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

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.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm

ISGMP

INSTITUT SUPERIEUR DE GENIE MECANIQUE
ET PRODUCTIQUE

THESE

Présentée à

UNIVERSITE DE METZ

PAR

Hassan MOUSTAHFID

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

SPECIALITE : *Sciences de l'Ingénieur*
OPTION : *Sciences des Matériaux*

Détermination des textures de la phase β à haute température de produits TA6V à partir des orientations individuelles de la phase α à basse température.
Application à l'étude des changements de textures induits par changement de phase après traitements thermomécaniques.

Soutenue le 12 Janvier 1996 devant le jury composé de:

M^me.	M. J. PHILIPPE	Professeur à l'Université de Metz	Directeur de Thèse
M.	M. HUMBERT	Professeur à l'Université de Metz	Directeur de Thèse
MM.	J. DRIVER	Professeur à l'Ecole des Mines de St.-Etienne	Rapporteur
	R. SCHWARZER	Professeur à l'Université de Clausthal (Allemagne)	Rapporteur
MM.	Y. COMBRES	Docteur-Ingénieur, Chargé de Recherche à Cézus	Examinateur
	C. ESLING	Professeur à l'Univesité de Metz	Examinateur

Ecole Doctorale PROMEN

S/Mz 96/10

ISGMP

INSTITUT SUPERIEUR DE GENIE MECANIQUE ET PRODUCTIQUE

THESE

Présentée à

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ
N° inv. 19960205
Cote S/Mz 96/10
Loc Magasin

UNIVERSITE DE METZ

PAR

Hassan MOUSTAHFID

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

SPECIALITE : *Sciences de l'Ingénieur*
OPTION : *Sciences des Matériaux*

Détermination des textures de la phase β à haute température de produits TA6V à partir des orientations individuelles de la phase α à basse température.
Application à l'étude des changements de textures induits par changement de phase après traitements thermomécaniques.

Soutenue le 12 Janvier 1996 devant le jury composé de:

M^me^	M. J. PHILIPPE	Professeur à l'Université de Metz	Directeur de Thèse
M.	M. HUMBERT	Professeur à l'Université de Metz	Directeur de Thèse
MM.	J. DRIVER	Professeur à l'Ecole des Mines de St.-Etienne	Rapporteur
	R. SCHWARZER	Professeur à l'Université de Clausthal (Allemagne)	Rapporteur
MM.	Y. COMBRES	Docteur-Ingénieur, Chargé de Recherche à Cézus	Examinateur
	C. ESLING	Professeur à l'Univesité de Metz	Examinateur

Ecole Doctorale PROMEN

AVANT-PROPOS

Ce travail a été effectué au Centre de Métallurgie Structurale (CMS EP0098) dans le groupe de Métallurgie des Matériaux Polycristallins (GM2P) qui fait partie de l'Institut Supérieur de Génie Mécanique et Productique de l'Université de Metz.

Je tiens à remercier Monsieur le Professeur Claude Esling, directeur du CMS qui a bien voulu m'acceuillir dans son laboratoire et m'accorder sa confiance.

J'exprime toute ma reconnaissance à Madame le Professeur Marie-Jeanne Philippe pour ses conseils avertis qui ont guidé mon travail.

Monsieur le Professeur Michel Humbert par sa rigueur et son expérience m'a permis de mener à bien ce travail. Qu'il trouve ici l'expression de ma profonde reconnaissance.

Je suis très reconnaissant à Monsieur le Professeur Julian Driver et à Monsieur le Professeur Robert Schwarzer d'avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail et de participer au jury de thèse.

Pour avoir participé au jury, je remercie Monsieur Yves Combres.

Enfin mes vifs remerciements vont à tous mes camarades étudiants et collègues du GM2P qui m'ont soutenu et supporté durant ces années.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION 4

I. ANALYSE DE TEXTURES CRISTALLOGRAPHIQUES 6

I. 1. Introduction 6

I. 2. Détermination de f(g) par la méthode des harmoniques sphériques 7
a.) Détermination de f(g) à partir des figures de pôles 8
i.) Relation fondamentale 8
ii.) La positivité de f(g) 10
b.) Détermination de f(g) à partir des orientations individuelles (O.I) 11
i.) Choix du facteur poids 12
ii.) Choix des gaussiennes 13

I. 3. Transformations de textures 14
a.) Présentation du problème 14
b.) Relation intégrale entre la texture initiale et la texture finale 15
c.) Fonction de transformation de textures W(Δg) 16
i.) Cas d'une relation d'orientation stricte 16
ii.) Cas d'une relation d'orientation avec dispersion 17

I. 4. Conclusion 18

II CRISTALLOGRAPHIE DE LA TRANSFORMATION DE PHASE 19

II. 1. Introduction 19

II. 2. Orientation et symétrie cristalline 19

II. 3. Relation d'orientation et variantes 21
a.) Dénombrement des variantes 21
b.) Relation d'orientation mutuelle 23

II. 4. Application à la transformation b.c.c.→h.c.p. 25

II. 5 Conclusion 28

Annexe II 30

III DETERMINATION DE L'ORIENTATION DU GRAIN PARENT A PARTIR DE L'ORIENTATION DES VARIANTES 34

III. 1. Introduction 34

III. 2. Principe de la détermination de l'orientation du grain parent à partir de l'orientation des variantes 35

III. 3. Application au cas de la transformation b.c.c.→h.c.p. 36
a.) Recherche de l'orientation du grain parent cubique à partir de l'orientation des variantes hexagonales 36

b.) Discussion du problème de la multiplicité de la solution en fonction de la désorientation de deux variantes 39

III. 4. Conclusion 44

IV. EVALUATION DE LA TEXTURE DE LA PHASE β A HAUTE TEMPERATURE D'UN ALLIAGE TA6V. ETUDE DE TRANSFORMATION DE TEXTURE 45

IV. 1. Introduction 45

IV. 2. Présentation de l'alliage TA6V 46

IV. 3. Texture et microstructure initiales 48
a.) microstructure 48
b.) Texture de la phase α initiale 48

IV. 4. Traitements thermiques 50
a.) Traitement thermique dans le domaine β 50
b.) Traitement thermique dans le domaine α+β 53

IV. 5. Evaluation de la texture de la phase β à haute température à partir des orientations individuelles des platelets α 56
a.) Mesure des orientations individuelles des grains par la technique E.B.S.P. 56
b.) Texture de la phase β à haute température 58
i.) Texture de la phase β après traitement thermique dans le domaine β 58
ii.) Texture de la phase β après traitement thermique dans le domaine α+β 61

IV. 6. Transformation de texture et discussion de la sélection de variantes 63
a.) Transformation de texture après traitement dans le domaine β 64
b.) Transformation de texture après traitement dans le domaine α+β 68

IV. 7. Conclusion 72

V. EFFET D'UNE DEFORMATION A CHAUD SUR LA TRANSFORMATION DE TEXTURE DANS L'ALLIAGE TA6V 74

V. 1. Introduction 74

V. 2. Traitements thermomécaniques 75
a.) Procédure expérimentale 75
b.) Essais de compression à chaud 76
i.) Déformation élastique 76
ii.) Déformation plastique 77

V. 3. Texture de la phase β à haute température 79
a.) Texture de la phase β après déformation élastique 79
b.) Texture de la phase β après déformation plastique 79

V. 4. Transformation de texture 82
a.) Transformation de texture après déformation élastique 82
b.) Transformation de texture après déformation plastique 84

V. 5 Tests de quelques mécanismes de sélection de varaintes 89
a.) Modèle de sélection utilisant les facteurs de Schmid 91
b.) Modèle de sélection utilisant les cisaillements de la thèorie de Taylor 97

V. 6 Conclusion

CONCLUSION GENERALE 101

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 104

INTRODUCTION

Parmi les alliages de titane, le TA6V occupe une place importante dans l'industrie aéronautique, aérospatiale, mécanique, ...etc, du fait de sa faible densité et de sa résistance mécanique.

Les propriétés d'utilisation de cet alliage sont étroitement liées à la microstructure et à la texture cristallographique. Ainsi, l'amélioration de ces propriétés requiert une microstructure et une texture mieux adaptées à l'application désirée du matériau.

La microstructure et la texture d'un produit final, après les différentes opérations de mise en forme, dépendent de l'état métallurgique du matériau à haute température et du changement de phase par refroidissement à température ambiante. Ce changement de phase peut être étudié par le biais de la texture cristallographique.

Nous nous sommes proposés, dans ce travail, d'étudier les transformations de textures engendrées par changement de phase $\beta \rightarrow \alpha$ au refroidissement dans l'alliage TA6V, à partir de différents états métallurgiques à haute température et différentes conditions de transformations.

Une des originalités de ce travail réside en particulier dans le fait que nous avons pu déterminer les textures de la phase β à haute température. En effet, nous avons mis au point une méthode indirecte qui permet d'obtenir l'orientation des grains β parents en corrélant les orientations individuelles de platelets α issus de la transformation de ces même grains β.

Dans le premier chapitre, nous rappelons rapidement le principe de calcul de la fonction de texture à partir de données expérimentales constituées, soit de figures de pôles, soit d'orientations individuelles. Nous présentons ensuite un modèle mathématique simple de transformation de texture dans le cas où celle-ci se fait sans sélection de variantes.

L'objet du chapitre II est de dénombrer les variantes cristallographiques lors d'une transformation de phase d'une manière générale, en fonction de la symétrie cristalline de la phase mère et de la phase produite et de la relation d'orientation entre les deux. Nous l'appliquons par la suite au cas particulier de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ dans le TA6V.

Pour cet alliage, l'étude de la transformation de texture est basée sur la comparaison entre la texture α expérimentale et la texture α simulée à partir de la texture de la phase β à haute température. Cependant, du fait que la phase β n'est stable qu'à haute température, la détermination directe de la texture β est difficile, voire impossible dans la plupart des cas. Dans le chapitre III, nous présentons une méthode originale pour déterminer indirectement l'orientation d'un grain β (texture). En utilisant les symétries cubique et hexagonale et la relation d'orientation de Burgers, nous montrons comment il est possible de remonter à l'orientation du grain parent β connaissant les orientations de trois variantes α appartenant au même grain.

Cette méthode indirecte est utilisée dans le chapitre IV pour étudier le changement de texture après un traitement thermique dans le domaine β et un traitement thermique dans le domaine $\alpha+\beta$. La comparaison entre les résultats correspondant à ces deux traitements nous permet de discuter du rôle de la phase α non transformée sur les mécanismes de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$.

Nous consacrons le dernier chapitre à l'analyse de l'effet d'une déformation élastoplastique par compression à chaud sur le changement de texture et sur la sélection de variantes.

I. ANALYSE DE TEXTURES CRISTALLOGRAPHIQUES

I. 1. Introduction

Un matériau polycristallin ayant subi des traitements thermomécaniques est constitué de cristallites ou grains dont les orientations ne sont en général pas aléatoires. On parle alors de texture cristallographique ou distribution des orientations. Cette texture est traditionnellement représentée par la fonction de densité des orientations (O.D.F.) f(g).

Le calcul de f(g) s'opère à partir de données expérimentales. Ces données se présentent, soit sous forme de figures de pôles mesurées par la diffraction des rayons X ou des neutrons, soit encore, sous forme de mesures d'orientations individuelles basées sur la diffraction des électrons.

Quelle que soit la technique de mesure utilisée, la détermination de f(g) nécessite la résolution des relations analytiques qui relient f(g) aux données expérimentales. A cet effet, plusieurs méthodes d'analyses ont été développées ces dernières années. Parmi celles-ci, on peut citre :

- les méthodes discrètes comme la méthode vectorielle introduite en 1976 par Ruer et Baro [1].

- le développement en série de f(g) sur la base des harmoniques sphériques proposé par Bunge et Roe [2,3]. C'est dans le cadre de cette dernière méthode d'analyse que se situe ce travail.

Par ailleurs, lorsqu'un matériau subit une transformation de phase à l'état solide, il a été montré qu'il existe souvent une relation d'orientation connue entre la phase initiale et la phase finale. Ceci se traduit par l'existence d'une corrélation entre les textures avant et après changement de phase. Plusieurs études ont montré en effet, que l'on peut prévoir la texture de la phase finale connaissant la texture de la phase initiale et les mécanismes de la transformation.

Dans ce chapitre, nous exposons brièvement le principe de calcul de f(g) par la méthode des harmoniques sphériques à partir de résultats expérimentaux recueillis par la diffraction des rayons X ou par la mesure d'orientations individuelles. Nous proposons par la suite l'expression analytique décrivant la relation entre les textures de

la phase initiale et de la phase finale à la suite d'une transformation de phase. Toujours dans le cadre de la méthode des harmoniques sphériques, nous traduisons cette expression analytique en un système d'équations reliant les coefficients de chacune des fonctions.

I. 2. Détermination de f(g) par la méthode des harmoniques sphériques

Dans un matériau polycristallin la fonction de texture f(g) est définie comme étant la fraction volumique $\frac{dV}{V}$ qui possède l'orientation g à dg près :

$$f(g)dg = \frac{dV}{V} \qquad \text{(I-1)}$$

L'orientation g est définie par trois angles d'Eulers ($\varphi 1, \phi, \varphi 2$) qui font coïncider un repère K_A, lié à l'échantillon, et un repère K_B lié au cristal.

Un échantillon dans lequel les grains seraient orientés de manière aléatoire (texture isotrope), serait caractérisé, quelle que soit l'orientation g, par: f(g) = 1.

Dans la méthode des harmoniques sphériques, f(g) est représentée par un développement en série :

$$f(g) = \sum_{l=0}^{l\max} \sum_{\mu=1}^{\mu=M(l)} \sum_{n=-l}^{n=l} C_l^{\mu n} \dot{T}_l^{\mu n}(g) \qquad \text{(I-2)}$$

Les $\dot{T}_l^{\mu n}(g)$ sont des harmoniques sphériques généralisées symétrisées, combinaisons linéaires des harmoniques sphériques généralisées $T_l^{\mu n}(g)$ [4-6], et les $C_l^{\mu n}$ représentent les coefficients du développement en série de f(g) sur la base des harmoniques sphériques. Ces coefficients peuvent être estimés à partir de figures de pôles mesurées par diffraction des rayons X ou neutrons, ou, à partir d'orientations individuelles mesurées par diffraction des électrons.

Nous proposons le principe de calcul de f(g), et nous discutons des problèmes que pose l'utilisation de chaque type de données.

a.) Détermination de f(g) à partir des figures de pôles

Le calcul de f(g) nécessite la mesure d'un certain nombre de figures de pôles. Chaque figure de pôle notée $I_{hi}(\bar{y})$ est définie par la densité des plans hi dont la normale $\bar{h}i$est parallèle à une direction $\bar{y}$ fixe dans le repère échantillon à $d\bar{y}$ près.

A chaque figure de pôle $I_{hi}(\bar{y})$ correspond une densité de pôle notée P_{hi} définie par la relation:

$$\frac{dV}{V} = \frac{1}{4\pi} P_{hi}(\bar{y}) d\bar{y} \qquad \text{(I-3)}$$

D'autre part, la relation entre une figure $I_{hi}(\bar{y})$ et la densité de pôle correspondante P_{hi} est donnée par :

$$P_{hi}(\bar{y}) = N_i I_{hi}(\bar{y}) \qquad \text{(I-4)}$$

N_i est un coefficient de normalisation tel que :

$$N_i \int_{\bar{h}i//\bar{y}} I_{hi}(\bar{y}) d\bar{y} = \int_{\bar{h}i//\bar{y}} P_{hi}(\bar{y}) d\bar{y} = 4\pi \qquad \text{(I-5)}$$

Le coefficient N_i est donnée alors par la relation :

$$\frac{1}{Ni} = \frac{1}{4\pi} \int_{\beta=0}^{\beta=2\pi} \int_{\phi=-\frac{\pi}{2}}^{\phi=\frac{\pi}{2}} I_{hi}(\phi,\beta)(\sin\phi) d\phi d\beta \qquad \text{(I-6)}$$

Les angles β et ϕ sont les angles en azimut et en déclinaison sur la figure de pôle.

Les figures de pôles obtenues expérimentalement permettent de mettre en évidence la distribution des orientations cristallines. Pour pouvoir calculer f(g) à partir de ces données, il importe d'établir la correspondance entre la densité des pôles et f(g).

i.) Relation fondamentale

La relation entre la densité de pôles et f(g) est donnée par la relation intégrale suivante:

$$P_{hi}(\bar{y}) = \int_{\bar{h}i//\bar{y}} f(g) dg \qquad \text{(I-7)}$$

L'intégrale est calculée pour les orientation g telle que $\vec{hi} // \vec{y}$.

L'obtention de f(g) à partir des figures de pôles constitue la phase d'analyse. On commence par développer les figures de pôles sur la base des harmoniques de surface :

$$P_{hi}(\vec{y}) = \sum_{l=0}^{l\,max} \sum_{n=-l}^{n=l} F_l^n(hi) k_l^n(\vec{y}) \qquad \text{(I-8)}$$

Puis on remplace f(g) et $P_{hi}(\vec{y})$ par leur développement respectif dans la relation intégrale (I-7), on obtient un système d'équations du type [4-6]:

$$F_l^n(hi) = \frac{4\pi}{2l+1} \sum_{\mu=1}^{M(l)} C_l^{\mu n} k_l^{\mu^*}(hi) \qquad \text{(I-9)}$$

Dans ce système d'équations, les coefficients F_l^n caractérisent les figures de pôles, alors que les coefficients $C_l^{\mu n}$, inconnus, caractérisent l'O.D.F. On peut remarquer que pour un couple (l,n) fixe, on a M(l) coefficients à déterminer. Cela signifie qu'il faudra réaliser au minimum M(l) figures de pôles. Ce paramètre M(l) dépend de la symétrie cristalline et du rang de développement L_{max}. Ainsi dans le cas de la symétrie cubique, et pour un développement jusqu'au $L_{max} = 22$, il faudra deux figures de pôles ; tandis que pour une symétrie hexagonale il en faut au minimum quatre.

Les calculs précédents sont valables si on dispose de figures de pôles complètes. Or, dans la pratique, nous ne disposons que de figures de pôles incomplètes. Dans ce cas, les facteurs de normalisations N_i deviennent des inconnus et on ne peut pas utiliser les relations (I-6) et (I-9).

Pour résoudre l'équation (I-9), plusieurs méthodes ont été développées . Dans ce travail, nous avons utilisé une méthode proposée par Wagner et Humbert [7]. Il s'agit de minimiser l'expression suivante :

$$\sum_i \int \left[N_i I_{hi}(\vec{y}) - \sum_l \sum_\mu \sum_n \frac{4\pi}{2l+1} k_l^{\mu^*}(\vec{hi}) C_l^{\mu n} k_l^n(\vec{y}) \right]^2 d\vec{y} = W \qquad \text{(I-10)}$$

ce qui revient à écrire :

$$\frac{\partial W}{\partial C_l^{\mu n}} = 0 \qquad \text{(I-11)}$$

et

$$\frac{\partial W}{\partial N_i} = 0 \qquad \text{(I-12)}$$

La résolution de ces deux équations permet de déterminer les facteurs de normalisation et les coefficients $C_l^{\mu n}$.

A partir de ces coefficients $C_l^{\mu n}$ on peut calculer n'importe quelle figure de pôles complète en utilisant les équations (I-8) et (I-9). La comparaison entre les figures expérimentales et les figures recalculées nous permet de juger la qualité de l'analyse.

ii.) La positivité de f(g)

En raison de la centro-symétrie du cristal ou de la loi de diffraction (loi de Friedel), les informations recueillies par cette technique de mesure ne permettent pas de déterminer la fonction de texture totale. En effet, seules les coefficients $C_l^{\mu n}$ pour l pair sont déterminables directement à partir des figures de pôles. Il en résulte que seule une partie de f(g) est directement déterminable [5,8]. On peut ainsi décomposer f(g) en deux parties:

$$f(g) = \tilde{f}(g) + \tilde{\tilde{f}}(g) \qquad \text{(I-13)}$$

Où $\tilde{f}(g)$ représente la partie paire, directement déterminable à partir des figures de pôles, et $\tilde{\tilde{f}}(g)$ est la partie impaire, non directement déterminable.

Afin de déterminer la partie impaire de f(g), nous avons utilisé une méthode indirecte appelée "méthode de positivité". Cette méthode proposée par Dahms et Bunge [9,10], reprise et améliorée par Wagner et al [11], est basée sur le fait que f(g) totale doit être positive ou nulle. Cela revient à écrire:

$$f(g) = \tilde{f}(g) + \tilde{\tilde{f}}(g) \geq 0 \qquad \text{(I-14)}$$

Dans cette inégalité on suppose que la partie paire est déterminée avec la meilleure précision possible à partir des figures de pôles et on cherche la partie impaire qui satisfait l'inégalité (I-14). La recherche d'une solution positive se fait en général par

une méthode itérative. A la $n^{ème}$ itération, la fonction de texture $f_n(g)$ s'écrit sous la forme suivante :

$$f_n(g) = f_{n-1}(g) + \tilde{\tilde{f}}_n(g) \qquad \text{(I-15)}$$

où $\hat{f}_n(g)$ est définie comme suit :

$$\hat{f}_n(g) = \begin{cases} -f_{n-1}(g) & \text{si} \quad f_{n-1}(g) < 0 \\ 0 & \text{si} \quad f_{n-1}(g) \geq 0 \end{cases} \qquad \text{(I-16)}$$

La solution initiale $f_0(g)$ est la partie paire de la fonction de texture calculée directement à partir des figures de pôles.

En dehors de tous ces problèmes de calcul posés par les méthodes numériques, il faut noter que la fonction de texture f(g) déterminée à partir de la diffraction des rayons X est une fonction statistique qui donne l'orientation globale des grains indépendamment de leur emplacement dans l'échantillon. Or, les propriétés physico-chimiques du matériau ne dépendent pas uniquement de la texture globale, mais aussi des orientations relatives de grains voisins (on peut citer comme exemple toutes les propriétés qui dépendent de l'orientation et de la nature des joints des grains). Pour ces raisons nous assistons ces dernières années à un développement considérable des techniques de mesure des orientations individuelles basées sur la diffraction des électrons. Nous nous proposons alors d'évaluer la fonction de texture f(g) à partir d'un certain nombre d'orientations individuelles des grains, et nous discutons des limitations de cette technique de mesure.

b.) Détermination de f(g) à partir des orientations individuelles (O.I)

Une autre voie s'ouvre à celui qui souhaite collecter des données pour le calcul de la fonction f(g). Cette dernière est basée sur la mesure d'un certain nombre d'orientations individuelles représentatives de l'échantillon. A cet effet, plusieurs techniques de mesures d'orientations individuelles, basées sur la diffraction des électrons, ont été développées. La plus répandue, et qui connaît un développement considérable ces dernières années, est la technique E.B.S.P. [12-16]. Toutefois, il convient de définir un modèle mathématique adapté à ce type d'informations. Bunge [2,17] propose alors de modéliser chaque orientation par une fonction de Dirac, la

fonction de texture f(g) serait alors la somme de toutes les fonctions de Dirac. Cependant, Wagner [18] a montré que cette approche introduit une erreur de troncature relativement importante (puisque le développement de f(g) sur la base des harmoniques sphériques se fait nécessairement jusqu'à une valeur $L=L_{max}$). D'autres auteurs [18-21] ont préféré remplacer les fonctions de Dirac par des gaussiennes. Dans ce cas, les coefficients $C_l^{\mu n}$ du développement de f(g) sont donnés par la relation:

$$C_l^{\mu n} = \sum_{i=1}^{N} MiK(l)\dot{T}_l^{\mu n^*}(gi) \qquad \text{(I-17)}$$

avec:

$$K(l) = \frac{\exp(\frac{-l^2\phi_0^2}{4}) - \exp(\frac{-(l+1)^2\phi_0^2}{4})}{1-\exp(\frac{-\phi_0^2}{4})} \qquad \text{(I-18)}$$

Mi est le poids correspondant à chacune des gaussiennes, et le paramètre ϕ_0 est lié à la largeur à mi-hauteur, b, par la relation:

$$\phi_0 = \frac{b}{2\sqrt{\ln 2}} \qquad \text{(I-19)}$$

A partir de la relation (I-17), on peut calculer les coefficients pairs et impairs du développement en série de la fonction f(g). Nous pouvons déterminer ainsi la fonction de texture totale. Toutefois, le problème qui se pose en utilisant cette méthode est le choix du paramètre ϕ_0 et du facteur poids Mi de chacune des gaussiennes.

i.) Choix du facteur poids

Ce facteur est directement lié au volume du grain. Dans le cas où le matériau présente des grains de tailles homogènes, nous pouvons supposer que toutes les orientations (gaussiennes) ont le même facteur poids. Dans le cas contraire, il faut déterminer le volume de chaque grain. Bowen [22] a ainsi montré l'importance d'inclure l'effet de la taille des grains dans le calcul de f(g). Or, contrairement aux techniques de mesures globales qui tiennent compte d'une manière automatique de l'effet de tailles de grains, les techniques classiques de mesure d'orientations individuelles (comme la diffraction des rayons X par exemple) permettent de connaître

uniquement l'orientation du grain et non son volume. Dans ce cas, la détermination de l'orientation et du volume d'un nombre de grains représentatif de l'échantillon nécessite un travail considérable.

Cependant, on assiste ces dernières années à une automatisation des mesures des orientations individuelles par la technique E.B.S.P.[14, 16] grâce d'une part, à l'évolution des techniques d'analyse d'images, et d'autre part, aux progrès informatiques. Cette automatisation permet de déterminer simultanément l'orientation et le volume du grain et d'avoir une bonne statistique.

ii.) Choix des gaussiennes

Nous avons indiqué que chaque gaussienne est caractérisée par un paramètre ϕ_0 qui représente la dispersion autour de chaque orientation individuelle. Il est alors nécessaire de définir un critère adéquat pour le choix de ce paramètre.

Wagner et al [21, 23] ont montré que ce paramètre peut être lié à un autre paramètre p. Ce dernier dépend du nombre de mesures N et de la nature de la texture. Ils proposent la relation suivante:

$$\phi_0 = \left(\frac{6\pi p}{mN}\right)^{\frac{1}{3}} \qquad \text{(I-20)}$$

où m est un paramètre qui désigne la multiplicité d'une orientation dans l'espace d'Euler (m=24 dans le cas de la symétrie cubique).

Suivant la nature de la texture, le paramètre p prend des valeurs comprises entre 0 et 1. Ainsi p = 1 indique une texture très marquée (type monocristal), et p tend vers zéro pour des textures isotropes. Dans le cas des textures intermédiaires, p prend une valeur de 0.5. Il faut noter aussi que la relation (I-20) permet de choisir ϕ_0 suivant le nombre d'orientations individuelles mesurées.

Malgré les développements considérables de cette technique de mesure grâce aux progrès informatiques qui permettent des traitements rapides et automatisés, cette technique reste peu employée de nos jours pour effectuer des études de texture globales. Pourtant, elle permet d'avoir accès à f(g) totale, alors que les figures de pôles nécessitent l'utilisation de méthodes indirectes pour tenter d'estimer la partie indéterminable de f(g) : $\tilde{\tilde{f}}(g)$.

I. 3. Transformations de textures

a.) Présentation du problème

Au cours d'une transformation de phase, un cristallite de la phase initiale donne naissance à un certain nombre de cristallites ou variantes de la phase finale. Ce nombre dépend d'une part, de la symétrie des phases initiale et finale et d'autre part, des mécanismes de cette transformation [24, 25]. Ces mécanismes sont sensibles à l'histoire thérmomécanique du matériau. Ainsi, un champ de contraintes internes ou externes peut modifier la fréquence d'apparition de ces variantes. On parle de sélection de variantes.

Pour notre part, on se place dans le cas le plus simple où la transformation de phase se fait sans sélection de variantes selon la relation d'orientation Δg. Comme pour une orientation g, nous pouvons associer à Δg trois angles d'Euler $\Delta\varphi_1$, $\Delta\phi$, et $\Delta\varphi_2$ qui représentent les trois rotations qui permettent de faire coïncider un repère du réseau initial avec un repère du réseau final. Nous reviendrons en détail sur le calcul de Δg dans le cas d'une transformation de phase cubique / hexagonale.

D'une manière plus générale, on peut considérer une fonction continue $W(\Delta g)$ qui représente la probabilité de transformation par la relation Δg. Cette fonction, proposée par Bunge [26] sous le nom de "fonction de transformation", a été utilisée par d'autres auteurs [17,27] pour étudier la transformation de texture à l'issue d'un changement de phase. Toutes ces études montrent qu'il existe souvent une relation intégrale qui lie la texture initiale $f_I(g)$, la texture finale $f_F(g')$ et la fonction de transformation $W(\Delta g)$.

L'étude d'une transformation de phase peut donc viser l'un des trois objectifs:

- estimer la texture finale $f_F(g')$ à partir de la texture initiale $f_I(g)$ et de la fonction de transformation $W(\Delta g)$.

- déterminer la texture initiale $f_I(g)$ connaissant la texture finale et la fonction $W(\Delta g)$.

- déterminer la fonction $W(\Delta g)$, et par conséquent la relation d'orientation entre les deux phases, connaissant $f_I(g)$ et $f_F(g')$.

Il faut signaler, toutefois, que dans les deux derniers cas, le problème est difficile à résoudre voire impossible dans certains cas. Dans ce travail, nous supposons que la transformation de phase se fait sans sélection de variantes et nous nous proposons de

prévoir la texture de la phase finale connaissant d'une part, la texture initiale déterminée à partir de données expérimentales, et d'autre part, la fonction de transformation de texture obtenue à partir de la relation d'orientation Δg.

b.) Relation intégrale entre la texture initiale et la texture finale

Considérons deux fonctions de textures $f_I(g)$ et $f_F(g')$ représentant respectivement la texture de la phase initiale et celle de la phase finale. Ces deux fonctions peuvent être développées sur la base des harmoniques sphériques:

$$f_I(g) = \sum_{l} \sum_{\mu=1}^{\mu=M_I(l)} \sum_{n=-l}^{n=l} {}^{I}C_l^{\mu n} \dot{T}_l^{\mu n}(g) \qquad \text{(I-21)}$$

et

$$f_F(g') = \sum_{l'} \sum_{\mu'=1}^{\mu'=M_F(l)} \sum_{n'=-l'}^{n'=l'} {}^{F}C_{l'}^{\mu' n'} \dot{T}_{l'}^{\mu' n'}(g') \qquad \text{(I-22)}$$

Dans le cas général, la symétrie de la phase initiale (désignée par 2 points) peut-être différente de la symétrie de la phase finale (signalée par 3 points).

Si Δg est la rotation qui fait coïncider un repère du réseau initial avec un repère du réseau final, alors il existe une relation entre l'orientation initiale g et l'orientation finale g'. Cette relation est donnée par:

$$g' = \Delta g \, g \qquad \text{(I-23)}$$

De la même manière, la fonction de transformation de texture $W(\Delta g)$ peut être, elle aussi, développée sur la base des harmoniques sphériques:

$$W(\Delta g) = \sum_{l} \sum_{\mu=1}^{M_I(l)} \sum_{\mu'=1}^{M_F(l)} w_l^{\mu\mu'} \ddot{T}_l^{\mu\mu'}(\Delta g) \qquad \text{(I-24)}$$

Les $\ddot{T}_l^{\mu\mu'}(\Delta g)$ sont doublement symétrisées: elles sont invariantes sous les opérateurs du groupes de symétrie du cristal initial et final.

Les deux fonctions de texture de la phase initiale et de la phase finale sont liées par la relation intégrale suivante:

$$f_F(g') = \int_{\Delta g} W(\Delta g) f_I(\Delta g^{-1} g') d\Delta g \qquad \text{(I-25)}$$

En remplaçant chaque fonction par son développement dans l'équation (I-25), on arrive au résultat suivant:

$${}^{F}C_l^{\mu' n'} = \frac{1}{2l+1} \sum_{\mu=1}^{M_I(l)} w_l^{\mu' \mu\ I} C_l^{\mu n'} \qquad \text{(I-26)}$$

Cette relation est la relation de base pour l'étude des transformations de texture après un changement de phase. Il faut noter aussi que la fonction de transformation de texture W(Δg) est une fonction mathématique qui traduit l'aspect cristallographique de la transformation mais ne tient pas compte des mécanismes physiques de cette transformation.

c.) Fonction de transformation de textures W(Δg)

La relation (I-26) permet de calculer les coefficients du développement de la fonction de texture de la phase finale connaissant les coefficients du développement de texture de la phase initiale et les coefficients du développement de la fonction de transformation. Les coefficients du développement de texture de la phase initiale sont déterminés expérimentalement à partir des figures de pôles ou de mesures d'orientations individuelles. La relation d'orientation permet quant à elle de déterminer les coefficients de la fonction de transformation.

