan longitudinal  $(\vec{DL}, \vec{DN})$  ce qui se traduit sur le spectre par une symétrie par rapport à  $\vec{DL}$  (figure III. 7-b).

**Figure III.6:** découpage de l'espace des orientations en 4 sous-espaces correspondant chacun à des orientations symétriques par rapport au repère macroscopique

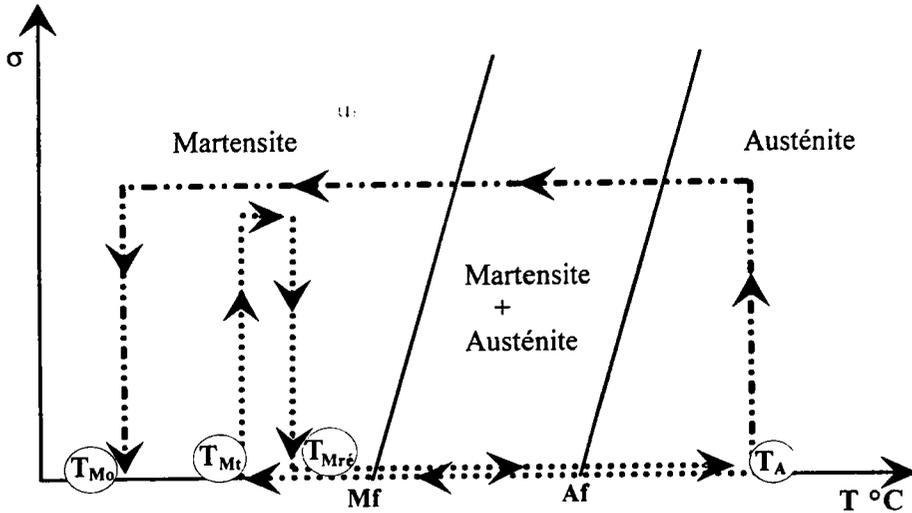


**Figure III.7:** 2 composantes symétriques vs  $(\vec{DT}, \vec{DN})$

2 composantes symétriques vs  $(\vec{DL}, \vec{DN})$

**III. 2/ Analyse quantitative de la texture de l'alliage Ti-Ni**

Nous avons effectué l'analyse quantitative de la texture de l'alliage Ti-Ni dans les états austénitiques (notés  $T_A$ ) et martensitiques (notés  $T_{Mt}$ ,  $T_{Mré}$ ,  $T_{Mo}$ ) décrits au chapitre III. La figure



**Figure III.8:** Les points d'analyse quantitative de la texture sur le diagramme (σ, T)

**\* Conduite de l'analyse.**

Dans tous les cas, l'analyse ordinaire est précédée d'une analyse axiale, résultant de l'axialisation autour de  $\vec{DN}$  de la figure de pôle ordinaire. Les intensités des figures de pôles sont donc sommées par couronne et l'analyse d'une ou plusieurs figures de pôles axiales ainsi obtenues permet le calcul de la densité d'axe de fibres sur le découpage de l'ensemble des triangles unitaires constituant le domaine des axes de fibre selon

$$(X^*) = [\sigma_{k\mu}]^* (Y^*)$$

avec  $(X^*)$  = vecteur de la figure de pôle axiale

$[\sigma_{k\mu}]^*$  = matrice axiale à k lignes ( nombre de couronnes sur la figure de pôle directe et  $\mu$  colonnes ( nombre de cases sur le domaine d'axe de fibres)

$(Y^*)$  = vecteur texture axiale donnant le poids des axes de fibres dans les cases d'axes de fibres ou encore la fraction volumique de l'échantillon ayant pour axes de fibres un axe de la classe considérée.

Cette analyse axiale préliminaire présente deux avantages:

1/ Elle permet de tester facilement la qualité des FP expérimentales: les FP recalculées doivent être en bon accord avec les FP expérimentales.

2/ Elle permet de commencer l'analyse ordinaire avec un vecteur texture dont chaque composante a pour valeur la valeur de la composante d'axe de fibre à laquelle elle appartient.

### \* Présentation des résultats

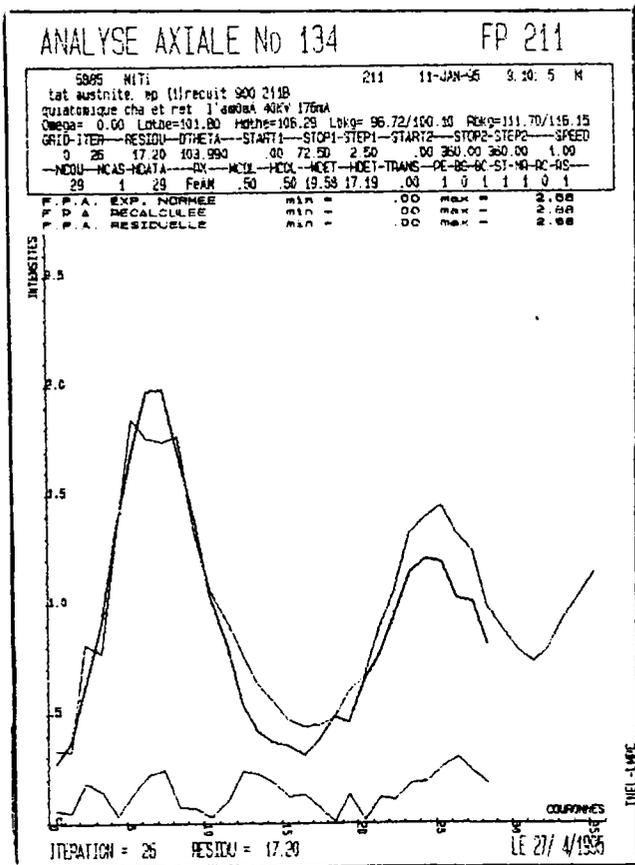
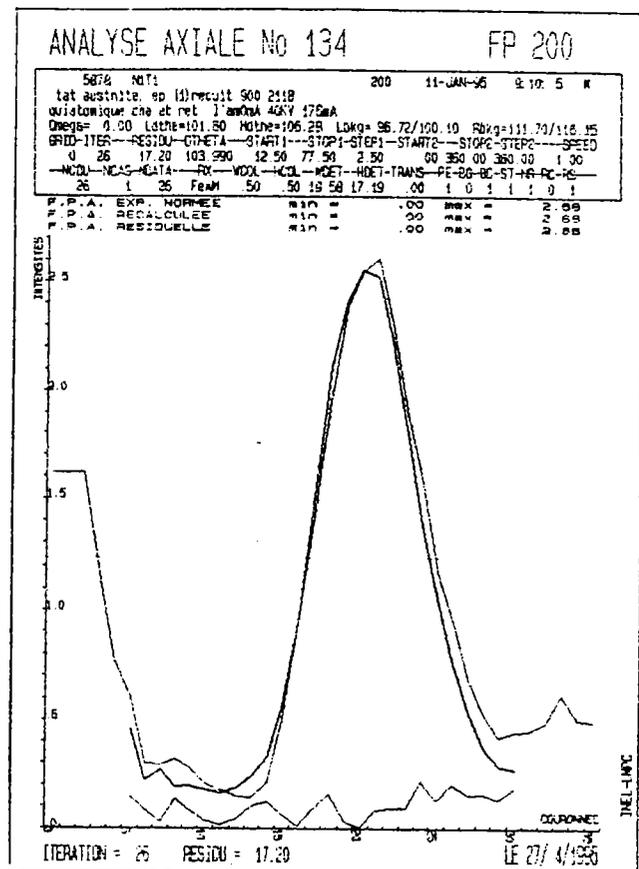
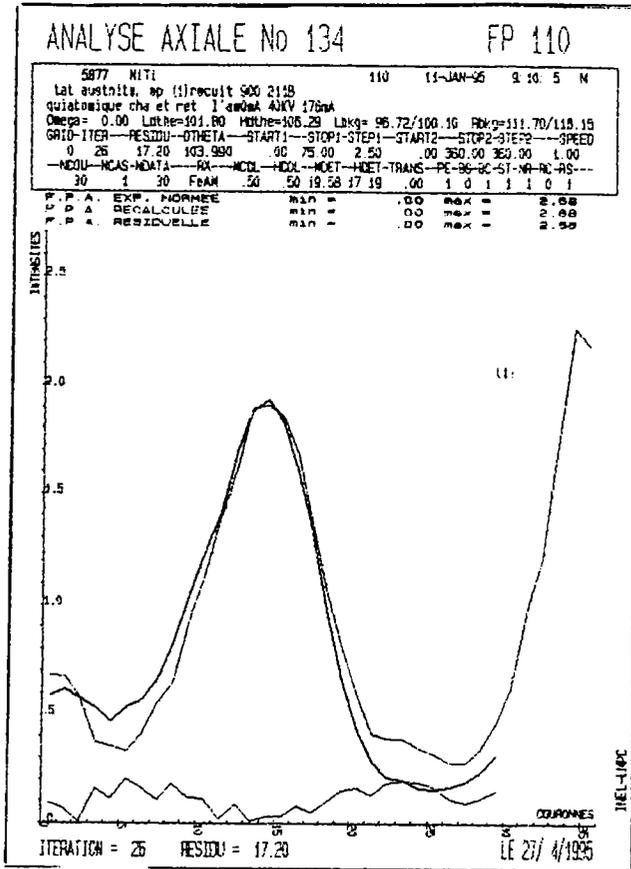
Les trois (ou 2) figures de pôles axiales expérimentales, recalculées, résiduelles sont présentées sur une même page, ainsi que les trois figures de pôles ordinaires.

Les résultats des analyses sont représentés par:

- le tracé de l'ODF axiale ( ligne de niveau dans le triangle  $T_1$  )
- le tracé du spectre du vecteur texture axiale ( fraction volumique d'axe de fibre en fonction du n° de case).
- le tracé du spectre du vecteur texture ( fraction volumique en fonction des n° de cases, en tenant compte de la symétrie macroscopique).
- le tracé de l'ODF ordinaire (en coupes selon le paramètre  $\zeta$  ).

### III.2. 1/ Texture $T_A$ de l'austénite initiale

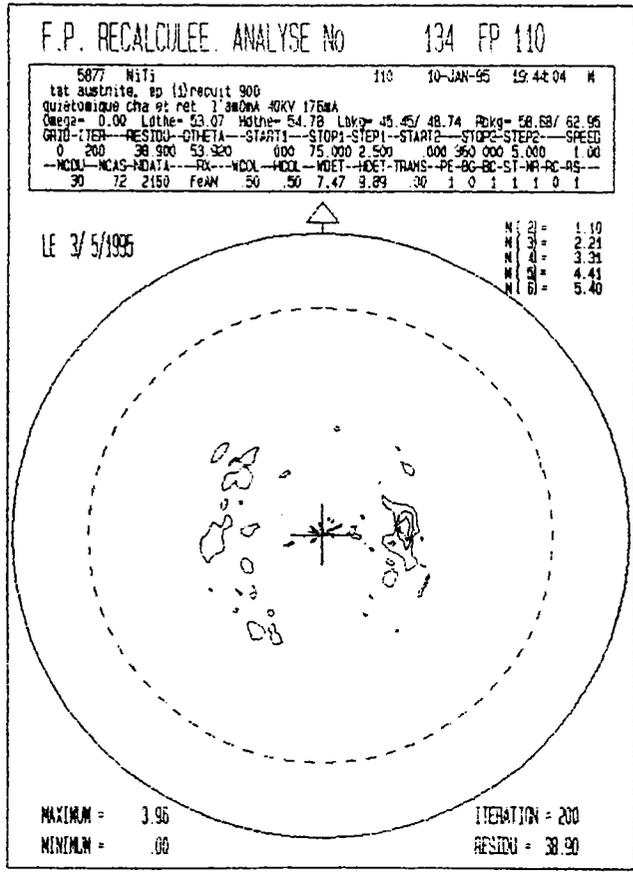
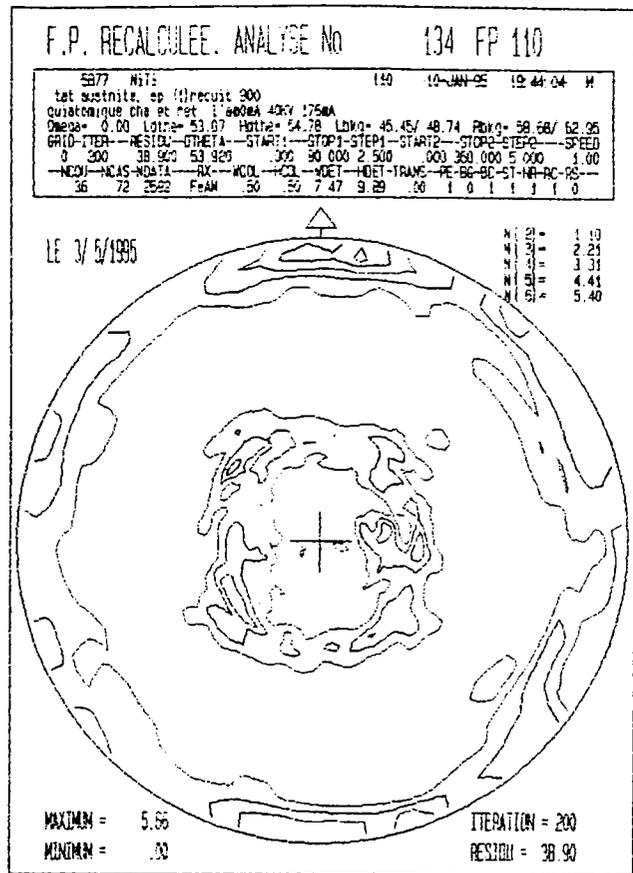
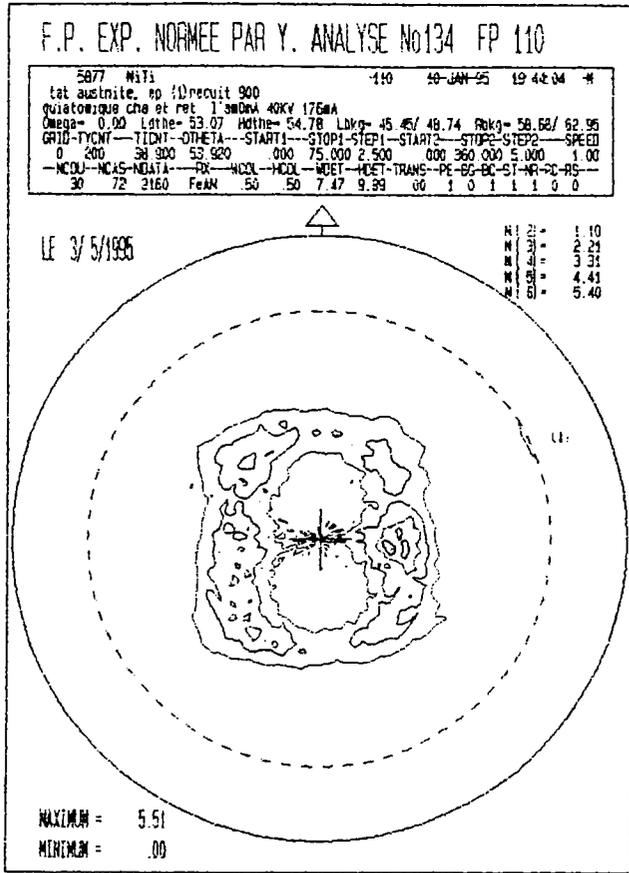
Après laminage à température ambiante, l'éprouvette subit un recuit à 900°C pendant 10 mn et est ensuite trempée dans l'eau chaude (100°C). Elle est dans un état austénitique. Pour l'analyse de cette phase austénitique, nous avons utilisé les trois figures de pôles (110), (200) et (211). Nous présentons les résultats de cet état d'échantillon sous forme de tracés comme décrit précédemment.



Les 3 figures de pôles axiales sont tracées avec la même échelle en intensité (échelle déduite de la plus grande des trois intensités)

Commentaire de l'analyse axiale

\* Les trois FPA sont correctement reproduites. Les FPA expérimentales se superposent bien aux FPA recalculées, les FPA résiduelles sont très faibles.



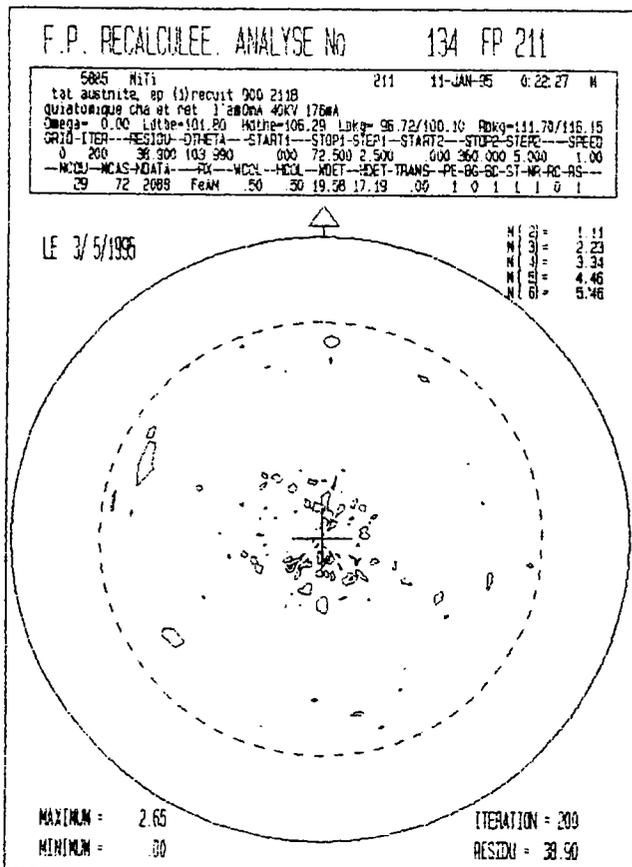
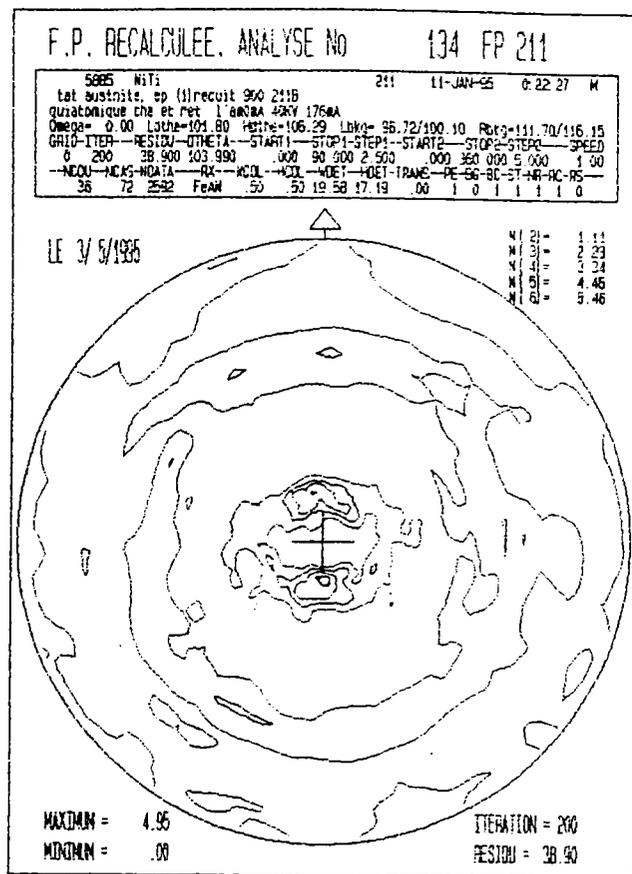
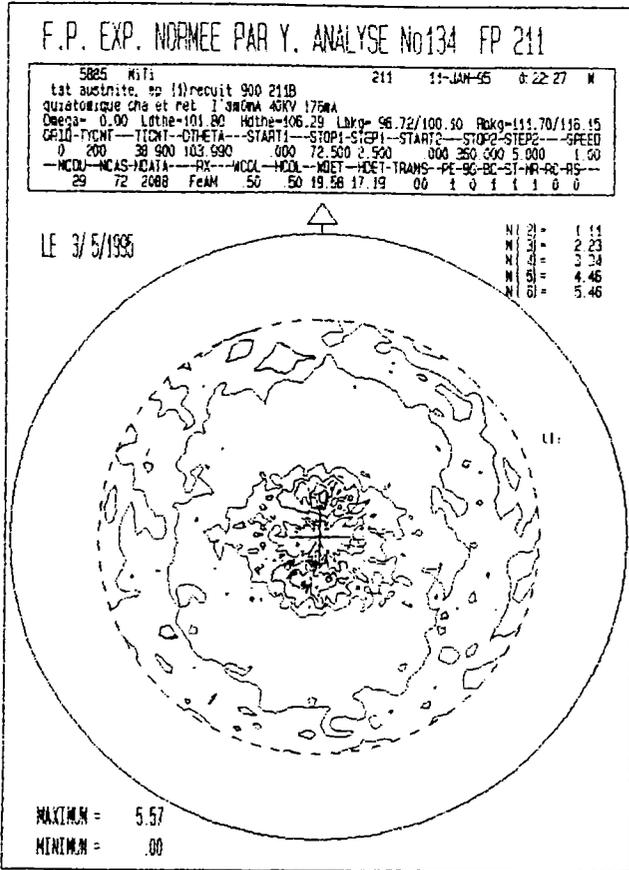
La comparaison entre la FP expérimentale et la FP recalculée montre une bonne concordance.

\* Les taches sont correctement placées

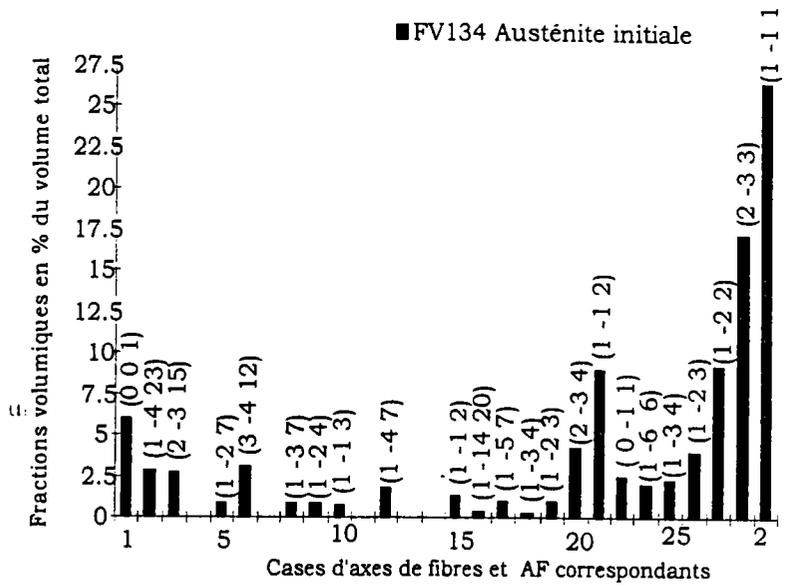
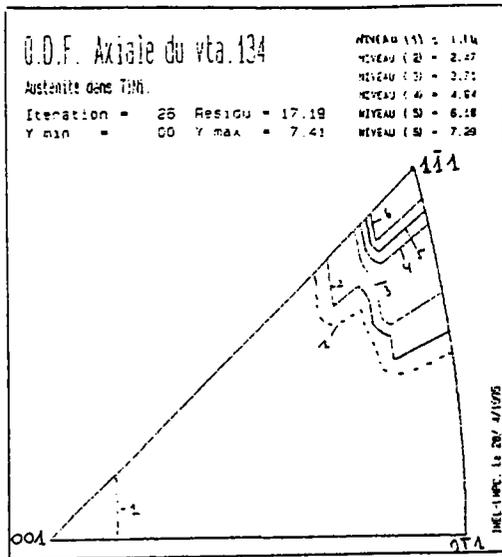
\* Les lignes de niveau ont même allure.

\* La FP résiduelle est faible



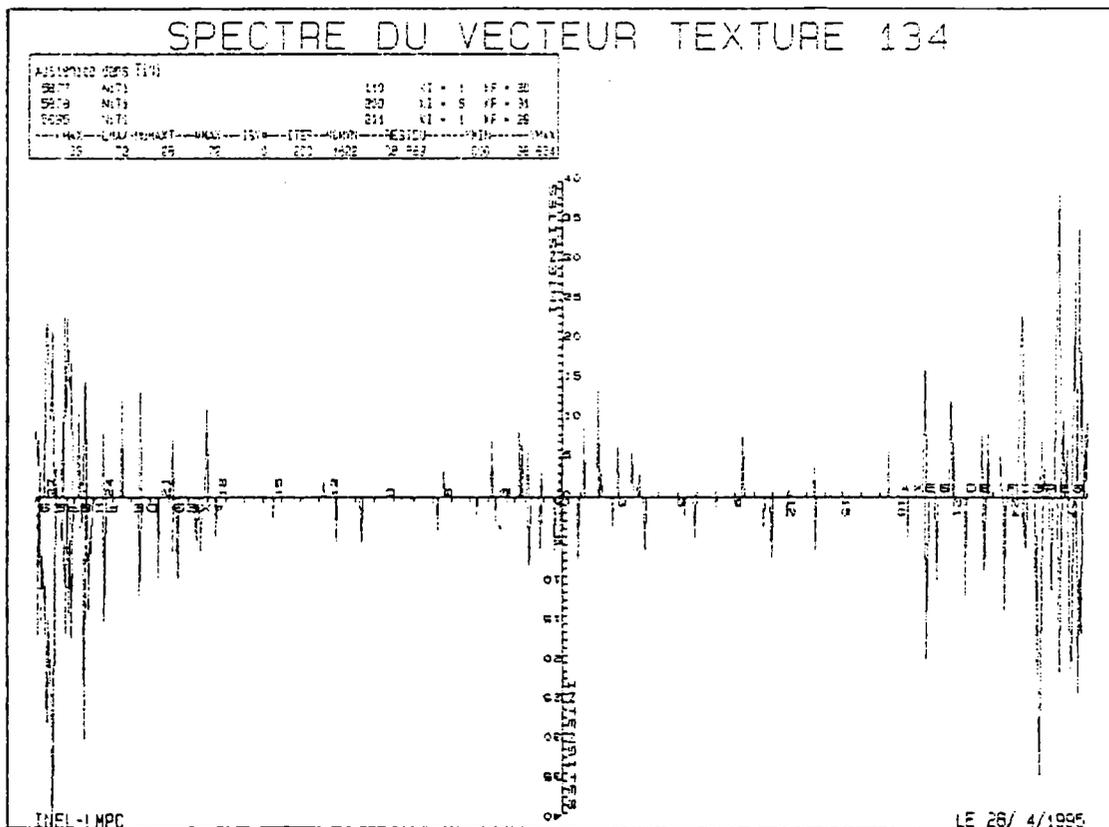


Même commentaire que pour la FP (110).

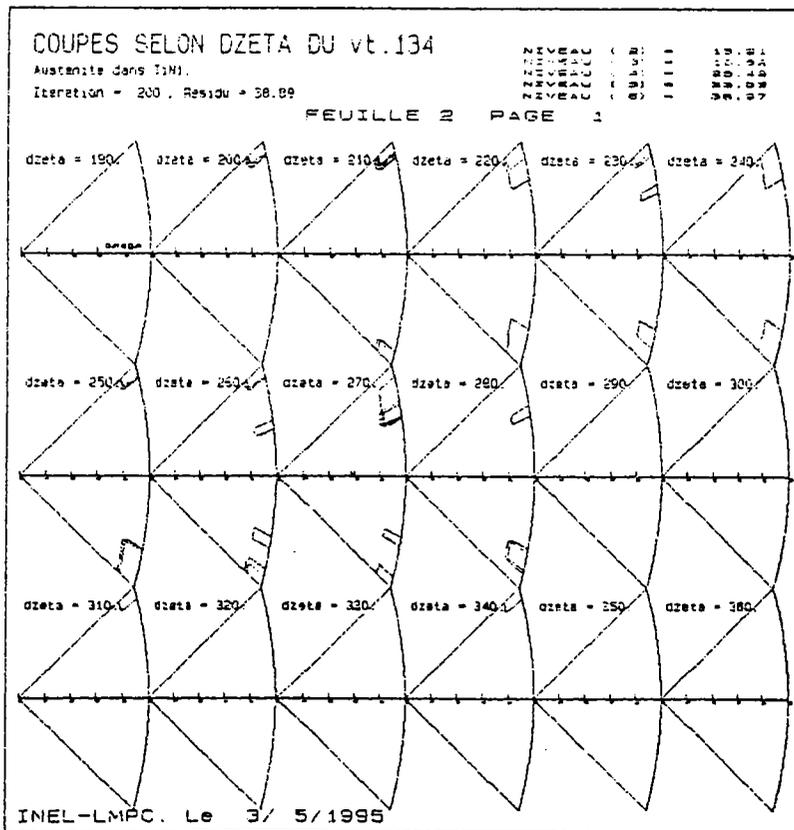
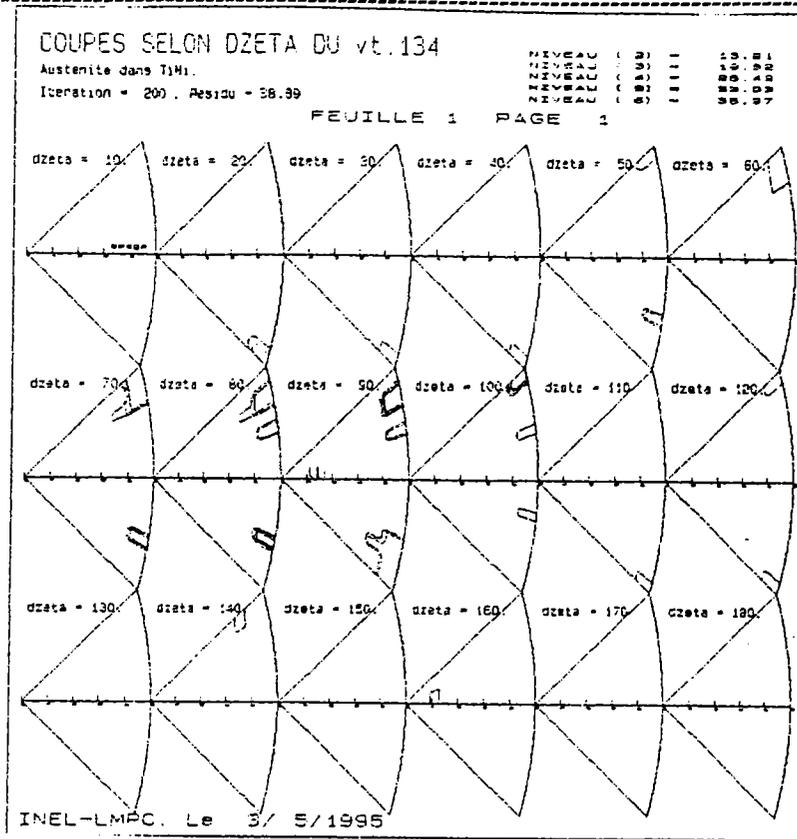


La FDO axiale montre qu'il n'y a pratiquement que deux axes de fibres :

l'axe (111) et l'axe (233)



Le vecteur texture présente une texture extrêmement marquée. Beaucoup de composantes sont nulles (90.38%). Les composantes fortes sont voisines de  $\{111\}$



Chaque coupe selon le paramètre  $\zeta$ , de  $10^\circ$  en  $10^\circ$ , montre les lignes de niveau de l'ODF dans les deux triangles  $\{T1+T2\}$ . On voit clairement la densité des AF correspondants.  $\zeta$  donne la rotation autour de l'axe de fibre.

