



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>



INSTITUT SUPERIEUR DE GENIE MECANIQUE
ET PRODUCTIQUE

THESE

Présentée à



UNIVERSITE DE METZ

PAR

Fateh BAGHDOUCHE

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

SPECIALITE : *SCIENCES DE L'INGENIEUR*
OPTION : *Mécanique, Matériaux et structure*

**ETUDE DES TRANSFORMATIONS DE PHASE ET DE L'EVOLUTION DE
TEXTURE CRISTALLOGRAPHIQUE EN FONCTION DU TAUX DE
DEFORMATION ET DU TRAITEMENT THERMIQUE DANS L'ALLIAGE
EQUIATOMIQUE TiNi**

Soutenue le 02 juillet 1998 devant le jury composé de :

A. VADON

Maître de conférences à l'E.N.I. de Metz

Directeur de thèse

R. PENELLE

Directeur de recherche C.N.R.S. à Orsay

Rapporteur

N. BROLL

Directeur de FORTEX ENSAIS à Strasbourg

Rapporteur

J.J. HEIZMANN

Professeur à l'Université de Metz

Examineur

A. EBERHARDT

Professeur à l'Université de Metz

Examineur

M.H. MA

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE DE METZ

Invitée

B. PRANI



Invité

Invité

022 190299 0

LABORATOIRE D'ETUDE DES TEXTURES ET APPLICATION AUX MATERIAUX

REMERCIEMENTS

J'exprime ma gratitude à Monsieur le Professeur Jean-Julien HEIZMAN, pour m'avoir accepté dans son laboratoire de Métallurgie Physique et Chimique de Metz, pour les conseils et encouragements qu'il m'a constamment prodigués.

J'exprime ma vive reconnaissance à Monsieur Albert VADON, Maître de Conférence à L'E.N.I. de Metz, Directeur de thèse à l'Université de Metz, pour avoir accepté mes inscriptions dans cette discipline, pour m'avoir accordé son temps et toute sa compétence avec une grande générosité tout au long de cette thèse.

Je remercie vivement Monsieur Richard PENELLE pour avoir accepté d'être rapporteur de cette thèse.

Je voudrais assurer de ma reconnaissance à Monsieur BROLL Norbert, qui a bien voulu être rapporteur au jury de cette thèse.

Mes sincères remerciements s'adressent à messieurs André EBERHARD, Professeur à l'Université de Metz, B. PRANDY, Ingénieur à Mémo métal qui ont accepté de participer au jury de cette thèse. Je remercie encore Monsieur B. PRANDY, pour la fourniture des fils de TiNi.

Je tiens à remercier Monsieur C. Laruelle, Ingénieur responsable du goniomètre du laboratoire LETAM pour son aide à la résolution des problèmes techniques et informatiques que j'ai rencontrés.

Je tiens aussi à remercier Madame Matton Marie Hélène, Ingénieur de recherche au laboratoire Léon Brillouin au C.E.N. de Saclay pour les essais de diffraction des neutrons.

Enfin je remercie tous les membres du laboratoire Messieurs A. Tidu, J. Bessières, A. Modaressi, B. Djafar, K. Elghazouli, F. Moreau, L. Jolly, B. Bolle pour leur soutien et leur sympathie.

A ma femme,

à ma fille Ines,

à mes parents,

à mes frères et sœurs,

à la mémoire de mes grands parents,

à tous mes amis.

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ	
N° inv.	1998089 S
Cote	S/M3 98/43
Loc	Magasin

Principales notations

A_s	Température de début de transformation austénitique;
A_f	Température de fin de transformation austénitique;
M_s	Température de début de transformation martensitique;
M_f	Température de fin de transformation martensitique;
B₂	Phase haute température ou Austénite
B'₁₉	Phase à basse température ou Martensite
A.M.F.	Alliage à mémoire de forme;
F.D.P.	Figure de pôles
T.D	Taux de déformation
DV	Elément de volume diffractant
V.T	Vecteur texture
F.D.O.	Fonction de distribution des orientations
V.T.A.	Vecteur texture axiale
M.V	Méthode Vectorielle
M.F.D.P.	Multi-Figures de pôles
B.D.F.	Bruit de fond
TiNi 50-50	L'alliage équiatomique TiNi
2PG	Les deux pics à gauche du pic (11-1)
3PD	Les trois pics à droite du pic (11-1)
6P	Les six pics de diffraction X 2PG+(11-1)+(3PD)
PHASE (M)	La phase martensitique
PHASE (A)	La phase austénitique
PHASE R	La phase intermédiaire R
θ	Angle de Bragg
D_{hkl}	Distances interréticulaires
H K L	Indices de Muller
M.P.D.S	Minimum Pole Density Set

Glossaire

Austénite : Phase des aciers au carbone métastable à haute température ($T > A_f$)

Education d'un AMF : Chargement thermomécanique répété qui crée dans le matériau une microstructure orientée favorisant des variantes particulières lors d'un refroidissement sans contraintes appliquées.

Effet mémoire simple sens : Capacité des AMF à subir une déformation permanente (à froid ou lors d'un refroidissement sous contrainte) recouvrable lors d'un réchauffage.

Effet mémoire double sens : Après éducation d'un AMF, un matériau passe de manière réversible d'une forme haute température à une forme basse température par simple cyclage thermique (sans contrainte appliquée).

Fatigue et vieillissement : Dégradation (par rupture ou / et par évolution des points de transformation) des AMF sous l'effet de chargements thermomécaniques répétés ou simplement sous charge constante.

Martensite : Phase des aciers au carbone métastable à basse température ($T < M_f$)

Plan d'habitat ou plan d'accolement : Interface plane qui sépare l'austénite de la martensite

Réversibilité de la transformation : Capacité des alliages à mémoire de forme à subir une déformation importante réversible lors de la décharge

Superplasticité : Propriété des AMF de se déformer de façon réversible de plusieurs %

Températures caractéristiques : M_s (Martensite start) : Température de début de transformation martensitique sous contrainte nulle.

M_f (Martensite finish) : Température de fin de transformation martensitique sous contrainte nulle.

A_s (Austénite start) : Température de début de transformation inverse sous contrainte nulle.

A_f (Austénite finish) : Température de fin de transformation inverse sous contrainte nulle.

Transformation par burst : Caractère discontinu de la transformation austénite - martensite.

La transformation inverse se produisant par germination de l'austénite dans la martensite, la phase austénitique ne retrouve pas son orientation d'origine.

Transformation martensitique : Changement de phase à l'état solide durant lequel

l'austénite se transforme en martensite. Ce changement est accompagné d'une déformation locale du matériau correspondant à un cisaillement important.

Transformation thermoélastique : Transformation caractérisée par une croissance continue de la phase martensitique à partir de la matrice austénitique. La transformation inverse s'opère par un mouvement de retour des interfaces.

Variante de martensite : Ensemble des éléments de volume de martensite ayant subi le même cisaillement (intensité et direction).

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE	1
I. TRANSFORMATIONS MARTENSITQUES ET EFFET MEMOIRE DE FORME.	
APPLICATION AUX AMF DE TiNi.....	3
I-1. Introduction	3
I-2. Transformations martensitiques thermoélastiques	3
I-2-1. Propriétés de la transformation martensitique	4
I-2-2. Points de transformation. Caractère thermoélastique.....	4
I-3. Propriétés thermomécaniques des alliages à mémoire de forme.....	6
I-3-1. Effet caoutchoutique et effet de mémoire de forme.....	6
I-3-2. Effet de mémoire double sens.....	8
I-3-3. Effet mémoire de forme simple sens.....	8
I-4. Etude bibliographique de l'alliage TiNi.....	10
I-4-1. Transformations dans l'alliage TiNi.....	10
I-4-2. Comportement de la mémoire de forme associée aux transformations R et martensitiques dans l'alliage TiNi.....	13
I-4-3. Microstructure et morphologie.....	15
I-4-3-1. Microstructure et morphologie de la phase R.....	15
I-4-3-2. Microstructure et morphologie de la phase martensitique.....	16
I-4-4. Partie du diagramme d'équilibre, généralités.....	20
I-4-5. Traitements thermiques.....	21
I-4-6. Comportement mécanique.....	23
I-4-7. Cyclages thermique et mécanique.....	24
I-4-7-1. Cyclage thermique.....	24
I-4-7-2. Cyclage thermomécanique.....	25
I-4-8. Quelques applications des alliages TiNi.....	25
I-4-8-1. Applications médicales.....	26
I-4-8-2. Conversion énergie thermique-énergie mécanique.....	26
Conclusion.....	27

II. METHODES EXPERIMENTALES ET MATERIAUX.....	28
II-1. Etude par diffraction X des transformations de phase de l'alliage TiNi en fonction du taux de déformation et du traitement thermique.....	28
II-1-1. Intérêt de la diffraction X.....	28
II-1-2. Transformation de phase et structures des alliages TiNi.....	30
II-1-2-1 . Transformation prémartensitique.....	31
II-1-2-2. Transformation martensitique.....	32
II-1-2-3. Relation d'orientation entre l'austénite et la martensite.....	35
II-1-3. Etude expérimentale.....	35
II-1-3-1. Nature des échantillons et mode de mesure.....	35
II-1-3-2. Etude des spectres de diffraction des rayons X.....	37
II-1-4. Discussion des résultats.....	47
II-2. L'effet du taux de déformation et du traitement thermique sur les températures de phase de l'alliage TiNi 50-50.....	49
II-2-1. Résultats expérimentaux.....	49
II-2-2. Discussion des résultats.....	53
Conclusion.....	55
 III. MESURE DE LA TEXTURE DE FILS DE L'ALLIAGE TiNi 50-50	
PAR DIFFRACTION X.....	56
III-1. Détermination de la texture de fils - Généralités.....	56
III-1-1. Mesure de la texture d'échantillons cylindriques.....	56
III-1-2. Application de la mesure des textures aux fils.....	56
III-1-2-1. Mesure sur la surface cylindrique.....	58
III-1-2-2. Mesure sur la section.....	58
III-1-3. Correction d'absorption appliquée aux échantillons cylindriques.....	60
III-1-3-1. Calcul des coefficients de correction dus à la géométrie.....	60
III-1-4. Application des corrections d'absorption au TiNi.....	64
III-1-4-1. Préparation des échantillons.....	65
III-1-4-2. Condition de mesure goniométrique.....	66

III-1-4-2-1. Mesure d'une figure de pôles par la méthode de Schulz.....	67
III-1-4-2-2. Correction de bruit de fond (BDF).....	69
III-1-4-3. Récapitulatif des étapes de mesure de la texture dans les trois zones du fil.....	71
III-1-5. Etude de la phase martensitique.....	72
III-1-5-1. Echantillons à l'état brut.....	72
III-1-5-1-1. En surface.....	72
III-1-5-1-2. Zone intermédiaire du fil.....	80
III-1-5-1-3. Au cœur du fil.....	82
III-1-5-1-4. Etude qualitative des variations de la texture dans les trois zones.....	84
III-1-5-2. Echantillons recuits.....	85
III-1-5-2-1. Etude de la martensite thermique.....	85
III-1-5-2-1-1. Evolution des FP en fonction du TD et de la température de recuit en surface des échantillons.....	86
III-1-5-3. Comparaison qualitative des FP en surface des échantillons à l'état brut et après recuit en phase martensitique.....	90
III-1-5-4. Etude de la phase austénitique.....	91
Conclusion.....	93

IV. ANALYSE QUANTITATIVE DE LA TEXTURE DE L'ALLIAGE

TiNi 50-50	94
IV-1. Introduction.....	94
IV-2. La méthode vectorielle appliquée aux matériaux du système monoclinique 2/m.....	95
IV-2-1. Introduction.....	95
IV-2-2. Domaine des orientations.....	95
IV-2-2-1. Découpage du domaine.....	96
IV-2-3. Domaine des axes de fibre.....	97
IV-2-3-1. Numérotation des orientations.....	97

IV-3. Application de la Méthode Vectorielle d'analyse quantitative de la texture aux fils de l'alliage équiatomique TiNi.....	98
IV-4. Présentations des résultats de la méthode vectorielle.....	99
IV-5. Texture de la phase martensitique des échantillons à l'état brut.....	99
IV-5-1. Texture de la martensite du fil déformé à 10%.....	99
VI-5-2. Texture de la martensite du fil déformé à 20%.....	99
IV-6. Texture après recuit de la phase martensitique.....	121
IV-7. Texture de la phase austénitique.....	128
Conclusion.....	137

V. ETUDE PAR DIFFRACTION DES NEUTRONS DE LA TEXTURE DE L'ALLIAGE TiNi 50-50, COMPARAISON AVEC LES RESULTATS

DES ANALYSES PAR DIFFRACTION X.....	138
V-1. Caractéristiques des faisceaux de neutrons	138
V-2. Comparaison avec les rayons X.....	139
V-3. Applications.....	140
V-4. Mode de mesure et préparation des échantillons.....	141
V-4-1. Ensemble d'acquisition des données.....	141
V-4-2. Caractéristiques des échantillons.....	141
V-4-3. Enregistrement automatique des figures de pôles.....	142
V-5. Examen des F.D.P.....	144
V-6. Analyse axiales.....	145
V-7. Etude comparative des résultats obtenues par les deux méthodes.....	147
V-7-1. Intérêt de la comparaison.....	147
V-7-1-1. Comparaison qualitative des F.D.P.....	148
V-7-1-2. Comparaison quantitative.....	148
Conclusion.....	156
Conclusion générale.....	157
Bibliographie.....	160
Annexe	

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Les alliages à mémoire de forme sont passés en quelques années de l'état de curiosité de laboratoire à celui de produit industriel. Ces matériaux ont trouvé des applications dans de nombreux domaines (aéronautique, spatial, biomédical, automobile...) où leur comportement tout à fait différent de celui des matériaux usuels permet d'assurer de multiples fonctions (stockage d'énergie, capteur, actionneur).

Les titane nickel sont, historiquement, les premiers alliages à mémoire de forme. Ils ont été découverts aux U.S.A au début des années soixante par le **Naval Ordnance Laboratory** et étaient connus sous le nom de **Nitinol**. Ce sont aussi les TiNi qui ont donné lieu à la première application industrielle développée par Raychemin peu de temps après.

Les TiNi ont fait l'objet d'études intensives : nombreux sont les laboratoires et les chercheurs qui ont étudié les comportements de ce type de matériau et les mécanismes structuraux mis en jeu. Par contre, les fils du TiNi ont fait l'objet de très peu d'études dans le domaine microscopique vraisemblablement à cause de leur forme de fil :

- certains travaux ont montré l'hétérogénéité des caractéristiques internes du fil tréfilé.
- aucune comparaison avec la texture cristallographique n'a encore pu réellement être effectuée car la forme cylindrique d'un fil ne permet pas de déterminer très facilement sa texture cristallographique par diffraction X ou des neutrons.
- on remarque, à travers les différentes études publiées, les difficultés rencontrées par les scientifiques pour déterminer la texture d'un fil de très faible diamètre.

De ce fait, la plupart des textures observées correspond généralement à la texture globale (ou moyenne) d'un fil.

Dans le but de déterminer les corrélations existant entre les caractéristiques mécaniques, macroscopiques et microscopiques du TiNi, il est nécessaire d'effectuer des mesures précises de la texture cristallographique du fil le long de son diamètre. C'est ce point très important qui a conditionné le déroulement de nos travaux .

La présentation de notre étude comporte cinq chapitres.

Dans le premier chapitre nous traitons le comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme. Schématiquement nous avons montré l'origine physique de l'effet mémoire de forme et d'autres effets associés à la transformation martensitique.

La première partie du second chapitre est consacrée à l'étude par diffraction X des transformations de phase en fonction du taux de déformation et du traitement thermique, et la deuxième partie à l'effet de ces mêmes paramètres sur les températures de transformation de phase par analyse calorimétrique (DSC).

Dans le troisième chapitre nous analysons les résultats expérimentaux concernant l'évolution de la texture le long du diamètre du fil par diffraction X pour des fils à l'état brut et concernant l'étude de la texture des fils après recuit, en fonction du taux de déformation.

Le quatrième chapitre est consacré à l'étude quantitative de la texture des phases martensitiques (avant et après recuit) et de la phase austénitique (après recuit) par l'application de la méthode vectorielle.

Pour finir, dans le cinquième chapitre, nous étudions la texture par diffraction des neutrons de l'alliage TiNi, tout en faisant une comparaison avec les résultats de diffraction X.

CHAPITRE I

TRANSFORMATIONS MARTENSITIQUES
ET EFFET MEMOIRE DE FORME.
APPLICATION AUX AMF DE TINI

I. TRANSFORMATIONS MARTENSITQUES ET EFFET MEMOIRE DE FORME. APPLICATION AUX A.M.F. TiNi

I-1. Introduction

Quand un métal ou un alliage ordinaire est soumis à une sollicitation mécanique de traction supérieure à sa limite d'élasticité σ_e , il subit une déformation plastique ϵ_p qui persiste après cessation de la contrainte. La forme obtenue n'évolue pratiquement plus si l'on soumet l'alliage à un traitement thermique quelconque. Les alliages à mémoire de forme semblent échapper à ce comportement familier aux métallurgistes et aux physiciens : dans une certaine gamme de température, un échantillon d'un tel alliage peut subir une déformation apparemment plastique de quelques pour-cents (jusqu'à 8 % en traction dans certain cas) et récupérer intégralement sa forme initiale par simple chauffage.

Ce phénomène, appelé **mémoire de forme**, a été initialement observé dans des alliages présentant une transformation structurale réversible de type martensitique thermoélastique. Ces alliages ont été qualifiés d'alliages à mémoire de forme (AMF). Il s'avère maintenant que cette propriété n'est pas exclusivement due à cette transformation [HUM 91] . En effet, la propriété de mémoire de forme nécessite d'une part des conditions thermodynamiques faisant intervenir des énergies réversibles et irréversibles d'origine chimique et mécanique, et d'autre part des conditions géométriques portant sur les modifications microstructurales engendrées par la transformation. Ainsi, d'autres transformations telles que la transformation en phase R dans les alliages TiNi ou la transformation bainitique dans les alliages à base de cuivre, peuvent aussi produire un effet mémoire de forme, souvent de moindre amplitude par rapport à celui observé dans les transformations martensitiques thermoélastiques.

I-2. Transformations martensitiques thermoélastiques

Historiquement, le terme transformation martensitique est associé à la transformation des aciers. Il s'agit d'une transformation de phase à l'état solide entre une phase austénitique appelée **austénite**, stable à température dite haute et une phase appelé **martensite** stable à température dite basse. Cette transformation a été définie comme suit (Congrès International sur les transformations martensitiques ICOMAT 1979 à Cambridge USA) : La transformation

martensitique est une transformation displacive du premier ordre présentant une déformation homogène de réseau cristallographique, constituée principalement par un cisaillement.

I-2-1. Propriétés de la transformation martensitique

Une transformation displacive est une transformation d'une phase mère austénitique vers une nouvelle structure martensitique caractérisée par un déplacement des atomes inférieur à la distance interatomique. Le mouvement des atomes est coopératif, c'est à dire que chaque atome se déplace vers sa nouvelle position grâce au déplacement des atomes voisins, comme cela se produit lors du maclage. Une telle transformation ne produit donc pas de variation de la composition chimique. De plus, le déplacement des atomes ne se faisant que sur de courtes distances, la transformation se produit sans diffusion.

La transformation martensitique est aussi considérée comme une transformation du premier ordre car, au moment de la transformation, il y a discontinuité des grandeurs physiques reliées aux dérivés premières des potentiels thermodynamiques. Pour un état d'avancement donné de la transformation, il y a donc coexistence de la phase transformée et de la phase austénitique. Cette coexistence de deux phases distinctes impose la présence d'interfaces qui sont des plans invariants en orientation, appelés plans d'habitat.

I-2-2. Points de transformation. Caractère thermoélastique.

Alors que l'on peut inhiber les transformations avec diffusion par une vitesse de refroidissement suffisamment importante, on ne peut éviter les transformations martensitiques même par un refroidissement rapide. La transformation commence, à température décroissante, à la température M_s et devient complète à la température M_f ; entre ces deux températures, il y a coexistence des deux phases (austénite et martensite). A température croissante, la transformation austénitique débute à la température A_s et se termine à A_f . La transformation martensitique s'accompagne d'une enthalpie de transformation variant de quelques J/kg à plusieurs centaines de J/kg.

On distingue deux catégories de transformations martensitiques suivant les positions relatives de M_s , M_f , A_s , A_f et les caractéristiques associées :

- 1) les transformations par "éclater" ou à forte hystérésis :

elles ont un caractère explosif qui engendre la déformation plastique de la phase austénitique (figure I-1-a). La transformation inverse se fait par germination de la phase austénitique dans la phase martensitique.

2) les transformations thermoélastiques ou à faible hystérésis (figure I-1-b) :

Lors de transformation thermoélastique, il y a croissance continue des plaquettes de martensite contrôlée par l'évolution de la température. A température constante, dans l'intervalle de température de la transformation, les interfaces martensite - austénite sont immobiles avec une modification de la température dans un sens ou dans l'autre. Ce comportement qualifié de thermoélastique met essentiellement en jeu des déformations élastiques et ne produit quasiment pas de variations de volume ($< 0.5 \%$).

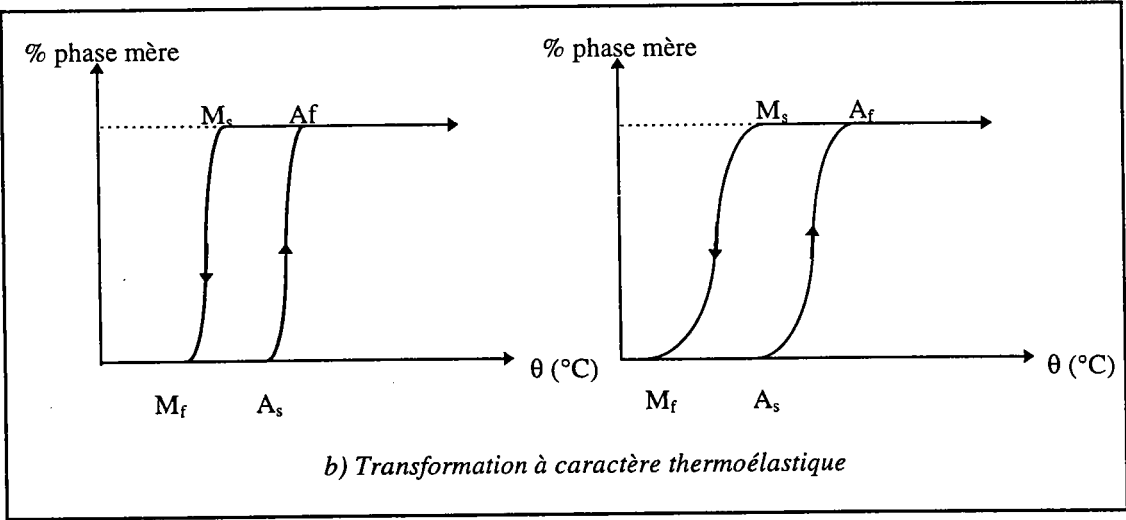
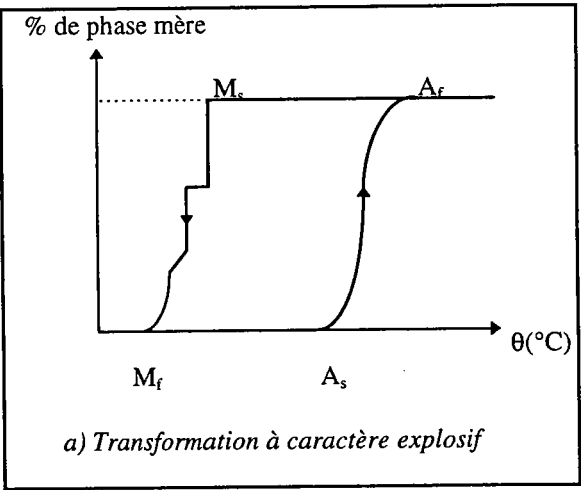


Figure I-1. Transformation martensitique.

I-3. Propriétés thermomécaniques des alliages à mémoire de forme

I-3-1. Effet caoutchoutique et effet de mémoire de forme

Considérons un monocristal en phase austénitique que l'on refroidit sans contraintes au-dessous de M_f , il se transforme en toutes les variantes possibles. Ces variantes sont équiprobables et les déformations de cisaillement associées se compensent, de telle sorte que la forme macroscopique n'est pas modifiée. Si l'échantillon est alors soumis à une contrainte (figure I-2), il subit une déformation importante ϵ_c dont une grande partie ϵ_r subsiste après cessation de la contrainte. Cette déformation pseudo-plastique est essentiellement due aux mouvements des interfaces entre les variantes, ce qui conduit à la croissance des variantes favorisées (donnant une déformation dans le sens de la contrainte) au détriment des variantes défavorisées. Ce comportement est illustré schématiquement sur la figure I-2 pour une martensite hypothétique à deux variantes. Une partie de la déformation est réversible à la température de l'essai ($<M_f$) et correspond à un retour en arrière partiel des interfaces entre variantes. Si l'on soumet de nouveau l'échantillon à un cycle de contraintes $(0, \sigma, 0)$ on décrit alors un fuseau dans le plan σ, ϵ (figure I-2) dont la pente est beaucoup plus faible que celle correspondant à un retour élastique appelé **effet caoutchoutique**. Si maintenant on réchauffe l'échantillon au-dessus de A_f , il y a transformation inverse par retour des interfaces de la martensite vers le monocristal initial de la phase austénitique : on retrouve donc la forme initiale, c'est l'**effet mémoire de forme** (figure I-2). Pour un polycristal, le phénomène est identique pour chacun des monocristaux constituant l'échantillon ; vient simplement s'ajouter le problème de compatibilité entre les déformations des différents grains. La conséquence est la limitation de l'amplitude de déformation pseudo-plastique. L'effet de mémoire est donc aussi observé comme sur un monocristal mais avec une amplitude plus faible. Il peut cependant aller jusqu'à 8% en traction pour l'alliage TiNi.

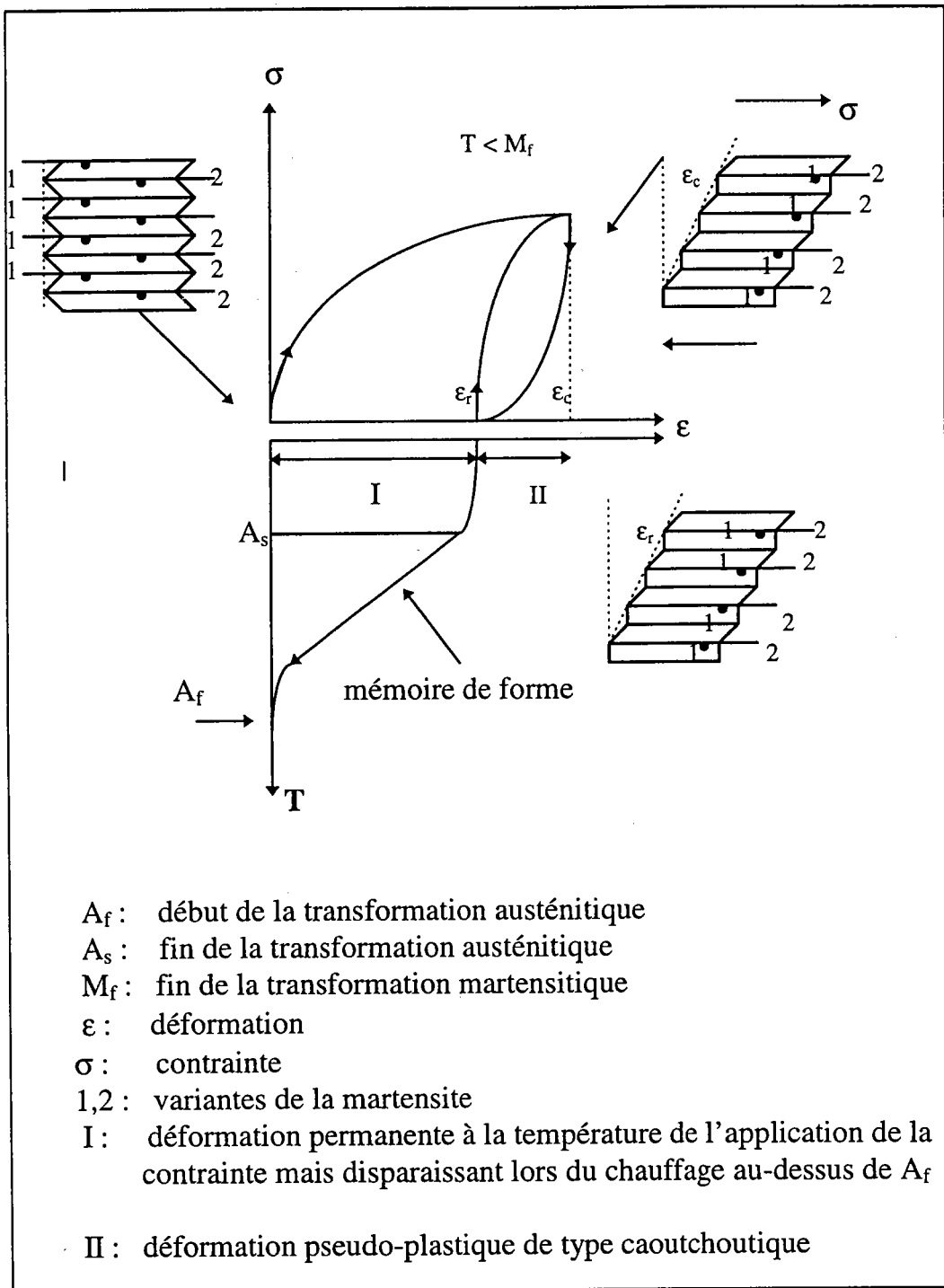


Figure I-2. Déformation de la martensite et interprétation schématique dans le cas d'un modèle à deux variantes.

I-3-2. Effet de mémoire réversible ou double sens.

En général, si l'on refroidit de nouveau sans contraintes l'échantillon évoqué dans le paragraphe précédent, il se transformera de nouveau sans déformations macroscopique notable. Cependant après certains traitements thermomécaniques spéciaux appelés **éducation**, on peut observer un changement de forme au refroidissement, ce qui conduit à l'effet de mémoire réversible. Cette déformation spontanée au refroidissement est due à la croissance préférentielle d'une ou plusieurs variantes aux dépends des autres. Bien entendu, par effet de mémoire simple, la forme initiale se retrouve par réchauffage au-dessus de A_f . Cet effet est vraisemblablement du à la présence de défauts (dislocations) favorisant la germination et/ou la croissance de variantes particulières [RIO 64], [DEL 74].

Si ces défauts sont stables, l'effet de mémoire réversible peut se répéter lors de cycles successifs.

I-3-3. Effet mémoire de forme simple sens.

C'est la faculté du matériau à pouvoir retrouver sa forme initiale par simple chauffage après avoir subit en phase martensitique, une déformation permanente de quelques %.

Cet effet est à la base de nos études de texture. Il fait intervenir successivement plusieurs phénomènes physiques liés à la transformation martensitique. De plus celui-ci nécessite de faire subir au matériau un chargement plus complexe qu'une simple contrainte externe (figure I-3).

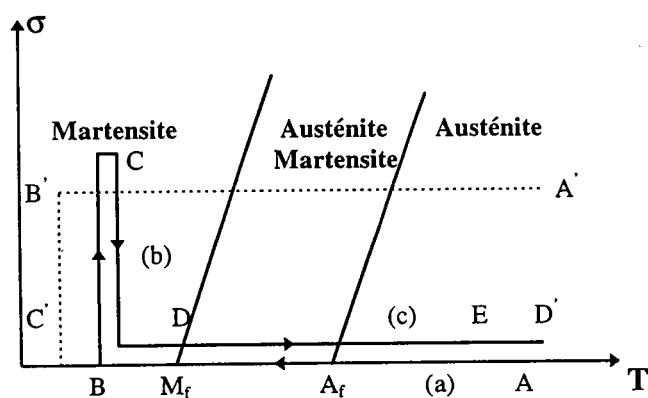


Figure I-3. Chargement séquentiel permettant d'obtenir un effet mémoire simple sens ABCDE et A'B'C'D'

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

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

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

On peut également obtenir un effet mémoire simple sens par d'autres chargements thermomécaniques séquentiels. Par exemple, on obtient une déformation stable ϵ à $T < M_f$ par refroidissement sous contrainte σ constante (effet super thermique) (figure I-3), (trajet A'→B'). La suppression de la contrainte appliquée (B'→C') ne crée pas de réorientation des variantes. Par un réchauffage à $T > A_f$ (C'→ D'), la martensite orientée par σ au cours du refroidissement se transforme en austénite créant une déformation inverse $-\epsilon$.

I-4. Etude bibliographique de l'alliage TiNi

Ces matériaux sont, historiquement, les premiers alliages à mémoire de forme. Ils ont été découverts aux USA au début des années soixante par le Naval Ordnance Laboratory et étaient connus sous le nom de Nitinol.