Nous proposons l'expression des coefficients $w_l^{\mu\mu'}$ dans le cas où la transformation de phase se fait suivant une relation d'orientation mutuelle stricte et dans le cas le plus général d'une relation d'orientation avec dispersion.

i.) Cas d'une relation d'orientation stricte

Dans certaines transformations de phases (comme dans le cas des monocristaux) la relation d'orientation entre un cristallite à l'état initial et les cristallites à l'état final est souvent stricte. Dans ce cas, la rotation Δg peut être considérée comme une

orientation idéale. Les coefficients du développement de la fonction W(Δg) sont donnés alors par la relation [26]:

$$w_l^{\mu\mu'} = (2l+1)\dddot{T}_l^{\mu\mu'}(\Delta g) \qquad \text{(I-27)}$$

Ceci revient à considérer que la fonction W(Δg) est une fonction de Dirac d'orientation idéale Δg.

ii.) Cas d'une relation d'orientation avec dispersion

C'est le cas le plus rencontré dans la pratique. En effet, lors d'une transformation de phase d'un polycristal, on constate que la relation d'orientation mutuelle entre réseaux n'est plus stricte mais au contraire dispersée autour d'une valeur moyenne Δg. Pour prendre en considération cette dispersion, il faut concevoir un nouveau modèle de fonction de transformation. La solution consiste alors à considérer que W(Δg) est une gaussienne centrée sur l'orientation idéale Δg. Dans ce cas, les coefficients $w_l^{\mu\mu'}$ sont donnés par la relation [18,27]:

$$w_l^{\mu\mu'} = K(l)\dddot{T}_l^{\mu\mu'}(\Delta g) \qquad \text{(I-28)}$$

avec:

$$K(l) = \frac{\exp(\frac{-l^2\phi_0^2}{4}) - \exp(\frac{-(l+1)^2\phi_0^2}{4})}{1-\exp(\frac{-\phi_0^2}{4})} \qquad \text{(I-29)}$$

Le paramètre ϕ_0 décrit la dispersion autour de l'orientation idéale Δg. Il faut noter que lorsque ϕ_0 tend vers 0, on retrouve la formule (I-27) correspondant à une fonction de Dirac.

Dans le cas plus général, lorsque la transformation de phase se fait suivant plusieurs relations d'orientations Δg_p , Δg_k . . ., la fonction W(Δg) est considérée alors comme une superposition de gaussiennes centrées sur chacune des orientations idéales Δg_i. Chacune de ces gaussiennes est pondérée par un facteur poids Mi qui caractérise la probabilité de transformation selon la relation d'orientation n° i [18,27].

I. 4. Conclusion

Lors d'une transformation de phase ou d'une déformation plastique, un matériau polycristallin voit sa texture changer. Cette texture est un outil important, dans la mesure où elle peut contribuer à la compréhension des mécanismes physiques de ce changement de phase ou de la déformation.

Il est admis aujourd'hui que cette texture peut être représentée par la fonction de distribution des orientations (O.D.F.). Le calcul de cette fonction se fait généralement à partir de figures de pôles mesurées par la diffraction des rayons X ou de neutrons. Cependant, cette technique de mesure ne permet pas d'accéder directement à la fonction de texture totale, mais uniquement à sa partie paire. Il a été montré [18] que la contribution de la partie non directement déterminable (partie impaire) devient significative dès lors que l on passe à un stade d'analyse plus quantitative, comme dans le cas des transformations de phases. En effet, ce type d'études est basé surtout sur la comparaison entre une texture expérimentale et une texture simulée, dans le but de mieux comprendre les mécanismes physiques de ces transformations. Dans ce cas, la partie impaire de la fonction de texture ne peut alors être négligée.

Pour surmonter cette difficulté, il existe une autre façon d'étudier la texture cristallographique. Elle consiste à mesurer les orientations individuelles des grains. Cette technique de mesure permet non seulement de calculer la fonction de texture totale, mais permet aussi d'effectuer des études de textures locales ou de la micro-texture. Cependant, l'utilisation de telles données pour le calcul de l'O.D.F. nécessite de prendre en considération plusieurs paramètres. Le plus important à notre sens est le nombre de mesures. En effet, il est important d'évaluer le nombre de grains adéquat représentatif de tout l'échantillon. Ce paramètre est lié à d'autres facteurs comme la taille des grains et la nature même de la texture.

Par ailleurs, le formalisme de transformation de textures présenté dans ce chapitre prend en considération l'aspect cristallographique de la transformation de phase d'une manière statistique à l'échelle de l'échantillon. Mais il ne permet pas d'identifier les orientations (variantes) qui apparaissent au cours de la transformation. Cet aspect de la transformation sera abordé dans le chapitre suivant.

II CRISTALLOGRAPHIE DE LA TRANSFORMATION DE PHASE

II. 1. Introduction

Nous avons indiqué dans le chapitre précédent que lors d'une transformation de phase sans sélection de variantes, les textures de la phase initiale et de la phase finale sont liées par une relation intégrale. La résolution de cette relation permet de calculer la fonction de texture finale connaissant la fonction de texture initiale et la fonction de transformation de texture. Toutefois, ce modèle mathématique ne permet pas de différencier les orientations finales (variantes) qui naissent à partir d'une orientation initiale donnée. Il faut donc abandonner ce formalisme utilisant des fonctions continues pour recourir à des orientations discrètes.

Humbert [24, 25] a montré comment, en partant des concepts d'orientations mutuelles entre phases et de symétries cristallines, il est possible de calculer les variantes finales et leurs nombres. Cet auteur a indiqué aussi que le nombre de ces variantes est fixé essentiellement par les symétries des réseaux initial et final.

Partant d'une orientation de la phase initiale, nous proposons dans un premier temps de calculer les variantes cristallographiques de la phase finale dans le cas d'une transformation quelconque. Nous appliquons par la suite les résultats de ce calcul au cas de la transformation b.c.c.$\rightarrow$ h.c.p.

II. 2. Orientation et symétrie cristalline

Dans le chapitre précédent, nous avons défini une orientation comme étant la rotation g qui ramène un repère macroscopique K_A lié à l'échantillon en coïncidence avec un repère microscopique K_B lié au cristal. Cette rotation peut être caractérisée par trois angles d'Euler φ_1, ϕ, φ_2 [26b]. Les paramètres φ_1, ϕ, φ_2 correspondent à trois rotations autour de trois axes particuliers. Ces opérations sont schématisées sur la figure (II-1). Dans cet exemple, nous considérons que les repères K_A et K_B sont deux repères orthonormés définis respectivement par l'ensemble de vecteurs de bases $\{\vec{A},\vec{B},\vec{C}\}$ et $\{\vec{X},\vec{Y},\vec{Z}\}$.

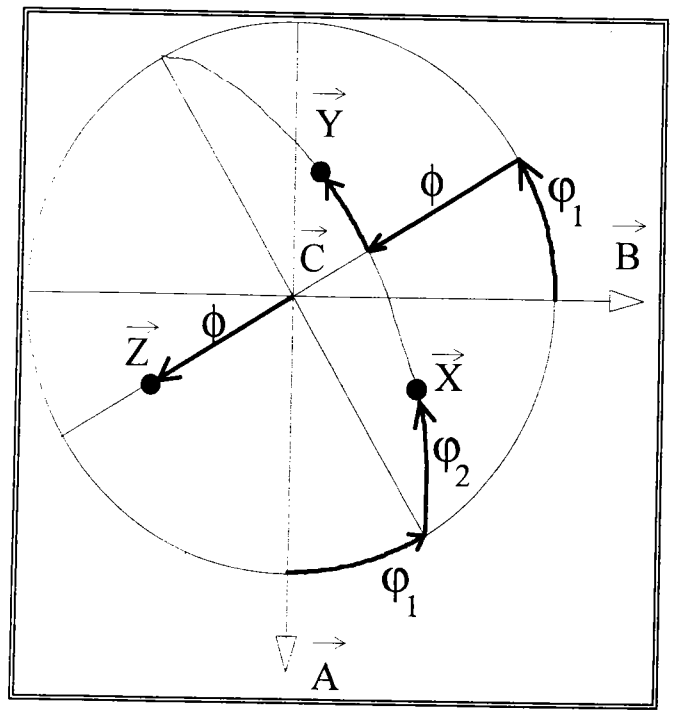


Figure II-1 : Décomposition d'une rotation g en trois angles d'Euler .

En raison de la symétrie du cristal, le choix du repère K_B n'est pas unique. En effet, en faisant agir les opérateurs S_i du groupe rotationnel de symétrie du réseau cristallin, nous pouvons définir toutes une famille de repères équivalents K_{Bi}. L'orientation est définie alors par une famille de rotations $\{g_i = S_i g\}_{i=1,K}$ générées par tous les éléments S_i [26b]. Le paramètre K correspond au nombre total des éléments S_i. Cette opération peut être schématisée de la façon suivante:

$$K_A \xrightarrow{g} K_B \xrightarrow{S_i} K_{Bi} \qquad \text{(II-1)}$$

$g_i = S_i g$

avec :

- K_A est le repère macroscopique

- K_B est un repère arbitraire choisi parmi les K repères équivalents du réseau cristallin

- K_{Bi} est un repère déduit de K_B par la rotation S_i

II. 3. Relation d'orientation et variantes

Les transformations de phases martensitiques ou à caractère martensitiques s'accompagnent souvent d'une relation d'orientation entre le réseau initial et le réseau final. Cette relation d'orientation peut être représentée par une rotation Δg qui amène en coïncidence un repère de la phase initiale avec un repère de la phase finale. Nous nous proposons de montrer comment, en partant d'une orientation initiale et connaissant la rotation Δg, il est possible de déterminer les variantes de la phase finale ainsi que leur nombre.

a.) Dénombrement des variantes

Appliquons toujours la définition d'une orientation du paragraphe précédent. L'orientation d'un cristallite de la phase finale est ainsi la rotation g' qui ramène le repère K_A lié à l'échantillon en coïncidence avec un repère K_C lié au cristallite. Ceci est représenté selon le schéma :

$$K_A \xrightarrow{g'} K_C \qquad \text{(II-2)}$$

Cette opération peut être décomposée en trois rotations g, S_i et Δg selon le schéma suivant:

$$K_A \xrightarrow{g} K_B \xrightarrow{S_i} K_{Bi} \xrightarrow{\Delta g} K_C \qquad \text{(II-3)}$$

ce qui revient à écrire que :

$$g' = \Delta g S_i g \qquad \text{(II-4)}$$

avec:

- S_i est un élément du groupe rotationnel de symétrie du réseau initial
- K_B et K_{Bi} sont deux repères équivalents du réseau initial
- g caractérise l'orientation du cristallite initial

L'orientation du cristallite de la phase finale appelée aussi variante est donnée alors par la relation (II-4), ou encore, en tenant compte de la symétrie du réseau cristallin de la phase finale, par la famille de rotations :

$$\{\sigma_j \Delta g S_i g\}_{j=1..P} \qquad \text{(II-5)}$$

Pour une valeur donnée de i ($1 \leq i \leq K$), le paramètre j varie de 1 à P. σ_j est un élément du groupe rotationnel de symétrie de la phase finale G_P.

De la même manière, la variante obtenue à partir d'un autre élément de symétrie S_m de la phase initiale est donnée par la relation $\{\sigma_j \Delta g S_m g\}_{j=1,P}$. Cette orientation est à priori différente de l'orientation obtenue à partir de l'élément S_i. Ainsi, en parcourant tout le groupe rotationnel de symétrie de la phase initiale, on obtient K orientations (variantes) distinctes de la phase finale. Le nombre K est l'ordre du groupe de symétrie de la phase initiale G_k. Aussi dans ce cas, le nombre de variantes est -il égal à l'ordre du groupe rotationnel du cristal de départ.

Toutefois, certaines caractéristiques particulières de la relation d'orientation entre les deux réseaux initial et final, donc de la rotation Δg, peuvent réduire le nombre de ces variantes. Humbert [25] a ainsi montré que si la rotation Δg commute avec des éléments des groupes rotationnels des deux phases selon la relation :

$$\sigma_l \Delta g = \Delta g S_i \qquad \text{(II-6)}$$

alors les éléments S_j et $S_i S_j$ (S_j est un élément quelconque du groupe rotationnel de symétrie du réseau initial) produisent la même variante. En effet, la variante engendrée par $S_i S_j$ est donnée par la rotation $\sigma_m \Delta g S_i S_j g$. En appliquant la relation de commutation (II-6), cette rotation est équivalente à la rotation $\sigma_m \sigma_l \Delta g S_j g$, ou encore, à la rotation $\sigma_n \Delta g S_j g$ correspondant à la variante produite par l'élément Sj. Dans ce cas, le nombre de variantes physiquement distinctes correspond à une fraction de l'ordre du groupe rotationnel du réseau initial.

Sur la figure (II-2), nous présentons d'une manière schématique une orientation initiale définie par l'ensemble des rotations $\{S_i g\}_{i=1,K}$, ainsi que les K variantes finales $\{\sigma_j \Delta g S_i g\}_{j=1,P}$ générées par cette orientation. Dans cet exemple, nous supposons que la rotation Δg ne vérifie aucune caractéristique particulière.

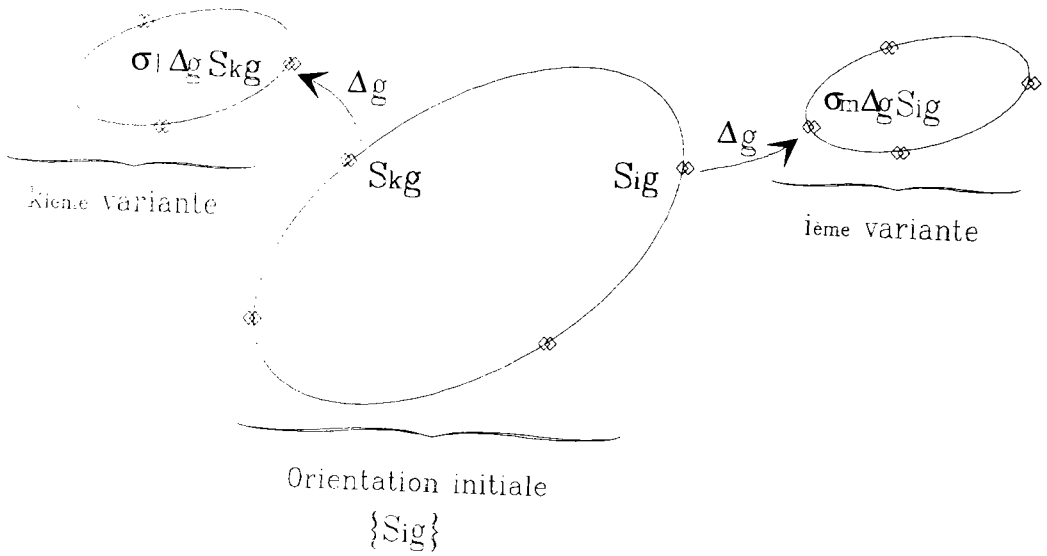


Figure II-2 : Représentation schématique d'une orientation initiale $\{S_{ig}\}$ et des orientations (variantes) finales

b.) Relation d'orientation mutuelle

Plusieurs auteurs se sont intéressés à l'étude des relations d'orientations entre réseaux initial et final à la suite d'une transformation de phase. Ces relations d'orientations sont déterminées en se basant sur la théorie de la diffraction des rayons X sur monocristaux, ou plus récemment, sur la diffraction des électrons (MET). Parmi les relations les plus connues, on note celles de Bain [28], de Kurdjumov-Sachs [29] et de Nishiyama-Wasserman [30-31] dans le cas de la transformation de phase cubique face centrée / cubique centrée. Burgers [32], lui, a proposé un modèle de déformation qui permettait de transformer une maille cubique centrée en une maille hexagonale. Par convention, ces relations d'orientations se représentent souvent sous la forme:

$$\{h, k, l\}_I \,//\, \{h, k, l\}_F \qquad \text{(II-7)}$$

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

A partir de la relation (II-7), il est possible de déduire la rotation Δg qui permet de passer d'un repère K_B du réseau initial vers un repère K_C du réseau final. Humbert et al [24] ont proposé de décomposer cette rotation en deux rotations intermédiaires g_1 et g_2 (voir figure II-3).

La première rotation g_1 permet d'amener en coïncidence le repère K_B et un repère K_I, alors que g_2 permet de passer d'un repère K_F vers le repère K_C. Les repères K_I et K_F sont deux repères orthonormés parallèles appartenant respectivement au réseau initial et au réseau final. Ils sont construits sur les pôles et les directions donnés par la relation d'orientation (II-7). Ces opérations peuvent être représentées de la manière suivante :

$$K_B \xrightarrow{g_1} K_I // \; K_F \xrightarrow{g_2} K_C \qquad \text{(II-8)}$$

A partir de cette relation, nous pouvons déduire la rotation Δg :

$$\Delta g = g_2 g_1 \qquad \text{(II-9)}$$

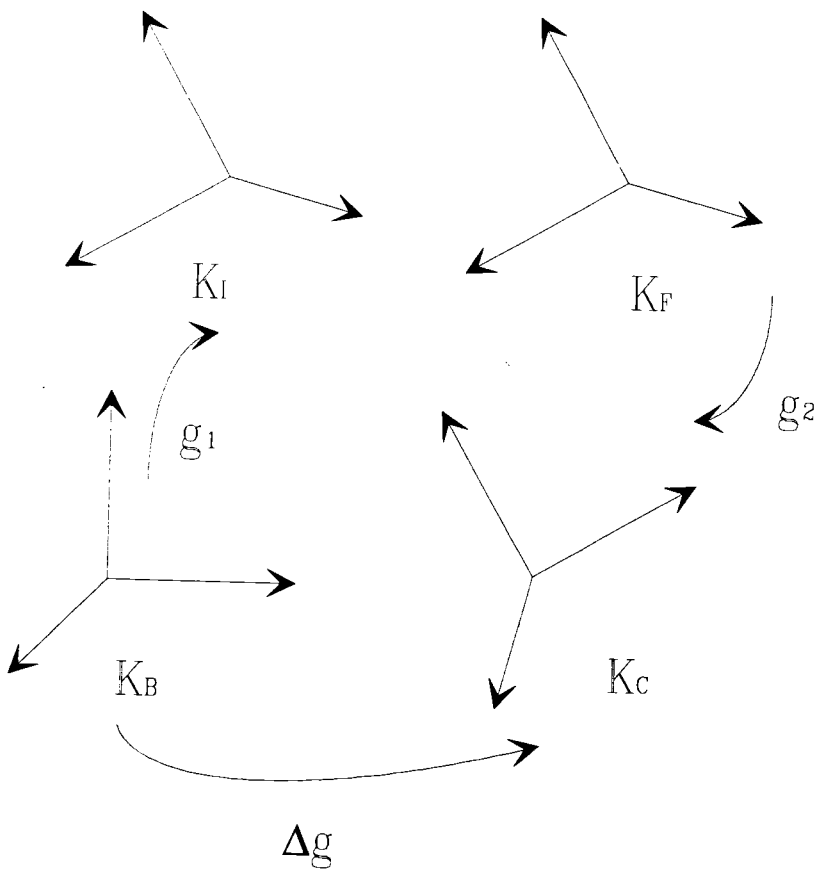


Figure II-3 : Décomposition de la rotation Δg en deux rotations intermédiaires g_1 et g_2.

II. 4. Application à la transformation b.c.c.→h.c.p.

Parmi les métaux qui présentent cette transformation de phase: on trouve le Ti, le Zr, le Zn ... Ces métaux présentent une structure cubique centrée (phase bêta) à haute température qui se transforme par refroidissement en une phase de structure hexagonale compacte (phase alpha).

La relation d'orientation à la suite des changements de phase b.c.c.→h.c.p. a été étudiée pour la première fois par Burgers [32] sur un monocristal de Zr. Cet auteur a trouvé la relation d'orientation suivante :

$$\{110\}_{b.c.c.} // \{00.2\}_{h.c.p.} \qquad (II\text{-}10)$$
$$<111>_{b.c.c.} // <21.0>_{h.c.p.}$$

D'autres auteurs [33-36] ont vérifié que cette relation reste valable dans le cas du Ti et ses alliages.

Parmi toutes les combinaisons possibles données par la relation (II-10), nous avons choisi de manière arbitraire les couples suivants :

$$(110)_{b.c.c.} // (00.2)_{h.c.p.} \qquad (II\text{-}11)$$
$$[\bar{1}1\bar{1}]_{b.c.c.} // [2\bar{1}.0]_{h.c.p.}$$

A partir de cette relation et en utilisant les relations (II-8) et (II-9), nous pouvons déduire facilement la rotation Δg qui permet de passer d'un repère cubique à un repère hexagonal. Le détail des calculs est présenté dans l'annexe II. Ceux-ci nous conduisent à la rotation : $\Delta g(135°, 90°, 354°74')$.

Supposons pour l'instant que cette rotation ne possède pas de propriétés particulières [24]. Dans ce cas, le nombre de variantes physiquement distinctes à la suite de la transformation b.c.c.→h.c.p. est égal à 24, ce qui correspond à l'ordre du groupe rotationnel du cristal cubique.

Cependant, nous pouvons remarquer facilement que la rotation Δg vérifie la relation de commutation suivante :

$$^{h}C_{2z}\,\Delta g = \Delta g\,{}^{c}C_{2a} \qquad (II\text{-}12)$$

${}^{h}C_{2z}$ et ${}^{c}C_{2a}$ sont deux éléments de symétrie appartenant respectivement aux groupes rotationnels de symétrie hexagonale et cubique. ${}^{h}C_{2z}$ correspond à une rotation de π autour de l'axe **c** du réseau hexagonal (table II-2) tandis que ${}^{c}C_{2a}$ à une rotation de π autour de l'axe binaire [110] du réseau cubique (table II-1). Le détail de ces calculs est fourni dans l'annexe II.

La relation (II-12) implique que le nombre de variantes hexagonales est inférieur à 24.

${}^{c}C_{2a}$ impliqué dans la relation de commutation (II-12) génère un sous-groupe d'ordre 2 $\{{}^{c}C_{2a}, {}^{c}C_{2a}{}^{c}C_{2a}={}^{c}I(\text{identité})\}$. Nous avons alors envisagé de diviser le groupe rotationnel de symétie cubique en deux ensembles contenant 12 éléments chacun.

Le premier regroupe les éléments suivants :

$$\left\{{}^{c}S_{i}\right\}_{i=1..12}=\left\{{}^{c}I,{}^{c}C_{4Z}^{+},{}^{c}C_{2Z},{}^{c}C_{4Z}^{-},{}^{c}C_{4x}^{+},{}^{c}C_{34}^{-},{}^{c}C_{2f},{}^{c}C_{32}^{-},{}^{c}C_{31}^{+},{}^{c}C_{2c},{}^{c}C_{34}^{+},{}^{c}C_{4y}^{+}\right\}.$$

En multipliant à gauche chacun des éléments de cet ensemble par la rotation ${}^{c}C_{2a}$, nous obtenons un deuxième ensemble $\left\{{}^{c}S_{i+12}\right\}=\left\{{}^{c}C_{2a}{}^{c}S_{i}\right\}$ (i=1, 2, ...,12), regroupant les éléments :

$$\left\{{}^{c}S_{i+12}\right\}_{i=1..12}=\left\{\begin{matrix}{}^{c}C_{2a}{}^{c}I,{}^{c}C_{2a}{}^{c}C_{4Z}^{+},{}^{c}C_{2a}{}^{c}C_{2Z},{}^{c}C_{2a}{}^{c}C_{4Z}^{-},{}^{c}C_{2a}{}^{c}C_{4x}^{+},{}^{c}C_{2a}{}^{c}C_{34}^{-},\\ {}^{c}C_{2a}{}^{c}C_{2f},{}^{c}C_{2a}{}^{c}C_{32}^{-},{}^{c}C_{2a}{}^{c}C_{31}^{+},{}^{c}C_{2a}{}^{c}C_{2c},{}^{c}C_{2a}{}^{c}C_{34}^{+},{}^{c}C_{2a}{}^{c}C_{4y}^{+}\end{matrix}\right\}$$

Nous pouvons montrer alors que, pour une valeur donnée de i ($1 \le i \le 12$), les opérateurs ${}^{c}S_{i}$ et ${}^{c}S_{i+12}$ produisent la même variante hexagonale. En effet, la variante correspondant à l'élément ${}^{c}S_{i+12}$ est donnée par la rotation $\Delta g^{c}S_{i+12}g$ ou encore, en tenant compte des éléments du groupe rotationnel de symétrie hexagonale, par l'ensemble des rotations ${}^{h}S_{j}\Delta g^{c}S_{i+12}g$ (j=1, 2, ...,12). En utilisant la relation de commutation (II-12) cette rotation est équivalente à la rotation ${}^{h}S_{j}{}^{h}C_{2Z}\Delta g^{c}S_{i}g$. Rappelons enfin que l'une des propriétés d'un groupe est que le produit de deux éléments du groupe engendre un élément appartenant au groupe. Ceci implique que ${}^{h}S_{j}{}^{h}C_{2Z}={}^{h}S_{k}$ ($1 \le k \le 12$). La rotation ${}^{h}S_{j}{}^{h}C_{2Z}\Delta g^{c}S_{i}g$ ($1 \le j \le 12$) est alors équivalente à la rotation ${}^{h}S_{k}\Delta g^{c}S_{i}g$ ($1 \le k \le 12$) qui correspond à la variante générée par l'élément ${}^{c}S_{i}$. Les éléments ${}^{c}S_{i}$ et ${}^{c}S_{i+12}$ caractérisent donc la même variante cristallographique. Ainsi le nombre de variantes est-il égal à 24/2=12. Le nombre

correspond à l'ordre du groupe rotationnel de symétrie cubique divisé par l'ordre du sous-groupe généré par l'opérateur $^{c}C_{2a}$.

Eléments	Rotations	Angles d'Euler des rotations	Matrices de changement de base	Eléments	Rotations	Angles d'Euler des rotations	Matrices de changement de base
E	x y z	0, 0, 0	$\begin{matrix}1&0&0\\0&1&0\\0&0&1\end{matrix}$	C_{4x}^{+}	x $\bar{z}$ y	$0, \frac{\pi}{2}, 0$	$\begin{matrix}1&0&0\\0&0&-1\\0&1&0\end{matrix}$
C_{2x}	x $\bar{y}$ $\bar{z}$	0, π, 0	$\begin{matrix}1&0&0\\0&-1&0\\0&0&-1\end{matrix}$	C_{4y}^{+}	z y $\bar{x}$	$\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2}, \frac{3\pi}{2}$	$\begin{matrix}0&0&1\\0&1&0\\-1&0&0\end{matrix}$
C_{2y}	$\bar{x}$ y $\bar{z}$	π, π, 0	$\begin{matrix}-1&0&0\\0&1&0\\0&0&-1\end{matrix}$	C_{4Z}^{+}	$\bar{y}$ x z	$\frac{\pi}{2}, 0, 0$	$\begin{matrix}0&-1&0\\0&1&0\\-1&0&0\end{matrix}$
C_{2Z}	$\bar{x}$ $\bar{y}$ z	π, 0, 0	$\begin{matrix}-1&0&0\\0&-1&0\\0&0&1\end{matrix}$	C_{4x}^{-}	x z $\bar{y}$	$\pi, \frac{\pi}{2}, \pi$	$\begin{matrix}1&0&0\\0&0&1\\0&-1&0\end{matrix}$
C_{31}^{+}	z x y	$\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2}, 0$	$\begin{matrix}0&0&1\\1&0&0\\0&1&0\end{matrix}$	C_{4y}^{-}	$\bar{z}$ y x	$\frac{3\pi}{2}, \frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2}$	$\begin{matrix}0&0&-1\\0&1&0\\1&0&0\end{matrix}$
C_{32}^{+}	$\bar{z}$ x $\bar{y}$	$\frac{3\pi}{2}, \frac{\pi}{2}, \pi$	$\begin{matrix}0&0&-1\\1&0&0\\0&-1&0\end{matrix}$	C_{4Z}^{-}	y $\bar{x}$ z	$\frac{3\pi}{2}, 0, 0$	$\begin{matrix}0&1&0\\-1&0&0\\0&0&1\end{matrix}$
C_{33}^{+}	$\bar{z}$ $\bar{x}$ y	$\frac{3\pi}{2}, \frac{\pi}{2}, 0$	$\begin{matrix}0&0&-1\\-1&0&0\\0&1&0\end{matrix}$	C_{2a}	y x $\bar{z}$	$\frac{\pi}{2}, \pi, 0$	$\begin{matrix}0&1&0\\1&0&0\\0&0&-1\end{matrix}$
C_{34}^{+}	z $\bar{x}$ $\bar{y}$	$\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2}, \pi$	$\begin{matrix}0&0&1\\-1&0&0\\0&-1&0\end{matrix}$	C_{2b}	$\bar{y}$ $\bar{x}$ $\bar{z}$	$\frac{3\pi}{2}, \pi, 0$	$\begin{matrix}0&-1&0\\-1&0&0\\0&0&-1\end{matrix}$
C_{31}^{-}	y z x	$\pi, \frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2}$	$\begin{matrix}0&1&0\\0&0&1\\1&0&0\end{matrix}$	C_{2c}	z $\bar{y}$ x	$\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2}$	$\begin{matrix}0&0&1\\0&-1&0\\1&0&0\end{matrix}$
C_{32}^{-}	y $\bar{z}$ $\bar{x}$	$0, \frac{\pi}{2}, \frac{3\pi}{2}$	$\begin{matrix}0&1&0\\0&0&-1\\-1&0&0\end{matrix}$	C_{2d}	$\bar{x}$ y z	$\pi, \frac{\pi}{2}, 0$	$\begin{matrix}-1&0&0\\0&0&1\\0&1&0\end{matrix}$
C_{33}^{-}	$\bar{y}$ z $\bar{x}$	$\pi, \frac{\pi}{2}, \frac{3\pi}{2}$	$\begin{matrix}0&-1&0\\0&0&1\\-1&0&0\end{matrix}$	C_{2e}	$\bar{z}$ $\bar{y}$ $\bar{x}$	$\frac{3\pi}{2}, \frac{\pi}{2}, \frac{3\pi}{2}$	$\begin{matrix}0&0&-1\\0&-1&0\\-1&0&0\end{matrix}$
C_{34}^{-}	$\bar{y}$ $\bar{z}$ x	$0, \frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2}$	$\begin{matrix}0&-1&0\\0&0&-1\\1&0&0\end{matrix}$	C_{2f}	$\bar{x}$ $\bar{z}$ $\bar{y}$	$0, \frac{\pi}{2}, \pi$	$\begin{matrix}-1&0&0\\0&0&-1\\0&-1&0\end{matrix}$

Table II-1 : Les 24 éléments du groupe de symétrie rotationnel du réseau cubique.

Eléments	Angles d'Euler	Matrices de changement de base	Eléments	Angles d'Euler	Matrices de changement de base
E	0, 0, 0	$\begin{matrix}1&0&0\\0&1&0\\0&0&1\end{matrix}$	${}^{h}C_{21}^{'}$	$\pi,\pi,0$	$\begin{matrix}-1&0&0\\0&1&0\\0&0&-1\end{matrix}$
${}^{h}C_{6z}^{+}$	$\frac{\pi}{3}$, 0, 0	$\begin{matrix}\frac{1}{2}&-\frac{\sqrt{3}}{2}&0\\\frac{\sqrt{3}}{2}&\frac{1}{2}&0\\0&0&1\end{matrix}$	${}^{h}C_{22}^{''}$	$\pi,\pi,\frac{\pi}{3}$	$\begin{matrix}-\frac{1}{2}&\frac{\sqrt{3}}{2}&0\\\frac{\sqrt{3}}{2}&\frac{1}{2}&0\\0&0&-1\end{matrix}$
${}^{h}C_{3z}^{+}$	$\frac{2\pi}{3}$, 0, 0	$\begin{matrix}-\frac{1}{2}&-\frac{\sqrt{3}}{2}&0\\\frac{\sqrt{3}}{2}&-\frac{1}{2}&0\\0&0&1\end{matrix}$	${}^{h}C_{23}^{'}$	$\pi,\pi,\frac{2\pi}{3}$	$\begin{matrix}\frac{1}{2}&\frac{\sqrt{3}}{2}&0\\\frac{\sqrt{3}}{2}&-\frac{1}{2}&0\\0&0&-1\end{matrix}$
${}^{h}C_{2z}$	0, 0, π	$\begin{matrix}-1&0&0\\0&-1&0\\0&0&1\end{matrix}$	${}^{h}C_{21}^{''}$	π,π,π	$\begin{matrix}1&0&0\\0&-1&0\\0&0&-1\end{matrix}$
${}^{h}C_{3z}^{-}$	$\frac{4\pi}{3}$, 0, 0	$\begin{matrix}-\frac{1}{2}&\frac{\sqrt{3}}{2}&0\\-\frac{\sqrt{3}}{2}&-\frac{1}{2}&0\\0&0&1\end{matrix}$	${}^{h}C_{22}^{'}$	$\pi,\pi,\frac{4\pi}{3}$	$\begin{matrix}\frac{1}{2}&-\frac{\sqrt{3}}{2}&0\\-\frac{\sqrt{3}}{2}&-\frac{1}{2}&0\\0&0&-1\end{matrix}$
${}^{h}C_{6z}^{-}$	$\frac{-\pi}{3}$, 0, 0	$\begin{matrix}\frac{1}{2}&\frac{\sqrt{3}}{2}&0\\-\frac{\sqrt{3}}{2}&\frac{1}{2}&0\\0&0&1\end{matrix}$	${}^{h}C_{23}^{''}$	$\pi,\pi,\frac{5\pi}{3}$	$\begin{matrix}-\frac{1}{2}&-\frac{\sqrt{3}}{2}&0\\-\frac{\sqrt{3}}{2}&\frac{1}{2}&0\\0&0&-1\end{matrix}$

Table II-2 : Les 12 éléments du groupe de symétrie rotationnel du réseau hexagonal.