**Synthèse**

Les textures qui peuvent se développer dans l'austénite sont les textures communes des matériaux cubiques centrés, c'est à dire les textures  $\{100\}\langle 110\rangle_{B2}$  et/ou  $\{112\}\langle 1\bar{1}0\rangle_{B2}$  pour les produits laminés à chaud. Il semble aussi possible d'obtenir des textures plus complexes puisque Li et al <sup>/61/</sup> observent des textures  $\{111\}\langle 1\bar{1}2\rangle_{B2}$  et  $\{111\}\langle 2\bar{1}3\rangle_{B2}$ . D'autres auteurs <sup>/62/</sup> ont observé, sur des matériaux laminés à froid avec un taux de réduction de 18%, la texture  $\{110\}\langle 1\bar{1}0\rangle_{B2}$ , et pour un taux de réduction de 30%, ils trouvent la même texture mais plus prononcée. D'après ces auteurs, le clivage présent dans les matériaux laminés à froid conduit à la texture  $\{111\}\langle 1\bar{1}0\rangle_{B2}$ .

L'analyse de la fonction de distribution des orientations axiales montre que l'éprouvette dans l'état austénitique présente une texture de type  $(1\bar{1}1)_{B2}$ . Le vecteur texture montre que beaucoup de composantes sont nulles et que les composantes  $(1\bar{1}1)$  sont très fortes (maximum égal à 40 fois l'isotropie).

Les coupes selon dzeta ( $\zeta$ ) montrent une composante  $(1\bar{1}1)$  très forte à  $\zeta = 70^\circ$  et  $210^\circ$  et une composante moins forte  $(2\bar{3}3)$  à  $\zeta = 80^\circ$ . On remarque également que les seules composantes fortes présentes sont de type  $(1\bar{1}1)$  ou  $(\bar{1}\bar{1}1)$  et de type  $(2\bar{3}3)$  ou  $(\bar{2}\bar{3}3)$ . On remarque que presque toutes les composantes sont disposées le long du plan  $(h\bar{1}1)$ .

Le tableau suivant montre l'orientation des deux composantes les plus fortes ainsi que les plans, directions et fractions volumiques correspondantes.

| $\psi$ | $\lambda$ | $\zeta$ | h | k  | l | u  | v  | w  | F.V.% |
|--------|-----------|---------|---|----|---|----|----|----|-------|
| 42.0   | 50.0      | 205.0   | 1 | -1 | 1 | -1 | 0  | 1  | 1.97  |
| 35.9   | 47.6      | 85.0    | 2 | -3 | 3 | 0  | -1 | -1 | 1.88  |

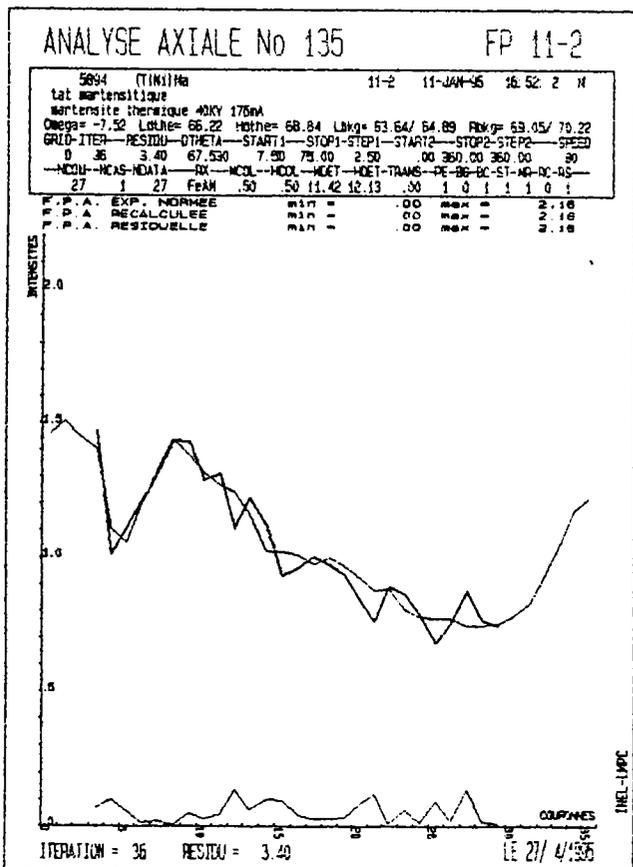
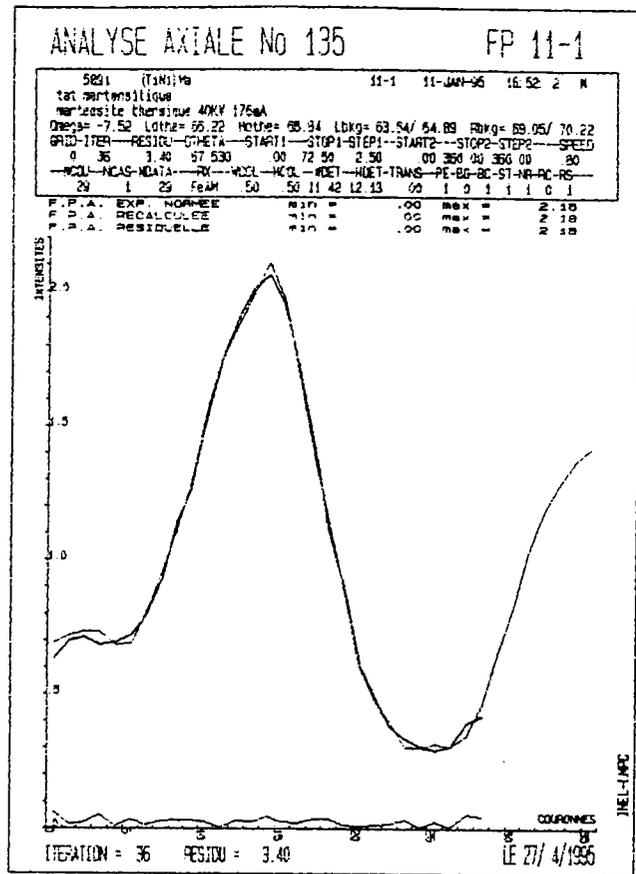
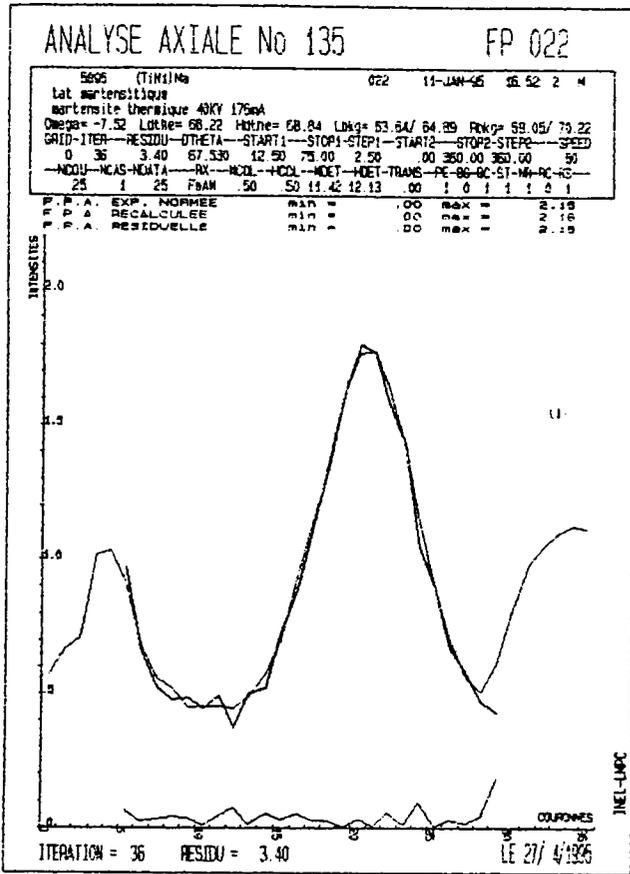
Il ressort de cette étude que la texture de l'austénite est de type  $(1\bar{1}1)\langle \bar{1}01\rangle_{B2}$ .

### III.2.2/ Texture $T_{Mt}$ de la martensite thermique

En partant de l'état austénitique, 12 cycles thermiques nous permettent d'obtenir l'état martensitique à l'ambiante. Les raies de diffraction de la martensite sont très voisines les une des autres et il y a recouvrement partiel ou total de ces raies. Puisqu'il est pratiquement impossible de séparer les raies, l'analyse quantitative de cette phase, peut être effectuée avec trois figures de pôles simples  $(11\bar{1})$ ,  $(11\bar{2})$  (022) ou avec trois FP simples et deux FP multiples  $\{(110)+(002)\}$ ,  $\{(020)+(111)\}$ . Lors d'ICOTOM 10, nous avons montré que ces deux traitements conduisent presque aux mêmes résultats<sup>/63/</sup>. Nous avons alors effectué ce traitement avec les trois FP  $(11\bar{1})$ ,  $(11\bar{2})$  et (022).

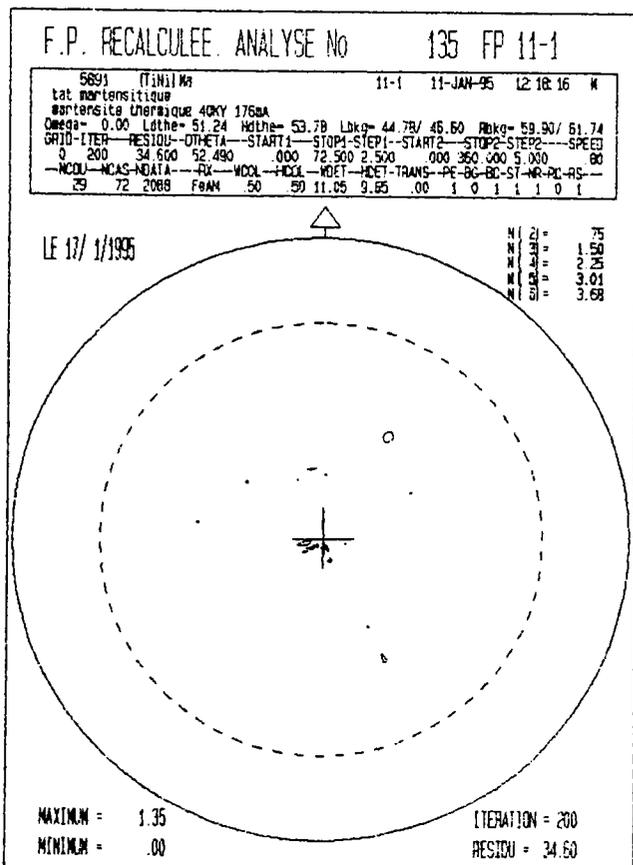
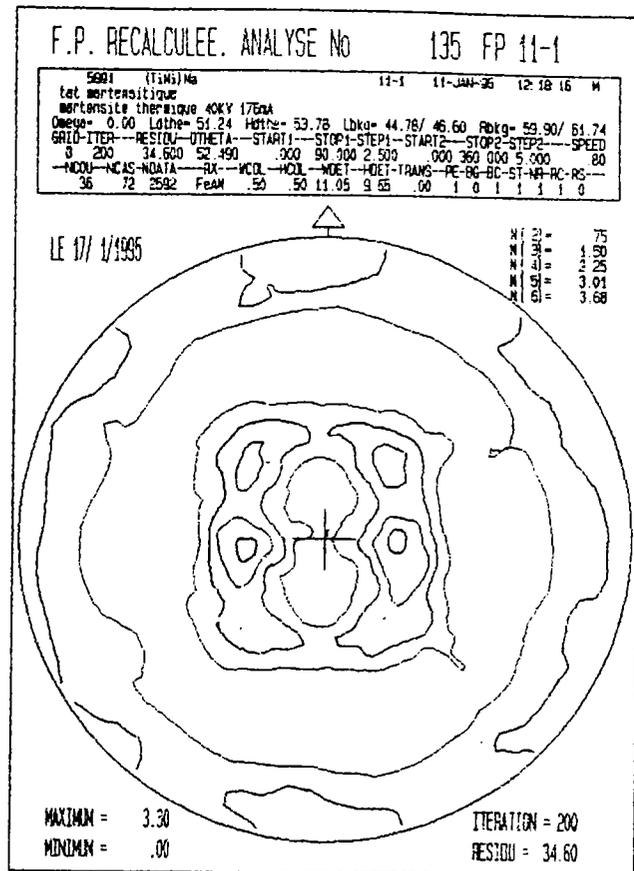
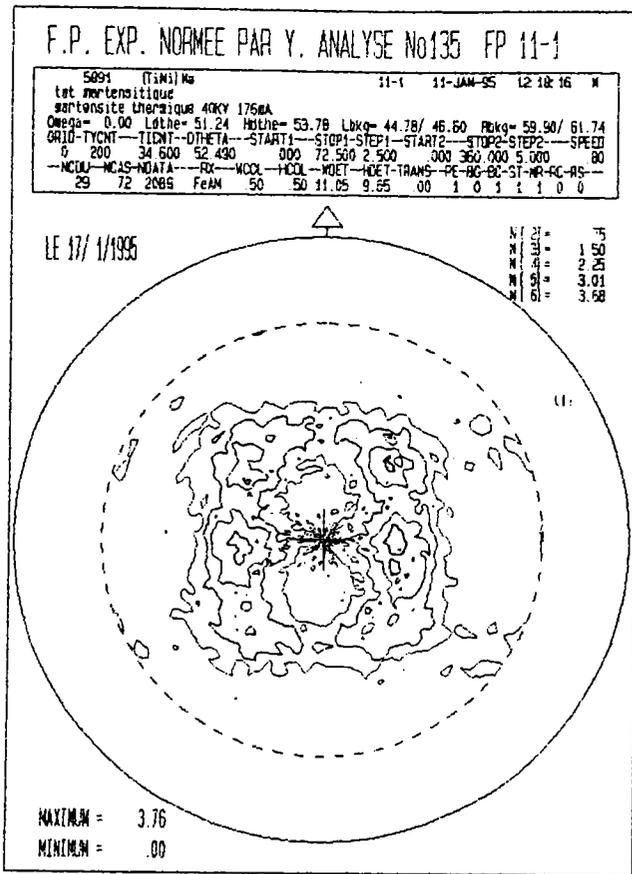
Les figures de pôles axiales montrent que les figures de pôles  $(11\bar{2})$  sont moins bonnes, ce qui ne nous surprend pas, car les diffractogrammes montrent que la raie  $(11\bar{2})$  est beaucoup plus faible que les deux autres, elle n'émerge que très peu du bruit de fond.

La présentation des résultats est la même que précédemment.



Commentaire de l'analyse axiale

- \* Les trois FPA sont bien reproduites
- \* La FPA (11 $\bar{2}$ ) est un peu moins bien reproduite. Ce n'est pas surprenant: c'est la FP de moins bonne qualité. Le diffractogramme montre que la raie (11 $\bar{2}$ ) est beaucoup plus faible que les deux autres raies.
- \* Le résidu global est très faible (3.40)



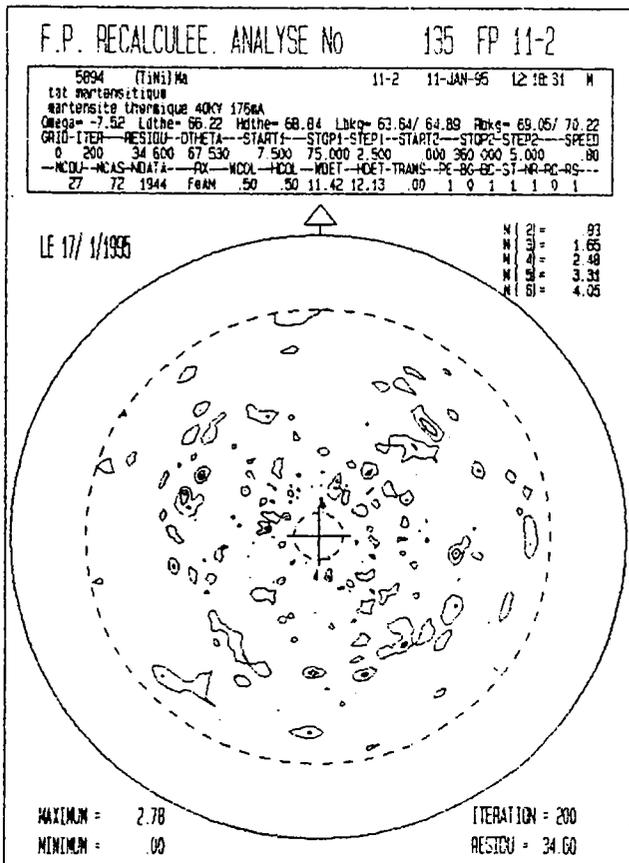
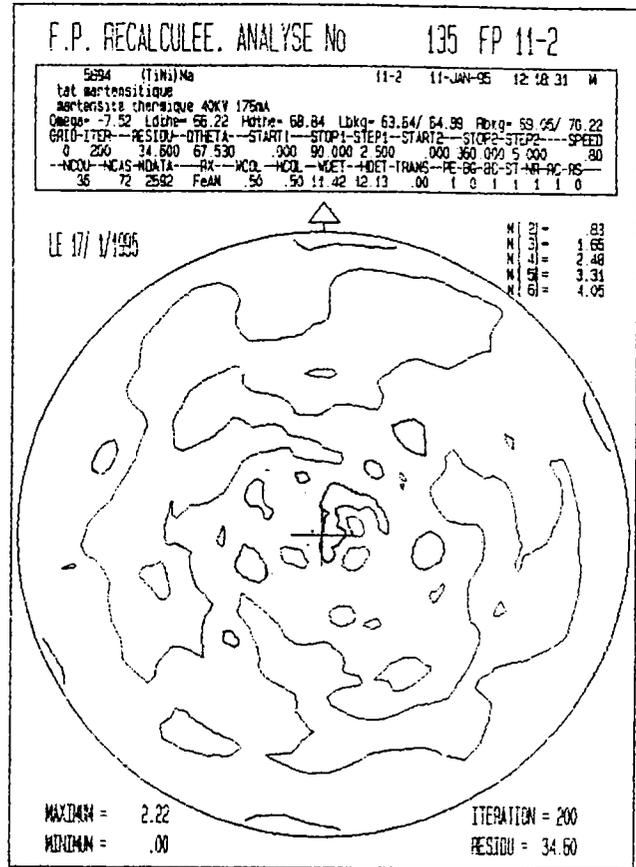
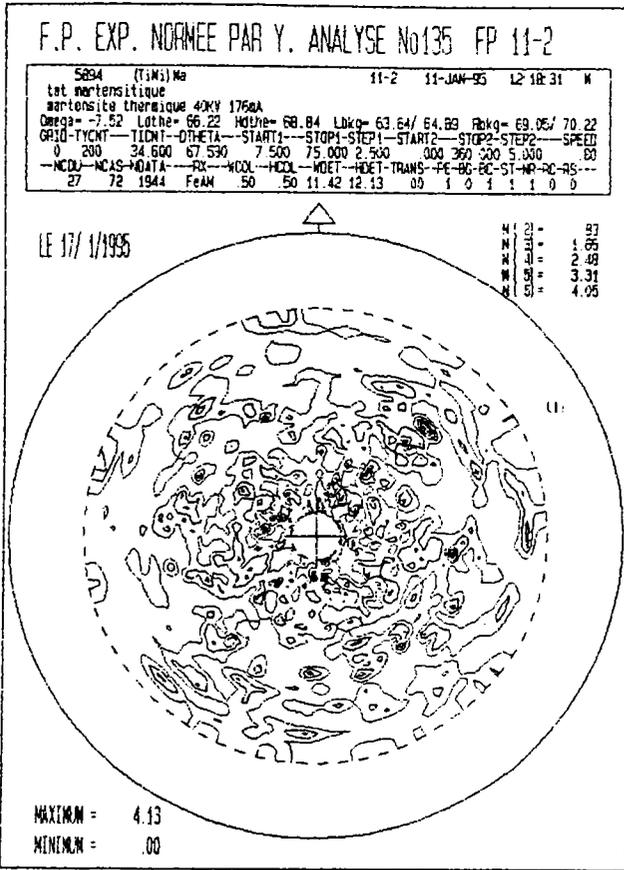
La comparaison entre la FP expérimentale et la FP recalculée montre une bonne concordance.

\* Les taches sont correctement placées

\* Les lignes de niveau ont même allure.

\* La FP résiduelle est faible.

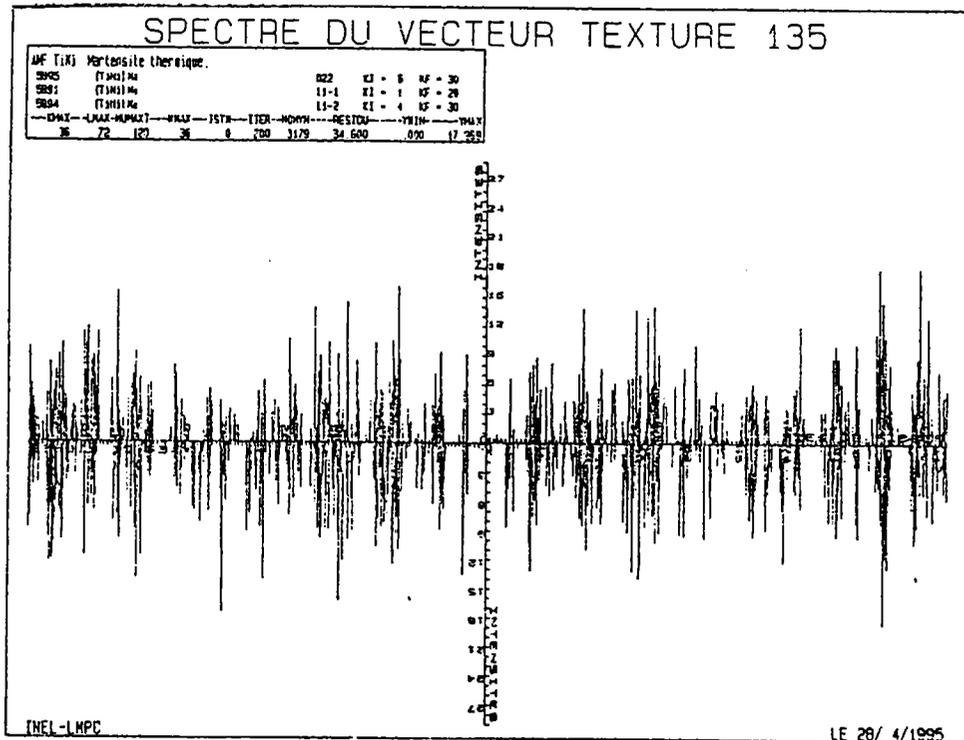
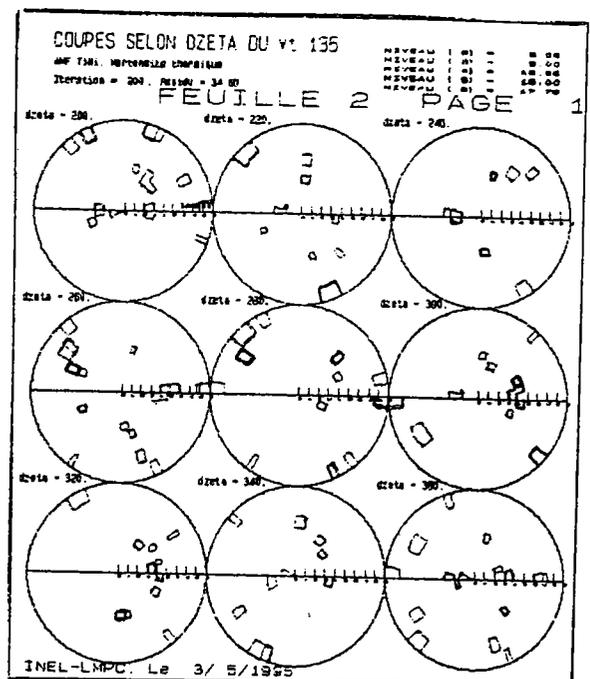
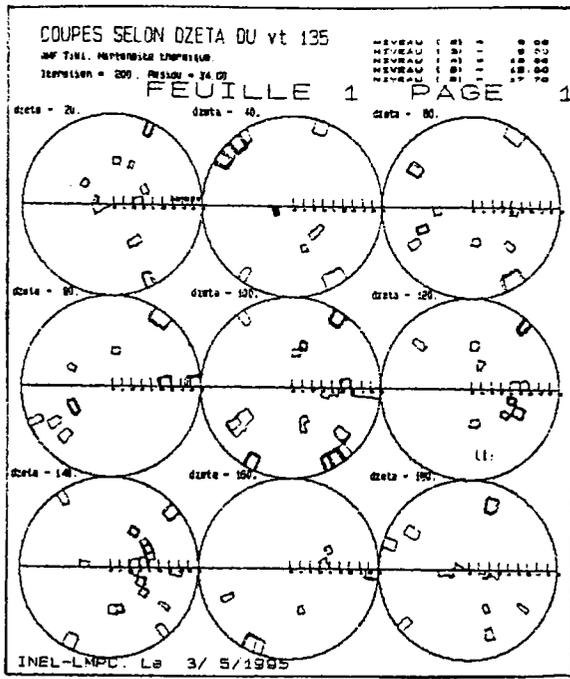




La FP (11 $\bar{2}$ ) est moins bonne que les deux FP précédentes:

- \* Les taches sont éparpillées et mal localisées.
- \* La FP recalculée est également moins bonne.
- \* La FP résiduelle est plus forte.



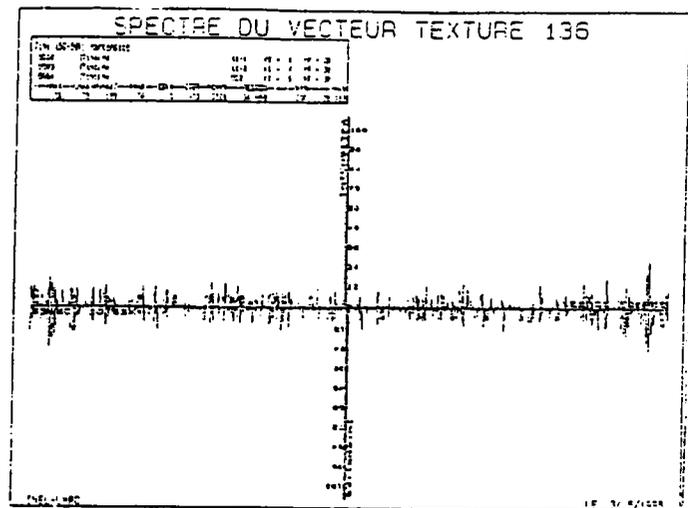
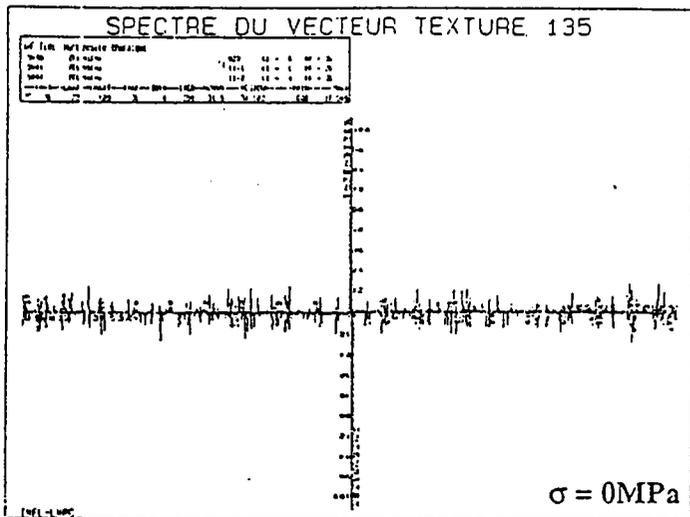
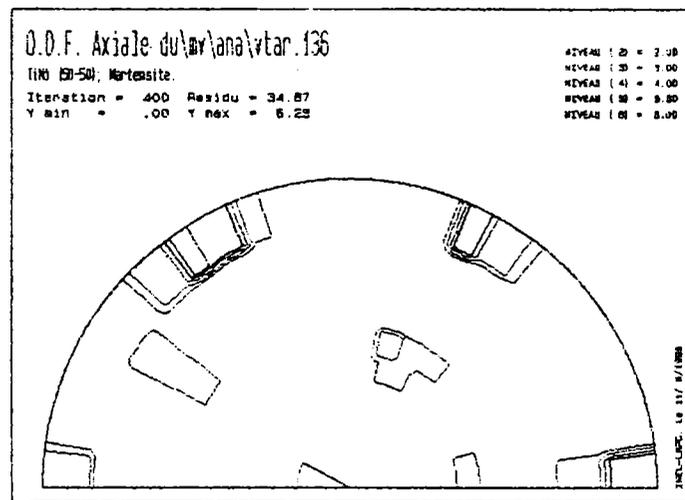
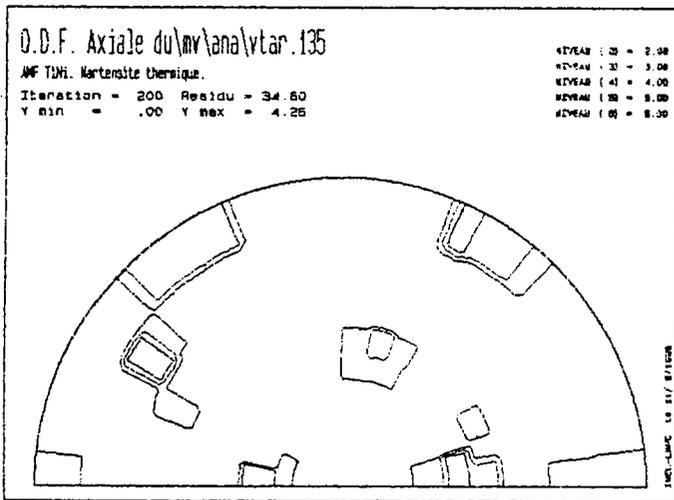


**Synthèse**

L'analyse de la fonction de distribution des orientations axiale et du vecteur texture de la martensite thermique montre que 26% des composantes de texture ne sont pas nulles. Les coupes selon  $\zeta$  présentent une répartition de ces composantes qui semble aléatoire. Ceci s'explique comme suit: chaque orientation d'austénite donne théoriquement naissance à 24 variantes de martensite, ce qui multiplie beaucoup les possibilités d'orientations.

**III.2. 3/ Texture  $T_{Mré}$  de la martensite réorientée**

Après charge et décharge de la martensite thermique ( $T_{Mt}$ ), l'éprouvette se trouve dans un état martensitique ( $T_{Mré}$ ) déformé de 4.3% par rapport à l'état initial. L'analyse de la texture est effectuée avec les mêmes raies de diffraction que celles de la martensite thermique. Afin de comparer la texture des deux états, nous présentons les fonctions de distribution axiale et les vecteurs texture correspondants (présentés avec les mêmes niveaux d'intensité).



FDO axiale et VT de la martensite thermique

FDO axiale et VT de la martensite déformée par réorientation

L'analyse des FDO axiales et des vecteurs de texture, montrent que la charge et la décharge de la martensite thermique dans le sens de la direction de laminage de l'éprouvette influe sur les orientations de la martensite thermique. Pour montrer l'évolution de la texture de la martensite thermique et celle de la martensite réorienté, nous avons représenté l'évolution des composantes les plus fortes dans les deux cas. Ces composantes appartiennent aux cases d'axes de fibres  $(-2\ 5\ 1)$ ,  $(2\ -3\ 0)$  et  $(1\ -2\ 0)$  que nous présentons sur la figure III.9. On remarque que les composantes les plus fortes de la martensite thermique de type  $(-2\ 5\ 1)\langle 8\ 3\ 4\rangle$  et  $(2\ -3\ 0)\langle -4\ -2\ 1\rangle$  deviennent nulle après charge et décharge alors que les composantes faibles type  $(2\ -3\ 0)\langle -3\ -2\ 1\rangle$  et  $(1\ -2\ 0)\langle -5\ -2\ 6\rangle$  deviennent les plus fortes après charge et décharge.