Les alliages TiNi sont potentiellement les alliages les plus importants pour les applications industrielles grâce à leur bonnes caractéristiques thermiques et mécaniques et à leur excellent effet mémoire de forme. Ils présentent une bonne tenue en corrosion car ils sont recouverts d'une couche mince d'oxyde agissant comme agent de passivation. Cependant, la plupart des premiers travaux de recherche sur les AMF a été réalisée sur des alliages à base de cuivre tels que Cu Zn Al et le Cu Al Ni.

En effet, la difficulté de l'étude de l'alliage TiNi a longtemps résidé dans le fait qu'il s'est avéré difficile de comprendre les caractéristiques de base de cet alliage, notamment à cause des problèmes suivants :

- a) Le titane est très actif à haute température, donc se combine facilement avec d'autres éléments tels que l'oxygène, le carbone ou l'azote ;
- b) Le diagramme de phase n'a toujours pas été établi de façon précise ;
- c) Une transformation, appelée transformation en phase R, peut avoir lieu au refroidissement juste avant la transformation martensitique, ce qui rend difficile l'étude des deux transformations séparément.

Ce n'est qu'au cours de la dernière décennie que ces problèmes ont pu être résolus et que les aspects cristallographiques, la caractérisation de la séquence de transformation et les propriétés mécaniques ont été étudiés. Nous nous proposons, dans cette partie, de passer en revue les connaissances actuelles sur l'alliage TiNi, notamment en ce qui concerne les séquences de transformation.

I-4-1. Transformations dans l'alliage TiNi

Le comportement de l'alliage TiNi au cours de la transformation, est beaucoup plus complexe que celui des autres AMF. Il est maintenant admis que l'on peut décrire les transformations s'opérant au cours du refroidissement par une des deux séquences suivantes [WAY 89] :

a) Phase austénitique B2 → Phase « incommensurate » → Phase R → Phase martensitique

ou :

b) Phase austénitique B2 → Phase martensitique
et au cours du chauffage :

c) Phase martensitique → Phase austénitique B2.

1) La phase austénitique de l'alliage TiNi a une structure cubique centrée d'ordre d'empilement B₂. Au cours du refroidissement, elle subit, dans le premier cas, une première transformation en une phase dite "incommensurate", de même structure mais d'arrangement différent. Cette transformation qui conserve la symétrie de réseau cubique et qui ne produit pas de distorsion du réseau a été identifiée comme étant du second ordre [HWA 83]. Cependant, comme il n'y a ni distorsion de réseau, ni déformation de transformation, cette transformation est de peu d'intérêt dans le cadre de l'étude des AMF.

En poursuivant le refroidissement, cette phase "incommensurate" retrouve l'arrangement initial tandis que le réseau cubique subit une distorsion rhomboédrique produisant une nouvelle phase appelée phase R [HWA 83]. Les caractéristiques physiques et le comportement mécanique de cette phase R rhomboédrique ont été abondamment étudiés, notamment en ce qui concerne l'effet mémoire associé à cette transformation [MIY 88], [STA 88].

La transformation en phase R est une transformation displacive et sans diffusion. Sa détection à l'aide d'une mesure de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) se manifeste par un pic généralement différent du pic de la transformation martensitique, présentant les caractéristiques d'une transformation du premier ordre. Lors du refroidissement en dessous d'une température notée R_s, correspondant au début de la transformation en phase R, la transformation se traduit par le passage de la structure cubique de la phase austénitique à une structure rhomboédrique dont l'angle β varie continuellement [LIN 81] ; la transformation présente, sous cet aspect, le caractère d'une transformation du deuxième ordre. Si la transformation est induite thermiquement sans l'application d'une contrainte d'origine mécanique, un arrangement constitué de 12 variantes de quatre types de phase R se forme. Cet arrangement ne produit aucun changement de forme macroscopique, ce qui indique qu'il y a autoaccommodation parfaite de ces variantes de la phase R [MIY 88].

En 1989 [ZHA 89] a rapporté que, parallèlement à la transformation en phase R, pouvait avoir lieu une transformation produisant une phase appelée R' dont la structure cristallographique est triclinique. Cette dernière transformation n'a fait l'objet que de très peu d'analyses.

2) A la suite de la transformation en phase R ou directement à partir de la phase austénitique, il apparaît au cours du refroidissement, à la température M_s , une transformation martensitique dont le produit a une structure cristallographique monoclinique, d'ordre d'empilement B19 [HWA 83]. Cette transformation martensitique possède les propriétés des transformations martensitiques thermoélastiques .

3) Le choix entre les séquences de transformations décrites précédemment au cours du refroidissement dépend des positions relatives des températures de transformations R_s et M_s . La transformation en phase R ne se produit que si R_s est supérieur à M_s , bien que celle-ci puisse coexister avec la martensite pour des températures inférieures à M_s [GOO 85]. Plusieurs facteurs peuvent influencer les valeurs de ces températures de transformation. L'apparition de la phase R est obtenue par diminution de M_s par les moyens suivants :

- a) en augmentant la concentration en Ni [NIS 84] ;
- b) en ajoutant un troisième élément d'alliage [MIY 89] ;
- c) par un recuit après laminage à froid [MIY 82] ;
- d) par un vieillissement après mise en solution à haute température [MIY 82] [SAB 82] ;
- e) par un cyclage thermique [MIY 86] [MIY 92].

L'influence des deux premiers facteurs peut être associée à la variation d'énergie libre chimique entre la phase R et la phase martensitique, due à la présence d'un troisième élément d'alliage ou à un excès de Ni. En effet, bien que les températures M_s et R_s diminuent lorsque la concentration en Ni ou en troisième élément d'alliage augmente, le point M_s est plus sensible à cette variation que le point R_s . Ainsi, la plage de température à l'intérieur de laquelle la phase R est stable devient plus large, ce qui permet une étude séparée des effets liés à la transformation martensitique, soit la phase R.

L'influence des trois autres facteurs décrits précédemment sera discutée au fur et à mesure des paragraphes suivants qui sont consacrés tout d'abord à l'étude des différents traitements thermiques.

I-4-2. Comportement de la mémoire de forme associée aux transformations R et martensitiques dans l'alliage TiNi

La transformation martensitique dans les alliages TiNi, peut être précédée par une transformation distincte de la phase austénitique B2 à la phase R. La transformation R est caractérisée par une distorsion rhomboïdale de la structure B2, un rapide accroissement dans la résistivité électrique, les maximums de frottement interne et une activité thermique. Plusieurs chercheurs ont décrit la phase R comme étant une phase pré-martensitique, comme il est souvent observé juste avant la transformation martensitique. Toutefois, de récentes études ont démontré que la transformation R est une transformation distincte, apparaissant indépendamment de la transformation martensitique. Là il semble qu'il y ait certaines incertitudes concernant la nature de la transition $B2 \rightarrow R$. Des mesures structurales suggèrent une transformation à deux stades, incluant initialement la formation d'antiphases comme des microdomaines suivis du développement de domaines aciformes à une température un peu plus basse. Le premier stade a été décrit comme une phase de transition disproportionnée avec la formation ultérieure de domaines impliquant une réaction de premier ordre.

La séquence de transformation peut varier dépendamment des valeurs relatives de la température de transition de R, T_R et M_S . La martensite peut former, soit de la phase B2, soit de la phase R; quand M_S est plus petit que T_R , la transformation R est observée comme pré-martensitique et la séquence de transformation est $B2 \rightarrow R \rightarrow M$. Si M_S est plus grand que T_R , la transformation R est devancée par la transformation martensitique.

Des études récentes sur un alliage $Ti_{49.5}Ni_{50.5}$ avec M_S supérieur à T_R ont démontré qu'au dessous de T_R , la transformation $B2 \rightarrow R$ apparaît simultanément avec la transformation $B2 \rightarrow M$, avec la phase R se transformant en martensite à températures plus basses.

Les valeurs de T_R et M_S dépendant de la composition de l'alliage et du traitement thermomécanique antérieur, la substitution de certains métaux de transition pour Ni ou Ti, de traitements de recuit à basse température suivant le travail à froid et le vieillissement d'alliage riche en Ni, ont été représentées pour abaisser M_S relativement à T_R , élargissant ainsi le champ de température au dessus de laquelle la phase R est stable.

Le comportement de mémoire de forme réversible associé à la transformation $B_2 \rightarrow R$ à d'abord été signalé par [KHA 79] dans un alliage prédéformé $TiNi_{45.3}Fe_{4.7}$, [LIN 81] ont observé que des échantillons de $TiNi$ déformés à des températures en dessous de T_R récupèrent la déformation par échauffement au dessus de T_R . Une récupération de déformation à deux stades a été associée aux transformations $R \rightarrow B_2$ et $M \rightarrow B_2$ et par refroidissement ultérieur, une mémoire à double sens associée à la transformation $B_2 \rightarrow R$ a été constatée.

Le comportement de mémoire de forme résultant de la transformation R a été aussi rapporté par [NIS 84] dans les alliages $TiNiFe$. De récentes études ont été faites par [STA 88] sur le comportement thermomécanique de R causé par la contrainte et les transformations martensitiques dans un alliage $TiNi$, durant un cyclage thermique sous charge constante. Des mesures de la dépendance, de la contrainte, de T_R et M_S et l'effet de multiples cycles thermiques. Les résultats qui ont été établis sont les suivants:

1) le comportement de la transformation est dépendant de la contrainte appliquée, pour $\sigma < 355 \text{ Mpa}$, $B_2 \rightarrow R \rightarrow M$. Des stades distincts de rendement sont associés aux transformations individuelles $B_2 \rightarrow R$ et $R \rightarrow M$.

2) une seule transformation inverse $M \rightarrow B_2$ est observée par échauffement provenant de la phase martensite. Une transformation incomplète en martensite par refroidissement résulte en deux transformations inverses, $R \rightarrow B_2$ et $M \rightarrow B_2$.

3) le cyclage thermique à des transformations entre T_R et M_S résulte en une transformation réversible $B_2 \rightarrow R$, qui produit une hystérésis thermique d'environ 2K, et des mesures simultanées de résistivité électrique et de déformation avec les mesures de DSC indiquant que $B_2 \rightarrow R$ apparaît par une seule transformation de premier ordre.

4) les mesures de T_R , M_S et A_S produisent une dépendance linéaire en cas de contrainte appliquée, avec la dépendance des contraintes de T_R étant substantiellement plus petite que celle de M_S et A_S . Les mesures de la dépendance de contrainte sur les températures de transformation sont en bon accord avec les valeurs calculées par l'équation de Clausius Clapeyron.

5) un cyclage thermique répété sous contraintes a un effet significatif sur les caractéristiques de la transformation martensitique. La température M_S et l'hystérésis thermique augmentent et diminuent respectivement avec un nombre croissant de cycles, tandis que la transformation et les déformations permanentes diminuent et augmentent respectivement. Pour un grand nombre de cycles, le stade distinct de rendement associé avec la transformation R n'est pas observé.

I-4-3. Microstructure et morphologie

I-4-3-1. Microstructure et morphologie de la phase R

D'après Wayman [WAY 89], la phase R possède les caractéristiques d'une martensite. Elle a une morphologie quadruple, comportant quatre variantes qui se forment ensemble de manière auto-accomodante, et qui sont distribuées symétriquement autour du pôle (001) de l'austénite. Si la transformation est induite thermiquement sans application d'une contrainte d'origine mécanique, il y'a formation d'un arrangement constitué de 12 variantes de quatres types de phase R (voir tableau I-1). Cet arrangement ne produit aucun changement de forme macroscopique, ce qui indique qu'il y a auto-accomodation parfaite de ces variantes. Selon ces auteurs, ces quatre variantes sont reliées par des relations de maclage (voir tableau I-2). Comme dans le cas de la martensite, la phase R et peut, dans une moindre mesure, accommoder une déformation et donner lieu à un effet mémoire. La figure I-4 présente un exemple de morphologie auto-accomodante de la phase R. Les combinaisons possibles des quatre variantes sont représentés par la figure I-5.

Tableau I-1. Les quatre variantes de la phase R

Variantes	[100]R	[010]R	[001]R
A	[-100]A	[001]A	[010]A
B	[100]A	[010]A	[001]A
C	[-100]A	[0-10]A	[001]A
D	[-100]A	[010]A	[00-1]A

Tableau I-2. Modes de maclage observés dans la phase R

maclage	K1	η_1	K2	η_2	S
Composé	(011)	[100]	(100)	[100]	0.0265
	(-100)	[-100]	(0-1-1)	[-100]	

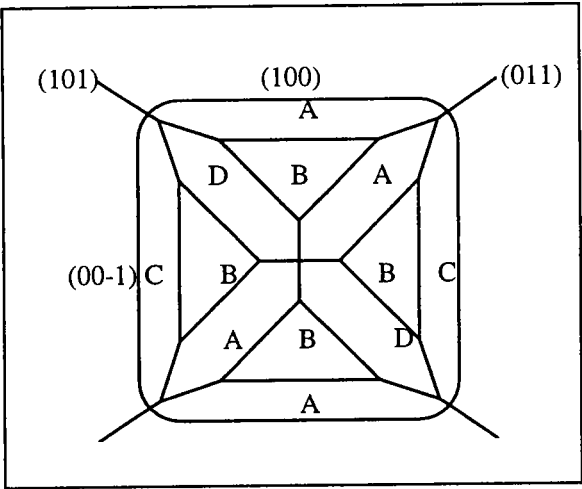


Figure I-4. Groupe auto-accomodant dans la phase R

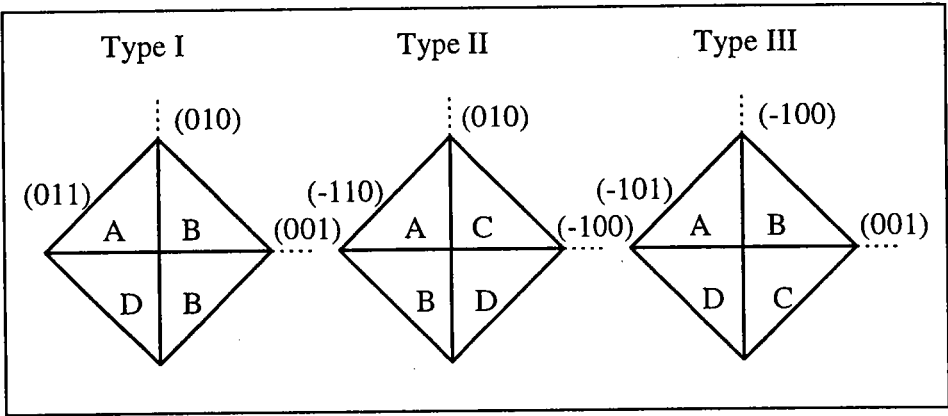


Figure I-5. Représentation schématique des combinaisons possibles des quatre variantes de la phase R par auto-accomodation

I-4-3-2. Microstructure et morphologie de la phase martensitique

Les transformations martensitiques possèdent la propriété particulière d'associer un changement de forme au changement de structure cristalline. La structure cristalline de la phase martensitique est considérée comme une distorsion monoclinique de la structure orthorhombique B_{19} (AuCd), avec maillage interne. Plusieurs auteurs ont étudié les modes de maillage dans l'alliage TiNi par le microscope électronique et la diffraction des neutrons. Ils ont observé deux types de maillage :

1) maclage de type I {11-1} ou le plan K_1 et la direction η_1 sont représentés par des indices rationnels et les deux cristaux maclés se déduisent l'un de l'autre par une symétrie miroir par rapport au plan K_1 [OTS 71].

2) maclage de type II <011>, et moins fréquemment le maclage <001>. Dans le maclage <011> le plan K_2 et la direction η_2 sont représentés par une rotation de π autour de l'axe η_1 [KNO 81].

Des calculs théoriques ont été effectués par [KNO 81][MAT 87] [MIY 89] [MAD 91] en utilisant la théorie phénoménologique de Lieberman, Wechler et Read concernant le cisaillement à réseau invariant des trois types de maclage (type I, type II et le maclage <001>). Tous les modes de maclage observés dans l'alliage TiNi sont résumés dans le tableau I-3.

Il existe 12 manières d'orientation entre la phase austénitique et la phase martensitique (voir tableau I-4). [MAT 87] ont noté les variantes par x et x' . Ces variantes possèdent des distorsions monocliniques opposées ce qui permet de mettre en évidence leur symétrie miroir selon les plans de maclage $(001)_M$ ou $(100)_M$.

Tableau I-3. Modes de maclage observés dans la martensite

Type de maclage	K_1	η_1	K_2	η_2	s
Type I	(-1-11)	[054 0.45 1]	(0.24 0.5 1)	[-2-11]	0.309
{-1-11}	(-111)	[054 -0.45 1]	(0.24 -0.5 1)	[-211]	0.309
Type I	(111)	[-1.51 0.511]	(-0.66 0.33 1)	[211]	0.142
{111}	(1-11)	[-1.51 -0.51 1]	(-0.66 -0.33 1)	[-211]	0.142
Type I	(011)	[1.57 1 -1]	(0.72 1 -1)	[011]	0.28
{011}	(0-11)	[-1.57 1 1]	(-0.72 11)	[01-1]	0.28
Type II	(0.72 1 -1)	[011]	(011)	[1.57 1 -1]	0.28
{011}	(-0.72 11)	[01-1]	(01-1)	[-1.57 1 1]	0.28
composé	(001)	[100]	(100)	[001]	0.23
	(100)	[001]	(001)	[100]	0.23

Tableau I-4 : Relations d'orientation entre l'austénite et 12 variantes de la martensite

Variantes	[100]M	[010]M	[001]M
1	[100]A	[011]A	[0-11]A
1'	[-100]A	[0-1-1]A	[0-11]A
2	[100]A	[0-11]A	[0-1-1]A
2'	[-100]A	[01-1]A	[0-1-1]A
3	[010]A	[101]A	[10-1]A
3'	[0-10]A	[-10-1]A	[10-1]A
4	[010]A	[10-1]A	[-10-1]A
4'	[0-10]A	[-101]A	[-10-1]A
5	[001]A	[110]A	[-110]A
5'	[00-1]A	[-1-10]A	[-110]A
6	[001]A	[-110]A	[-1-10]A
6'	[00-1]A	[1-10]A	[-1-10]A
Désorientation	1.42°	1.12°	8.23°

les calculs effectués par ces auteurs montrent que le cisaillement à réseau invariant dans la transformation est un maillage de type II $\langle 011 \rangle$ car il permet de prévoir les indices des plans d'habitat entre l'austénite et la martensite. Les domaines martensitiques d'indices de plans d'habitat différents sont appelés "variantes".

Les normales au plan d'habitat, groupées symétriquement autour d'un pôle (110), correspondent aux quatre variantes qui se développent dans un groupe auto-accommodant. Ce terme signifie que le changement de forme global accompagnant la formation d'un tel groupe de variantes sera nul, on n'observera donc aucun changement de forme macroscopique pour l'échantillon.

Dans les alliages de TiNi, l'étude du relief de la surface, révèle la présence d'une morphologie triangulaire unique, constituée par trois variantes de la martensite (figure I-6) groupées autour des pôles (001)_{B2} de l'austénite. La figure I-7 représente une projection stéréographique de l'austénite où sont reportés les pôles des plans d'habitat, pour les 24 variantes dans un monocristal. Ce qui permet de situer les plaquettes pouvant former des groupes auto-accommodants.

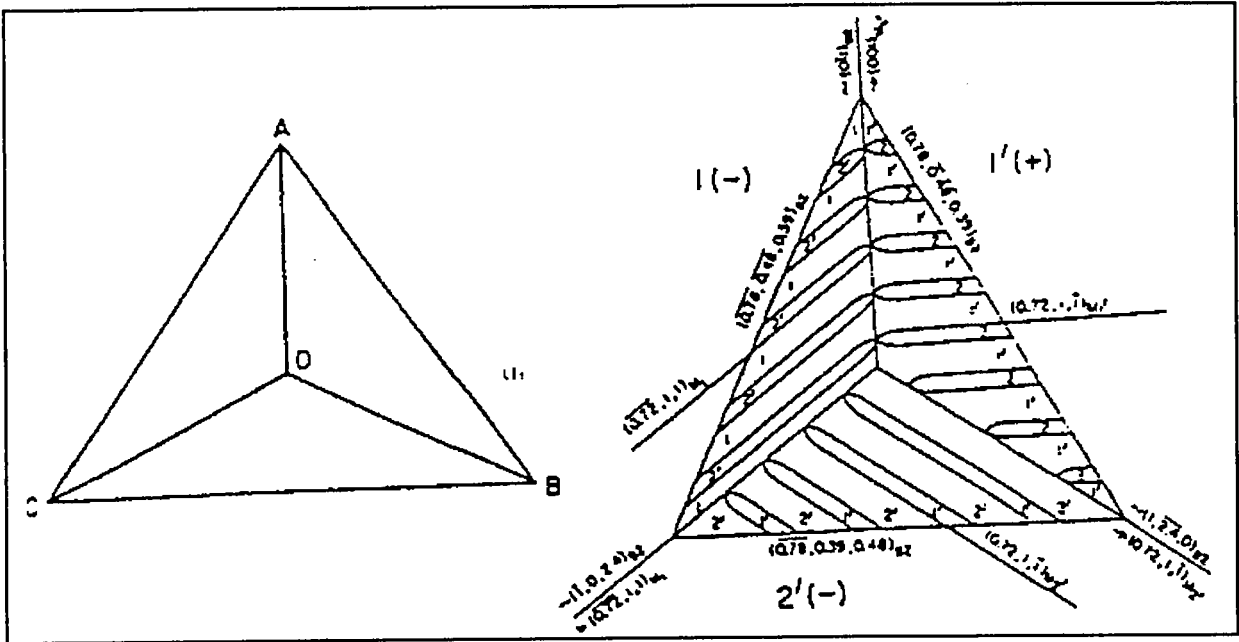


Figure I-6. Structure auto-accomodante de la martensite dans l'alliage TiNi

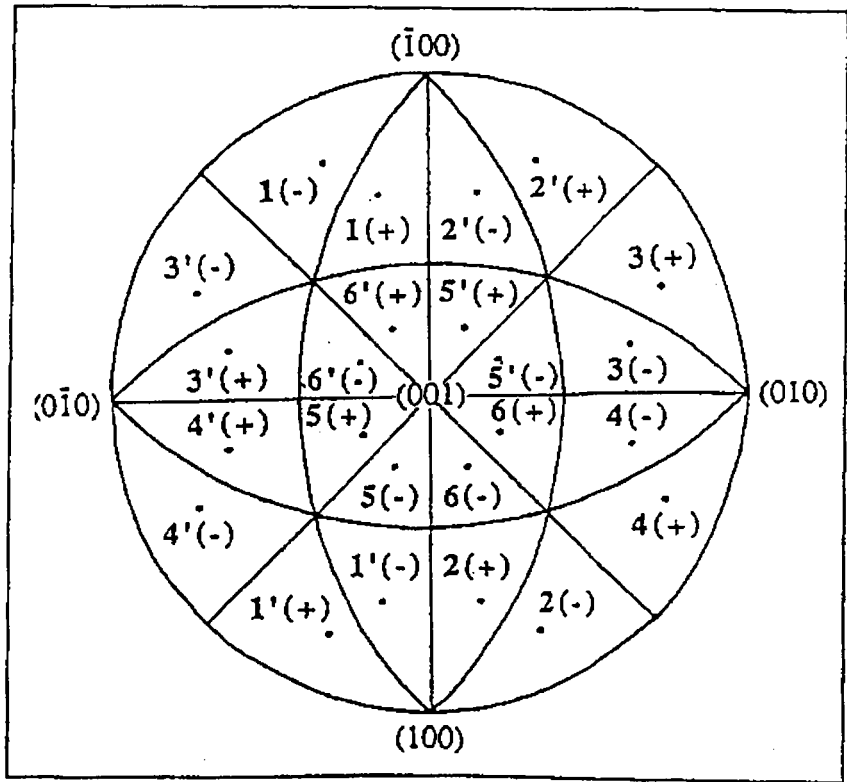


Figure I-7. Projection stéréographique de l'austénite ou sont reportés les pôles des plans d'habitat, pour les 24 variantes dans un monocristal.

I-4-4. Partie du diagramme d'équilibre, généralités

Cette partie du diagramme d'équilibre de l'alliage TiNi (figure I-8), présente trois phases d'équilibre Ti_2Ni , TiNi et $TiNi_3$.

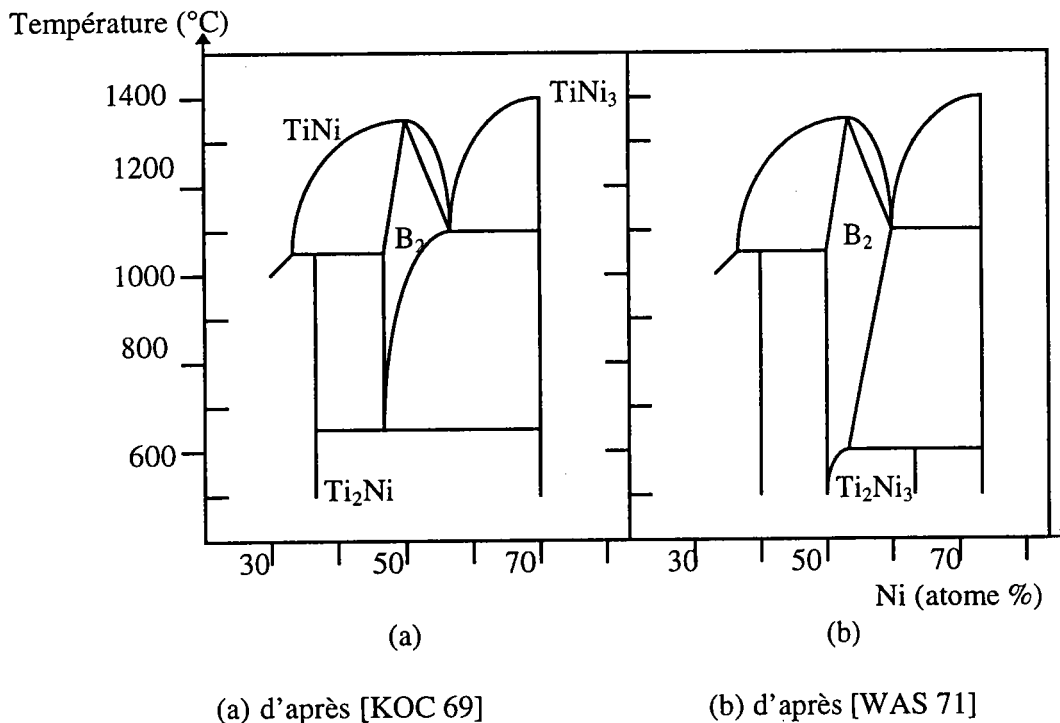


Figure I-8. Partie du diagramme d'équilibre du système TiNi.

Le diagramme TiNi dans la zone d'existence de la phase (B_2) est sujet à controverse. On distingue essentiellement deux propositions schématisées sur la figure I-8 [KOS 69] [WAS 71]:

a) Première proposition : au-dessous de 650°C on peut faire apparaître les deux phases Ti_2Ni et $TiNi_3$ quelle que soit la composition hypo ou hypereutectoïde ; cependant la réaction n'est pas terminée après 6 semaines à 630°C .

b) Deuxième proposition : pour les alliages surstoechiométriques en nickel, après maintien à haute température et trempe, les températures de transformation martensitique sont très différentes de celles du composé équiatomique, ce qui indique que la matrice, après ce traitement, a rejeté son nickel excédentaire sous forme de Ti_2Ni_3 (figure I-8-b) et se comporte

alors sensiblement comme TiNi stoechiométrique. La première proposition donnerait un agrégat de composés Ti_2Ni et $TiNi_3$ ne présentant pas de transformation martensitique.

L'hypothèse que l'on peut raisonnablement avancer est la suivante :

L'équilibre final au-dessous de $650^{\circ}C$ est sans doute l'ensemble des deux phases Ti_2Ni et $TiNi_3$ mais cet équilibre est extrêmement long à s'établir et se produit par l'intermédiaire de phase métastable. La phase métastable qui se produit en premier serait une phase riche en nickel (Ti_2Ni_3) qui conduit à une matrice proche de la composition équiatomique ; la décomposition en Ti_2Ni - $TiNi_3$ est alors à peine amorcée et on n'en décèle que des traces.

La température M_s de l'alliage équiatomique se situe à $60 \pm 10^{\circ}C$ [KOS 69] ; cependant de grandes différences sont observées entre les différents auteurs à cause, semble-t-il, de la grande sensibilité de M_s au taux d'oxygène dissout dans l'alliage :

$$150 \text{ p.p.m. O} \Rightarrow M_s = 45^{\circ}C$$

$$450 \text{ p.p.m. O} \Rightarrow M_s = -5^{\circ}C$$

La température M_s décroît fortement avec la surstoechiométrie en nickel maintenue en solution : $M_s = -100^{\circ}C$ pour $Ti_{48,7}-Ni_{51,3}$ (% at). Il n'est pas possible d'avoir une surstoechiométrie en titane maintenue en solution (figure I-8) ; aussi, lorsque l'alliage est riche en titane, il comporte des précipités de Ti_2Ni et la matrice, très proche de TiNi, a sa transformation martensitique vers $60^{\circ}C$.

I-4-5. Traitements thermiques de l'alliage TiNi

Les procédures de traitements thermiques principalement utilisées dans les alliages TiNi sont le vieillissement après mise en solution à haute température [SAB 82] [NIS 84] et le recuit après laminage à froid [MIY 82] .

1) Les traitements thermiques des AMF tels que les alliages CuZnAl sont réalisés à partir d'une mise en solution à haute température suivie d'une trempe rapide à l'eau de façon à obtenir une phase stable austénitique permettant de produire l'effet mémoire de forme .

Cependant, l'alliage TiNi a la faculté de pouvoir produire un effet mémoire simple quel que soit le mode de refroidissement, c'est à dire, soit par une trempe rapide à l'eau , soit par un refroidissement continu dans un four. De plus, contrairement aux autres AMF, les propriétés superélastiques du TiNi sont meilleures lorsque l'alliage est refroidi

progressivement plutôt que brutalement. Cet effet est du à un effet de vieillissement lors du refroidissement produisant une fine précipitation et favorisant les propriétés superélastiques.

[MIY 82] ont étudié l'effet de la température de vieillissement V_{vieil} sur un alliage préalablement mis en solution à 1273 K et trempé rapidement à l'eau ; on observe que la température M_s dépend de T_{vieil} et présente un maximum pour une température de vieillissement de 773K. Ces auteurs ont observé que le vieillissement de l'alliage TiNi favorise l'apparition de la transformation martensitique avant la transformation en phase R et provoque un accroissement de la contrainte seuil de la phase austénitique, améliorant ainsi l'effet superélastique. Enfin, il est à noter que le traitement de vieillissement est plus efficace dans les alliages riches en Ni puisqu'il se forme alors les petits précipités tels que Ti_3Ni_4 , Ti_2Ni_3 ou TiNi.

2) Le recuit est précédé d'un laminage à froid, les températures de recuit variant de 500K à 1273K. Ce traitement thermique a pour but de réarranger les dislocations introduites au cours du laminage. En ce qui concerne l'effet de la température de recuit sur la séquence de transformation de l'alliage TiNi, il a été montré [MIY 82] qu'il existe une température minimale de recuit permettant de supprimer la transformation en phase R, de façon à obtenir uniquement une transformation directe austénite $\rightarrow$ martensite.

Cette température dépend de la composition chimique de l'alliage et augmente lorsque la composition en Ni augmente. De plus, la température de recuit affecte considérablement les propriétés thermomécaniques, à tel point que l'effet superélastique et l'effet mémoire de forme peuvent être pratiquement supprimés si cette température est soit trop faible, soit trop élevée. L'effet superélastique est généralement observé dans un alliage ayant subi un recuit à basse température ou ayant une composition lui conférant un M_s bas.

3) Les deux traitements thermiques décrits précédemment ont pour effet d'introduire dans l'alliage une grande densité de précipités (lors du vieillissement) et de dislocations (lors du laminage) ; dans les deux cas, ceci se traduit par la diminution de la température M_s [MIY 86]. La déformation de transformation associée à la transformation martensitique est environ dix fois supérieure à celle associée à la transformation en phase R. Ainsi, lors de l'introduction de dislocation ou de précipité, le point M_s décroît beaucoup plus rapidement que le point R_s puisque l'autoaccommodation des variantes du point M_s varie fortement en fonction du traitement thermique alors que l'évolution du point R_s reste pratiquement

constante. Le champ de contrainte associé aux précipités ou aux dislocations empêche donc la formation de variantes de martensite autoaccommodées, ce qui corrobore le fait que l'étalement (M_s-M_f) est plus important à la suite d'un de ces traitements thermiques.

Tableau I-5. Principales propriétés des alliages TiNi

Caractéristiques		TiNi
Masse volumique (kg/m ³)		6.5
Résistivité (Ω.m)		(50 à 60)10 ⁻⁸
Module d'élasticité (état β)	1) en traction E (MPa)	9 x 10 ⁴
	2) en torsion G (MPa)	3.5 x 10 ⁴
Limite d'élasticité (état β) (MPa)		400 à 500
Limite de rupture (état β) (MPa)		10 ³
Température max d'utilisation pour la mémoire de forme (°C)		300
Hystérésis de la transformation martensitique (°C)		20 à 40
Déformation maximale en traction récupérable par mémoire (%)		8

Le tableau I-5 montre quelques propriétés importantes de l'alliage TiNi.