II. 5 Conclusion

Dans ce chapitre nous nous sommes intéressés à l'aspect cristallographique de la transformation de phase. Ainsi, nous avons rappelé que, connaissant une orientation de la phase initiale, on peut déterminer facilement les variantes cristallographiques de la phase finale. Le nombre des variantes physiquement distinctes est déterminé par l'ordre du groupe rotationnel de symétrie du réseau initial et par la nature de la relation d'orientation mutuelle Δg entre les deux réseaux.

Dans le cas de la transformation de phase b.c.c.→h.c.p., nous avons montré que la rotation Δg commute avec deux éléments des groupes rotationnels des réseaux cubique et hexagonal. Ces deux éléments correspondent à des axes d'ordre 2. Ceci implique que le nombre de variantes hexagonales se réduit à 12 au lieu de 24 correspondant à l'ordre du groupe rotationnel du réseau cubique.

Pour finir, il faut signaler qu'au cours de cette transformation, nous avons considéré que l'orientation de la phase cubique est supposée connue. Cependant, les métaux et alliages qui présentent cette transformation de phase possèdent en général une phase hexagonale stable à basse température et une phase cubique stable à haute température. Pour cette raison, la mesure directe de l'orientation d'un grain cubique par les techniques de mesures habituelles s'avère difficile, voire impossible dans bon nombre de cas.

L'objectif du chapitre suivant est de présenter alors une méthode indirecte pour déterminer l'orientation d'un cristallite cubique, stable à haute température, à partir de l'orientation des variantes hexagonales stables à basse température.

ANNEXE II

Calcul de la rotation Δg dans le cas de la transformation b.c.c.→h.c.p.

Nous avons déjà indiqué que la rotation Δg qui permet de passer d'un repère K_C de la phase cubique à un repère K_H de la phase hexagonale, peut être représentée par trois angles d'Euler $\varphi_1, \phi, \varphi_2$. Cette rotation peut être caractérisée par la matrice de changement de base suivante [25] :

$$M(\Delta g) = \begin{bmatrix} \Delta g_{11} & \Delta g_{12} & \Delta g_{13} \\ \Delta g_{21} & \Delta g_{22} & \Delta g_{23} \\ \Delta g_{31} & \Delta g_{32} & \Delta g_{33} \end{bmatrix} \qquad \text{(II-13)}$$

Avec :

$$\Delta g_{11} = \cos\varphi_1 \cos\varphi_2 - \sin\varphi_1 \sin\varphi_2 \cos\phi \qquad \Delta g_{23} = -\sin\phi\cos\varphi_1$$

$$\Delta g_{12} = -\sin\varphi_2 \cos\varphi_1 - \cos\phi\cos\varphi_2 \sin\varphi_1 \qquad \Delta g_{31} = \sin\phi\sin\varphi_2$$

$$\Delta g_{13} = \sin\phi\sin\varphi_1 \qquad \Delta g_{32} = \sin\phi\cos\varphi_2$$

$$\Delta g_{21} = \sin\varphi_1 \cos\varphi_2 + \cos\phi\sin\varphi_2 \cos\varphi_1 \qquad \Delta g_{33} = \cos\phi$$

$$\Delta g_{22} = -\sin\varphi_2 \sin\varphi_1 + \cos\varphi_1 \cos\phi\cos\varphi_2$$

Trouver la rotation Δg qui décrit la relation d'orientation mutuelle entre le réseau cubique et le réseau hexagonal revient à déterminer les trois angles d'Euler $\varphi_1, \phi, \varphi_2$. Pour cette raison, on peut décomposer la rotation Δg en deux rotations intermédiaires g_1 et g_2 de la manière suivante :

$$K_C \overset{g_1}{\rightarrow} K_I \,//\, K_F \overset{g_2}{\rightarrow} K_H$$

Ce qui revient à écrire que : $M(\Delta g) = M(g_1)M(g_2)$

Les K_C et K_H sont deux repères orthonormés qu'on peut représenter respectivement par les vecteurs $\{\vec{X}_c, \vec{Y}_c, \vec{Z}_c\}$ et $\{\vec{X}_h, \vec{Y}_h, \vec{Z}_h\}$. Ces vecteurs sont des vecteurs unitaires portés par les pôles $\{(100),(010),(001)\}$ dans le cas du réseau cubique, et par les pôles $\{(10.0),(\bar{1}2.0),(00.2)\}$ dans le cas de l'hexagonal.

Les K_I et K_F sont respectivement deux repères orthonormés particuliers du réseau cubique et du réseau hexagonal. Ils sont construits sur l'un des couples plans/ directions impliqués dans la relation d'orientation de Burgers [32]. Dans ce calcul,

nous avons choisi le couple $(110)[\bar{1}\,1\,\bar{1}]$ pour le cubique, et le couple $(00.2)[2\bar{1}.0]$ pour l'hexagonal. Ainsi, le repère K_I est donné par les vecteurs $\{\vec{x}_i, \vec{y}_i, \vec{z}_i\}$ tel que :

$\vec{x}_i$ = vecteur unitaire // au pôle (110)

$\vec{y}_i$ = vecteur unitaire // à la direction $[\bar{1}\,1\,\bar{1}]$

$\vec{z}_i = \vec{x}_i \wedge \vec{y}_i$

De la même manière le repère K_F, construit sur le couple $(00.2)[2\bar{1}.0]$, est donné par les vecteurs $\{\vec{x}_f, \vec{y}_f, \vec{z}_f\}$ tel que :

$\vec{x}_f$ = vecteur unitaire // au pôle (00.2)

$\vec{y}_f$ = vecteur unitaire // à la direction $[2\bar{1}.0]$

$\vec{z}_f = \vec{x}_f \wedge \vec{y}_f$

Calcul de la matrice associée à la rotation g_1

En exprimant les vecteurs du repère K_C dans le repère K_I nous déduisons la matrice du changement de base $M(g_1)$ associée à la rotation g_1. Il faut signaler que les vecteurs du repère K_I peuvent être écrits sous forme de combinaison linéaire des vecteurs du repère K_C. Ce qui revient à écrire :

$$\vec{x}_i = \frac{1}{\sqrt{2}}\vec{X}_C + \frac{1}{\sqrt{2}}\vec{Y}_C$$

$$\vec{y}_i = -\frac{1}{\sqrt{3}}\vec{X}_C + \frac{1}{\sqrt{3}}\vec{Y}_C - \frac{1}{\sqrt{3}}\vec{Z}_C$$

$$\vec{z}_i = \vec{x}_i \wedge \vec{y}_i = -\frac{1}{\sqrt{6}}\vec{X}_C + \frac{1}{\sqrt{6}}\vec{Y}_C + \frac{2}{\sqrt{6}}\vec{Z}_C$$

A partir de ces relations, on peut déduire les expressions suivantes :

$$\vec{X}_C = \frac{1}{\sqrt{2}}\vec{x}_i - \frac{1}{\sqrt{3}}\vec{y}_i - \frac{1}{\sqrt{6}}\vec{z}_i$$

$$\vec{Y}_C = \frac{1}{\sqrt{2}}\vec{x}_i + \frac{1}{\sqrt{3}}\vec{y}_i + \frac{1}{\sqrt{6}}\vec{z}_i$$

$$\vec{Z}_C = 0\vec{x}_i - \frac{1}{\sqrt{3}}\vec{y}_i + \frac{2}{\sqrt{6}}\vec{z}_i$$

La matrice du changement de base $M(g_1)$, qui permet de passer du repère K_C au repère K_I, s'écrit alors :

$$M(g_1)=\begin{bmatrix} 1/\sqrt{2} & -1/\sqrt{3} & -1/\sqrt{6} \\ 1/\sqrt{2} & 1/\sqrt{3} & 1/\sqrt{6} \\ 0 & -1/\sqrt{3} & 2/\sqrt{6} \end{bmatrix}$$

Calcul de la matrice correspondante à la rotation g_2

En suivant le même schéma que dans le cas de la rotation g_1, nous pouvons déterminer facilement la matrice $M(g_2)$ associée à la rotation g_2 qui permet de passer du repère K_F au repère K_H. Ainsi, en exprimant les éléments du repère K_F dans le repère K_H, nous trouvons les expressions suivantes :

$$\vec{x}_F = 0\vec{X}_h + 0\vec{Y}_h + 1\vec{Z}_h$$

$$\vec{y}_F = \cos 30\vec{X}_h - \sin 30\vec{Y}_h + 0\vec{Z}_h$$

$$\vec{z}_F = \vec{x}_F \wedge \vec{y}_F = \sin 30\vec{X}_h + \cos 30\vec{Y}_h + 0\vec{Z}_h$$

A partir de ces expressions, on peut déduire la matrice suivante :

$$M(g_2)=\begin{bmatrix} 0 & 0 & 1 \\ \cos 30 & -\sin 30 & 0 \\ \sin 30 & \cos 30 & 0 \end{bmatrix}=\begin{bmatrix} 0 & 0 & 1 \\ \sqrt{3}/2 & -1/2 & 0 \\ 1/2 & \sqrt{3}/2 & 0 \end{bmatrix}$$

La matrice $M(\Delta g)$ est donnée par le produit des matrices $M(g_1)M(g_2)$. On obtient alors la matrice suivante :

$$M(\Delta g)=\begin{bmatrix} 1/\sqrt{2} & -1/\sqrt{3} & -1/\sqrt{6} \\ 1/\sqrt{2} & 1/\sqrt{3} & 1/\sqrt{6} \\ 0 & -1/\sqrt{3} & 2/\sqrt{6} \end{bmatrix}\begin{bmatrix} 0 & 0 & 1 \\ \sqrt{3}/2 & -1/2 & 0 \\ 1/2 & \sqrt{3}/2 & 0 \end{bmatrix}$$

$$M(\Delta g)=\begin{bmatrix} -\frac{1}{2}(1+\frac{1}{\sqrt{6}}) & \frac{1}{2}(\frac{1}{\sqrt{3}}-\frac{1}{\sqrt{2}}) & \frac{1}{\sqrt{2}} \\ \frac{1}{2}(1+\frac{1}{\sqrt{6}}) & -\frac{1}{2}(\frac{1}{\sqrt{3}}-\frac{1}{\sqrt{2}}) & \frac{1}{\sqrt{2}} \\ -\frac{1}{2}(1-\frac{2}{\sqrt{6}}) & \frac{1}{2}(\frac{1}{\sqrt{3}}+\frac{2}{\sqrt{2}}) & 0 \end{bmatrix} \qquad \text{(II-14)}$$

L'identification des éléments de la matrice (II-14) avec les éléments de la matrice d'Euler (II-13) permet de déterminer les angles d'Euler associés à la rotation Δg. Le résultat de ces calculs donne les trois angles suivants :

$\Delta g(135°, 90°, 354°74')$.

Relation de commutation

La relation de commutation (II-12) donnée dans le chapitre II peut être déterminée sans difficulté. En effet, en utilisant les matrices associées aux différentes rotations, nous pouvons écrire

$$M({}^{h}C_{2Z}\Delta g) = M(\Delta g)M({}^{h}C_{2Z})$$

$$= \begin{bmatrix} -\frac{1}{2}(1+\frac{1}{\sqrt{6}}) & \frac{1}{2}(\frac{1}{\sqrt{3}}-\frac{1}{\sqrt{2}}) & \frac{1}{\sqrt{2}} \\ \frac{1}{2}(1+\frac{1}{\sqrt{6}}) & -\frac{1}{2}(\frac{1}{\sqrt{3}}-\frac{1}{\sqrt{2}}) & \frac{1}{\sqrt{2}} \\ -\frac{1}{2}(1-\frac{2}{\sqrt{6}}) & \frac{1}{2}(\frac{1}{\sqrt{3}}+\frac{2}{\sqrt{2}}) & 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$

$$= \begin{bmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} -\frac{1}{2}(1+\frac{1}{\sqrt{6}}) & \frac{1}{2}(\frac{1}{\sqrt{3}}-\frac{1}{\sqrt{2}}) & \frac{1}{\sqrt{2}} \\ \frac{1}{2}(1+\frac{1}{\sqrt{6}}) & -\frac{1}{2}(\frac{1}{\sqrt{3}}-\frac{1}{\sqrt{2}}) & \frac{1}{\sqrt{2}} \\ -\frac{1}{2}(1-\frac{2}{\sqrt{6}}) & \frac{1}{2}(\frac{1}{\sqrt{3}}+\frac{2}{\sqrt{2}}) & 0 \end{bmatrix}$$

$$= M({}^{c}C_{2a})M(\Delta g)$$

$$= M(\Delta g\,{}^{c}C_{2a})$$

ceci correspond donc en termes de rotations à la relation ${}^{h}C_{2Z}\Delta g = \Delta g\,{}^{c}C_{2a}$

III DETERMINATION DE L'ORIENTATION DU GRAIN PARENT A PARTIR DE L'ORIENTATION DES VARIANTES

III. 1. Introduction

Nous avons calculé dans le chapitre précédent les orientations (variantes) hexagonales qui peuvent naître à partir d'une orientation cubique à l'issue de la transformation de phase b.c.c.→h.c.p. Dans ce calcul, nous avons utilisé la relation d'orientation de Burgers et les opérateurs des groupes rotationnels de symétries cubique et hexagonale. Nous avons alors montré que, dans le cas général, un volume cristallin de symétrie cubique d'une orientation donnée génère 12 variantes hexagonales. Cependant, la plupart des métaux et alliages qui présentent cette transformation de phase possèdent une phase hexagonale stable à température ambiante et une phase cubique stable à haute température, c'est la raison pour laquelle la détermination de l'orientation d'un grain cubique à haute température n'est en général pas directe. Pourtant, la connaissance de la texture de la phase cubique à haute température serait d'un intérêt considérable dans la mesure où elle peut nous aider à comprendre les mécanismes physiques de cette transformation de phase.

Dans cette partie, nous proposons une méthode originale pour déterminer l'orientation d'un volume cubique stable à haute température. Dans cette méthode, l'orientation d'un grain cubique est calculée à partir des orientations d'un certain nombre de variantes hexagonales issues de ce même grain après transformation de phase. En effet, la corrélation des orientations de ces variantes permet, en utilisant la relation d'orientation de Burgers, de trouver l'orientation du grain parent.

Le nombre de variantes hexagonales nécessaires pour déterminer l'orientation du grain parent dépend de la symétrie cristalline des phases initiale et finale et des relations d'orientations entre les deux. Dans le cas de la transformation b.c.c.→h.c.p., nous montrons qu'à partir de l'orientation de trois variantes hexagonales nous pouvons déterminer l'orientation initiale du grain parent cubique. Toutefois, dans le cas le plus favorable, la corrélation des orientations de deux variantes suffit.

III. 2. Principe de la détermination de l'orientation du grain parent à partir de l'orientation des variantes

Nous nous plaçons dans le cas où la transformation de phase se fait suivant une relation d'orientation stricte représentée par la rotation Δg. Par ailleurs, nous considérons le cas d'une transformation pour laquelle il y a autant de variantes cristallographiques que d'éléments du groupe rotationnel de symétrie du cristal parent.

Nous nous proposons alors de répondre à la question suivante :

- Connaissant l'orientation des variantes issues du même grain parent, est-il possible de remonter à l'orientation de ce parent potentiel?

Pour répondre à cette question, on se donne une orientation d'un grain de la phase initiale. Cette orientation est définie par la rotation g_0, ou par l'ensemble des rotations équivalentes $\{S_j g_0\}_{j=1,K}$, générées par les éléments de symétrie du cristal initial (S_j est un élément du groupe rotationnel de symétrie de la phase initiale de K éléments). Après transformation de phase, cette orientation initiale donne naissance à un certain nombre de variantes de la phase finale. Nous rappelons que l'orientation de la $i^{ème}$ variante est donnée par la famille des rotations $\{\sigma_i \Delta g S_j g_0\}_{i=1,P}$ (σ_i est un élément du groupe rotationnel de symétrie de la phase finale et P est l'ordre de ce groupe).

Supposons maintenant que nous disposions de l'orientation d'une variante de la phase finale, mesurée par la technique de mesure d'orientations individuelles E.B.S.P. [12-16]. Cette orientation peut-être définie par la rotation g_l^F. Nous nous proposons alors de déterminer l'orientation du cristallite parent qui a donné naissance à cette variante.

La rotation $(\Delta g)^{-1}$ permet de passer du cristal final au cristal initial. En suivant la même démarche que dans le chapitre II, l'orientation du grain parent qui a produit la variante dont l'orientation est définie par la rotation g_l^F est l'une des orientations caractérisées par les rotations respectives :

$$(\Delta g)^{-1} \sigma_i g_l^F \qquad i = 1,....P \qquad \text{(III-1)}$$

En faisant agir les éléments du groupe rotationnel de symétrie du cristal initial, chacune de ces P rotations est équivalente à K rotations :

$$\left\{S_j(\Delta g)^{-1}\sigma_i g_l^F\right\}_{j=1,K} \qquad \text{(III-2)}$$

Il est clair, qu'à partir de l'orientation d'une seule variante, nous ne pouvons pas déterminer l'orientation du grain parent puisque nous avons P solutions possibles qu'on peut représenter par l'ensemble $\{A_{1i} : i=1,...P\}$.

A partir de l'orientation donnée par la rotation g_2^F d'une deuxième variante appartenant au même grain, nous calculons les P orientations possibles de parents potentiels générées par g_2^F. Ces P orientations représentent un autre ensemble $\{A_{2l} : l=1,...P\}$.

L'orientation du grain parent appartient alors au sous-ensemble commun aux ensembles $\{A_{1i}\}$ et $\{A_{2l}\}$. Nous procédons de la même manière avec d'autres variantes appartenant au même grain. La solution correspondant à l'orientation réelle du parent est donnée alors par l'unique rotation commune aux différents ensembles $\{A_{ij}\}$. Le nombre de variantes nécessaire pour trouver une solution unique dépend de la symétrie des réseaux initial et final et de la relation d'orientation entre les deux réseaux.

III. 3. Application au cas de la transformation b.c.c.→h.c.p.

a.) Recherche de l'orientation du grain parent cubique à partir de l'orientation des variantes hexagonales

La rotation Δg, nous l'avons vu, permet de passer du réseau cubique au réseau hexagonal. Nous rappelons que pour les couples de plans et de directions choisis dans le chapitre II pour décrire la relation d'orientation de Burgers, cette rotation est exprimée par les angles d'Euler Δg(135°,90°,354°74). Nous avons aussi indiqué qu'un volume cubique, d'une orientation caractérisée par la rotation g, se transforme en 12 variantes hexagonales. L'orientation de la variante j ($1 \leq j \leq 12$) générée par l'opérateur S_j^c (S_j^c est un élément du groupe rotationnel de symétrie cubique) est définie par la rotation $\Delta g S_j^c g$. En faisant agir les opérateurs du groupe rotationnel de symétrie hexagonale, cette rotation est équivalente aux 12 rotations $\left\{S_i^h \Delta g S_j^c g\right\}_{i=1,12}$.

Si maintenant on dispose de l'orientation, définie par la rotation g', d'une variante hexagonale, l'orientation du grain cubique parent qui a produit cette variante est en général l'une des 12 rotations suivantes :

$$(\Delta g)^{-1} S_i^h g' \qquad i = 1,... 12 \qquad \text{(III-3)}$$

Cependant, un examen plus détaillé de ces 12 orientations montre qu'elles ne sont pas toutes distinctes. En effet, si on suppose que les opérateurs du groupe rotationnel de symétrie hexagonale sont classés de telle manière que les éléments S_j^h et S_{j+6}^h (j = 1,6) soient reliés par la relation :

$$S_{j+6}^h = {}^cC_{2z} S_j^h \qquad \text{(III-4)}$$

alors les éléments S_j^h et S_{j+6}^h génèrent la même orientation du cube. Ce résultat est une conséquence de la particularité de la relation d'orientation de Burgers. En effet, en utilisant la relation de commutation (II-12), la rotation $(\Delta g)^{-1} S_{j+6}^h g'$, ou encore $(\Delta g)^{-1} {}^hC_{2z} S_j^h g'$ (d'après III-4), est équivalente à la rotation ${}^cC_{2a} (\Delta g)^{-1} S_j^h g'$ correspondant à la même orientation que celle caractérisée par la rotation $(\Delta g)^{-1} S_j^h g'$. Les rotations $(\Delta g)^{-1} S_{j+6}^h g'$ et $(\Delta g)^{-1} S_j^h g'$ caractérisent donc la même orientation.

L'orientation du parent cubique est alors l'une des 6 rotations suivantes :

$$(\Delta g)^{-1} S_j^h g' \qquad j = 1, ... 6 \qquad \text{(III-5)}$$

Chacune de ces orientations est équivalente aux 24 rotations $S_i^c (\Delta g)^{-1} S_j^h g'$ ($1 \leq i \leq 24$) générées par les opérateurs du groupe rotationnel de symétrie cubique.

Chaque variante hexagonale permet alors de calculer une série de 6 orientations différentes correspondant à 6 parents potentiels. L'orientation réelle du volume parent est la solution commune à chacune de ces séries de 6 orientations.

Par ailleurs, Humbert [37] a montré que, dans la réalité, l'orientation du parent dépend à la fois, des orientations des variantes dans l'absolu et de la désorientation entre ces variantes. Pour cela, considérons deux rotations g_1^h et g_2^h correspondant à l'orientation de deux variantes différentes issues du même grain cubique. Ces deux rotations sont liées à la rotation g caractérisant l'orientation parent par les relations :

$$g_1^h = S_{j1}^h \Delta g S_{i1}^c g \qquad \text{(III-6)}$$

$$g_2^h = S_{j2}^h \Delta g S_{i2}^c g \qquad \text{(III-6')}$$

Dans ces relations, les indices i_1 et i_2 (respectivement j_1 et j_2) caractérisant la symétrie cubique (respectivement la symétrie hexagonale), sont des inconnus. A partir de ces deux équations, nous calculons le produit $g_1^h (g_2^h)^{-1}$:

$$\begin{aligned} g_1^h (g_2^h)^{-1} &= S_{j1}^h \Delta g S_{i1}^c g (S_{j2}^h \Delta g S_{i2}^c g)^{-1} \\ &= S_{j1}^h \Delta g S_{i1}^c (S_{i2}^c)^{-1} (\Delta g)^{-1} (S_{j2}^h)^{-1} \\ &= S_{j1}^h \Delta g S_m^c (\Delta g)^{-1} (S_{j2}^h)^{-1} \end{aligned} \qquad \text{(III-7)}$$

Pour déterminer l'orientation g du grain parent, ou l'une des orientations équivalentes $S_i^c g$, il faut déterminer les triplets S_{j1}^h, S_m^c et S_{j2}^h solutions de l'équation (III-7). En effet, chaque triplet S_{j1}^h, S_m^c et S_{j2}^h qui obéit à cette équation permet de calculer l'orientation du grain parent potentiel. Celle-ci est donnée par les expressions :

$$S_{i1}^c g = (S_{j1}^h \Delta g)^{-1} g_1^h \qquad \text{ou} \qquad S_{i2}^c g = (S_{j2}^h \Delta g)^{-1} g_2^h \qquad \text{(III-8)}$$

Dans la relation (III-7), la rotation $\Delta g S_m^c (\Delta g)^{-1}$ définit la désorientation entre les variantes hexagonales tandis que les rotations S_{j1}^h et S_{j2}^h décrivent les équivalents de cette désorientation. La recherche de l'orientation parent dépend alors de la désorientation entre les variantes.

D'autre part, en raison de la symétrie des deux réseaux cubique et hexagonal, plusieurs triplets S_{j1}^h, S_m^c et S_{j2}^h peuvent obéir à l'équation (III-7). Par conséquent, nous obtenons des solutions multiples dont fait partie l'orientation réelle recherchée.

Nous proposons dans le paragraphe suivant d'analyser le problème de la multiplicité de la solution en fonction de la désorientation de deux variantes. Nous discutons des conditions pour lesquelles nous obtenons une solution unique. Pour finir, nous analysons le couplage des variantes qui fournissent des solutions multiples.

b.) Discussion du problème de la multiplicité de la solution en fonction de la désorientation de deux variantes

Pour discuter de ce problème, il faut considérer la désorientation entre chaque couple de variantes prises parmi les 12 physiquement distinctes issues du même parent. Cependant, Humbert [37] a montré que l'analyse peut être limitée à 11 cas différents. En effet, la désorientation entre deux variantes hexagonales i et j possédant le même parent cubique est donnée par le produit $g_i^h(g_j^h)^{-1}$ (g_i^h et g_j^h sont les rotations caractérisant les orientations des variantes i et j). Ce produit peut s'écrire :

$$g_i^h(g_j^h)^{-1} = \Delta g S_i^c (S_j^c)^{-1} (\Delta g)^{-1} = \Delta g S_k^c (\Delta g)^{-1} \qquad \text{(III-9)}$$

avec k = 1, ...24. Or nous avons déjà indiqué dans le chapitre II (paragraphe II. 4) que pour des valeurs de k > 12, l'opérateur S_k^c peut s'écrire comme le produit ${}^cC_{2a}S_l^c$ (l = k-12). Nous pouvons donc considérer dans la relation (III-9) deux cas différents :

- Si k ≤ 12 la relation (III-9) s'écrit :

$$\Delta g S_k^c (\Delta g)^{-1} = {}^hE \Delta g S_k^c (\Delta g)^{-1} {}^hE^{-1} \qquad \text{(III-10)}$$

- Si k > 12 la relation (III-9) devient :

$$\Delta g S_k^c (\Delta g)^{-1} = \Delta g {}^cC_{2a} S_l^c (\Delta g)^{-1} \qquad l = 1, \ldots 12 \qquad \text{(III-11)}$$

En tenant compte de la relation de commutation de la rotation Δg (relation II-12), la relation (III-11) peut encore s'écrire :

$${}^hC_{2z} \Delta g S_l^c (\Delta g)^{-1} = {}^hC_{2z} \Delta g S_l^c (\Delta g)^{-1} {}^hE^{-1} \qquad \text{(III-12)}$$

Le deuxième terme des relations (III-10) et (III-12) a la même forme que la relation (III-7). Par anlogie, nous pouvons déduire l'orientation du grain parent cubique en utilisant la relation (III-8). Ainsi, à partir de la relation (III-10), celle-ci est donnée par la rotation :

$$({}^hE\Delta g)^{-1} g_i^h = (\Delta g)^{-1} g_i^h \qquad \text{(III-13)}$$

De la même manière, à partir de la relation (III-12), nous déduisons l'orientation caractérisée par la rotation :

$$({}^{h}C_{2z}\Delta g)^{-1} g_i^h = (\Delta g^{c}C_{2a})^{-1} g_i^h = ({}^{c}C_{2a})^{-1}(\Delta g)^{-1} g_i^h \qquad \text{(III-14)}$$

$$= {}^{c}C_{2a}(\Delta g)^{-1} g_i^h$$

Pour les mêmes raisons que celles évoquées précédemment, les deux rotations (III-13) et (III-14) caractérisent la même orientation du cube. Par conséquent, nous pouvons limiter l'analyse à 11 désorientations différentes définies par la relation (III-10). Dans cette relation l'opérateur S_k^c appartient à l'ensemble :

$$\left\{S_k^c\right\}_{k=1,12} = \left\{ {}^{c}I, {}^{c}C_{4Z}^{+}, {}^{c}C_{2Z}, {}^{c}C_{4Z}^{-}, {}^{c}C_{4x}^{+}, {}^{c}C_{34}^{-}, {}^{c}C_{2f}, {}^{c}C_{32}^{-}, {}^{c}C_{31}^{+}, {}^{c}C_{2c}, {}^{c}C_{34}^{+}, {}^{c}C_{4y}^{+} \right\}. \quad \text{(III-15)}$$

Dans la relation (III-9), nous pouvons fixer le paramètre j (par exemple j = 1) et faire varier i ($2 \leq i \leq 12$). Dans ce cas, la rotation g_j^h est fixe et correspond à $g_1^h = \Delta g^{c} E g$ et la rotation g_i^h correspond à $g_i^h = \Delta g S_i^c g$. Ainsi, pour chaque valeur de i ($2 \leq i \leq 12$), la désorientation $g_i^h (g_1^h)^{-1}$ sera caractérisée par la rotation :

$$g_i^h (g_1^h)^{-1} = \Delta g S_i^c (\Delta g)^{-1} = {}^{h}E \Delta g S_i^c (\Delta g)^{-1} {}^{h}E^{-1} \qquad \text{(III-16)}$$

A partir de cette relation, nous avons calculé les 11 désorientations générées par les opérateurs de symétrie cubique. Les 11 opérateurs utilisés dans ce calcul appartiennent à l'ensemble donné par la relation (III-15). Pour chaque désorientation, nous avons aussi déterminé l'orientation du parent potentiel donnée par la rotation :

$$({}^{h}E\Delta g)^{-1} g_1^h = (\Delta g)^{-1} \Delta g g = g \qquad \text{(III-17)}$$

ou par la rotation équivalente :

$$({}^{h}E\Delta g)^{-1} g_j^h = ({}^{h}E\Delta g)^{-1} \Delta g S_j^c g = S_j^c g \qquad \text{(III-17')}$$

Par ailleurs, nous pouvons remarquer que la désorientation $\Delta g^{c} C_{2z} (\Delta g)^{-1}$ peut encore s'écrire de la manière suivante :

$${}^{h}E\Delta g^{c}C_{2z}(\Delta g)^{-1} {}^{h}E^{-1} = {}^{h}C_{6z}^{+} \Delta g^{c} C_{2b} (\Delta g)^{-1} ({}^{h}C_{3z}^{+})^{-1} \qquad \text{(III-18)}$$

$$= {}^{h}C_{3z}^{+} \Delta g^{c} C_{2b} (\Delta g)^{-1} ({}^{c}C_{6z}^{+})^{-1}$$

Dans ce cas, trois solutions dont la rotation réelle recherchée vérifient la relation (III-18). En effet, d'après les relations (III-7) et (III-8), ces solutions sont données par les rotations :

$$({}^{h}E\Delta g)^{-1} g_1^h = g$$

$$({}^{h}C_{6z}^{+}\Delta g)^{-1} g_1^h = (\Delta g)^{-1\,h}C_{6z}^{-}\Delta g g \qquad \text{(III-19)}$$

$$({}^{h}C_{3z}^{+}\Delta g)^{-1} g_1^h = (\Delta g)^{-1\,h}C_{3z}^{-}\Delta g g$$

De la même manière, la désorientation $\Delta g^{c}C_{34}^{+}(\Delta g)^{-1}$ et son équivalente $\Delta g^{c}C_{34}^{-}(\Delta g)^{-1}$ vérifient les relations suivantes :

$${}^{h}E\Delta g^{c}C_{34}^{+}(\Delta g)^{-1}({}^{h}E)^{-1}={}^{h}C_{22}^{'}\Delta g^{c}C_{2b}(\Delta g)^{-1}({}^{h}C_{22}^{'})^{-1}$$

et (III-20)

$${}^{h}E\Delta g^{c}C_{34}^{-}(\Delta g)^{-1}({}^{h}E)^{-1}={}^{h}C_{22}^{'}\Delta g^{c}C_{2b}(\Delta g)^{-1}({}^{h}C_{22}^{'})^{-1}$$

ce qui implique une solution double caractérisée par les deux rotations :

$$({}^{h}E\Delta g)^{-1} g_1^h = g$$

$$({}^{h}C_{22}^{'}\Delta g)^{-1} g_1^h = (\Delta g)^{-1\,h}C_{22}^{'}\Delta g g \qquad \text{(III-21)}$$

Un résumé de tous ces résultats est donné dans la table III-1. Dans la première colonne, nous avons représenté les opérateurs S_i^c du groupe rotationnel de symétrie cubique utilisés pour le calcul des désorientations. Dans la troisième et la quatrième colonne, figurent, respectivement, le nombre de solutions correspondant à chaque désorientation et les rotations caractérisant les orientations possibles des parents potentiels.