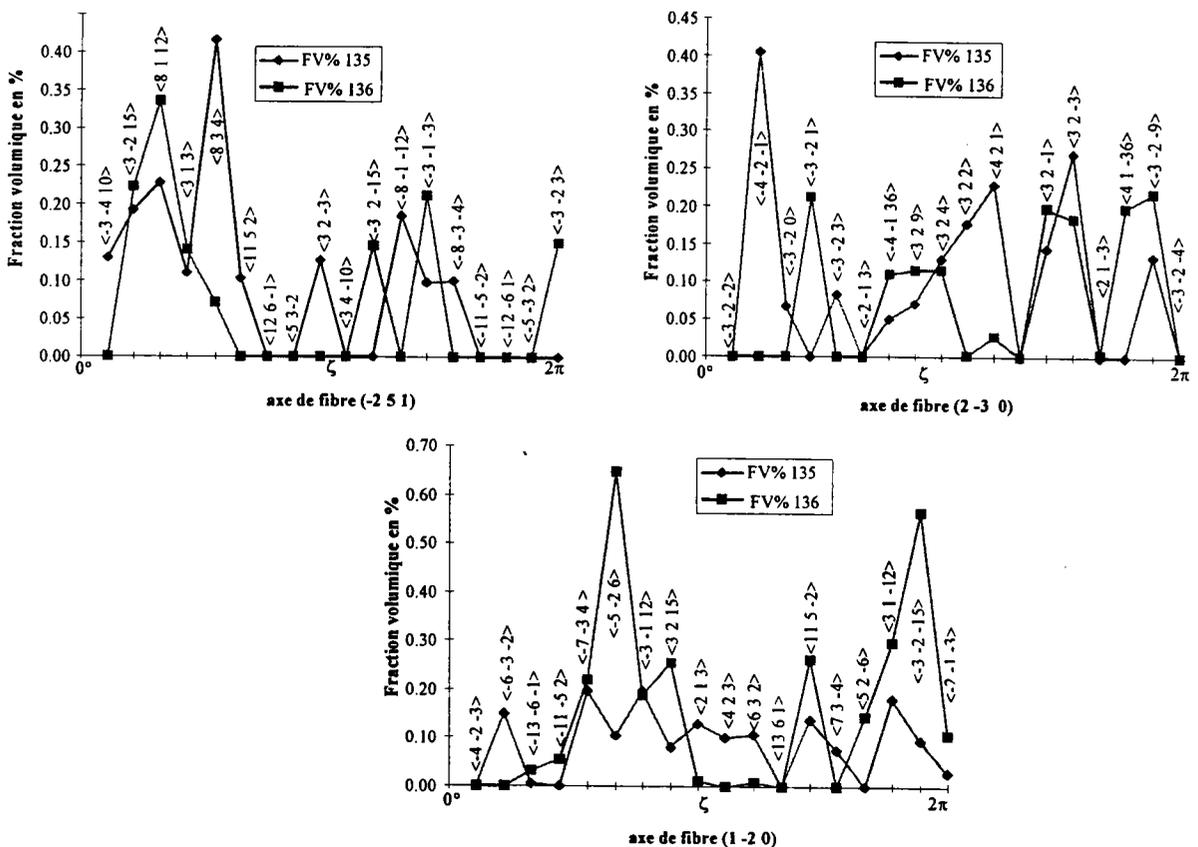


Figure III.9 : fraction volumique des composantes des axes de fibre  $(-2\ 5\ 1)$ ,  $(2\ -3\ 0)$  et  $(1\ -2\ 0)$  en fonction de  $\zeta$  donnant la direction  $\langle u\ v\ w\rangle$  parallèle à DL.

## **Synthèse**

On tire de ces résultats que l'application d'une charge sur un groupe de variantes auto-accomodantes provoque la réorientation de ces variantes. A la décharge, les variantes de martensite réorientées restent stables, ce qui peut être liée à la déformation résiduelle (4.3%), et on peut dire que les variantes les mieux orientées de la martensite thermique deviennent les moins orientées après charge et décharge.

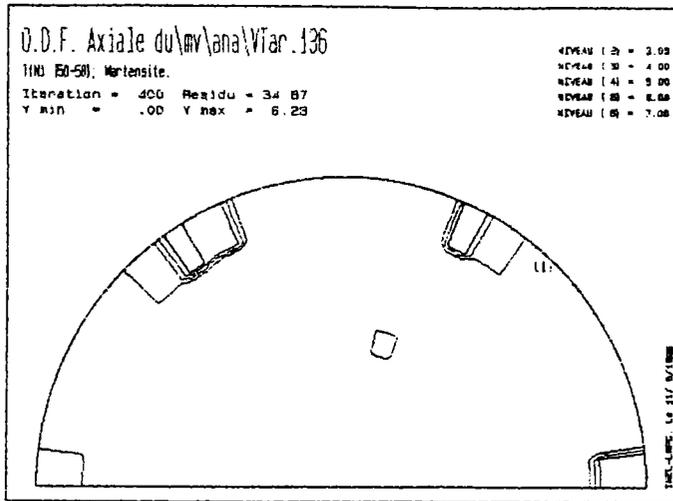
### **III.2. 4/ Texture $T_{Mo}$ de la martensite orientée**

L'analyse de la texture est effectuée sur la même éprouvette et avec les mêmes raies de diffractions utilisées pour tous les états martensitiques étudiés. La martensite orientée est obtenue par transformation (austénite  $\rightarrow$  martensite) sous contrainte constante ( $\sigma=200\text{MPa}$ ). L'éprouvette se trouve ainsi dans un état martensitique avec une déformation stable  $\epsilon_p = 5.88\%$ . Les résultats de l'analyse montrent que la texture de la martensite orientée est très forte comme le montre le spectre du vecteur texture 139.

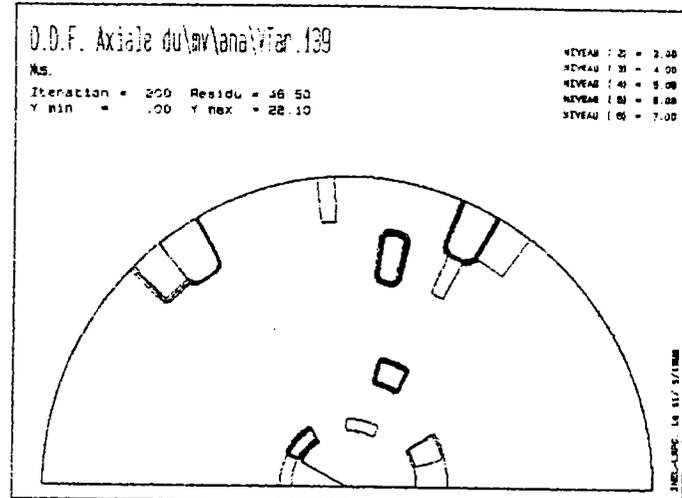
A partir d'une texture  $T_A$  de la phase austénitique, on aboutit donc à deux textures (martensite réorientée) et (martensite orientée) selon le chargement thermomécanique utilisé. Nous avons d'abord comparé les deux textures  $T_{Mré}$  et  $T_{Mo}$ , puis étudié l'évolution de la texture de la martensite orientée par différentes contraintes constantes.

### **Comparaison entre $T_{Mré}$ et $T_{Mo}$**

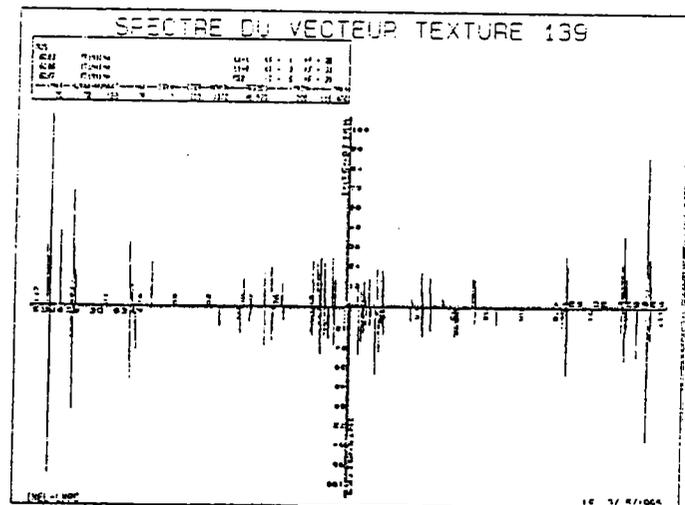
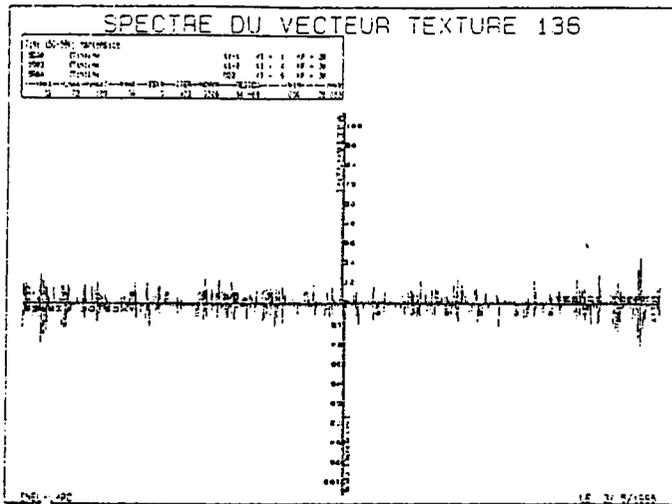
Pour comparer les deux textures, nous présentons les fonctions de distribution des orientations axiales ainsi que les vecteurs de texture correspondants.



FDO axiale de la martensite réorientée



FDO axiale de la martensite orientée

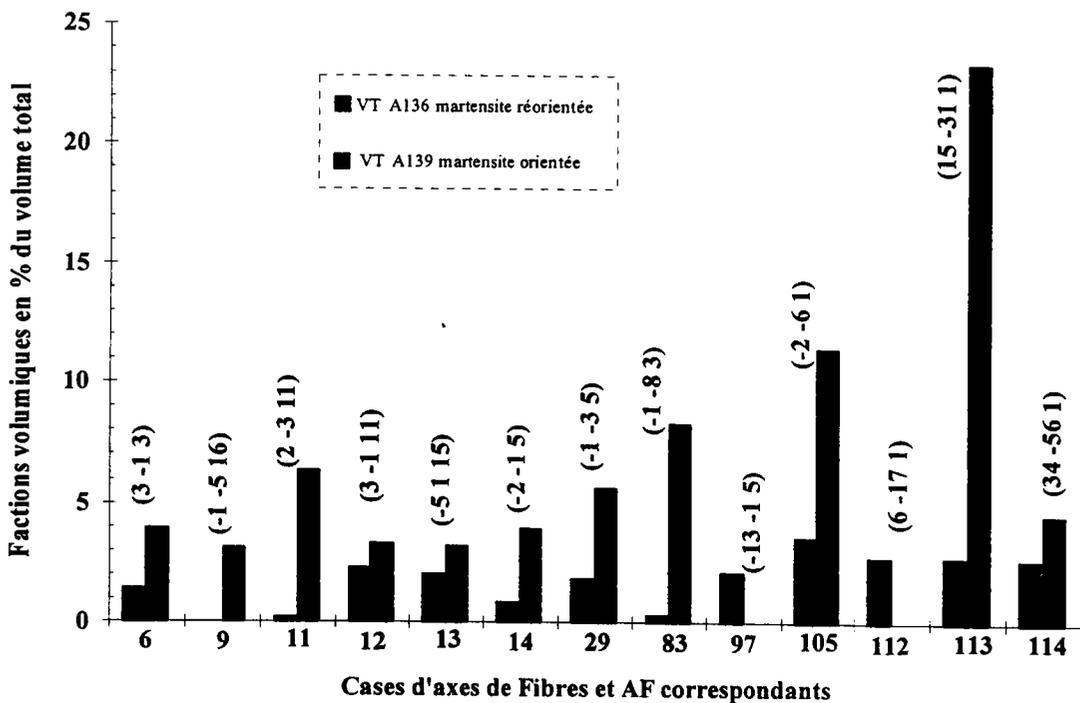


Vecteurs texture de la martensite réorientée (VT 136) et de la martensite orientée (VT 139) avec la même échelle en intensité.

**Synthèse**

L'analyse des deux FDO axiales ainsi que des vecteurs de texture montre que la texture de la martensite orientée par transformation sous contrainte est beaucoup plus pointue que celle de la martensite obtenue après charge et décharge de la martensite thermique. En effet, l'intensité maximale du vecteur texture passe de 28 pour T3 à 116 pour  $T_{M0}$ . On remarque également l'absence de plusieurs composantes sur VT 139. L'histogramme de la figure III.10 montre l'évolution des fractions volumiques des composantes les plus fortes des textures T3 et T4.

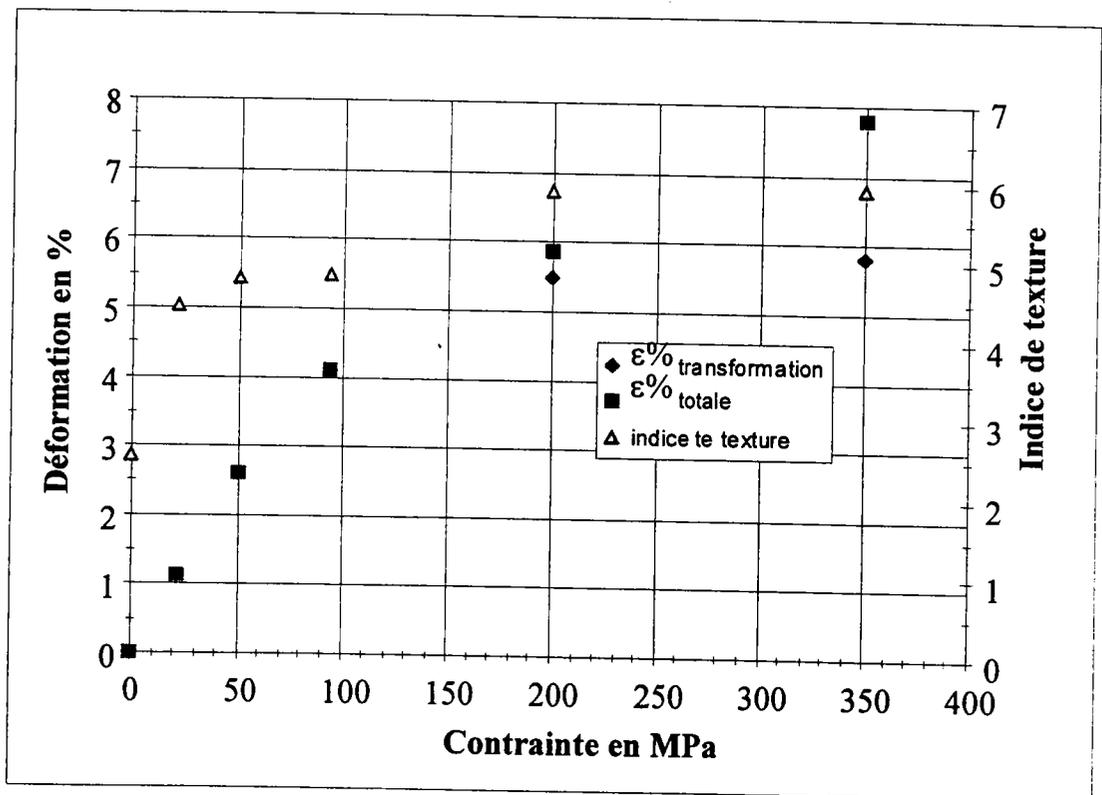
On peut donc conclure que la transformation austénite → martensite sous contrainte constante induit une texture beaucoup plus marquée que celle obtenue par charge et décharge de la martensite. Ceci est dû à la contrainte appliquée en phase austénitique qui conduit à la formation d'une martensite orientée, favorisant la formation de variantes particulières au cours de refroidissement.



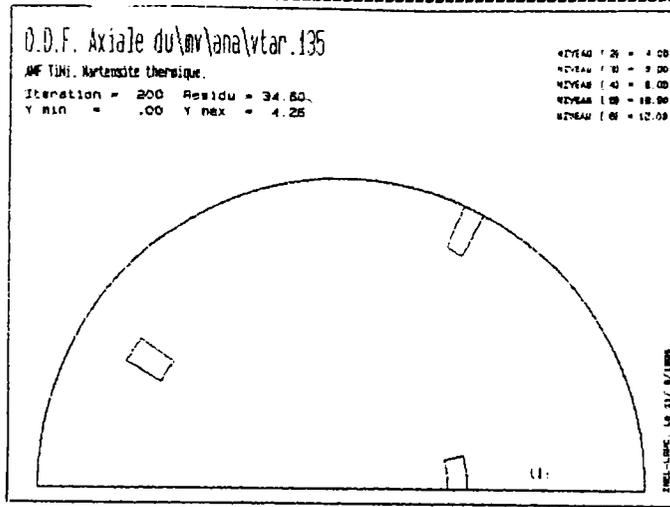
**Figure III.10** : Fractions volumiques des composante les plus fortes de la martensite déformée par réorientation et de la martensite déformée par transformation sous contrainte

### Comparaison des textures de la martensite orientée par différentes contraintes

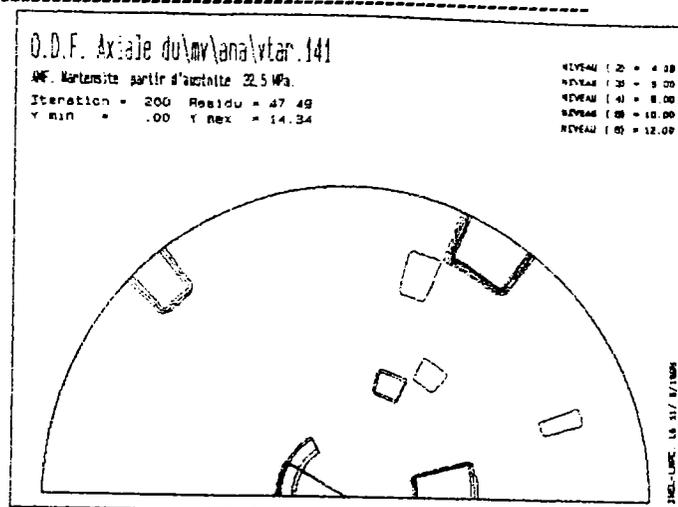
Nous avons effectué l'analyse de la texture de la martensite déformée par transformation austénite  $\rightarrow$  martensite sous différentes charges constantes (0, 22.5, 50, 94.5, 200 et 350MPa). Sur la courbe déformation contrainte (fig. III.11), on remarque que la déformation totale  $\epsilon_{\text{totale}}$  (stable après le chargement thermomécanique) croît avec la contrainte, et que la déformation de transformation  $\epsilon_{\text{tra}}$  présente un seuil de saturation à 200MPa correspondant à la plastification de l'austénite. Sur le même graphe (fig. III.11), nous avons représenté l'indice de texture en fonction des contraintes. L'indice de texture est défini par la valeur efficace des composantes de texture. Il mesure l'acuité de la texture. Sur la courbe on remarque que l'indice de texture croît rapidement en fonction de la contrainte pour atteindre lui aussi un seuil de saturation semblable à celui de la déformation de transformation.



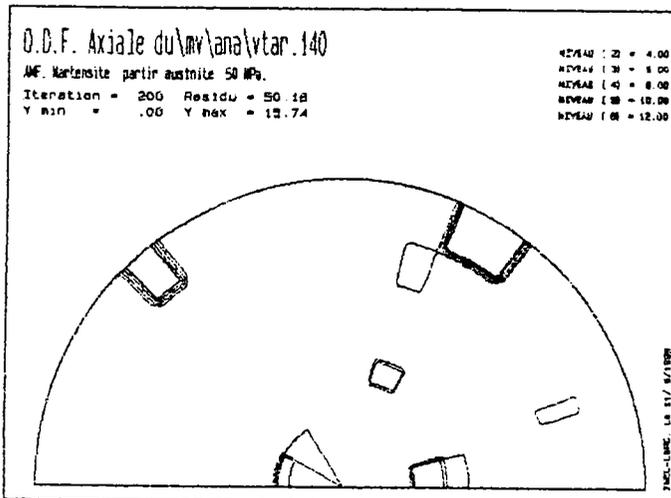
**Figure III. 11:** Evolution de l'indice de texture et de la déformation totale de la phase martensitique orientée par différentes contraintes



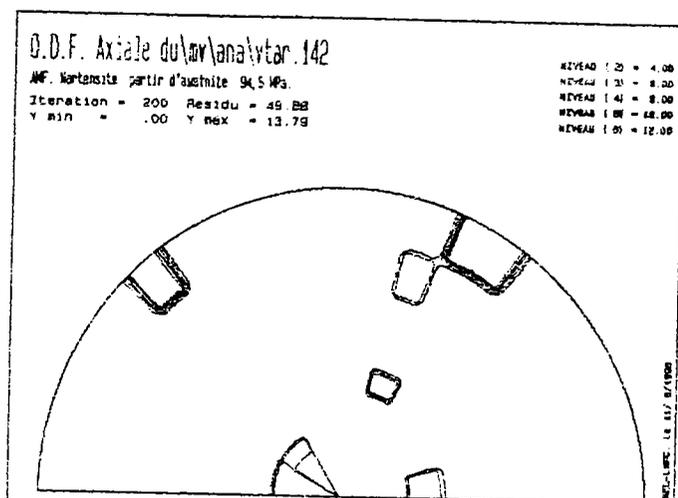
$\sigma = 0\text{MPa}$



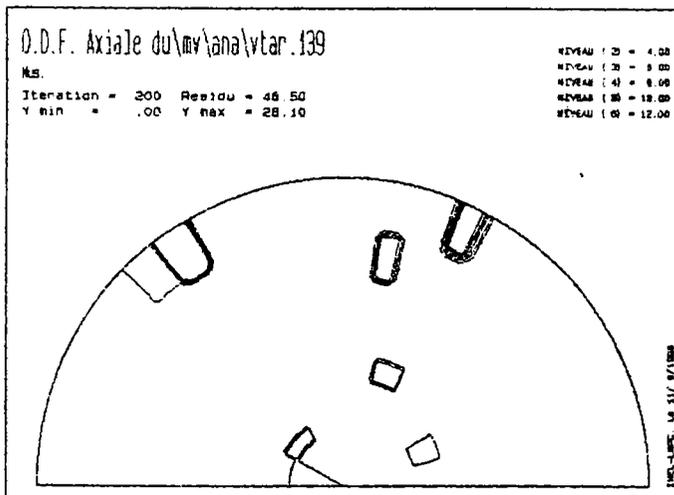
$\sigma = 22.5\text{MPa}$



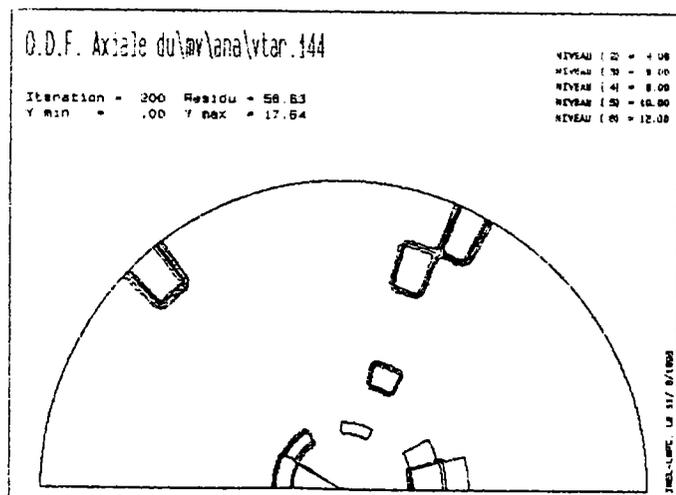
$\sigma = 50\text{MPa}$



$\sigma = 94.5\text{MPa}$

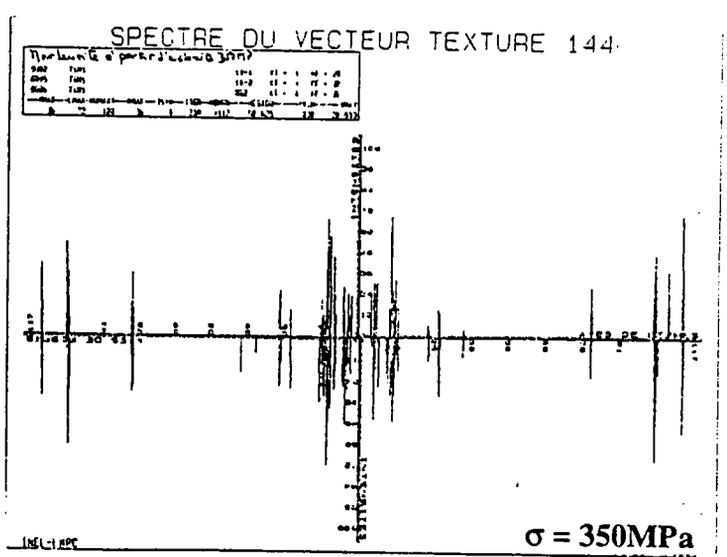
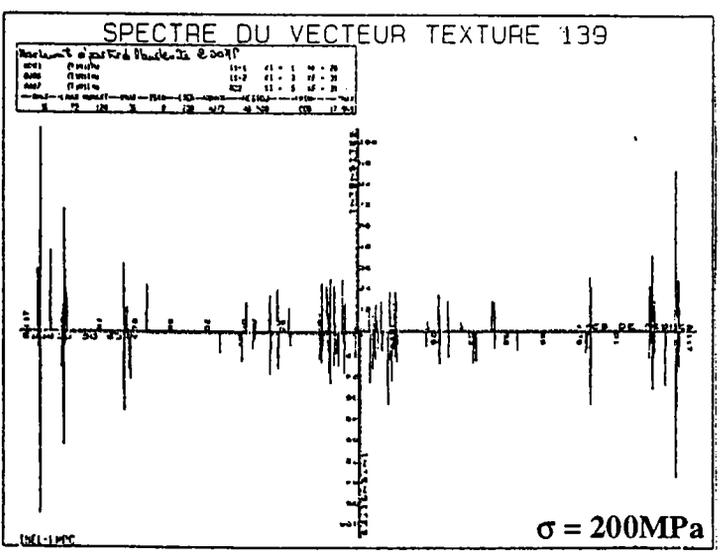
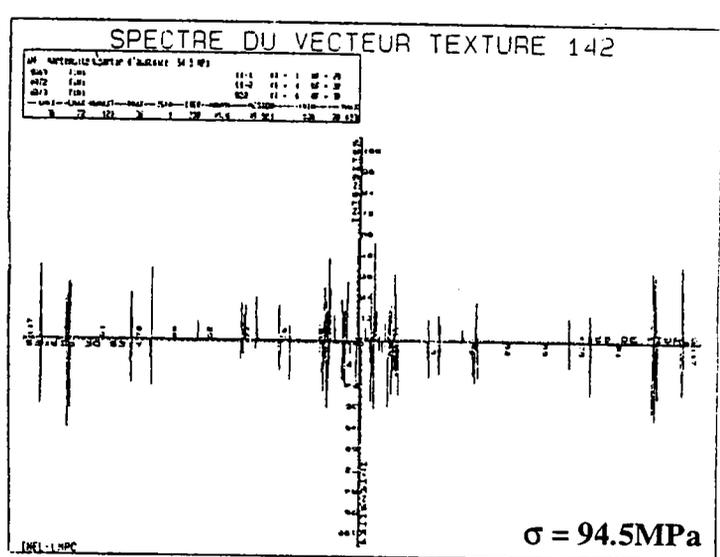
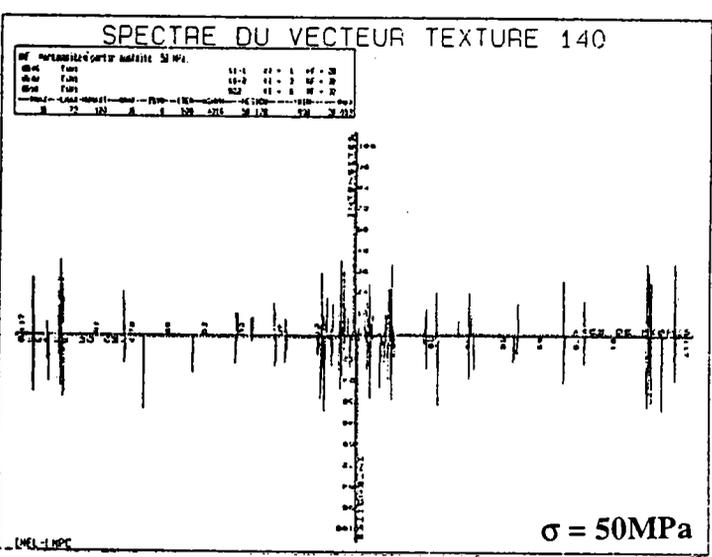
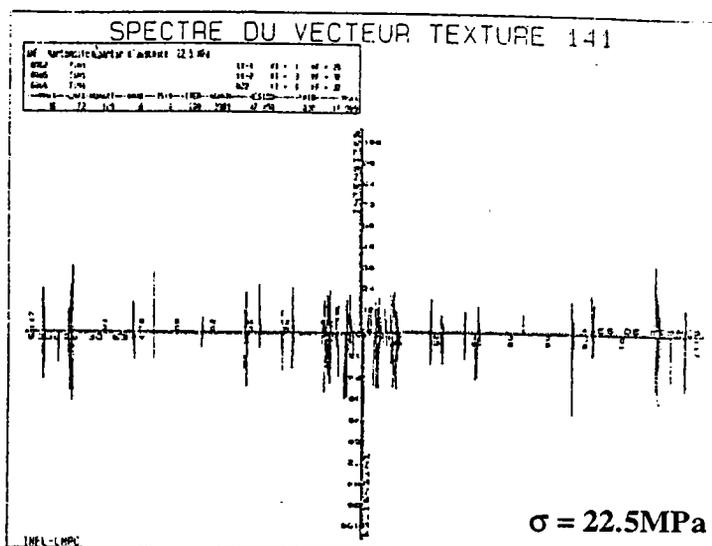
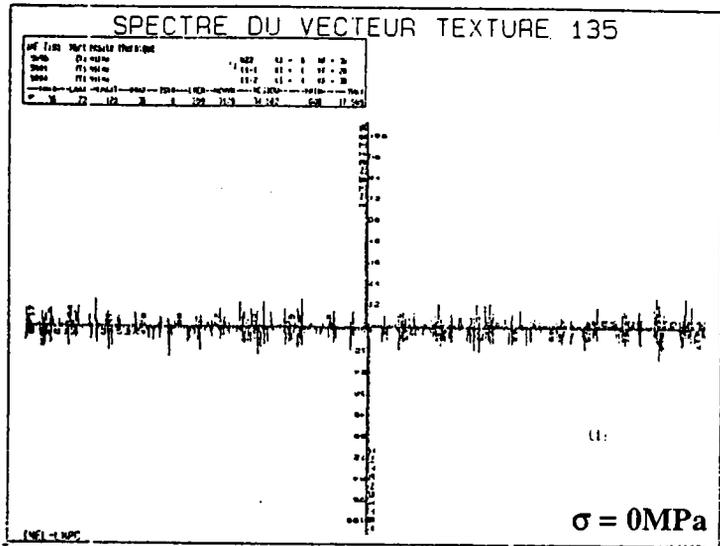


$\sigma = 200\text{MPa}$



$\sigma = 350\text{MPa}$

Les FDO axiales de la martensite.(La martensite est obtenue par transformation austénite → martensite sous différentes charges ).



Les spectres du vecteur texture obtenus par transformation austénite  $\rightarrow$  martensite sous différentes charges .

Les résultats de l'analyse sont représentés sur les FDO axiales et les vecteurs texture correspondants.

### **Synthèse**

Sur les FDO axiales, on remarque que l'intensité de la composante la plus forte n'est pas proportionnelle à la contrainte. Sur les 6 vecteurs texture, on note une répartition peu marquée des composantes pour  $\sigma = 0$  MPa. Pour  $\sigma = 22.5$  MPa, on remarque la présence de composantes assez fortes autour de  $\{001\}$  et d'autres composantes individualisées. Les composantes  $\{001\}$  et  $\{2 -3 0\}$  augmentent pour 50 MPa ainsi que pour 94.5MPa ensuite diminuent pour  $\sigma = 200$  MPa. A  $\sigma = 350$  MPa, ces composantes augmentent à nouveau par rapport à celles de 200 MPa.