L'alliage TiNi présente les avantages de meilleurs caractéristiques mécaniques, d'une déformation maximale récupérable très importante de 8% et surtout d'une utilisation possible jusqu'à environ 300°C ; la contrepartie est une certaine difficulté d'élaboration et de mise en forme, ainsi qu'une hystérésis de transformation relativement importante.

I-4-6. Comportement mécanique

Les études sur les propriétés mécaniques des alliages TiNi ont couvert un large domaine de recherche, notamment en ce qui concerne le comportement associé à la transformation en phase R [LIN 81][MIY 81], la transformation martensitique induite ainsi que la réorientation des variantes [MEL 81] [MIY 81] [MIY 91], et la déformation maximale recouvrable par effet mémoire simple.

La déformation des alliages TiNi peut se produire soit par transformation induite sous contrainte en phase R ou en phase martensitique, soit par réorientation des variantes de phase

R ou de martensite. La transformation induite ou la réorientation des variantes résulte en une déformation qui est recouvrable lors de la décharge ou lors d'un chauffage.

La déformation recouvrable associée à la phase R est celle obtenue pour la phase martensitique, puisque dans les polycristaux, elle est en traction généralement de 0.5 à 1 % pour la phase R et de 5 à 7% pour la phase martensitique[LIN 81].

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

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

a) un mouvement des plans de maclage qui sépare les deux variantes d'une même plaquette, ce qui peut éventuellement conduire à un " **démaclage** " et un " **remaclage** " par une variante différente de celle qui l'a précédée.

b) un mouvement des plans d'interface entre les plaquettes de martensite qui permet à la mieux orientée d'entre elles de croître aux dépens des plaquettes les moins orientées vis à vis de la déformation à accommoder.

I-4-7. Cyclages thermique et mécanique

Plusieurs études ont déjà été réalisées sur le cyclage thermique, le cyclage mécanique ainsi que sur le cyclage thermomécanique. Ces études ont porté sur l'évolution des températures de transformation [MIY 86,92], la variation des contraintes critiques [MIY 86], les défauts cristallographiques [MIY 86], les caractéristiques de l'effet mémoire simple et double sens [TOD 86].

I-4-7-1. Cyclage thermique

Les températures caractéristiques de la transformation martensitique, M_s et M_f , diminuent au cours du cyclage thermique en même temps que des dislocations sont introduites dans la phase austénitique [MIY 86]. La diminution de ces températures est donc associée à

la grande densité de dislocations. L'effet du cyclage thermique sur la diminution de M_s et M_f peut être annihilé par l'introduction de précipités résultant d'un traitement thermique de vieillissement après laminage, la variation de la température de transformation en phase R, R_s , semble être plus controversée. En effet, un auteur a observé une augmentation de R_s au cours du cyclage [TAD 87] alors que d'autres ont montré que R_s varie peu. Cette différence est peut être due à des différences de conditions expérimentales puisque l'augmentation de R_s a été obtenue sur un matériau vieilli contenant un grand nombre de précipités. Cependant, le fait que R_s augmente ou reste constant ne fait pas de différence sur le fait que la transformation en phase R peut apparaître au bout d'un certain nombre de cycles ; en effet, ceci est dû au fait que M_s diminue au cours du cyclage thermique dans une proportion beaucoup plus importante que R_s . Par conséquent un matériau qui ne présentait initialement qu'une transition simple austénite $\rightarrow$ martensite peut, au fur et à mesure des cycles présenter une transformation en phase R [MIY 86].

I-4-7-2. Cyclage thermomécanique

Le cyclage thermique sous charge ou cyclage thermomécanique a pour effet d'augmenter les températures de transformation [STA 88] . Ainsi, lorsque M_s atteint la valeur de R_s , la transformation en phase R est masquée par la transformation martensitique dans un matériau qui présentait initialement une phase R apparente. Dans tous les cas (avec ou sans charge), le cyclage thermique introduit des dislocations et autres défauts de structure dans la phase austénitique, ce qui provoque la variation des températures de transformation. Il est ainsi naturel de penser que la structure des dislocations introduite diffère pour un cyclage thermique sous charge et sans charge. Une hypothèse est de considérer que le champ de contrainte associé à ces dislocations qui est généré au cours du cyclage thermique sans charge empêche la formation de martensite autoaccommodée lors du refroidissement alors que lorsque ce champ de contrainte est généré au cours d'un cyclage sous charge, il favorise cette transformation, provoquant ainsi un effet mémoire double sens.

I-4-8. Quelques applications des alliages TiNi

Les applications des alliages à mémoire de forme TiNi sont déjà nombreuses et concernent le domaine médical, la conversion énergie thermique - énergie mécanique. Ces

alliages peuvent résoudre certains problèmes techniques jusqu'ici difficiles à cause de la complexité des mécanismes, de l'accessibilité ou de la fiabilité.

I-4-8-1. Applications médicales

L'alliage a, dans le domaine médical, un avantage certain car il résiste bien à la corrosion et semble bien accepté par les tissus vivants. [SCH 75] ont proposé l'utilisation d'une barre de Harrington en TiNi pour le traitement de la scoliose en remplacement des barres en acier inoxydable. Le problème qui se pose en effet avec les barres classiques est la chute par relaxation de la force de redressement appliquée par la barre. Cette chute de 70% environ, une quinzaine de jours après l'implantation, pourrait être compensée par l'effet de mémoire du TiNi. Lors de l'implantation, la barre est comprimée en forme de S et se trouve à l'état semi-martensitique à 37°C ($A_f=37+5^\circ$ à la contrainte d'implantation). Au bout d'une quinzaine de jours, on chauffe localement, de manière externe, de quelques degrés la barre implantée, ce qui la rallonge de quelques pour-cents et restaure la forme initiale.

Le comportement caoutchoutique est tout à fait adapté aux opérations de redressement : il permet en effet une déformation importante pour une faible variation de force (module d'élasticité apparent faible). Cela a été utilisé pour le redressement des dents : le classique fil d'acier inoxydable a été remplacé par un fil de TiNi dans l'état martensitique prédéformé (figure I-2). Le module d'élasticité apparent est beaucoup plus faible que le module d'élasticité vrai à cause du mouvement des interfaces entre les variantes de martensite, cela autorise une relaxation importante sans changement notable de contraintes. Ce fil supprime alors les réglages fréquents de tension au fur et à mesure du redressement des dents, il est très largement répandu.

Une autre réalisation spectaculaire a été imaginée par [SIM 77]. Il s'agit d'un filtre à caillots de sang constitué par un faisceau de fils de TiNi qui a la propriété de s'ouvrir une fois seulement qu'il est implanté dans une veine.

I-4-8-2. Conversion énergie thermique-énergie mécanique

Un moteur à alliage à mémoire de forme TiNi, tournant de façon continue, a été réalisé pour la première fois par [BAN 75]. Il comporte vingt demi-boucles de TiNi suspendues aux rayons d'une roue horizontale. Les demi-boucles sont fléchies au refroidissement et

fournissent le travail mécanique en se redressant au chauffage. Le travail est communiqué à la roue par un système excentrique, décentré par rapport à l'axe de la roue. Deux bacs à liquide chaud et froid sont disposés au-dessous de la roue, les éléments à mémoire viennent y plonger alternativement au cours de la rotation. Ce moteur tournant entre 26 et 42°C à 90 tr/mn a effectué plus de 20 millions de cycles avec les fils initiaux. La puissance récupérée est très faible. Depuis, d'autres prototypes ont été réalisés avec des systèmes différents de transformation des mouvements. De façon générale les rendements sont très faibles, inférieurs à quelques pour-cents, et les applications paraissent relativement limitées.

La conversion énergie thermique-énergie mécanique peut aussi être utilisée en robotique. La firme Hitachi au Japon étudie un robot à trois doigts dont les éléments moteurs sont en fils de TiNi de faible diamètre (0.2 à 0.4 mm). La commande se fait par effet Joule. Le faible rendement n'a ici pas d'importance ; ce qui est très intéressant, c'est que l'on peut avoir des mouvements très complexes sans mécanisme compliqué.

Conclusion

Nous avons décrit dans la première partie de ce chapitre le comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme. Schématiquement nous avons montré l'origine physique de l'effet mémoire de forme et des autres effets associés à la transformation martensitique thermoélastique. Dans la deuxième partie, nous avons présenté en détail l'étude bibliographique sur les alliages à mémoire de forme TiNi qui sont les alliages actuellement développés pour les applications avec des conditions assez sévères de mise en forme, des traitements thermiques nécessaires à la mise en œuvre de la mémoire de forme, et enfin une diversité du champ d'application des alliages à mémoire de forme TiNi. L'intérêt principal de ces applications tient en général à leur simplicité et au fait que le fonctionnement ne nécessite pas d'énergie autre que thermique. Les applications pratiques conduisant à un produit largement diffusé sont encore relativement développées en regard des potentialités de l'effet de mémoire de forme pour deux raisons principales. En premier lieu, l'effet de mémoire de forme n'est pas encore très connu des industriels, en second lieu, pour les alliages à venir industriels tels que TiNi et CuZnAl, de nombreuses propriétés d'usage sont encore imparfaitement connues (fatigue, vieillissement, corrosion, etc...). en dépit de ces difficultés, on ne peut douter que les alliages à mémoire seront dans un avenir proche largement utilisés dans de nombreux domaines.

CHAPITRE II

METHODES EXPERIMENTALES

II. METHODES EXPERIMENTALES

II-1. Etude par diffraction X des transformations de phase de l'alliage à mémoire de forme TiNi 50-50 en fonction du taux de déformation et du traitement thermique

Pour caractériser les différentes phases présentes dans ces fils, on a utilisé la technique de diffraction X qui est une méthode d'analyse non destructive et sans influence sur le processus de transformation des phases.

II-1-1. Intérêt de la diffraction RX

Les rayons X utilisés en diffraction ont des longueurs d'onde de l'ordre de l'Angström et sont fortement absorbés par les métaux. La pénétration étant faible (quelque dizaines de microns), l'intensité diffractée proviendra essentiellement de la partie superficielle de l'échantillon, ce qui est l'atout principal de la technique: l'information est locale. L'intensité I recueillie, après traversée de l'épaisseur x , est donnée par la loi de LAMBERT (figure II-1)

$$I = I_0 e^{-\mu x} \text{ (absorption linéaire)}$$

- I_0 est l'intensité incidente,
- μ est le coefficient d'absorption linéaire, fonction de la longueur d'onde λ du faisceau incident et du matériau étudié. Il est exprimé en cm^{-1}

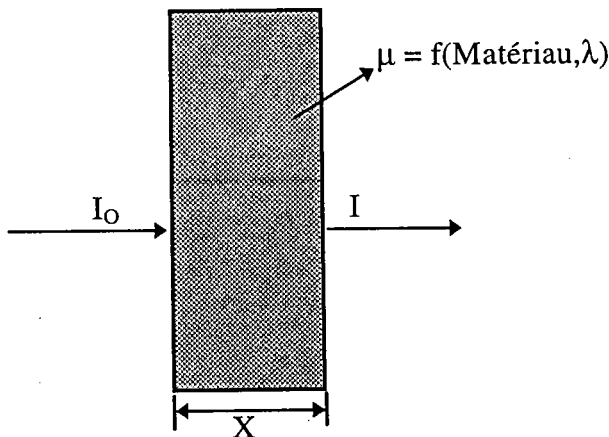


Figure II-1. Loi de Lambert

On peut remarquer cependant que les rayons X atteignent le cœur de l'échantillon lorsque l'épaisseur ou le coefficient d'absorption est très faible (couches minces, fils très fins, etc..)

Au cours d'une mesure de texture, la surface irradiée par le faisceau X varie en fonction des angles ψ et φ . Deux conditions doivent être respectées afin d'éviter que ces variations soient nuisibles :

a) la surface observée doit être parfaitement plane afin de conserver un volume diffractant constant au cours des rotations de l'échantillon . En effet, dans ce cas les variations de surface irradiée dues au mouvements de l'échantillon sont directement compensées par les variations d'épaisseur irradiée dues à l'absorption. Le produit "surface "x" profondeur irradiée" définit le volume diffractant.

b) la texture doit être homogène dans tout le volume diffractant et tout au long de la mesure. Cette condition est liée à l'impossibilité de localiser l'origine de l'information dans le volume diffractant.

A.Guinier a calculé l'intensité diffractée par un échantillon plan placé dans les conditions de Bragg-Brentano et possèdent une répartition isotrope de ses orientations. La relation entre l'intensité diffractée (I) et le volume diffractant à chaque position (φ, ψ) de la mesure est la suivante:

$$I(\varphi, \mu) = \frac{i \times S_0}{2\mu}$$

où

- S_0 est la surface de la section droite du faisceau incident,
- μ est le coefficient d'absorption linéaire.
- i est l'intensité émise par un volume unitaire supposé isotrope situé à la surface de l'échantillon.

Le volume diffractant $V=S_0/2\mu$ est constant quelle que soit la position (φ, ψ) de l'échantillon. [HEI 86] ont calculé ces intensités pour des couches minces planes en incidence

faible. Ils corrigent ces intensités en fonction des positions de l'échantillon. De même, lorsque l'échantillon à mesurer n'a pas une forme plane, il est absolument nécessaire :

a) de faire en sorte que la surface observée soit plane,

ou

b) de connaître, à toute position de l'échantillon, le volume diffractant et de corriger les intensités diffractées en fonction des variations de ce volume.

II-1-2. Transformation de phase et structures des alliages TiNi

La diffraction des rayons X est une méthode d'analyse non destructive et sans influence sur le processus des transformations. L'échantillon n'est soumis ni à contrainte ni à apport de chaleur de la part des rayons X. Cette technique permet une caractérisation des phases présentes. Au cours de cette transformation, le comportement de l'alliage TiNi est beaucoup plus complexe que celui des autres alliages à mémoire de forme. Des études approfondies ont été effectuées sur les transformations de phase de l'alliage TiNi [OTS 71] , [SAN 71]. Elles ont confirmé la présence de trois phases différentes:

1) une phase austénitique (B_2) de structure cubique centrée de type CsCl à haute température, appartenant au groupe d'espace $P m\bar{3}m$ [PUR 61], [MIC 82] avec un paramètre de maille élémentaire $a_0=3.02 \text{ \AA}$.

2) une phase martensitique (M) de structure monoclinique à basse température, appartenant au groupe d'espace $P2_1/m$ avec les paramètres du réseau suivants:

$$a_0=2.989 \text{ \AA}, \quad b_0=4.108 \text{ \AA}, \quad c_0=4.646 \text{ \AA}, \quad \beta=97.78^\circ$$

3) une phase intermédiaire R de structure rhomboédrique.

Il existe alors trois types de transformations de phases :

Phase austénitique (B_2) $\leftrightarrow$ Phase R

Phase R $\leftrightarrow$ Phase martensitique (M)

Phase austénitique (B_2) $\leftrightarrow$ Phase martensitique (M).

que nous allons essayer d'analyser à l'aide des rayons X.

II-1-2-1 . Transformation prémartensitique

La transformation prémartensitique se manifeste, entre autres, par une augmentation de la résistivité de l'alliage, l'apparition de réflexions supplémentaires sur les diffractogrammes de diffraction des rayons X, le dédoublement de certains pics de l'austénite (B_2), ainsi que par la diminution des constantes d'élasticité du matériau [SAN 71] et [MIC 82].

Pour un alliage TiNi en phase austénitique, une chute de température peut donner naissance à deux phases : la phase martensitique et la phase R. La transformation $B_2 \leftrightarrow R$ a été appelée prémartensitique, avant que cette phase R ne soit mise en évidence. Il semble aujourd'hui qu'il s'agisse d'une transformation à part entière, ce qui est montré par Michal [MIC 82].

La phase R est facilement observable sur les alliages TiNiFe, TiNiCu, TiNiAl et les alliages TiNi de composition proche de l'équiatomique ayant subi un traitement d'ordonnancement, tel qu'un vieillissement ou un cyclage thermique. L'existence de la phase R dépend de plusieurs paramètres tels que la composition chimique des alliages et leurs traitements thermiques. Récemment [GOOB 92] ont essayé de clarifier la possibilité de détecter la phase R dans les alliages TiNi, TiNiCu et TiNiCo par plusieurs méthodes expérimentales telles que la microscopie électronique à transmission, la diffraction des rayons X, et la calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Ils ont conclu que la phase R apparaît et que sa détection dépend de la technique expérimentale utilisée, mais qu'il y a possibilité de confusion entre la phase R et la phase martensitique.

Du fait du dédoublement de certains pics de diffraction, il est généralement admis que la phase R apparaît avec une structure rhomboédrique [OTS 71] dont les paramètres de maille sont :

$$a=9.03 \text{ \AA} \text{ et } \alpha=89.3^\circ.$$

Cette structure correspond à la structure B_2 distordue.

D'après [GOO 85], la phase R présente une symétrie de paramètres:

$$a_R=7.38 \text{ \AA} \text{ et } c_R=5.32 \text{ \AA}.$$

Les relations d'orientation entre la phase R et la phase B_2 sont:

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

D'autres auteurs donnent la relation d'orientation suivante:

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

la maille de la phase R étant choisie rhomboédrique .

Il a récemment été rapporté par Zhao [ZHA 89] que, parallèlement à la transformation en phase R, il pouvait y avoir une transformation produisant une phase appelée R' dont la structure cristallographique est triclinique, de paramètres:

$$a=7.27 \text{ \AA}, b=8.89 \text{ \AA}, c=9.19 \text{ \AA}, \alpha=110.3^\circ, \beta=95.3^\circ, \gamma=114.0^\circ.$$

Celle-ci n'a fait l'objet que de très peu d'analyses.

II-1-2-2. Transformation martensitique

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

1. un changement morphologique
2. une décroissance de la résistivité électrique
3. un changement dans le diagramme de diffraction X ou électronique avec réduction de l'intensité, puis disparition totale du pic de diffraction associé au plan (110) B_2 de l'austénite, et apparition de nouveaux pics de réflexions [SAN 71].

En 1971, [OTS 71] d'une part, [HEH 71] d'autre part ont déterminé une structure de la phase martensitique d'un alliage TiNi équiatomique comme étant orthorhombique de type B_{19} légèrement distordue, ou encore (B'_{19}) de maille monoclinique, avec "shuffle". Ces auteurs donnent les mêmes paramètres de réseau. La différence entre les deux résultats réside dans une variation de la direction et du plan du "shuffle" par rapport à l'angle monoclinique; par conséquent, les structures appartiennent à deux groupes d'espace différents $P2_1/m$ et $P2/c$. toutes les deux sont également incohérentes avec des réflexions de réseau observées qui sont normalement interdites.

En 1981, [MIC 81] tiennent compte de ces réflexions interdites et grâce à une analyse plus détaillée, ces auteurs aboutissent à la structure B'_{19} avec les mêmes paramètres que les investigateurs précédents. En plus ils confirment le groupe d'espace $P2_1/m$ rapporté par [HEH 71].

Deux ans plus tard, [BUH 83], confirment la nature $P2_1/m$ du groupe d'espace par la diffraction des neutrons. En 1985, [KUD 85] ont utilisé la diffraction X sur des monocristaux d'un alliage TiNi 50.8%; ils ont trouvé la même structure B'_{19} ainsi que le même groupe

d'espace $P2_1/m$ (tableau II-1) mais avec des coordonnées atomiques différentes de celles de [MIC 81] (voir tableau II-2).

Tableau II-1. Comparaison des données cristallographiques de la phase martensitique de l'alliage TiNi

Paramètres	HEH (a)	MIC (b)	OTS (c)	KUD (d)
a (Å)	2.883	2.885	2.889	2.898
b (Å)	4.623	4.622	4.120	4.108
c (Å)	4.117	4.120	4.622	4.646
$\beta(^{\circ})$			96.8	97.78
$\gamma(^{\circ})$	96.8	96.8		
Nbre d'atomes/maille	4	4	4	4
Groupe d'espace	$P2_1/m$	$P2_1/m$	$P2/c$	$P2_1/m$

- a) [HEH 71] b) [MIC 81]
c) [OTS 71] d) [KUD 85].

Tableau II-2. Coordonnées conventionnelles des atomes

		Michal [MIC 81]	Kudoh [KUD 85]
Ti	X	0	0
	Y	0	0
	Z	0	0
Ti	X	0.055	0.1648
	Y	0.5	0.5
	Z	0.558	0.5672
Ni	X	0.580	0.6196
	Y	0	0
	Z	0.472	0.4588
Ni	X	0.475	0.5452
	Y	0.5	0.5
	Z	0.086	0.1084

Le cristal monoclinique dont les paramètres de maille ont été déterminés par Otsuka [OTS 71] est largement accepté comme structure standard pour la martensite (figure II-1).

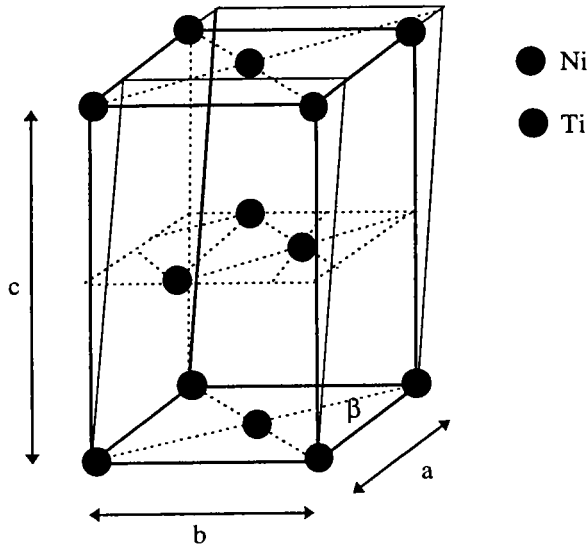


Figure II-1. Structure cristalline de la martensite dans l'alliage TiNi

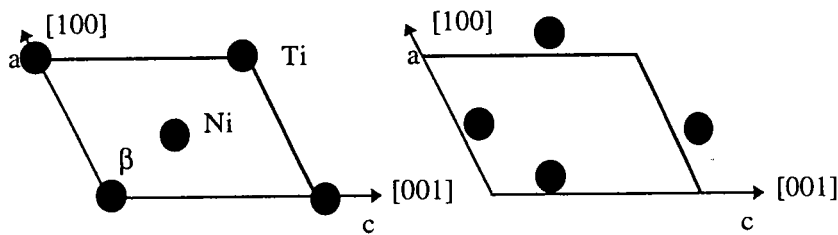


Figure II-2. Configuration atomique dans une maille conventionnelle vue dans la direction $[101]M$

La figure II-2 représente une configuration atomique dans une maille conventionnelle vue dans la direction $[010]M$. Dans cette direction, les atomes de Ti et Ni sont empilés suivant deux couches. Selon cette direction, nous ne pouvons pas trouver de plans compacts d'atomes. En d'autres termes, la structure de la martensite n'est pas un empilement de plans compacts bidimensionnels de structure ordonnée, mais plutôt une structure compacte tridimensionnelle [KUD 85].

II-1-2-3. Relation d'orientation entre l'austénite et la martensite

La structure de la martensite est relativement bien connue. Elle est identifiée comme étant de type B'19. Les relations d'orientations entre la phase mère B_2 et la martensite ont été déterminées par [OTS 71] et [KNO 81] à partir des clichés de diffraction électronique. [OTS 71] ont trouvé les relations suivantes :

$$[1-10]_M // \langle 111 \rangle_{B_2}$$

$$(001)_M // \{101\}_{B_2} 0.6.5^\circ \text{ près.}$$

De la même manière, [MOH 75] a donné les relations d'orientations suivantes :

$$[101]_M // \langle 111 \rangle_{B_2}$$

$$(010)_M // \{110\}_{B_2}$$

II-1-3. Etude expérimentale

II-1-3-1. Nature des échantillons et mode de mesure

L'étude des transformations de phase martensite $\leftrightarrow$ austénite $\leftrightarrow$ phase R par diffraction des rayons X a été faite avec des fils de TiNi élaborés par la Société MEMOMETAL (RCS Albertville) , ayant des diamètres (D) de 1.41, 1.34, 1.25 et 1.13 mm avec des taux de déformation respectifs, 10, 20,30 et 40 % au cours du tréfilage. Les fils ont été recuits sous atmosphère d'azote pendant 1 heure à des températures de 450, 510, 570 et 600°C et suivis d'une trempe rapide à l'eau. Des échantillons de diamètre (d) de l'alliage équiatomique TiNi ont été préparés par attaque chimique dans une solution composée de 1/3 d'acide fluorhydrique et 2/3 d'acide nitrique en volume, pour enlever la pellicule d'oxyde qui s'est formée pendant le recuit.

Pour la mesure aux rayons X des intensités diffractées , nous avons choisi d'utiliser des échantillons composés d'un ensemble de fils de diamètre (d/D) parfaitement jointifs disposés sur une plaque de verre pour former un plan (figure II-3). Cette technique développée par T. Montesin [MON 90] permet:

1. de faciliter la préparation de l'échantillon.
2. d'augmenter l'intensité diffractée (le faisceau baigne plusieurs fils).
3. de conserver un volume diffractant constant au cours de la rotation ϕ .

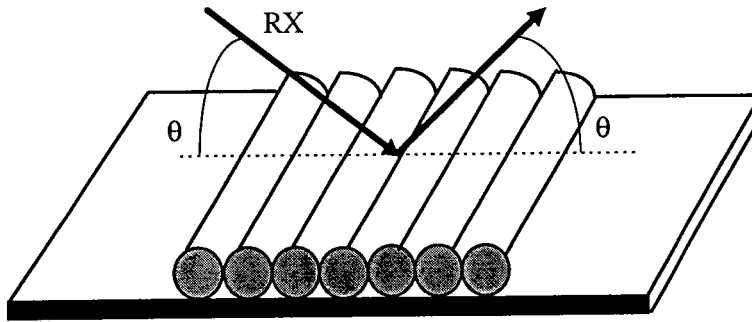


Figure II-3. Mesure aux RX d'un échantillon sur la surface de la nappe

Tous les diffractogrammes de diffraction des rayons X sont effectués dans les mêmes conditions expérimentales. Nous avons utilisé un goniomètre de texture à anode tournante, équipé d'un détecteur courbe à localisation spatiale (CPS120- INEL), avec un tube à anticathode de fer de longueur d'onde ($\lambda=1.9373 \text{ \AA}$). Le balayage de l'ensemble des orientations possibles de l'échantillon nous permet d'effectuer des diffractogrammes "intégrés", c'est à dire résultant de la sommation des intensités diffractées au cours des deux mouvements de rotation (déclinaison de 0 à 70°, rotation azimutale de 0 à 360°). Cela nous a permis de mettre en évidence les phases en présence après chaque traitement thermique.

II-1-3-2. Etude des diffractogrammes de diffraction des rayons X

Les diffractogrammes de diffraction des rayons X montrent les effets du taux de déformation et du traitement thermique sur les transformations de phase de l'alliage à mémoire de forme TiNi équiatomique.

Les échantillons déformés à 10%, et recuits à 450°C et 510°C, montrent la présence simultanée de la phase R et de la phase martensitique (figure II-4)

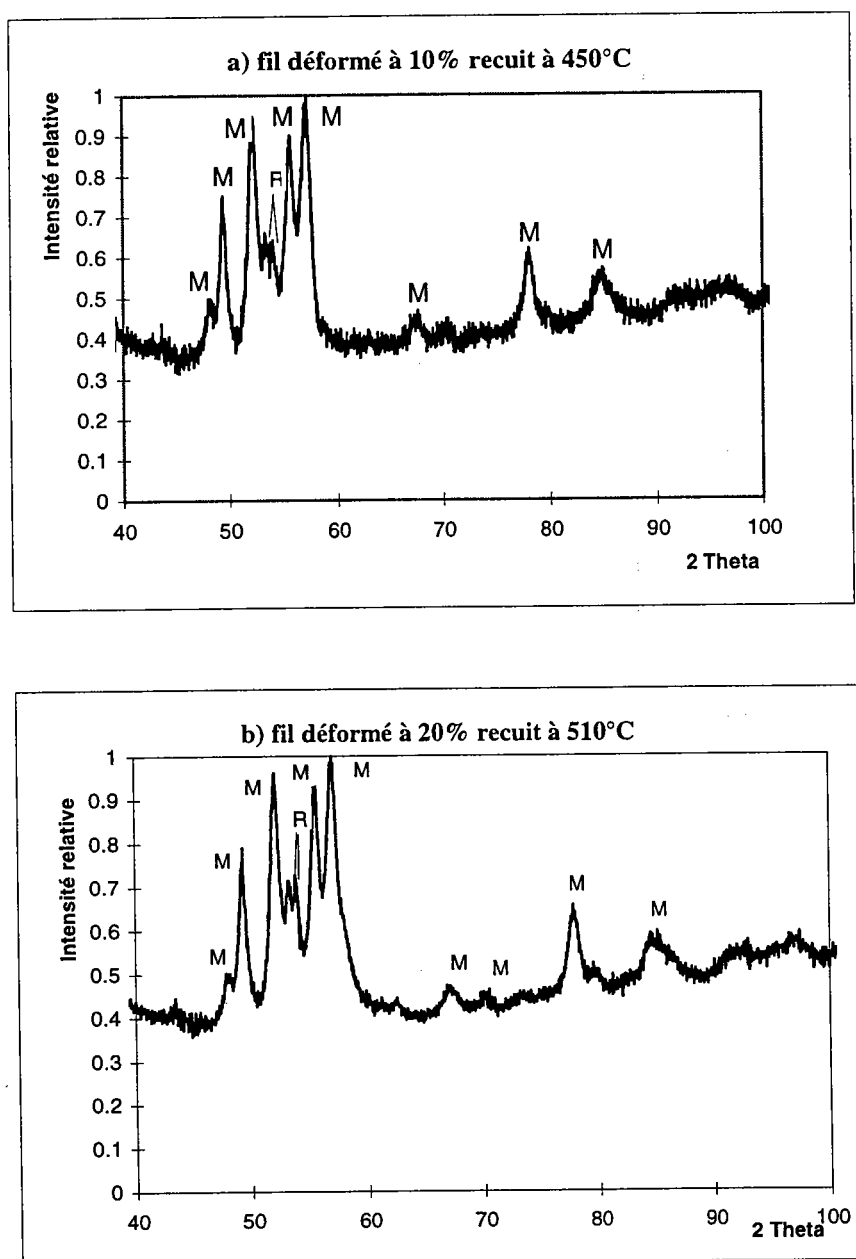


Figure II-4. Diffractogrammes de diffraction X pour un fil de diamètre 1.38/1.41 mm recuit à (a) 450°C et (b) 510°C

La disparition de la phase R a lieu à 570°C , température à partir de laquelle on observe l'apparition nette des pics de la martensite (figure II-5c). Par contre à une température de recuit de 600°C , la phase R disparaît et le plan (110) de l'austénite apparaît à la place des pics de la phase R (figure II-5d).

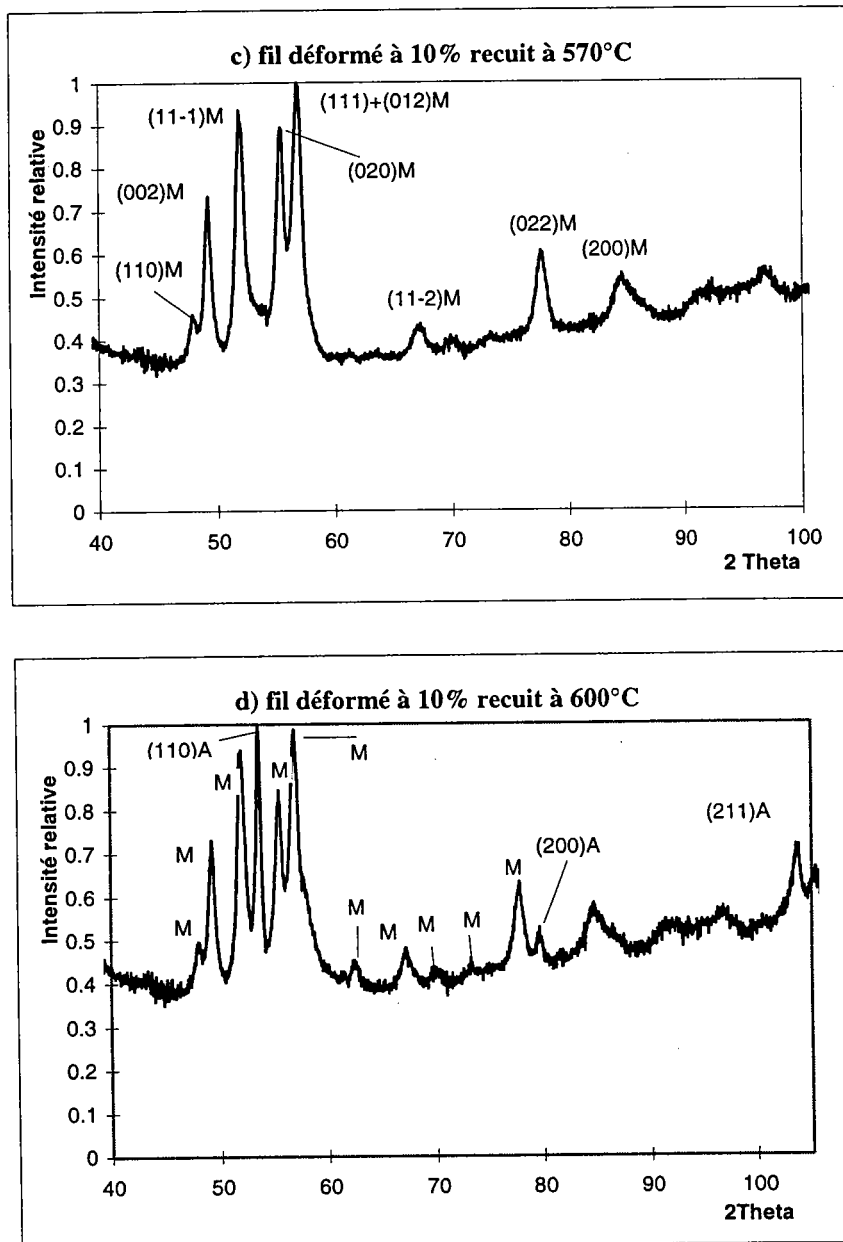


Figure II-5. Diffractogrammes de diffraction X pour un fil de diamètre 1.38/1.41 mm recuit à (c) 570°C et (d) 600°C

Les échantillons déformés à 20% et recuits à 450°C et 510°C, révèlent la présence très nette de la phase R entre les deux pics (11-1) et (020) de la phase martensitique, ainsi que les deux pics intenses (200)_A et (211)_A de la phase austénitique situés respectivement aux angles deux thêta 80.20° et 104.12° (figure II-6).