Il ressort de ces résultats que, dans la majorité des cas, la désorientation entre deux variantes suffit pour déterminer l'orientation du grain parent. Dans le cas d'une solution multiple, il faut corréler les orientations de plus de deux variantes provenant du même grain. En général, la connaissance de l'orientation de trois variantes permet d'enlever cette indétermination. En effet, le résultat d'un calcul a montré que sur les 220 triplets correspondant à la combinaison de trois variantes prises parmi les 12 distinctes, 216 triplets ont donné une solution unique et 4 triplets seulement ont donné une solution double.

D'autre part, un examen plus détaillé des désorientations qui produisent des solutions multiples (table (III-1)) montre que :

- La désorientation $\Delta g^c C_{2z} (\Delta g)^{-1}$ qui génère trois orientations possibles du grain parent, correspond à deux variantes hexagonales possédant un axe **c** commun et qui diffèrent d'une rotation de 10°53 autour de l'axe **c**. Un tel couplage produit trois plans (110) différents correspondant à trois orientations distinctes du cube (voir figure (III-1)).

- La désorientation $\Delta g^c C_{34}^{+} (\Delta g)^{-1}$ (respectivement $\Delta g^c C_{34}^{-} (\Delta g)^{-1}$), qui produit deux solutions, caractérise deux variantes dont les axes **c** forment un angle de 60° tandis que leurs axes **a** forment un angle de 109°47. Cette désorientation est difficile à schématiser.

Eléments	Désorientations	Multiplicité	Rotation caractérisant l'orientation du grain parent
${}^{c}C_{4z}^{+}$	$\Delta g\,{}^{c}C_{4z}^{+}(\Delta g)^{-1}$	1	$({}^{h}E\Delta g)^{-1}g_1^{h} = (\Delta g)^{-1}\Delta g g = g$
${}^{c}C_{4z}^{-}$	$\Delta g\,{}^{c}C_{4z}^{-}(\Delta g)^{-1}$	1	
${}^{c}C_{4x}^{+}$	$\Delta g\,{}^{c}C_{4x}^{+}(\Delta g)^{-1}$	1	
${}^{c}C_{32}^{-}$	$\Delta g\,{}^{c}C_{32}^{-}(\Delta g)^{-1}$	1	
${}^{c}C_{31}^{+}$	$\Delta g\,{}^{c}C_{31}^{+}(\Delta g)^{-1}$	1	
${}^{c}C_{2c}$	$\Delta g\,{}^{c}C_{2c}(\Delta g)^{-1}$	1	
${}^{c}C_{2f}$	$\Delta g\,{}^{c}C_{2f}(\Delta g)^{-1}$	1	
${}^{c}C_{4y}^{+}$	$\Delta g\,{}^{c}C_{4y}^{+}(\Delta g)^{-1}$	1	
${}^{c}C_{2z}$	$\Delta g\,{}^{c}C_{2z}(\Delta g)^{-1}$	3	$({}^{h}E\Delta g)^{-1}g_1^{h} = g$ $({}^{h}C_{6z}^{+}\Delta g)^{-1}g_1^{h} = (\Delta g)^{-1}{}^{h}C_{6z}^{-}\Delta g g$ $({}^{h}C_{3z}^{+}\Delta g)^{-1}g_1^{h} = (\Delta g)^{-1}{}^{h}C_{3z}^{-}\Delta g g$
${}^{c}C_{34}^{+}$	$\Delta g\,{}^{c}C_{34}^{+}(\Delta g)^{-1}$	2	$({}^{h}E\Delta g)^{-1}g_1^{h} = g$ $({}^{h}C_{22}^{'}\Delta g)^{-1}g_1^{h} = (\Delta g)^{-1}{}^{h}C_{22}^{'}\Delta g g$
${}^{c}C_{34}^{-}$	$\Delta g\,{}^{c}C_{34}^{-}(\Delta g)^{-1}$	2	$({}^{h}E\Delta g)^{-1}g_1^{h} = g$ $({}^{h}C_{22}^{'}\Delta g)^{-1}g_1^{h} = (\Delta g)^{-1}{}^{h}C_{22}^{'}\Delta g g$

Table III-1 : Les orientations possibles du grain parent cubique en fonction de la désorientation de deux variantes hexagonales.

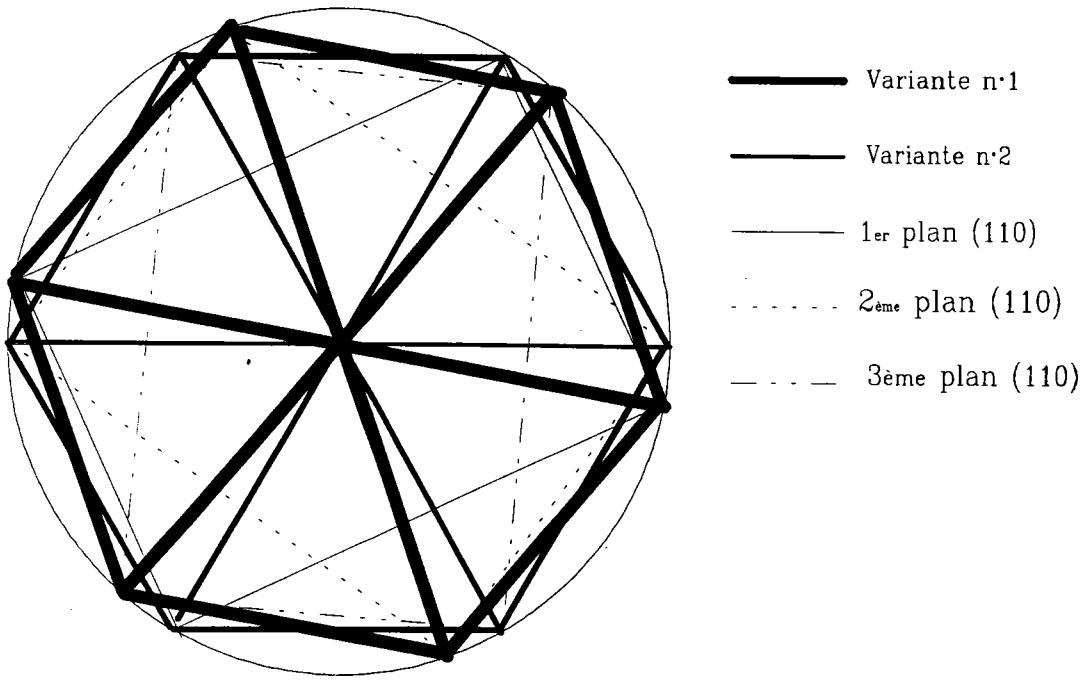


Figure III-1 : Schéma caractérisant la désorientation $\Delta g^c C_{2z} (\Delta g)^{-1}$ ainsi que trois plans (110) correspondant à trois orientations distinctes du cube initial.

III. 4. Conclusion

La méthode développée dans ce chapitre consiste à déterminer l'orientation d'un grain cubique par correlation de l'orientation d'un certain nombre de variantes hexagonales issues du même grain. Nous avons montré qu'en général, la corrélation de trois variantes permet de déterminer l'orientation du grain cubique. Dans des cas particuliers, la connaissance d'une seule désorientation, correspondant au couplage de deux variantes, suffit pour trouver une solution unique.

Cette méthode peut être particulièrement intéressante quand il s'agit d'évaluer la texture d'une phase stable à haute température. C'est le cas de l'alliage TA6V. En effet, cet alliage possède une phase cubique centrée (phase β), stable à haute température, qui se transforme en une phase hexagonale (phase α) par refroidissement. La connaissance de la texture de la phase β est indispensable pour l'étude de la transformation de texture et de la sélection des variantes qui peuvent se produire lors du changement de phase β →α. Cet aspect est abordé dans les chapitres suivants.

IV. EVALUATION DE LA TEXTURE DE LA PHASE β A HAUTE TEMPERATURE D'UN ALLIAGE TA6V. ETUDE DE TRANSFORMATION DE TEXTURE

IV. 1. Introduction

Le TA6V est l'alliage de titane le plus étudié. Le bon compromis réalisé dans cet alliage entre résistance mécanique et ténacité en plus de sa faible densité et son excellente résistance à la corrosion ont fait de cet alliage l'un des plus utilisés dans l'industrie chimique et aérospatiale. La mise en forme de cet alliage se fait souvent par déformation à chaud, dans le domaine β ou le domaine α+β pour profiter de la ductilité de la phase β stable à haute température [38-41]. Après les différentes opérations de mise en forme, la phase α , majoritaire à basse température, présente souvent des textures relativement marquées qui peuvent influencer considérablement les propriétés mécaniques du matériau. En raison de ces températures de déformation, la texture de la phase α à basse température est la résultante de la texture correspondant à la phase α déformée à chaud et de la texture correspondant à la transformation de phase β→α. La contribution de cette dernière composante devient majoritaire pour des températures très élevées. Pour un traitement au-dessus de la température de transition de phase (α+β)/β, la texture de la phase α à basse température provient uniquement du changement de phase β→α. Le contrôle de cette texture α à basse température passe alors par une bonne optimisation de ces deux types de texture. Ainsi, plusieurs investigations ont été faites pour étudier la texture et la microstructure de cet alliage. Ces travaux étudient essentiellement l'influence des paramètres de déformation (vitesse, température, taux de déformation) sur la texture et la microstructure [42-48]. En revanche, bien que signalée [47,48], l'étude des changements de texture dus à la transformation de phase β→α qui se produit lors du refroidissement n'a pas fait l'objet de travaux très approfondis.

Le but de ce travail est d'étudier le changement de texture après deux types de traitements thermiques : le premier dans le domaine monophasé β à la température de 1050°C et le second dans le domaine biphasé α+β à la température de 980°C. Nous nous intéresserons plus particulièrement à l'influence de la transformation de phase β→α qui se

produit au refroidissement sur les modifications de texture. Pour effectuer cette étude, la détermination de la texture de la phase β à haute température s'avère nécessaire. Cependant, la détermination directe de cette texture nécessite la mise en oeuvre de moyens techniques très complexes (goniomètre de texture muni d'un four). Dans ce travail, nous avons appliqué la méthode indirecte présentée dans le chapitre III pour évaluer la texture de la phase β.

La connaissance de la texture de la phase β nous permet de simuler la texture de la phase α provenant de la transformation de phase β→α. Pour cela, nous avons utilisé la relation d'orientation mutuelle de Burgers [32] et le modèle de transformation de texture sans sélection de variantes présenté dans le chapitre I. La comparaison quantitative entre la texture de la phase α simulée et la texture réelle nous permettra de mieux comprendre la nature de cette transformation de phase et de discuter de la sélection de variantes.

Par ailleurs, la comparaison entre les résultats trouvés après le traitement dans le domaine β et ceux trouvés après le traitement dans le domaine α+β nous permettra de vérifier si la présence de la phase α non transformée pendant ce deuxième traitement a une influence sur le changement de phase β→α.

IV. 2. Présentation de l'alliage TA6V

Parmi tous les alliages du titane, le TA6V, mis au point il y a une vingtaine d'années, occupe toujours une place prépondérante. Il est très connu pour son excellente résistance à la corrosion et présente un bon compromis entre résistance mécanique et ténacité.

La composition chimique nominale de cet alliage est de 6% en poids d'aluminium, élément alphagène qui élève la température de transition α+β/β, et de 4% de vanadium, élément bétagène stabilisant la phase β.

A température ambiante les deux phases α (hexagonale compacte) et β (cubique centrée) sont présentes avec un pourcentage de la phase α prépondérant. Le pourcentage de la phase β augmente avec la température jusqu'à la température de 1000°C au-dessus de laquelle le matériau est constitué uniquement de la phase β.

Dans le cadre de cette étude, l'alliage a subi plusieurs traitements thermomécaniques.

Les dernières étapes de mises en forme sont schématisées sur la figure IV-1. Après ces différentes opérations, le matériau se présente sous forme d'une tôle de 1mm d'épaisseur.

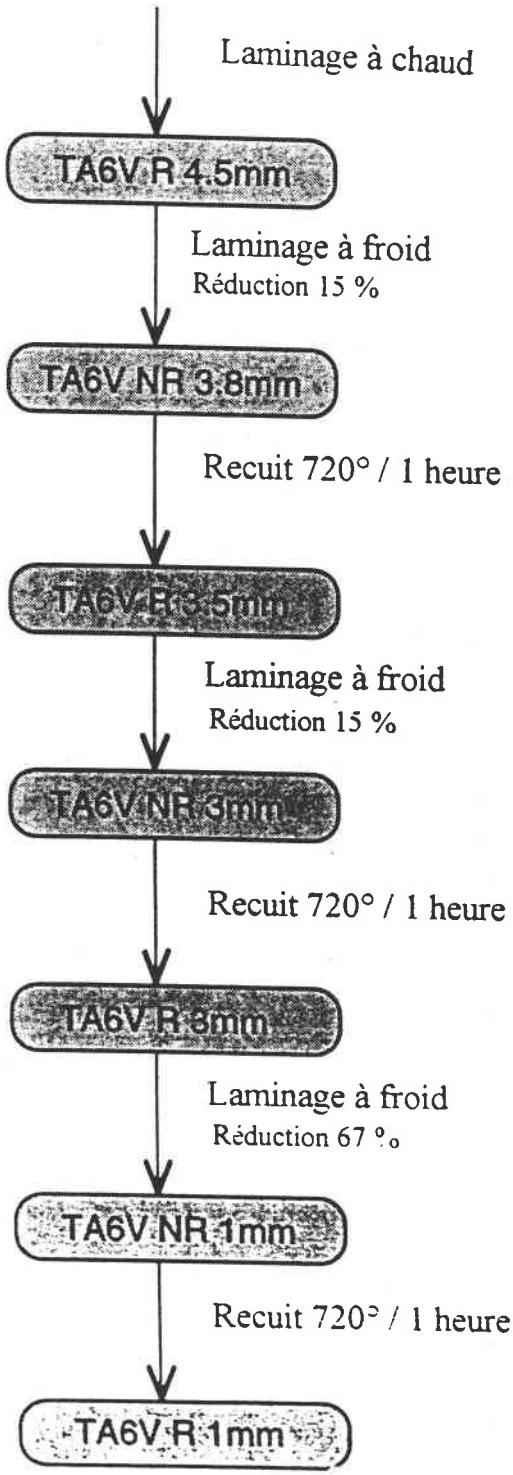


Figure IV-1 : Mise en forme de l'alliage TA6V.

IV. 3. Texture et microstructure initiales

a.) Microstructure

Après la dernière opération du laminage à froid suivie d'un recuit d'une heure à 720°C, l'échantillon présente une microstructure caractéristique des traitements thermomécaniques dans le domaine $\alpha+\beta$ [42,46,48]. Elle est formée essentiellement de grains α équiaxes très homogènes dont la taille moyenne est de 8 à 10 μm. Le pourcentage de la phase β dépend des traitements thermomécaniques subis par le matériau. Pour le matériau étudié, le pourcentage de la phase β résiduelle est inférieur à 10%. Cette phase se présente sous forme de petits globules sphériques uniformément dispersés essentiellement dans les joints de grains α (voir figure IV-2-a).

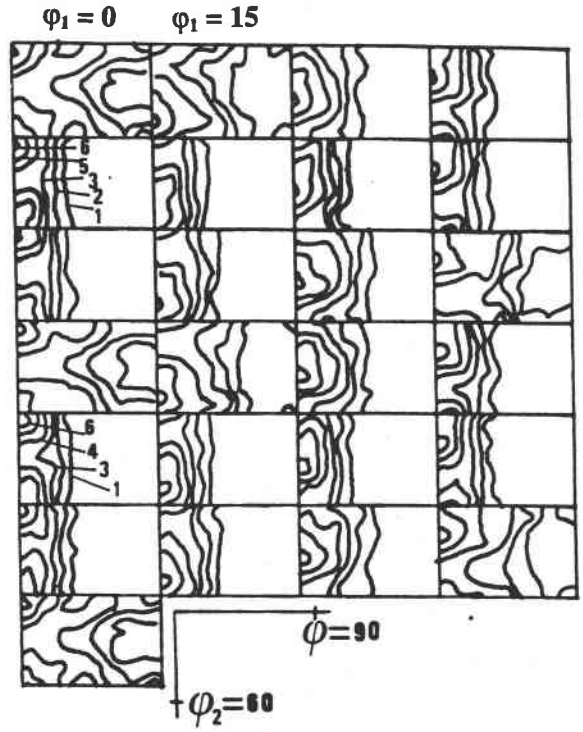
b.) Texture de la phase α initiale

Des textures marquées de la phase α ont été observées dans l'alliage TA6V, spécialement après traitements thermomécaniques dans le domaine $\alpha+\beta$. Ces textures dépendent du mode et de la température de déformation [48-53].

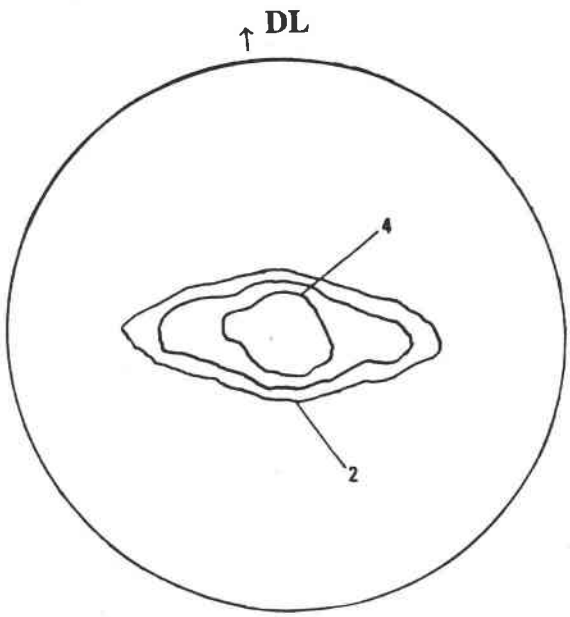
Dans cette étude, nous avons déterminé la fonction de texture de la phase α majoritaire à partir de cinq figures de pôles expérimentales incomplètes (10.0), (00.2), (10.1), (10.2) et (11.2). Dans ce calcul, nous avons utilisé la méthode d'analyse de texture présentée dans le chapitre I. Il faut noter que dans le cas de la symétrie hexagonale, l'analyse peut être limitée au domaine fondamental $0\leq\varphi_1\leq2\pi$, $0\leq\phi\leq\pi/2$ et $0\leq\varphi_2\leq2\pi/6$.

Les figures IV-2-b, IV-2-c et IV-2-d présentent l'O.D.F. et les figures de pôles (10.0) et (00.2) recalculées en effectuant un développement sur la base des harmoniques sphériques jusqu'au rang $L_{max} = 22$. La texture obtenue est une texture dite "basale" où les plans (00.2) sont parallèles au plan du laminage. Elle est caractéristique d'un laminage à froid suivi d'un recuit [49]. On note autour de cette composante centrale une dispersion importante dans le plan (DN-DT). La figure de pôles (10.0) présente des plans (10.0) parallèles à la direction du laminage avec une dispersion moins importante.

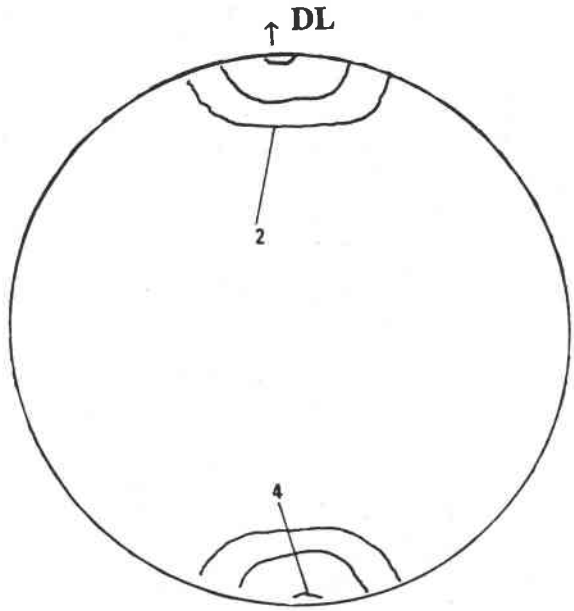
(a) G X 1000



(b) O. D. F.



(c) (00.2)



(d) (10.0)

Figure IV-2 : Texture et microstructure initiales.

(a) micrrostructure.

(b) O.D.F expérimentale.

(c) figure de pôles (00.2) et (d) figure de pôles (10.0).

A partir de cet état initial, deux traitements thermiques adaptés nous permettent d'obtenir deux états métallurgiques différents avant d'opérer le changement de phase par refroidissement à température ambiante. On peut ainsi étudier l'influence de l'état du matériau avant transformation sur la transformation de texture obtenue par changement de phase $\beta \rightarrow \alpha$.

IV. 4. Traitements thermiques

Afin de pouvoir appliquer la méthode indirecte présentée dans le chapitre I pour évaluer la texture de la phase β à haute température, nous avons optimisé les traitements thermiques pour :

- obtenir des platelets α suffisamment larges pour déterminer leur orientation par la technique de mesure d'orientations individuelles E.B.S.P. [14-16] utilisée dans ce travail.

- obtenir au minimum trois variantes α par ex-grain β, et, dans la mesure du possible, des joints des ex-grains β suffisamment visibles pour délimiter leurs frontières.

Ces traitements ont été réalisés sur un dilatomètre de trempe type DT1000. Cet appareil présente l'avantage de pouvoir contrôler les paramètres des essais (température, vitesse et temps) tout au long du traitement. Ces paramètres ont été choisis de manière à obtenir des microstructures adaptées à l'application de la méthode indirecte du calcul de la texture de la phase β.

a.) Traitement thermique dans le domaine β

Ce traitement comprend un chauffage à partir de la température ambiante jusqu'à la température 1050°C à une vitesse de 2400°C/h. Un maintien de 30 mn est effectué à cette température pour assurer une bonne homogénéisation. Après ce maintien, l'échantillon a été refroidi à une vitesse de 500°C/h jusqu'à température ambiante. Ce traitement est représenté sur la figure IV-3.

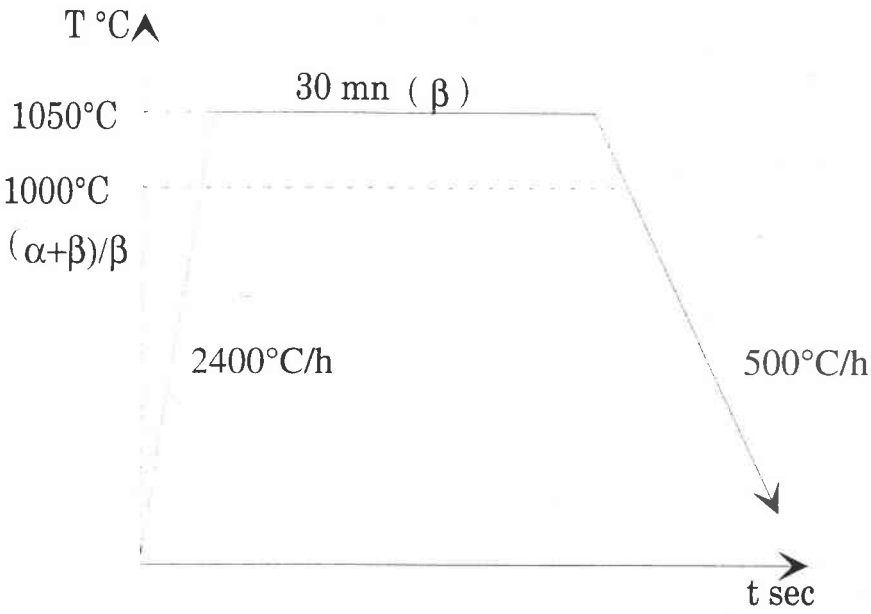


Figure IV-3 : Traitement thermique dans le domaine β.

La microstructure obtenue après ce traitement (figure IV-6-a) est une microstructure de transformation de phase [38, 40, 41, 54]. Nous observons facilement les ex-grains β dont la taille dépend essentiellement de la température et du temps de maintien en domaine β [40, 41]. Pour ce traitement, la taille moyenne des ex-grains β est comprise entre 400 et 600 μm. A l'intérieur de ces grains, nous observons des familles de platelets (variants) de la phase α. La taille de ces platelets dépend uniquement de la vitesse de refroidissement [39, 54]. Ainsi, suite à une trempe, la phase β se transforme entièrement en martensite α'. Cette phase se forme sans diffusion, sa composition est celle de la phase β, mais elle a la même structure que la phase α (hexagonale compacte). Elle se présente sous forme d'aiguilles très fines. Pour des vitesses de refroidissement plus lentes, la transformation de phase β→α se fait par germination et croissance. Les mécanismes de cette transformation ont été étudiés par Fujii et Suzuki [54]. Ces auteurs ont montré que la phase α germe préférentiellement à partir des joints de grains β et croit sous forme de platelets. Ils ont signalé aussi que, malgré le régime diffusionnel, ces platelets sont toujours liés avec le grain β par la relation d'orientation de Burgers [32] comme dans le cas de la transformation martensitique. Un schéma représentatif de cette transformation est présenté dans la figure IV-4 [55].

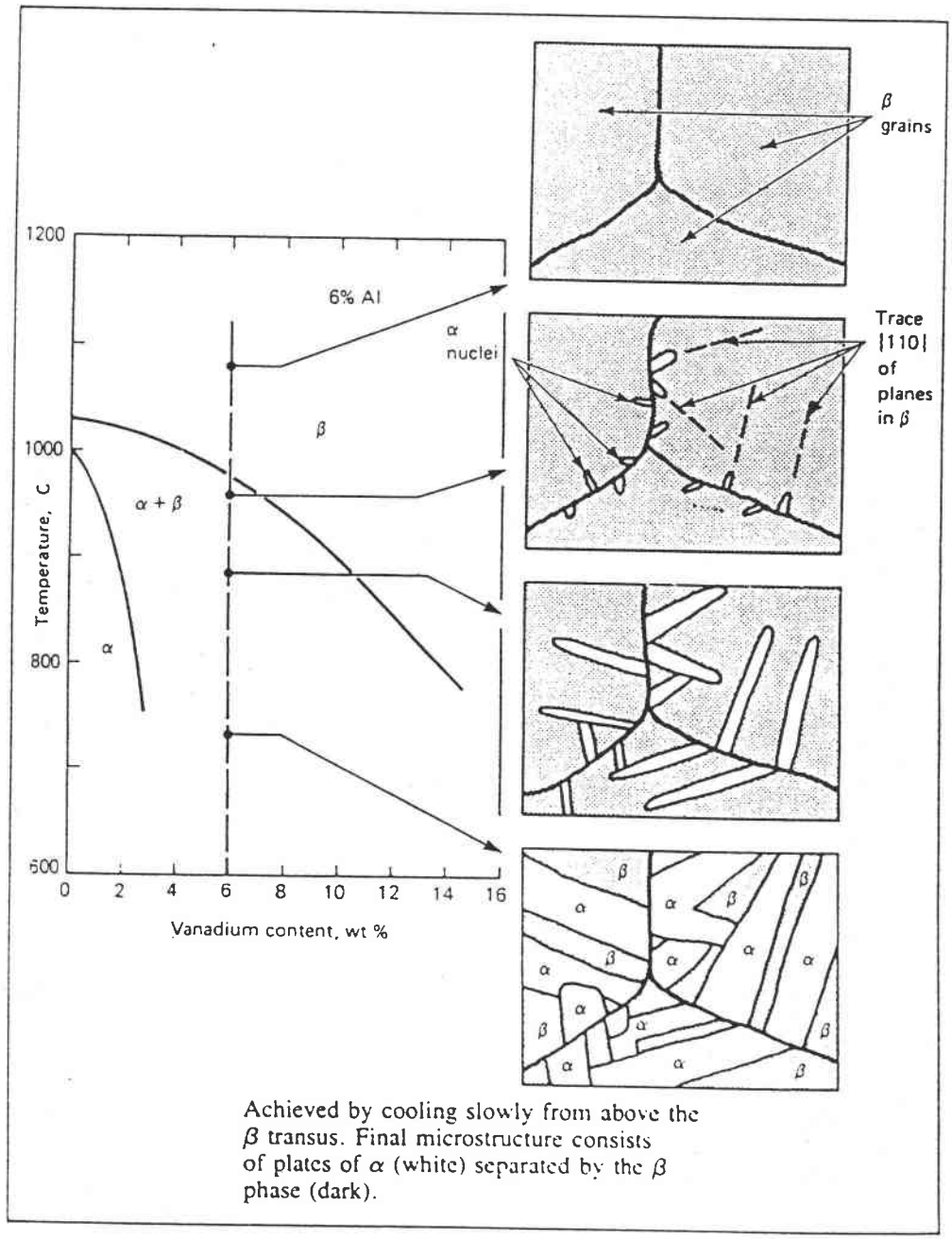


Figure IV-4 : Schéma représentatif de la transformation de phase β→α dans le TA6V [55].

Avec la vitesse de refroidissement choisie dans ce traitement, les platelets α présentent des tailles sensiblement égales de l'ordre de 4 µm de largeur et de 25 µm de longueur.

Nous notons aussi la présence de la phase β résiduelle qui se présente sous forme de liserès entre les platelets α. La conservation totale de cette phase à température ambiante est impossible dans le cas de l'alliage TA6V. Le volume de la phase β non transformée dépend des conditions de refroidissement et de la température. Avec les paramètres de traitement utilisés ci-dessus, le pourcentage de la phase β résiduelle est compris entre 20 et 25%.

b.) Traitement thermique dans le domaine $\alpha+\beta$

Ce traitement (figure IV-5) comporte différentes étapes :

- une montée en température à la vitesse de 2400°C/h jusqu'à la température de 980°C. Cette température étant inférieure de 20°C à la température de transus $(\alpha+\beta)/\beta$.

- un maintien d'une heure a été effectué à cette température pour transformer une partie de la phase α en β. Après ce temps de maintien, l'échantillon est formé de 50% de phase α et de 50% de phase β. Ces proportions sont proches de celles obtenues dans les conditions d'équilibre thermodynamique [56].

- ce temps de maintien est suivi d'un refroidissement rapide entre 980°C et 850°C à la vitesse de 1°C/s, puis d'un refroidissement plus lent de 500°C/h jusqu'à la température ambiante. Ce refroidissement en deux étapes a été choisi pour obtenir des tailles de platelets compatibles avec la technique de mesure des orientations individuelles utilisée dans cette étude. En effet celle-ci ne peut être mise en oeuvre que sur des platelets de largeur minimale de 1 µm. Cette largeur dépend des traitements appliqués au matériau. Afin d'obtenir des platelets de taille convenable, nous avons testé différentes vitesses de refroidissement. Ainsi, un refroidissement rapide entre 980°C et la température ambiante donne des platelets très fins (taille inférieure à 1 µm) ; par contre une vitesse lente donne naissance à des platelets assez larges, pour lesquels la mesure d'orientation par E.B.S.P. ne pose pas de problème majeur. Cependant, du fait de leur dimension, la distinction entre ces platelets et les grains équiaxes non transformés est quelquefois difficile. Nous avons choisi alors un refroidissement rapide entre 980°C et 850°C, domaine de température où la

cinétique de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ est rapide, suivi d'un refroidissement relativement lent pour permettre aux platelets qui naissent dans la première étape de grossir et d'atteindre une largeur suffisante pour déterminer leur orientation par E.B.S.P.