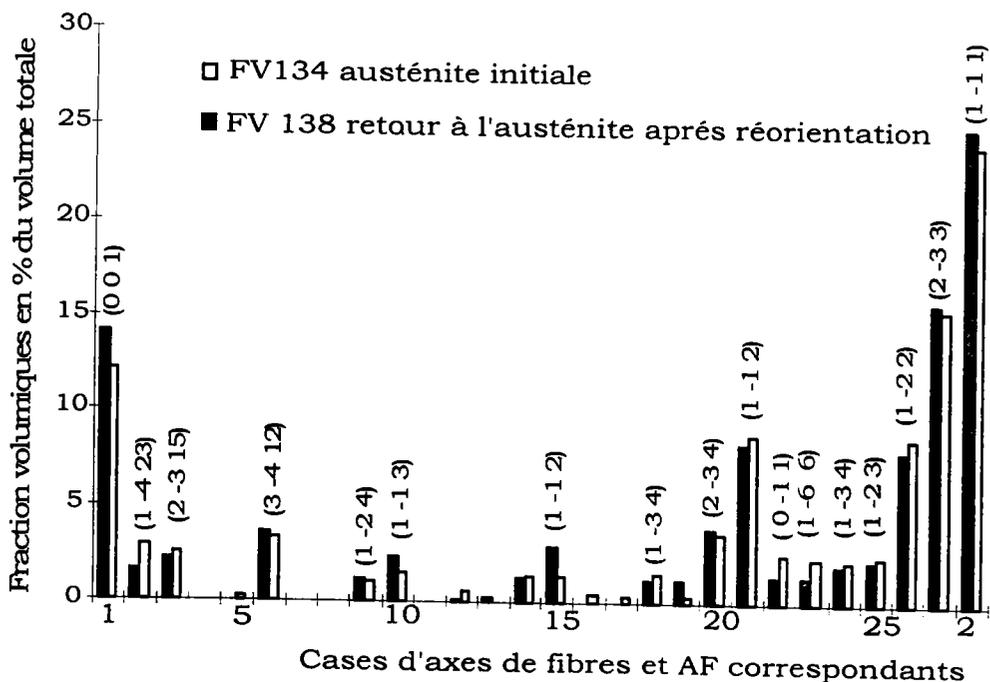
### III.2. 5/ Texture de l'austénite issue de la martensite déformée

La déformation produite soit par une réorientation de la martensite à température inférieure à  $M_f$  ( $T_{Mré}$ ) soit par une transformation (martensite  $\rightarrow$  austénite) sous contrainte constante ( $T_{Mo}$ ), sont stables pour les températures inférieures à  $M_f$ . Après chauffage de l'échantillon à une température supérieure à  $A_f$ , la récupération des déformations peut être totale ou partielle.

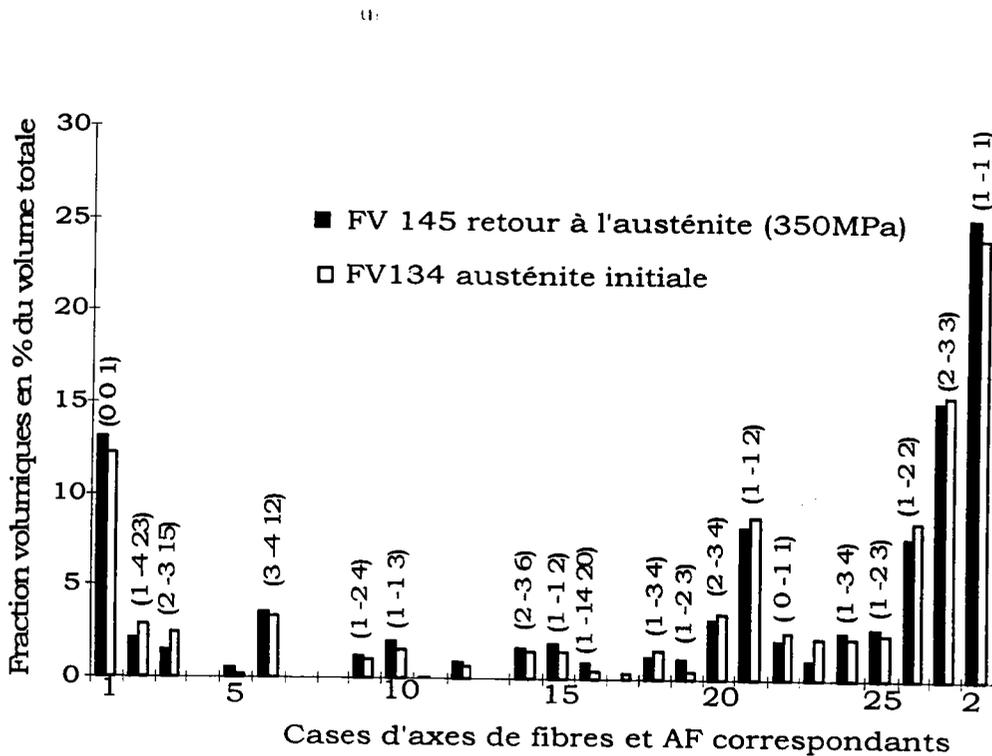
Pour comparer la texture de l'austénite initiale avec celles obtenues après déformation de la martensite et retour à l'austénite, nous avons effectué l'analyse de la texture dans les deux cas suivants:

1/ cas où la déformation est totalement récupérable. Après charge et décharge de la martensite thermique, il subsiste une déformation résiduelle de 4.3% (voir chap. III). Cette déformation est totalement récupérable après transformation inverse martensite  $\rightarrow$  austénite. C'est l'effet mémoire de forme.

Lors du retour en austénite, on remarque que la texture reste la même que pour l'austénite initiale. L'histogramme ci-dessous présente les fonctions de distribution axiale des deux austénites.



2/ cas où la déformation est partiellement récupérable; Après transformation austénite → martensite sous charge constante  $\sigma = 350\text{MPa}$ , la martensite est déformée de 7.8%. Après chauffage, il résulte une déformation plastique de l'austénite comprise entre 1.6 et 1.9 % (§ II.4.5). L'analyse de la texture de cet état de l'éprouvette montre une texture comparable à celle de l'austénite initiale (voir histogramme ci-contre).



### Synthèse

La transformation martensite → austénite, obtenue par simple élévation de la température, conduit à la réversion totale des variantes de martensite, et par conséquent, au retour total de la déformation (cas 1). En effet, la symétrie de la phase mère peut conduire à l'apparition de diverses variantes de martensite, inversement, la faible symétrie de la martensite et la nécessité du maintien de l'ordre atomique durant la transformation ne permet pas une grande multiplicité de choix quand à l'orientation de la nouvelle phase austénitique<sup>/64.65/</sup>. En conséquence,

la martensite se retransforme au chauffage en une phase austénitique ayant la même texture cristallographique que l'austénite initiale. on conclut donc que pendant la reprise de forme réalisée par chauffage ce n'est pas seulement la structure cristalline qui retourne à son état initial, mais également l'orientation qu'avait avant le refroidissement et la déformation. c'est l'effet mémoire de forme simple sens car Il y a une reprise de forme totale.

L'introduction d'une déformation plastique ( $1.6 \leq \epsilon_p \leq 1.9$  MPa) en austénite (cas 2) ne modifie pas la texture de l'austénite initiale.

### III.3/ Conclusion

L'analyse quantitative de la texture par la méthode vectorielle permet donc d'avoir une bonne approximation des fractions volumiques axiales et ordinaires qui permettent de quantifier et de bien visualiser l'évolution de la texture.

Une déformation stable de 4.3% de la martensite obtenue par charge et décharge ne modifie pas la texture. Cette déformation est totalement récupérable après chauffage.

Une déformation résiduelle de 1.12% de la martensite obtenue par transformation sous contrainte constante (22.5 MPa) induit une texture beaucoup plus marquée que celle déformée par réorientation.

La texture de la martensite déformée par transformation sous différentes contraintes constantes dépend de la contrainte appliquée.

Après chauffage de l'échantillon en état martensitique déformé à une température supérieure à  $A_f$ , celui-ci retrouve la forme et la texture qu'il avait dans l'état austénitique initial.

## Chapitre IV

# Détermination des variantes cristallographiques

### IV.1 / Cristallographie de la transformation martensitique

IV.1.1/ Introduction

IV.1.2/ Représentation d'une orientation

IV.1.3/ Symétrie et orientations équivalentes

IV.1.4/ Transformation de phase et relation d'orientation mutuelle

IV.1.4.1/ Orientations nées de la transformation

IV.1.4.2/ Nombre de variantes cristallographiques

IV.1.4.3/ Orientation mutuelle des deux phases

IV.1.4.3-1/ Détermination de  $\Delta g_0$

IV.1.4.3-2/ Correspondance avec la matrice de rotation de la méthode vectorielle

### IV.2/ Application à la transformation martensitique des alliages Ti-Ni

IV.2.1/ Détermination de la rotation  $\Delta^{Mo} g_0$

IV.2.2/ Nombre de variantes cristallographiques

IV.2.3/ Détermination qualitative de la texture de transformation

IV.2.3-1/ Comparaison avec les résultats expérimentaux

IV.2.3-2/ Détermination des variantes actives de la martensite thermique

IV.2.3-3/ Détermination des variantes actives de la martensite orientée

### IV.3/ Conclusion

## IV.1/ Cristallographie de la transformation martensitique

### IV.1.1/ Introduction

La transformation martensitique peut être définie comme étant un mode de déformation ayant pour origine un changement du réseau cristallin. C'est BAIN<sup>/66/</sup> qui fut le premier à proposer un modèle de déformation qui permettait de transformer une maille cristalline cubique face centrée en une maille quadratique centrée ou cubique centrée. Cristallographiquement cette déformation revient à mettre en coïncidence une des directions  $\langle 100 \rangle_\gamma$  de l'austénite CFC avec une des directions  $\langle 110 \rangle_\alpha$  de la martensite CC tandis que les plans (001) des deux phases demeurent parallèles (figure IV. 1). Il existe des relations entre le réseau cristallin du produit martensitique et celui de la phase mère. Ces relations sont dites d'orientation cristallographique; elles constituent l'une des données les plus importantes qui concernent une transformation martensitique. Elles peuvent être déterminées expérimentalement par des techniques de diffraction des rayons X ou des électrons.

Voici quelques exemples de relations d'orientations mutuelles proposées par:

- KURDJUMOV et SACHS<sup>/67/</sup> : pour les alliages Fer-Carbone.

$$\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha$$

$$\langle 110 \rangle_\gamma // \langle 111 \rangle_\alpha$$

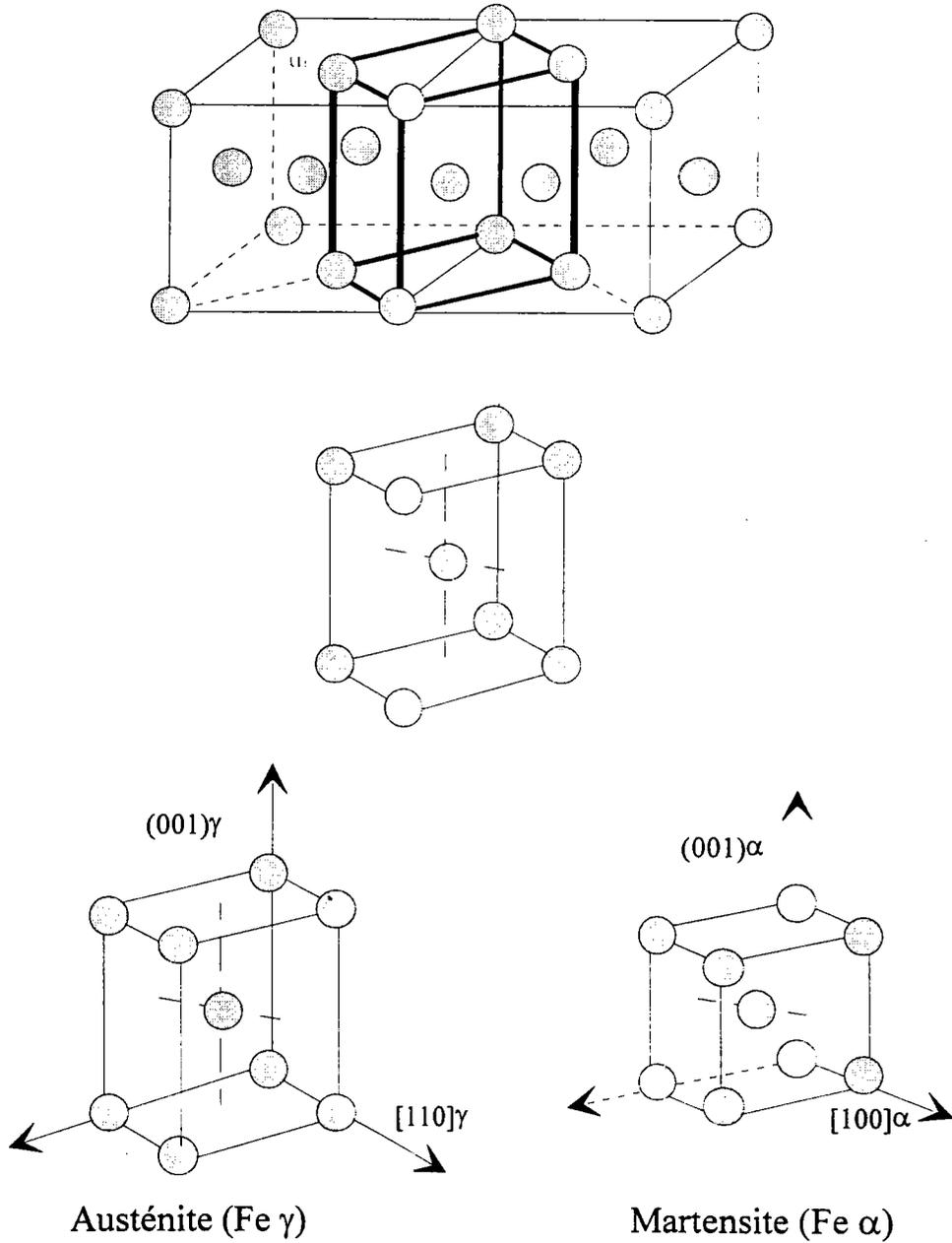
- NISHIYAMA<sup>/68/</sup> et WASSERMAN<sup>/69/</sup>: pour les alliages de Fer Nickel.

$$\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha$$

$$\langle 211 \rangle_\gamma // \langle 110 \rangle_\alpha$$

Ces relations d'orientations mutuelles dépendent du type d'alliage considéré, de la structure cristallographique des deux phases en question, et

permettent de déterminer toutes les orientations de la phase finale appelées variantes cristallographiques.



**Figure IV. 1:** Modèle de transformation du C.F.C. en C.C. selon BAIN

#### IV.1.2/ Représentation d'une orientation

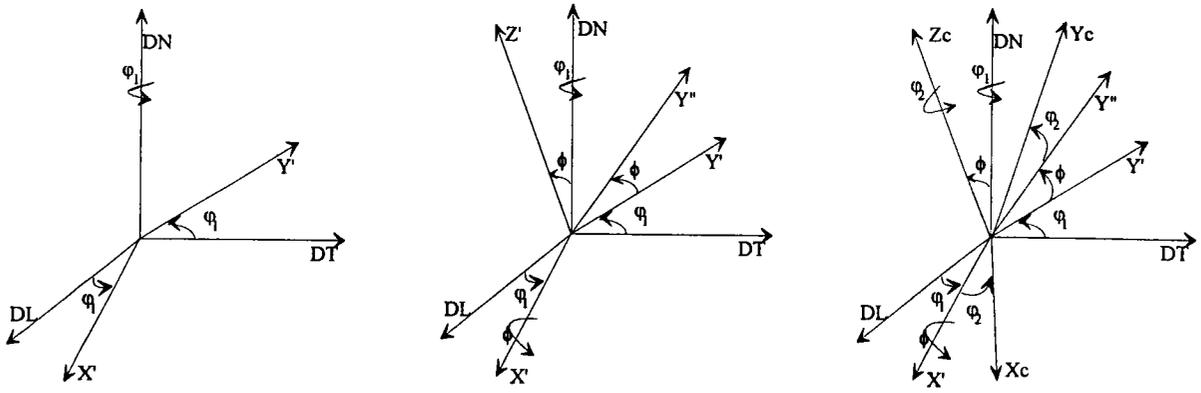
Dans tout ce qui suit, les vecteurs de base  $\vec{e}_1, \vec{e}_2, \vec{e}_3$  associés au repère  $K_E$  de l'échantillon sont choisis parallèles respectivement à DL, DT et DN. Les vecteurs de base  $\vec{c}_1, \vec{c}_2, \vec{c}_3$  associés au trièdre  $K_C$  lié au réseau cristallin sont choisis parallèles à trois directions cristallographiques orthogonales. L'orientation d'un cristal ne dépend que de  $g$ , qui représente l'opérateur qui amène un repère<sup>(1)</sup> orthonormé lié à l'échantillon  $K_E\{\vec{e}_1, \vec{e}_2, \vec{e}_3\}$  en coïncidence avec un repère orthonormé  $K_C\{\vec{c}_1, \vec{c}_2, \vec{c}_3\}$  lié au réseau cristallin. Si les vecteurs de base sont liés par une transformation linéaire, de telle sorte que le vecteur  $\vec{V}_{ke}$  se transforme en un vecteur  $\vec{V}_{kc}$ , l'écriture matricielle de cette transformation est:

$$\begin{pmatrix} \vec{c}_1 \\ \vec{c}_2 \\ \vec{c}_3 \end{pmatrix} = g \begin{pmatrix} \vec{e}_1 \\ \vec{e}_2 \\ \vec{e}_3 \end{pmatrix} \text{ avec } g = \begin{bmatrix} g_{11} & g_{12} & g_{13} \\ g_{21} & g_{22} & g_{23} \\ g_{31} & g_{32} & g_{33} \end{bmatrix}$$

Cette matrice de changement de base associée à la rotation  $g$  qui amène le repère  $K_E$  sur le repère  $K_C$  du cristal, définira la matrice d'orientation  $g$ . La représentation de l'orientation  $g$  n'est pas unique<sup>(70)</sup>, il y a de nombreux choix possibles:

- En utilisant le triplet d'EULER

Les repères choisis sont orthonormés droits, l'orientation  $g$  peut être définie comme une rotation pure que l'on décompose en trois rotations suivant 3 axes privilégiés:



Avec le triplet de BUNGE,  $g$  est décomposée en 3 rotations élémentaires d'axes (DN, X', Zc) et d'angles ( $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ ).

L'orientation ainsi définie est explicitée par le produit de trois matrices associées respectivement à chacune des rotations  $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ . Leur produit définira la matrice d'orientation  $g(\varphi_1 \phi \varphi_2) = g(\varphi_2) \cdot g(\phi) \cdot g(\varphi_1)$

$$g(\varphi_1 \phi \varphi_2) = \begin{bmatrix} \cos\varphi_1 \cos\varphi_2 - \sin\varphi_1 \sin\varphi_2 \cos\phi & \sin\varphi_1 \cos\varphi_2 + \cos\varphi_1 \sin\varphi_2 \cos\phi & \sin\varphi_2 \sin\phi \\ -\cos\varphi_1 \sin\varphi_2 - \sin\varphi_1 \cos\varphi_2 \cos\phi & -\sin\varphi_1 \sin\varphi_2 + \cos\varphi_1 \cos\varphi_2 \cos\phi & \cos\varphi_2 \sin\phi \\ \sin\varphi_1 \sin\phi & -\cos\varphi_1 \sin\phi & \cos\phi \end{bmatrix}$$

• En utilisant le triplet des métallurgistes:  $g = (h \ k \ l)[u \ v \ w]$

(h k l) est le plan cristallographique qui coïncide avec le plan de l'échantillon. La normale à ce plan est appelée "axe de fibre".

[u v w] est la rangée cristallographique qui coïncide avec la direction longitudinale.

La matrice de l'orientation (hkl)[uvw] est définie par les indices de Miller

$$g((hkl)[uvw]) = \begin{pmatrix} \frac{u}{N} & \frac{kw - lv}{NM} & \frac{h}{M} \\ \frac{v}{N} & \frac{lu - hw}{NM} & \frac{k}{M} \\ \frac{w}{N} & \frac{hv - ku}{NM} & \frac{l}{M} \end{pmatrix}$$

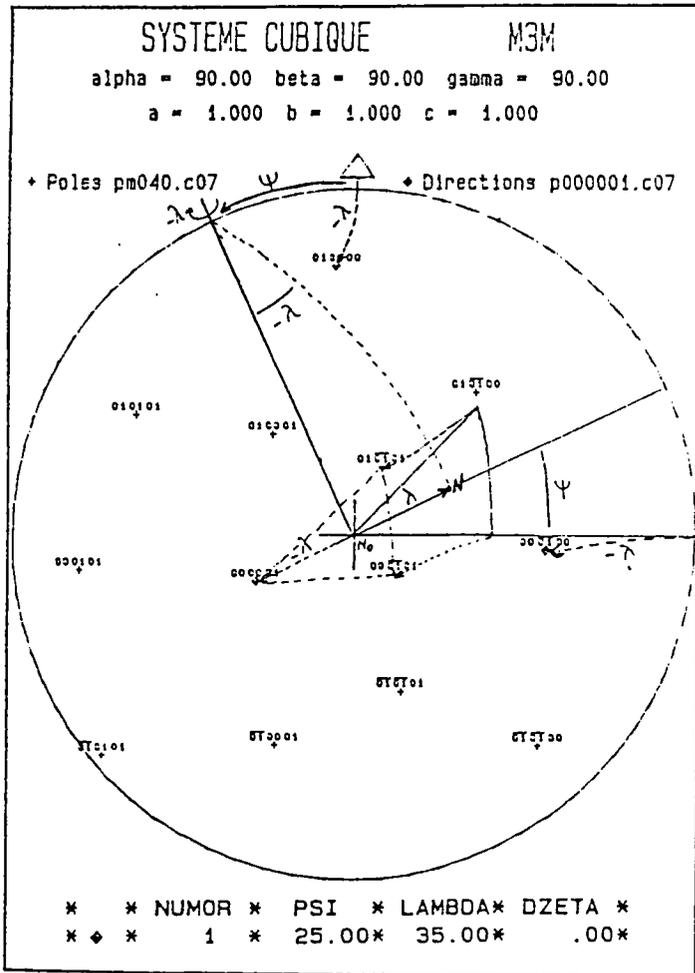
où:  $N = \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$  et  $M = \sqrt{u^2 + v^2 + w^2}$

• En utilisant le triplet de la méthode vectorielle  $g = \{\psi \lambda \zeta\}$ ,  
 $(\psi, \lambda)$  sont les coordonnées polaires de l'axe de fibre dans le repère cristallographique.

$\zeta$  est l'angle de la rotation autour de la normale à l'échantillon qui amène les deux repères en coïncidence. L'orientation ainsi définie est explicitée par le produit de deux rotations.

$$g = \text{Rot}\left(\vec{ON}_0, \zeta\right) \circ \text{Rot}\left(\vec{OD}, -\lambda\right)$$

Géométriquement, La figure suivante montre les deux rotations successives.



Ces rotations peuvent s'exprimer sous forme de matrices

$$\text{Rot}\left(\vec{ON}_0, \zeta\right) = \begin{bmatrix} \cos\zeta & -\sin\zeta & 0 \\ \sin\zeta & \cos\zeta & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$

et

$$\text{Rot}\left(\vec{OD}, -\lambda\right) = \begin{bmatrix} \cos\lambda + (1 - \cos\lambda)c_1^2 & (1 - \cos\lambda)c_1c_2 & -\sin\lambda \\ (1 - \cos\lambda)c_1c_2 & \cos\lambda + (1 - \cos\lambda)c_2^2 & \sin\lambda \\ \sin\lambda c_2 & -\sin\lambda c_1 & \cos\lambda \end{bmatrix}$$

où:  $c_1 = \cos\Psi$  et  $c_2 = \sin\Psi$

Le produit des deux matrices s'écrit:

$$g(\psi\lambda\zeta) = \begin{bmatrix} \cos\psi \cos(\psi + \zeta) + \cos\lambda \sin\psi \sin(\psi + \zeta) & \sin\psi \cos(\psi + \zeta) - \cos\lambda \cos\psi \sin(\psi + \zeta) & -\sin\lambda \sin(\psi + \zeta) \\ \cos\psi \sin(\psi + \zeta) - \cos\lambda \sin\psi \cos(\psi + \zeta) & \sin\psi \sin(\psi + \zeta) + \cos\lambda \cos\psi \cos(\psi + \zeta) & \sin\lambda \cos(\psi + \zeta) \\ \sin\psi \sin\lambda & -\sin\lambda \cos\psi & \cos\lambda \end{bmatrix}$$

#### IV.1.3/ Symétrie et orientations équivalentes

Du fait de la symétrie des réseaux cristallins, le choix d'un repère orthonormé lié au cristal n'est pas unique. Ainsi pour un cristal cubique  $m\bar{3}m$ , on choisit couramment pour repère associé au cristal:

- ox porté par une arête
- oy porté par une seconde arête perpendiculaire à la première
- oz selon  $\vec{ox} \otimes \vec{oy}$

Puisqu'il y a 12 arêtes, il y a 12 choix pour  $\vec{ox}$  ( quatre dans chaque face, en tenant compte évidemment du sens ).

$\vec{ox}$  étant fixé, il y a deux choix pour  $\vec{oy}$ .  $\vec{ox}$  et  $\vec{oy}$  étant fixés,  $\vec{oz}$  est fixé. Il y a donc 24 façons distinctes de choisir un repère orthonormé sur trois arêtes d'un cube. Ayant choisi un trièdre lié au cristal, en faisant décrire à ce dernier l'ensemble de ces 24<sup>u</sup> possibilités, on va trouver pour la même orientation cristallographique 24 orientations prétendues différentes qui sont symétriquement équivalentes <sup>[71.72]</sup>. On dit alors qu'il y a 24 orientations cristallographiquement équivalentes.

Soit  $g$  une orientation quelconque du cube. Il y a 24 représentations de cette orientation, obtenues en faisant agir les 24 éléments  $R_i$  du groupe de symétrie rotationnelle du cube sur l'orientation  $g$  choisie. Alors l'orientation ne sera pas caractérisée par une rotation unique  $g$ , mais par la donnée d'une classe d'équivalence  $\{R_i g\}$ , qui correspond au schéma suivant:

$$\begin{array}{ccccc}
 K_E & \xrightarrow{g} & K_C & \xrightarrow{R_i} & K_{Ci} & (1) \\
 & \searrow & & \nearrow & \\
 & & & & g_i = R_i g
 \end{array}$$

$K_E$  repère lié à l'échantillon,

$K_C$  repère lié au cristal,

$K_{Ci}$  repère équivalent à  $K_C$ ,

$g_i$  représente la famille de rotation  $\{R_i g\}_{i=1,K}$ ,  $K$  est le nombre des éléments  $R_i$  égal par définition à l'ordre du groupe  $|G_B|$ .

Dans le cas d'un cristal cubique où la symétrie est maximale, les éléments du groupe de symétrie <sup>[73]</sup> rotationnelle sont décrits dans le tableau IV.1.

Si un cristallite ne possède aucune autre symétrie que la centrosymétrie, toutes ses orientations sont cristallographiquement distinctes, et cette famille se réduit à la rotation  $g$ . Le groupe de symétrie rotationnelle se réduit alors à l'identité notée  $E$ .

En appliquant une rotation  $\Delta g_0$  à un cristal d'orientation  $R_i g$ , son orientation sera modifiée. Cette rotation mène le repère  $K_{C_i}$  sur le repère  $K_M$ .

$$\begin{array}{ccccccc}
 K_E & \xrightarrow{g} & K_C & \xrightarrow{R_i} & K_{C_i} & \xrightarrow{\Delta g_0} & K_M \\
 & & & & & \nearrow & \\
 & & & & & g' = \Delta g_0 R_i g & 
 \end{array}$$

$g'$  est la rotation qui permet de passer du repère  $K_E$  au repère  $K_M$ . L'application d'une rotation  $R_j$  appartenant aux éléments du groupe de symétrie rotationnelles du réseau lié à  $K_M$  mène le repère  $K_E$  sur un des repères équivalents  $K_{M_j}$ . On obtient ainsi la famille d'orientation :

$$\{R_j g'\} = \{R_j \Delta g_0 R_i g\}_{j=1,M} \quad (3)$$

$M$  est l'ordre du groupe de symétrie rotationnelle du réseau cristallin lié à  $K_M$

|                               | Changement du repère | Matrice de changement de base                                       |                         | Changement du repère      | Matrice de changement de base  |
|-------------------------------|----------------------|---|-------------------------|---------------------------|--|
| E                             | $x y z$              | $\begin{matrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{matrix}$   | $L_{10\bar{1}}^2$       | $\bar{z} \bar{y} \bar{x}$ | $\begin{matrix} 0 & 0 & -1 \\ 0 & -1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \end{matrix}$ |
| $L_{010}^2$                   | $\bar{x} y \bar{z}$  | $\begin{matrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{matrix}$ | $L_{101}^2$             | $z \bar{y} x$             | $\begin{matrix} 0 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \end{matrix}$   |
| $L_{001}^2$                   | $\bar{x} \bar{y} z$  | $\begin{matrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{matrix}$ | $L_{0\bar{1}0}^4$       | $z y \bar{x}$             | $\begin{matrix} 0 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \end{matrix}$  |
| $L_{100}^2$                   | $x \bar{y} \bar{z}$  | $\begin{matrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{matrix}$ | $L_{010}^4$             | $\bar{z} y x$             | $\begin{matrix} 0 & 0 & -1 \\ 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \end{matrix}$   |
| $L_{111}^2$                   | $y z x$              | $\begin{matrix} 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \end{matrix}$   | $L_{0\bar{1}\bar{1}}^2$ | $\bar{x} \bar{z} \bar{y}$ | $\begin{matrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ 0 & -1 & 0 \end{matrix}$ |
| $L_{1\bar{1}\bar{1}}^2$       | $\bar{y} z \bar{x}$  | $\begin{matrix} 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 0 \end{matrix}$ | $L_{\bar{1}00}^4$       | $x \bar{z} y$             | $\begin{matrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ 0 & 1 & 0 \end{matrix}$   |
| $L_{\bar{1}\bar{1}\bar{1}}^3$ | $\bar{y} \bar{z} x$  | $\begin{matrix} 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ 1 & 0 & 0 \end{matrix}$ | $L_{100}^4$             | $x z \bar{y}$             | $\begin{matrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 0 \end{matrix}$   |
| $L_{\bar{1}\bar{1}1}^3$       | $y \bar{z} \bar{x}$  | $\begin{matrix} 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ -1 & 0 & 0 \end{matrix}$ | $L_{011}^2$             | $\bar{x} z y$             | $\begin{matrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \end{matrix}$   |
| $L_{\bar{1}1\bar{1}}^3$       | $z x y$              | $\begin{matrix} 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \end{matrix}$   | $L_{\bar{1}\bar{1}0}^2$ | $\bar{y} \bar{x} \bar{z}$ | $\begin{matrix} 0 & -1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{matrix}$ |
| $L_{11\bar{1}}^3$             | $\bar{z} x \bar{y}$  | $\begin{matrix} 0 & 0 & -1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \end{matrix}$ | $L_{001}^4$             | $y \bar{x} z$             | $\begin{matrix} 0 & 1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{matrix}$   |
| $L_{\bar{1}11}^3$             | $\bar{z} \bar{x} y$  | $\begin{matrix} 0 & 0 & -1 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \end{matrix}$ | $L_{110}^2$             | $y x \bar{z}$             | $\begin{matrix} 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{matrix}$   |
| $L_{\bar{1}\bar{1}1}^3$       | $z \bar{x} \bar{y}$  | $\begin{matrix} 0 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \end{matrix}$ | $L_{00\bar{1}}^4$       | $\bar{y} x z$             | $\begin{matrix} 0 & -1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{matrix}$   |

Tableau IV. 1:

Les 24 éléments du groupe de symétrie rotationnelle du réseau cubique

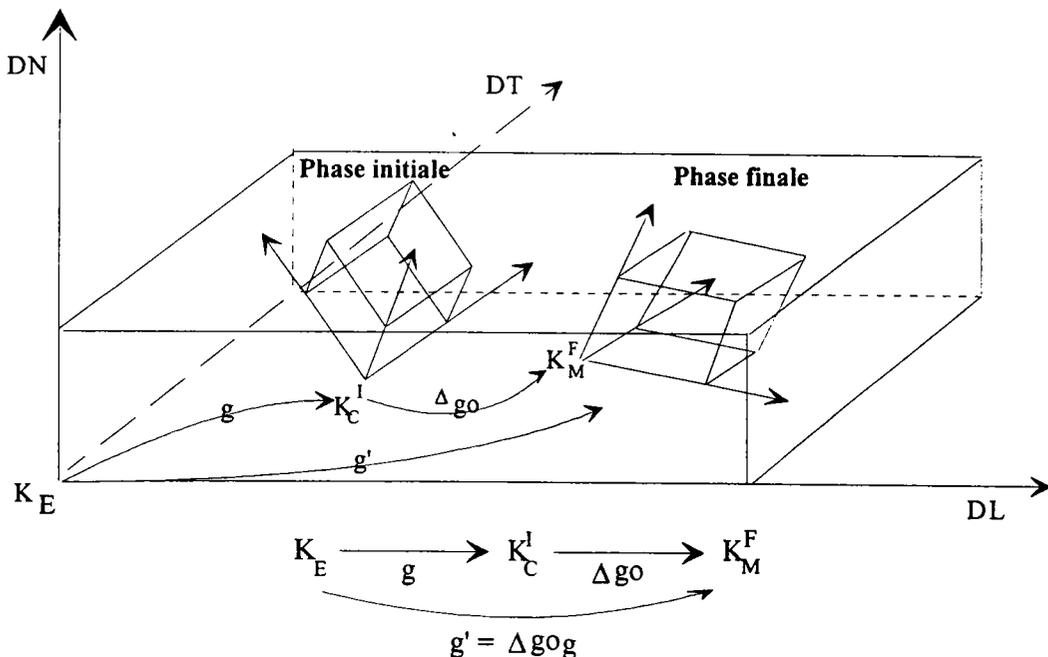
**IV.1.4/ Transformation de phase et relation d'orientation**

**mutuelle**

Du point de vue cristallographique, la transformation de phase est caractérisée par un changement de la structure cristalline et l'apparition d'une nouvelle phase dont les orientations vérifient la relation d'orientation mutuelle. Dans ce paragraphe, nous présentons les données concernant la détermination des nouvelles orientations nées de la transformation ainsi que le nombre de ces orientations.