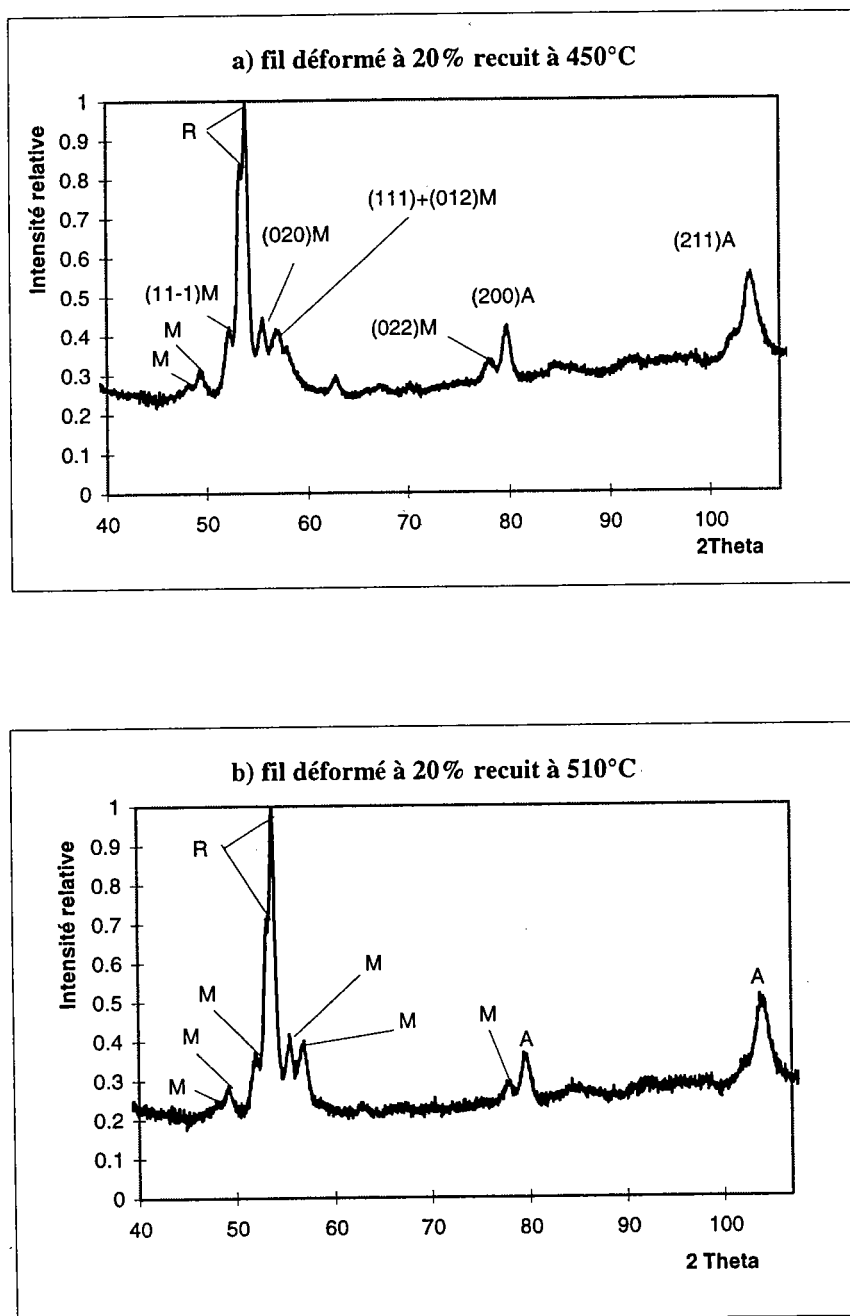


Figure II-6. Diffractogrammes de diffraction X pour un fil de diamètre 1.30/1.34 mm recuit à (a) 450°C et (b) 510°C

Par contre à 570°C et 600°C, les échantillons deviennent totalement martensitiques. Ceci se traduit sur les diffractogrammes de diffraction (figure II-7) par la disparition des pics de l'austénite et de la phase R au profit des pics de la martensite .

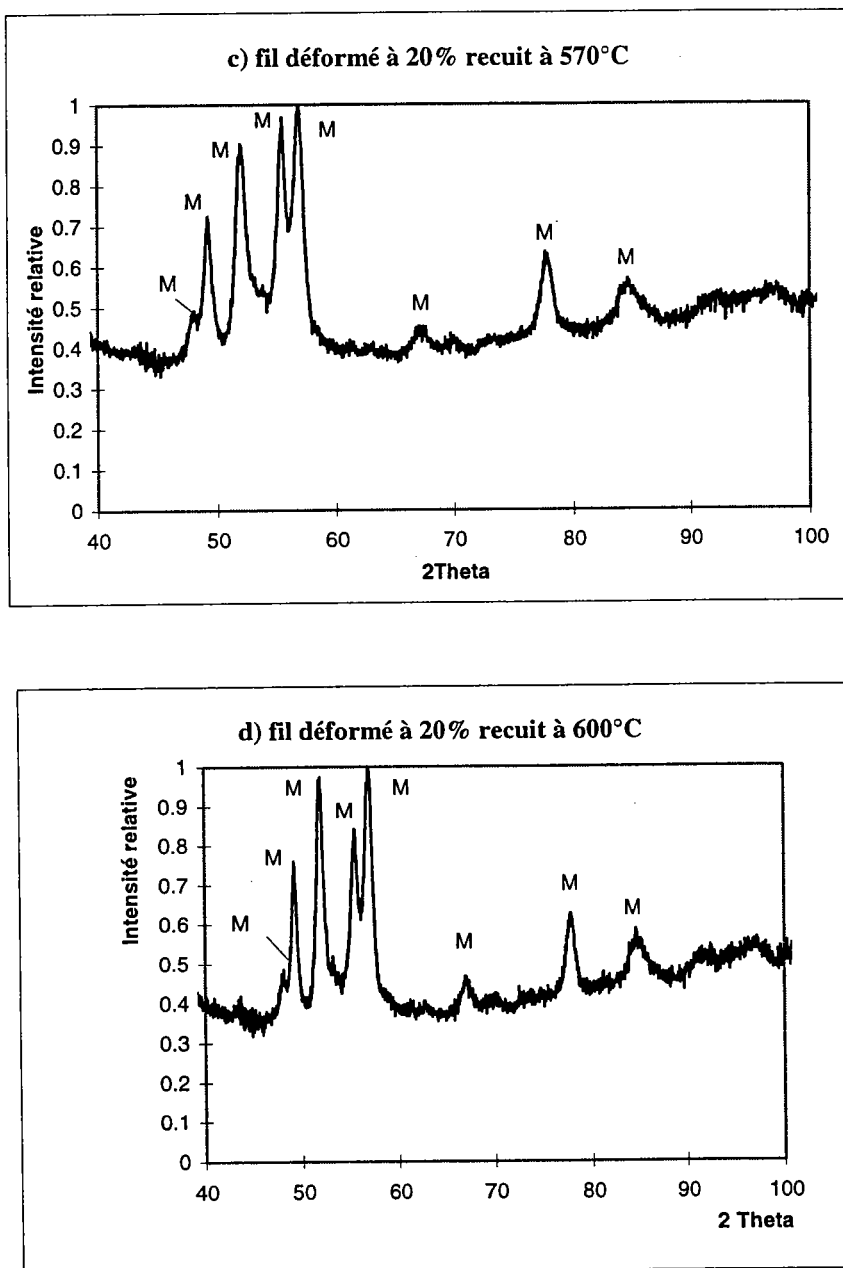


Figure II-7. Diffractogrammes de diffraction X pour un fil de diamètre 1.30/1.34 mm recuit à (c) 570°C et (d) 600°C

Les diffractogrammes de diffraction des échantillons déformés à 30 et 40% et recuits à 450°C et 510°C, présentent des pics intenses de la phase R et des pics faibles d'austénite, et presque la disparition totale des pics de la martensite (figure II-8a, II-8b, II-9a, II-9b). Par contre à 570°C et 600°C, la phase R disparaît (figure II-8c, II-8d, II-9c, II-9d), et la martensite réapparaît nettement avec ses différents pics caractéristiques (tableau II-3).

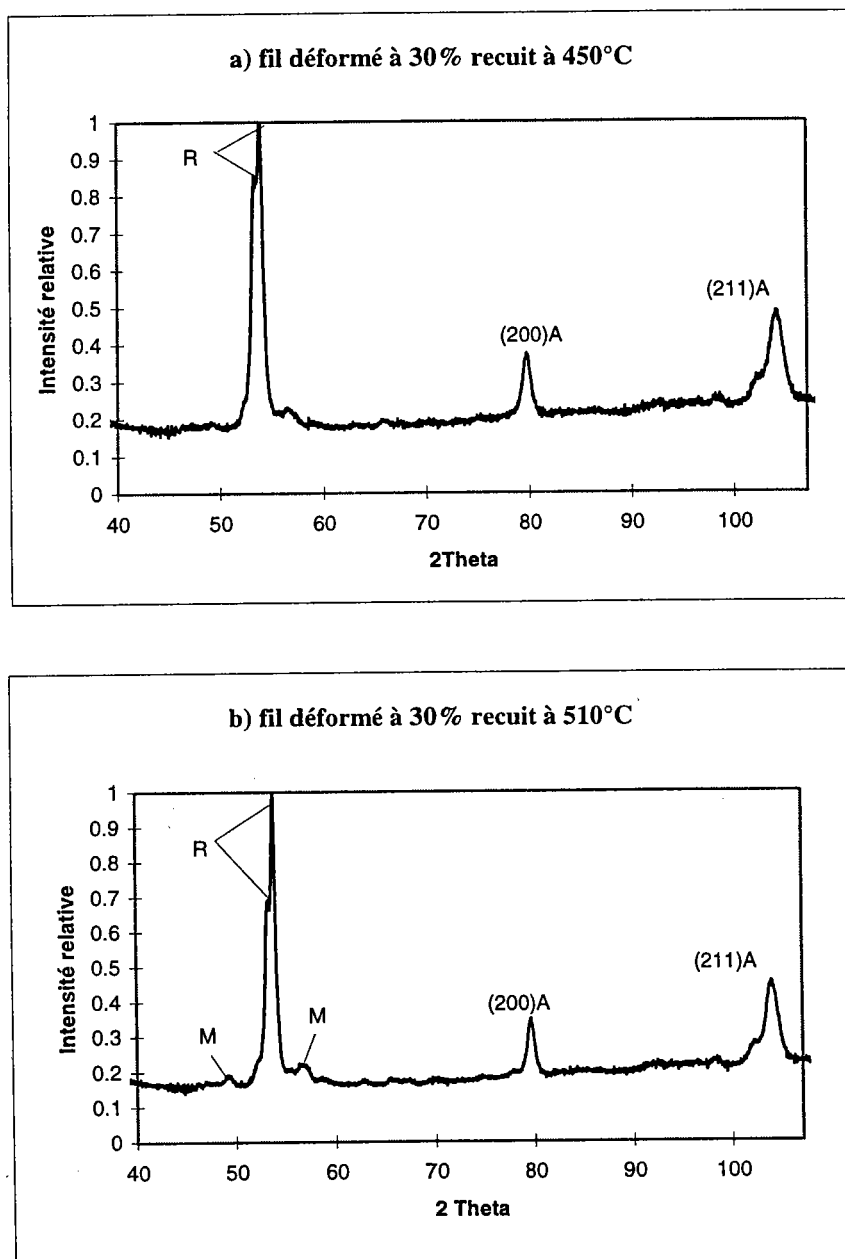


Figure II-8. Diffractogrammes de diffraction X pour un fil de diamètre 1.20/1.25 mm recuit à (a) 450°C et (b) 510°C

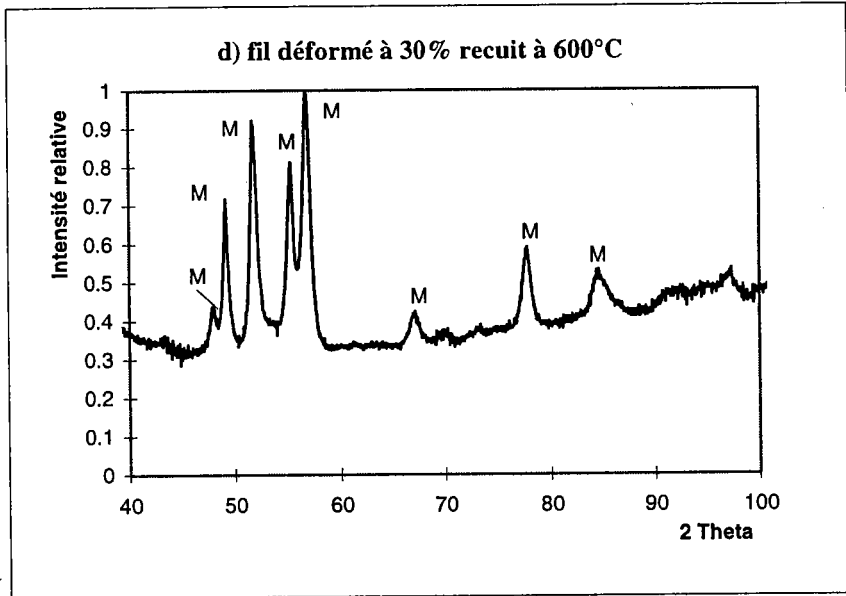
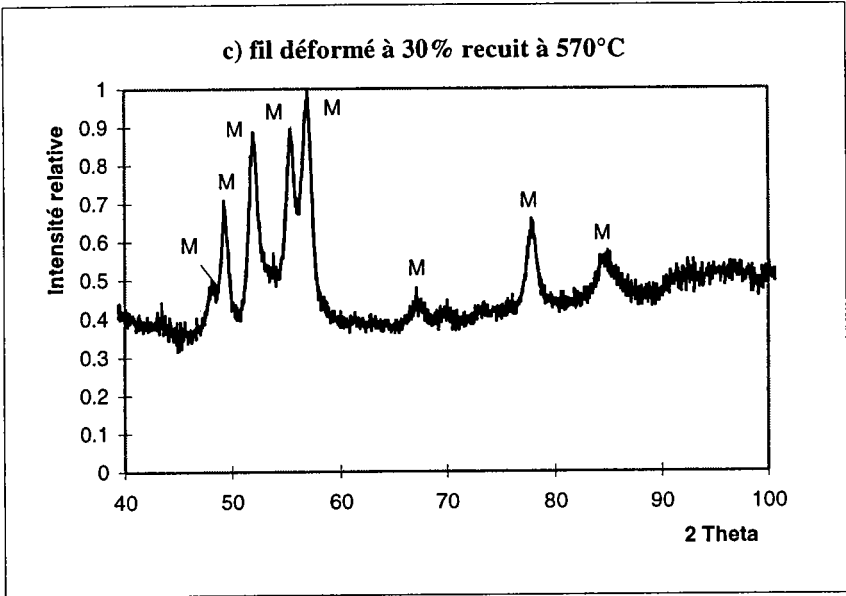


Figure II-9. Diffractogrammes de diffraction X pour un fil de diamètre 1.20/1.25 mm recuit à (c) 570°C et (d) 600°C

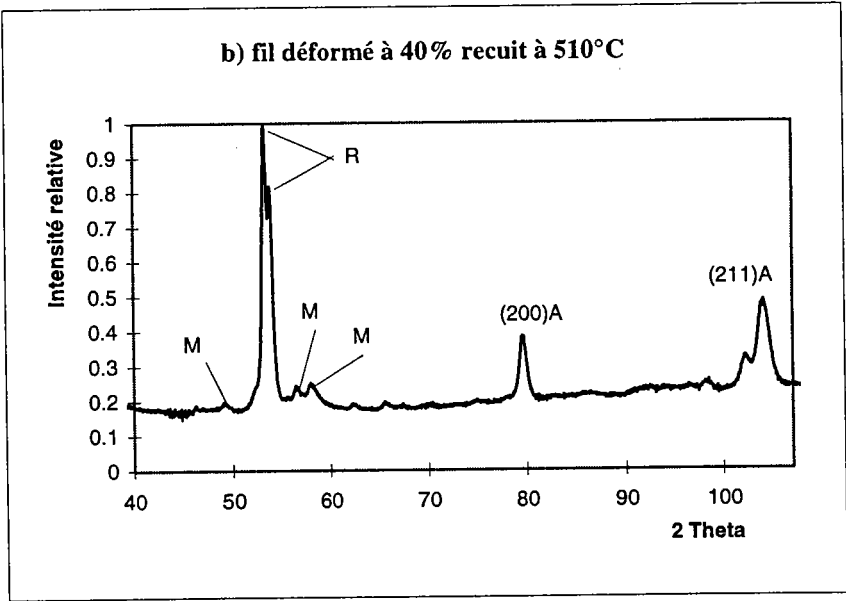
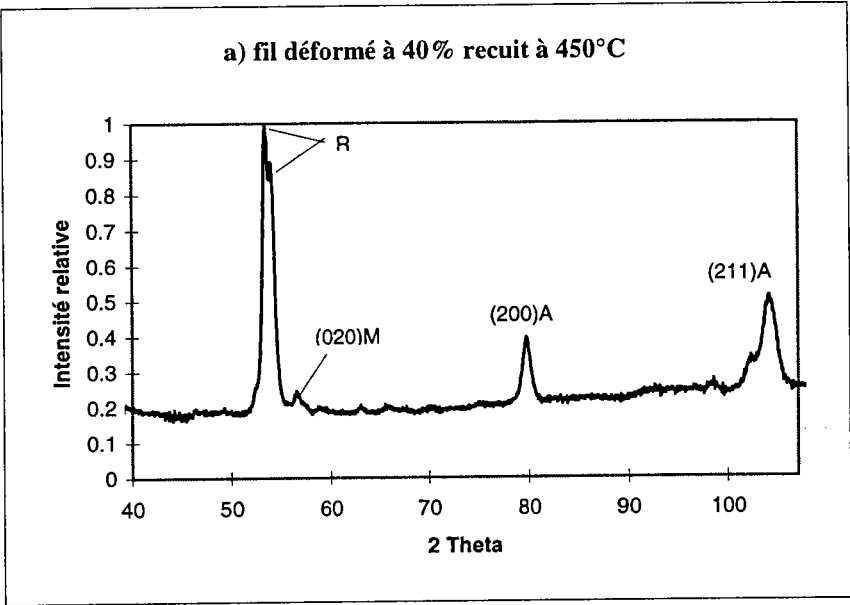


Figure II-10. Diffractogrammes de diffraction X pour un fil de diamètre 1.09/1.13 mm recuit à (a) 450°C et (b) 510°C

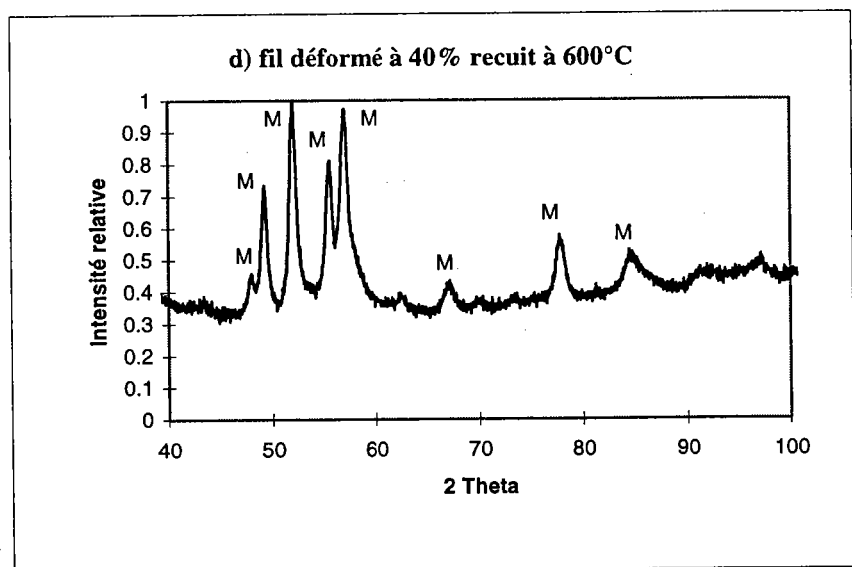
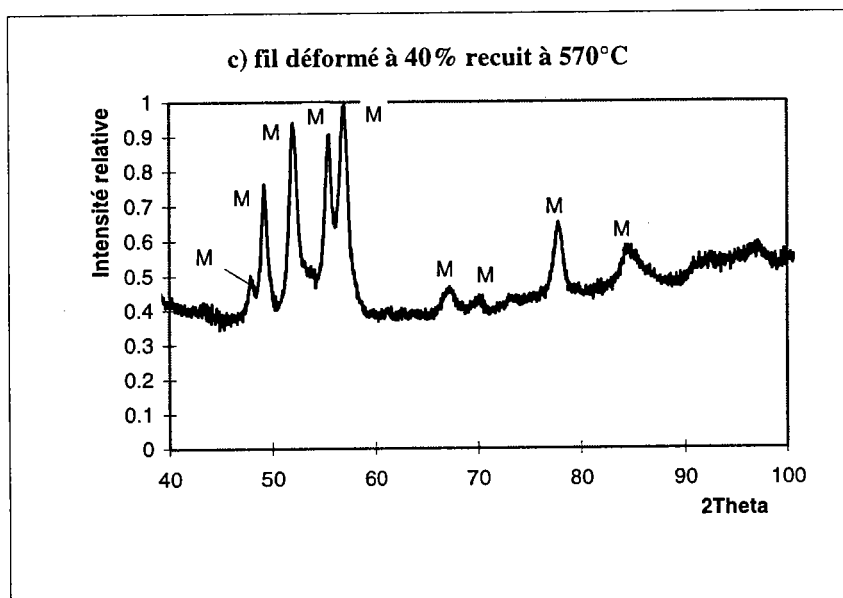


Figure II-11. Diffractogrammes de diffraction X pour un fil de diamètre 1.09/1.13 mm recuit à (c) 570°C et (d) 600°C

Tableau II-3 . Comparaison entre distances interréticulaires observées et calculées

Phase	hkl	$2\theta_{cal}$	$2\theta_{obs}$	d_{cal}	d_{obs}
M	110	48.46	48.29	2.35	2.36
M	002	49.49	49.49	2.29	2.31
M	11-1	52.74	52.06	2.18	2.19
R			2.15		
R			2.14		
M	020	56.10	55.74	2.06	2.07
M	111	57.46	57.19	2.02	2.02
M	11-2	68.16	67.23	1.73	1.74
M	120		70.32		1.68
M	12-1	74.11	73.64	1.61	1.61
M	022	78.38	78.06	1.53	1.53
A	200		79.79		1.51
M	200	85.11	84.64	1.43	1.43
A		104.12		1.22	

Les distances d_{hkl} et les angles de diffraction sont en bon accord avec les résultats de [OTS 71], ainsi qu'avec les fiches ASTM d'un alliage TiNi équiatomique fournis par Michal [MIC 82]. Le tableau II-3 montre les valeurs calculées des distances interréticulaires d_{hkl} et des angles de diffraction ainsi que celles que nous avons observées par diffraction des rayons X. Le chevauchement des pics de la phase martensitique, empêche d'identifier les pics ainsi que leurs intensités relatives. Pour voir les pics séparés, nous avons utilisé le logiciel de calcul théorique du diffractogramme mis au point par Moreau [MOR], en utilisant les paramètres de la maille et les coordonnées conventionnelles des atomes trouvés par [MIC 82].

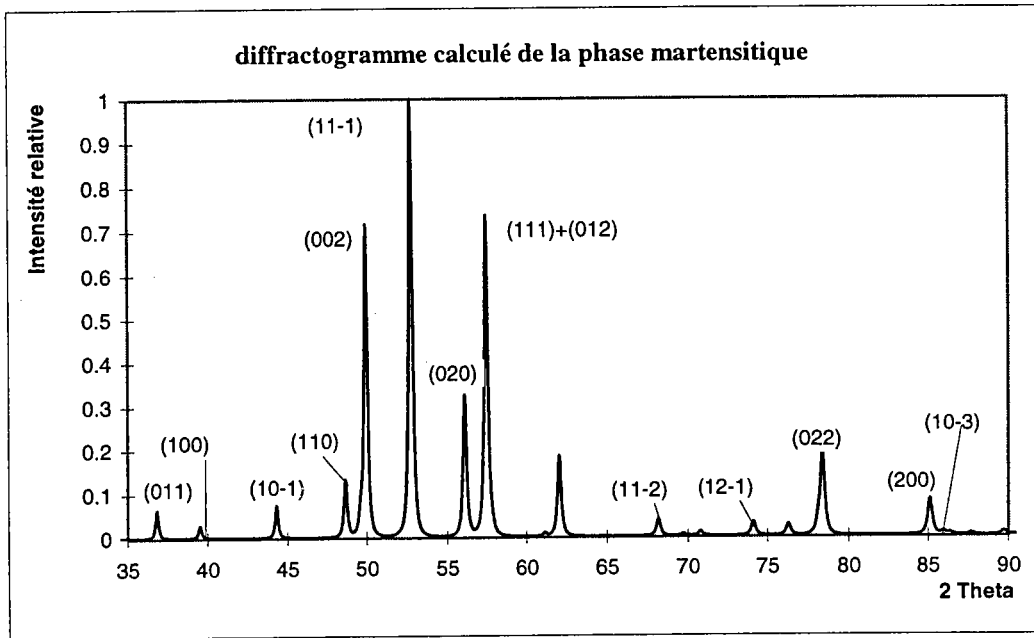


Figure II-12. Diffractogramme calculé de la phase martensitique

La figure II-12 montre le diffractogramme calculé. L'accord est bon entre pics calculés, ceux trouvés par [MIC 82], ainsi que ceux observés dans le présent travail. L'intensité maximale expérimentale (100%) est obtenue pour le plan (111)M. Ceci est dû au fait que le pic (111)M est jointé par le pic (012)M qui se trouve à une distance angulaire ($\Delta 2\theta = 0.33^\circ$) de celui-ci. Ce pic ne figure pas dans les diffractogrammes expérimentaux car il est masqué par le pic (111)M qui voit son intensité augmenter.

Calcul des fractions volumiques

Après correction de tous les diffractogrammes de diffraction X du bruit de fond (BDF), nous avons calculé les fractions volumiques pour chaque phase après chaque température de recuit (toutes les mesures ont été effectuées dans les mêmes conditions expérimentales). Par exemple pour la phase martensitique :

$$X_M = \frac{I_M}{I_{réf}}$$

où X_M : la fraction volumique de la phase martensitique (M)
 I_M : intensité mesurée des pics de la phase martensitique de l'échantillon
 $I_{réf}$: intensité de référence d'un échantillon totalement martensitique

Cette relation est valable pour les autres phases, la phase R et la phase austénitique.

II-1-4. Discussion des résultats

La séparation entre la phase R et la martensite, comme entre la martensite et l'austénite, augmente avec le taux de déformation. En plus du taux de déformation, la température de recuit a une influence significative sur les transformations de phase.

Pour les températures de recuit de 450°C et 510°C, la fraction volumique de martensite diminue avec un taux de déformation croissant. Le comportement est différent pour des températures de recuit de 570°C et 600°C, où la fraction volumique de martensite est la même avec un taux de déformation supérieur à 10%.

Pour la phase austénitique, à 450°C et 510°C la fraction volumique d'austénite croît avec le taux de déformation. Toutefois, pour un taux de déformation supérieur à 10% la fraction volumique d'austénite s'annule à des températures de recuit supérieures à 510°C. Contrairement aux fractions volumiques de martensite et d'austénite, la fraction volumique de la phase R augmente lorsque le taux de déformation croît et que la température de recuit décroît (figure II-13).

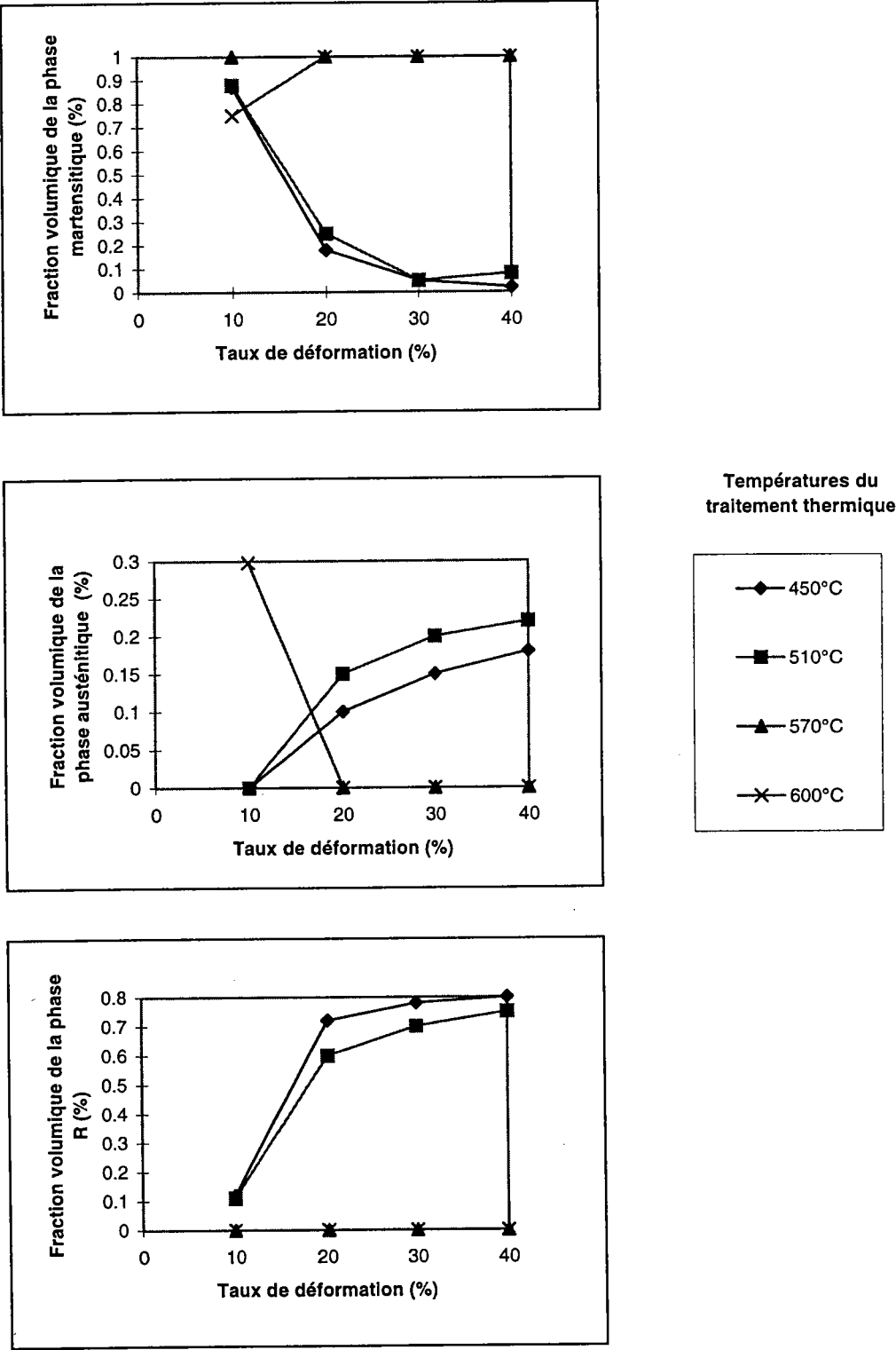


Figure II-13. Effet du taux de déformation et du traitement thermique sur la fraction volumique de martensite, d'austénite et de la phase R dans l'alliage équiatomique TiNi

II-2. L'effet du taux de déformation et du traitement thermique sur les températures de transformation de phase de l'alliage TiNi 50-50

Les températures de transformation des alliages à mémoire de forme sont connues pour être sensibles à la composition chimique. Dans cette partie, nous avons étudié l'influence du taux de déformation et de la température de recuit sur les températures de transformation de phase sur l'alliage équiatomique TiNi. Les températures de transformation de la martensite, de l'austénite et de la phase R ont été mesurées sur des échantillons ayant des poids et des taux de déformation différents (tableau II-4).