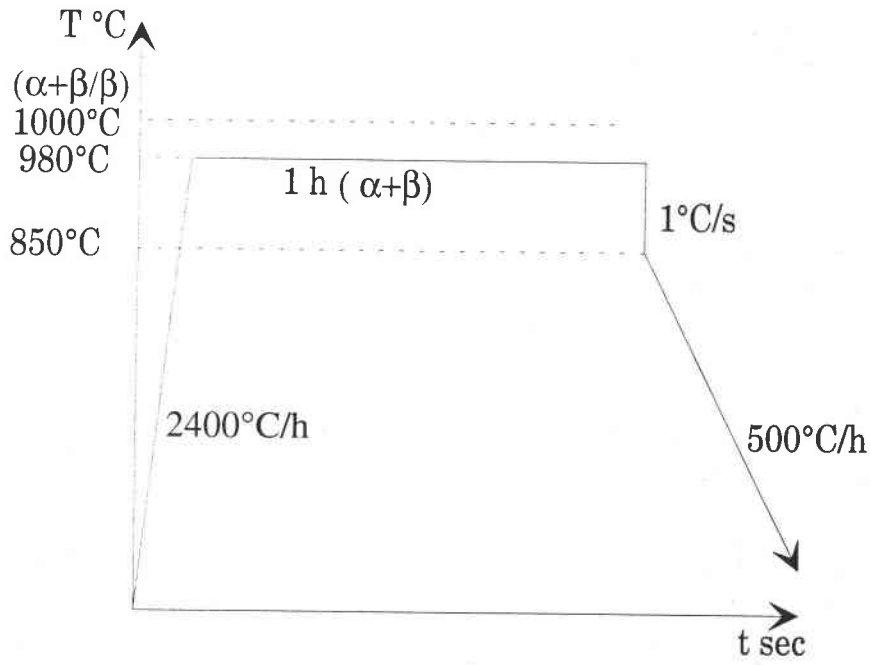
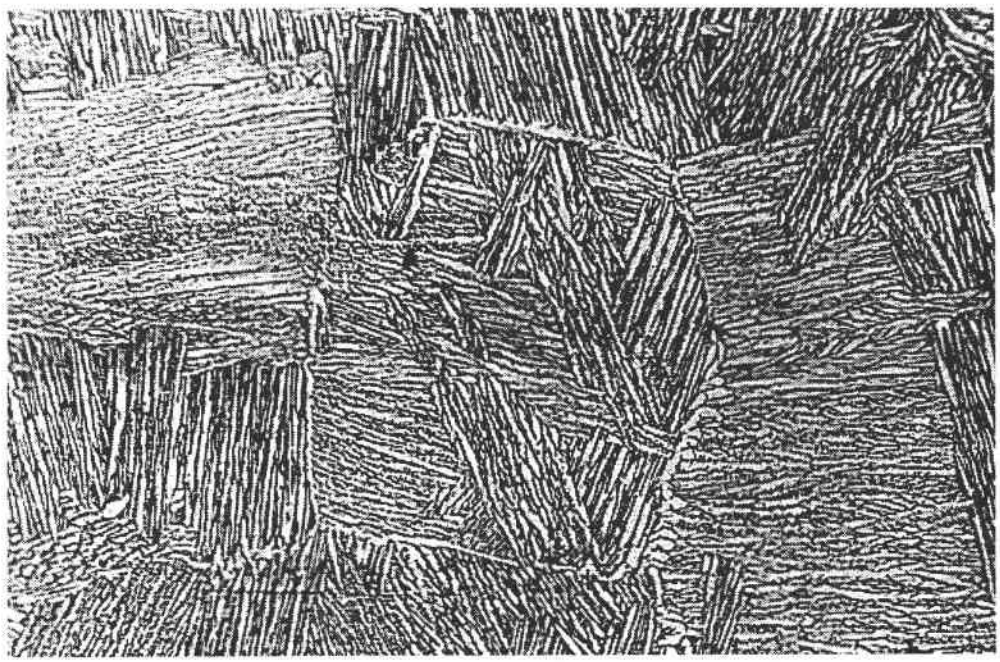


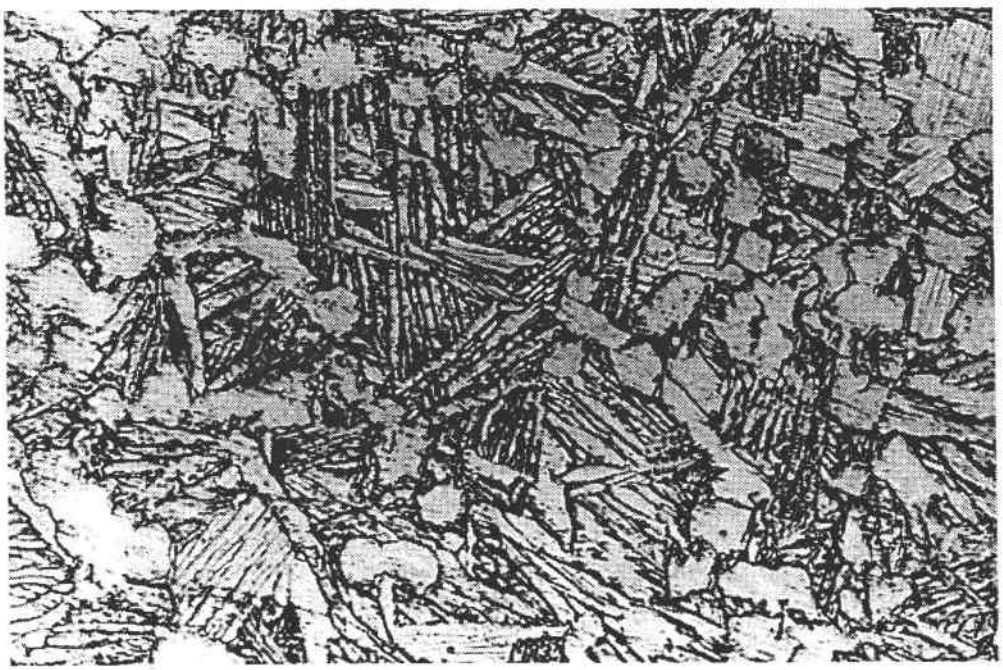
Figure IV-5 : Traitement thermique dans le domaine $\alpha+\beta$.

La microstructure "mixte" ainsi obtenue (figures IV-6-b) est une microstructure caractéristique de l'alliage TA6V traité dans le domaine $\alpha+\beta$ [40, 42, 48]. Elle est formée de grains α équiaxes non transformés correspondant à la phase "α-primaire (α_p)" et de platelets obtenus par transformation des grains β. Ils constituent la phase appelée "α-secondaire (α_s)" qui possède la même composition chimique et la même structure que α_p. Lors du refroidissement, une partie de la phase β, stable à 980°C, reste retenue sous forme de liserés entre les platelets.

On peut remarquer aussi qu'à la suite de ce traitement, on distingue mal les joints des ex-grains β. A l'intérieur de ces grains naissent des platelets α moins larges que ceux obtenus par le traitement thermique dans le domaine β. Ils présentent une largeur moyenne d'environ 1 µm. Par ailleurs, les grains α équiaxes non transformés présentent à peu près la même taille que dans l'état initial avant traitement.



(a) G X 100



(b) G X 500

Figure IV-6 : Microstructures après différents traitements thermiques :

(a) après traitement dans le domaine β.

(b) après traitement dans le domaine α+β.

IV. 5. Evaluation de la texture de la phase β à haute température à partir des orientations individuelles des platelets α

a.) Mesure des orientations individuelles des grains par la technique E.B.S.P.

La mesure des orientations individuelles des grains peut se faire soit par diffraction des électrons, soit, dans certains cas, par microscopie optique. En relation avec la diffraction des électrons, la technique E.B.S.P. est la plus couramment mise en oeuvre ces dernières années. Cette technique est basée sur le fait que l'indexation d'un diagramme de Kikuchi, résultat d'une diffusion inélastique des électrons dans le matériau suivie d'une diffraction en incidence de Bragg sur les plans (h k l), permet de déterminer l'orientation du grain. Ce diagramme de Kikuchi se présente sous forme de bandes délimitées par des lignes. Ces lignes sont les traces des plans cristallographiques et leurs intersections sont des axes de zones. Ainsi, cette technique permet de réaliser des analyses de textures locales dans le sens où il est possible de déterminer l'orientation et la localisation des grains dans un polycristal.

L'obtention des diagrammes de Kikuchi peut se faire par microscope électronique à transmission (MET) ou par microscope électronique à balayage (MEB). Dans cette étude, nous avons utilisé cette dernière technique qui connaît depuis quelques années un développement important. En raison de la taille des échantillons (relativement importante par rapport à la taille des lames minces utilisées dans le MET), cette dernière technique permet de faire des mesures sur un grand nombre de grains.

Le principe de cette technique est basé sur le fait qu'on peut observer des diagrammes de Kikuchi à partir d'un MEB par l'intermédiaire d'un écran fluorescent placé à l'intérieur de la chambre du microscope en face de l'échantillon. L'image est ensuite transférée, à l'aide d'une caméra à haute sensibilité, vers l'ordinateur où les données seront traitées (figure IV-7).

Dés 1954, Alam [12] a défini les bases fondamentales de cette technique, développée par la suite par Vernables et Harland [13], et plus récemment, par Jensen et Schmidt [14] et Dingley et Randle [15]. L'évolution des outils informatiques et des techniques d'analyse

d'image permet aujourd'hui d'obtenir des diagrammes en moins de 30 secondes. Aussi, cette technique offre l'avantage de mesurer l'orientation des grains dont le diamètre est proche de 1 µm. D'autre part, les essais effectués ces dernières années pour automatiser les mesures [14, 16], devraient, à notre avis, permettre à cette technique de franchir un pas décisif par rapport aux techniques de mesures classiques.

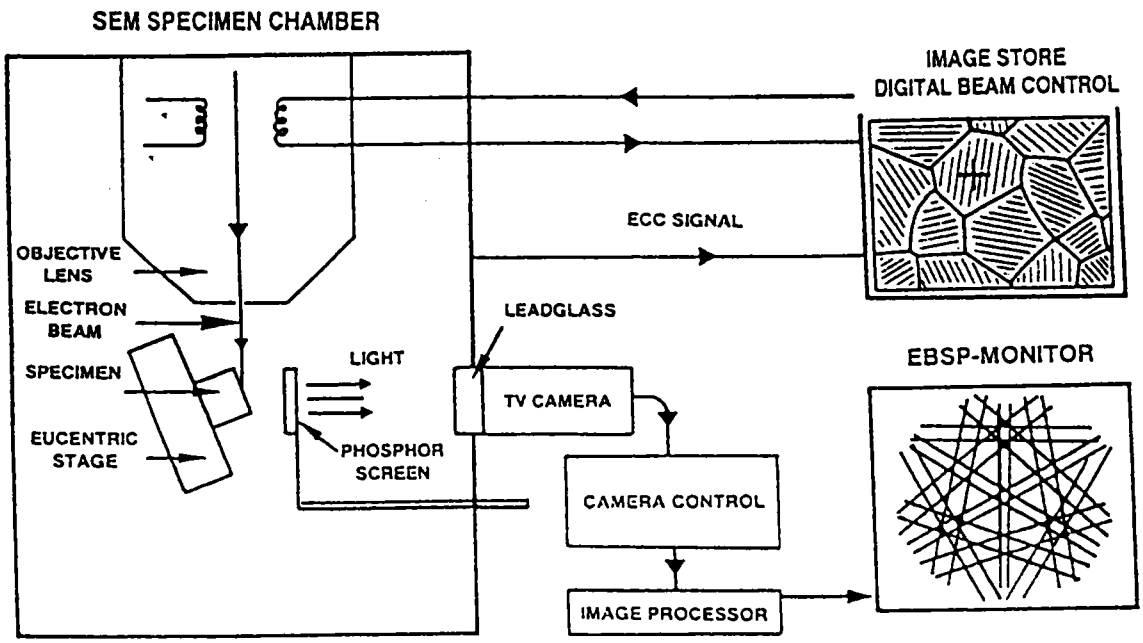


Figure IV-7 : Principe de la technique E.B.S.P. pour la mesure des orientations individuelles.

b.) Texture de la phase β à haute température

Nous avons déjà indiqué que la mesure directe de la texture de la phase β, stable à 1050°C pour le traitement dans le domaine β et à 980°C pour le traitement dans le domaine α+β, nécessite la mise au point de moyens techniques complexes.

Une première évaluation de cette texture consisterait à considérer que la texture de la phase β métastable retenue à basse température après les traitements est une bonne "image" de la texture à haute température. Cependant, le pourcentage de la phase β résiduelle est relativement faible pour effectuer des mesures satisfaisantes de figures de pôles dans des conditions normales. En plus, il faut noter que dans le cas du TA6V, la raie (110) de la phase β (raie la plus intense) est très proche des pics (00.2) et (10.1) de la phase α.

En raison de ces difficultés, nous avons eu recours à la méthode indirecte décrite dans le chapitre III pour évaluer la texture de la phase β à haute température.

i.) Texture de la phase β après traitement thermique dans le domaine β

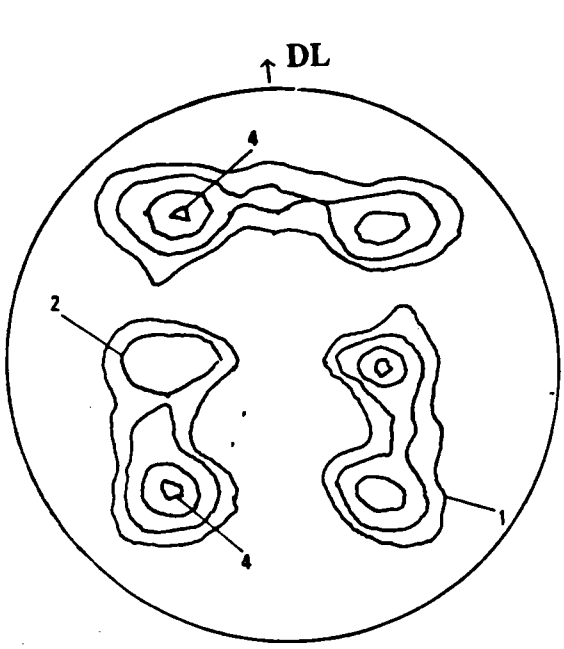
La microstructure obtenue après ce traitement permet d'appliquer cette méthode de calcul sans difficulté. En effet, les ex-grains β sont bien visibles et la taille des platelets α est adaptée à la technique de mesure E.B.S.P.

Pour déterminer la texture de la phase β, nous avons mesuré l'orientation de 120 triplets de platelets α, chaque triplet appartenant à un ancien grain β. Sur les 120 triplets, la méthode a permis de déduire l'orientation de 110 grains β à haute température. A partir de ces orientations, nous avons calculé l'O.D.F. de la phase β en utilisant la méthode proposée dans le chapitre I qui consiste à considérer la fonction de texture comme la superposition de gaussiennes centrées sur chaque orientation. Chacune des gaussiennes a été pondérée par un facteur poids correspondant au volume du grain considéré. Comme les grains possèdent en moyenne la même taille, nous avons attribué le même facteur poids pour toutes les gaussiennes. La largeur à mi-hauteur, qui décrit la dispersion autour des orientations individuelles, a été fixée à 8°. Chacune de ces fonctions a été développée par la suite sur la base des harmoniques sphériques jusqu'à $L_{max} = 30$.

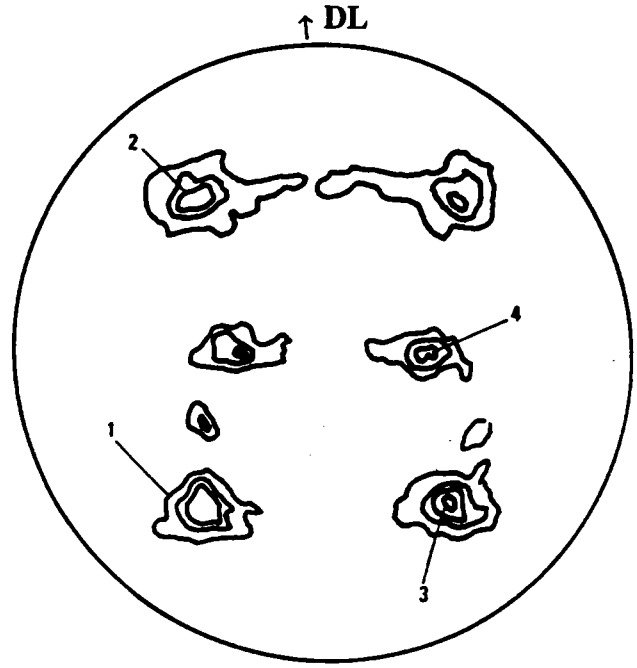
La figure IV-8-c montre les sections à φ_1 constant de la fonction de texture totale de

la phase β. Comme on peut le remarquer, cette texture est assez prononcée avec une dispersion relativement faible. Elle présente notamment deux composantes principales qui en terme d'orientations idéales, correspondent aux orientations définies par (0,40,45) et (180,40,45). Ces deux orientations sont nettement visibles sur la figure de pôles (200) recalculée (figure IV-8-a). Cette figure de pôles est en bon accord avec celle mesurée par diffraction des rayons X sur les 20% de la phase β résiduelle (figure IV-8-b). Ceci implique que pour ce traitement thermique, la texture β à basse température correspond bien à la texture à haute température.

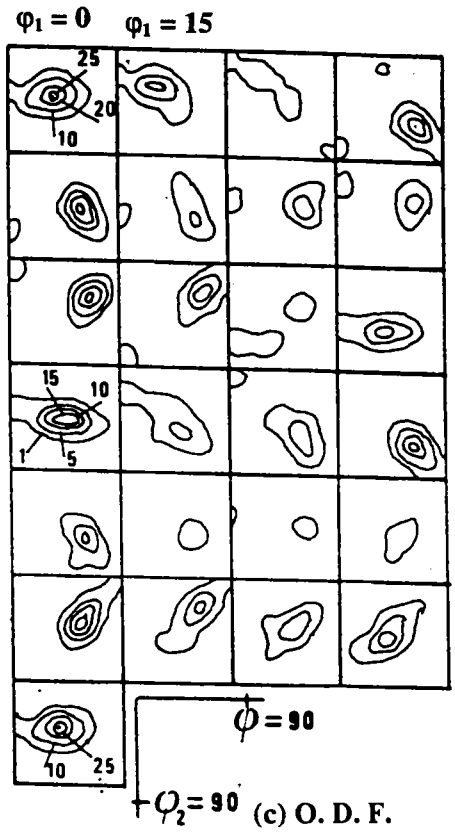
Encouragés par les résultats positifs obtenus sur ce premier échantillon, nous nous sommes proposés d'effectuer la même étude sur l'échantillon traité dans le domaine α+β, et ceci dans le but d'étudier l'effet de la présence de la phase α non transformée à la température du traitement sur la transformation de phase β→α.



(a) (200)



(b) (200)



(c) O. D. F.

Figure IV-8 : Texture de la phase β après traitement thermique dans le domaine β.:

(a) figure de pôles (200) calculée et (b) figure de pôle mesurée par rayons X.

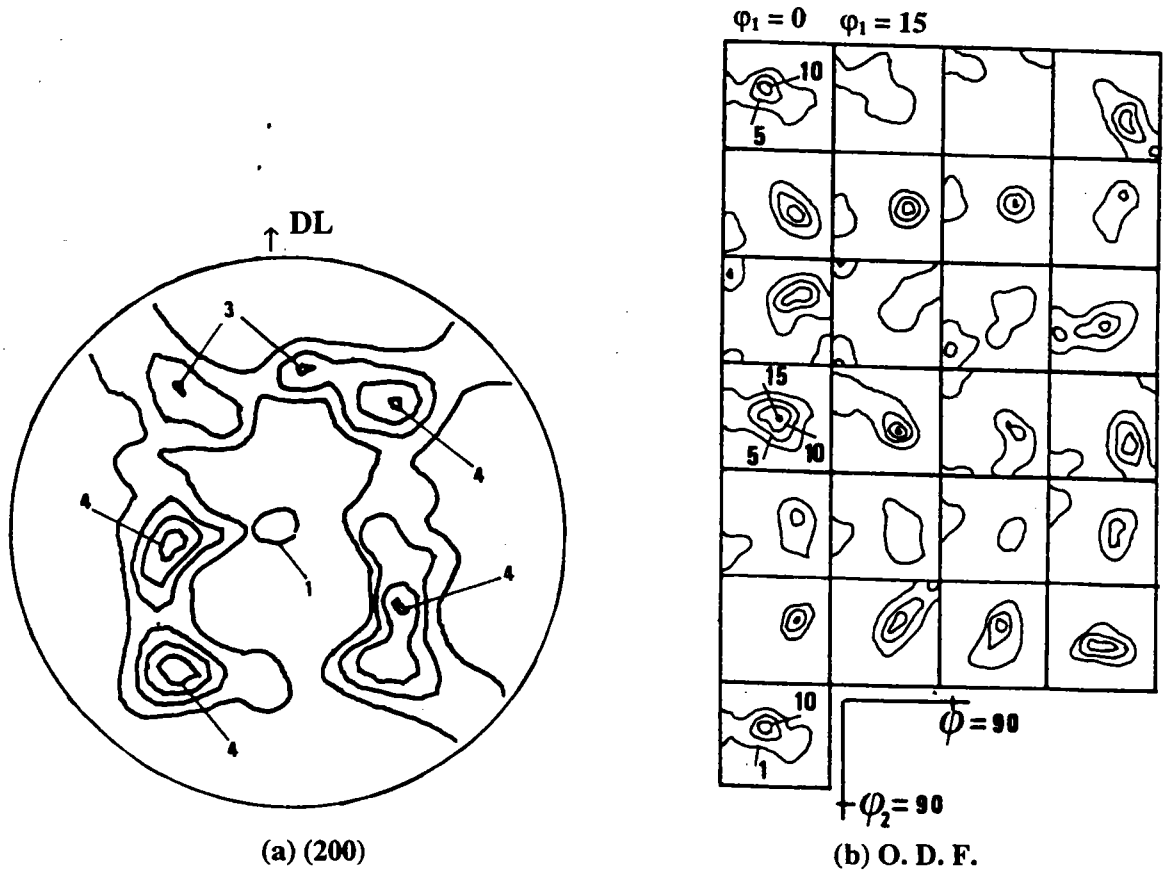
(c) O.D.F. calculée.

ii.) Texture de la phase β après traitement thermique dans le domaine α+β

La microstructure obtenue suite à ce deuxième traitement thermique montre deux types de phase α de morphologies différentes : une phase α non transformée formée de grains équiaxes et une phase α lamellaire provenant de la transformation de phase β→α. Aussi, les limites des ex-grains β ne sont pas toujours visibles. De ce fait, pour déterminer l'orientation d'un grain β, nous avons effectué des mesures d'orientations individuelles sur trois platelets qui nous semblaient appartenir au même grain. L'appartenance à un grain de ces platelets est vérifiée par corrélation de leur orientation [37]. Par ce procédé, nous avons pu conserver les triplets d'orientations représentatifs d'une orientation β.

Dans cet exemple, parmi 115 triplets α, 70 seulement ont permis d'obtenir 70 orientations de grains β. Ce rendement relativement faible provient du fait que les triplets n'appartenaient pas toujours au même grain. A partir de ces 70 orientations, nous avons calculé la texture de la phase β en suivant la procédure habituelle en donnant le même facteur poids pour toutes les gaussiennes et une largeur à mi-hauteur de 8°.

Les figures IV-9-a et IV-9-b montrent les sections à φ_1 constant de la fonction de texture de la phase β ainsi que la figure de pôles (200). Malgré le nombre relativement faible de grains utilisés dans cet exemple, on retrouve sur ces figures les mêmes orientations principales que celles trouvées dans le cas du traitement dans le domaine β. On note toutefois une dispersion plus importante autour de ces orientations idéales dans le cas de ce deuxième traitement. Cette différence de texture peut être attribuée à l'effet de la taille des grains β. En effet, le grossissement des grains obtenu après 30 mn de maintien à 1050°C conduit à une texture relativement marquée avec une faible dispersion. Par contre, ce phénomène de grossissement des grains est moins important dans le domaine biphasé α +β, ce qui donne une texture de la phase β plus disperssée.



(a) (200) (b) O. D. F.

Figure IV-9 : Texture de la phase β après traitement dans le domaine α+β.

IV. 6. Transformation de texture et discussion de la sélection de variantes

Les études menées sur le changement de phase à l'état solide [25, 57-60], et sur la transformation b.c.c.→h.c.p. dans le titane et ses alliages en particulier [48, 61-64], ont montré que les mécanismes de cette transformation dépendent des conditions thermomécaniques dans lesquelles se produit la transformation. Ainsi, du point de vue de la texture, la présence d'un champ de contraintes internes ou appliquées peut favoriser l'apparition d'une variante au détriment d'une autre. On parle alors de sélection de variantes.

Nous nous proposons, dans ce paragraphe, de discuter la sélection de variantes après les deux traitements thermiques imposés. A cet effet, nous avons simulé la texture de la phase α à partir de la texture de la phase β à haute température. Dans cette simulation, nous avons utilisé le modèle de transformation de texture présenté dans le chapitre I avec la relation d'orientation de Burgers [32]. Nous rappelons que ce modèle considère que les douze variantes hexagonales qui apparaissent à l'issue de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ sont équiprobables. La comparaison entre la texture expérimentale et la texture simulée permet de discuter de la sélection de variantes. La texture expérimentale de la phase α a été obtenue directement à partir des orientations individuelles des platelets, utilisées pour l'évaluation de la texture de la phase β à haute température. Dans ce calcul, nous avons encore appliqué la méthode qui consiste à remplacer chaque orientation par une gaussienne (voir chapitre I).

Par ailleurs, l'état métallurgique du matériau avant la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ peut avoir une influence considérable sur cette transformation. En effet, les grains α non transformés à 980°C peuvent favoriser, ou au contraire, empêcher la naissance d'une variante par rapport à une autre après retour à température ambiante. La comparaison des résultats sur les transformations de texture obtenus après les deux traitements thermiques nous permet alors de discuter, du moins qualitativement, de l'effet de la présence de ces grains α sur la sélection de variantes.

a.) Transformation de texture après traitement dans le domaine β

A partir des 3*120 orientations des platelets, nous avons calculé l'O.D.F. de la phase α en attribuant le même facteur poids à chacune des gaussiennes ainsi qu'une dispersion de 8°.

Les sections à φ_1 constant de l'O.D.F. de la phase α, calculée à partir de 3*120 orientations des platelets, sont données sur la figure IV-10-a. L'examen de ces sections montre des pics relativement intenses avec un maximum d'intensité de 22 (x isotropie), et une dispersion très faible autour de ces pics. On retrouve les mêmes tendances sur la figure de pôles (00.2) (figure IV-10-b).

Nous avons tenté de comparer la texture déterminée à partir des mesures d'orientations individuelles avec celle mesurée par les rayons X. A cet effet, nous avons effectué plusieurs analyses de texture à partir de figures de pôles. Cependant, la qualité des résultats n'était pas satisfaisante dans la mesure où les coefficients d'erreurs traduisant la précision de l'analyse étaient relativement élevés. Ceci est dû à notre avis aux erreurs de mesures dans les figures de pôles expérimentales. En raison de ces difficultés, nous avons renoncé à l'analyse de texture par les rayons X pour n'utiliser que les mesures d'orientations individuelles.

La texture expérimentale de la phase α, obtenue à partir de ces orientations individuelles, est en bon accord avec la texture simulée sans sélection de variantes à partir de la texture de la phase β (figures IV-10-c et IV-10-d). Ceci montre que, d'une part, la transformation de phase β→α obéit à la relation de Burgers [32] (avec une dispersion de quelques degrés), et que cette transformation se fait sans sélection de variantes.

Nous remarquons, pourtant, une sélection de variantes au niveau local. En effet, dans chaque ex-grain β naissent, du moins à la surface de l'échantillon, trois ou quatre familles de platelets α (variantes), au lieu des douze prévues dans le cas où la transformation β→α se fait sans sélection de variantes.

Une des explications est que les platelets qui apparaissent ne sont pas quelconques mais sélectionnés pour des raisons énergétiques. Pour ces mêmes raisons, nous pouvons imaginer que dans chaque grain β se développe un groupe de platelets (variantes), mais à l'échelle de tout l'échantillon, toutes les variantes sont équiprobables. Un phénomène similaire, appelé auto-accommodation des variantes, est souvent observé dans le cas de la

transformation martensitique dans différents alliages (Fe-Ni [58, 59], les alliages à mémoire de forme [65]). On conçoit alors que la transformation se produit avec une sélection de variantes locale.

D'autre part, si la transformation de phase $\alpha \rightarrow \beta$ qui se produit en montée en température obéit à son tour à la relation d'orientation de Burgers, alors une orientation de la phase α initiale génère six orientations différentes de la phase β à haute température. Pendant la descente en température, chacune de ces six orientations se transforme en 12 orientations α. La double transformation correspondant à un cycle $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$, permet donc d'obtenir, à partir d'une seule orientation α initiale, 72 orientations α finales (en fait, ces 72 orientations ne sont pas toutes distinctes). Or nous avons constaté que malgré la dispersion relativement importante de la texture de la phase α initiale, la texture de la phase β à haute température et celle de la phase α finale sont relativement marquées.

Une première explication à ce phénomène est que la transformation de phase $(\alpha+\beta) \rightarrow \beta$ au chauffage se fait suivant la relation d'orientation de Burgers avec une forte sélection de variantes. Cette sélection peut être suivie d'un grossissement de grains dans le domaine β et les variantes les plus stables sont celles obtenues après 30 mn de maintien à 1050°C.

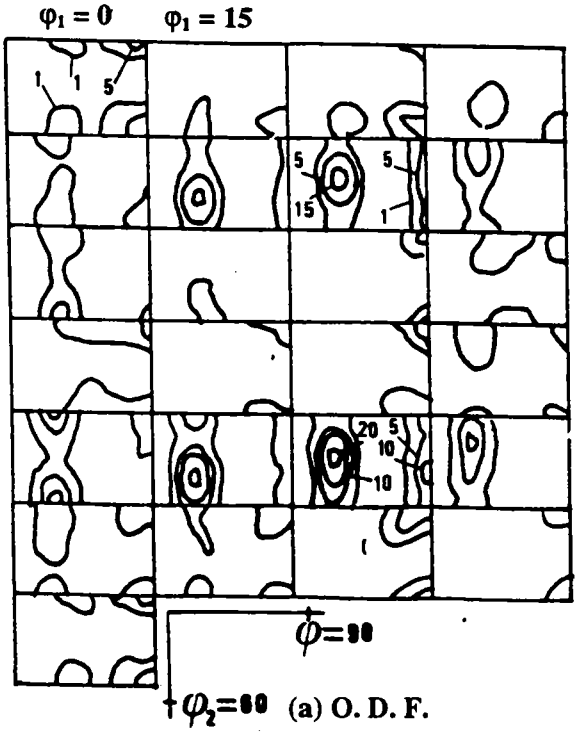
Une autre explication possible est que la transformation $(\alpha+\beta) \rightarrow \beta$ n'obéit pas à la relation d'orientation de Burgers. En effet, nous pouvons imaginer qu'au fur et à mesure que la température augmente, les grains de la phase β, stables à température ambiante, croissent au détriment de la matrice α. Dans ce cas, la texture de la phase β à haute température dépend essentiellement de la texture de la phase β initiale.

Pour vérifier la validité de cette dernière hypothèse, il suffit alors de comparer ces deux textures. Malheureusement, nous n'avons pas pu déterminer la texture de la phase β à température ambiante. D'une part, en raison de la faible quantité de cette phase (la fraction volumique de la phase β initiale est inférieure à 10%) nous n'avons pas pu efféctuer des mesures satisfaisantes par rayons X, et d'autre part, la taille très faible des globules β (inférieure à 1μm) ne permet pas de réaliser des mesures d'orientations individuelles.

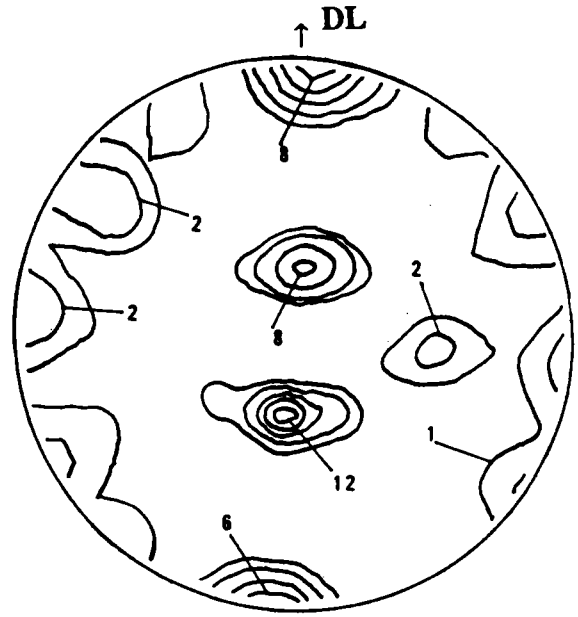
Les deux explications ci-dessus rejoignent les propositions de E. Gautier [66]. Cet auteur a signalé que la transformation de phase $(\alpha+\beta) \rightarrow \beta$ dépend essentiellement de la vitesse du chauffage. Pour des vitesses très rapides, il suppose que la tranformation est du type martensitique suivant le mécanisme de Burgers avec une sélection de variantes. En

revanche, pour des vitesses de chauffage moins rapides, la transformation de phase se fait par un régime diffusionnel. Dans ce cas, ce sont les germes constitués par les traces de la phase β, retenus à température ambiante, qui croissent au détriment de la phase α.