**IV.1.4.1/ Orientations nées de la transformation**

Soit  $K_E$  le repère macroscopique,  $K_C^I$  le repère microscopique du cristal avant transformation,  $K_M^F$  le repère microscopique du cristal après transformation. La rotation  $\Delta go$  due à la transformation qui fait passer un cristallite de l'état initial à l'état final représentée par  $K_C^I \xrightarrow{\Delta go} K_M^F$ , amène en coïncidence les repères  $K_C^I$  (phase mère) et  $K_M^F$  (phase fille), de telle sorte que le cristallite initial d'orientation  $g$  se transforme en un cristallite final d'orientation  $g'$ , telle que :  $g' = \Delta go g$  (fig. IV. 2).



**Figure IV. 2:** Cristal de la phase initiale d'orientation  $g$  se transforme en un cristallite final d'orientation  $g'$ .

Dans le cas général, la transformation donne naissance, à partir d'un cristal de la phase initiale en orientation  $g$ , à un certain nombre de cristallites dont les orientations s'expriment par la relation  $\{R_m^F \Delta g o R_i^I g\}_{i=1,k}$  semblable à la relation (3). Cette relation caractérise donc les variantes cristallographiques<sup>/74/</sup>.

$k$  est égal à l'ordre du groupe de symétrie rotationnelle du réseau de départ.

$(R_i^I)$  sont les éléments du groupe de symétrie rotationnelle du réseau initial (avant transformation),

$(R_m^F)$  sont les éléments du groupe de symétrie rotationnelle du nouveau réseau (après transformation).

#### IV.1.4.2/ Nombres de variantes cristallographiques

Le nombre de variantes cristallographiques dépend des caractéristiques de la rotation  $\Delta g o$ . M. Hunbert<sup>/74/</sup> a montré que certaines rotations  $\Delta g o$  permettent de réduire le nombre de variantes cristallographiques. En effet si deux variantes sont identiques;

$$R_i^F \Delta g o R_i^I g = R_{i''}^F \Delta g o R_{i''}^I g$$

et donc,

$$R_i^F \Delta g o R_i^I = R_{i''}^F \Delta g o R_{i''}^I$$

Après multiplication par  $(R_{i''}^F)^{-1}$  à gauche, puis par  $(R_i^I)^{-1}$  à droite, et en tenant compte du fait que le produit de deux éléments du même groupe donne un élément appartenant au même groupe.

$$(R_{i''}^F)^{-1} R_i^F = R_{i''}^F \quad \text{et} \quad R_{i''}^I (R_i^I)^{-1} = R_i^I$$

Donc on obtient la relation de commutation:

$$R_{i''}^F \Delta g o = \Delta g o R_i^I \quad (4)$$

Si la rotation  $\Delta g_0$  autorise des relations de commutation de type (4), le nombre de variantes cristallographiques se réduit à une fraction de l'ordre du groupe de symétrie du réseau initial. Notre programme "red1.for" calcule ces relations de commutation.

**IV.1.4.3/ Orientation mutuelle des deux phases**

La rotation  $\Delta g_0$  mène le repère  $K_C^I$  de la phase initiale sur le repère  $K_M^F$  de la phase finale  $K_C^I \xrightarrow{\Delta g_0} K_M^F$ , liant l'orientation du cristallite avant et après transformation.  $\Delta g_0$  traduit, la relation d'orientation entre les phases <sup>[72]</sup>, représentée habituellement sous la forme suivante :

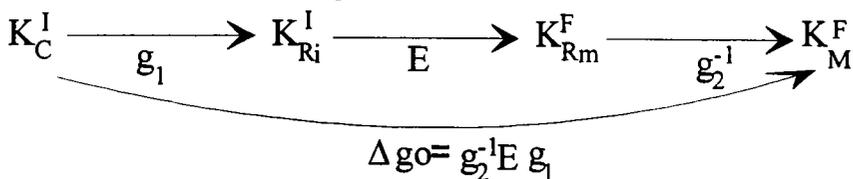
$$\{h\ k\ l\}_I // \{h\ k\ l\}_F$$

$$\langle u\ v\ w \rangle_I // \langle u\ v\ w \rangle_F$$

Pour trouver  $\Delta g_0$  nous construisons deux repères orthonormés intermédiaires  $K_{Ri}^I$  et  $K_{Rm}^F$ :

- \*  $K_{Ri}^I$  est le repère construit sur la normale au plan  $(hkl)_I$  noté  $\vec{h}_I$ , la direction  $[uvw]_I$  notée  $\vec{v}_I$  et le produit vectoriel des deux vecteurs. C'est un repère défini dans le réseau cristallin de la phase initiale.
- \*  $K_{Rm}^F$  est le repère construit sur la normale au plan  $(hkl)_F$  noté  $\vec{h}_F$ , la direction  $[uvw]_F$  noté  $\vec{v}_F$  et le produit vectoriel des deux vecteurs. C'est un repère défini dans le réseau cristallin de la phase finale.

Ces deux repères liés à la relation d'orientation mutuelle, permettent la décomposition de la rotation  $\Delta g_0$  de la manière suivante:



Comme les deux repères intermédiaires coïncident, la relation devient:  $\Delta g_0 = g_2^{-1} g_1$

Ainsi, comme le montre la figure IV. 3, la rotation  $\Delta g_0$  se décompose en trois rotations :

- \*  $g_1$  représente l'opérateur qui amène le repère  $K_C^I$  de la phase initiale sur l'un des repères ( $K_{Ri}^I$ ) de la même phase en coïncidence.
- \*  $E$  laisse les deux repères intermédiaires en coïncidence.
- \*  $g_2$  amène l'un des repères  $K_{Rm}^F$  de la phase finale sur le repère de référence  $K_M^F$  de la même phase.

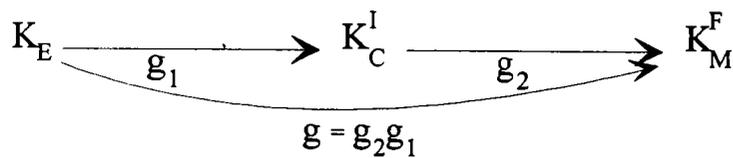
**IV.1.4.3-1/ Détermination de  $\Delta g_0$**

La matrice de changement de base  $[g]$  associée à la rotation  $g$  qui mène le repère  $K_E$  sur le repère  $K_M^F$  du cristal final, nous permet de calculer les composantes d'un vecteur dans la base  $K_E$  à partir de ses composantes dans la base  $K_M^F$ .

$$K_E \xrightarrow{g} K_M^F$$

$$\vec{v}_{k_E} = [g] \vec{v}_{k_M^F} \quad (1)$$

Lorsque la rotation  $g$  est décomposée en deux rotations:  $g_1$  suivie de  $g_2$  Le produit  $g = g_2 g_1$  est caractérisée par la matrice  $[g]$  telle que :



$$\vec{v}_{k_E} = [g_1] \vec{v}_{k_C} \quad \text{et} \quad \vec{v}_{k_C} = [g_2] \vec{v}_{k_M}$$

$$\Rightarrow \vec{v}_{k_E} = [g_1][g_2] \vec{v}_{k_M}$$

La multiplication des matrices s'effectue dans l'ordre inverse des opérations de rotation, ce qui permet d'en déduire:  $[g] = [g_1] [g_2]$

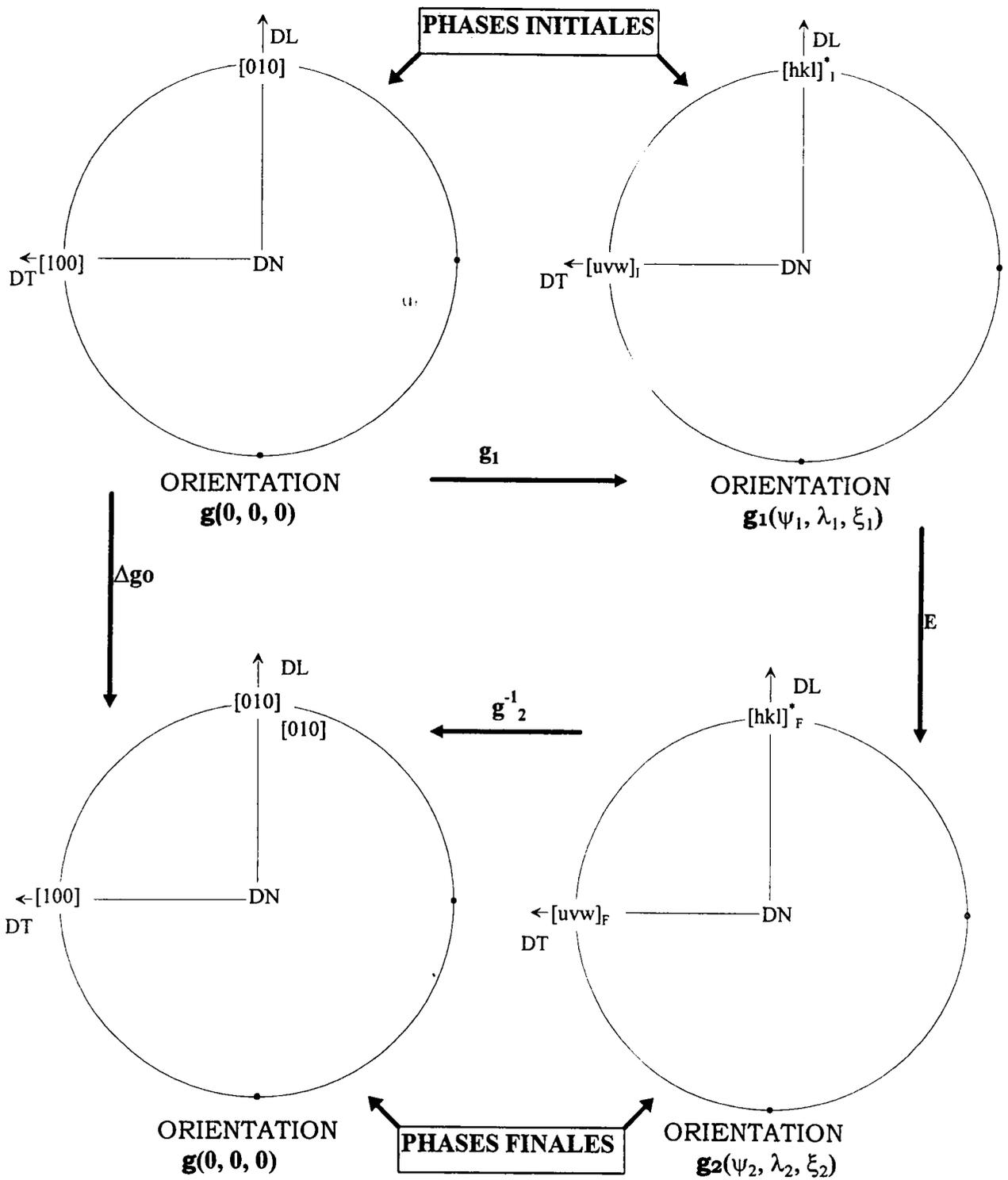


Figure IV. 3: Décomposition de la rotation  $\Delta g_0$  en trois rotations  $g_1$ ,  $E$ , et la rotation  $g_2$ .

Ainsi, à la rotation  $\Delta go$  on peut associer la matrice  $[\Delta go]$  qui amène le repère de référence  $K_C^I$  de la phase austénitique (initiale) sur le repère de référence  $K_M^F$  de la phase martensitique (finale), telle que:

$$k_C^I \{ \bar{i}_c \bar{j}_c \bar{k}_c \} \xrightarrow{g_1} k_{Ri}^I \{ \bar{h}_i \bar{v}_i \bar{h}_i \wedge \bar{v}_i \} = k_{Rm}^F \{ \bar{h}_F \bar{v}_F \bar{h}_F \wedge \bar{v}_F \} \xrightarrow{g_2^{-1}} k_M^F \{ \bar{h}_M \bar{v}_M \bar{h}_M \wedge \bar{v}_M \}$$

$$K_C^I \xrightarrow{g_1} K_{Ri}^I \equiv K_{Rm}^F \xrightarrow{g_2^{-1}} K_M^F$$

$$\Delta go = g_2^{-1} g_1$$

$$[\Delta go] = [g_1] [g_2]^{-1}$$

avec;

$$[g_1] = \begin{bmatrix} \frac{h_i}{\|\bar{h}_i\|} & \frac{u_i}{\|\bar{v}_i\|} & \frac{k_i w_i - l_i v_i}{\|\bar{h}_i \wedge \bar{v}_i\|} \\ \frac{k_i}{\|\bar{h}_i\|} & \frac{v_i}{\|\bar{v}_i\|} & \frac{u_i l_i - h_i w_i}{\|\bar{h}_i \wedge \bar{v}_i\|} \\ \frac{l_i}{\|\bar{h}_i\|} & \frac{w_i}{\|\bar{v}_i\|} & \frac{h_i v_i - k_i u_i}{\|\bar{h}_i \wedge \bar{v}_i\|} \end{bmatrix}$$

et

$$[g_2]^{-1} = \begin{bmatrix} \frac{h_F}{\|\bar{h}_F\|} & \frac{k_F}{\|\bar{h}_F\|} & \frac{l_F}{\|\bar{h}_F\|} \\ \frac{u_F}{\|\bar{v}_F\|} & \frac{v_F}{\|\bar{v}_F\|} & \frac{w_F}{\|\bar{v}_F\|} \\ \frac{k_F w_F - l_F v_F}{\|\bar{h}_F \wedge \bar{v}_F\|} & \frac{u_F l_F - h_F w_F}{\|\bar{h}_F \wedge \bar{v}_F\|} & \frac{h_F v_F - k_F u_F}{\|\bar{h}_F \wedge \bar{v}_F\|} \end{bmatrix}$$

### IV.1.4.3-2/ Correspondance avec la matrice de rotation de la méthode vectorielle

En fonction du triplet de la méthode vectorielle, la matrice [g] s'écrit:

$$g(\psi\lambda\zeta) = \begin{bmatrix} \cos \psi \cos(\psi + \zeta) + \cos \lambda \sin \psi \sin(\psi + \zeta) & \sin \psi \cos(\psi + \zeta) - \cos \lambda \cos \psi \sin(\psi + \zeta) & -\sin \lambda \sin(\psi + \zeta) \\ \cos \psi \sin(\psi + \zeta) - \cos \lambda \sin \psi \cos(\psi + \zeta) & \sin \psi \sin(\psi + \zeta) + \cos \lambda \cos \psi \cos(\psi + \zeta) & \sin \lambda \cos(\psi + \zeta) \\ \sin \psi \sin \lambda & -\sin \lambda \cos \psi & \cos \lambda \end{bmatrix}$$

On peut identifier terme à terme [g] de la méthode vectorielle et [ $\Delta g_0$ ] de la relation d'orientation.

Nous avons mis au point un logiciel permettant le calcul des orientations nées de la transformation de phase, ainsi que le dénombrement des variantes, dans le cas où la rotation  $\Delta g_0$  est connue. Ce programme est valable pour tous les systèmes cristallins. A titre d'exemple, nous allons vérifier les relations d'orientation mutuelle de BAIN, KURDJUMOV - SACHS, et NISHIYAMA - WASSERMAN déterminées lors de la transformation de phase de matériaux de réseau cubique face centrée en réseau cubique centré. Les deux réseaux présentent le même groupe de symétrie rotationnelle, comportant les 24 éléments  $(R_i)_{i=1,24}$  présentés dans le tableau IV.2. En cubique les calculs sont simples car, il n'y a pas d'ambiguïté sur le choix des repères cristallographiques intermédiaires puisque  $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$ , et puisqu'une direction  $[u \ v \ w]$  est perpendiculaire à un plan  $\{hkl\}$  lorsque  $u = h$ ,  $v = k$  et  $w = l$ .

#### Relation de BAIN

Selon BAIN la relation d'orientation mutuelle est la suivante:

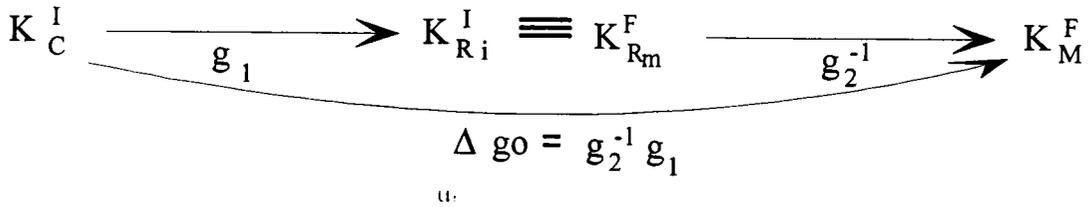
$$(001)_I // (001)_F$$

$$[100]_I // [110]_F$$

A partir de cette relation d'orientation, on peut déduire les nouvelles orientations nées de la transformation ainsi que le nombre de ces orientations appelées variantes cristallographiques une fois la rotation  $\Delta g_0$  est déterminée.

Nous rappelons que la matrice  $[\Delta g_0]$  associée à la rotation  $\Delta g_0$  est égale à:

$$[\Delta g_0] = [g_1] [g_2]^{-1}$$



tel que:

$K_C^I$  est le repère de référence du cube:  $K_C^I = \{[100] [010] [001]\}$  qui est parallèle au repère macroscopique  $K_E = \{DL DT DN\}$  dans le cas du système cubique  $m\bar{3}m$ .

$K_{Ri}^I$  est le repère lié au cristal initial bâti sur le plan  $(001)_I$  et la direction  $[100]_I$ :  $K_{Ri}^I = \{[001] [100] [010]\}$

$K_{Rm}^F$  est le repère lié au cristal final bâti sur le plan  $(001)_F$  et la direction  $[110]_F$  de la relation d'orientation:  $K_{Rm}^F = \{[001] [110] [-110]\}$

$K_M^F$  repère de référence du cube de la phase finale cubique, est dans ce cas le même que  $K_C^I$

$$K_M^F = \{[100] [010] [001]\}$$

On obtient la matrice associée à la rotation  $\Delta g_0$

$$[\Delta g_0]^B = \begin{bmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 1/\sqrt{2} & 1/\sqrt{2} & 0 \\ -1/\sqrt{2} & 1/\sqrt{2} & 0 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1/\sqrt{2} & 1/\sqrt{2} & 0 \\ -1/\sqrt{2} & 1/\sqrt{2} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$

En fonction des angles de la méthode vectorielle  $[\Delta g_0]$  correspond à l'orientation:

$$\Delta^B g_0 = (\psi=0, \lambda=0, \zeta=-45)$$

La relation de commutation  $\Delta g_o (R_i^I) = (R_m^F) \Delta g_o$  citée dans le paragraphe IV. 4.1 nous permettra de trouver le nombre de variantes distinctes.

$(R_i^I)$  et  $(R_m^F)$  sont respectivement les éléments du groupe rotationnel du réseau cristallin avant et après transformation. En terme de rotation cette relation nous donne 7 relations de commutation:

$$\Delta g_o L_{100}^2 = L_{110}^2 \Delta g_o \quad u.$$

$$\Delta g_o L_{010}^2 = L_{\bar{1}10}^2 \Delta g_o$$

$$\Delta g_o L_{001}^2 = L_{00\bar{1}}^2 \Delta g_o$$

$$\Delta g_o L_{00\bar{1}}^4 = L_{001}^4 \Delta g_o$$

$$\Delta g_o L_{001}^4 = L_{00\bar{1}}^4 \Delta g_o$$

$$\Delta g_o L_{110}^2 = L_{010}^2 \Delta g_o$$

$$\Delta g_o L_{\bar{1}10}^2 = L_{100}^2 \Delta g_o$$

Ces relations de commutation impliquent une rotation d'axe 2 et une rotation d'axe 4. Ce qui correspond à  $4 \times 2 = 8$  élément de symétrie. Le nombre de variantes cristallographique se réduit à  $|G_B|/8$  soit  $24/8=3$ .

### Relation de KURDJUMOV - SACHS

Cette relation d'orientation observée dans la transformation martensitique des alliages Fer-Carbone se traduit par:

$$\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha$$

$$\langle 110 \rangle_\gamma // \langle 111 \rangle_\alpha$$

Parmi cette famille de plans et de direction nous choisissons:

$$(111)_I // (011)_F$$

$$[\bar{1}10]_I // [\bar{1}\bar{1}1]_F$$

Alors la matrice associée à la rotation  $\Delta_{go}$  est:

$$[\Delta_{go}]^{K-S} = \begin{bmatrix} 1/\sqrt{3} & -1/\sqrt{2} & 1/\sqrt{6} \\ 1/\sqrt{3} & 0 & -2/\sqrt{6} \\ 1/\sqrt{3} & 1/\sqrt{2} & 1/\sqrt{6} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 0 & 1/\sqrt{2} & 1/\sqrt{2} \\ -1/\sqrt{3} & -1/\sqrt{3} & 1/\sqrt{3} \\ 2/\sqrt{6} & -1/\sqrt{6} & 1/\sqrt{6} \end{bmatrix}$$

qui s'exprime en fonction des angles de la méthode vectorielle par:

$$\Delta^{K-S}_{go} = (-24.203, 10.529, -41.593)$$

Cette dernière ne livre aucune relation de commutation, ce qui implique que le nombre de variantes est égal à l'ordre du groupe de symétrie rotationnelle soit 24.

### Relation de NISHIYAMA - WASSERMAN

Elle concerne les phases  $\gamma$  et  $\alpha$  de certains alliages Fer-Nickel

$$\{111\}_{\gamma} // \{110\}_{\alpha}$$

$$\langle 211 \rangle_{\gamma} // \langle 110 \rangle_{\alpha}$$

Nous choisissons:

$$(111)_I // (110)_F$$

$$[\bar{2}10]_I // [\bar{1}10]_F$$

ce qui conduit à la matrice:

$$[\Delta_{go}]^{N-W} = \begin{bmatrix} 1/\sqrt{3} & -2/\sqrt{6} & 0 \\ 1/\sqrt{3} & 1/\sqrt{6} & -1/\sqrt{2} \\ 1/\sqrt{3} & 1/\sqrt{6} & 1/\sqrt{2} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1/\sqrt{2} & 1/\sqrt{2} & 0 \\ -1/\sqrt{2} & 1/\sqrt{2} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$

et on en déduit la rotation associée en méthode vectorielle:

$$\Delta^{N-W}_{go} = (170.26, 45, 9.74)$$

Cette relation indique alors que le nombre de variantes est égal à  $|G_B|/2 = 24/2=12$  car on constate l'existence d'une relation de commutation:

$$\Delta g_0 L_{01\bar{1}}^2 = L_{001}^2 \Delta g_0$$

qui implique une rotation d'axe 2.

Pour vérifier les programmes de calcul des orientations  $\Delta g_0$  en fonction des angles de la MV, nous avons utilisé le programme TFPEDIR, programme de traçage automatique d'un ensemble de pôles ou de directions dans une orientation donnée. En effet la rotation  $\Delta g_0$  se décompose en deux rotations  $g_1$  et  $g_2^{-1}$ . La matrice de rotation  $[g_1]$  du cristal initial, est exprimée en paramètres de la MV. Nous faisons dessiner en projection stéréographique sur le plan équatorial de la sphère des pôles l'axe de fibre  $(hkl)_I$  et la direction  $\langle uvw \rangle_I$  du cristal initial. La matrice de rotation  $[g_2]$  est à son tour exprimée en paramètres de la MV, Nous faisons alors dessiner  $(hkl)_F$  et  $\langle uvw \rangle_F$ . Ces deux orientations montrent que les pôles et les directions déduit de la relation d'orientation mutuelle des deux phases coïncident, en effet,  $(hkl)_I$  coïncide avec  $(hkl)_F$ , et  $\langle uvw \rangle_I$  coïncide avec  $\langle uvw \rangle_F$ .

La figure IV.4-1 montre les deux projections stéréographiques correspondant à la relation d'orientation donnée par BAIN, et les deux projections stéréographiques correspondant à la relation d'orientation donnée par NISHIYAMA - WASSERMAN (figure. IV.4-2).

On peut y lire les orientations  $g_1$  et  $g_2$  correspondantes, exprimées dans les paramètres de la MV.

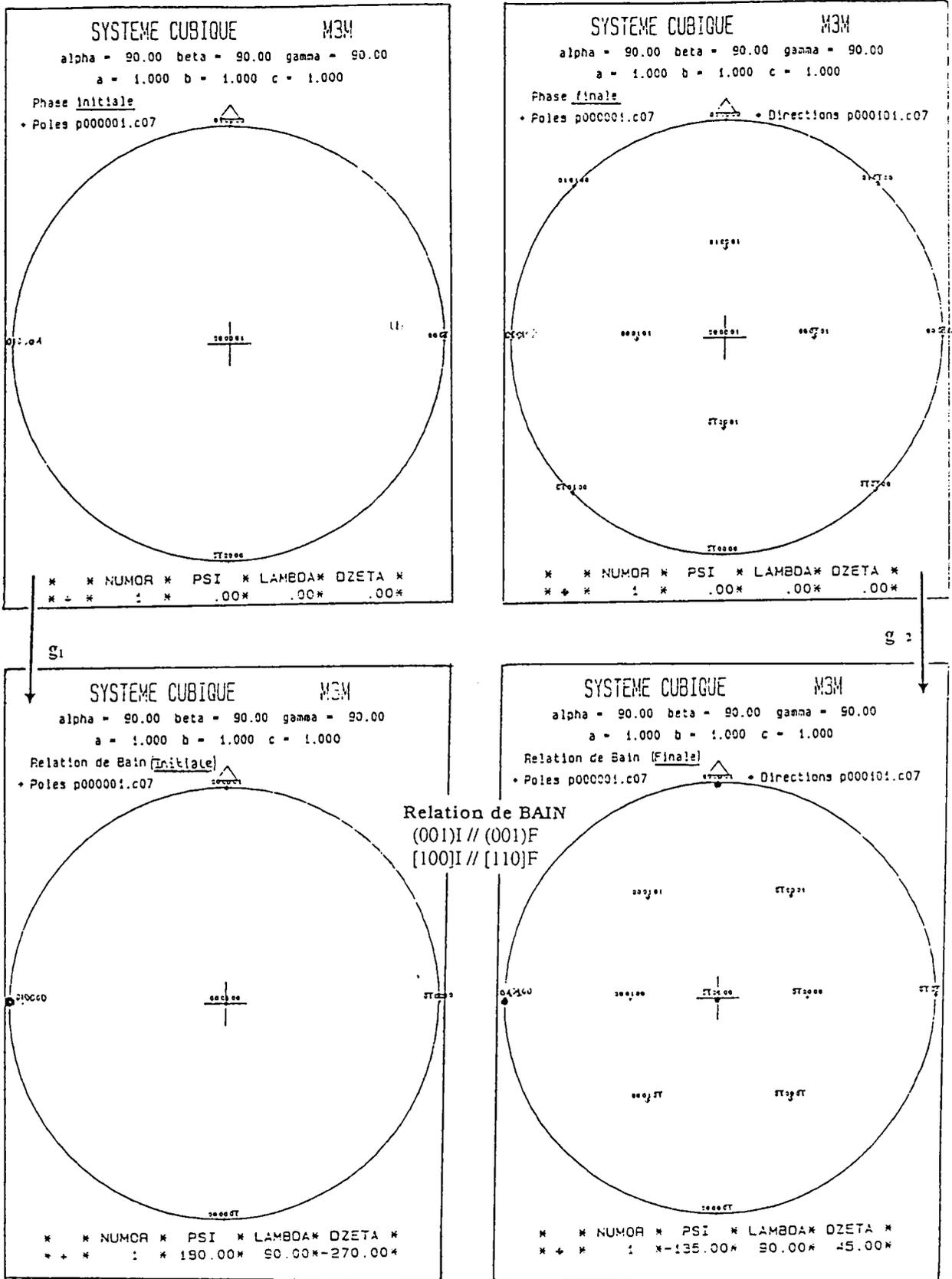


FIGURE IV. 4-1: Représentation stéréographique illustrant la relation d'orientation de BAIN.