Tableau II-4. Caractéristiques des échantillons utilisés en DSC

Diamètre	Taux de déformation	Poids
1.41 mm	10 %	78 mg
1.34 mm	20 %	73.5 mg
1.25 mm	30 %	63 mg
1.13 mm	40 %	49 mg

Tous les échantillons utilisés en analyse calorimétrique ont été recuits dans les mêmes conditions que les échantillons de diffraction X. Pour déterminer les températures de transformation, nous avons utilisé la technique de DSC (calorimétrie différentielle à balayage) pour mesurer les températures et les flux de chaleur associés aux transitions thermiques dans notre matériau en fonction de la température. Ces mesures fournissent des informations qualitatives et quantitatives sur les changements physiques ou chimiques impliquant des effets exothermiques pendant le refroidissement ou endothermiques pendant l'échauffement. L'effet endothermique se traduit par un pic vers le bas, et l'effet exothermique vers le haut. Le début et la fin des pics peuvent être définis comme températures de transformation. Généralement, ces points de transformation sont déterminés par la méthode d'intersection des tangentes.

II-2-1. Résultats expérimentaux

L'effet général du taux de déformation et du traitement thermique sur les températures de transformation de phase sur l'alliage à mémoire de forme TiNi est démontré par les courbes du DSC . Les échantillons recuits à 600°C à différents taux de déformation, montrent seulement deux maximums de transformation, un maximum de la phase martensitique par refroidissement et un maximum de la phase austénitique par échauffement (figure II-14)

Toutefois les échantillons déformés à 10, 20, 30 et 40% et recuits à 450°C montrent un maximum de la phase R avant la transformation martensitique par refroidissement et un maximum de la transformation austénitique par échauffement (figure II-15). La séparation entre la phase R et la martensite, aussi bien que la séparation entre la martensite et l'austénite, augmentent avec un taux de déformation croissant.

En plus du taux de déformation, la température de recuit a une influence sur les températures de transformation. La figure II-18 représente l'effet du TD et de la température de recuit sur les températures maximales de la martensite, de l'austénite et la phase R.

pour les températures de recuit de 450 et 510°C, la température maximale de la martensite diminue avec un TD supérieur à 20% (figure II-18-A). Le comportement est différent pour des températures de recuit de 570 et 600°C, où la température maximale de la martensite est presque la même quelque soit le TD. La température maximale de martensite s'étend d'un minimum de -27.8°C (pour un TD=40% et une température de recuit de 450°C) à un maximum de + 30.55°C (pour un TD=10% et une température de recuit de 600°C).

La température maximale d'austénite diminue avec un TD inférieur à 20% pour des températures de recuit de 450,510 et 570°C (figure II-18-B). Ce comportement est différent à 570°C pour un TD supérieur à 20%. Pour une température de recuit de 600°C et quel que soit le TD, la température maximale d'austénite est presque la même. La température maximale d'austénite s'étend de 46 °C (pour un TD de 40% et une température de recuit de 510°C) à 61.66 °C (pour un TD de 10% et une température de recuit de 600°C).

Contrairement aux températures maximales de la martensite et de l'austénite, la température maximale de la phase R augmente avec un TD croissant et une température de recuit décroissante (figure II-18-C). La température maximale de la phase R varie de 32.22°C (pour une température de recuit de 570°C et un TD de 10% (voir figure II-17)) à 47.5°C (pour une température de recuit de 450°C et un TD de 40%).

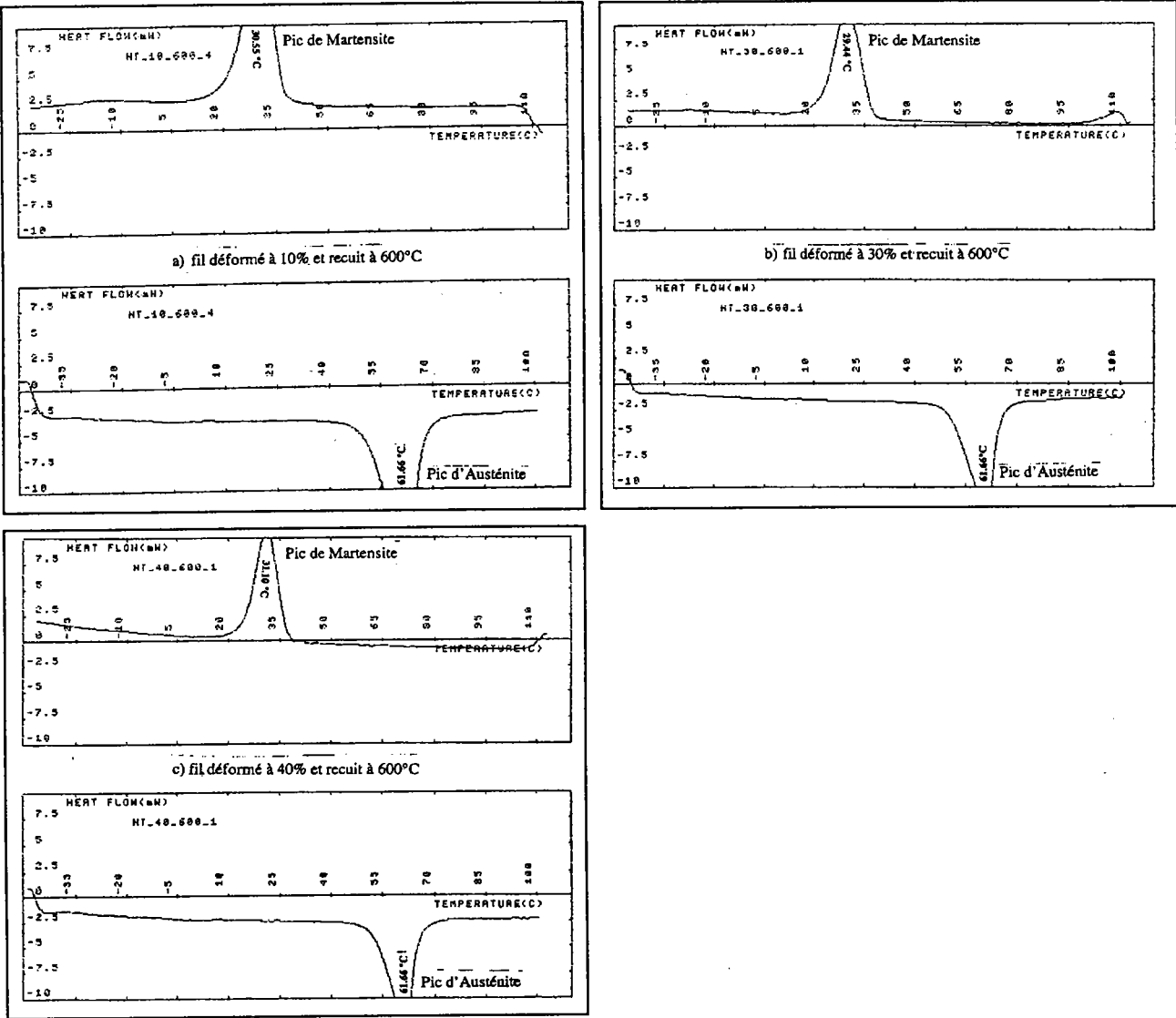


Figure II-14. Courbes de DSC des fils de TiNi 50-50 recuits à 600°C

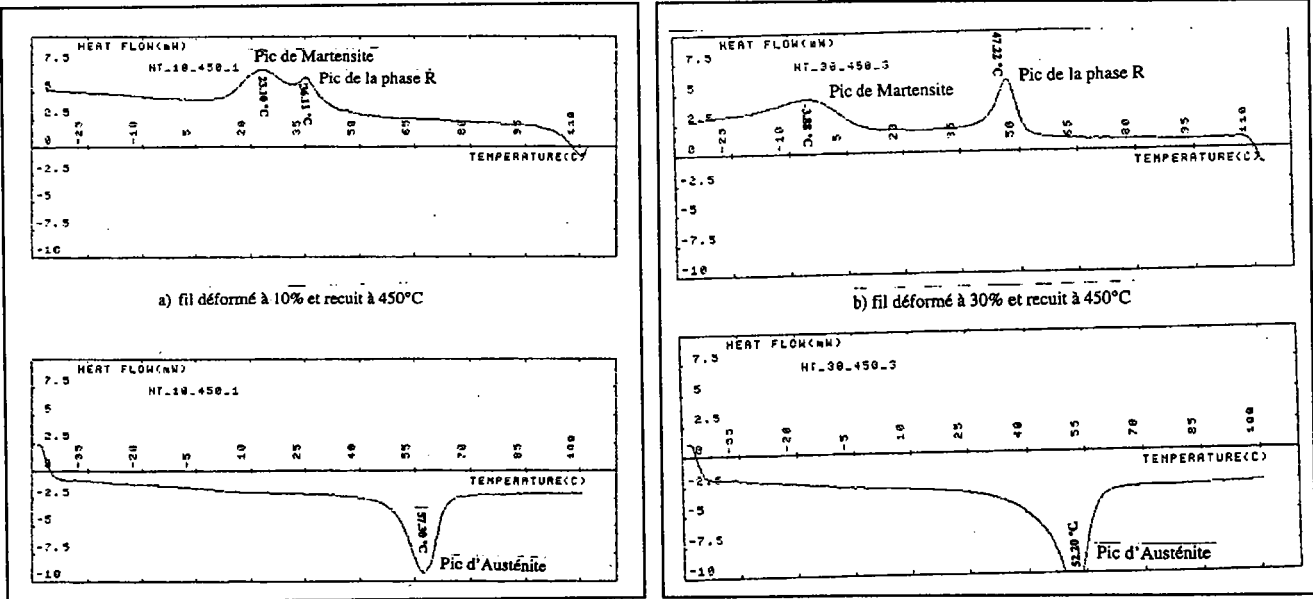


Figure II-15. Courbes de DSC des fils de TiNi 50-50 recuits à 450°C

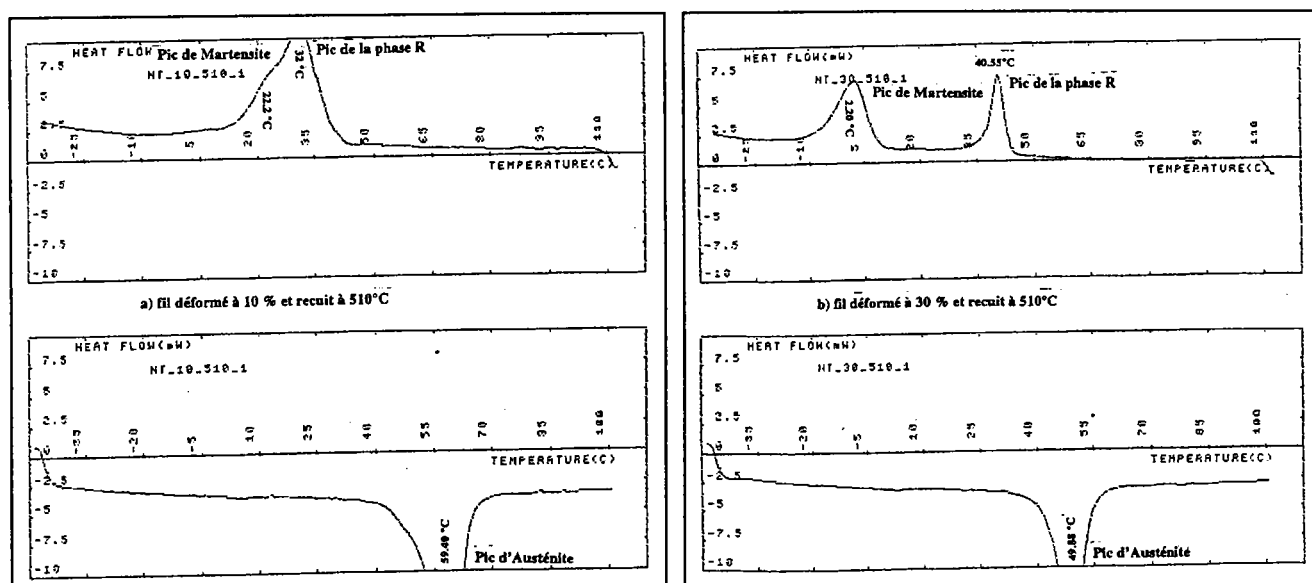


Figure II-16. Courbes de DSC des fils de TiNi 50-50 recuits à 510°C

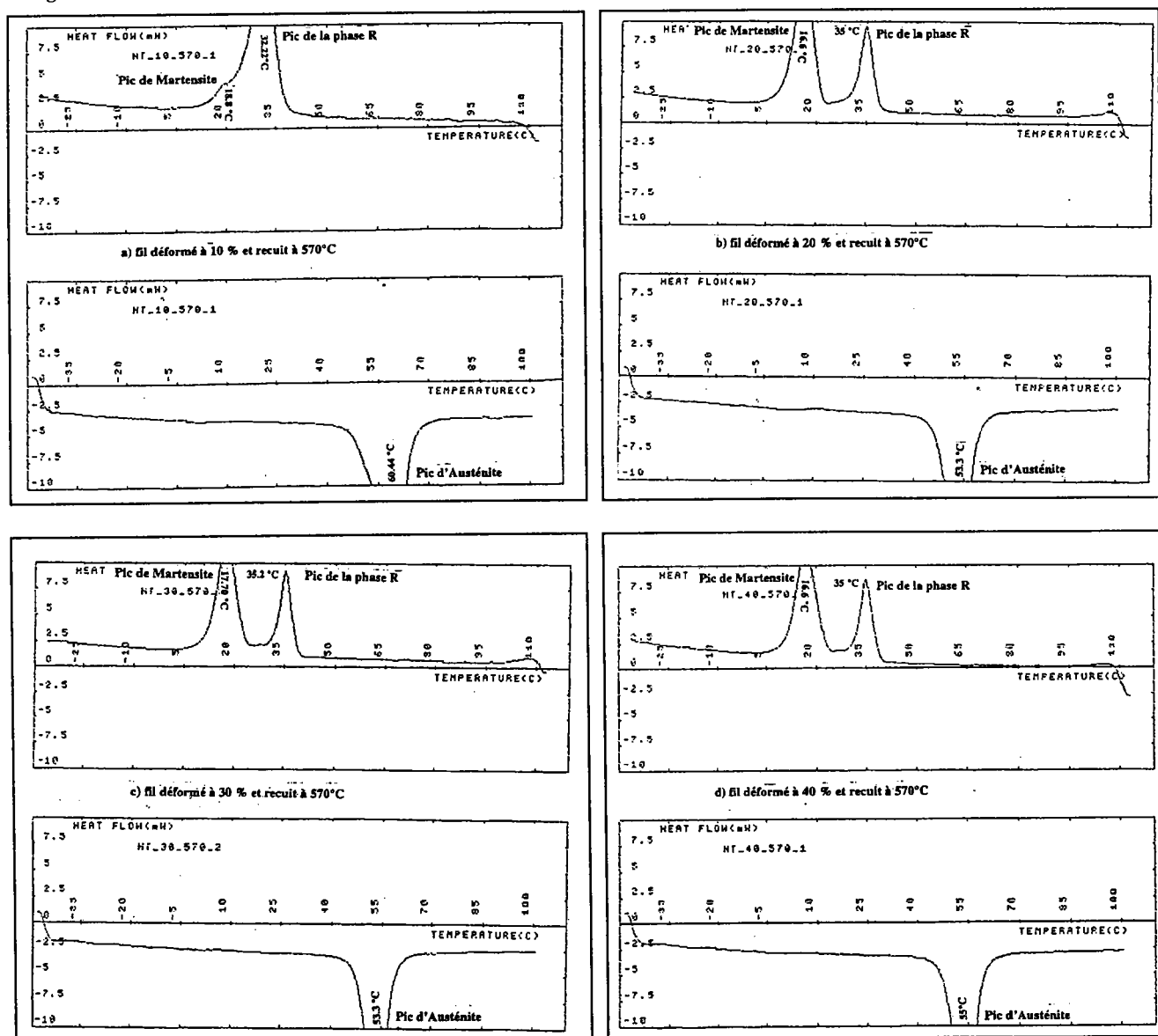


Figure II-17. Courbes de DSC des fils de TiNi 50-50 recuits à 570°C

II-2-2. Discussion des résultats

La contrainte interne croît lorsque le TD augmente, est décroît quand l'alliage est recuit à températures élevées. A températures élevées la recristallisation de l'alliage apparaît aussi. Les effets du TD et de la température de recuit sur les températures de transformation de phase dans l'alliage TiNi sont associés à la contrainte interne résiduelle et au processus de recristallisation.

La diminution observée dans les températures maximales de la martensite et de l'austénite et l'accroissement de la température maximale de la phase R avec un TD croissant et une température de recuit décroissante sont associés à la contrainte interne résiduelle. La quantité la plus importante de contrainte interne existe dans le fil le plus déformé et recuit à la température la plus basse. La température maximale la plus basse de la phase martensitique est de -27.8°C et la température maximale la plus haute de la phase R est de 47.5°C . Ces deux températures de transformation apparaissent dans les fils déformés à 40% et recuits à 450°C (condition pour une contrainte interne importante). L'accroissement de la température de transformation de la phase R influence la transformation inverse de l'austénite par échauffement à température plus élevée. La figure II-19 qui représente les températures maximales de la phase austénitique et de la phase R, pour des températures de recuit de 450 et 510°C (figure II-15 et II-16), démontre la convergence vers une différence de température constante entre les pics de l'austénite et de la phase R.

La valeur la plus élevée pour les deux températures maximales de transformation de la martensite et de l'austénite est observée à une température de recuit de 600°C sans tenir compte du TD. A 600°C , les maximums de la température de transformation de la martensite et de la phase R sont confondus. Nous pensons que, à températures de recuit plus élevées que 570°C sans tenir compte du TD, la contrainte interne est minimisée et accompagnée d'une recristallisation complète. A 570°C , le processus de recristallisation est rendu évident par l'accroissement dans les températures maximales de la martensite et de l'austénite pour un TD supérieur à 20%. On croit que cette accroissement est dû à une plus grande densité de grains recristallisés dans le fil le plus déformé.

Les températures maximales de la martensite et de l'austénite sont proches dans le fil déformé à 10% pour toutes les températures de recuit. Donc, la phase ne se développe pas dans les fils déformés à 10%. Ceci peut être expliqué par le fait que 10% de déformation par tréfilage est complètement récupérable après un échauffement.

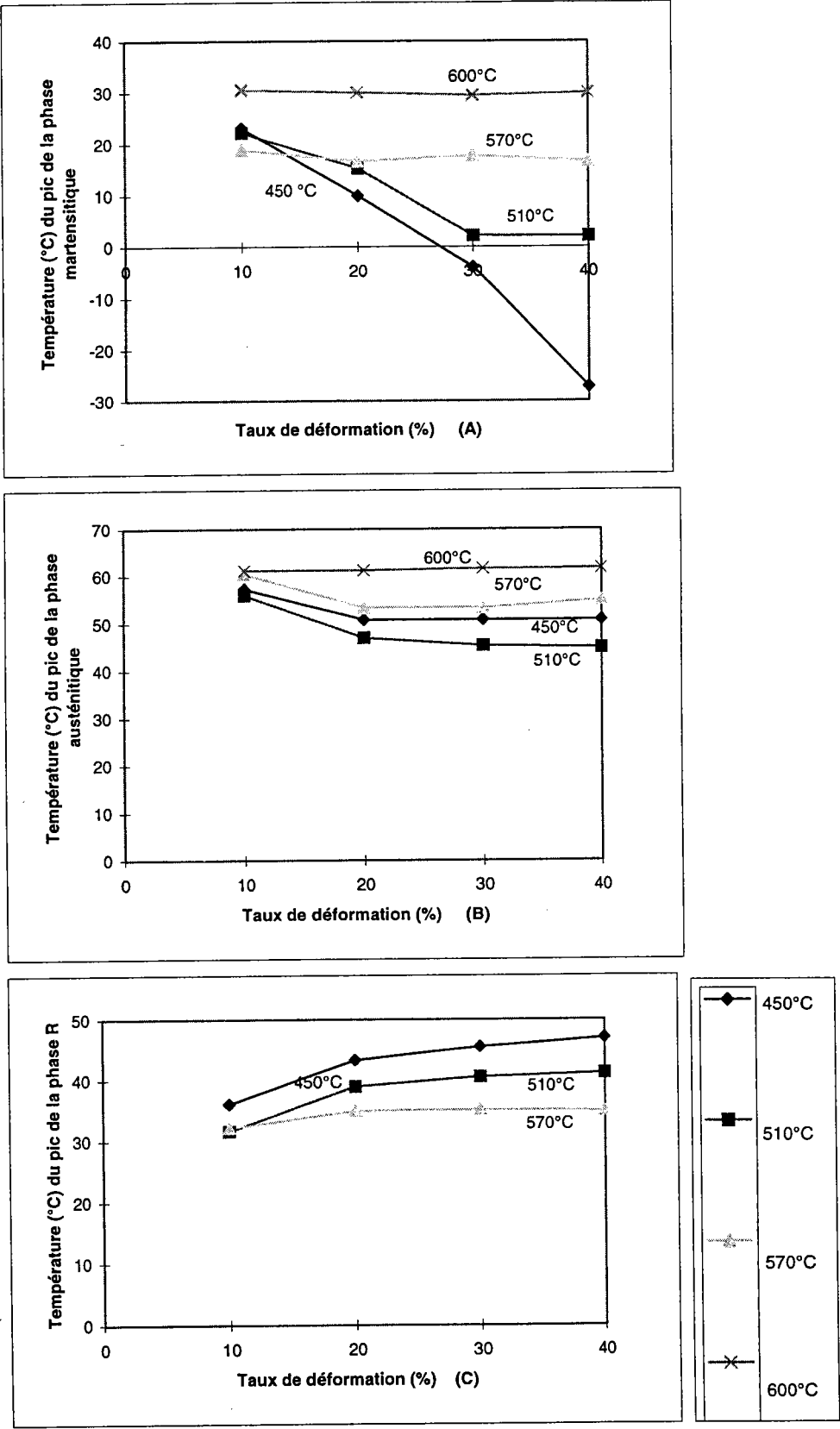


Figure II-18 . Effet du taux de déformation et de la température de recuit sur les températures de transformation de phase de la martensite, de l'austénite et la phase R dans l'alliage TiNi.

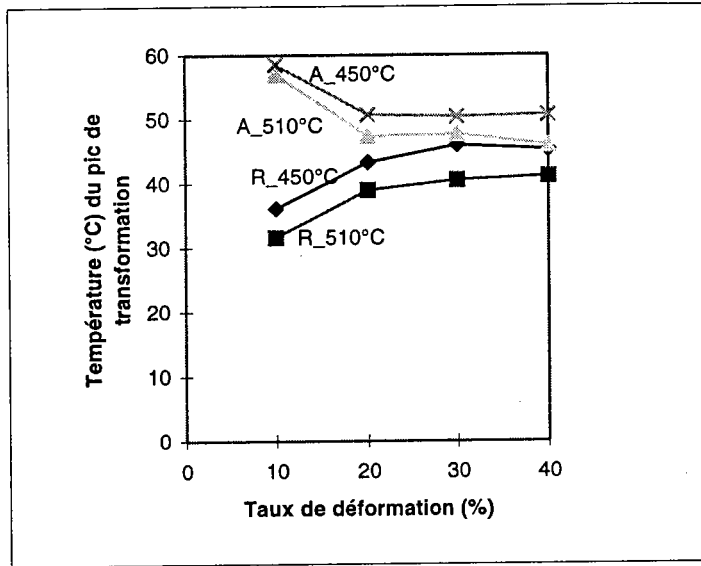


Figure II-19 . Convergence vers une différence de température constante entre les pics de l'austénite et la phase R.

Conclusion

Dans la première partie de ce chapitre notre but était de mettre en évidence, par les rayons X, les phases et les fractions volumiques de l'alliage à mémoire de forme TiNi en fonction du taux de déformation et de la température de recuit de l'échantillon. Dans la deuxième partie nous avons déterminé les températures de transformation de chaque phase en fonction des mêmes paramètres.

Ces transformations de phase sont causées par des processus thermiques et mécaniques associés à la contrainte interne résiduelle et au processus de recristallisation qui apparaît à des températures élevées.

La diminution observée des fractions volumiques et des températures de transformation de la martensite et de l'austénite, et l'accroissement de la fraction volumique et la température de transformation de la phase R avec un taux de déformation croissant, et une température décroissante sont associées à la contrainte interne résiduelle.

Nous pensons qu'à des températures de recuit supérieures à 510°C, la contrainte interne est minimisée et s'accompagne d'une recristallisation complète.

Ce travail se poursuit par l'étude quantitative de l'évolution de la texture des différentes phases en fonction des mêmes paramètres : températures de recuit et taux de déformation.

CHAPITRE III

MESURE DE LA TEXTURE DE FILS DE L'ALLIAGE TINI 50-50 PAR DIFFRACTION X

III. MESURE DE LA TEXTURE DE FILS DU TiNi 50-50 PAR DIFFRACTION X

III-1. Détermination de la texture de fils - Généralités

Au cours de sa fabrication, le métal subit plusieurs traitements (thermiques, mécaniques, etc...) qui favorisent ou non son anisotropie : les propriétés physiques ou mécaniques seront variables selon l'endroit et la direction de sollicitation choisis dans le matériau.

Cette propriété dépend de :

- la répartition des contraintes internes au sein du matériau,
- la concentration en impuretés,
- la forme des grains (structure),
- l'orientation non aléatoire des grains.

Dans ce dernier cas, on dit que le matériau présente une texture, ou une orientation préférentielle de ses cristallites.

Déterminer la texture d'un échantillon polycristallin consiste donc à évaluer les orientations cristallographiques préférentielles des grains qui le composent.

III-1-1. Mesure de la texture d'échantillons cylindriques.

La texture d'échantillons cylindriques fait l'objet d'études depuis déjà de nombreuses années: en 1927, [SCH 27] mesuraient la texture de fils de différents métaux par la méthode de Debye-Scherrer (fils placés perpendiculairement au faisceau incident) et mettaient en évidence deux caractéristiques fondamentales de ces fils:

- a) la texture dite "de fibre" caractéristique du procédé de fabrication et de la symétrie de révolution d'un fil,
- b) la présence de textures différentes selon que l'information provient du centre ou de la périphérie du fil.

La méthode de Debye-Scherrer s'avérant insuffisante dans l'étude des textures, les scientifiques se sont tournés vers la méthode goniométrique de Schulz [SHU 49] dès son

apparition. Malheureusement, la géométrie du fil a confronté les chercheurs aux problèmes de variation du volume diffractant au cours de la mesure car l'échantillon n'est pas plan.

Pour éviter ce problème, une des solutions est de mesurer la texture globale du fil:

- a) soit par diffraction de neutrons pour lesquels l'absorption par la matière est négligeable,
- b) soit par diffraction de rayons X en mesurant la section droite (perpendiculairement à l'axe) d'un ou plusieurs fils.

Les résultats qui donnent la texture globale confirment la présence d'une texture de fibre, mais permettant difficilement d'observer les variations de celle-ci dans le fil.

La solution idéale reste la mesure de texture locale en plaçant le fil perpendiculairement au faisceau incident avec toutes les conséquences qu'elle implique.

III-1-2. Application de la mesure des textures aux fils

La mesure des textures dans les fils pose des problèmes qui sont directement liés à leur géométrie (volume diffractant non constant pour une déclinaison donnée). De ce fait, différents moyens pour rendre plan un échantillon cylindrique ont été proposés, mais la plupart de ces méthodes ne peuvent s'appliquer qu'à des fils de gros diamètres.

Ces méthodes sont les suivantes (figure III-1) :

- utiliser la technique développée pour les tubes. Dans ce cas il est nécessaire de percer le fil en son centre et ensuite de l'amincir chimiquement afin de pouvoir le dérouler élastiquement. Mais ceci n'est pas réalisable dans notre cas car les fils ont été enroulés sur une bobine et présentent donc un rayon de courbure qui ne permet pas le perçage.
- mettre les fils en nappe et recouvrir les espaces libres par une poudre absorbante (figure III-1-A). Cette technique est possible pour de gros fils, mais la réalisation est rendue difficile pour des fils plus fins.
- couper des tranches dans le fil et les juxtaposer. Il est possible de couper des tranches parallèlement à l'axe du fil (figure III-1-D) ou des tranches prises sur la circonférence (figure III-1-C). Là encore cela ne s'applique qu'à de gros fils.

- mettre les fils en nappe, les enrober et ensuite effectuer un polissage mécanique (épaisseur à enlever = rayon du fil) (figure III-1-B). Ces différentes techniques ne sont pas ou peu utilisées. On préfère généralement utiliser les deux techniques que nous allons évoquées dans les deux paragraphes suivants.

III-1-2-1. Mesure sur la surface cylindrique

On met les fils en nappe (figure III-6), et on effectue directement la mesure des figures de pôles. Ensuite, à l'aide d'un traitement informatique, on effectue une correction d'absorption et de géométrie. Ces méthodes ont été développées par [LAN 89], et [MON 90]. Cette technique a été retenue pour notre étude.

III-1-2-2. Mesure sur la section

Les fils sont disposés en faisceau (figure III-2), puis enrobés. Cette technique est intéressante car il n'y a pas de correction de géométrie à effectuer, la préparation est relativement aisée et il n'y a pas de limitation de diamètre, cependant elle ne donne pas la texture locale que l'on aurait mesurée en surface, mais la texture moyenne dans le fil.

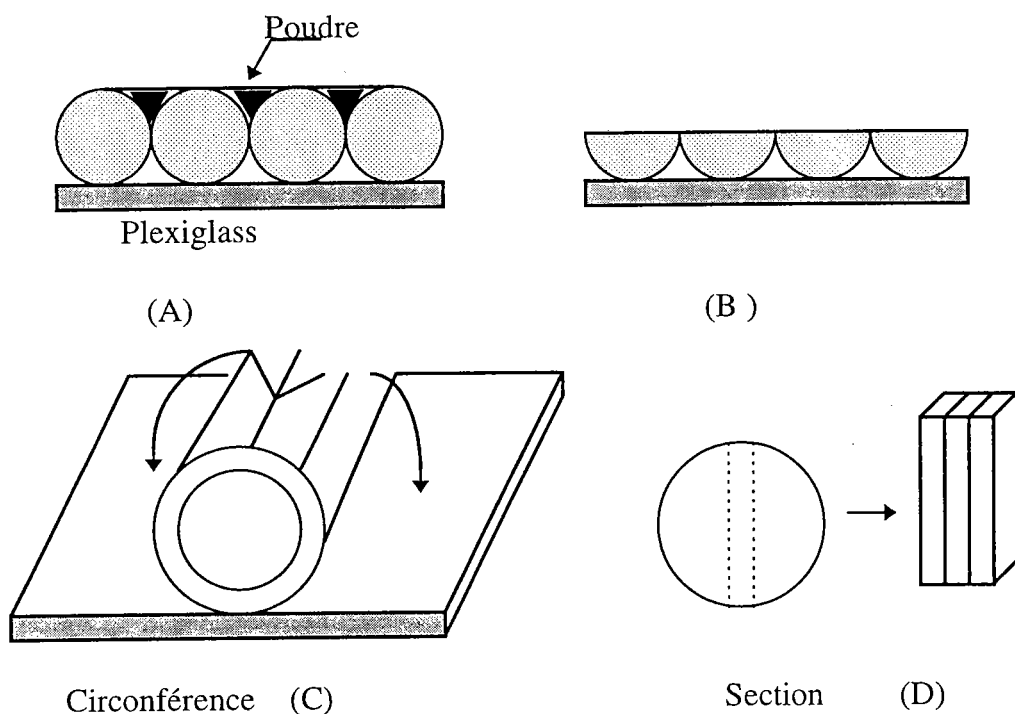


Figure III-1. Différents moyens pour rendre un échantillon plan

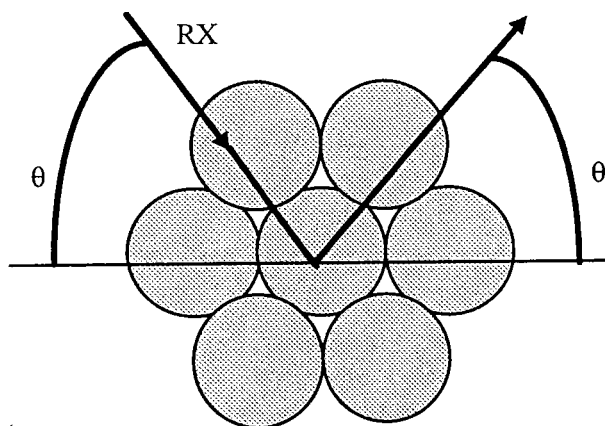


Figure III-2. Schématisation d'un faisceau de fils pour une mesure de texture (mesure suivant la section du fil).