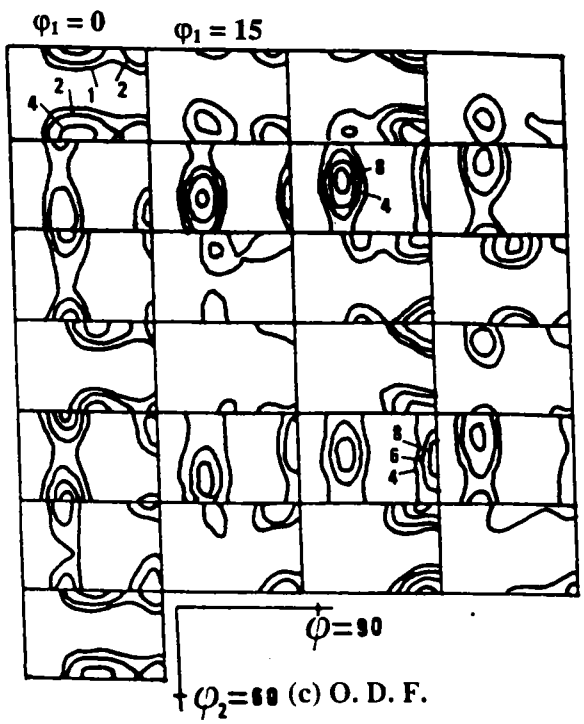
Considérant ces différents aspects, des études plus poussées (par exemple des études in situ en MET) sont nécessaires pour déterminer la nature de cette transformation de phase.



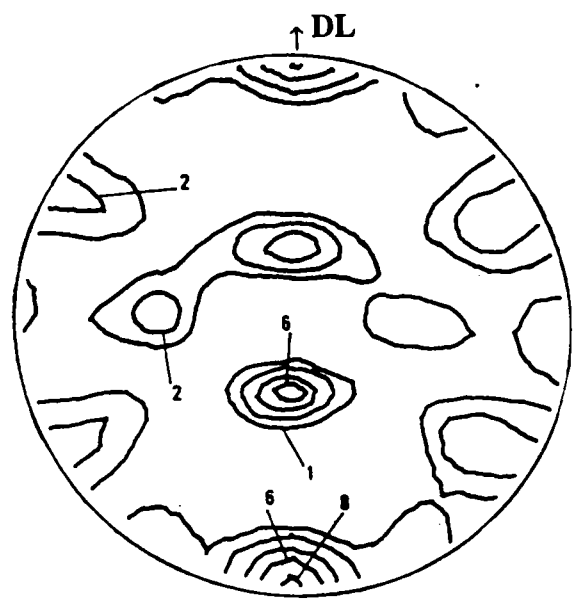
(a) O. D. F.



(b) (00.2)



(c) O. D. F.



(d) (00.2)

Figure IV-10 : Texture de la phase α après traitement thermique dans le domaine β :

(a) et (b) texture expérimentale.

(c) et (d) texture simulée.

b.) Transformation de texture après traitement thermique dans le domaine α +β

Dans cet exemple, la texture de la phase α est la superposition de la texture de la phase α_p et de celle de la phase α_s. Grâce aux mesures d'orientations individuelles, nous pouvons étudier séparément ces deux types de textures.

La figure IV-11-a montre les sections (toujours à φ_1 constant) de l'O.D.F. de la phase α_p obtenue à partir de 250 orientations. Dans ce calcul, nous avons pris le même facteur poids pour tous les grains et une largeur des gaussiennes de 8°. On retrouve sur la figure de pôles (00.2) (figure IV-11-b) la composante dite "basale" correspondant à la texture de la phase α initiale, mais avec une dispersion moins importante. Ces considérations microstructurales (texture, les grains de la phase non transformée présentent la même morphologie et à peu près la même taille que les grains de la phase α initiale) nous laissent penser que la phase α formée de grains équiaxes obtenue après ce traitement thermique correspond à notre avis à la phase α initiale.

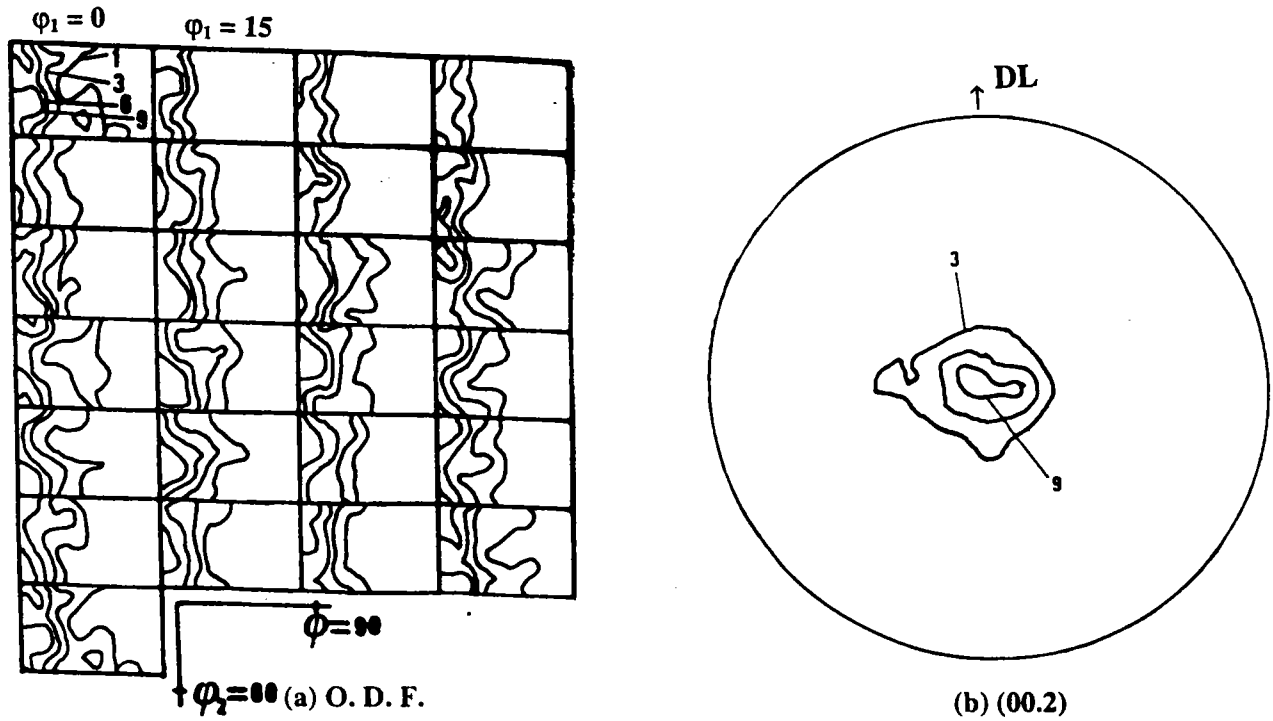


Figure IV-11 : Texture de la phase α-primaire (α_p).

En ce qui concerne la phase α_S, nous avons mesuré 3*115 orientations de platelets. La figure IV-12-a représente la fonction de texture expérimentale de cette phase. On retrouve les mêmes pics principaux correspondant à la texture de la phase α après le premier traitement (figure IV-10-a). Cependant, un examen plus attentif des fonctions de textures montre des pics moins intenses dans ce deuxième cas. Cette différence de texture est plus nette sur les figures de pôles (00.2). On constate en effet, sur la figure de pôles (00.2) de la phase α_S (figure IV-13-a), une dispersion plus importante autour des pics proches du centre de la figure (direction DN) et la disparition de quelques pics sur le bord (plan DL-DT).

Nous avons aussi simulé la texture de la phase α_S à partir de la texture de la phase β en utilisant le même modèle de transformation de texture sans sélection de variantes. La figure IV-12-b montre les sections à φ_1 constant de la fonction de texture simulée. En comparant à la fonction expérimentale (figure IV-12-a), nous retrouvons en moyenne les mêmes positions des pics principaux. Toutefois, certaines zones d'amplitudes moyennes dans la texture simulée sont désertées ou attenuées dans la texture expérimentale. Ce phénomène est plus visible si on compare les pics sur le bord des figures de pôles (00.2) simulée (figure IV-13-c) et expérimentale (figure IV-13-a).

Hormis les erreurs expérimentales (erreurs sur les mesures des orientations individuelles par l'E.B.S.P.), et les erreurs de calcul provenant des méthodes numériques employées, on peut supposer dans un premier temps que l'absence de ces pics est due à un problème statistique. Nous pouvons imaginer en effet, que le nombre des orientations individuelles mesurées pour calculer la texture expérimentale de la phase α_S est insuffisant pour que ces mesures conduisent à un résultat représentatif de tout l'échantillon. La texture calculée à partir de ces mesures ne correspond donc pas à la texture réelle. Nous avons déjà indiqué dans le chapitre I que le nombre des orientations individuelles a une influence importante sur le calcul de la fonction de texture totale. Nous avons aussi signalé que ce paramètre en lui-même est relié à d'autres facteurs comme la nature de la texture et la taille des grains. Il serait alors intéressant de comparer la texture, ou du moins la figure de pôles (00.2), mesurée par E.B.S.P. avec celle mesurée par les rayons X. A cet effet, nous avons déterminé la figure de pôles complète (00.2) (figure IV-13-b) à partir de trois figures de pôles incomplètes (00.2) mesurées par les rayons X dans les plans (DL-DT), (DL-DN) et (DT-DN). On retrouve au centre de cette figure les pics correspondant à la

texture de la phase α_p (axes **c** parallèles à DN). En ce qui concerne les pics correspondant à la phase α_s, cette figure confirme bien l'absence des pics sur le bord. En effet, on constate une concentrarion des pics dans les directions DT et DL, en revanche, les autres zones sur le bord de la figure de pôle sont désertes. Nous pouvons alors supposer que parmi tous les platelets de la phase α_s qui possèdent un axe **c** dans le plan de la tôle, ceux dont le pôle (00.2) est parallèle à DL ou DT sont sélectionnés par rapport aux autres lors de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha_s$.

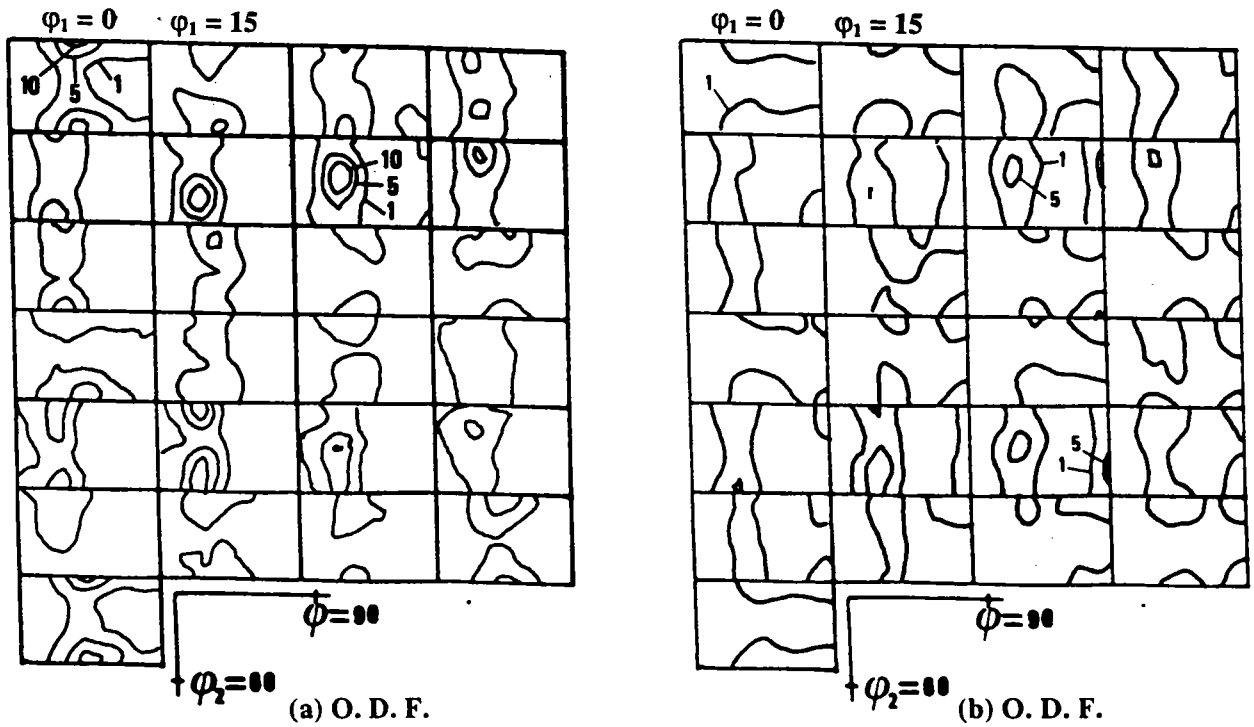
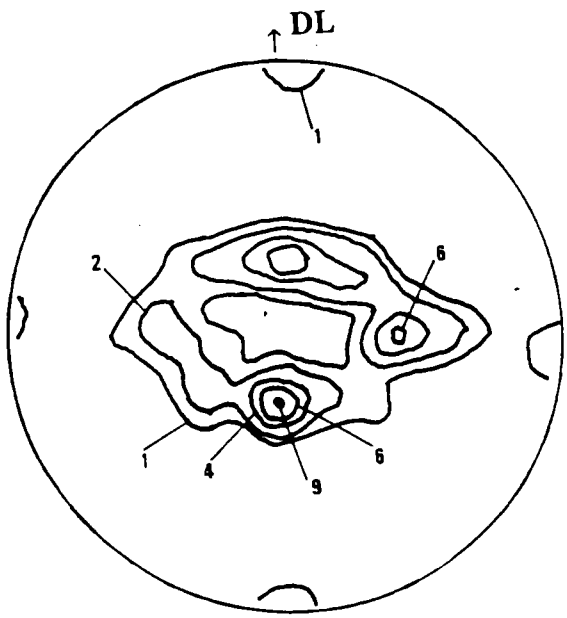


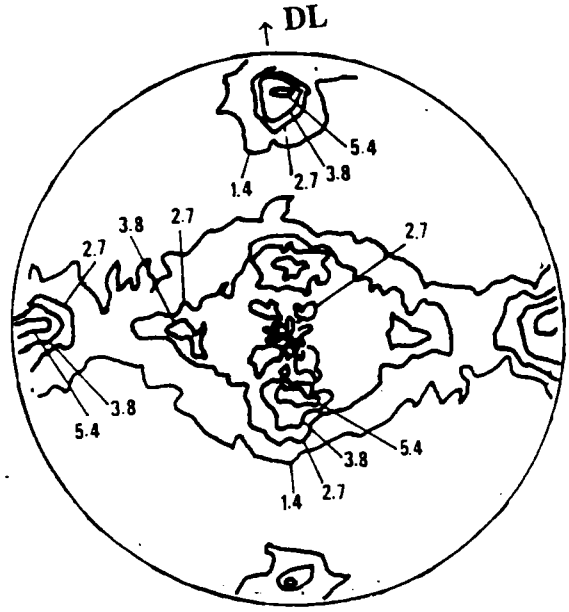
Figure IV-12 : O.D.F. de la phase α_s après traitement thermique dans le domaine $\alpha+\beta$:

(a) O.D.F. expérimentale.

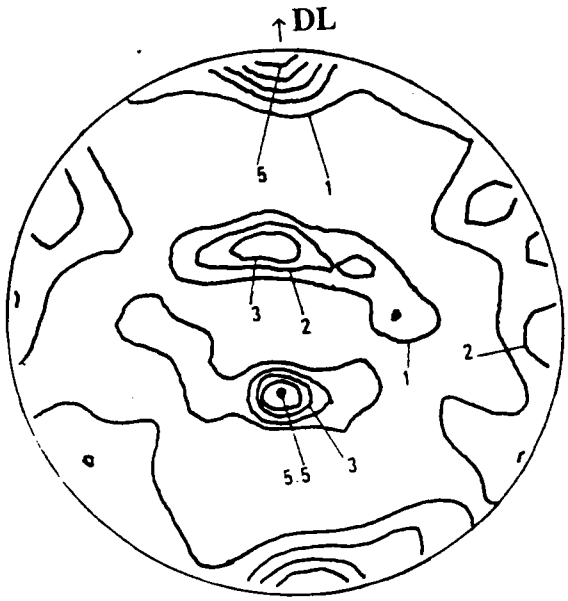
(b) O.D.F. simulée.



(a) (00.2)



(b) (00.2)



(c).(00.2)

Figure IV-13 : Figure de pôles (00.2) de la phase α_s après traitement dans le dmaine α-β :

(a) (00.2) mesurée par E.B.S.P., (b) (00.2) mesurée par RX (phase $\alpha + \alpha_s$).

(c) (00.2) simulée.

Par comparaison avec les résultats obtenus dans le cas du traitement dans le domaine β, nous pouvons supposer que la présence de la phase α_p modifie les conditions de cette transformation de phase. Ceci provoque, du moins à la surface de l'échantillon, une modification de la fréquence d'apparition des variantes.

Enfin, il faut signaler que malgré les quelques différences entre la figure de pôles expérimentale (00.2) mesurée par les rayons X et celle déterminée à partir des 3*115 orientations individuelles, ce nombre d'orientations nous semble suffisant pour reproduire la texture réelle.

IV. 7. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié le changement de texture de la phase α dans un alliage TA6V après deux traitements thermiques : le premier dans le domaine monophasé β, et le second dans le domaine biphasé α+β. Notre attention s'est portée principalement sur les modifications de texture lors de la transformation de phase β→α de refroidissement.

A cet effet, nous avons utilisé une méthode indirecte pour déterminer la texture de la phase β à haute température. Cette texture est très marquée dans le cas du traitement dans le domaine β et présente notamment par deux orientations principales avec une faible dispersion. L'échantillon traité dans le domaine α+β présente une texture de la phase β dont les orientations principales sont similaires au cas précèdent mais avec une dispersion plus importante.

A partir de la texture de la phase β, nous avons simulé la texture de la phase α en utilisant un modèle de transformation de texture sans sélection de variantes et en supposant que la transformation β→α obéit à la relation d'orientation de Burgers. La comparaison entre la texture de la phase α simulée et la texture expérimentale permet de tirer les conclusions suivantes :

- Dans le cas du traitement dans le domaine β, les textures simulée et expérimentale sont très proches. De ce fait, la transformation de phase se fait en moyenne sans sélection de variantes ou avec un faible sélection de variantes non déterminable par nos méthodes. Par ailleurs, la comparaison de la texture de la phase α initiale, texture relativement dispersée,

et la texture assez marquée de la phase β à haute température, montre que les mécanismes, opérant durant la transformation $\alpha \rightarrow \beta$ suivie du maintien de 30 mn à 1050°C, sont beaucoup plus compliqués que ceux intervenant durant la descente en température.

- Dans le cas de l'échantillon traité dans le domaine $\alpha+\beta$, toutes les variantes prédites par la simulation n'opèrent pas dans la réalité. Nous avons en effet noté, la disparition de quelques pics sur le bord de la figure de pôles expérimentale (00.2) mesurée par rayons X et par E.B.S.P. Ces pics correspondent à des platelets dont l'axe **c** appartient au plan du laminage. Ce phénomène est sans doute lié à la présence de la phase α_p.

Il ressort de cette étude qu'un changement des conditions physiques dans lesquelles se produisent la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ peut modifier l'apparition des variantes cristallographiques. Il serait alors intéressant d'étudier l'effet d'une contrainte extérieure sur les transformations de texture obtenues par changement de phase dans l'alliage TA6V. Cet aspect du problème sera traité dans le chapitre V.

V. EFFET D'UNE DEFORMATION A CHAUD SUR LA TRANSFORMATION DE TEXTURE DANS L'ALLIAGE TA6V

V. 1. Introduction

Une sollicitation extérieure appliquée avant ou pendant la transformation de phase (martensitique ou à caractère matensitique) a une influence importante sur le résultat de la transformation.

Sur le plan cristallographique, cette sollicitation peut provoquer une rupture de la symétrie de la transformation de phase dans la mesure où elle peut favoriser l'apparition de certaines variantes au détriment des autres.

De nombreuses recherches ont été effectuées pour étudier ce phénomène de sélection de variantes. C'est dans le cas de la transformation martensitique que ces recherches ont été poussées le plus loin. Par exemple, Bokros et al [59] ont étudié les mécanismes de la transformation martensitique sur des monocristaux dans un alliage Fe-Ni. Ils ont montré que la morphologie de la transformation a été considérablement simplifiée dans des monocristaux déformés plastiquement par compression avant la transformation de phase. Ils ont indiqué aussi que les variantes qui naissent sont couplées par groupe de quatre. D'autres auteurs ont confirmé leurs observations sur le même alliage déformé par traction [58].

Les résultats trouvés sur les monocristaux peuvent être généralisés dans le cas du polycristal. Humbert [25] a introduit, dans le cas d'un échantillon polycristallin de l'alliage Fe-Ni, une fonction statistique de sélection de variantes pour rendre compte de la sélection à l'échelle de tout l'échantillon.

En ce qui concerne le titane et ses alliages, Inoue [62] a noté une sélection de variantes sur un alliage β déformé à 90% avant transformation. Peters [48], lui, a remarqué, dans le cas du TA6V, qu'après laminage dans le domaine β, tous les plans $\{110\}\beta$ du cube ne deviennent pas des plans $\{00.2\}$. Les observations faites par cet auteur restent, toutefois, très qualitatives dans la mesure où il ne disposait pas de la texture β à haute température.

Dans cette étude, nous avons pu déterminer la texture de la phase β en utilisant la méthode indirecte décrite au chapitre III. De cette texture de la phase β à haute température, nous avons pu étudier l'effet d'une déformation sur la sélection de variantes. C'est ainsi que nous avons réalisé deux essais de compression à chaud sur deux échantillons ayant subi le même traitement thermique dans le domaine β présenté dans le chapitre précédent. En plus de ce traitement, le premier échantillon a subi une déformation élastique pendant la transformation de phase, et le second a été déformé à 38% dans le domaine β juste avant la descente en température.

V. 2. Traitements thermomécaniques

A partir de la tôle de 1 mm dont la texture et la microstructure ont été présentées dans le chapitre précédent, nous avons préparé deux échantillons destinés à deux cycles de déformations différentes. Ces déformations ont été réalisées par compression à chaud à l'école des Mines de Saint Etienne.

a.) Procédure expérimentale

La machine de compression que nous avons utilisée permet le contrôle des paramètres du traitement (temps, vitesse, température, force, déformation) tout au long de l'essai. Cet appareil est conçu pour réaliser des essais sur des éprouvettes cylindriques de 10 mm de diamètre et une hauteur $h \geq 7$ mm. La déformation ε est exprimée par le changement relatif de la hauteur ($\varepsilon = (h_0 - h) / h_0$). Pour pouvoir effectuer les essais sur les échantillons étudiés, qui ne dépassent pas 1 mm d'épaisseur, nous avons réalisé un échantillon type formé d'un empilement constitué de deux éprouvettes cylindriques de 3 mm d'épaisseur prenant en "sandwich" une éprouvette de 1 mm d'épaisseur. Les éprouvettes de 3 mm d'épaisseur ont été prélevées dans le même alliage. Pendant le chauffage et le temps de maintien précèdent la déformation, une faible précharge a été appliquée pour maintenir l'échantillon composite dans une position stable.

b.) Essais de compression à chaud

i.) Déformation élastique

Le traitement thermique est similaire au traitement thermique dans le domaine β sans déformation. En plus de ce traitement, nous avons appliqué une contrainte fixe de 5 MPa pendant le refroidissement entre 1050°C et 850°C (voir figure V-1).

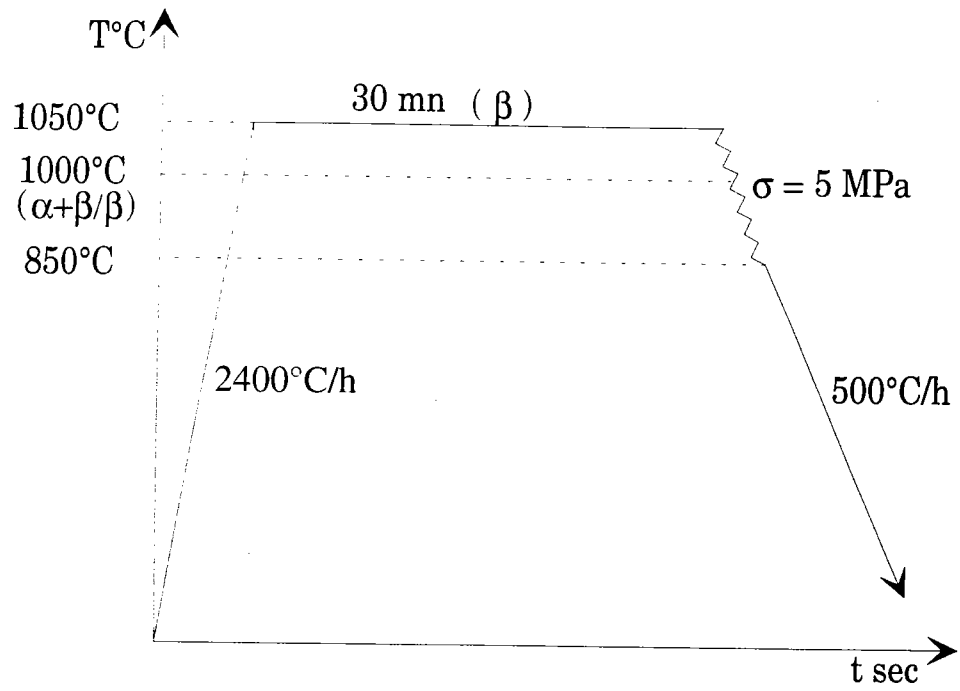


Figure V-1 : Traitement de compression à chaud : déformation élastique.

La microstructure obtenue après ce traitement, figure V-3-a, ne présente pas de grandes différences par rapport à celle correspondant au traitement dans le domaine β. Elle correspond toujours à une microstructure type "β transformée". La phase α conserve son caractère aiguillé. Les joints des ex-grains β forment un réseau bien visible et les platelets ne présentent aucune trace de déformation. Il semble alors que la contrainte appliquée au cours de cet essai a induit peu ou aucune déformation plastique ni dans la phase β ni dans la phase α.

ii.) Déformation plastique

Comme le montre la figure V-2, ce traitement comprend un chauffage à partir de la température ambiante jusqu'à 1050°C toujours à la vitesse de 2400°C/h. Après un maintien de 30 mn, l'échantillon a été déformé de 38% à la température 1050°C à une vitesse de $10^{-3}s^{-1}$. Cette déformation est immédiatement suivie d'un refroidissement rapide de 1°C/s jusqu'à 850°C, puis d'un refroidissement plus lent à une vitesse de 500°C/h jusqu'à température ambiante. La vitesse rapide de 1°C/s a été choisie d'une part, pour obtenir des platelets de tailles suffisamment larges et, d'autre part, pour minimiser le séjour dans le domaine β afin d'éviter une recristallisation précédant le changement de phase β→α. En effet, les études menées sur la recristallisation de la phase β après déformation plastique [38-41] ont mis en évidence la rapidité de la recristallisation de cette phase.

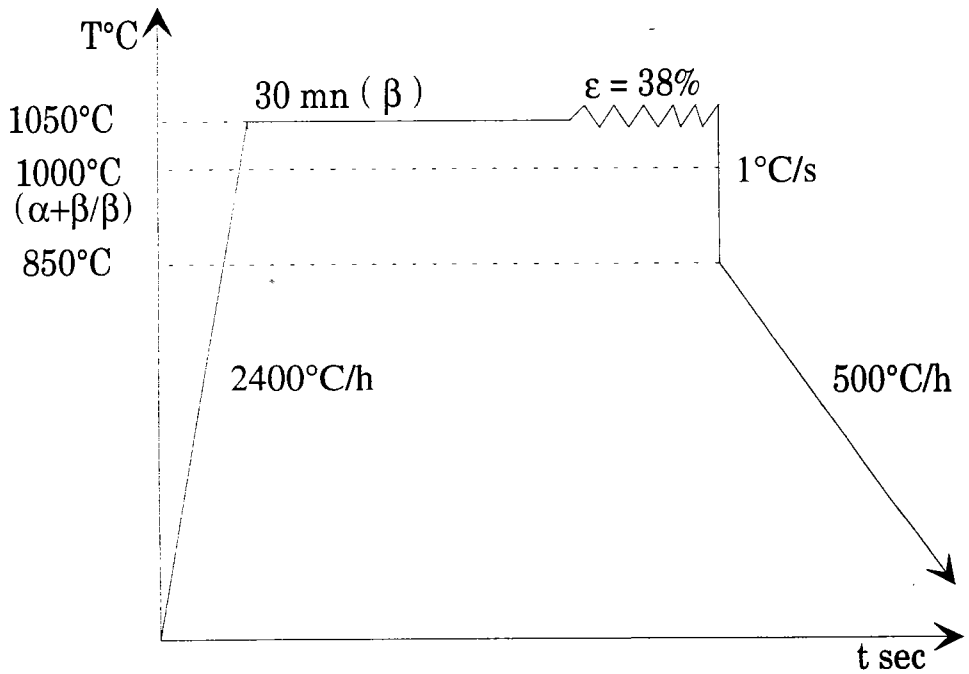
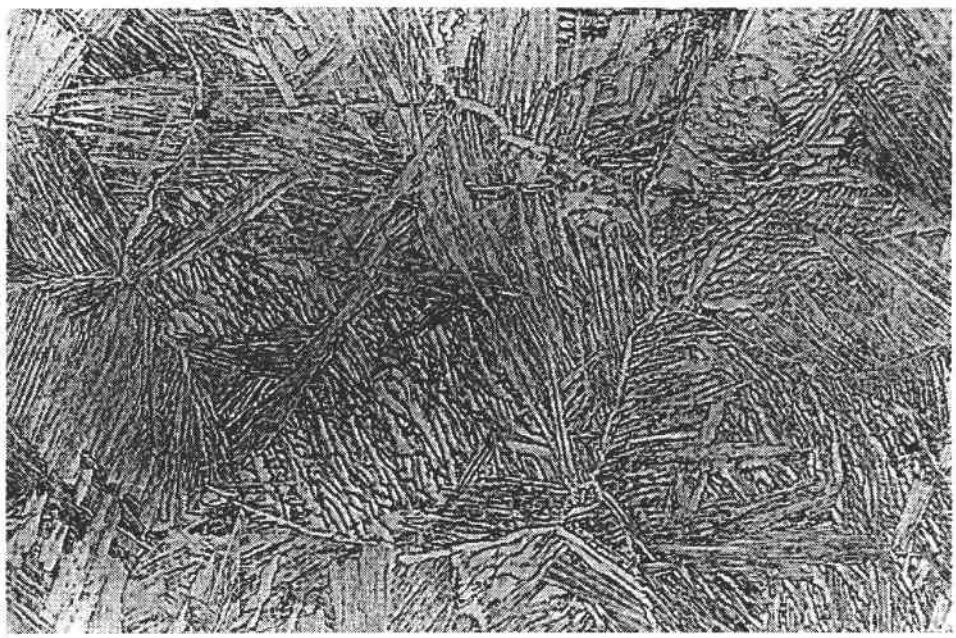


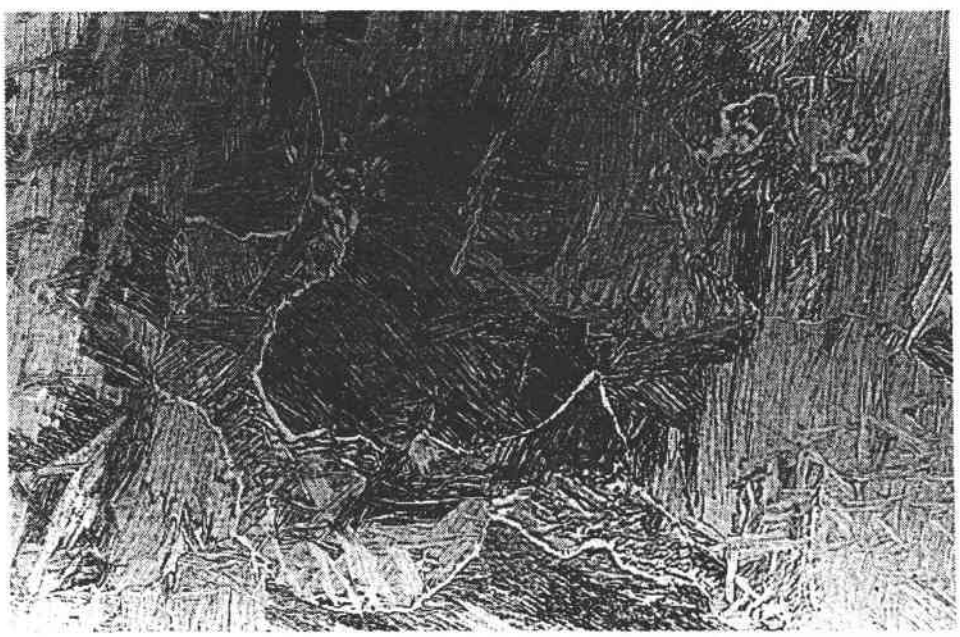
Figure V-2 : Traitement de compression à chaud : Déformation plastique de 38%.