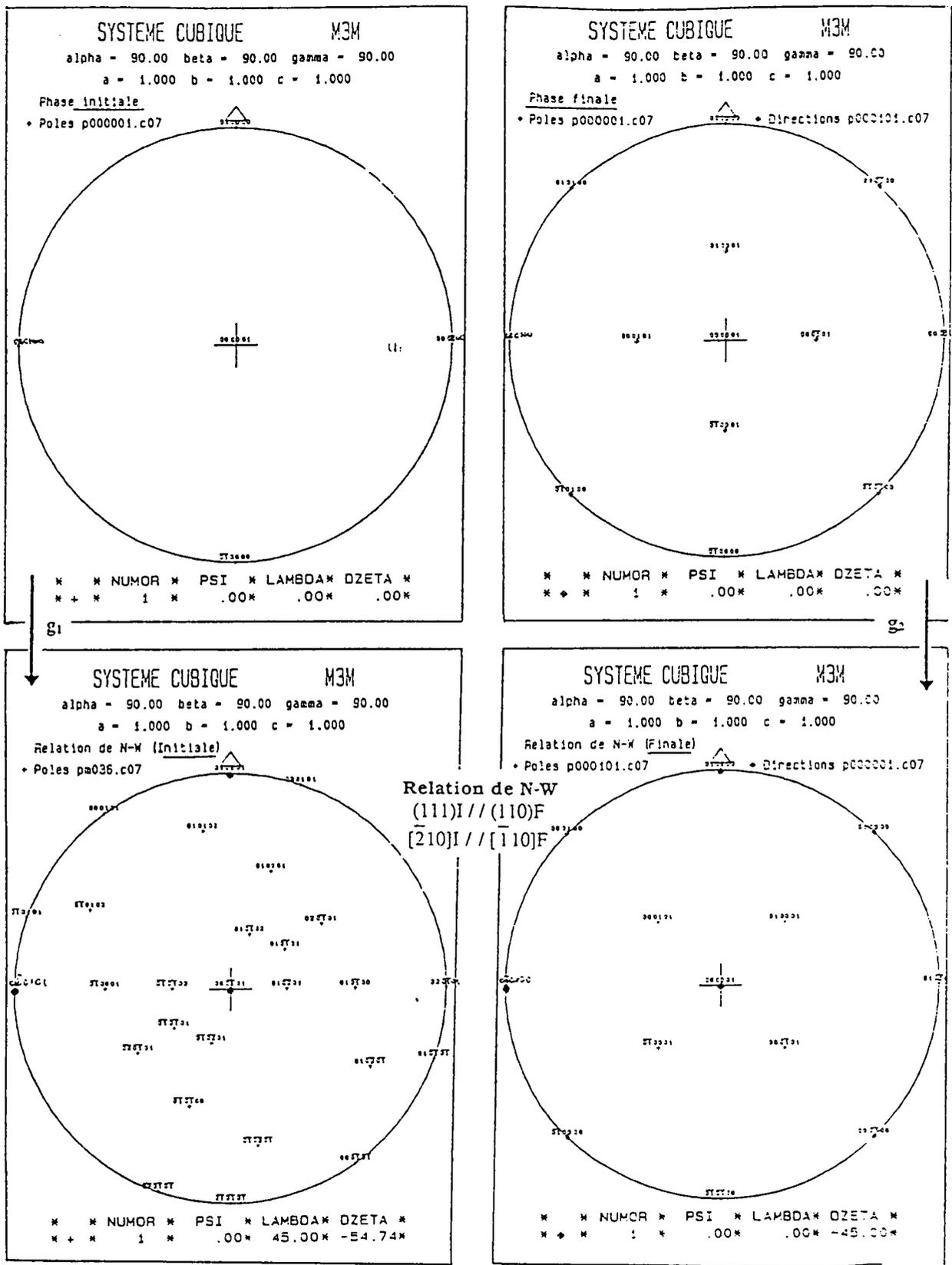


FIGURE IV. 4-2: Représentation stéréographique illustrant la relation d'orientation de NISHIYAMA - WASSERMAN.

---

**conclusion**

Dans les transformations de phase de l'état solide, on observe que les réseaux de la phase initiale et de la phase finale ont des orientations relatives qui ne sont pas indépendantes. Dans le cas où les orientations mutuelles sont strictes, le nombre d'orientations de la phase finale appelées variantes cristallographiques, et engendrées à partir d'une orientation de la phase initiale, est déterminée par l'ordre du groupe de symétrie rotationnelle du réseau initial. Cependant si la relation d'orientation mutuelle  $\Delta g_0$  présente des propriétés de commutation avec des couples d'éléments des groupes de symétries rotationnelles des deux réseaux, le nombre de variantes cristallographiques se voit limité et correspond à une fraction de l'ordre du groupe de symétrie rotationnelle du réseau initial.

## IV.2/ Application à la transformation martensitique des alliages Ti-Ni

Dans les alliages Ti-Ni, la transformation de phase change la maille cubique centrée (phase austénitique) en une maille monoclinique (phase martensitique), La figure IV. 5 représente cette transformation. Nous nous proposons dans cette partie de déterminer les nouvelles orientations nées de la transformation ainsi que le nombre de ces orientations en utilisant la méthode décrite au paragraphe IV. I. 4.

Nous supposons que la relation d'orientation entre les deux phases est connue sans ambiguïté. Nous avons adoptée celle proposée par Mohammed<sup>/75.76/</sup> qui se traduit par:

$$\begin{aligned} \{110\}_C // (010)_M \\ \langle 111 \rangle_C // [101]_M \end{aligned}$$

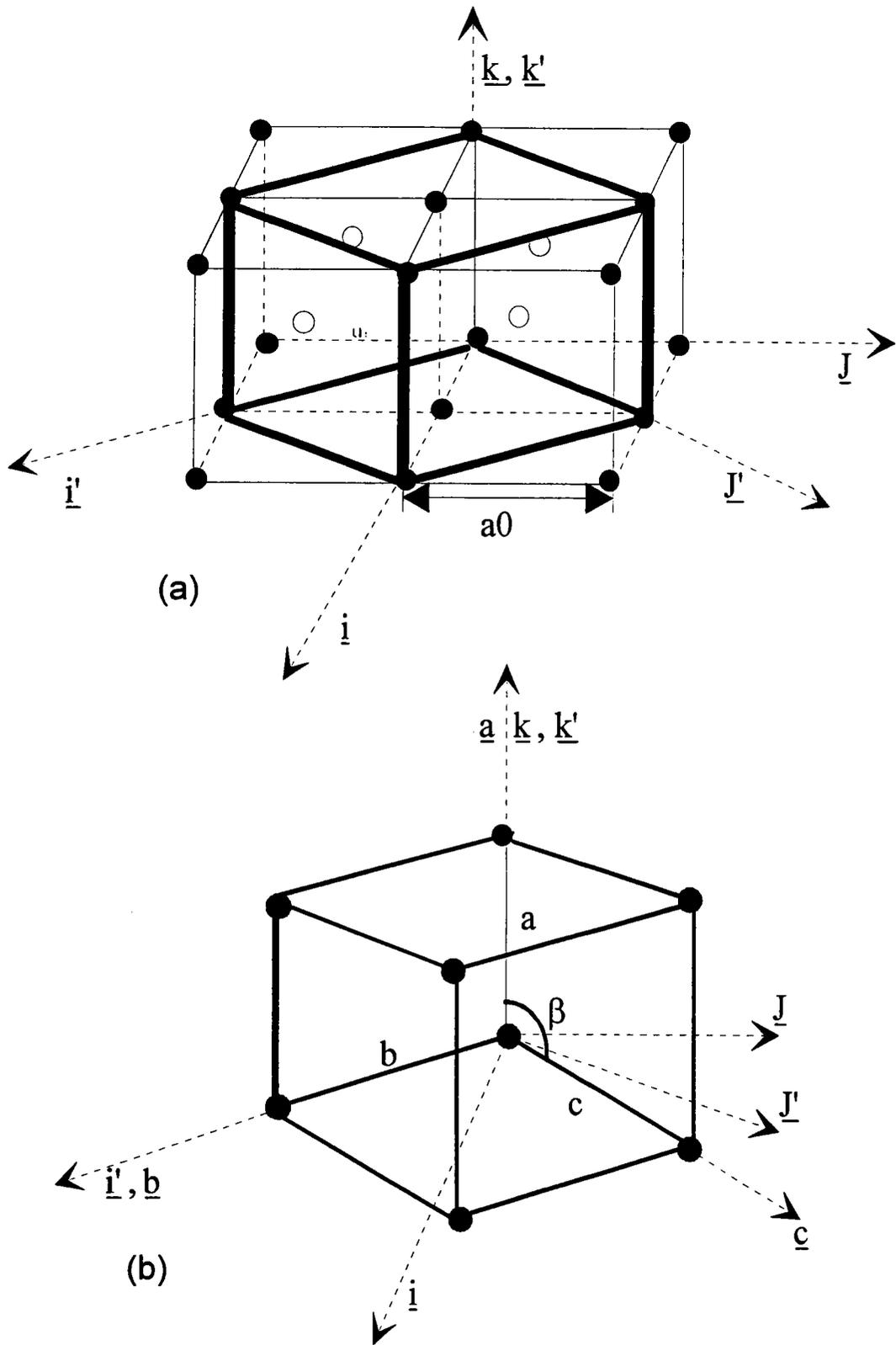
L'orientation du cristal de la phase austénitique donne naissance à un certain nombre de variantes cristallographiques exprimées par:

$$\left\{ R_m^F \Delta g o R_i^I g \right\}_{i=1-k}$$

$(R_i^I)$  sont les éléments du groupe de symétrie rotationnelle du réseau cubique du cristal avant transformation, présentés dans la table IV.1.

$(R_m^F)$  sont les éléments du groupe de symétrie rotationnelle du réseau monoclinique du cristal après transformation.

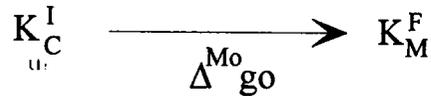
$g$  est l'orientation du cristallite de la phase initiale.



**Figure IV. 5:** La déformation de BAIN dans l'alliage Ti-Ni transforme la maille cubique en une maille monoclinique<sup>/35/</sup>

### IV.2.1/ Détermination de la rotation $\Delta^{\text{Mo}}_{\text{go}}$

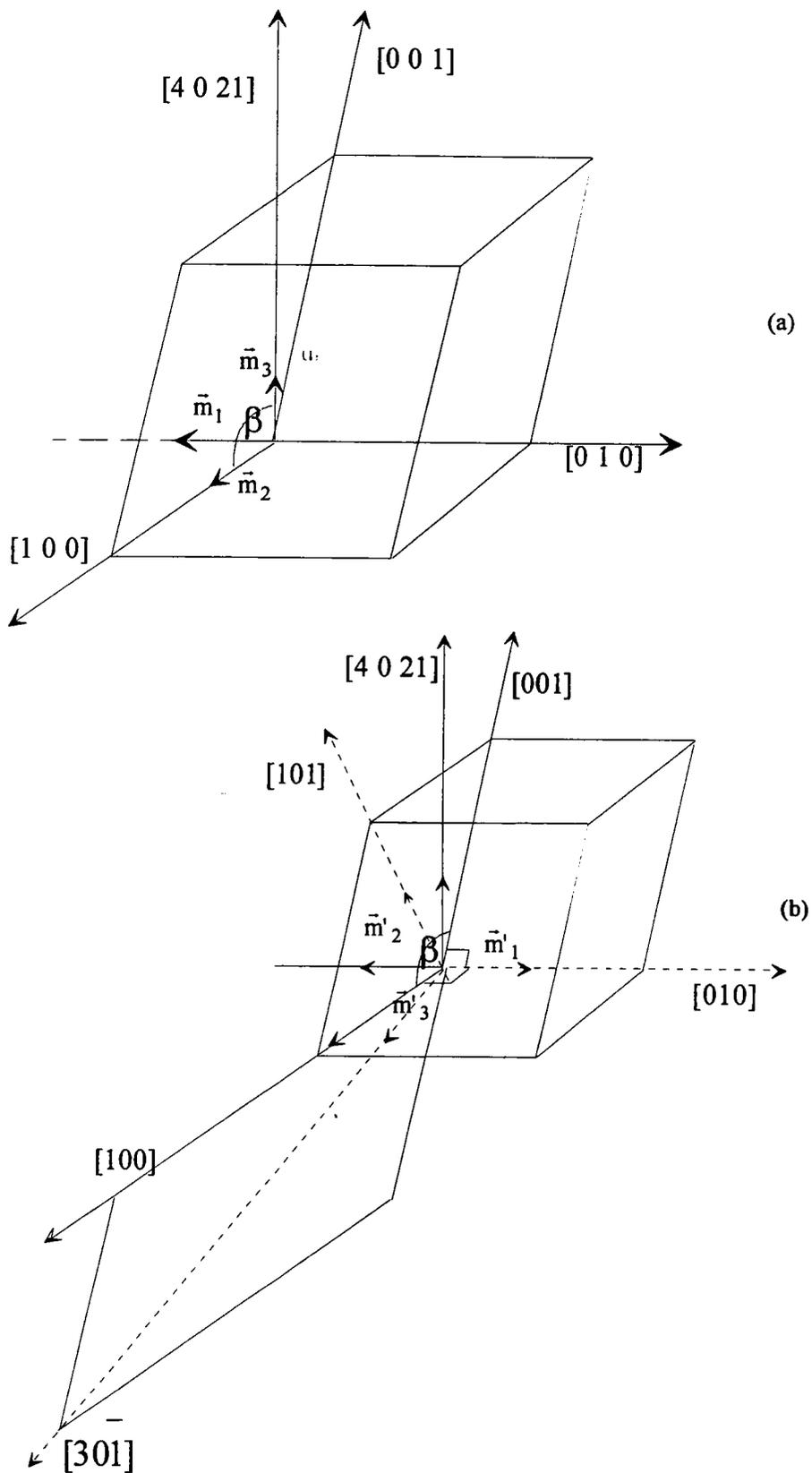
La rotation  $\Delta^{\text{Mo}}_{\text{go}}$  décrit l'orientation mutuelle de deux phases; la phase austénitique (initiale) et la phase martensitique (finale) dans la transformation martensitique de l'alliage Ti-Ni, schématisée par:



Elle permet de passer d'un repère  $K_C^I$  fixé sur le réseau cristallin de la phase initiale en un repère  $K_M^F$  fixé sur le réseau cristallin de la phase finale. On peut caractériser cette rotation  $\Delta^{\text{Mo}}_{\text{go}}$  par une matrice de changement de base  $[\Delta_{\text{go}}]^{\text{Mo}}$  permettant d'exprimer l'orientation  $\Delta^{\text{Mo}}_{\text{go}}$  en fonction des angles de la méthode vectorielle, en utilisant des repères orthonormés.

La phase austénitique étant une maille cubique centrée  $m3m$ , le repère de référence  $K_C^I$  est orthonormé, de vecteurs de base  $\{\bar{c}_1, \bar{c}_2, \bar{c}_3\}$  parallèles aux directions cristallographiques  $\{[100] [010] [001]\}$  ce repère  $K_C^I$  est donc orthonormé. La phase martensitique est monoclinique  $2/m$ , le repère  $\{\bar{a}, \bar{b}, \bar{c}\}$  est oblique. Nous avons donc choisi un repère orthonormé droit défini par  $\{[1 0 0]_M [0 1 0]_M [4 0 21]_M\}$ . La direction  $[4 0 21]_M$  est orthogonale aux deux précédentes. En système monoclinique  $2/m$ , l'orientation de référence du cristal dans  $K_E$  est telle que:

- \* DL coïncide avec  $[0 \bar{1} 0]$
- \* DT coïncide avec  $[1 0 0]$
- \* DN coïncide avec  $[4 0 21]$



**FIGURE IV. 6:** (a) Vecteurs de base associés au repère de référence du monoclinique, (b) Vecteurs de base associés au repère déduit de la relation d'orientation.

Pour déterminer une relation d'orientation mutuelle de référence  $\Delta^{\text{Mo}}$  dans la transformation de phase de l'alliage considéré, il faut construire deux repères orthonormés intermédiaires  $K_{\text{Ri}}^{\text{I}}$  et  $K_{\text{Rm}}^{\text{F}}$  sur des directions et des pôles particuliers choisis dans les familles décrites par:

$$\begin{aligned} & \{110\}_{\text{C}} // (010)_{\text{M}} \\ \text{u.} & \quad \langle 111 \rangle_{\text{C}} // [101]_{\text{M}} \end{aligned}$$

### Repères intermédiaires:

Ces repères sont déduits de la relation d'orientation des deux phases. La phase initiale est cubique centré ( $m\bar{3}m$ ). Parmi les 24 repères possibles associés à un cube, nous avons choisi une normale à la famille de plans  $\{110\}_{\text{C}}$ , une direction de la famille  $\langle 111 \rangle_{\text{C}}$  appartenant à ce plan et le produit vectoriel des deux, soit:

$$K_{\text{Ri}}^{\text{I}} = \{[\bar{1}10] [\bar{1}\bar{1}1] [112]\}$$

La phase finale est monoclinique ( $2/m$ ), de maille élémentaire  $a \neq b \neq c$ . La direction  $b$  est choisie suivant l'axe binaire, le plan  $(ac)$  contient le plan de symétrie  $m$ ,  $\alpha = \gamma = 90^\circ$   $\beta \neq 90^\circ$ . Le repère de référence  $K_{\text{M}}^{\text{F}}$  orthonormé, de vecteurs de base  $\{\bar{m}_1 \bar{m}_2 \bar{m}_3\}$  est parallèle aux directions cristallographiques  $[0 \bar{1} 0]$ ,  $[1 0 0]$  et  $[4 0 21]$ . (voir figure IV. 6-a). Le repère  $K_{\text{Rm}}^{\text{F}}$  orthonormé de vecteurs de base  $\{\bar{m}'_1 \bar{m}'_2 \bar{m}'_3\}$  (voir figure IV. 6-b), est choisi parallèle à des directions cristallographiques déduites de la relation d'orientation. Ces directions sont choisies de la manière suivante:

- \* La normale au plan  $(010)_{\text{M}}$ , correspond à la direction  $[010]_{\text{M}}$ , car, l'axe  $b$  est perpendiculaire à  $a$  et  $c$ , donc,  $\bar{m}'_1 // [010]_{\text{M}}$ .
- \* La direction  $[101]_{\text{M}}$  appartenant au plan  $(010)_{\text{M}}$ , est perpendiculaire à  $[010]_{\text{M}}$ , donc,  $\bar{m}'_2 // [101]_{\text{M}}$ .

\* Une troisième direction  $[u' v' w']$ , déduite des deux précédentes est perpendiculaire à  $[010]_M$  et  $[101]_M$ , et portée par le vecteur  $\bar{m}'_3$ .

Les deux relations d'orthogonalité:

$$[u'v' w']_M \perp [010]_M$$

$$[u'v' w']_M \perp [101]_M$$

permettent de calculer, à un coefficient près, les trois paramètres de la direction  $[u' v' w']$ :

$$(u' \bar{a} + v' \bar{b} + w' \bar{c})(\bar{b}) = 0 \Rightarrow v' = 0$$

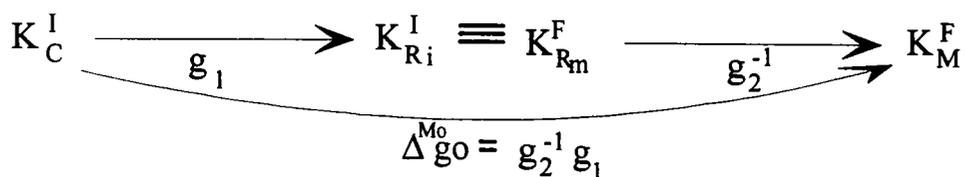
$$(u' \bar{a} + v' \bar{b} + w' \bar{c})(\bar{a} + \bar{c}) = 0 \Rightarrow u' = -w' \frac{ac \cos(\beta) + c^2}{ac \cos(\beta) + a^2}$$

$$\Rightarrow [u'v' w']_M \equiv [30\bar{1}]_M \Rightarrow \bar{m}'_3 // [30\bar{1}]_M$$

Le repère cristallographique de base  $\bar{m}'_1 \bar{m}'_2 \bar{m}'_3$  est donc:

$$K_{Rm}^F \equiv \{[010]_M [101]_M [30\bar{1}]_M\}$$

Une fois les repères définis, nous pouvons calculer les matrices de changement de base associées à la rotation  $\Delta^{Mo} go$ . Rappelons que cette rotation est décomposée en une rotation  $g_1$  suivie d'une rotation  $g_2$ ,  $[\Delta go]^{Mo} = [g_1] [g_2]^{-1}$  est la matrice de changement de base permettant le calcul des composantes d'un vecteur dans la base  $K_C^I$  à partir de ses composantes dans la base  $K_M^F$  selon le schéma suivant:



la matrice  $[g_1]$  associée à la rotation  $g_1$  est alors égale à:

$$[g_1] = \begin{bmatrix} -1/\sqrt{2} & -1/\sqrt{3} & 1/\sqrt{6} \\ 1/\sqrt{2} & -1/\sqrt{3} & 1/\sqrt{6} \\ 0 & 1/\sqrt{3} & 2/\sqrt{6} \end{bmatrix}$$

la matrice  $[g_2]^{-1}$  de changement de base associée à la rotation  $g^{-1}_2$ :

$$\begin{aligned} \vec{m}'_1 &= -\vec{m}_1 \\ \vec{m}'_2 &= \cos(\vec{m}'_2 \cdot \vec{m}_2) \vec{m}_2 + \sin(\vec{m}'_2 \cdot \vec{m}_2) \vec{m}_3 \\ \vec{m}'_3 &= \cos(\vec{m}'_3 \cdot \vec{m}_2) \vec{m}_2 - \sin(\vec{m}'_3 \cdot \vec{m}_2) \vec{m}_3 \end{aligned}$$

l'angle  $(\vec{m}'_2 \cdot \vec{m}_2)$  est l'angle que fait la direction  $[101]_M$  avec  $[100]_M$  soit  $62.29^\circ$  et l'angle  $(\vec{m}'_3 \cdot \vec{m}_2)$  c'est celui de la direction  $[30\bar{1}]_M$  avec  $[100]_M$ . D'où la matrice  $[g_2]^{-1}$ :

$$[g_2]^{-1} = \begin{bmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos 69.29 & \sin 69.29 \\ 0 & \cos 27.72 & -\sin 27.72 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0.465 & 0.885 \\ 0 & 0.885 & -0.465 \end{bmatrix}$$

On en déduit :

$$[\Delta go]^{Mo} = \begin{bmatrix} -1/\sqrt{2} & -1/\sqrt{3} & 1/\sqrt{6} \\ 1/\sqrt{2} & -1/\sqrt{3} & 1/\sqrt{6} \\ 0 & 1/\sqrt{3} & 2/\sqrt{6} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0.465 & 0.885 \\ 0 & 0.885 & -0.465 \end{bmatrix}$$

Cette matrice peut être exprimée à l'aide des angles de la méthode vectorielle :

$$\Delta^{Mo} go = (180, 82.454, -45)$$

Dans le domaine des orientations  $2/m$   $\Delta^{Mo} go$  devient:

$$\Delta^{Mo} go = (-180, 82.454, -45)$$

Les projections stéréographiques de l'orientation  $\Delta^{Mo} go = (-180, 82.454, -45)$  en système monoclinique, et celle de l'orientation  $g(0, 0, 0)$  du système cubique montrent que les pôles et les directions déduits de la relation d'orientation mutuelle des deux phases coïncident. En effet,  $\{110\}_C$  coïncide avec  $(010)_{M_b}$ , et  $\langle 111 \rangle_C$  coïncide avec  $[101]_M$ . La figure IV. 7 montre les plans et les directions correspondant à la relation d'orientation donnée par Mohammed.

# SYSTEME MONOCLINIQUE 2/V.

alpha = 90.00 beta = 96.80 gamma = 90.00

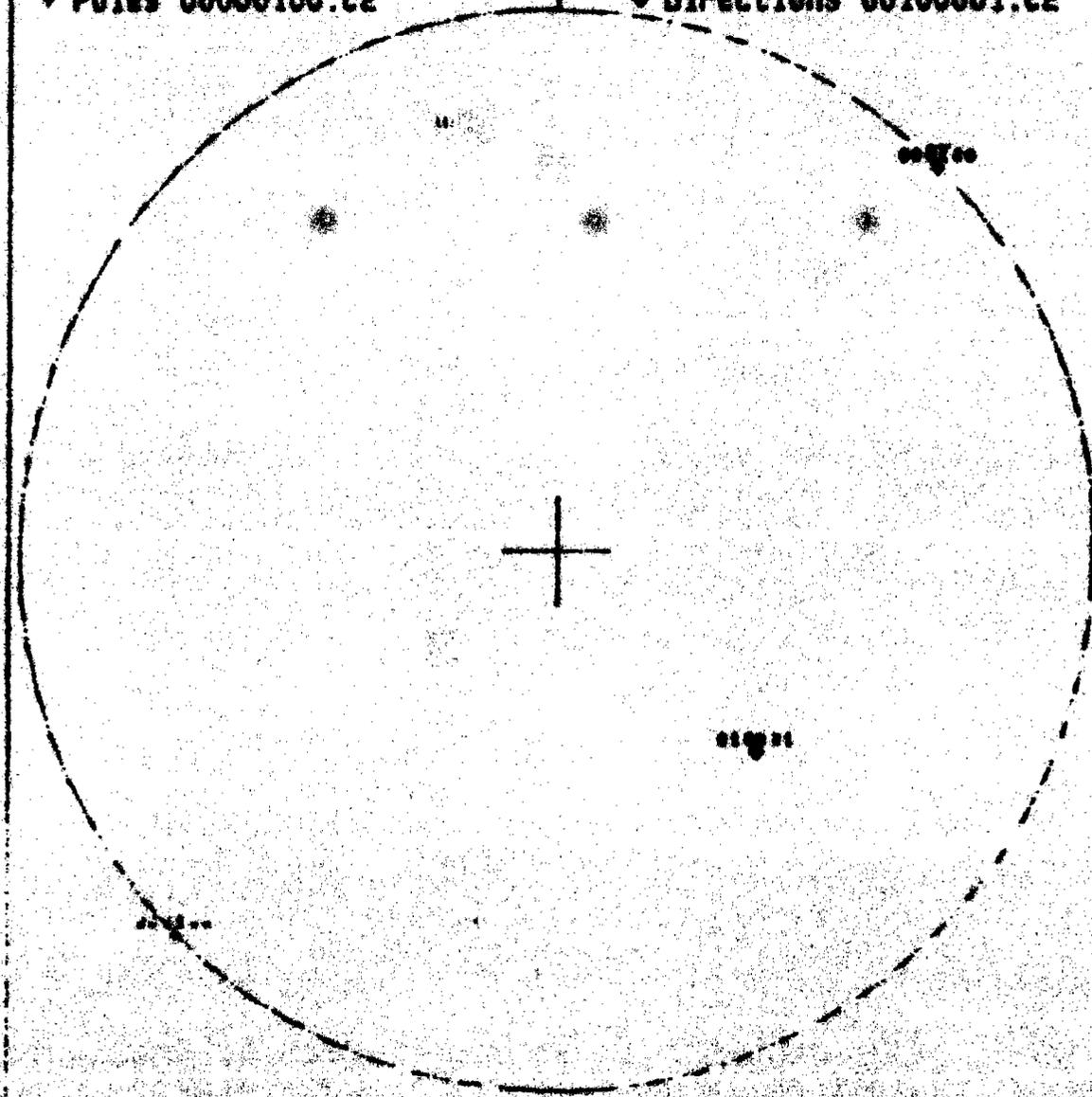
a = 2.889 b = 4.120 c = 4.622

Variante Mx1 Dgo

• Poles 00000100.c2



• Directions 00100001.c2



\* \* MINOR \* PSI \* LAMBDA BZETA \*  
\* \* \* 1 \* -180.00 \* 82.46 \* -45.00 \*



### IV.2.2/ Nombre de variantes cristallographiques

L'orientation du cristal de la phase initiale ( $m\bar{3}m$ ) produit un certain nombre d'orientations nommées variantes cristallographiques exprimées par:

$$\left\{ R_m^F \Delta g_o R_i^I \right\}_{i=1, k}$$

A partir de l'orientation de référence  $\Delta^{Mo} g_o = (-180, 82.454, -45)$  et en agissant avec les éléments de symétrie de la phase initiale (cubique), nous retrouvons l'ensemble des 24 variantes. Celles-ci sont représentées dans l'annexe II par les matrices et les angles  $\psi$ ,  $\lambda$  et  $\xi$  correspondants.

La rotation  $\Delta^{Mo} g_o$  autorise une seule relation de commutation,  $\Delta^{Mo} g_o L_{\bar{1}10}^2 = L_{100}^2 \Delta^{Mo} g_o$ , qui implique une rotation d'axe 2. Le nombre de variantes est donc réduit à  $24/2=12$ .

Notons qu'avec la position de référence choisie pour le cristal monoclinique l'élément de symétrie  $L_{100}^2$ , représente une rotation d'axe 2 autour du vecteur de base  $\vec{m}_1$  porté par la direction  $[0 \bar{1} 0]_M$ .

Les 12 variantes nées de l'austénite en orientation de référence  $g_I (0, 0, 0)$  sont présentées dans le tableau IV. 2. Chaque variante est représentée par le triplet de la méthode vectorielle et la notation correspondante  $(hkl) \langle uvw \rangle$ .

Nous avons vu dans le chapitre III que le domaine des orientations pour le système monoclinique  $2/m$  est divisé en 4320 classes d'équivalence de volume égal. Les orientations sont numérotées de 1 à 4320. A chaque triplet  $(\psi \lambda \zeta)$  correspond un numéro d'orientation ( voir tableau III. 3).

|            | $\psi$  | $\lambda$ | $\xi$   | <b>h</b> | <b>k</b> | <b>l</b> | <b>u</b> | <b>v</b> | <b>w</b> | <b>No</b> |
|------------|---------|-----------|---------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|-----------|
| <b>V1</b>  | -180    | 82.454    | -45.00  | 1        | 0        | 0        | 0        | -1       | -1       | 4305      |
| <b>V2</b>  | 180     | 82.454    | 45.00   | 1        | 0        | 0        | 0        | -1       | 1        | 4287      |
| <b>V3</b>  | 180     | 82.454    | 225.00  | 1        | 0        | 0        | 0        | 1        | -1       | 4296      |
| <b>V4</b>  | -180    | 82.454    | -225.00 | 1        | 0        | 0        | 0        | 1        | 1        | 4314      |
| <b>V5</b>  | -82.519 | 45.494    | -266.87 | 0        | 1        | 1        | -1       | 0        | 0        | 1076      |
| <b>V6</b>  | 82.519  | 45.494    | 86.87   | 0        | -1       | 1        | -1       | 0        | 0        | 1049      |
| <b>V7</b>  | -82.519 | 45.494    | -86.87  | 0        | 1        | 1        | 1        | 0        | 0        | 1067      |
| <b>V8</b>  | 82.519  | 45.494    | 266.87  | 0        | -1       | 1        | 1        | 0        | 0        | 1058      |
| <b>V9</b>  | 82.519  | 45.494    | 176.87  | 0        | -1       | 1        | 0        | 1        | 1        | 1053      |
| <b>V10</b> | -82.519 | 45.494    | -176.87 | 0        | 1        | 1        | 0        | 1        | -1       | 1071      |
| <b>V11</b> | -82.519 | 45.4940   | -356.87 | 0        | 1        | 1        | 0        | -1       | 1        | 1080      |
| <b>V12</b> | 82.519  | 45.4940   | 356.87  | 0        | -1       | 1        | 0        | -1       | -1       | 1062      |

**Tableau IV.2:** les 12 variantes de martensite

La lecture de ce tableau montre que les variantes sont 2 à 2 symétriques par rapport au plan ( $\vec{DN}$ ,  $\vec{DT}$ ).

### IV.2.3/ Détermination qualitative de la Texture de transformation

Un matériau polycristalin qui subit une transformation à l'état solide voit généralement sa texture se modifier. Le calcul de la texture finale à partir de la texture initiale est possible si l'on sait décrire la rotation  $\Delta g_0$ , due à la transformation qui relie un cristallite dans l'état initial et dans l'état final par la relation d'orientation mutuelle. <sup>41</sup>

Soit  $K_E$  le repère macroscopique fixé pour l'échantillon avant et après transformation,  $K_C^I$  le repère microscopique du cristal avant transformation,  $K_M^F$  le repère microscopique du cristal après transformation. La rotation  $\Delta g_0$   $K_C^I \xrightarrow{\Delta g_0} K_M^F$  qui amène en coïncidence les repères  $K_C^I$  (phase mère) et  $K_M^F$  (phase fille) est donc telle que le cristallite initial d'orientation  $g$  se transforme en un cristallite final d'orientation  $g'$ , telle que :

$$g' = \Delta g_0 g$$

Dans le cas des alliages Ti-Ni, chaque orientation de la phase initiale livre  $n = 12$  variantes cristallographiquement distinctes  $g'_{n=1,12} = \{\Delta g_0 R_i g\}_{i=1,12}$ .

$R_i$  sont les 12 premiers éléments du groupe de symétrie rotationnelle du réseau cubique. (voir tableau II.1, § II. 3).

La FDO de la phase initiale (austénite) calculée dans le chapitre III. § nous permet de connaître les orientations  $g(\psi_i, \lambda_i, \xi_i)_{i=1, 2016}$  et leur fractions volumiques correspondantes.