III-1-3. Correction d'absorption appliquée aux échantillons cylindriques

Plusieurs études récentes ont été réalisées dans le but de déterminer les corrections qu'il faut apporter aux mesures brutes. Nous pouvons citer particulièrement celles de [LAN 89] , [MON 90] , et [FRA 90] qui ont la même approche, à savoir :

1) Le volume diffractant est calculé pour chaque position de la nappe de fils par rapport au faisceau. Ce volume diffractant est variable.

2) La correction consiste à calculer le rapport entre volume diffractant effectif et un volume constant de référence

La différence essentielle entre ces trois auteurs est la prise en compte de l'effet des fils voisins pour le calcul de la variation du volume diffractant.

[LAN 89] considèrent que l'absorption du faisceau de R.X est très importante. Il en résulte que le volume diffractant considéré néglige le volume diffractant provenant de tout faisceau qui traverse le premier voisin. [FRA 90] prend en considération le volume diffractant provenant d'un faisceau qui traverse les premiers voisins. [MON 90] prend en compte les n premiers voisins.

Il y a très peu de différences entre les résultats de ces trois études quand le coefficient d'absorption est élevé. Par contre l'influence des fils voisins n'est plus négligeable quand le produit μR est faible (R est le rayon du fil , μ le coefficient d'absorption).

III-1-3-1. Calcul des coefficients de correction dûs à la géométrie

Pour résoudre le problème de la variation du volume diffractant au cours de la mesure de la texture des fils, l'intensité diffractée en chaque position (φ, ψ) de la mesure est corrigée des effets de géométrie et d'absorption des rayons incidents et diffractés.

Considérons la tête goniométrique dans la position (φ, ψ) , les n fils de l'échantillon coupent le plan d'incidence en délimitant n ellipses comme le montre la figure III-3.

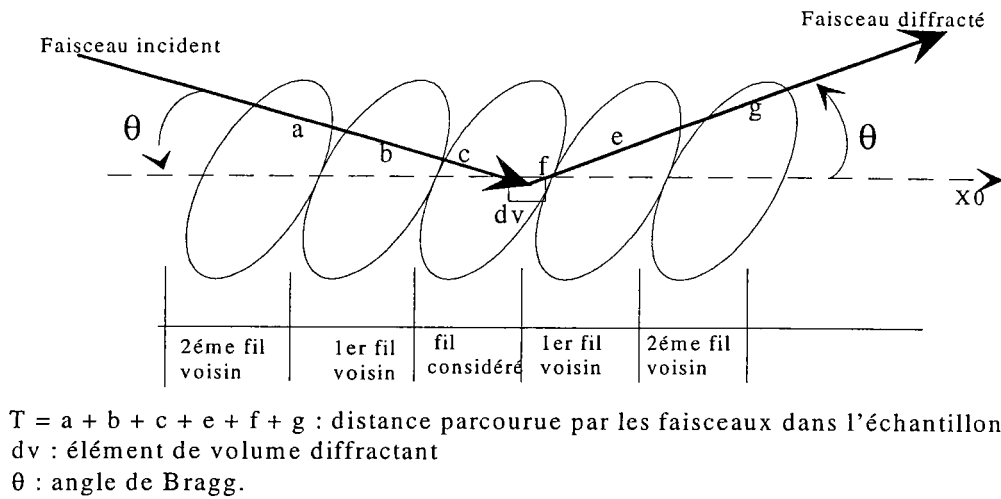


Figure III-3. Trajectoire du faisceau dans l'échantillon à la position (φ, ψ)

Le volume irradié ramené à un fil est donné par la relation suivante :

$$V(\varphi, \psi) = S(\varphi, \psi) * H(\varphi, \psi)$$

où

- $S(\varphi, \psi)$: la surface de la section droite du fil irradiée par le faisceau et $H(\varphi, \psi)$ la hauteur équivalente des n fils.

L'intensité diffractée par un élément de volume dv d'un polycristal de coefficient d'absorption μ en position (φ, ψ) est donnée par la relation :

$$dI(\varphi, \psi) = iK(\varphi, \psi)e^{-\mu(\varphi, \psi)} dv$$

où

- i : intensité diffractée par unité de volume située à la surface d'un échantillon isotrope
- $K(\varphi, \psi)$: facteur de texture. Il représente dans l'élément de volume dv la densité d'orientation par rapport au même élément de volume isotrope.
- μ : coefficient d'absorption linéaire du matériau irradié,
- t : distance parcourue par le faisceau pour atteindre dv et sortir de l'échantillon.

Selon la nature de la texture de l'échantillon trois cas peuvent se présenter :

- a) Echantillon isotrope et homogène,
- b) Echantillon anisotrope et homogène,
- c) Echantillon anisotrope et hétérogène.

a) Echantillon isotrope et homogène

Dans ce cas $K(\varphi, \psi)$ ne dépend pas de la position (φ, ψ) de l'échantillon ($K = 1$) ainsi ,

$$I_{mes}(\varphi, \Psi) = iA(\varphi, \Psi),$$

$A(\varphi, \psi)$ représente le volume diffractant à la position (φ, ψ) .

$$A(\varphi, \psi) = \int_{V(\varphi, \psi)} e^{-\mu} dv$$

Le volume $A(\varphi, \psi)$ change au cours de la mesure donc I_{mes} va aussi varier en fonction des angles φ et ψ de la mesure.

b) Echantillon anisotrope et homogène

La texture est la même à travers tout le matériau. Quelle que soit la position (φ, ψ) tous les éléments de volume ont le même coefficient $K(\varphi, \psi)$. L'intensité peut se mettre sous la forme :

$$I_{mes}(\varphi, \psi) = iK(\varphi, \psi) \int_{v(\varphi, \psi)} e^{-\mu(\varphi, \psi)} dv = iK(\varphi, \psi) A(\varphi, \psi)$$

L'intensité étant proportionnelle au volume diffractant

$$I_{mes}(\varphi, \psi) = i \cdot K(\varphi, \psi) \cdot A(0,0) \cdot \frac{A(\varphi, \psi)}{A(0,0)} = iK(\varphi, \psi) A(0,0) \cdot N(\varphi, \psi)$$

$$\frac{I_{mes}(\varphi, \psi)}{N(\varphi, \psi)} = i \cdot K(\varphi, \psi) \cdot A(0,0) \quad \text{avec} \quad N(\varphi, \psi) = \frac{A(\varphi, \psi)}{A(0,0)}$$

après normalisation

$$I_{nor} = \frac{I_{corr}}{i.A(0,0)} = K(\varphi, \psi)$$

c) Echantillon anisotrope et hétérogène

Dans ce cas on ne peut déterminer qu'une valeur moyenne de $K(\varphi, \psi)$:

$$\overline{K}(\varphi, \psi) = \frac{\int_{V(\varphi, \psi)} K(\varphi, \psi) e^{-\mu t} dv}{\int_{V(\varphi, \psi)} e^{-\mu t} dv}$$

et on pose :

$$I_{mes}(\varphi, \psi) = i \overline{K}(\varphi, \psi) \int_{V(\varphi, \psi)} e^{-\mu t} dv \quad I_c(\varphi, \psi) = iA(0,0) \overline{K}(\varphi, \psi) = \frac{I_m(\varphi, \psi)}{N(\varphi, \psi)}$$

donc

$$\frac{I_{mes}(\varphi, \psi)}{N(\varphi, \psi)} = I_{corrigeé}$$

III-1-4. Application des corrections d'absorption au TiNi

Pour montrer l'importance des corrections d'absorption et de volume diffractant dans la mesure de la texture des fils, nous appliquons les calculs cités en III-1-3-1 à la mesure de texture cristallographique des fils de TiNi. Ces fils ont des diamètres de 1.13, 1.25, 1.34 et 1.41mm avec des taux de déformation respectifs de 40, 30, 20 et 10% au cours du tréfilage.

Le tréfilage est un procédé de mise en forme qui consiste à amincir un fil en forçant son passage dans un cône (filière) par traction (figure III-4). La section du fil est ainsi réduite et le métal s'allonge.

Plusieurs filières sont nécessaires pour obtenir le diamètre final qui aura un taux de déformation important.

Attention : le taux de déformation est défini comme le rapport de diamètre de sortie au diamètre d'entrée

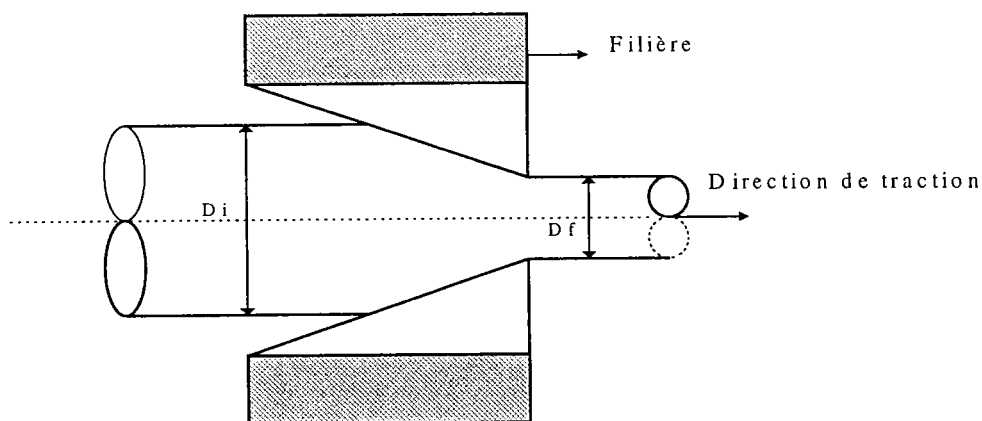


Figure III-4 . Principe du tréfilage. D_i = diamètre initial, D_f = diamètre final.

III-1-4-1. Préparation des échantillons

Tous les fils ont été décapés afin d'enlever la couche grisâtre qui recouvre les fils reçus de Mémométal . Pour l'étude de la texture dans les trois zones du fil, on utilise la technique développée par [MON 90] qui consiste à :

1) effectuer un amincissement progressif des fils, pour atteindre ses couches internes, afin de pouvoir décrire l'évolution de la texture entre la surface et le coeur du fil. Cet amincissement est réalisé par une attaque chimique dans un bain constitué d'eau, 20% d'acide nitrique et 2% d'acide fluorhydrique . Pour conserver une bonne cylindricité du fil celui-ci est animé d'un mouvement de rotation, sous tension mécanique, durant l'attaque (figure III-5).

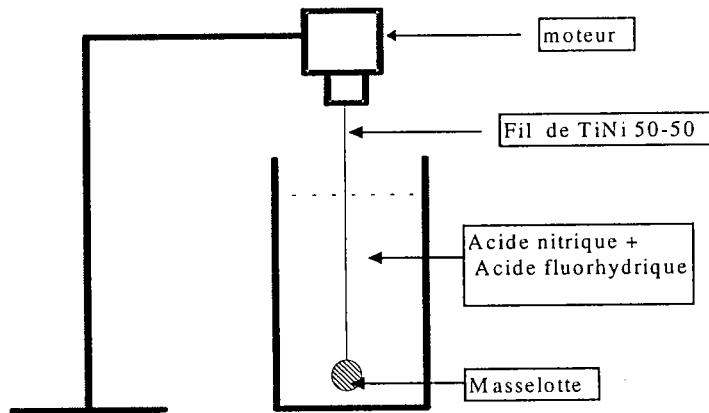


Figure III-5. Schéma du dispositif utilisé pour l'attaque chimique du fil.

L'attaque peut être considérée uniforme dans la zone située entre la masselotte et la surface du bain.

Le diamètre du fil attaqué est contrôlé à l'aide d'un micromètre.

Plus la réduction est importante, plus l'erreur de cylindricité est élevée. Ce montage garantit une erreur inférieure à 10% pour une réduction de diamètre de 80%.

Les échantillons sont repérés par le diamètre réduit et le diamètre initial. Par exemple, l'échantillon de diamètre 1.34mm réduit au diamètre 0.40 mm sera noté " **fil 0.4/1.34 mm**".

2) fabriquer un ensemble de fils jointifs pour augmenter l'intensité diffractée : les fils sont disposés côte à côte sur une plaque de verre (figure III-6). Les fils ont une certaine courbure et il faut donc en tenir compte.

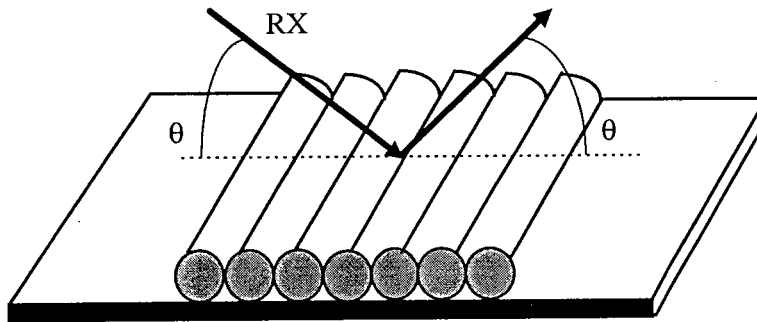


Figure III-6. Schématisation d'un échantillon pour une mesure de texture (mesure sur la surface de la nappe).

La surface de ce type d'échantillon n'est pas plane ce qui nécessite des corrections d'intensité.

La principale difficulté rencontrée est d'obtenir une surface telle que les axes des fils soient parallèles. Certaines figures de pôles montrent des décentrages qui sont dûs à ce problème de positionnement des fils. Si l'on ne prend pas grand soin à ce problème, les FP conduisent à des résultats absurdes.

III-1-4-2. Condition de mesure goniométrique

Toutes les mesures de texture sont effectuées sur un goniomètre équipé d'un détecteur courbe à localisation spatiale (CPS120 INEL) permettant de mesurer plusieurs figures de pôles simultanément ainsi que le bruit de fond sur un domaine angulaire de 120° , d'où l'appellation de multi-figure de pôles (MFDP). La base est constituée d'un diffractomètre horizontal ($\theta, 2\theta$). Sur cette base est monté un berceau d'Euler vertical qui assure les deux rotations de l'échantillon :

- la rotation azimutale d'angle ϕ
- la rotation de déclinaison d'angle ψ .

La source des rayons X est un tube à anticathode de fer ($\lambda = 1.9373 \text{ \AA}$). La direction du faisceau incident est assurée par un collimateur de 1 mm de diamètre.

- largeur de fenêtre sur le compteur : 1.5 mm
- hauteur de fenêtre sur le compteur : 1.5 mm
- angle maximal de déclinaison : 70°

Le goniomètre et le compteur sont réglés en position de Bragg 2θ , correspondant aux conditions de diffraction du rayonnement utilisé, pour les plans du type (hkl). Les mouvements ψ et ϕ du goniomètre sont assurés par des moteurs pas à pas pilotés par ordinateur.

Les rayons diffractés par l'échantillon arrivent sur le compteur. Celui-ci assure le comptage des photons X.

III-1-4-2-1. Mesure d'une figure de pôles (hkl) par la méthode de Schulz

Sur le goniomètre l'échantillon tourne autour de deux axes de rotation perpendiculaire :

- l'axe de rotation azimutale ϕ est perpendiculaire au plan de l'échantillon
- l'axe de rotation de déclinaison ψ est situé dans le plan de l'échantillon

Soit un référentiel {OXYZ} lié à l'échantillon avec OX perpendiculaire à la surface de l'échantillon. La normale $[hkl]^*$ au plan (hkl) est repérée par les deux angles ψ et ϕ (figure III-7).

En projection stéréographique, OXY étant le plan de projection, le point P de coordonnées angulaires (ψ, ϕ) , appelé pôle, représente la normale $[hkl]^*$.

Les rayons X incidents et diffractés par les plans (hkl), définissent le plan d'incidence.

En goniométrie de texture selon Schulz, on utilise la géométrie BRAGG-BRENTANO : l'angle de réflexion est égal à l'angle d'incidence. Le compteur, placé à l'angle $2\theta_{hkl}$, détecte les rayons diffractés par les plans (hkl) dont la normale $[hkl]^*$ est :

- située dans le plan d'incidence,
- bissectrice de l'angle $(\pi - 2\theta)$

Les coordonnées angulaires (ψ, ϕ) de cette normale correspondent aux déplacements angulaires ψ et ϕ de l'échantillon sur le goniomètre. Pour un angle de déclinaison donné ψ , quand l'échantillon tourne autour de l'axe de rotation azimutale ϕ , le compteur détecte tous les plans (hkl) dont la normale est sur un cône d'ouverture ψ . Ce cône est tangent au cercle de rayon ψ . Toute la figure de pôles est décrite lorsque ψ varie $0 < \psi < \pi/2$ (figure III-7).

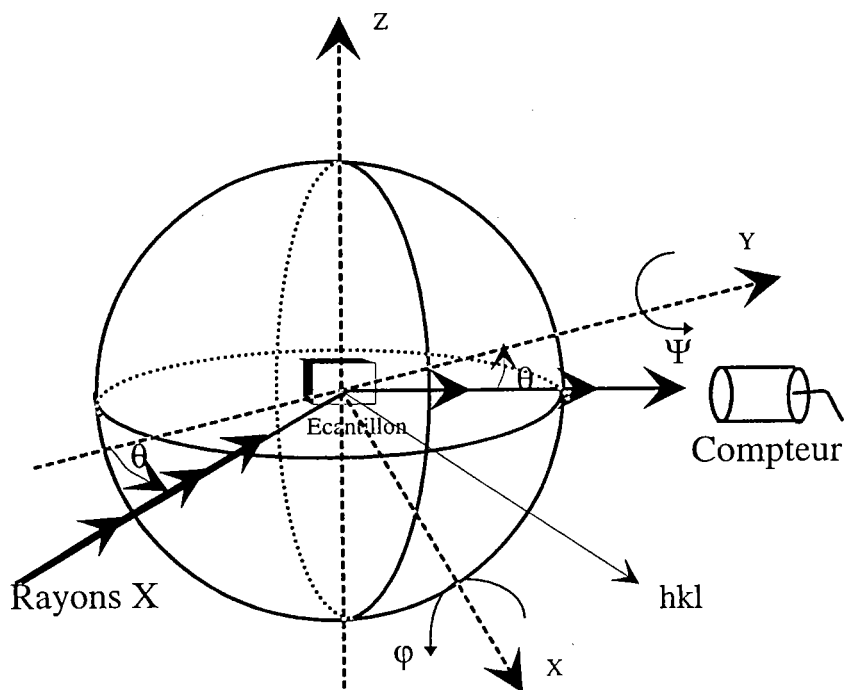


Figure III-7. Principe de la détermination de la FDP par diffraction X par la technique de Schulz

III-1-4-2-2. Correction de bruit de fond (BDF)

A l'intensité diffractée que l'on mesure $I_{mes}(\varphi, \psi)$, se superpose un bruit de fond qui peut avoir diverses origines. L'intensité de ce BDF peut être relativement importante et, de ce fait, entacher les mesures d'intensité d'une erreur souvent mal maîtrisée. En effet ce BDF dépend des conditions de mesure, de l'échantillon lui-même et de sa position par rapport au faisceau incident. Il est donc nécessaire de retrancher ce BDF aux valeurs des intensités mesurées.

Avec un CPS120, le fait de disposer en permanence du diffractogramme complet en 2θ offre de nouvelles possibilités :

- il est possible de poser des fentes réceptrices de manière logicielle, elles permettront de mesurer le BDF en différents endroits du diffractogramme.
- le diffractogramme étant disponible en chaque point des figures de pôles la correction de BDF pourra être réalisée point par point.

Ces particularités sont très intéressantes : elles permettent en fixant deux fenêtres de BDF, de part et d'autre du pic, de déterminer une droite de BDF dans la zone considérée. Pour chaque point de la figure de pôles on calcule la valeur du BDF sous le pic (figure III-8). Ces valeurs sont regroupées dans une "figure de pôles" du BDF, pour chaque FDP mesurée, sans augmenter la durée globale de la mesure des FDP.

Le BDF a des origines multiples qui sont :

- 1) la fluorescence
- 2) le rayonnement blanc
- 3) le bruit de l'électronique
- 4) le rayonnement diffusé par l'air.

Nous avons négligé les deux derniers qui sont faibles par rapport aux deux premiers.

1) Bruit de fond de fluorescence

Il provient de l'échantillon quand un élément est irradié par une longueur d'onde inférieure à sa discontinuité d'absorption λ . Donc cet élément s'excite, ce qui provoque l'émission de ses longueurs d'onde caractéristiques.

2) Bruit de fond du rayonnement blanc

Les différentes longueurs d'onde provenant du rayonnement blanc sont diffractées par l'ensemble des plans cristallins de l'échantillon sur un domaine angulaire continu. Ceci est une des causes principales du noircissement des films photographiques des clichés de poudre. Il est difficile dans ce cas, où une multitude de longueurs d'onde participe à la diffraction, de définir une relation entre la valeur du BDF et le volume diffractant.

Les mesures du bruit de fond ont été effectuées avec soin de part et d'autre des pics de diffraction correspondants aux plans considérés.

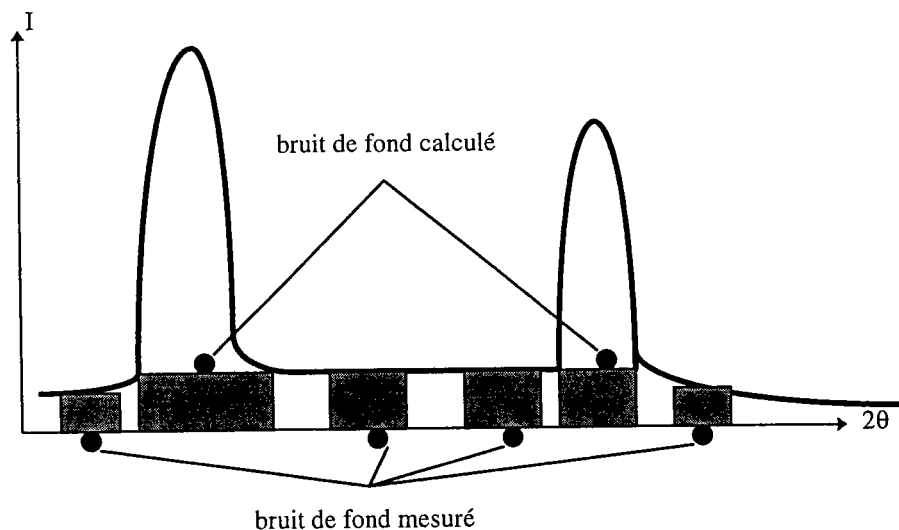


Figure III-8. Mesure du bruit de fond

III-1-4-3. Récapitulatif des étapes de mesure de la texture dans les trois zones du fil

Elles sont récapitulées dans la figure suivante (figure III-9)

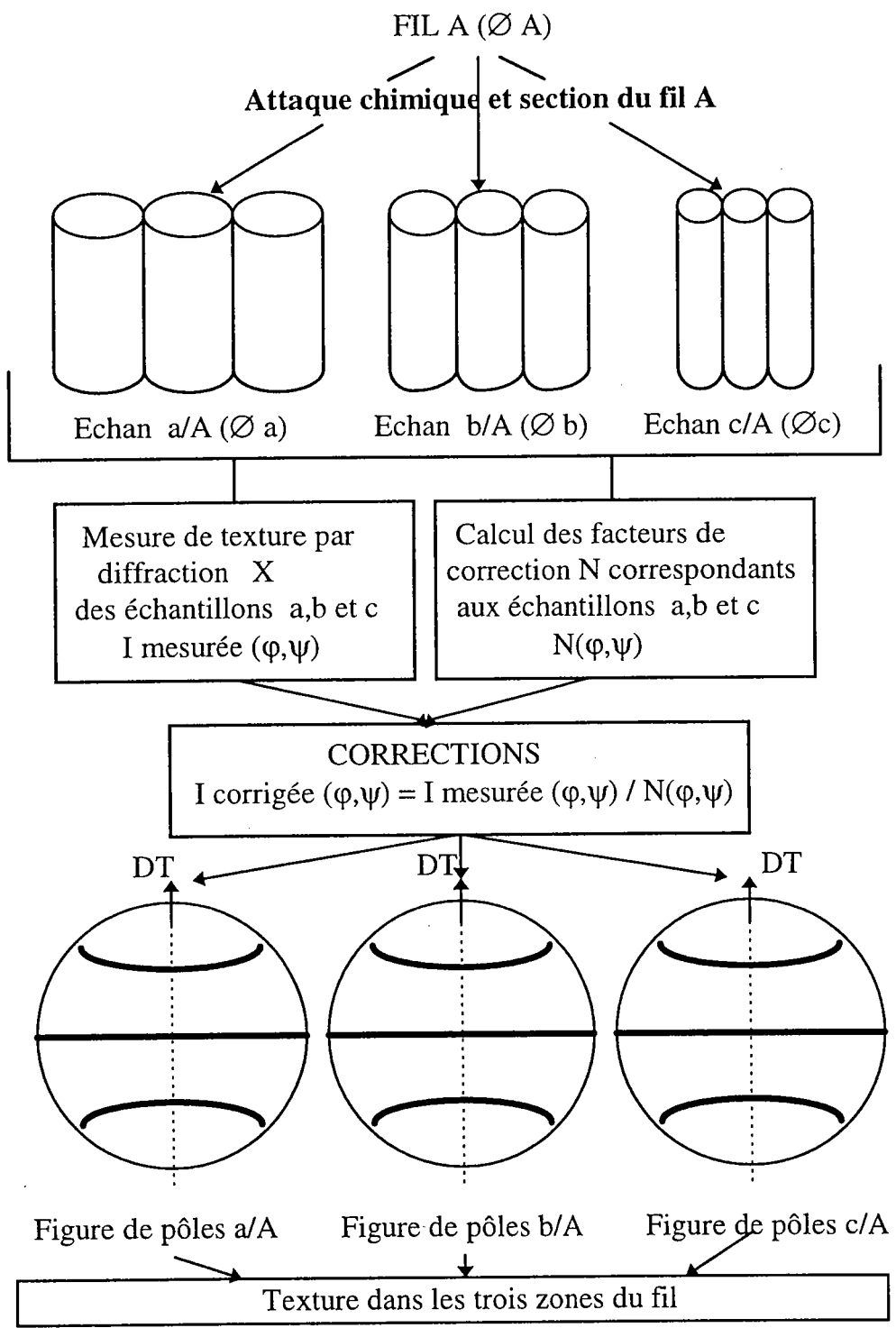


Figure III-9. Etapes pour la mesure de la texture dans les trois zones du fil.

III-1-5. Etude de la phase martensitique

III-1-5-1. Echantillons à l'état brut

La texture d'un fil est souvent appelée "texture de fibre", car les orientations ressemblent à celles des substances fibreuses. Dans le cas idéal, elle est caractérisée par une direction cristallographique définie, parallèle à l'axe du fil. La texture est symétrique autour de l'axe du fil (axe de fibre).

Les écarts à cette texture idéale sont fréquents et peuvent être :

- un groupement des orientations autour de l'axe ou une orientation désordonnée superposée à la texture fibreuse.
- une texture double dans laquelle deux directions cristallographiques différentes se trouvent confondues avec l'axe.
- une structure dans laquelle les couches superficielles sont perturbées par le frottement ou d'autres facteurs externes.

Dans cette partie nous présentons les résultats expérimentaux des analyses par diffraction X des différents fils déformés.

III-1-5-1-1. En surface

Les diffractogrammes de diffraction X

Les diffractogrammes de diffraction X en surface des quatre échantillons simplement décapés chimiquement, montrent la présence très nette des raies de la martensite pour les fils déformés à 10 et 20 % (figure III-10). Par contre à 30 et 40% il y a un grand chevauchement des pics (figure III-11) qui empêche de mesurer les FP . On ne pourra donc faire les mesures que sur les fils moins déformés.

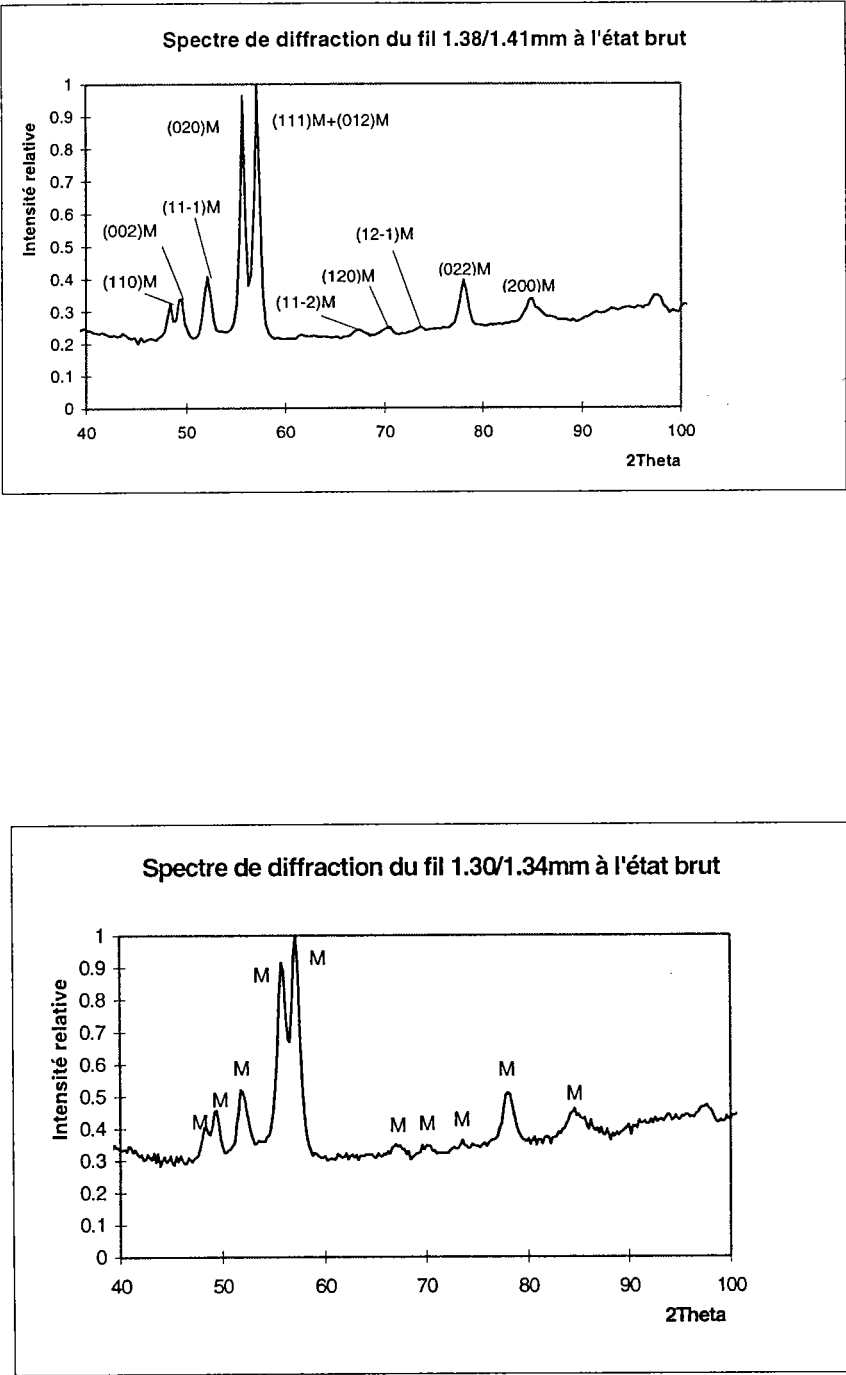


Figure III-10. Diffractogrammes de diffraction X en surface pour des fils déformés à 10 et 20%

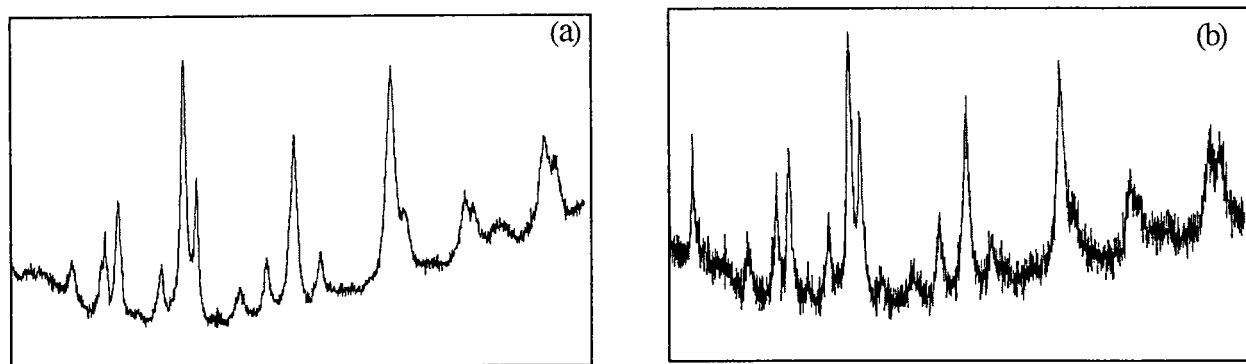


Figure III-11. Diffractogrammes de diffraction X en surface des fils déformés
à (a) 30% et (b) 40%

Les figures de pôles

Pour chacun des fils de :

- diamètre 1.41mm avec un taux de déformation de 10%
- diamètre 1.34mm avec un taux de déformation de 20%

nous avons mesuré les figures de pôles suivantes :

a) une figure simple effectuée sur le plan (11-1) d'intensité relative forte mesurée en position de Bragg.

b) trois figures multiples mesurées hors Bragg

- avec les deux pics à gauche du plan (11-1), notés $2PG=\{(110)+(002)\}$
- avec les trois pics à droite du plan (11-1), notés $3PD=\{(020)+\{(111) + (012)\}\}$

Ces figures de pôles sont mesurées (figure III-12) :

- à la surface du fil (diamètres 1.38 et 1.30 mm) $\rightarrow (Z_1)$
- à une profondeur intermédiaire (diamètres 1 et 0.9 mm) $\rightarrow (Z_2)$.
- au cœur du fil (diamètres 0.45 et 0.4 mm) $\rightarrow (Z_3)$

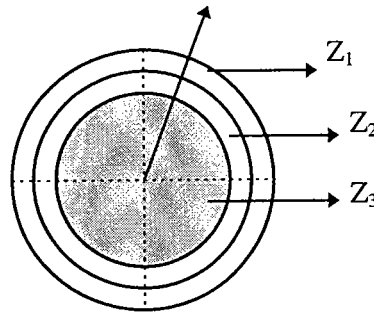


Figure III-12. Différentes zones des textures dans le fil

Présentation des résultats

Les FP sont présentées sous forme de planches correspondant à un ou plusieurs plans de la martensite.