La figure V-3-b illustre la microstructure obtenue après déformation de 38%. Cette micrographie met bien en évidence l'effet de la déformation sur l'évolution de la microstructure. On constate, en effet, que les joints des ex-grains β sont déformés et

prennent un aspect dentelé. Par contre, nous n'avons noté aucune irrégularité concernant la phase α. Cette phase conserve toujours une morphologie aiguillée. En considérant uniquement les observations morphologiques, il semble que la déformation plastique s'est produite entièrement dans le domaine β avant le changement de phase.



(a) G X 100



(b) G X 50

Figure V-3 : Microstructures après déformation à chaud :

(a) après déformation élastique.

(b) après déformation plastique.

V. 3. Texture de la phase β à haute température

Pour déterminer la texture de la phase β à haute température après ces deux traitements thermomécaniques, nous avons utilisé, comme précédemment, la méthode indirecte présentée au chapitre III. Ainsi, nous avons réalisé sur chaque échantillon la mesure d'orientations individuelles d'un certain nombre de platelets α. Aussi, pour les mêmes raisons que celles évoquées dans le chapitre IV, nous avons mesuré l'orientation de trois platelets par ex-grain β. A partir de ces orientations α, nous avons déterminé l'orientation d'un certain nombre de grains β représentatifs de l'échantillon. Nous nous sommes servis de ces orientations β pour évaluer la texture à haute température en utilisant le modèle mathématique des gaussiennes.

a.) Texture de la phase β après déformation élastique

Cette texture, calculée à partir de 84 orientations individuelles, présente les mêmes composantes principales que celles correspondant au traitement thermique dans le domaine β sans déformation (figure V-4-a).

b.) Texture de la phase β après déformation plastique

L'effet de la déformation plastique sur la microstructure se traduit par une perturbation des joints des ex-grains β. Par endroits, ces joints ne sont plus visibles et il nous est difficile de situer les limites des grains.

Afin de déterminer l'orientation d'un grain β, nous avons mesuré les orientations de trois platelets qui nous semblaient provenir du même grain. L'appartenance de ces platelets à un grain était vérifiée par corrélation de leurs orientations. Ainsi, parmi 115 triplets α, seuls 64 ont fourni les orientations β correspondantes en tolérant des écarts de 5° par rapport à la loi de Burgers.

La figure V-4-b représente la texture de la phase β calculée à partir de ces 64 orientations. L'examen de l'O.D.F. montre, en plus des orientations obtenues après traitement thermique sans déformation dans le domaine β, l'apparition d'une nouvelle

composante que l'on peut noter ϕ=0, $\varphi_1+\varphi_2$=45°. Cette composante correspond, comme le montre la figure de pôle (200), à un cube sur face tourné de 45°.

D'autres auteurs ont observé cette orientation de la phase β, notée aussi {100}<110>, sur un alliage du titane β laminé à froid à un taux de déformation très élevé [62] et sur le TA6V déformé à chaud dans le domaine β ou α+β [48].

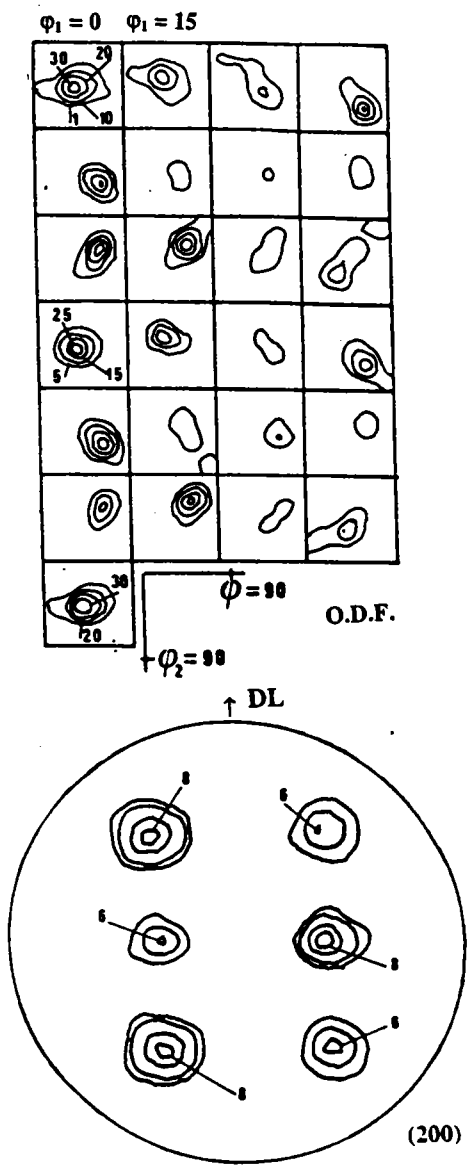
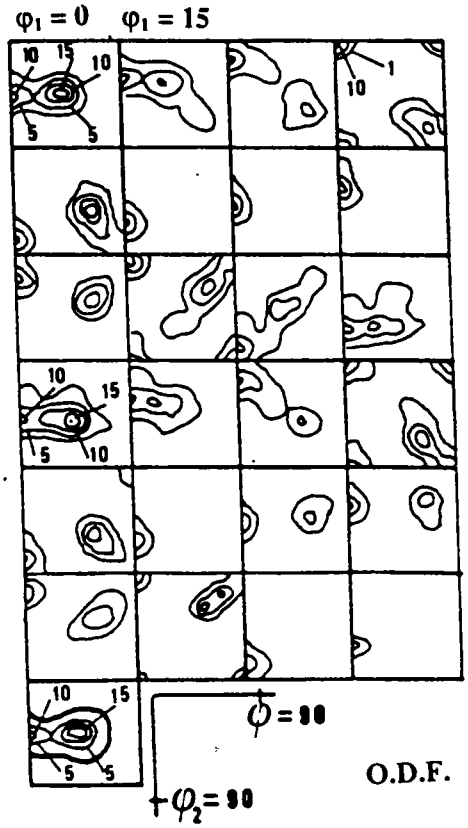


Figure V-4-a : Texture de la phase β à haute température après déformation élastique.



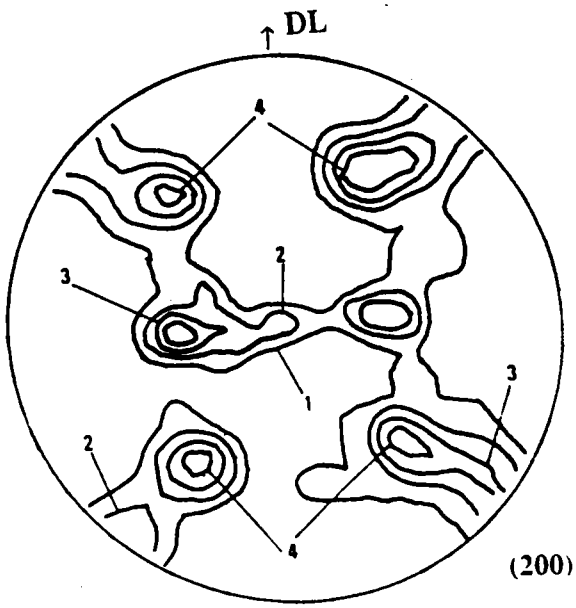


Figure V-4-b : Texture de la phase β à haute température après déformation plastique à chaud de 38%.

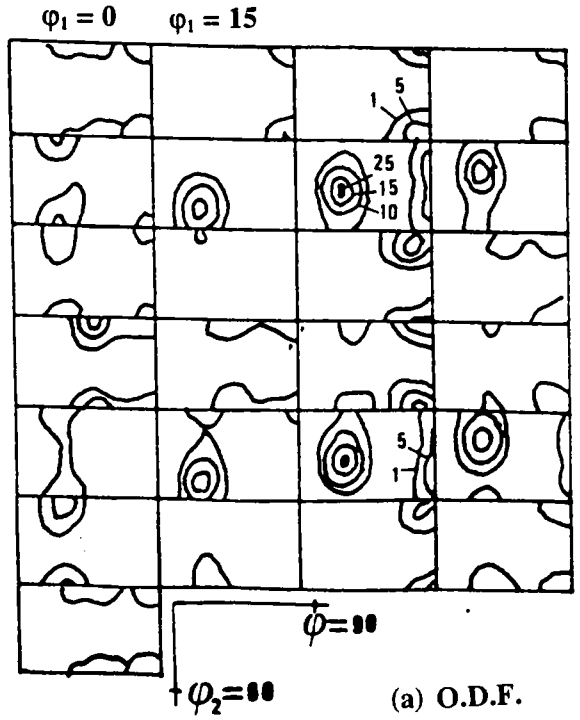
V. 4. Transformation de texture

Nous avons déjà indiqué que l'apparition des variantes cristallographiques à l'issue de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ est sensible aux traitements thermomécaniques subis par le matériau. Ainsi dans le chapitre précédent, nous avons étudié l'effet d'un simple traitement thermique dans le domaine β ou $\alpha+\beta$ sur la sélection de variantes. Afin de compléter cette étude, toujours dans le but de mieux comprendre les mécanismes de cette transformation, nous proposons dans ce paragraphe d'étudier l'effet d'une déformation à chaud sur cette sélection de variantes.

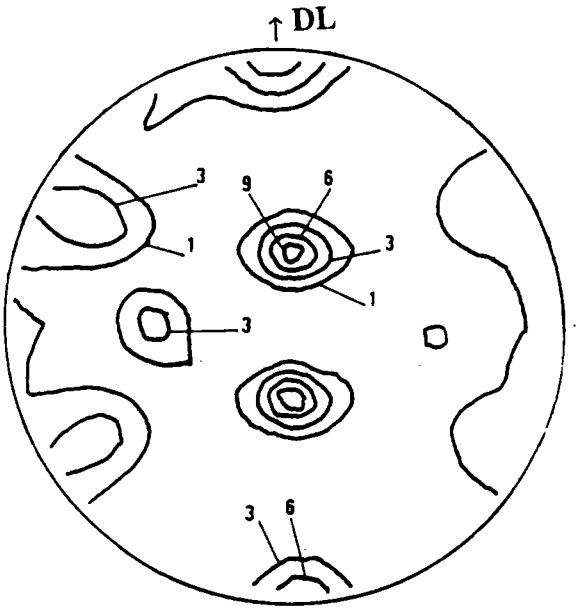
A cet effet, nous avons déterminé la texture expérimentale de la phase α à partir des orientations individuelles en attribuant le même facteur poids et une dispersion de 8° pour toutes les orientations. Cette texture a été comparée par la suite à la texture simulée sans sélection de variantes à partir de la texture de la phase β.

a.) Transformation de texture après déformation élastique

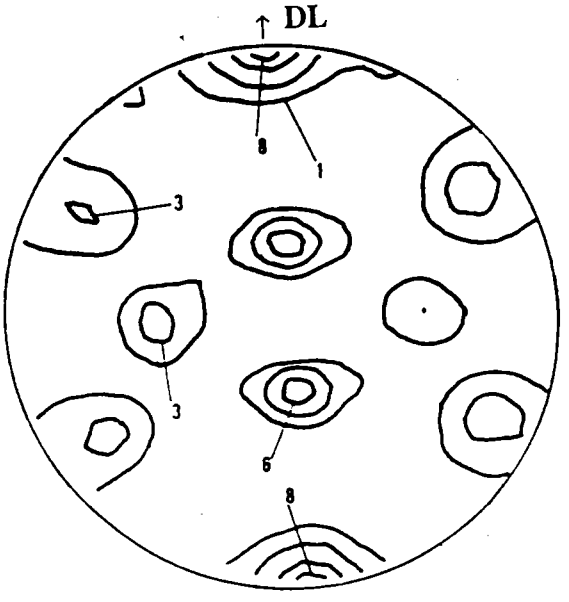
Les figures V-5-a et V-5-b représentent la texture expérimentale de la phase α calculée à partir de 3*115 orientations. On retrouve en moyenne la même texture que dans le cas du traitement thermique dans le domaine β. Cette texture est en bon accord avec la texture simulée sans sélection de variantes (figures V-5-c et V-5-d). Ainsi, nous pouvons considérer que pour cet échantillon, le passage du point de la transformation sous une contrainte de 5MPa ne modifie pas, ou très peu, la texture finale obtenue sous cette contrainte.



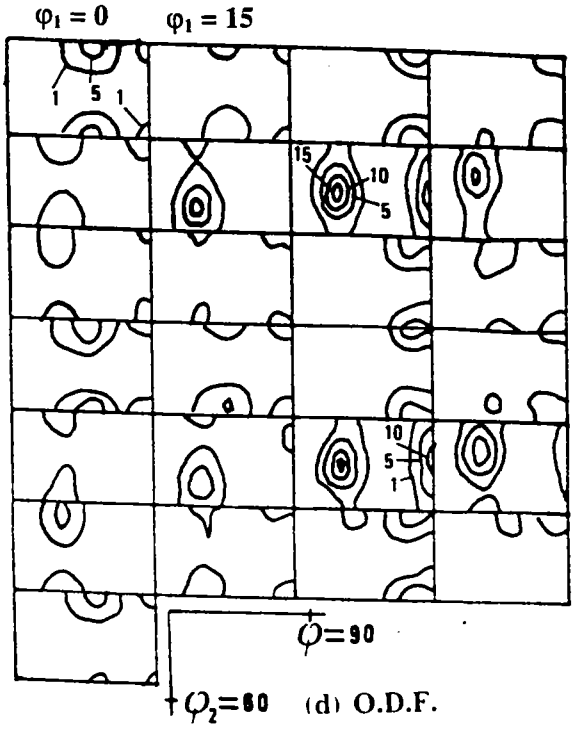
(a) O.D.F.



(b) (00.2)



(c) (00.2)



(d) O.D.F.

Figure V-5 : Texture de la phase α après déformation élastique :

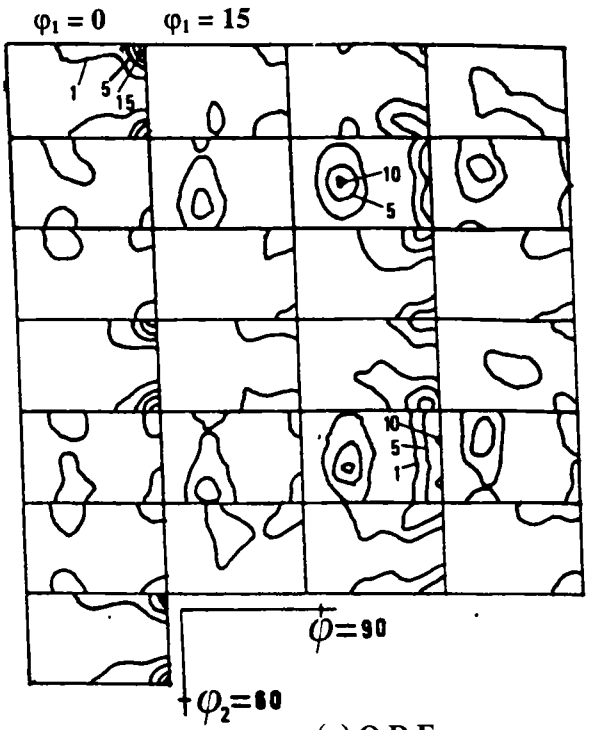
(a) et (b) texture expérimentale.

(c) et (d) texture simulée.

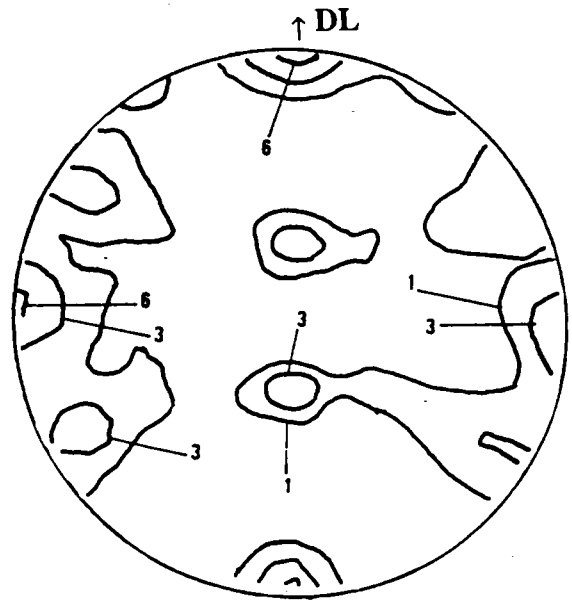
b.) Transformation de texture après déformation plastique

Les figures V-6-a et V-6-b montrent l'O.D.F. ainsi que la figure de pôles expérimentale (00.2) de la phase α calculées à partir de 3*115 orientations individuelles. L'examen de l'O.D.F. révèle un changement de texture par rapport à l'échantillon traité dans le domaine β sans déformation. En effet, en comparant les fonctions de texture expérimentales dans le cas de l'échantillon déformé (figure V-6-a) et dans le cas de l'échantillon non déformé (figure IV-10-a), on observe un renforcement des pics correspondant aux orientations (0, 90, 60) et (180, 90, 60) au détriment des pics caractérisant les orientations (90, 30, 30) et (270, 30, 30). On remarque aussi une atténuation des deux orientations (0, 50, 0) et (180, 50, 0). Ce changement de texture se traduit sur les figures de pôles expérimentales (00.2) (voir les figures V-6-b et IV-10-b) par une atténuation, dans le cas de l'échantillon déformé, de la composante correspondant aux pôles (00.2) dans le plan DN-DL à 30° de DN et un renforcement de la composante dite "transverse" où les axes **c** sont parallèles à DT. Par ailleurs, on note l'absence de pôles (00.2) dans le plan DN-DT à 50° de DN.

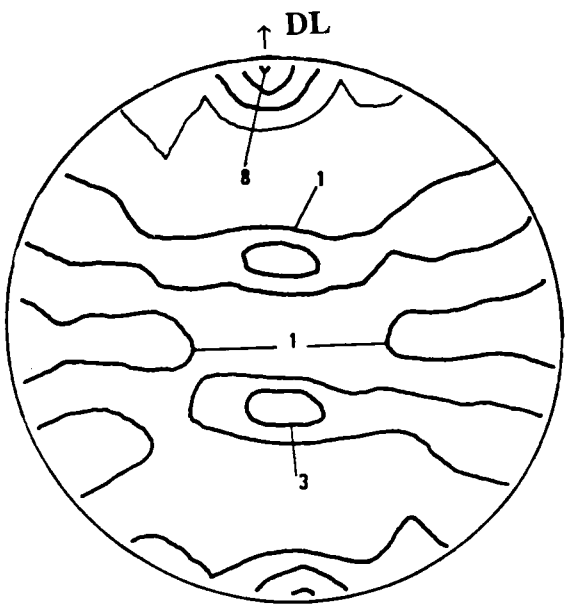
On peut se demander si ce changement de texture est dû au fait que les deux textures de la phase β à haute température ne sont pas les mêmes pour les deux échantillons (voir figures V-4-b et IV-8), ou au contraire, à une sélection de variantes opérant lors de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ dans le cas de l'échantillon déformé. A cet effet, nous avons déterminé la texture simulée sans sélection de variantes de la phase α à partir de la texture de la phase β à haute température. Il ressort de la comparaison entre la texture simulée (figures V-6-c et V-6-d) et la texture expérimentale (figures V-6-a et V-6-b) que les pics correspondant aux pôles (00.2) parallèles à DT sont plus marqués dans le cas de la texture expérimentale. D'autre part, on note sur la figure de pôles expérimentale une désertification des zones caractérisant des pôles (00.2) dans le plan DN-DT à 50° de DN. Il nous semble alors, d'après ces observations, que la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$, dans le cas de l'échantillon déformé, se fait avec sélection de variantes.



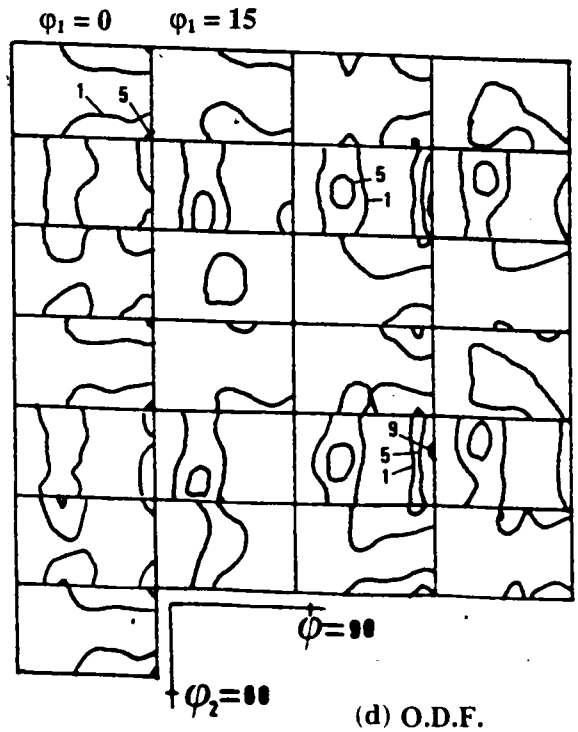
(a) O.D.F.



(b) (00.2)



(c) (00.2)



(d) O.D.F.

Figure V-6 : Texture de la phase α après déformation plastique :

(a) et (b) texture expérimentale.

(c) et (d) texture simulée.

Pour tenter d'identifier les variantes sélectionnées, nous avons utilisé une description simplifiée de la texture de la phase β, formée de trois gaussiennes centrées sur les orientations idéales $g_1^{\beta} = (0,40,45)$, $g_2^{\beta} = (180,40,45)$ et $g_3^{\beta} = (0,0,45)$. La dispersion autour des ces orientations a été fixée à 8°.

Pour chacune de ces orientations initiales, nous avons calculé les 12 variantes finales correspondantes de la phase α. Les figures (V-7-a, V-7-b et V-7-c) montrent les 12 variantes finales V_i^j (i fixe et $1 \leq j \leq 12$) de la phase α correspondant à chaque orientation initiale g_i^{β} ($1 \leq i \leq 3$). Nous avons également représenté la projection stéréographique des pôles (00.2) correspondant à ces variantes (figure V-7-d).

Cette projection stéréographique montre que les variantes issues de la même orientation initiale sont groupées par couple (exemple les couples (V_1^1, V_1^3), (V_2^5, V_2^7) et (V_3^9, V_3^{11}) ...). Les variantes couplées possèdent le même axe **c** (les mêmes angles φ_1 et ϕ) et diffèrent de 10°54' selon φ_2. En raison, d'une part, de cette disposition particulière des variantes et , d'autre part, de la dispersion de 8° autour des orientations idéales de la phase β, on note sur la figure V-7-c la superposition de quelques variantes provenant de l'orientation 3 (exemple le couple (V_3^6, V_3^8)...).

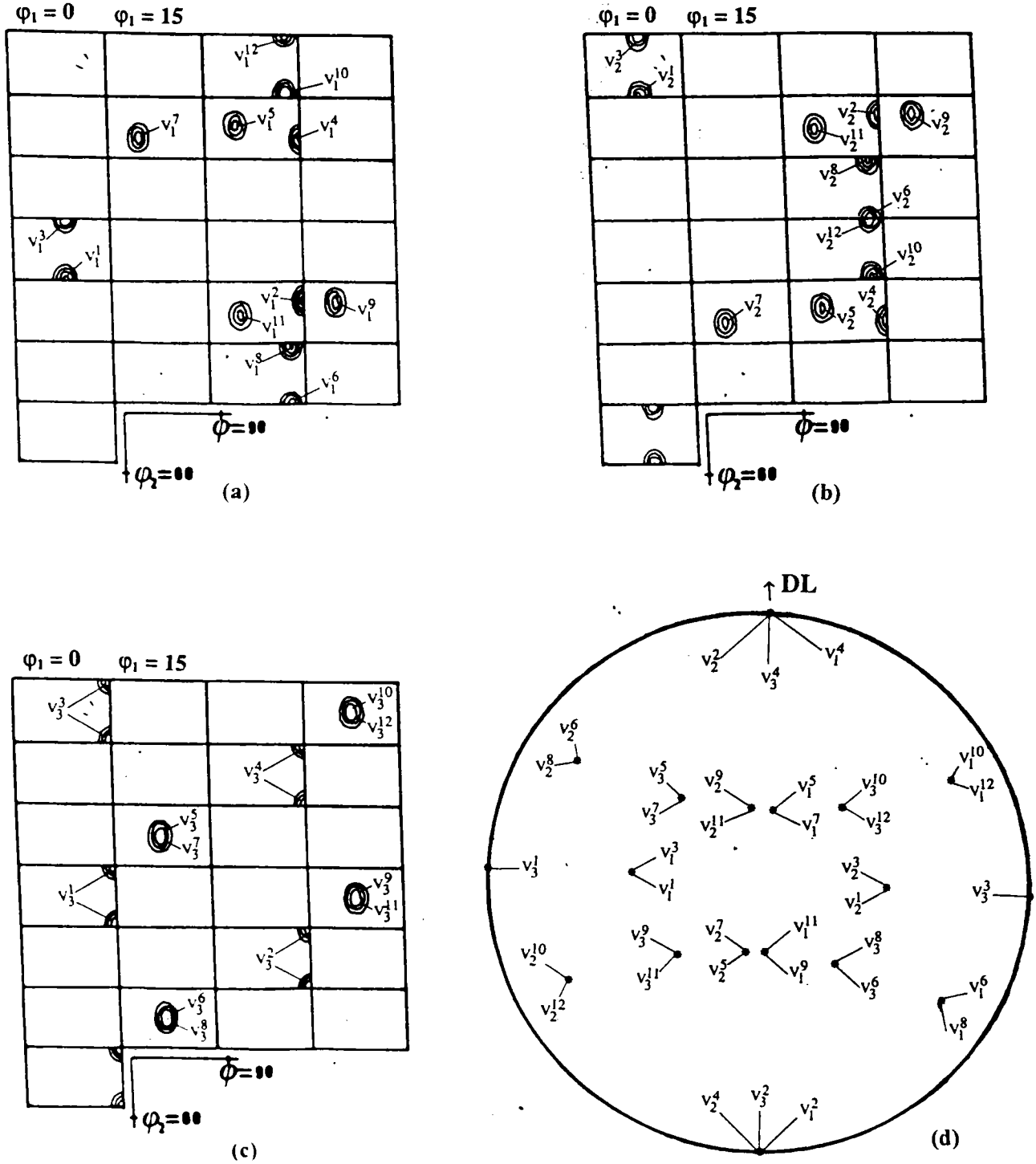


Figure V-7 : Représentation des variantes α issues des trois orientations $g_1^{\beta}(0,40,45)$, $g_2^{\beta}(180,40,45)$ et $g_3^{\beta}(0,0,45)$ de la phase β :

(a) variantes issues de l'orientation 1, (b) variantes issues de l'orientation 2 et (c) variantes issues de l'orientation 3.

(d) projection stéréographique des pôles (00.2) des variantes α.

D'après les figures V-6 et V-7, il apparaît que toutes les variantes issues des orientations 1 et 2 de la phase β sont sélectionnées, sans doute, à des degrés divers. On constate, en effet, que la texture simulée (figure V-6-d) reproduit assez bien les pics correspondant à ces variantes. Cependant, quand on compare les figures de pôles expérimentales (figure V-6-b) et simulée (figure V-6-c), on remarque que les variantes V_1^1, V_1^3, V_2^1 et V_2^3 qui possèdent un pôle (00.2) dans le plan DN-DT à 50° de DN (voir figure V-7-d) correspondent à des densités plus faibles dans le cas de la texture expérimentale.

En ce qui concerne les variantes de l'orientation 3 (figure V-7-c), les deux variantes V_3^1 et V_3^3 associées aux rotations (0, 90, 60) et (180, 90, 60) présentent des valeurs de f(g) expérimentales 3 fois plus élevées que dans le cas de la texture simulée. Il nous semble donc que, lors de la transformation de l'orientation 3 de la phase β, ces dernières variantes sont sélectionnées par rapport aux autres. Il faut noter aussi que ces deux variantes correspondent à des pôles (00.2) parallèles à DT (figure V-7-d).

Ces résultats confirment les observations de Peters et al [48]. Ces auteurs ont observé en effet, qu'après laminage de l'alliage TA6V dans le domaine monophasé β, la figure de pôles (00.2) de la phase α à basse température est constituée uniquement de la composante "transverse" où les plans (00.2) sont parallèles à DT. Ces auteurs emettent l'hypothèse que la présence de ce type de texture serait le résultat d'une sélection de variantes intervenant pendant la transformation de phase β→α. En supposant que la texture de la phase β à haute température soit constituée uniquement d'une seule orientation donnée par la rotation (0, 0, 45), ils ont indiqué que si la transformation s'opère avant la recristallisation de la phase β, alors le seul plan (110) sélectionné, parmi les six du cube, pour donner un pôle (00.2) est celui qui est parallèle à DT, d'où la texture "transverse" de la phase α à basse température. Par contre, si la transformation se fait après recristallisation, tous les pôles {110} ont la même probabilité de se transformer en des pôles (00.2) et la transformation β→α se fait sans sélection de variantes. Ces travaux n'étaient basés que sur des observations qualitatives de la texture de la phase α en l'absence de la texture de la phase β à haute température.

V. 5 Tests de quelques mécanismes de sélection de variantes

Dans le paragraphe précédent, nous avons pu identifier les variantes sélectionnées dans le cas de l'échantillon déformé dans le domaine β. Cet échantillon présente a priori les conditions favorables pour introduire une discussion sur quelques mécanismes physiques de sélection de variantes. En effet, il présente une texture β à haute température relativement simple (nous avons pu la décrire en première approximation par trois orientations idéales) et la déformation par compression correspond à un tenseur de contraintes à une composante.

Dans le cas de la transformation de phase de l'état solide, la détermination des mécanismes physiques qui gouvernent la transformation peut être d'une grande difficulté. Aussi est-ce pour cette raison que les différents auteurs ont été amenés à tester plusieurs hypothèses pour distinguer les paramètres qui peuvent avoir une action prépondérante sur la transformation.

Ainsi, en se basant sur des critères énergétiques, Patel et Cohen [60] ont montré que les plaquettes de martensite qui apparaissent, dans le cas de la transformation martensitique sur un alliage Fe-Ni, sont celles qui trouvent les conditions de contraintes les plus favorables. Toujours dans le cas de l'alliage Fe-Ni, Humbert [25] a simulé la transformation en testant deux hypothèses qui prennent en compte les aspects dimensionnels des échantillons. Dans la première hypothèse, l'auteur a considéré que les variantes qui se forment sont celles qui produisent une dilatation maximale dans l'épaisseur de la tôle. La seconde hypothèse considère que les variantes qui apparaissent sont celles qui assurent une déformation minimale dans le plan de la tôle.

D'autres auteurs ont formulé des hypothèses différentes. Davies et Bateman [67] ont considéré que les variantes qui se développent, dans le cas de la transformation martensitique, présentent des plans d'accolement parallèles au plan de la tôle. Bokros [59], lui, a fait un lien entre les variantes sélectionnées et les systèmes de glissements faciles dans la phase mère.

Dans cette étude, la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ ne présente pas un caractère martensitique en raison des vitesses de refroidissement utilisées. Dans ce cas, les règles de sélections qui opèrent ne peuvent être établies en considérant les plans d'accolement. En

revanche, l'hypothèse qui prend en compte la coïncidence entre systèmes de glissements actifs avant transformation et variantes nous semble plus logique. En effet, dans la matrice β déformée, les plans qui contiennent le plus de défauts (dislocations) sont ceux qui correspondent aux systèmes de glissements les plus actifs. Ces plans présentent, à notre avis, les sites les plus favorables pour la germination de la phase α.

D'une manière générale, le mode de déformation le plus actif lors de la déformation plastique à chaud est le glissement. Dans le cas des structures cubiques centrées, les systèmes de glissements les plus faciles sont les systèmes {110}<111>, {112}<111> et {123}<111>. Dans ce travail, nous avons établi les règles de sélections de variantes lors du changement de phase β→α en considérant uniquement les deux systèmes de glissement {110}<111> et {112}<111>. La correspondance entre ces systèmes de glissement et l'apparition des variantes α peut être expliquée de la manière suivante : le système de glissement {110}<111> est impliqué dans la relation d'orientation mutuelle entre les réseaux cubique et hexagonal. Nous pouvons alors supposer que la naissance de la variante hexagonale née d'un grain cubique et dont l'orientation par rapport à celui-ci est décrite par la relation d'orientation de Burgers a mis en oeuvre le système de glissement {110}<111>. Quant au système de glissement {112}<111>, Burgers suggère que le passage de la maille cubique centrée à la maille hexagonale peut être réalisé par une succession de mécanismes dont le premier est un glissement {112}<111>. Ainsi d'après cet auteur, nous pouvons faire une correspondance entre les systèmes de glissement {112}<111> et l'apparition des variantes α dans un grain β.