Connaissant l'orientation des grains constituant le polycristal de la phase initiale, on peut calculer, à l'aide des logiciels que nous avons mis au point, les orientations des variantes cristallographiques issues de chaque orientation  $g(\psi_i, \lambda_i, \xi_i)_{i=1, 2016}$  de la phase initiale. Les orientations des variantes ainsi calculées en fonction des angles de la méthode vectorielle représentent

donc les composantes du vecteur texture de la phase finale ( fille ) sans tenir compte des poids relatifs des composantes. On détermine ainsi la texture qualitative de la phase finale.

#### **IV.2. 3-1/ Comparaison avec les résultats expérimentaux**

Sur notre échantillon d'alliage Ti-Ni, nous avons mesuré des figures de pôles dans les deux états austénitique et martensitique (martensite thermique), ces figures nous permettront de comparer la texture obtenue expérimentalement avec celle calculée à partir de la relation d'orientation.

Après analyse quantitative de la texture de l'austénite, nous avons choisie, parmi les composantes non nulles du vecteur texture, les six composantes les plus fortes:

$$g_1 ( 42.02 \ 50.09 \ 205.00)$$

$$g_2 ( 35.99 \ 47.66 \ 85.00)$$

$$g_3 ( -29.79 \ 45.66 \ -75.00)$$

$$g_4 ( 42.02 \ 50.09 \ 95.00)$$

$$g_5 ( 35.99 \ 47.66 \ 75.00)$$

$$g_6 ( 29.79 \ 45.66 \ 265.00)$$

Nous calculons pour chaque composante, les orientations des 12 variantes formées liées par la relation  $\{\Delta g \cdot R_i \cdot g\}_{i=1,12}$ . Ces orientations sont portées sur les figures de pôles (022) et  $(11\bar{1})$  que nous comparons avec les figures de pôles mesurées aux rayons X. La superposition des figures de pôles calculées avec celles obtenues expérimentalement montre une parfaite concordance des taches (voir planches IV. 1 et IV. 2). Ces résultats montrent un bon accord entre les textures théoriques et expérimentales.

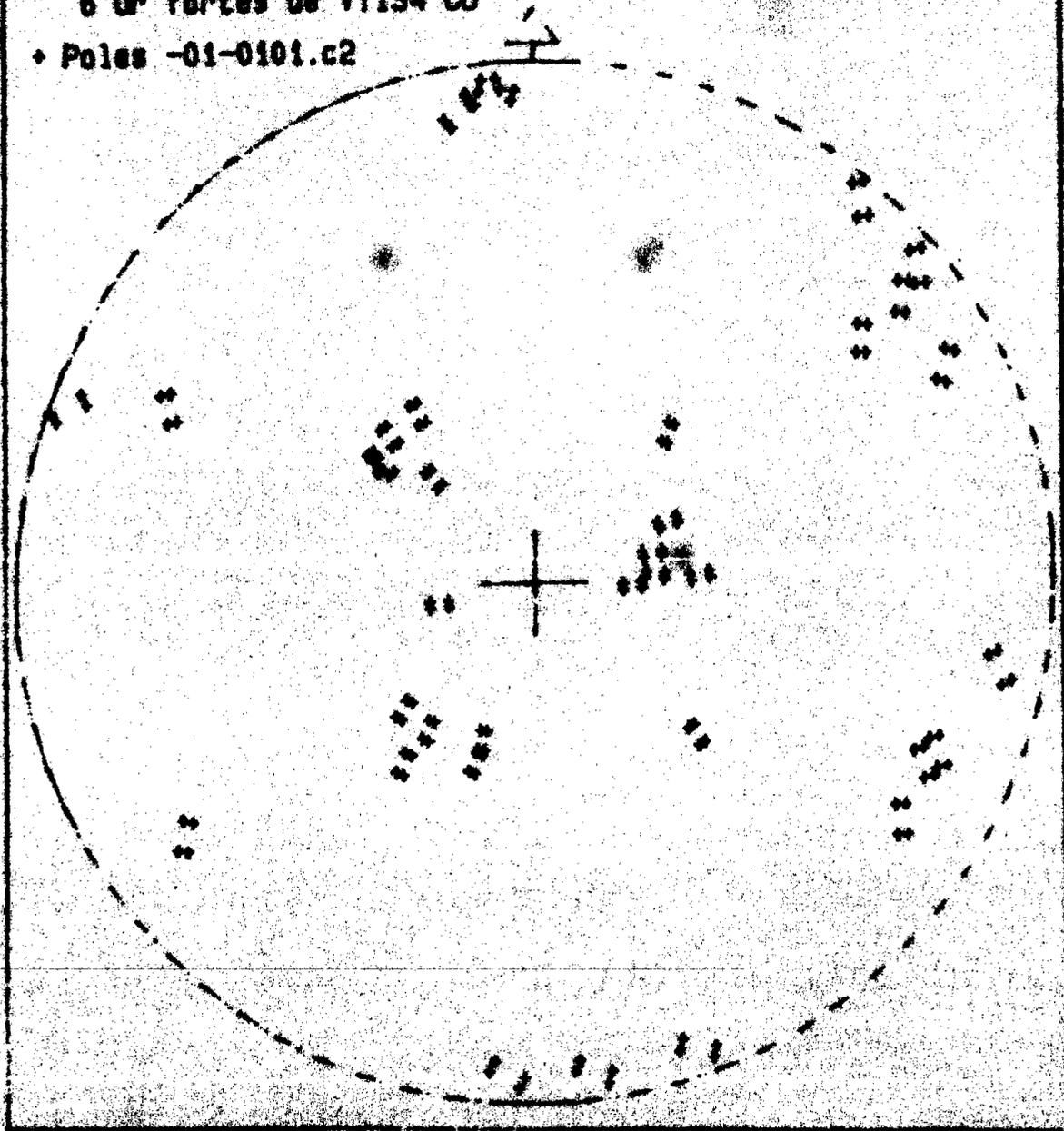
# SYSTEME MONOCLINIQUE 2/V.

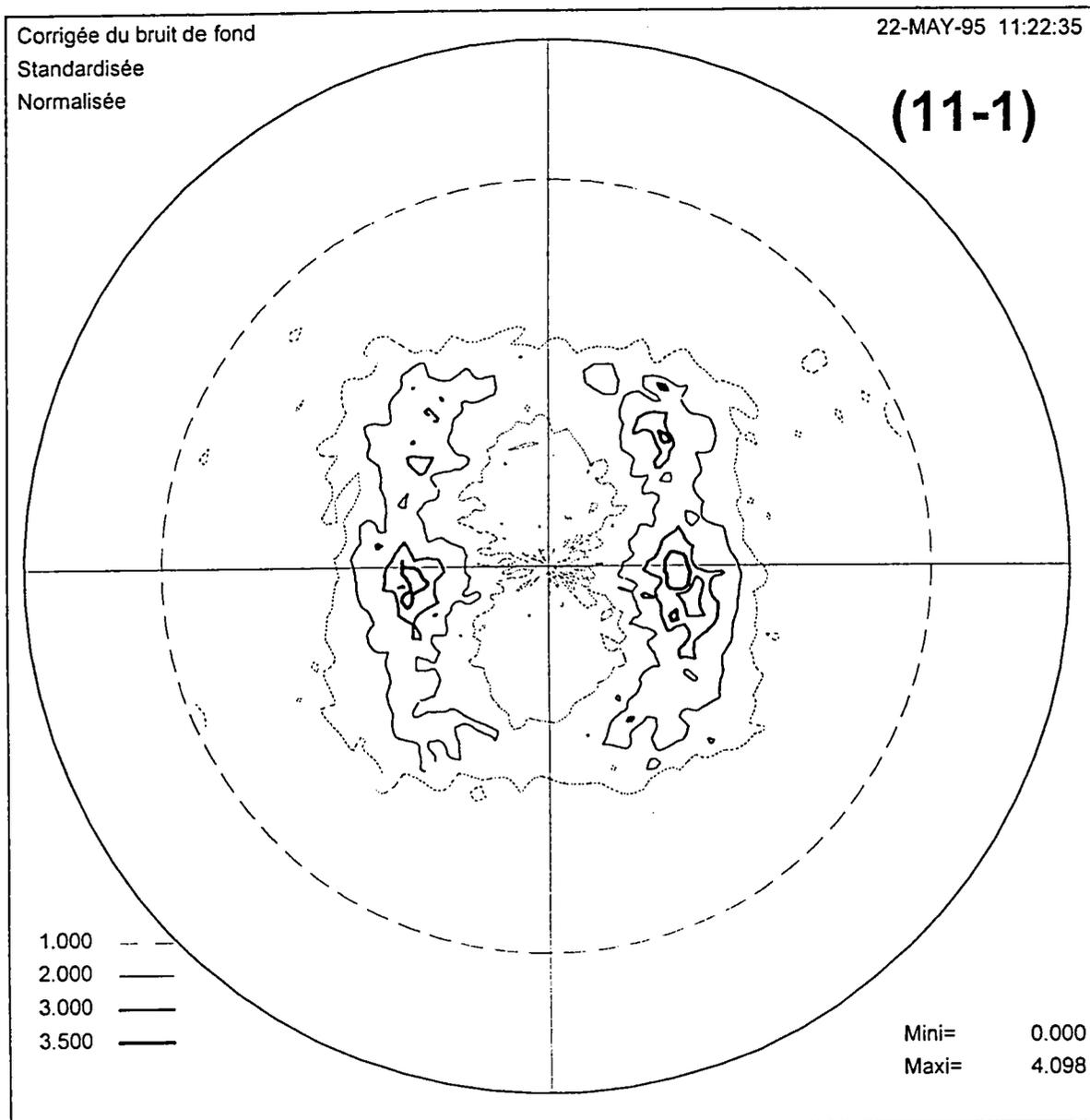
alpha = 90.00 beta = 96.80 gamma = 90.00

a = 2.889 b = 4.120 c = 4.622

6 Or fortes de VT134 CU

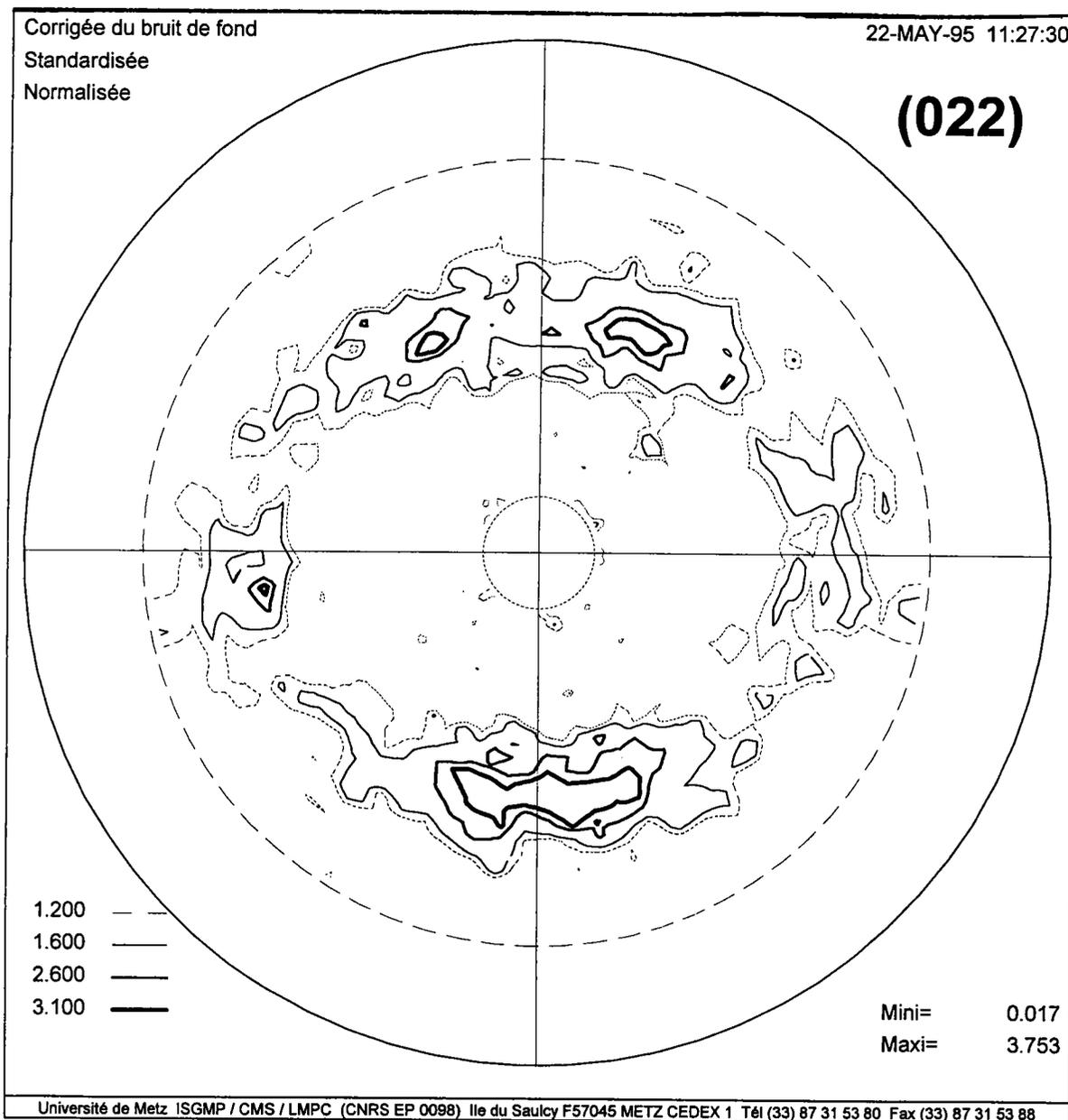
• Poles -01-0101.c2





**Planche IV. 1**

Comparaison de la figure de pôles  $(11\bar{1})$  expérimentale et celle calculée



**Planche IV. 2**

Comparaison de la figure de pôles (022) expérimentale et celle calculée

### IV.2. 3-2/Détermination des variantes actives de la martensite thermique

Pour savoir si une variante a été activée, nous vérifions son existence dans le vecteur texture de la martensite. Si cette composante figure, la variante est activée. Si non, la variante n'a pas été activée. Nous répétons ce processus sur toutes les composantes du vecteur texture de la phase initiale.

La figure IV. 8 montre les variantes qui ont été activées à partir des 6 orientations les plus fortes du cube. Parmi les 12 variantes nées de chacune des six orientations de la phase initiale, nous remarquons:

\* l'absence de certaines variantes, pour

$g_1$ , absence des variantes  $V_4$ ,  $V_6$  et  $V_9$ .

$g_2$ , les variantes  $V_9$ ,  $V_{10}$  et  $V_{12}$  n'ont pas été activées.

$g_3$ , les variantes  $V_3$ ,  $V_6$ ,  $V_9$  et  $V_{10}$  sont absentes

$g_4$ , les variantes  $V_9$ ,  $V_{10}$  et  $V_{12}$  n'ont pas été activées

$g_5$ , seules les variantes  $V_1$  et  $V_2$  sont absentes.

$g_6$ , les variantes  $V_2$ ,  $V_4$ ,  $V_7$  et  $V_8$  sont absentes.

\* la même orientation pour certaines variantes, c'est à dire appartenant au même volume figuratif des orientations. Ces variantes sont:

$V_2$  née des orientations  $g_2$  et  $g_4$

$V_3$  née des orientations  $g_2$  et  $g_4$

$V_5$  née des orientations  $g_2$  et  $g_5$

$V_7$  née des orientations  $g_2$  et  $g_4$

$V_8$  née des orientations  $g_2$  et  $g_5$

$V_{11}$  née des orientations  $g_2$  et  $g_5$

$V_{12}$  née des orientations  $g_2$  et  $g_5$

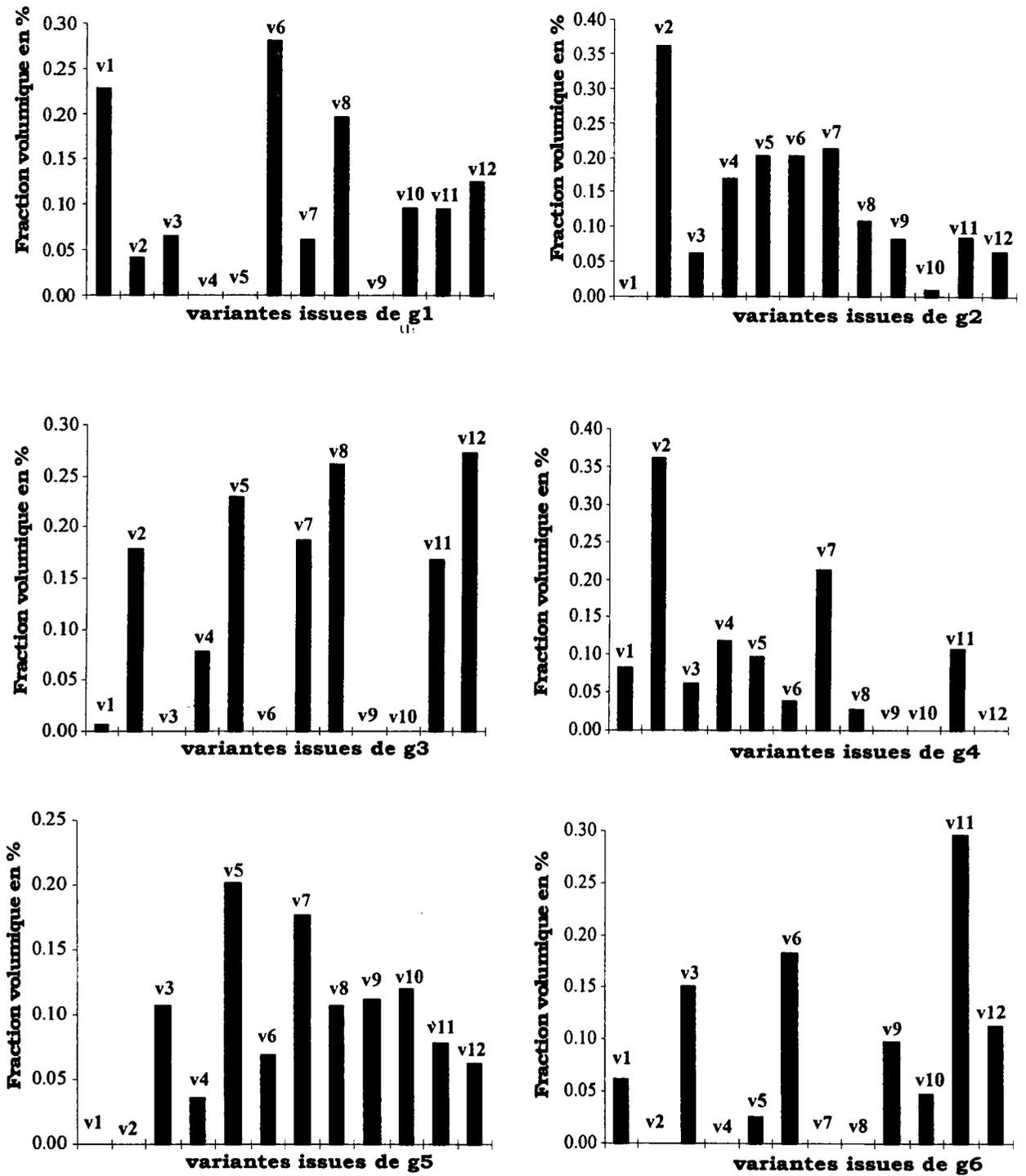


Figure IV. 8: fraction volumique des variantes de la martensite thermique en fonction de leur orientation mère.

### **IV.2.3-3/Détermination des variantes actives de la martensite orientée**

C'est avec le même raisonnement que précédemment que nous avons déterminé les variantes actives de la martensite orientée par transformation sous contrainte constante  $\sigma = 22.5$  MPa. Nous avons fait l'hypothèse que la contrainte appliquée sur l'éprouvette en état austénitique, dans la direction de laminage, n'a pas modifié l'orientation des six composantes utilisées précédemment.

La figure IV. 9 présente les variantes qui ont été activées lors de cette transformation.

On remarque qu'il y a une forte sélection des variantes, on note l'existence d'une seule variante active pour l'orientation  $g_3$  et  $g_6$ . Pour la composante la plus forte ( $g_1$ ), il y a sept variantes actives.

Notons que les fractions volumiques des variantes nées de ces six orientations du cube, ne représentent pas la fraction volumique réelle des variantes issues de ces seules six orientations, car d'autres orientations plus faibles peuvent également participer à la fraction volumique des variantes.

Au cours de la transformation des matériaux polycristallins, la présence de contraintes ( appliquée ou interne ) influent de manière importante sur l'activation des variantes.

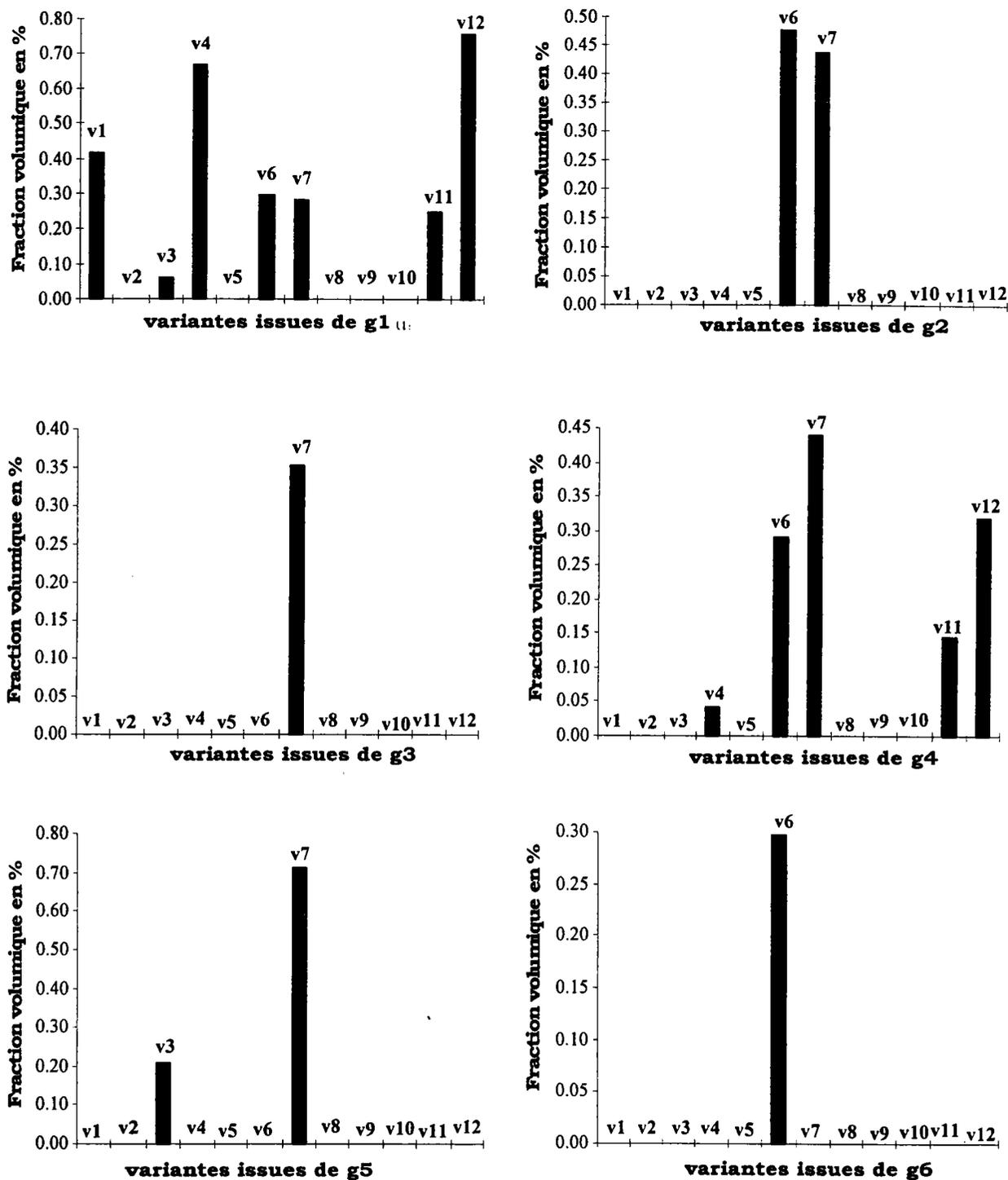


Figure IV. 8: fraction volumique des variantes de la martensite orientée en fonction de leur orientation mère.

### IV. 3/ Conclusion

Dans ce dernier chapitre, nous avons montré à l'aide d'un logiciel de calcul qu'il est possible de déterminer les orientations des variantes cristallographiques de la phase finale à partir d'un ensemble d'orientations de la phase initiale quelque soit le système cristallin et plus particulièrement pour un système monoclinique.

Nous avons montré l'existence d'un très bon accord entre les figures de pôles mesurées et les figures de pôles reconstruites avec la relation d'orientation mutuelle.

La comparaison entre les orientations calculées et celles déduites du vecteur texture nous a permis de connaître les variantes actives.

## **CONCLUSION**

---

## Conclusion

Le but principal de ce travail était d'étudier la texture de différents états austénitiques et martensitiques d'un alliage à mémoire de forme Ti-Ni en fonction de différents chargements thermomécaniques. Pour ce faire, l'étude expérimentale effectuée a montré que:

\* malgré les difficultés rencontrées pour étudier un échantillon présentant des températures de transformation proches de l'ambiante, nous pouvons mesurer par rayons X les diffractogrammes et les figures de pôles des différents états.

\* à partir d'un état austénitique à température ambiante, on peut stabiliser la martensite à cette température par cyclage thermique.

\* La texture de la martensite déformée soit par transformation sous différentes contraintes constantes soit par réorientation, dépend de la contrainte macroscopique appliquée.

L'analyse quantitative de la texture de la martensite monoclinique nous a permis de déterminer la fraction volumique des différentes composantes de texture et donc d'étudier l'évolution de la texture en fonction des chargements mécaniques effectués.

L'étude théorique dans le cadre de ce travail a porté sur la détermination des variantes cristallographiques de la martensite à partir des orientations de l'austénite. Cette étude a permis de dégager des résultats importants:

\* La vérification de la relation d'orientation mutuelle entre les deux phases.

\* La prévision de la texture qualitative de la phase finale à l'aide des relations établies au chapitre IV.

\* La détermination des variantes actives par comparaison des orientations des variantes calculées avec les orientations des composantes du vecteur texture.

Ce travail doit être complété par d'autres études théoriques visant à déterminer la texture quantitative de la transformation de phase directe ou inverse.

U.

## **BIBLIOGRAPHIE**

---

**BIBLIOGRAPHIE**

- /1/ C.M. Wayman, and Shimizu, *Met. sci. j* 6 (1972) 175.
- /2/ M. Cohen, G.B. Olson, P.C. Clapp. *Proc. ICOMAT* (1979), M.I.T., pp1.
- /3/ P.F. Gobin et G. Guenin, *Solide stat transformations in metals and alloys*, Ecole d'Eté d'Aussois. Les éditions de Physique, Orsay (1978), pp 573.
- /4/ E. Patoor et M. Berveiller. *Les alliages à mémoire de forme*. Editions Hermès (1990).
- /5/ K. Otsuka, T. Sawamura, and K. Shimizu, *Phys. stat.(a)* 3, pp 457 (1971).
- /6/ G.D. Sandrock, A.J. Perkinsr, and F. Hehemann, *Met. Trans.*, Vol. 2, pp 2769 (1971).
- /7/ Todoroki, Tamura, *Trans. of the Japan*, Vol. 28, N°2, pp.83-94 (1987)
- /8/ G. R. Purdy, and J.G. Parr, *Tran. Aime*, Vol. 221, pP631 (1961).
- /9/ D.P. Dautovich, and G.R. Purdy: *Can. Met. Quart*, Vol 4, pp129 (1965).
- /10/ Chandra, and G.R. Purdy, *J. Appl. Phys.*, Vol. 39, No 5, pp 2176-2181 (1968).
- /11/ R. Scholl, D.J. Larson, and J.E. Freise, *J. Appl. Phys.*, Vol 39, No5 pp2186-2191 (1968).
- /12/ Michal, Moine, Sinclair, *Acta. Metall.*, Vol. 30, pp 125 (1982).
- /13/ C.M. Wayman, *Adv. Mats.*, Vol.9, pp 63 (1989).
- /14/ Hung C. Ling and Roy Kaplow, *Metall. Trans.*, Vol.12A, pp2101 (1981).
- /15/ P. Moine, G.M. Michal and R. Sinclair, *Acta. Metall* , Vol.309, pp 109-123 (1982).
- /16/ E. Goo, and R. Sinclair: *Acta. Met.*, Vol. 33, pp 1717-1723 (1985).
- /17/ Y.C. Lo, S.K. Wu and H.E. Horgn, *Acta. Metall. Mater.*, Vol. 41, N°3, pp747-759 (1993).
- /18/ S. Miyazaki, Y. Ohmi, K. Otsuka, and Y. Suzuki: *Journal de physique*, 43p. c4-255 (1982).
- /19/ T Saburi, T.Tatsumi, and S.Nenno: *Journal de Physique*, 43, pp.C4-261 (1982)
- /20/ S. Miyazaki, Y. Igo, and K. Otsuka: *Acta. Metall.*, 34, pp 2045 (1986).
- /21/ S. Miyazaki, Y. Liu, K. Otsuka and P.G. McCormick: *International Conference on Martensitic Transformations*, Monterey, U.S.A (1992).
- /22/ K. Gooba, L. Jordan, M. Masse, G. Bouquet: *Scripta Metallurgica et Materiala*, Vol 26, pp 1163-1168 (1992).

- 
- /23/ K. Chandra, and G. R. Purdy, J. Appl. Phys. Vol. 39 No 5 (1968), pp 2176.
- /24/ LI Xuemin and T.Y. Hsu, Materials Science and Engineering, 91 (1987) pp 189-194.
- /25/ Xinghong Zhao, Xingfang Wu and Tsun Ko, Acta metall.,Vol. 37, pp 1783-1790 (1989).
- /26/ K. Otsuka, T. Sawamura, K. Shimizu, and C.M. Wayman, Metall. Trans, Vol. 2, pp 2583 (1971)
- /27/ R.F. Hehemann, and G.D. Sandrock, Scripta Metallurgica, Vol. 5, pp 801-806 (1971).
- /28/ G. Michal and R. Sinclair, Acta. Cryst., B37, pp 1803-1807 (1981).
- /29/ W. Buhner, R. Gotthardt, A. Kulik, O. Mercier and F. Staub: J. Phys.F: Met. Phys., L77-L81 (1983).
- /30/ Y. Kudoh, M. Tokonami, and S. Miyazaki and K. Otsuka: Acta metall., Vol. 33, N° 11, pp 2049-2056 (1985).
- /31/ S. Miyazaki and C.M. Wayman, Acta. metall.,Vol. 36, No1, pp 181-192 (1988).
- /32/ S.K. Wu and C.M. Wayman, Acta. metall., Vol. 37, No.10, pp.2805-2813 (1989).
- /33/ K. M Knowles and D. A Smith, Acta. metall., Vol. 29, No. 8, pp 101-110 (1981).
- /34/ H.A. Mohamed Lawrence Berkeley Laboratory, University of California Report N°.LBL-5112, 1975.
- /35/ T. Oonda, Y. Bando, T. Ohba and K. Otsuka, Materials Transaction, JIM, Vol. 33, No. 4, pp 354-359 (1992).
- /36/ O. Matsumoto, S. Miyazaki, K. Otsuka and H. Tamura, Acta. metall., Vol. 35, No. 8, pp 2137-2144 (1987).
- /37/ S. Miyazaki, K. Otsuka and C. M. Wayman, Acta. metall., Vol. 37, No 7, pp 1873-1884 (1989).
- /38/ Madangopal K, Jugragj Singh and S. Banerjee, Scripta metallurgica et materialia, Vol. 25, pp.2153-2158, (1991).
- /39/ K.N. Melton and O. Mercier, Acta Metallurgica, 29, p 393 (1981).
- /40/ S. Miyazaki, T. Imai, K. Otsuka and Y. Suzuki, Scripta Metallurgica, Vol. 15, p 853 (1981).
- /41/ S. Miyazaki and K. Otsuka, Metallurgical Transaction, 17A, p53 (1986).