Sur chaque planche :

1. les lignes correspondent à un même type de figures
 - ligne 1 $\leftrightarrow$ FP mesurées (figure A)
 - ligne 2 $\leftrightarrow$ FP des coefficients de correction calculés (figure B)
 - ligne 1 $\leftrightarrow$ FP corrigées (figure C)
2. les colonnes correspondent au taux de déformation
 - colonne 1 $\leftrightarrow$ 10%
 - colonne 2 $\leftrightarrow$ 20%

Remarque :

Les facteurs $N(\varphi, \psi)$ sont représentés dans les coordonnées d'une figure de pôles : à chaque couple d'angle (φ, ψ) de la figure de pôles mesurée correspond un facteur correctif $N(\varphi, \psi)$.

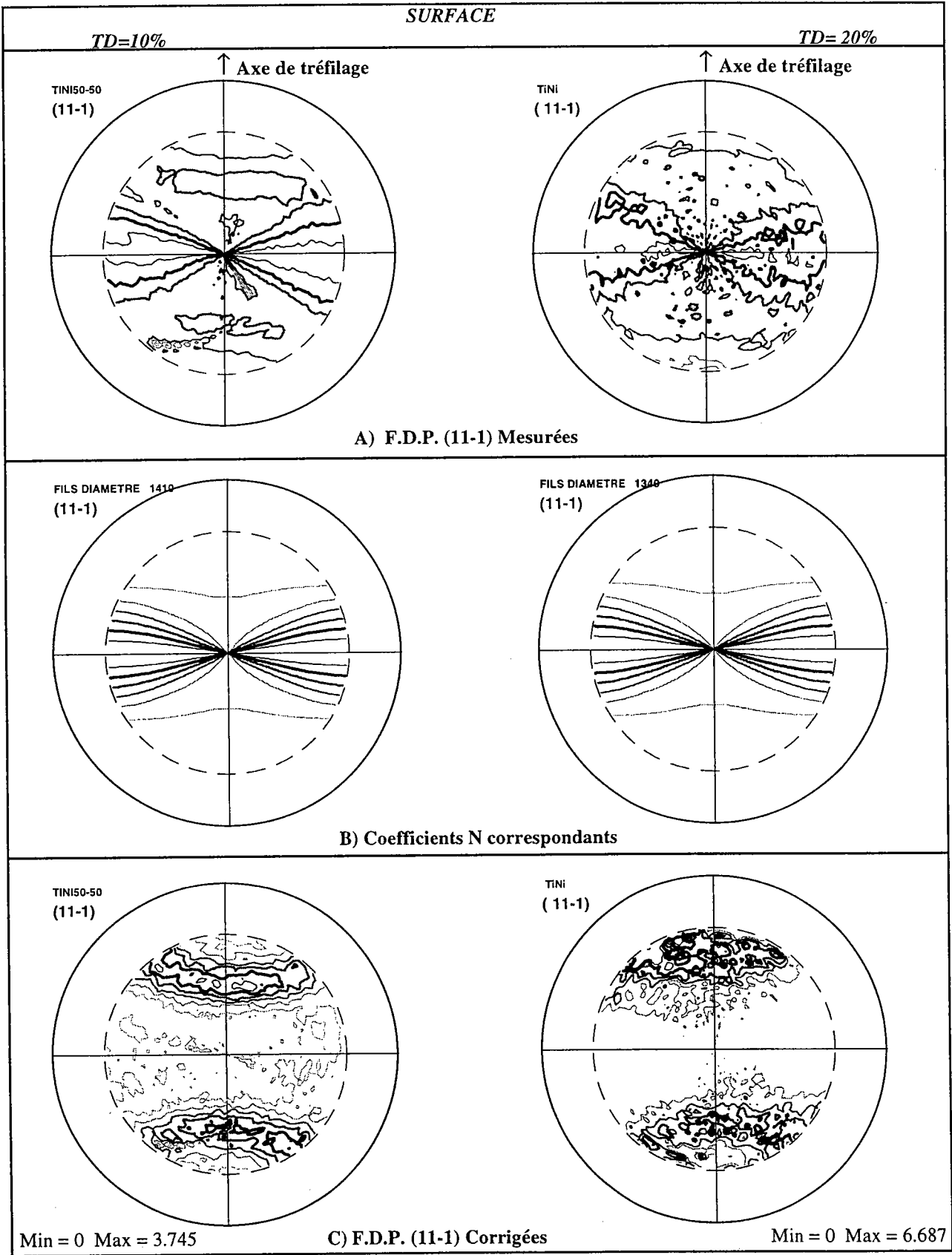


Planche III-1 . Figures de pôles (11-1) en surface des échantillons à l'état brut, mesurées
aux diamètres 1.30 et 1.38 mm (notation : fil 1.30/1.34 mm et 1.38/1.41 mm)

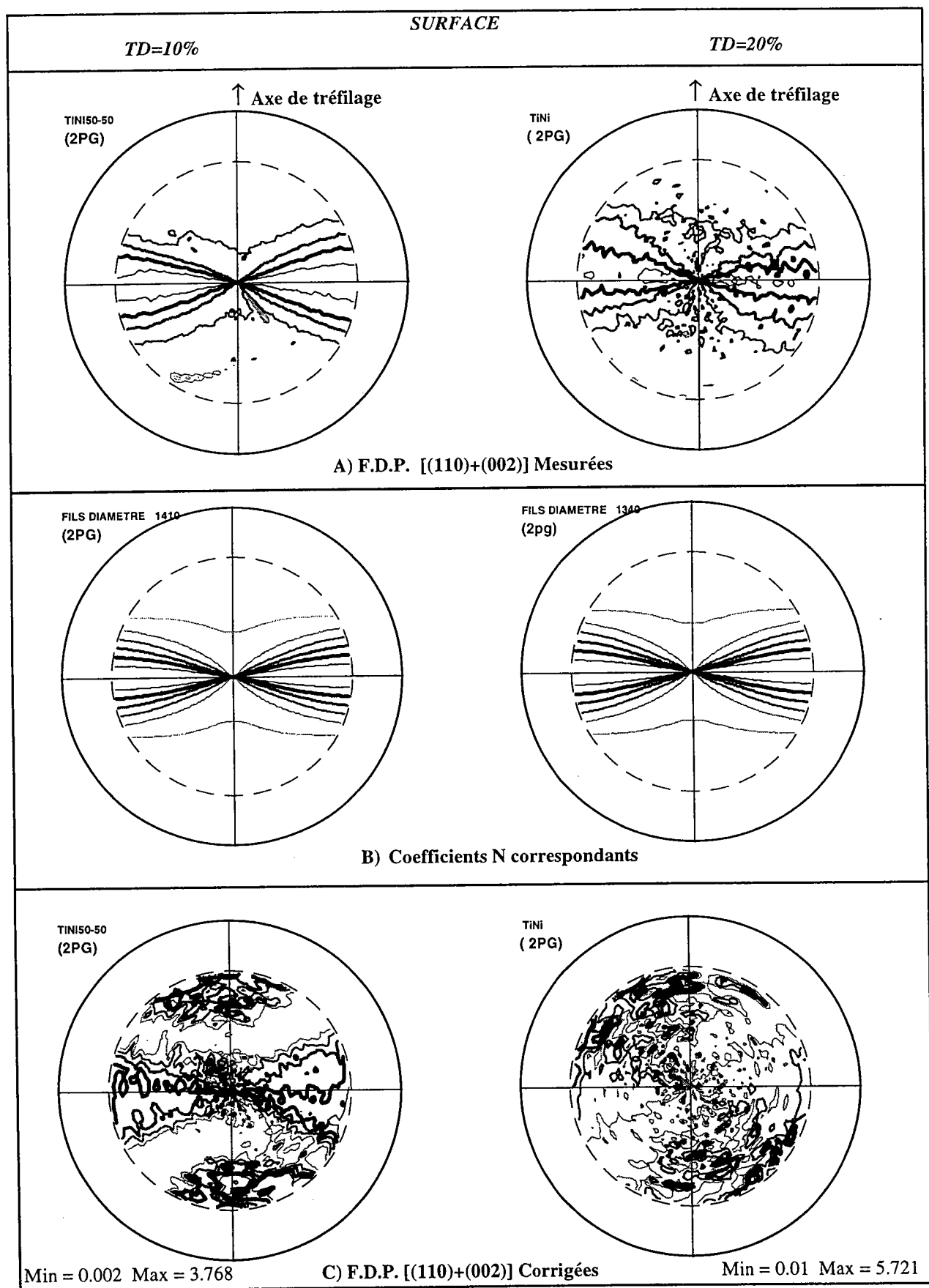


Planche III-2. Figures de pôles (2PG) en surface des échantillons à l'état brut, mesurées aux diamètres 1.30 mm et 1.38 mm (notation : fil 1.30/1.34 mm et 1.38/1.41 mm)

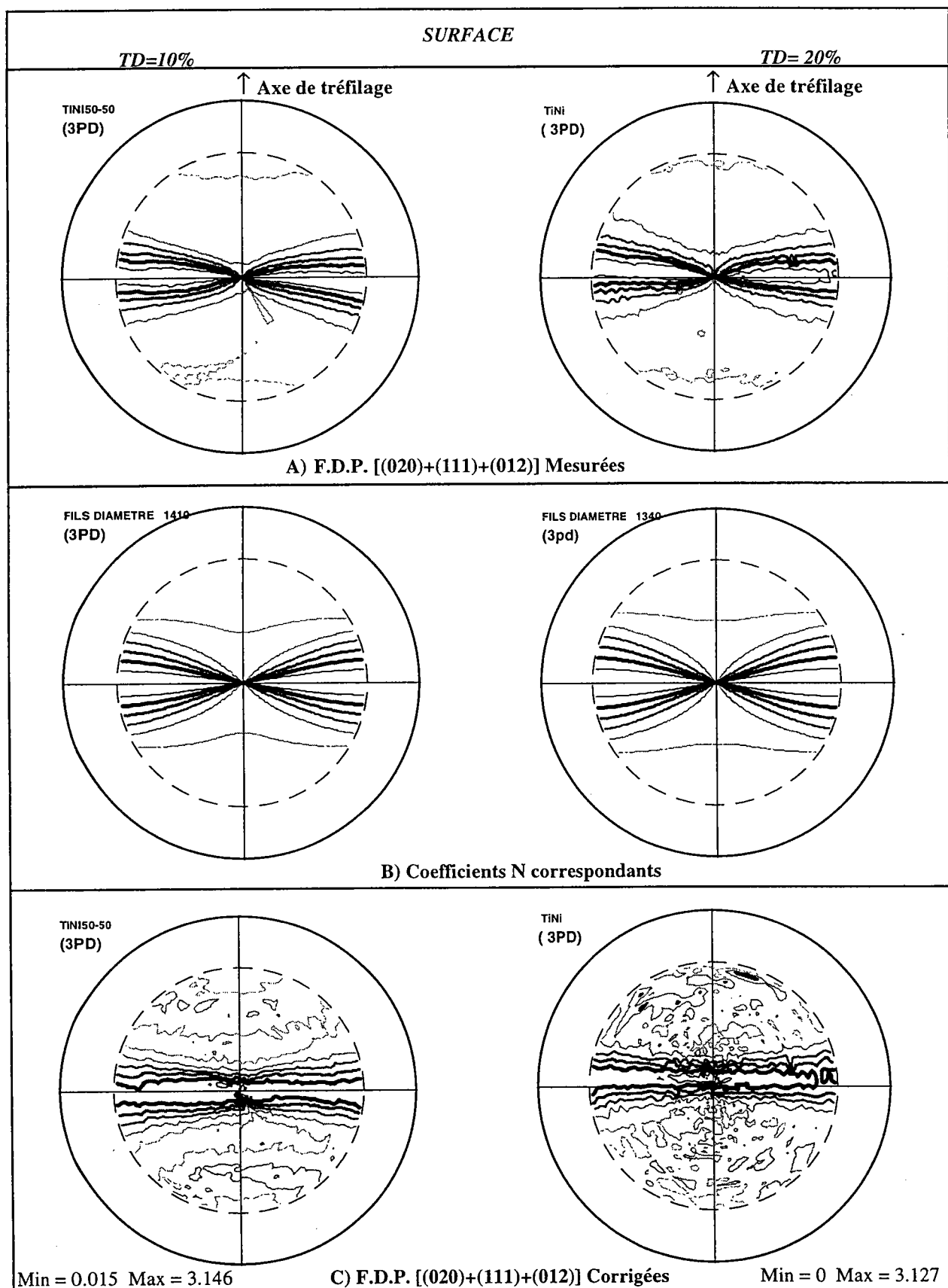


Planche III-3. Figures de pôles (3PD) en surface des échantillons à l'état brut, mesurées aux diamètres 1.30 mm et 1.38 mm (notation : fil 1.30/1.34 mm et 1.38/1.41 mm)

Examen des figures de pôles en surface (Planches III- (1,2,3))

a) les figures mesurées

Comparées aux FP corrigées, elles montrent bien l'importance de la correction.

b) les figures corrigées

Les figures de pôles présentent les mêmes taches de diffraction pour les deux échantillons mais avec des intensités plus faibles pour l'échantillon déformé à 20%. Les intensités maximales se trouvent sur les FP (11-1)

Les quatre planches montrent que l'augmentation du taux de déformation de 10% à 20 % ne modifie pas beaucoup les FP, qui montrent une texture de type fibre (-3 0 1) accusée.

III-1-5-1-2. Zone intermédiaire du fil

Dans la suite de notre texte, nous ne présentons que les diffractogrammes de diffraction X et les figures de pôles corrigées.

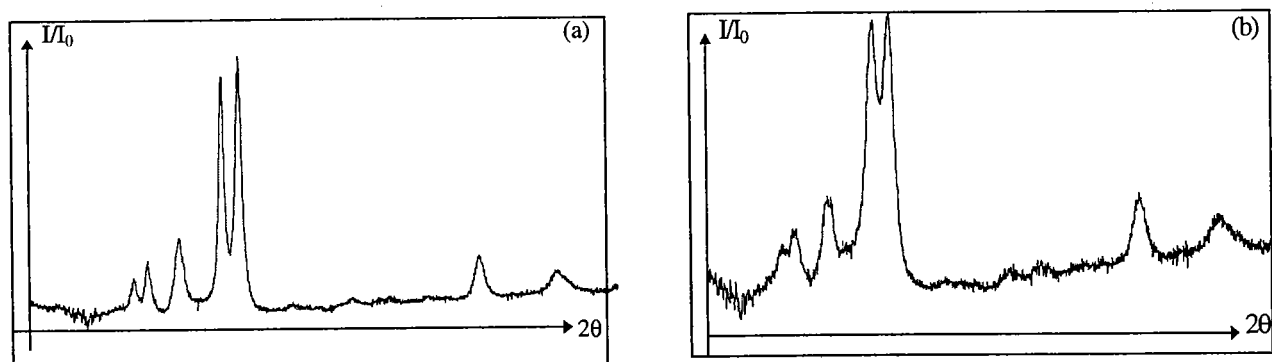


Figure III-13. Diffractogrammes de diffraction en zone intermédiaire du fil brut déformé à
(a) 10% et (b) 20%

La planche III-5 reprend le même style de présentation que les planches précédentes, mais les lignes correspondent maintenant à un ou plusieurs plans diffractants.

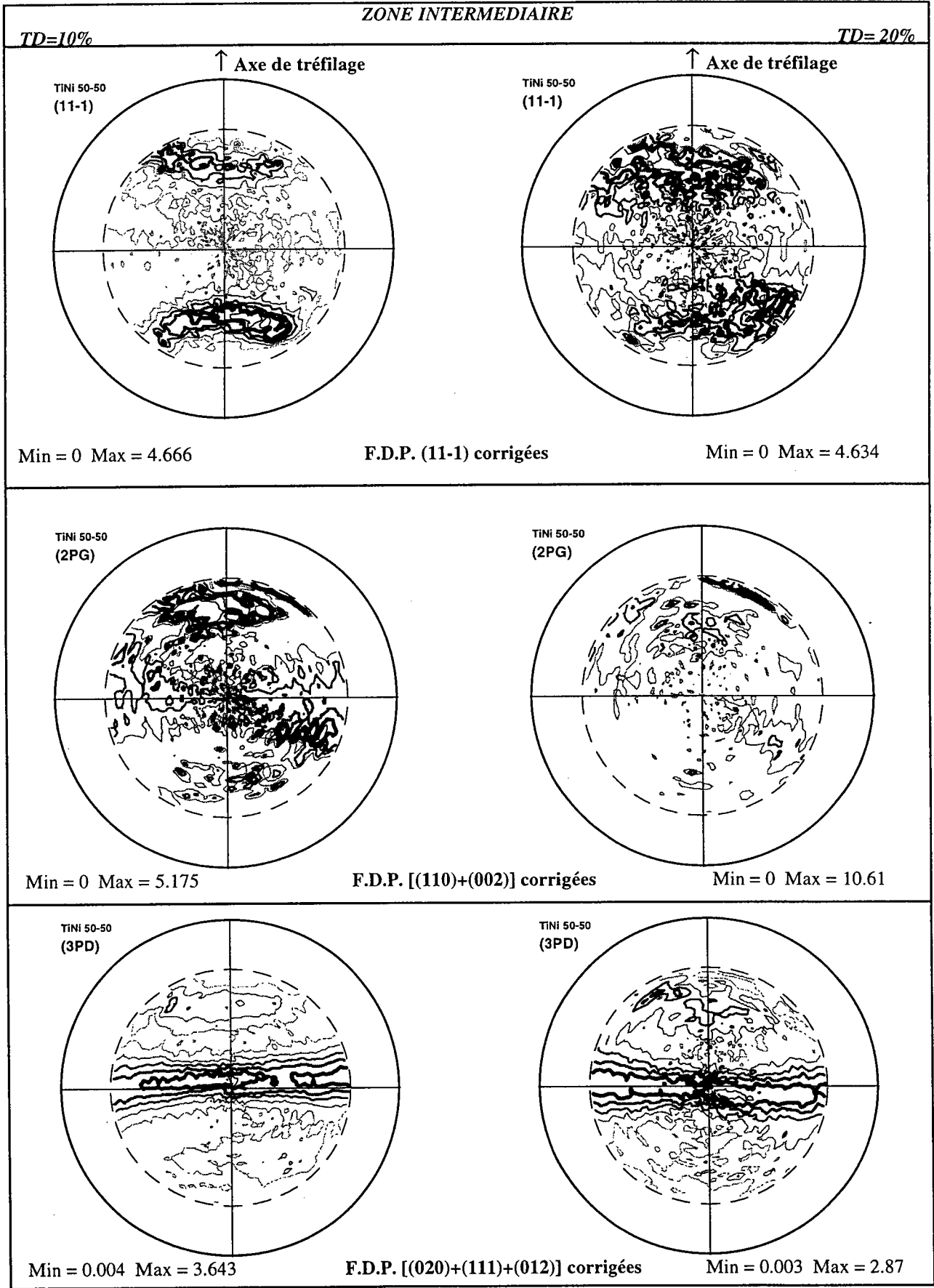


Planche III-4. Figures de pôles en zone intermédiaire de l'échantillon à l'état brut, mesurées aux diamètres 1 mm et 1.10 mm (notation : fil 1/1.34 mm et 1.10/1.41 mm)

Examen des figures de la zone intermédiaire (Planche III-5)

La planche montre une texture de fibre ($-3\ 0\ 1$) marquée pour un taux de déformation de 10%. Cette fibre semble se diluer au taux de déformation de 20%. La fibre est en effet moins nette sur les quatre FP de droite. Il y a une légère différence qui peut être provient de la préparation des échantillons. En effet cette préparation est d'autant plus difficile que le diamètre des fils est faible.

III-1-5-1-3. Au cœur du fil

On a pas pu faire l'analyse de la texture sur les deux échantillons, car sur l'échantillon déformé à 10%, la présence des pics de la phase R au milieu des pics de la martensite (figure III-14-a) nous empêche de mesurer des FP. Donc l'analyse a été faite sur l'échantillon déformé à 20% qui est en phase totalement martensitique (figure III-14-b).

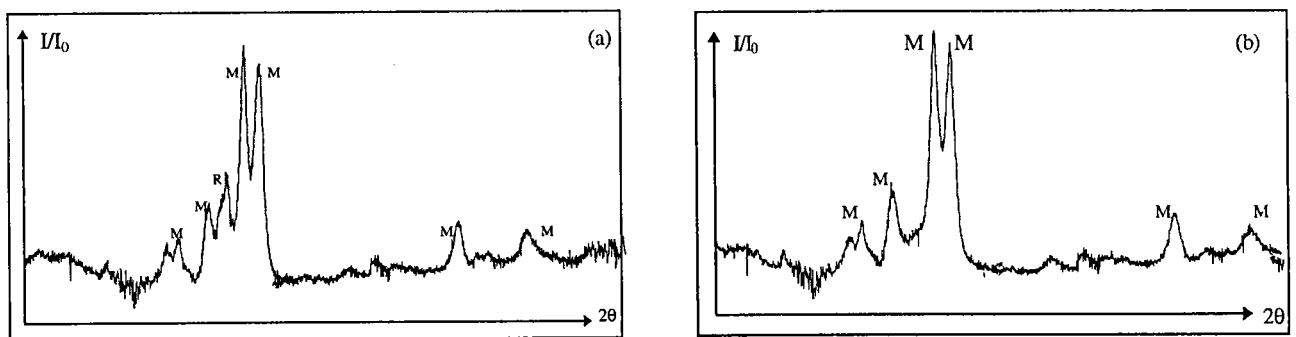


Figure III-14. Diffractogrammes de diffraction X au cœur des fils déformés à (a) 10 % (b) 20%

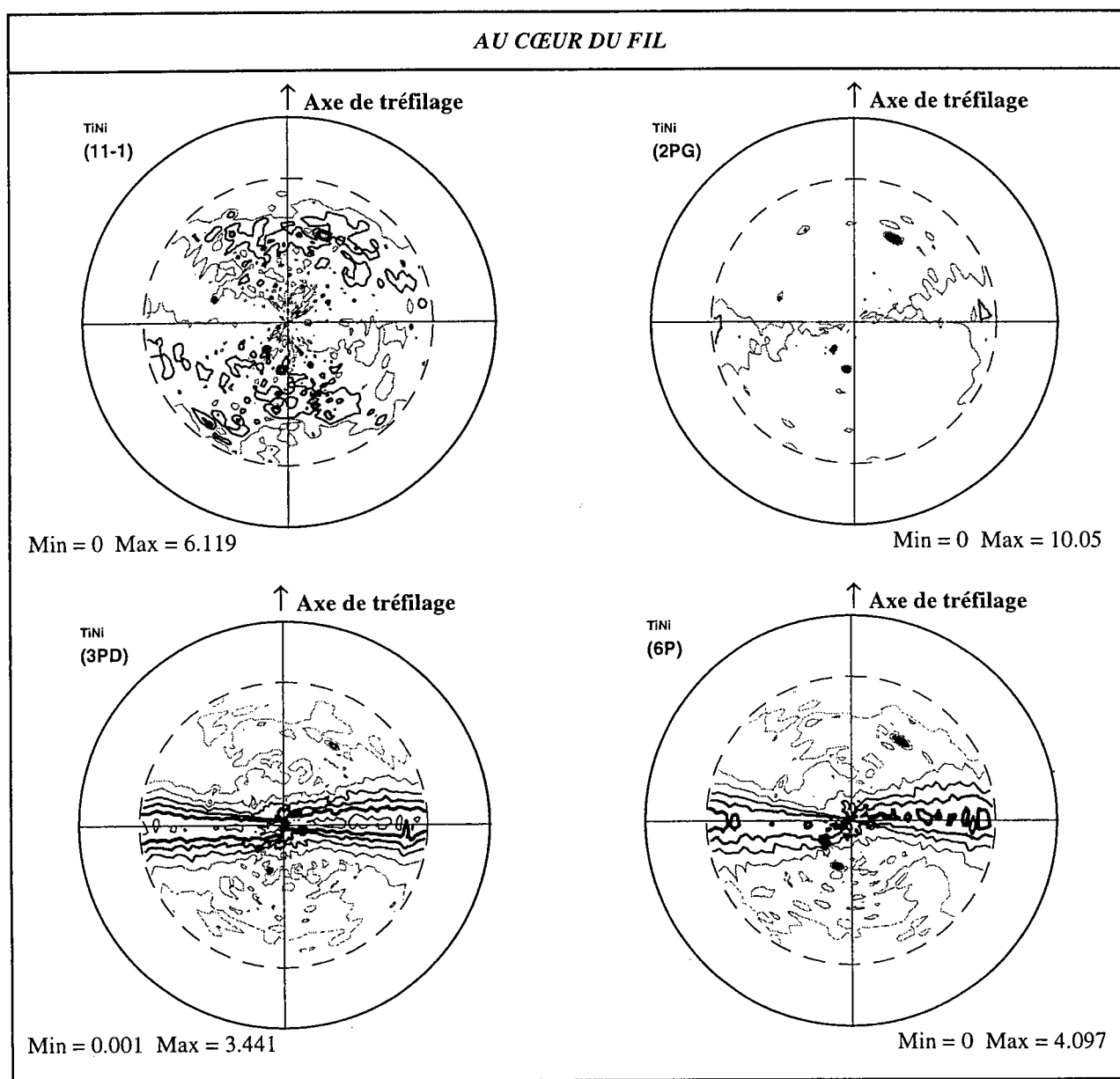


Planche III-5. Figures de pôles corrigées au coeur du fil à l'état brut, mesurées au diamètre 0.40 mm (notation : fil 0.40/1.34 mm)

Examen des FP au coeur du fil (Planche III-5)

Seules les deux FP (3PD et 6P) montrent une texture de fibre (-3 0 1).

III-1-5-1-4. Etude qualitative des variations de la texture dans les trois zones

a) fil déformé à 10%

Pour les fils de diamètres 1.38/1.41mm et 1/1.41mm, on observe une légère variation de texture non significative entre surface et zone intermédiaire qui peut être attribuée aux erreurs expérimentales et aux incertitudes de mesure. La variation de texture n'a pas été mise en évidence d'une façon claire, car il nous manque les mesures au cœur du fil (présence des pics de la phase R au milieu des pics de la phase martensitique (figure III-14 a), ce qui nous a empêché de mesurer des FP). On remarque quelques petites différences d'intensité entre la surface et la zone intermédiaire sur la figure de pôles (11-1) et sur les figures multiples des massifs de pics.

b) fil déformé à 20%

Pour le fil déformé à 20%, on dispose de l'ensemble des FP pour les trois zones. L'examen des trois FP (11-1) montre une évolution de la texture de fibre (-3 0 1) depuis la surface jusqu'au cœur. Il y a dilution et presque disparition de la fibre.

Les trois FP (2PG) ne donnent à priori aucun renseignement particulier. Par contre les trois FP (3PD) présentent une fibre marquée qui semble rester stable.

III-1-5-2. Echantillons après recuit

Les textures développées par les opérations de recuit dans les matériaux déformés ont été étudiées, non seulement à cause de leur influence sur l'anisotropie des propriétés de ces matériaux, mais aussi de leur intérêt scientifique. Pourtant, les progrès ont été très lents. Ceci est dû au grand nombre de variables qui interviennent au cours d'un recuit : composition et pureté de l'alliage, nature de la déformation antérieure au recuit, température et durée de recuit.

dans cette partie nous allons étudier les textures de recuit des échantillons déformés dans les deux phases, martensitique et austénitique.

III-1-5-2-1. Etude de la martensite thermique (ou martensite après recuit)

Tous nos fils (avec des diamètres et des taux de déformation différents), ont été recuits sous atmosphère d'azote pendant 1 heure à des températures de 450, 510, 570 et 600°C et suivis d'une trempe rapide à l'eau. Les échantillons ont été ensuite préparés. Ces échantillons sont les mêmes que ceux utilisés au chapitre II et qui nous ont permis l'étude des transformations de phase en fonction du taux de déformation, pour les quatre diamètres du fil et ceci en surface uniquement.