Nous avons alors calculé la texture de la phase α obtenue par changement de phase en faisant la correspondance entre les systèmes de glissement actifs dans un grain et les variantes sélectionnées. Les systèmes de glissement les plus actifs n'ont pas pu être déterminés expérimentalement, aussi les avons nous estimés soit par le calcul des facteurs de Schmid généralisés associés soit en considérant le taux de cisaillement de ces systèmes dans le cadre de la théorie de Taylor [68] relative à la déformation plastique.

a.) Modèle de sélection utilisant les facteurs de Schmid

Lors de la déformation plastique, le système de glissement (h k l)[u v w] le plus actif est celui qui correspond au facteur de Schmid le plus élevé. Le facteur de Schmid généralisé est donné par la relation :

$$F = \left| \sum_{i=1}^{3} \sum_{j=1}^{3} r_i v_j \right| \qquad \text{(V-1)}$$

- r_i et v_j sont les composantes dans le repère échantillon des vecteurs $\vec{V}$ et $\vec{r}$ tels que : $\vec{V}$ est le vecteur unitaire parallèle à la normale (h k l) du plan de glissement et $\vec{r}$ est le vecteur unitaire parallèle à la direction de glissement [u v w] (voir figure V-8).

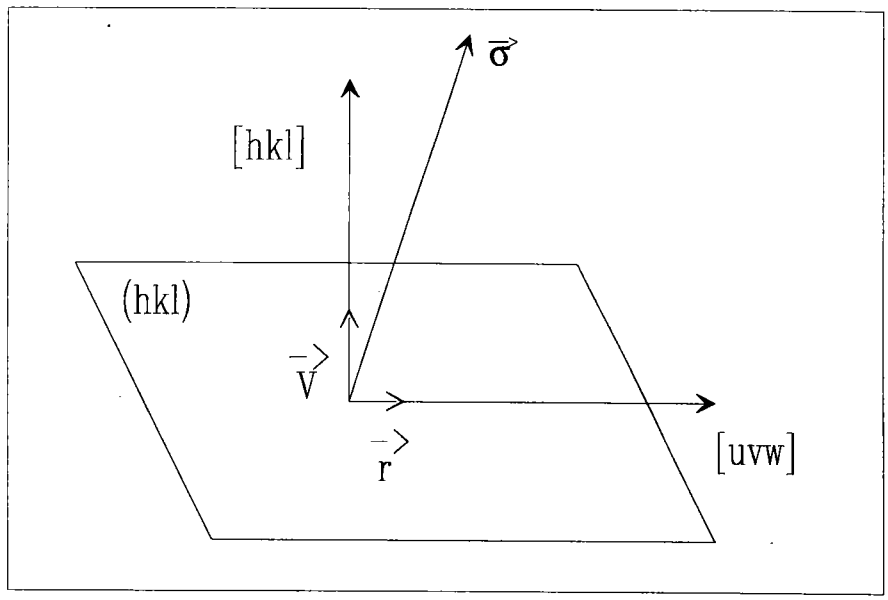


Figure V-8 : Illustration schématique de la loi de Schmid.

Dans ce premier exemple, nous avons considéré que les variantes α qui se développent correspondent aux système de glissement {110}<110> les plus actifs. A partir de la relation d'orientation :

$$(110)_\beta \,//\, (00.2)_\alpha$$
$$[\bar{1}1\bar{1}]_\beta \,//\, [11.0]_\alpha$$

nous avons fait une correspondance entre les variantes α et les systèmes de glissement. Ainsi par exemple, la variante n° 1 correspond au système $(110)[\bar{1}1\bar{1}]$. Les autres variantes et les systèmes de glissement associés sont déterminés par opérations de symétrie.

Ainsi, nous avons calculé les facteurs de Schmid pour les douze variantes et pour chacune des trois orientations idéales de la phase β. Les résultats de ces calculs sont présentés dans la table V-1. Nous pouvons constater d'emblée que cette hypothèse est à rejeter, car les quatres variantes V_3^1, V_3^2, V_3^3 et V_3^4 possédant la densité la plus élevée sur la texture expérimentale (voir figures V-6-a et V-7), correspondent à des facteurs de Schmid nuls.

Les règles de sélection qui opèrent ne peuvent donc être établies en considérant uniquement les systèmes de glissement {110}<111>. D'autres systèmes sont, semble-t-il, nécessairement actifs.

Nous avons alors effectué une deuxième simulation en remplaçant les systèmes {110}<111> par la famille {112}<111>.

Comme précédemment, à chaque variante α correspond un système de glissement. La première variante est définie par le système $(\bar{1}12)[\bar{1}1\bar{1}]$ et les autres variantes ainsi que les systèmes de glissement associés sont déduits par symétrie.

La table V-2 présente les douze facteurs de Schmid obtenus pour chacune des trois orientations idéales β. L'analyse de ces résultats montre que cette simulation reproduit bien les variantes sélectionnées à partir de l'orientation 3 du cube. En effet, les quatre variantes V_3^1, V_3^2, V_3^3 et V_3^4 possédant la densité la plus élevée sur la texture expérimentale (voir figures V-6-a et V-7) correspondent aux facteurs de Schmid les plus élevés. En revanche, en ce qui concerne les variantes issues des orientations 2 et 3, nous pouvons

remarquer que la deuxième plus grande valeur du facteur de Schmid (voir table V-1) correspond aux variantes V_1^1, V_1^3, V_2^1 et V_2^3 les plus atténuées sur la texture expérimentale.

Orientations β	N° de variante α.	Facteurs de Schmid.	N° de variante α.	Facteurs de Schmid.
$g_1^\beta = (0,40,45)$	1	0.28429	7	0.07125
	2	0.00000	8	0.21304
	3	0.28429	9	0.07125
	4	0.00000	10	0.21304
	5	0.38171	11	0.38171
	6	0.09743	12	0.09743
$g_2^\beta(180,40,45)$	1	0.28429	7	0.07125
	2	0.00000	8	0.21304
	3	0.28429	9	0.07125
	4	0.00000	10	0.21304
	5	0.38171	11	0.38171
	6	0.09743	12	0.09743
$g_3^\beta(0,0,45)$	1	0.00000	7	0.40825
	2	0.00000	8	0.40825
	3	0.00000	9	0.40825
	4	0.00000	10	0.40825
	5	0.40825	11	0.40825
	6	0.40825	12	0.40825

Table V-1 : Facteurs de Schmid correspondant aux variantes α issues des orientations 1, 2 et 3 de la phase β et aux systèmes de glissement {110}<111>.

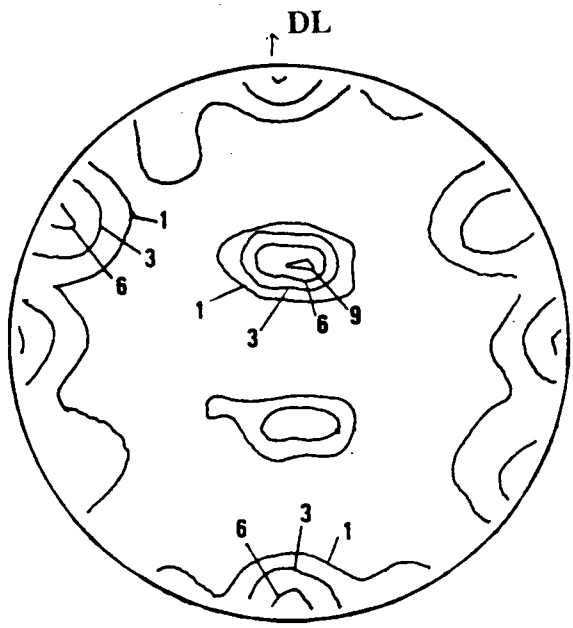
Orientations β	N° de variante α.	Facteurs de Schmid.	N° de variante α.	Facteurs de Schmid.
$g_1^{\beta} = (0,40,45)$	1	0.27663	7	0.04114
	2	0.24599	8	0.12300
	3	0.27663	9	0.04114
	4	0.08228	10	0.12300
	5	0.10789	11	0.10789
	6	0.38452	12	0.38452
$g_2^{\beta}(180,40,45)$	1	0.27663	7	0.04114
	2	0.24599	8	0.12300
	3	0.27663	9	0.04114
	4	0.08228	10	0.01230
	5	0.10789	11	0.10789
	6	0.38452	12	0.38452
$g_3^{\beta}(0,0,45)$	1	0.47140	7	0.23570
	2	0.47140	8	0.23570
	3	0.47140	9	0.23570
	4	0.47140	10	0.23570
	5	0.23570	11	0.23570
	6	0.23570	12	0.23570

Table V-2 : Facteurs de Schmid correspondant aux variantes α issues des orientations 1, 2 et 3 de la phase β et aux systèmes de glissement {112}<111>.

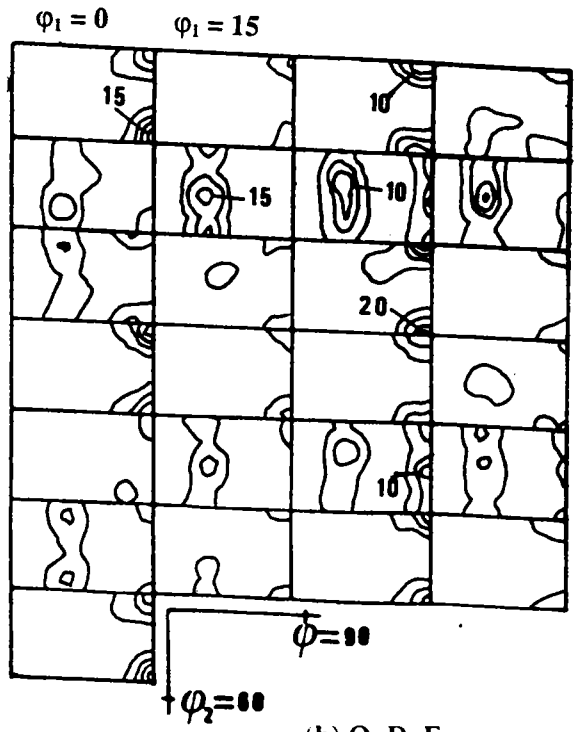
Bien que ces deux simulations ne permettent pas d'expliquer les règles de la sélection de variantes, elles permettent de tirer une conclusion importante : nous avons remarqué que l'utilisation du système de glissement {110}<111> fournit des résultats satisfaisants concernant les orientations 1 et 2. En revanche, pour l'orientation 3 de la phase β, le système {112}<111> apparaît mieux adapté.

Nous avons alors effectué une autre simulation en considérant les deux familles de systèmes de glissement {110}<111> et {112}<111>. Dans cette simulation, nous avons considéré l'ensemble des orientations des grains β à haute température. Pour chaque grain et pour les deux familles de systèmes de glissement, nous avons calculé les facteurs de Schmid correspondant aux douze variantes. Nous avons retenu les variantes qui correspondent au facteur de Schmid maximum avec une tolérance de 10%.

Parmi les 12*64 variantes α prévues dans le cas où la transformation β→α se fait sans sélection de variantes, 162 variantes ont été sélectionnées par cette simulation. La texture de la phase α déterminée à partir de ces 162 variantes est représentée sur la figure V-9. En comparant cette texture simulée à la texture expérimentale (figure V-6), nous pouvons remarquer que la position des pics principaux est assez bien reproduite. En effet, les pics de forte densité, dans la texture expérimentale et simulée correspondent assez bien (exemple les orientations idéales (0, 90, 0) et (90, 30, 30)). Toutefois, l'amplitude des pics et la dispersion autour des orientations idéales ne sont pas bien respectées. Ceci peut être dû au fait que la participation des systèmes {110}<111> et {112}<111> n'est pas équivalente ou qu'un troisième système de glissement (exemple {123}<111>} peut être actif.



(a) (00.2)



(b) O. D. F.

Figure V-9 : Texture de la phase α simulée en utilisant les facteurs de Schmid.

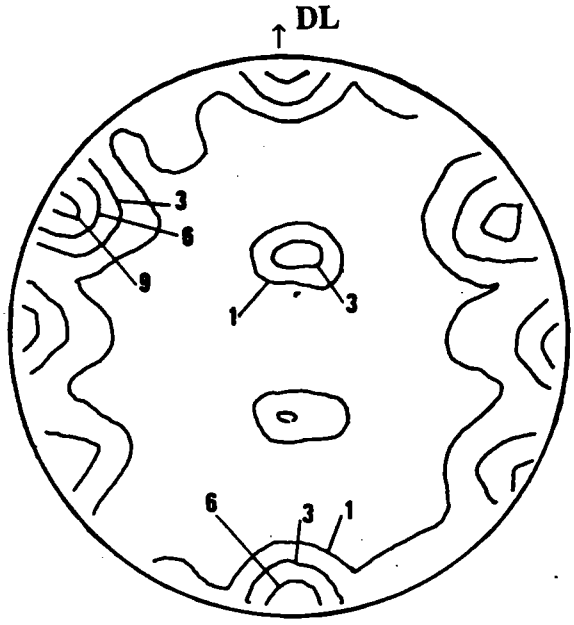
b.) Modèle de sélection utilisant les cisaillements de la théorie de Taylor

Dans ce cas, nous supposons que les variantes α sélectionnées sont celles qui correspondent aux systèmes de glissement possédant les taux de cisaillement les plus élevés fournis dans le cadre de la théorie de Taylor. Dans de ce travail, nous avons utilisé le modèle L.S.Taylor [69].

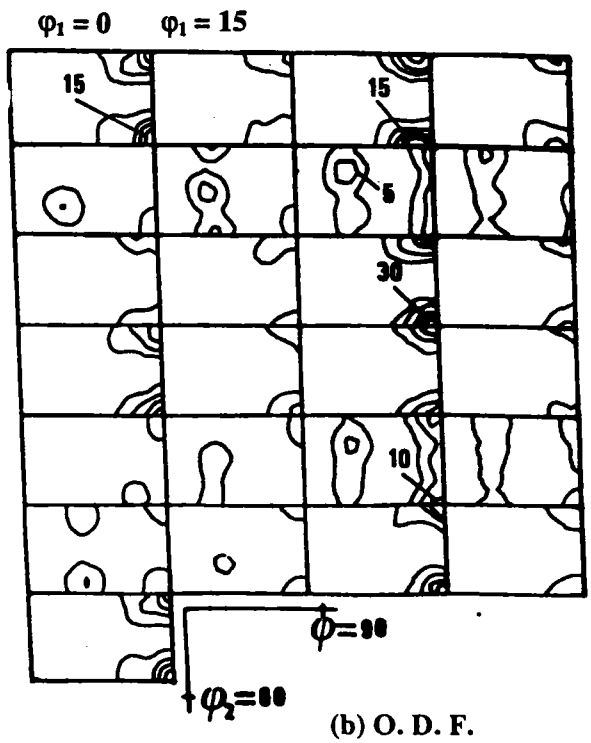
Nous avons supposé que les variantes engendrées correspondent aux systèmes de glissement les plus actifs à la fin de la déformation plastique. Pour repérer ces systèmes, nous avons simulé une déformation de 2% au matériau ayant subi expérimentalement une déformation plastique de 38%. Nous avons supposé que, pour cette déformation supplémentaire, les systèmes actifs étaient les mêmes que ceux qui l'étaient à la fin de la déformation.

Pour chaque grain β et pour les systèmes de glissement {110}<111> et {112}<111>, nous avons calculé les cisaillements correspondants. Nous avons retenu les variantes α qui correspondent au cisaillement maximum avec une tolérance de 40%. Dans ce calcul, nous avons pris un rapport 1/m = 4. Le paramètre m est le facteur de sensibilité à la vitesse de déformation. On estime la valeur de celui-ci comprise entre 0.333 et 0.2 pour le TA6V dans le cas de la déformation à chaud [70]. Par ailleurs, nous avons utilisé l'hypothèse de la déformation partiellement imposée en relâchant toutes les contraintes sauf la composante ε_{33}. Enfin, par une méthode "d'erreur et d'essai", nous avons attribué un poids de 1.1 au système de glissement {110}<111> et un poids de 1 pour le système {112}<111>.

163 variantes α ont été sélectionnées par cette simulation. La texture de la phase α simulée est présentée sur la figure (V-10). Comme dans le cas précédent, cette simulation rend bien compte de la position des pics mais les intensités ne sont pas bien reproduites. En effet, les pics correspondant aux orientations principales sur la texture expérimentale (figure V-6-a) sont bien reproduits sur la texture simulée (exemple les orientations (0, 90, 0) et (90, 90, 0)). En revanche, la dispersion autour des pics n'est pas bien respectée.



(a) (00.2)



(b) O. D. F.

Figure V-10 : Texture de la phase α simulée en utilisant les cisaillements obtenus par la théorie de Taylor.

Dans la simulation de la compression plastique, les systèmes de glissement, principalement actifs, obtenus selon les facteurs de Schmid maximums ou selon les cisaillements maximums fournis par le modèle de Taylor avec relâchement des déformations autres que ε_{33}, conduisent à des prévisions de textures de la phase α, proches l'une de l'autre, en raison de l'état de contrainte imposé dans la modélisation de Taylor.

Ces résultats prévisionnels sont voisins qualitativement de la texture expérimentale de la phase α. On constate, en effet, que les domaines angulaires à forte densité, dans les textures expérimentales et simulées correspondent assez bien. Cependant, ces domaines sont souvent moins dispersés dans le cas des textures simulées et certaines densités sont plus élevées (exemple les orientations (150, 90, 0) et (30, 90, 0)).

L'hypothèse, selon laquelle les variantes sélectionnées sont liées aux systèmes de glissement {110}<111> et {112}<111> les plus actifs, est à retenir, même si d'autres hypothèses peuvent être envisagées. Par ailleurs, il nous semble important d'affiner les résultats obtenus dans cette étude en mesurant davantage de grains β. Des techniques expérimentales in situ permettent aussi d'avoir une idée précise sur les systèmes de déformation et leur activité lors de la déformation à chaud.

V. 6 Conclusion

Dans le chapitre précédent, nous avons indiqué qu'un traitement thermique dans le domaine β a un effet négligeable sur la transformation de texture après la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$. Cependant, les opérations de mise en forme de l'alliage TA6V ne se limitent pas uniquement à de simples traitements thermiques, mais également à des traitements thermomécaniques réalisés avant, pendant ou après transformation de phase. Ces traitements peuvent influencer considérablement les conditions dans lesquelles s'opère cette transformation.

Dans ce chapitre, nous avons utilisé "l'outil" texture pour étudier l'effet d'une déformation sur la transformation de phase. Sur la base des deux exemples traités dans ce chapitre, il apparaît qu'une déformation élastique appliquée pendant la transformation de

phase a une influence négligeable sur la transformation de texture de l'échantillon traité. En revanche, une déformation plastique de 38% appliquée juste avant la transformation, favorise, en plus des orientations (0, 40, 45) et (180, 40, 45) obtenues après traitement sans déformation, le développement d'une troisième composante (0, 0 ,45) dans la texture de la phase β à haute température. Par ailleurs, les résultats des simulations semblent montrer que cette nouvelle composante se transforme avec une forte sélection de variantes contrairement aux deux autres. En effet, sur les douze variantes possibles correspondant au cas où la transformation se fait sans sélection, nous avons remarqué que les variantes qui possèdent un pôle (00.2) parallèle à la direction DT sont les plus présentes.

Nous avons aussi testé une hypothèse physique pour expliquer cette sélection de variantes. Les résultats encourageants obtenus nous laissent penser que les variantes qui se forment sont liées aux systèmes de glissement {110}<111> et {112}<111> les plus actifs dans la phase β. Ces débuts très prometteurs ouvrent une voie nouvelle dans la recherche des paramètres qui influent sur la transformation.

CONCLUSION GENERALE

L'objectif de ce travail consistait dans un premier temps à proposer une méthode indirecte pour déterminer la texture de la phase β à haute température dans l'alliage TA6V. En second lieu, nous avons utilisé cette méthode indirecte pour étudier les changements de textures liés à la transformation de phase β→α lors du refroidissement à température ambiante.

Nous avons proposé alors dans ce travail une méthode qui consiste à déterminer indirectement l'orientation d'un grain cubique β à haute température à partir de l'orientation des variantes hexagonales α issues de ce même grain par transformation de phase. Par corrélation des orientations d'un certain nombre de variantes α et en utilisant la relation d'orientation de Burgers et les opérateurs des groupes rotationnels de symétries cubique et hexagonale, nous avons montré en effet qu'il est possible de calculer l'orientation du parent potentiel β. Sur la base de ces résultats, il apparaît que dans le cas de la transformation β (b.c.c.)→α (h.c.p.), la connaissance de l'orientation de trois variantes hexagonales suffit pour déterminer l'orientation du grain parent cubique.

Cette méthode a été utilisée par la suite pour déterminer la texture de la phase β à haute température après différents traitements thermomécaniques. Le but de ces traitements était d'étudier, d'une part, l'effet de la transformation de phase β→α sur le changement de texture et, d'autre part, l'influence de l'état métallurgique du matériau avant transformation de phase sur la modification de texture.

Nous avons mis en évidence que, dans le cas d'un simple traitement thermique dans le domaine β à la température de 1050°C ou dans le domaine α+β à la température de 980°C, la texture de la phase β à haute température est relativement marquée. En effet, cette texture peut être caractérisée par deux orientations principales centrées en (0, 40, 45) et (180, 40, 45) avec une faible dispersion. En revanche, une déformation de 38% par compression à chaud fait apparaître une troisième composante que l'on peut décrire par la rotation (0, 40, 45).

A partir de cette texture β à haute température, nous avons simulé la texture de la phase α à basse température en utilisant un modèle de transformation de texture sans sélection de variantes fondé sur la relation d'orientation de Burgers. Sur la base des

résultats obtenus, il apparaît que la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ se fait globalement sans sélection de variantes dans le cas où le traitement thermique est effectué dans le domaine β. En revanche, lorsque le traitement thermique a lieu dans le domaine $\alpha+\beta$, il apparaît une sélection de variantes. En effet, les variantes prévues par la simulation dont les pôles (00.2) devraient être contenus dans le plan de laminage ne sont pas toutes présentes dans la réalité. Nous avons lié cette sélection de variantes à la présence de la phase α (α-primaire) non transformée à 980°C.

En ce qui concerne l'échantillon déformé dans le domaine β, nous avons remarqué que les orientations de la phase β décrites par les deux rotations (0, 40, 45) et (180, 40, 45) se transforment avec une faible sélection de variantes. Par contre, parmi les 12 variantes issues de la troisième orientation décrite par la rotation (0, 0, 45), celles qui correspondent à des pôles (00.2) parallèles à DT sont fortement sélectionnées.

Le modèle simplifié de transformation de phase utilisé dans cette étude ne rend pas compte des mécanismes physiques de la transformation. Pour cette raison, nous avons testé une hypothèse physique, dans le cas de l'échantillon déformé plastiquement dans le domaine β, afin de déterminer les règles de cette sélection. C'est ainsi que nous avons pu montrer que les variantes sélectionnées sont liées aux systèmes de glissement $\{110\}\langle 111\rangle$ et $\{112\}\langle 111\rangle$ les plus actifs dans la phase β. En effet, les résultats prévisionnels de la texture de la phase α, en considérant les systèmes de glissement, principalement actifs, obtenus selon les facteurs de Schmid maximums ou selon les cisaillements maximums fournis par le modèle de Taylor, sont voisins de la texture expérimentale. Des études expérimentales in situ devraient conforter ce résultat.

Par ailleurs, la texture relativement marquée de la phase β à haute température soulève des interrogations quant à la nature de la transformation $\alpha \rightarrow \beta$ qui se produit pendant la montée en température. En effet, si cette transformation obéit à son tour à la relation d'orientation de Burgers, alors une orientation initiale de la phase α produit 6 orientations distinctes de la phase β à haute température. En raison de la dispersion importante de la texture de la phase α initiale, la texture de la phase β à haute température devrait être beaucoups moins marquée que celle obtenue dans cette étude. Des études in situ de la transformation en microscopie électronique à transmission devraient apporter des éléments de réponse.

Pour finir, il faut noter que la méthode indirecte de détermination des orientations individuelles des grains β à haute température peut être utilisée pour la modélisation de la déformation plastique à chaud. En effet, si les microstructures à basse température présentent des platelets α de taille suffisamment large pour mesurer leur orientation par la technique E. B. S. P., cette méthode permet de déterminer les textures de la phase β avant et après déformation. Ces deux textures peuvent nous aider, en utilisant les différents modèles de plasticité, à déterminer les modes de déformations actifs pendant la déformation plastique à chaud.

REFFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] D. RUER
Thèse de Doctorat d'Etat, Université de Metz, 1976

[2] H. J. BUNGE
Z. Mettalkunde, vol. 56, 1965, p. 872

[3] R. J. ROE
J. of Apll. Phys., vol. 36, 1965, p. 2024

[4] H. J. BUNGE
Mathematische Methoden der Texturanalyse, 1969, (Verlag, Berlin)

[5] C. ESLING
Thèse de Doctorat d'Etat, Université de Metz, 1981

[6] H. J. BUNGE and C. ESLING
Quantitative Texture Analysis, DGM-SFM, Oberürsel, 1982

[7] F. WAGNER and M. HUMBERT
Texture and Microstructure, vol. 7, pp. 115-129

[8] H. J BUNGE, C. ESLING and J. MULLER
Acta Cryst., vol. A34, 1981, p.889

[9] M. DAHMS and H. J. BUNGE
"*ODF Calculation by Series Expansion from Incompletel Mesures Pole Figures using the Positivity Condition*" Part II, All Crystal Symmetries, 1988

[10] M. DAHMS and H. J. BUNGE
J. Appl. Cryst., vol. 22, 1989, p. 439

[11] F. WAGNER, M. HUMBERT, C. ESLING and J. MULLER
Proc. of ICOTOM-9, 1991, pp. 45-51

[12] ALAM
Proc. R. Soc. A, 1954, p. 221

[13] J. A. VENABLES and C. J. HARLAND
Phil. Mag., vol. 27, 1973, p.1193

[14] J. JENSEN and N. H. SCHMIDT
"*An automatic on line technique for determination of crystallographic orientations by EBSP*" TMS, 1990, p. 219

[15] D. J. DINGLEY and V. RANDLE
J. Mat. Sci., vol. 27, 1992, p. 819

[16] B. L. ADAMS, S. I. WRIGHT and K. KUNZE
Met. Trans. A, vol. 12A, 1993, p. 819

[17] H. J. BUNGE
Texture analysis in Materials Science, Butterworth's, London, 1982

[18] F. WAGNER
Thèse de Doctorat d'Etat, Université de Metz, 1983

[19] J. POSPIECH, K. LÜCKE and J. JURA
Proc.of ICOTOM-6, Tokyo, 1981, p. 1390

[20] K. LÜCKE, J. POSPIECH, K. H. VIRNICH and J. JURA
Acta. Met., vol. 29, 1981, p. 167

[21] F. WAGNER, H. R. WENK, C. ESLING and H. J. BUNGE
Phys. Status Solidi A, vol. 67, 1981, p. 269

[22] A. W. BOWEN
Proc. of ICOTOM-10, Clausthal, 1993, p. 315

[23] F. WAGNER
Experimental Techniques of Texture Analysis, Ed., H. J. Bunge, DGM,
Informationgesellschaft - Verlag, 1986, p. 115

[24] M. HUMBERT, F. WAGNER and C. ESLING
J. Appl. Cryst., vol. 25, 1992, p. 724

[25] M. HUMBERT
Thèse de Doctorat d'Etat, Université de Metz, 1987

[26a] H. J. BUNGE
Mathematische Methoden der Texturanalyse, Akademie-Verlag, Berlin, 1969

[26b] H. J. BUNGE
Texture Analysis in Materials Science, Butterworths, London, 1982

[27] C. ESLING, E. BECHLER-FERRY
Quantitative Texture Analysis, DGM-SFM, Oberürsel, 1982, p. 427

[28] E. C. BAIN
Trans. Am. Inst. Min. Metall. Pet. Eng., vol. 70, 1924, pp. 25-33

[29] G. KURDJUMOV and G. SACHS
Z. Phys., vol. 64, 19630, pp. 325-343

[30] Z. NISHIYAMA
Sci. Rep. Tohoku Imp. Univ., vol. 23, 1934, pp. 637-644

[31] G. WASSERMAN
Arch Eisenhüttenwes., vol. 16, 1933, pp. 149-155

[32] W. G. BURGERS
Physica, Vol. 1, 1934, pp. 561-569

[33] J. B. NEWKIRK and A. H. GEISLER
Acta. Met., vol. 1, 1953, p. 370

[34] C. J. McHARGUE
Acta. Cryst., vol. 6, 1953, p. 529

[35] A. J. WILLIAMS, R. W. CAHN and C. S. BARRETT
Acta. Met., vol. 2, 1954, p. 117

[36] P. GAUNT and J. W. CHRISTIAN
Acta. Met., vol. 7, 1959, p. 534

[37] M. HUMBERT, F. WAGNER, H. MOUSTAHFID and C. ESLING
A apparaitre dans J. Appl. Cryst.

[38] B. DE GELAS, L. SERAPHIN, R. TRICOT et R. CASTRO
Revue de Métallurgie, Janvier 1974

[39] Y. COMBRES et B. CHAMPIN
Matériaux et Techniques, Mai-Juin 1991

[40] B. CHAMPIN
24ième Collogue de Métallurgie de Saclay (INSTN), Juin 1981, pp. 235-244

[41] B. DE GELAS, M. ARMAND et R. TRICOT
Revue de Métallurgie, Janvier 1977

[42] B. HADJ SASSI, A. QUIVY et P. LEHR
Revue de Métallurgie, LXXI, vol. 2, 1974,pp. 73-84

[43] D. S. McDARMAID, A. W. BOWEN and P. G. PARTRIGE
J. Mat. Sci. vol. 20, 1985, pp. 1976-1984.

[44] R. A. WOOD and R. J. FAVOR (Eds.)
Titanium Alloys Hadbook, MCIC-HB-02, 1972, Battelle, Columbus

[45] J. C. CHESNUTT, A. W. THOMPSON and J. C. WILLIAMS
AFML-TR-78-68, 1978

[46] M. PETERS, A. GYSLER and G. LÜTJERING
Titanium 80, 4th Internationale Conference of Titanium, Kyoto, Japan, 1980, pp 1777-1786

[47] A. W. BOWEN
Mat. Sci. Eng., vol. 29, 1977, pp. 19-28

[48] M. PETERS, A. GYSLER and G. LÜTJERING
Titanium 80, 4th Internationale Conference of Titanium, Kyoto, Japan, 1980, pp. 925-935

[49] S. F. FREDERICK and G. A. LENNING
Met. Trans.B, vol. 6B, 1975, p. 601

[50] F. LARSON and A. ZARKADES
MCIC-74-20, 1974, Battelle, Columbus

[51] A. W. SOMMER and M. CREAGER
AFML-TR-76-222, 1977

[52] M. J. BLACKBURN, J. A. FREENEY and T. R. BECK
Advances in Corrosion Science and Technology, vol. 3, 1973,p. 67, Plenum Press, New York

[53] M. F. AMATEAU, D. L. DULL and L. RAYMOND
Met. Trans. A, vol. 5A, 1974, p. 561

[54] H. FUJII and H. G. SUZUKI
Sixth World Conference On Titanium, France 1988

[55] Titanium, A Technical Guide, M. J. DONACHIE, Jr. (Edt.)
ASM International, Metals Park, OH 44073, 1988

[56] H. M. LEE, J. R. SOH, Z. H. LEE and Y. S. KIM
Scr. Met., vol. 29, 1993, pp. 497-501

[57] H. MIYAJI and E. I. FURUBAYASHI
Texture and Microstructure, vol. 14, 1991, pp. 561-566

[58] T. N. DURLU and J. W. CHRISTIAN
Acta. Met., vol. 27, 1979, p. 63

[59] J. C. BOKROS and E. F. PARKER
Acta. Met., vol. 11, 1963, pp. 1293-1301

[60] J. R. PATEL and M. COHEN
Acta. Met., vol. 1, 1953, pp. 531-537

[61] Z. S. ZHU, J. L. GU and N. P. CHEN
Scr. Met., vol. 30, 1994, pp. 605-609

[62] H. INOUE, S. FUKUSHIMA and N. INAKAZU
Mat. Trans., JIM, vol. 33, 1992, pp. 129-137

[63] H. INOUE and N. INAKAZU
Proc. of ICOTOM-8, 1988, pp. 997-1004

[64] S. F. FREDERICK
AFML-TR-73-625, 1973

[65] S. MIYAZAKI, K. OTSUKA and C. M. WAYMAN
Acta. Met., vol. 37, 1989, pp. 1873-1884

[66] E. GAUTIER
Communication privée

[67] D. DAVIES and R. M. BATEMAN
Proc. of ICOTOM-6, Iron and Steel Institute of Japn, 1982, vol. 1, p. 690

[68] G. I. TAYLOR
J. Inst. Met., vol. 62, 1938, p. 307

[69] L. S. TOTH
'Rate sensitive Taylor software', University of Metz, 1993

[70] Y. COMBRES
Communication privée