- 
- /42/ S. Miyazaki, Y. Kohiyama and K. Otsuka Dans Proceedings of sixth JIM International Symposium on Intermetallic Componds, p691, Sendai, Japon, (1991)
- /43/ De Lange, R.G. Zijderveld, J. A. Appl. Phys., 39, pp 2195-2200 (1968).
- /44/ L.A. Monasevich, Yul Paskal, V.E. Prib, G.D. Timonin, D.B. Chernov: Metalloved. Term. Obrab. Met., pp 962-63 (1979).
- /45/ S. Eucken, J. Hirsch: in the Martensitic Transformation in Science and technology, E. Hombogen, N. Jost (eds.), DGM-Verlags-gesellschaft, Oberursel, pp 333-340 (1989).
- /46/ S. Eucken, J. Hirsch, Mater. Sci. Forum, 56-58, 487-492 (1990).
- /47/ Toshio and Saburi: MRS Int'l. Mtg. on Adv. Mats., Vol. 9, pp 77-91 (1989).
- /48/ T. Saburi, M. Yshida and S. Nenno, Scripta. Met., 18, 363 (1984).
- /49/ S. Miyazaki, S. Kimura, K. Otsuka, and Y. Suzuki, Scripta. Met., 18, 883 (1984).
- /50/ K. Goubaa, thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie, Paris VI (1991).
- /51/ K. Hanaki, K. Kato, MRS International meeting on advanced materials, 9, Ed. Material Reseach Society, p 213.
- /52/ F. Moreau, communication interne (LMPC).
- /53/ H. C. Li, S. K. Wu, T. S. Chou et H. P. Kao, Acta metall. mater. Vol. 39, pp. 2069-2080 (1991).
- /54/ S. Miyazaki, Y. Ygo et K. Otsuka, Acta metall. Vol. 34, N°. 10, pp. 2045-2051 (1986).
- /55/ Henryk Morawiec, Neue Hütte, 37. Jahrgang; Heft 1/92, (1992).
- /56/ J. J. Heizmann, C. Laruelle, A. Vadon, J. Appl. crys., 19, pp. 467-472, (1986).
- /57/ E. Patoor et M. Berveiller, Technologie des alliages à mémoire de forme, Editions Hermès (1994).
- /58/ D. Ruer, Thèse d'état, Institut Universitaire de Technologie de Metz, (1976).
- /59/ A. Vadon, Thèse d'état, Univ. Metz, (1981).
- /60/ E. Durand, Solutions numériques des équations numériques, tome 2, (1961). MASSON
- /61/ D. Y. Li, X. F. Wu et T. Ko, Acta metall. Mater. Vol. 38, N°. 1, pp. 19-24 (1990)
- /62/ J.H. Mulder, P. E. Thoma and Jenö Beyer: Z. Metallkd., 84 (1993) 7, pp 501-508.

- /63/ A. Vadon, thèse de doctorat. Metz (1981)
- /64/ C. M. Wayman, Physical metallurgy, Elviesier science publishers B V (1983).
- /65/ K. Otsuka et K. Shimizu, Int. Met. Rev., 31, 3 (1986).
- /66/ Bain E.C, Trans Amer.INST.MIN.MET.ENG. vol 70.p 25 (1942)
- /67/ Kurdjumov .G et Sachs. Zeit. phys., Vol. 64. p.325 (1930)
- /68/ Nishiyama Z. Sc. Rep. Tohuku Imp. Univ Vol. 23.p. 637 (1934)
- /69/ Wasserman. G. Archiv Für Eisenhütt., Vol 16. p.647 (1933)
- /70/ Bunge H.J. Texture Analysis in Materials Science Butterworths London (1983).
- /71/ Quantitative Texture Analysis, éd. Bunge H.J. et Esling C. D.G.M Oberürsel (1982).
- /72/ Quantitative Texture Analysis, C. Esling, E. Bechler-Ferry. (1982).
- /73/ Bradley C.J et Cracknell A.P. The Mathematical Theory of symmetry in solides Clarendon Press Oxforde (1972)
- /74/ M. HUMBERT, Thèse d'état, (1987)
- /75/ Mohamed, H.A (1976). Martensitic Transformation and Shape Memory Effect in Ni-Ti Alloy. PHD Thesis, Univ.of California at Berkeley.
- /76/ Mohamed, H.A. et Washburn, J. (1977). Mater.Sci , 12 pp 469-480

## **Annexe**

Généralités sur la diffraction des rayons X

A Principe de la mesure:

B Goniomètre de texture

B.1/ Diffractogrammes

B.2/ Multi-figure de pôles (M.F.D.P)

## Diffraction des rayons X

### 1 / Généralités /1-4/

Dans le cas d'un objet diffusant périodique, on observe une diffusion intense dans des directions discrètes. Cette forme particulière de diffusion est appelée diffraction.

Un cristal parfait est constitué par une répétition périodique de matière diffusante suivant un réseau tridimensionnel. On observe des phénomènes de diffraction lorsque la longueur d'onde du rayonnement est comparable aux paramètres du réseau. Dans les cristaux, ces paramètres sont de l'ordre de quelques Å, ce qui est compatible avec la diffraction des rayons X.

Pour qu'il y ait diffraction d'une onde dans une direction donnée, il faut que toutes les mailles du cristal, c'est à dire tous les nœuds du réseau, diffusent un rayonnement en phase dans cette direction.

La condition de BRAGG se trouve en considérant une famille de plans réticulaires (hkl), d'équidistance  $d_{(hkl)}$ .

Soit une onde plane incidente de vecteur d'onde  $\vec{k}_0$ . La différence de marche entre deux points diffusants quelconques d'un même plan est nulle. La différence de marche entre deux points diffusants situés dans deux plans successifs vaut (figure 1) :

$$\delta = \overline{HO} + \overline{OK} = 2 d_{(hkl)} \sin(\theta) = n \lambda \quad (1)$$

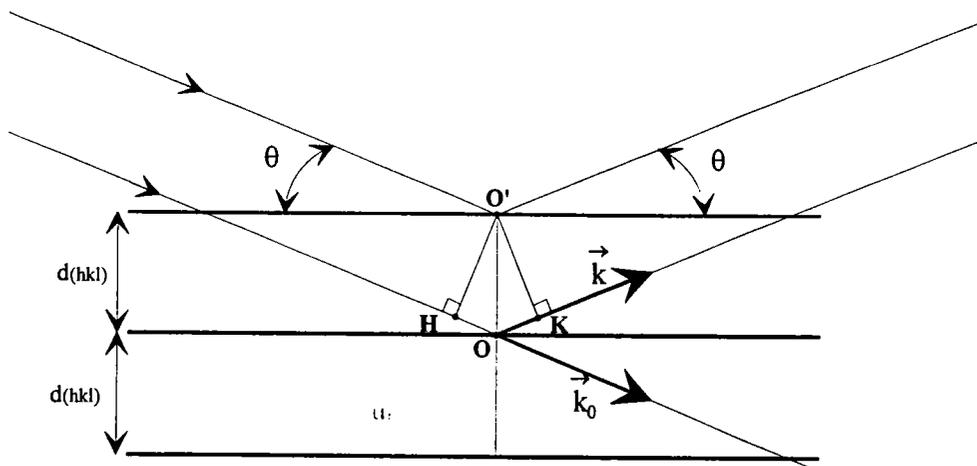


figure 1 : condition de diffraction de BRAGG

## 2 / Matériel utilisé /5-7/

Le matériel utilisé est un berceau goniométrique MFDP équipé d'un compteur courbe à localisation spatiale CPS 120 (figure 2).

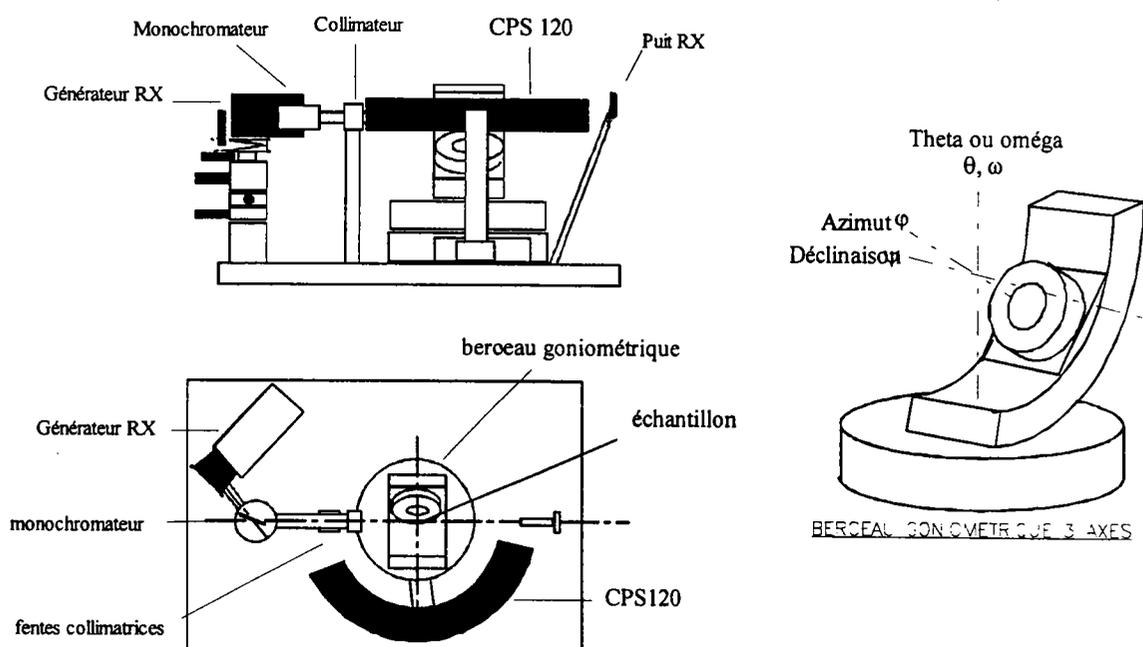


figure 2 : schéma du goniomètre utilisé

La principale caractéristique de ce détecteur est de collecter simultanément les rayons X sur une plage angulaire de  $120^\circ$ . Il est divisé en

4096 canaux répartis sur un arc de  $120^\circ$ . La résolution angulaire théorique de ce détecteur est  $\Delta 2\theta_{\text{théorique}} = 0.029^\circ(2\theta)$ .

## 2.1/ Caractéristiques du montage goniométrique

Contrairement aux montages utilisant un détecteur classique, il n'y a pas de mouvement du détecteur. La figure 3 présente le montage utilisé au laboratoire.

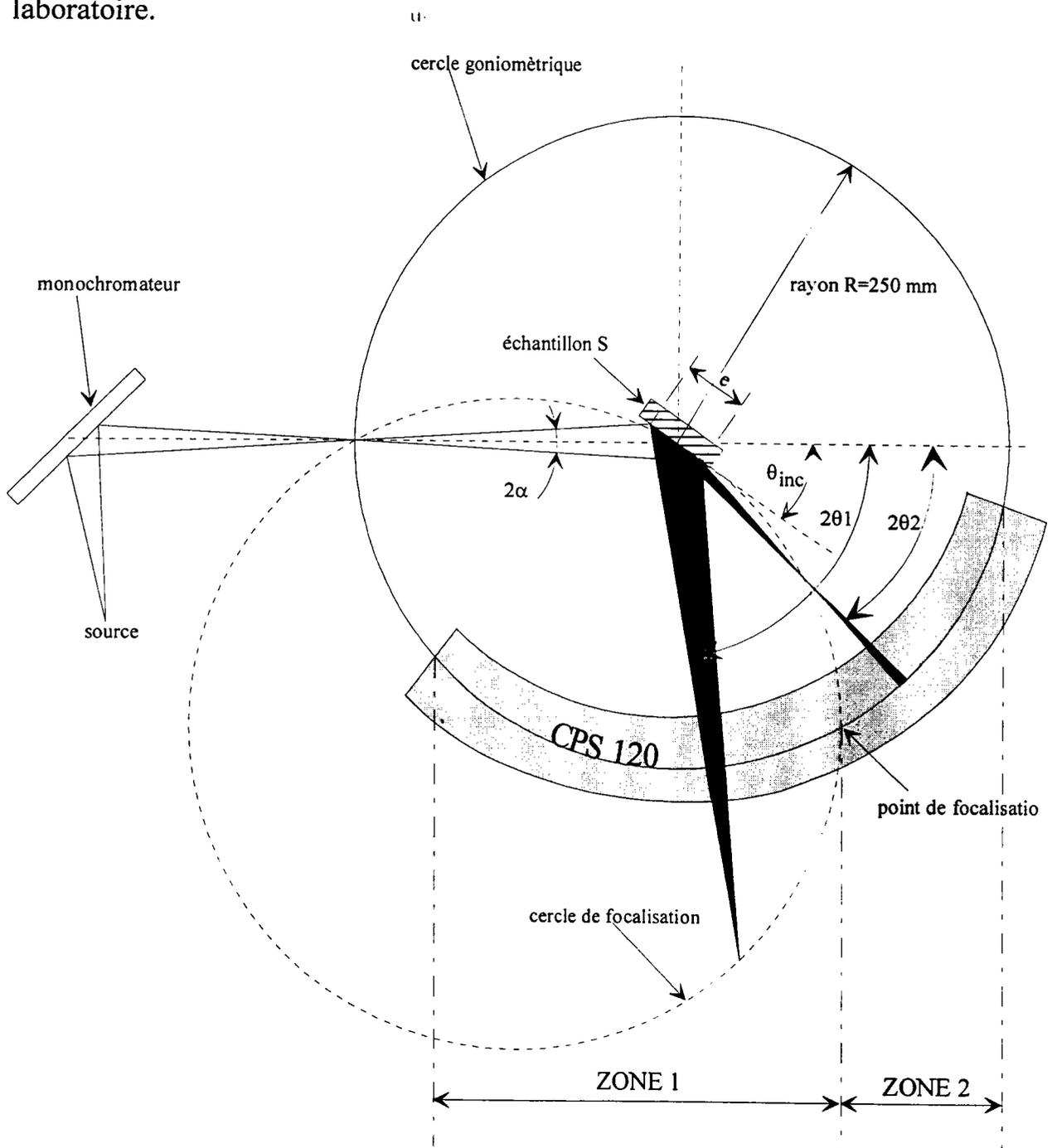


figure 3 : montage goniométrique

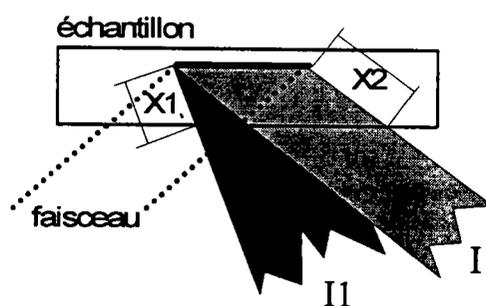
Sur la figure 3, on peut constater que le goniomètre est de type non-focalisant et que deux zones bien distinctes apparaissent :

- zone 1 : le point de focalisation se trouve derrière le détecteur,
- zone 2 : le point de focalisation se trouve devant le détecteur.

Le principal problème associé à ce phénomène est la défocalisation du faisceau diffracté. Sauf en position de Bragg-Brentano, les raies du diffractogramme présentent un <sup>u</sup>élargissement instrumental lié à la géométrie du montage goniométrique.

Il faut aussi prendre en considération, lors du choix de l'angle d'incidence, le fait que l'échantillon crée une zone d'ombre sur le détecteur en masquant le faisceau diffracté. Il est donc impossible de mesurer des intensités pour des angles  $2\theta$  inférieurs à l'angle d'incidence.

Le fait de mesurer des pics de diffraction hors des conditions de Bragg-Brentano provoque des variations du trajet des faisceaux diffractés dans l'échantillon. Les longueurs de trajet des photons dépendent de l'angle d'émergence (figure 4), il faut donc corriger les intensités.



**figure 4** : variation des trajets des faisceaux diffractés

Cette correction d'absorption des photons X est nécessaire pour comparer les intensités à un diffractogramme classique. On remarque qu'il s'agit d'une correction relative. Elle est indépendante du matériau.

$$A = \frac{I_{\omega}}{I_0} = 1 - \frac{\text{tg}\omega}{\text{tg}\theta} \quad (2)$$

avec :

- $I_0$  = intensité en Bragg-Brentano
- $I_{\omega}$  = intensité en dehors de Bragg-Brentano
- $\theta$  = angle de Bragg
- $\omega = \theta_{\text{incident}} - \theta_{\text{réel}}$  <sup>11</sup>

## 2. 2/ Texture cristallographique <sup>18/</sup>

Toute opération de mise en forme provoque dans le matériau déformé l'orientation de ses éléments cristallins selon certaines directions préférentielles. On dit alors que le matériau est texturé.

L'étude de la texture est intéressante pour au moins deux raisons :

- sa connaissance est souvent nécessaire à la compréhension des mécanismes qui régissent la déformation,
- elle conditionne les propriétés physiques du matériau dans son utilisation ultérieure.

Déterminer la texture d'un matériau, c'est rechercher les orientations prédominantes des éléments cristallins qui le compose.

Cette texture, décrite par la fonction de distribution des orientations (F.D.O.), exige des données expérimentales couramment représentées graphiquement sous la forme de figures de pôles (F.D.P.).

### 2.2-1/ Comment représenter la texture

A l'état solide, le métal (polycristal) est constitué d'un ensemble de grains. Dans l'hypothèse d'une structure homogène, chaque grain est un monocristal composé d'un empilement d'atomes disposés en réseau. Dans un

monocristal, on peut isoler une maille élémentaire qui reproduite indéfiniment reconstituera le réseau.

Pour désigner les plans et directions dans le cristal, on utilise le système de notation des indices de Miller.

Les rangées [100], [010] et [001] de la maille élémentaire définissent un repère lié au cristal, le repère cristallographique  $R_C$ .

L'orientation cristalline d'un grain dans un matériau sera alors définie par la position des plans cristallographiques (hkl) de son réseau cristallin dans un repère lié au matériau lui même : le repère macroscopique  $R_E$ .

La détermination des orientations préférentielles passe par :

- la mesure de figures de pôles expérimentales,
- le calcul de la fonction de distribution des orientations à partir des figures de pôles.

## 2.2-2/ Les figures de pôles

On appelle couramment figures de pôles (F.D.P.) la représentation stéréographique de la densité des normales à une famille donnée de plans réticulaires {hkl} de tous les grains d'un échantillon. Elle est rapportée, lors de la détermination expérimentale, au repère macroscopique  $R_E$  de l'échantillon.

La projection stéréographique permet de représenter sur un plan des points situés sur un hémisphère. Sa particularité est de conserver les angles après projection.

La projection stéréographique de l'ensemble des normales aux plans (hkl) considérés représente la figure de pôles {hkl}.

Nous remarquons que la figure de pôles donne la répartition dans l'espace des plans cristallographiques {hkl} mais n'indique pas directement

comment sont orientés les cristaux individuels, d'où l'intérêt de la fonction de distribution des orientations.

Une orientation cristalline étant parfaitement définie par trois directions non coplanaires, il est nécessaire d'utiliser plusieurs F.D.P. d'un même échantillon pour définir son orientation cristallographique. Cependant, compte tenu de la multiplicité des plans  $\{hkl\}$ , une seule F.D.P. même incomplète peut être suffisante pour déterminer l'orientation d'un matériau<sup>(9)</sup>.

Les figures de pôles  $\{hkl\}$  sont obtenues expérimentalement par diffraction des rayons X ou des neutrons sur les plans réticulaires.

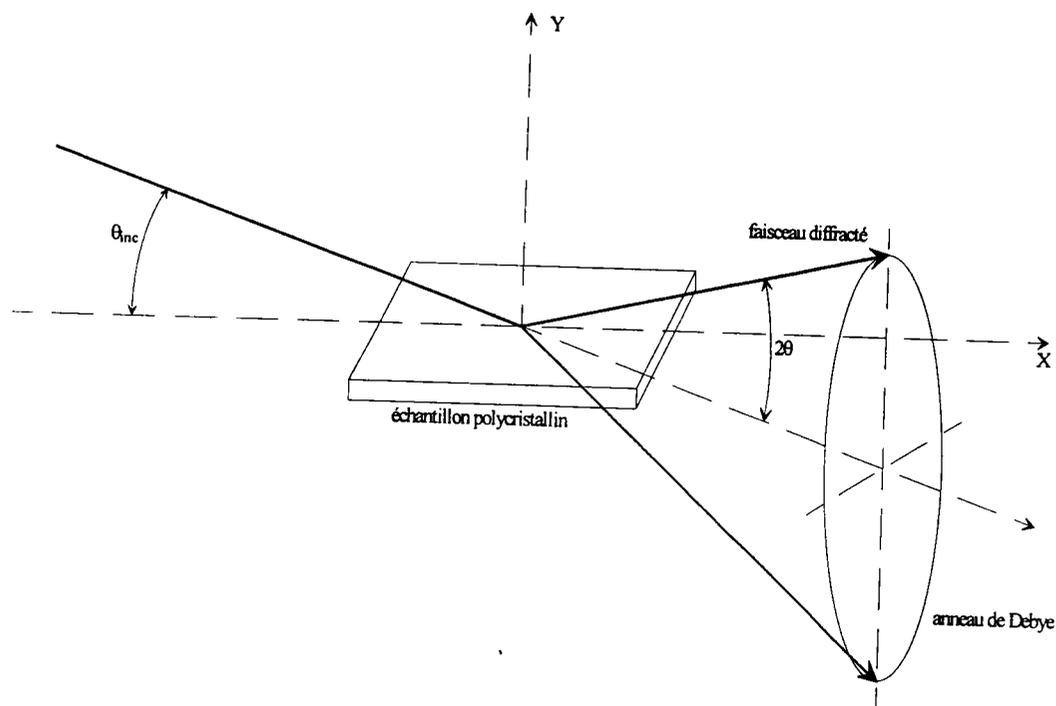


figure 5 : géométrie de diffraction

En effet, quand un faisceau de rayons X de longueur d'onde  $\lambda$  irradie un ensemble de grains, il est diffracté par les familles de plans cristallographiques  $\{hkl\}$  de distance réticulaire  $d_{hkl}$  quand la loi de Bragg est satisfaite.

Le faisceau diffracté décrit un cône d'angle au sommet  $4\theta$  appelé cône de Debye (figure 5). L'intersection de ce cône avec un plan donne l'anneau de Debye. Quand la répartition des cristallites est isotrope, l'intensité de l'anneau est uniforme.

Si la répartition des cristallites est anisotrope, l'intensité varie le long de l'anneau de Debye. En un point  $P_{(hkl)}$  (figure 6), elle est proportionnelle à la densité des normales aux plans  $(hkl)$  diffractant dans la direction de ce point. La normale au plan  $(hkl)$  est représentée par le vecteur  $N_{[hkl]^*}$  bissectrice de l'angle  $(\pi-2\theta)$ .

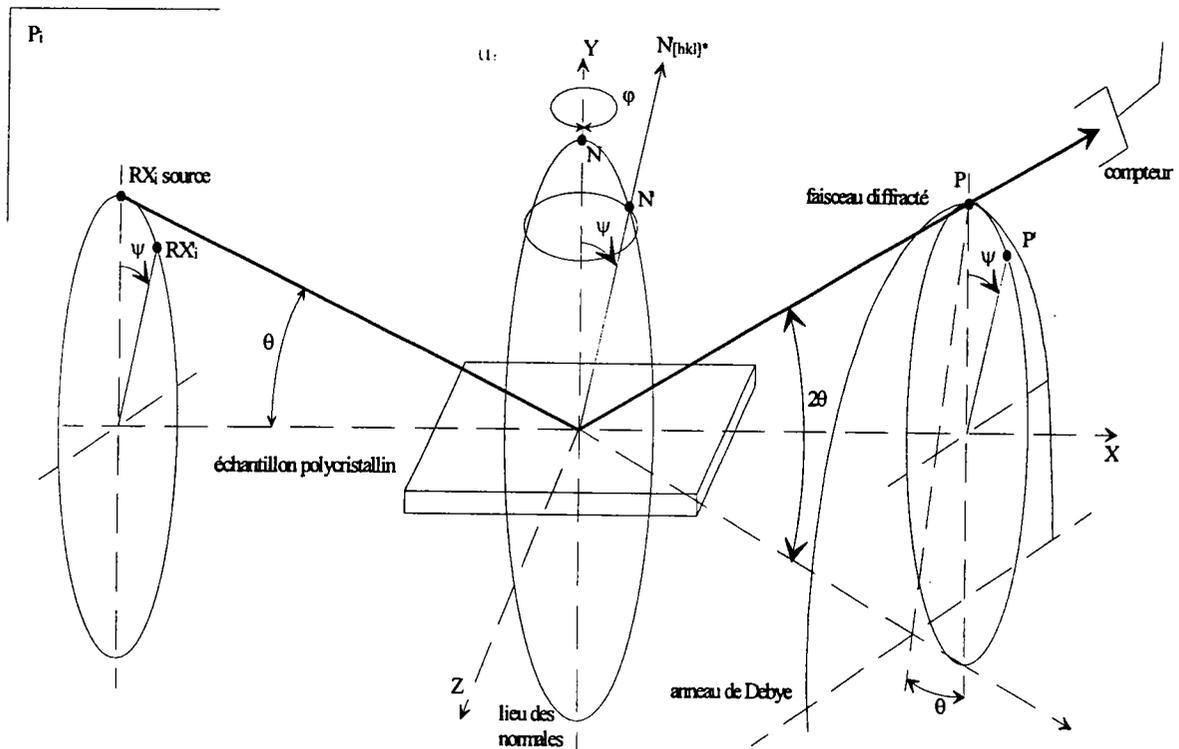


figure 6: principe de la détermination de la figure de pôles par diffraction

Soit  $P_i$  le plan d'incidence formé par le faisceau incident ( $RX_i$ ) et le faisceau diffracté ( $RX_d$ ) défini par le compteur (sur la figure  $RX_d = P$ ).  $Oxyz$  est le repère  $R_E$  lié à l'échantillon et  $Oy$  est placé perpendiculairement à la surface de l'échantillon.

$R_E$  est fixe alors que  $P_i$  est animé de deux rotations :

- la déclinaison  $\psi$  autour de  $Ox$ ,
- la rotation azimutale  $\varphi$  autour de  $Oy$ .

Pour observer le point  $P'_{(hkl)}$  de l'anneau de Debye, le plan  $P_i$  est amené en  $P'$  par une rotation  $\psi$ . Dans cette position, on observe les plans (hkl) dont les normales sont inclinées d'un angle  $\psi$  par rapport à  $Oy$ .

La rotation  $\varphi$  autour de  $Oy$  permet d'observer toutes les normales de l'échantillon situées sur un cône d'axe  $Oy$  et d'ouverture  $\psi$ .

Un balayage complet de la F.D.P. est obtenu par les rotations  $\psi$  et  $\varphi$  (dans notre cas,  $\psi$  varie de 0 à 90° et  $\varphi$  de 0 à 360°).

Dans la pratique, la source de rayons X ou de neutrons et le compteur sont fixes et les rotations orthogonales  $\varphi$  et  $\psi$  sont appliquées à l'échantillon.

### 2.2-3 / Fonction de distribution des orientations (F.D.O.) :

La façon la plus complète de décrire une texture est de donner la fonction de distribution des orientations  $F(g)$  :

$$F(g)dg = \frac{dV_g}{V} = \frac{\text{volume de l'échantillon ayant l'orientation } g \pm dg}{\text{volume de l'échantillon}} \quad (3)$$

où  $F(g)$  indique la fraction volumique de l'échantillon pour laquelle l'orientation des cristallites est  $g(\psi, \theta, \varphi)$  à  $dg$  près.

Il existe plusieurs méthodes d'analyse des textures, les plus connues étant:

- la méthode d'analyse harmonique proposée conjointement par H. J. Bunge<sup>(10)</sup> et R. J. Roe<sup>(11)</sup>,

- la méthode de discrétisation proposée à l'origine par W. D. Williams et développée par D. Ruer, A. Vadon et R. Baro<sup>/12-14</sup> sous le nom de méthode "vectorielle".

Quelle que soit la méthode utilisée, la connaissance d'une ou de plusieurs F.D.P. mesurées est nécessaire. La F.D.O. est reliée à la F.D.P. par la relation :

$$P_{(hkl)}(\eta, \chi) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} F(g) d\gamma \quad (4)$$

où  $\gamma$  représente la rotation autour de la normale au plan diffractant.

Du fait que les techniques de diffraction ne permettent pas de localiser les éléments diffractants (grains) dans le volume observé, deux hypothèses de base sont nécessaires pour obtenir la F.D.O. à partir de la F.D.P. :

- le volume  $V$  observé pendant la mesure d'une F.D.P. est supposé homogène en orientation,
- il existe une proportionnalité directe entre l'intensité diffracté et le volume diffractant.

---

**Références bibliographiques :**

- /1/ A. Taylor, X-Ray metallography, John Wiley & sons INC. New York-London, (1961)
- /2/ N. F. M. Henry, H. Lipson, W. A. Wooster, The interpretation of X-Ray diffraction photographs, Mac Millan & Co LTD London, (1961)
- /3/ J. P. Eberhart, Méthodes physiques d'étude des minéraux et des matériaux solides, Doin éditeurs Paris, (1976)
- /4/ International tables for X-Ray cristallography,
- /5/ J. J. Heizmann, C. Laruelle, *Journal of Applied Crystallography*, 19, 467-472, (1986)
- /6/ J. J. Heizmann, C. Laruelle, A. Vadon, *Analisis*, 16, 6, 334-340, (1988)
- /7/ A. Tidu, thèse de doctorat de l'université de Metz, (1990)
- /8/ T. Montesin, thèse de doctorat de l'université de Metz, (1991)
- /9/ D. Ruer, A. Vadon, MPDS, 28<sup>th</sup> Conference of X-Ray Analysis, Denver (U.S.A.), (1979)
- /10/ H. J. Bunge, C. Esling, Quantitative texture analysis, D.G.M., Dherûrsel (1982)
- /11/ R. J. Roe, *Journal of Applied Physics*, 39, 2069, (1966)
- /12/ D. Ruer, Thèse de doctorat es-sciences physiques, Université de Metz, (1976)
- /13/ A. Vadon, Thèse de doctorat es-sciences physiques, Université de Metz, (1981)
- /14/ D. Ruer, A. Baro, *Journal of Applied Crystallography*, 458-464, (1977)

## **Résumé**

Le travail réalisé est relatif aux alliages à mémoire de forme (AMF) et porte plus spécialement sur l'étude des évolutions texturales des alliages Ti-50%Ni.

Nous présentons les conditions expérimentales des différents chargements thermomécaniques conduisant à l'analyse des états austénitiques et martensitiques.

La diffraction des rayons X a été choisie comme méthode d'investigation. Dans chaque cas elle permet la caractérisation des états (analyse de phase), l'analyse qualitative des textures par la détermination des figures de pôles.

Une mise en oeuvre de la méthode vectorielle appliquée aux matériaux du système monoclinique permet une quantification des textures des phases austénitiques et martensitiques.

Nous avons mis au point une méthode de calcul permettant de relier les orientations de la phase initiale et celles de la phase finale, cette modélisation nous permet de prévoir la texture qualitative de la phase finale et de déterminer pour chaque état martensitique les variantes actives.

## **Abstract**

We present a study on Ti-Ni shape memory alloy (AMF) having 50% Ni.

Different thermomechanic loadings were performed to know their influence on the martensitic and the austenitic states.

X ray diffraction is chosen to analyse the concentration and the texture of each phase according to the loading path.

Quantitative texture analysis using the vector method is applied to low symmetry material as the martensitic phase which has a monoclinic structure.

We have developed a calculation method able to link orientations between the initial phase and the final one.

This method allows to anticipate the texture obtained after loading and know the martensitic variants which are active during the loading process.