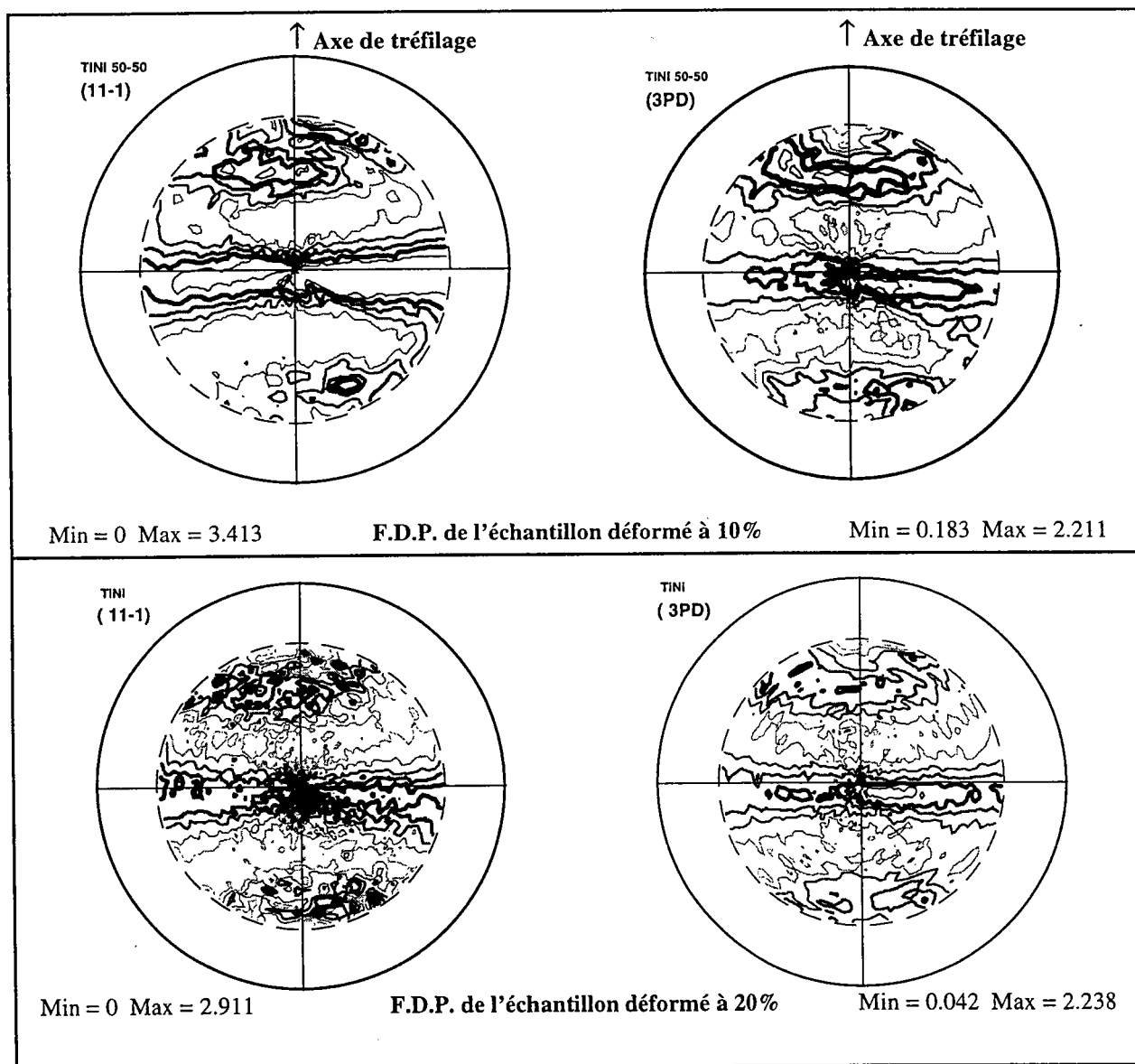
Nous n'étudions ici que les variations de texture en surface des échantillons. Pour des températures de 450 et 510°C et pour tous les différents diamètres, on remarque l'abaissement des intensités des pics de la martensite et l'augmentation progressive des intensités des pics de la phase R et de la phase austénitique (voir chap II). Par contre à 570 et 600°C, les échantillons se trouvent dans une phase totalement martensitique, sauf l'échantillon de diamètre 1.41 mm pour une température de 600°C où on remarque l'apparition très nette du pic (110) de la phase austénitique au milieu des pics les plus intenses de la phase martensitique caractérisée par les pics (110),(002),(11-1),(020),(111). Des figures de pôles ont été mesurées sur des massifs de pics car les pics se chevauchent. (voir tableau III-2 : écart entre les pics)

Tableau III-2. Ecart entre les pics les plus intenses de la phase martensitique

HKL	(110)	(002)	(11-1)	(020)	(111)
2θ (°)	48.05	49.17	51.97	55.42	56.84
$\Delta 2\theta$		1.12	2.80	3.45	1.42

III-1-5-2-1-1. Evolution des FP en fonction du TD et de la température de recuit en surface des échantillons

a) à une température de 570°C : sur les deux figures (11-1) et (3PD) de l'échantillon déformé à 10% on remarque qu'il y a une texture de fibre (0 -3 2). Cette texture devient moins visible au cours de l'augmentation du taux de déformation



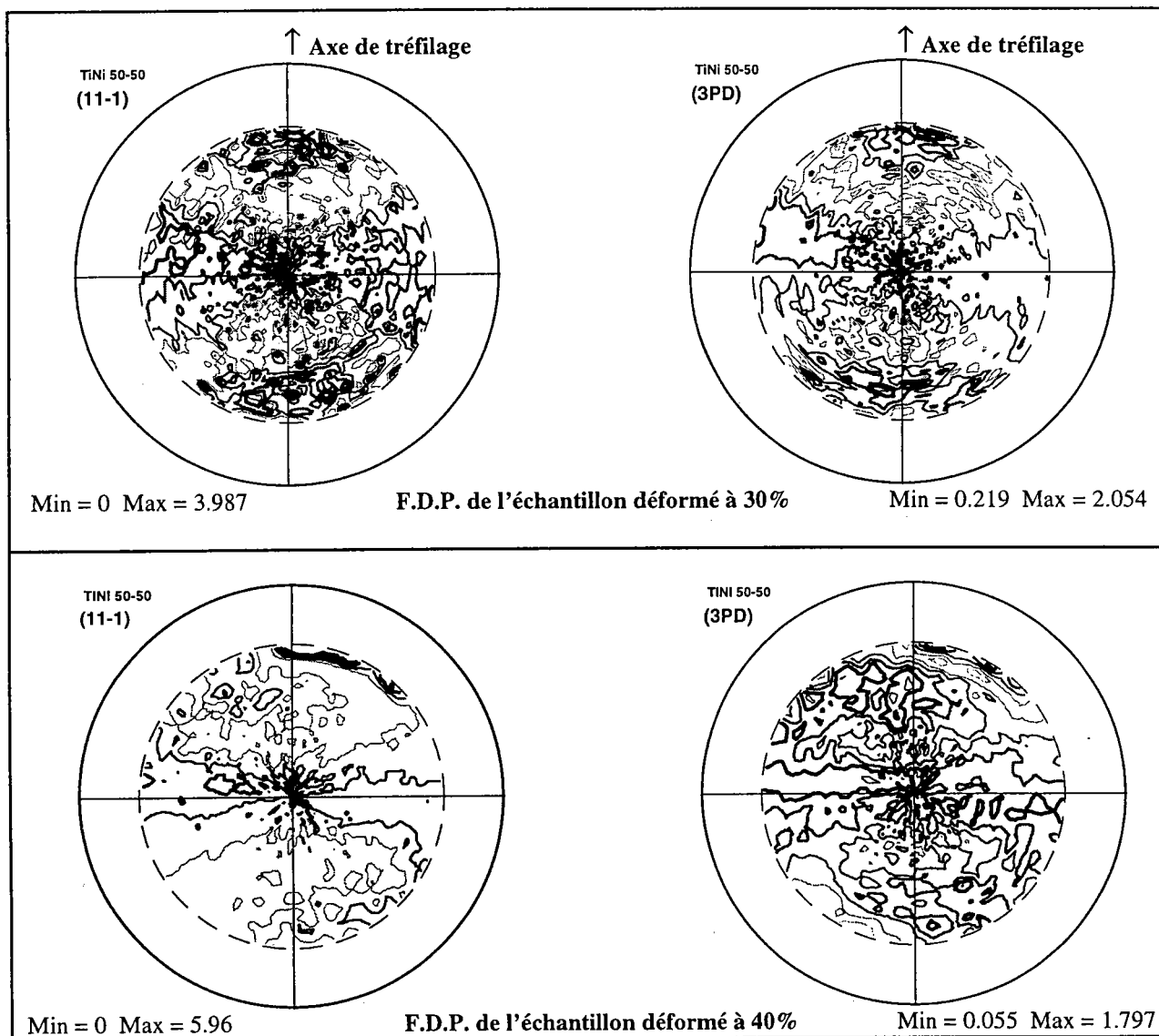


Planche III-6. Figures de pôles corrigées (11-1) et (3PD) des échantillons recuits à 570°C

b) à une température de 600°C : la texture de fibre (0 -3 2) est bien visible sur les FP (11-1) et (3PD) quel que soit le taux de déformation (Planche III-7). On remarque qu'il y a ressemblance entre la FP du pic (11-1) et la FP des pics (3PD).

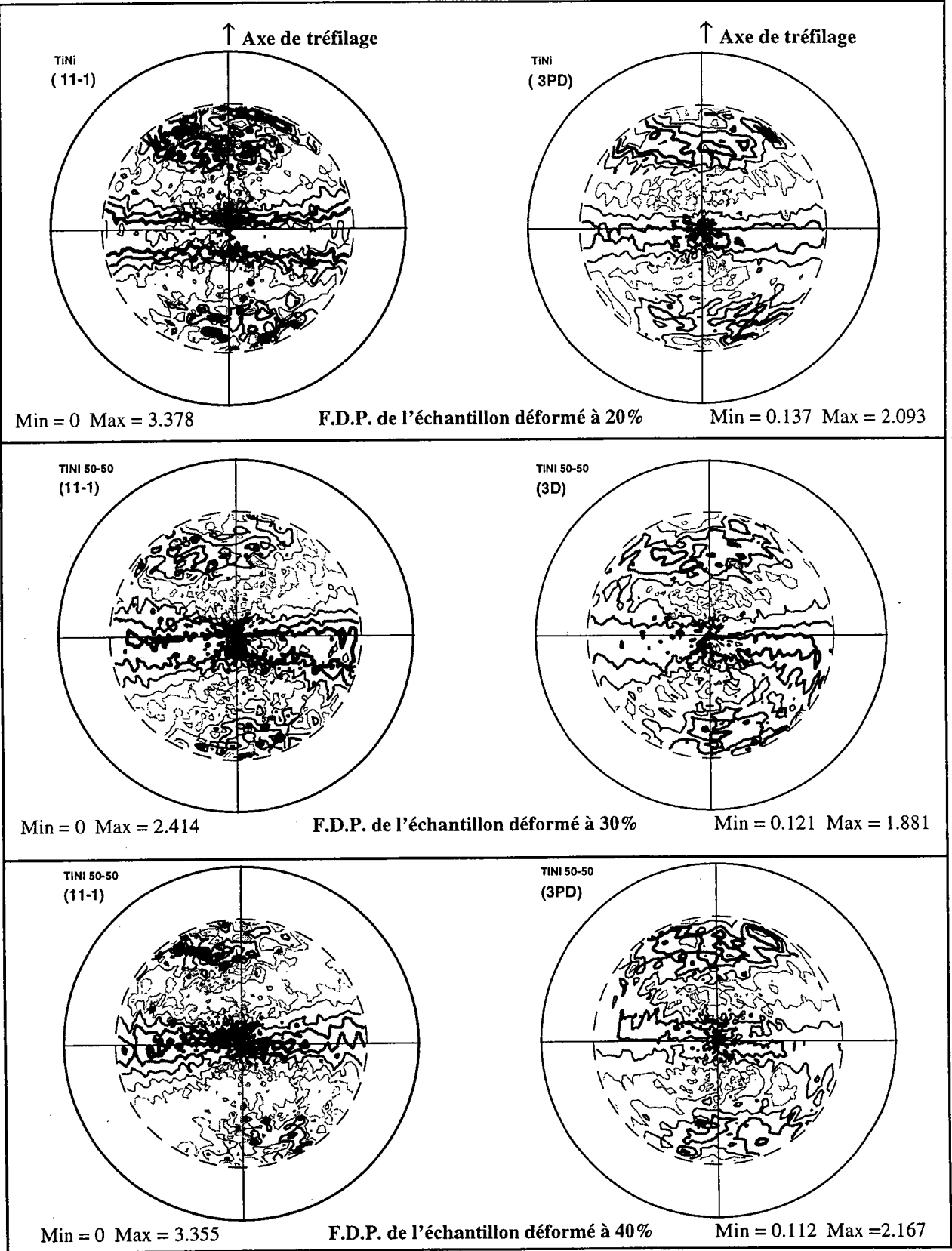


Planche III-7. Figures de pôles corrigées (11-1) et (3PD) des échantillons recuits à 600°C

III-1-5-3. Comparaison qualitative des FP en surface des échantillons à l'état brut et après recuit en phase martensitique

a) fil déformé à 10% (état brut et après recuit à 570°C)

On remarque deux textures de fibre différentes. L'échantillon recuit montre une bande selon la direction radiale qui n'existe pas sur la FP de l'état brut.

b) fil déformé à 20% (état brut et après recuit à 570°C)

Les deux FP montrent le même phénomène avec cependant dans les deux cas une texture moins marquée.

c) fil déformé à 20% (état brut et après recuit à 600°C)

Les deux FP montrent encore deux textures de fibre différentes :

- une sans bande radiale pour l'état brut et l'autre avec bande pour l'échantillon recuit.

III-1-5-4. Etude de la phase austénitique

On va essayer maintenant de déterminer l'évolution de la texture de La phase austénitique mise en évidence au chapitre II. Cette phase se manifeste en surface des échantillons des fils déformés à 30 et 40%. Cette évolution est en fonction de la température de recuit et du TD. Les diffractogrammes de diffraction X (figure III-15) montrent deux pics d'austénite : le pic (200) et le pic (211). Le pic (211) se superpose à un pic faible de la martensite, malheureusement le MPDS pour une FP (200) du cubique est de 90° . Il nous faut obligatoirement une deuxième FP de l'austénite pour effectuer une analyse, on ajoute donc la FP (211) même si celle-ci est entachée d'une certaine erreur.

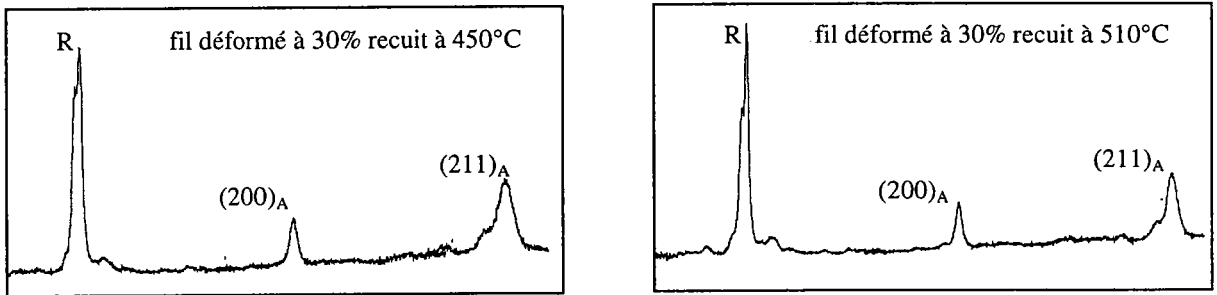


Figure III-15. Diffractogrammes de diffraction X des fils déformés à 30%

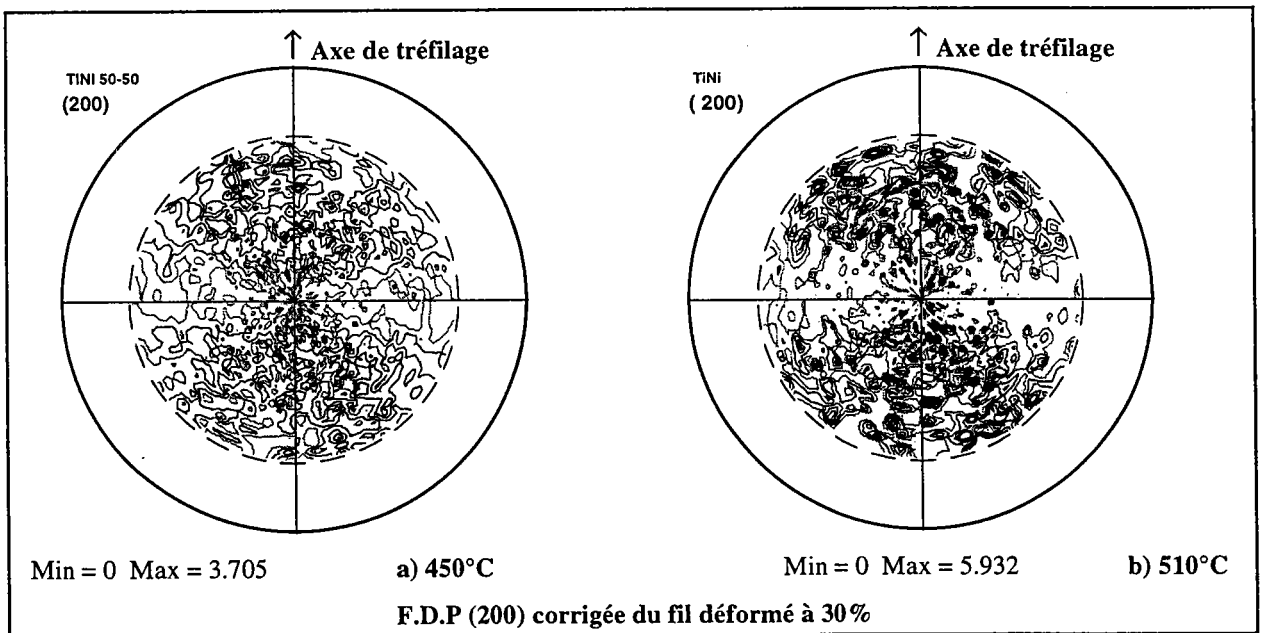


Planche III-8. Figures de pôles (200) des échantillons recuits à 450 et 510°C

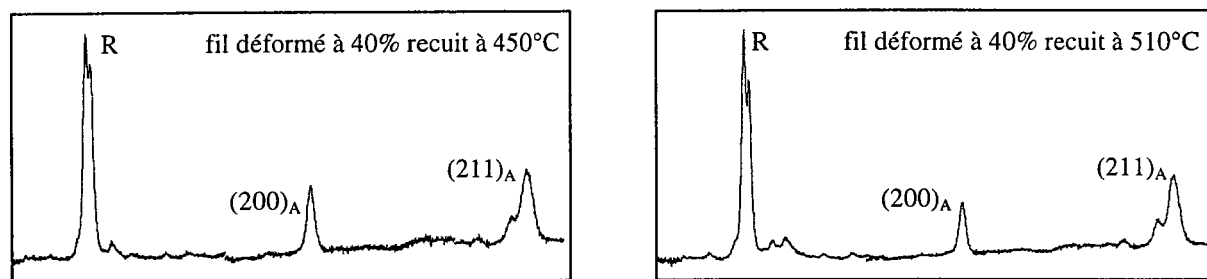


Figure III-16. Diffractogrammes de diffraction X des fils déformés à 40%

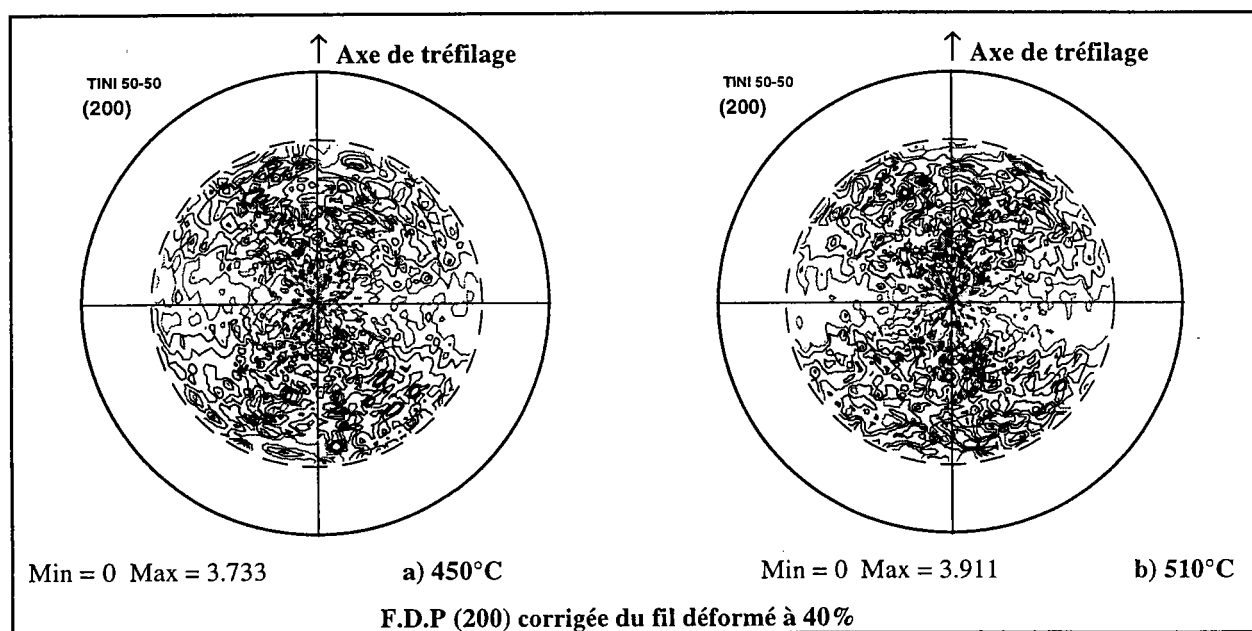


Planche III-9. Figures de pôles (200) des échantillons recuits à (a) 450°C et (b) 510°C

Examen des FP de la phase austénitique

On remarque qu'il y a une légère différence entre les FP des fils déformés à 30 et à 40%, et recuits aux mêmes températures (planche III-8, III-9).

Conclusion

Le premier objectif que nous nous étions fixé était de connaître l'évolution de la texture de déformation et de recuit des fils déformés à différents taux. Cette objectif a été atteint après résolution de nombreux problèmes inhérents :

- d'une part à la géométrie cylindrique des échantillons qui entraîne des variations continues du volume diffractant au cours de la mesure. Ces variations sont corrigées par des coefficients que nous avons établis en fonction des caractéristiques géométriques des échantillons employés.
- d'autre part à l'hétérogénéité en orientation du volume diffractant.

Malgré les difficultés rencontrées, nous avons pu montrer que :

- le fil est partagé en trois domaines de texture. Il s'agit d'une texture de fibre (-3 0 1). La distinction de cette texture est rendue complexe par la forme cylindrique du fil et par les variations du volume diffractant au cours de la mesure.

Selon l'endroit où la mesure est effectuée dans le fil, les variations de texture le long du diamètre provoquent une superposition d'informations dans la figure de pôles obtenue. Ces informations proviennent de différents domaines.

Le problème de la détermination de l'évolution de la texture le long du diamètre du fil est compliqué par la présence d'une texture hétérogène.

Les F.D.P. de la phase martensitique des fils déformés, à l'état brut et après recuit montrent deux textures de fibre différentes.

CHAPITRE IV

ANALYSE QUANTITATIVE DE LA TEXTURE DE L'ALLIAGE TINI 50-50

IV. ANALYSE QUANTITATIVE DE LA TEXTURE DE L'ALLIAGE TiNi 50-50

IV-1. Introduction

Plusieurs méthodes d'analyse quantitative de la texture ont été proposées ces dernières années, principalement par Bunge (1976), Roe(1965), Williams (1968), Ruer (1976), Vadon (1981) et Matthies (1984).

Les méthodes de Bunge et Roe consistent à calculer la distribution des orientations des cristallites sous la forme d'un développement limité sur la base des fonctions harmoniques sphériques généralisées à trois variables

La méthode de Williams, connue sous le nom de méthode biaxiale, consiste à calculer la fonction de distribution des orientations sous la forme d'un ensemble de 1296 valeurs discrètes de cette fonction à l'aide d'un procédé de calcul itératif.

La méthode de Ruer est de même type que celle de Williams . Sa formulation est rigoureuse , elle remplace les mesures ponctuelles par des classes d'orientation , bien que son champ d'applications soit limité à la texture des matériaux de réseau cubique $m\bar{3}m$ à l'aide d'une seule figure de pôles incomplète choisie parmi les figures (111), (110), (100).

La méthode de Vadon , est la suite du travail de Ruer. Son but est la généralisation de la méthode vectorielle à des matériaux appartenant à n'importe quelle classe de symétrie cristalline et d'optimiser les procédures de calcul. Le programme réalisé est très général. Il s'applique :

- à n'importe quelle figure $\{hkl\}$
- à n'importe quelle partition de l'espace des orientations ou de l'espace des pôles.

La méthode vectorielle calcule d'abord la texture axiale.

Pour décrire la texture de la façon la plus complète possible, nous avons utilisé la méthode développée par Vadon [VAD 81]. On peut alors, si le nombre de figures mesurées est suffisant :

- éliminer certaines figures, ce qui a l'avantage d'obtenir très rapidement, maintenant, un indice de qualité de l'analyse. Cette analyse axiale mal mesurée permet, d'autre part,

IV-2-2-1. Découpage du domaine

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

Nous avons choisi les découpages suivants :

- chacun des triangles sphériques $T1$ et $T2$ est découpé en 120 cases (μ) d'aire égale, ce qui fait 240 cases sur l'ensemble ($T1 + T2$) du domaine d'axes de fibre.
- chaque prisme droit, ayant pour base une case d'axe de fibre et une hauteur égale à 2π , est divisé en 18 tranches de 20 degrés.

Le domaine des orientations est donc divisé en 4320 classes d'équivalence égale.

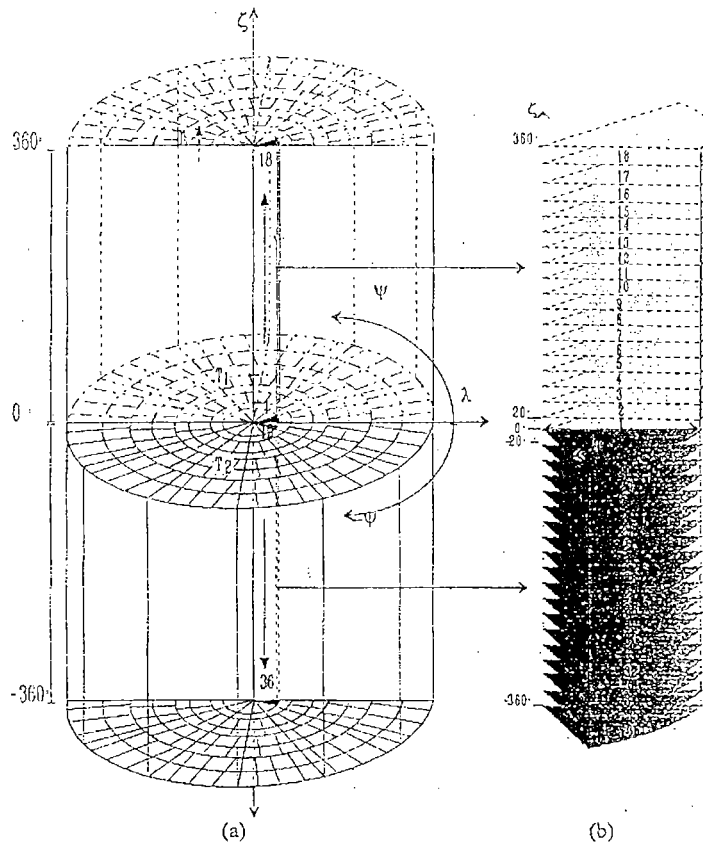


Figure IV-1 . a) Schéma du volume figuratif des orientations en classe $2/m$

b) Numérotation des cases d'orientation

IV-2-3. Domaine des axes de fibre

Il couvre une demi hémisphère, soit 12 triangles unitaires cubiques m^3m ou 6 triangles unitaires hexagonaux $6/mmm$. Nous avons choisi le découpage de type hexagonal donnant 120 cases d'axes de fibre (figure IV-2).

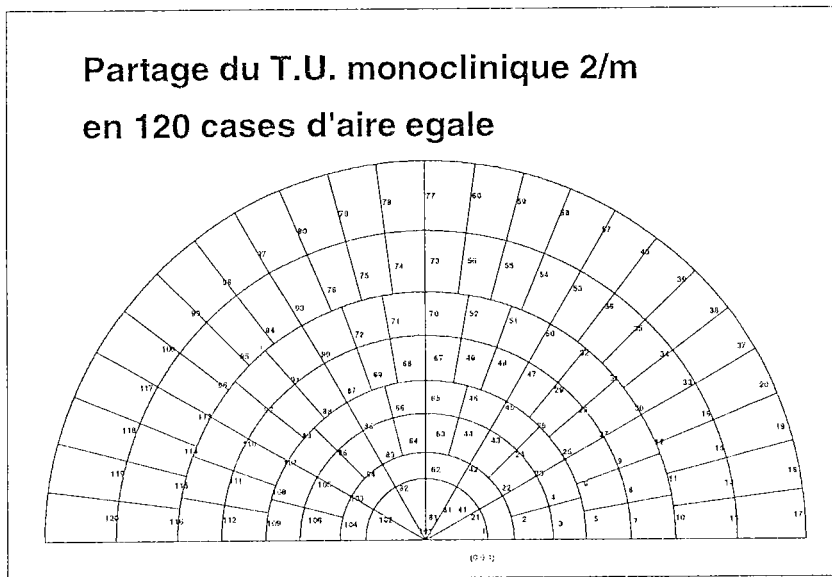


Figure IV-2 . Découpage en cases d'aire égale et numérotation des cases d'axe de fibre du domaine des axes de fibre en classe 2/m

IV-2-3-1. Numérotation des orientations

Elle se fait de la même manière que celle utilisée en classe hexagonale $6/mmm$. Chaque case d'axe de fibre est numérotée par ψ croissant sur une couronne, puis lorsqu'une couronne est pleine, on passe à la suivante. Cette numérotation par couronne permet d'attribuer des numéros voisins aux axes de fibre centraux.

Les orientations sont numérotées à partir des axes de fibre par numéro croissant. Le prisme supérieur de base T1 et de hauteur 2π , contient 120 prismes de même hauteur et a pour base une case d'axe de fibre. Les 18 premières orientations appartiennent au prisme de base $\mu=1$ et seront donc numérotées de 1 à 18. Les 18 suivantes seront les orientations symétriques par rapport au plan transverse, c'est à dire appartenant à la même case $\mu=1$ mais correspondant à une rotation autour de l'axe de fibre dans le sens opposé au sens trigonométrique. Elles sont numérotées de 19 à 36, et appartiennent au prisme inférieur

(figure IV-1), puis on passe à $\mu=2$. Toute la suite du traitement est maintenant classique. Nous avons utilisé les logiciels de la dernière version de la Méthode Vectorielle de A. VADON.

IV-3. Application de la Méthode Vectorielle d'analyse quantitative de la texture aux fils de l'alliage équiatomique TiNi

L'analyse est faite sur des fils:

1) à l'état brut de diamètres 1.34 et 1.41mm qui sont dans une phase totalement martensitique (M_B)

2) après traitement thermique, où on a les trois phases :

- la phase martensitique (M_T)
- la phase austénitique (A)
- la phase R,

pour des diamètres de 1.13, 1.25, 1.34 et 1.41mm.

En méthode vectorielle, l'analyse commence par une analyse axiale. Cette analyse permet de calculer la densité d'axes de fibre sur le découpage de l'ensemble des triangles unitaires constituant le domaine des axes de fibre. Le traitement consiste à effectuer l'inversion

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

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

$[\sigma_{k\mu}]^* =$ matrice axiale à k ligne (nombre de couronne sur la figure de pôles directe et μ colonne (nombre de cases sur le domaine d'axes de fibre)

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

L'intérêt de cette analyse axiale est double :

1) elle permet de tester facilement la qualité des figures de pôles expérimentales, qui doivent être en bon accord avec les figures de pôles recalculées.

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

IV-4. Présentations des résultats de la méthode vectorielle

Les analyses seront présentées dans l'ordre suivant :

- 1) analyses de la phase martensitique à l'état brut
- 2) analyses de la phase martensitique après recuit
- 3) analyses de la phase austénitique après recuit.

Pour la phase martensitique à l'état brut chaque analyse commence par la présentation des figures de pôles axiales expérimentales, recalculées et résiduelles sur la même page, ainsi que les figures de pôles ordinaires. Les résultats de ces analyses sont représentés par :

- le tracé du spectre du vecteur texture axiale
- le tracé de l'ODF axiale
- le tracé de l'ODF ordinaire (en coupe selon le paramètre ζ) (seulement pour le fil déformé à 10%)
- histogramme (a) qui représente l'évolution des fractions volumiques axiales en fonction du numéro de l'axe de fibre)
- histogramme (b) qui représente la différence de deux VTA.

Pour la phase martensitique et austénitique après recuit, les résultats des analyses sont représentés par les mêmes tracés, avec en moins celui de l'ODF ordinaire.

IV-5. Texture de la phase martensitique des échantillons à l'état brut

IV-5-1. Texture de la martensite du fil déformé à 10%

Les analyses quantitatives de la texture du fil déformé à 10% ont été effectuées sur des figures de pôles mesurées en surface et en zone intermédiaire du fil totalement martensitique. Certains pics de diffraction de cette phase sont très voisins les uns des autres, et il est impossible de les séparer. On a utilisé pour ces analyses une FP simple (11-1) et deux FP multiples, l'une $\{(110)+(002)\}$ notée (2 pics de gauche (2PG)), l'autre $\{(020)+[(111)+(012)]\}$ notée (3 pics de droite (3PD)). Pour comparer la variation de la texture entre ces deux zones, nous présentons les FP expérimentales, recalculées et résiduelles après les analyses axiales ainsi que les fonctions de distribution et les vecteurs texture correspondants.

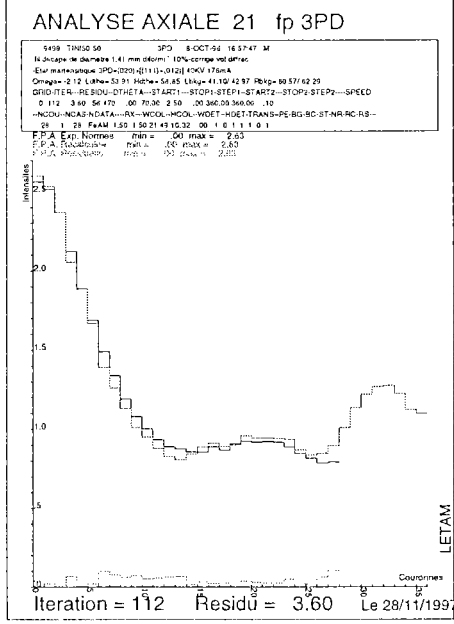
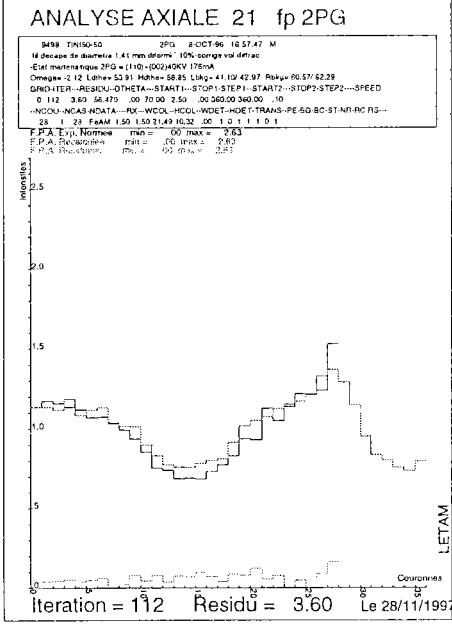
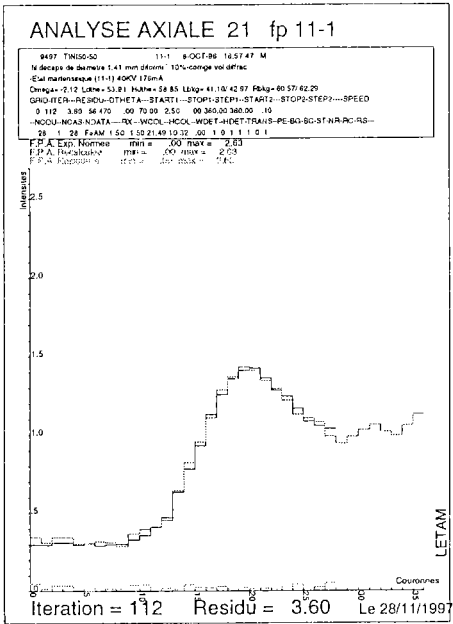


Planche IV-1 . Analyse axiale des FP en surface du fil déformé à 10%

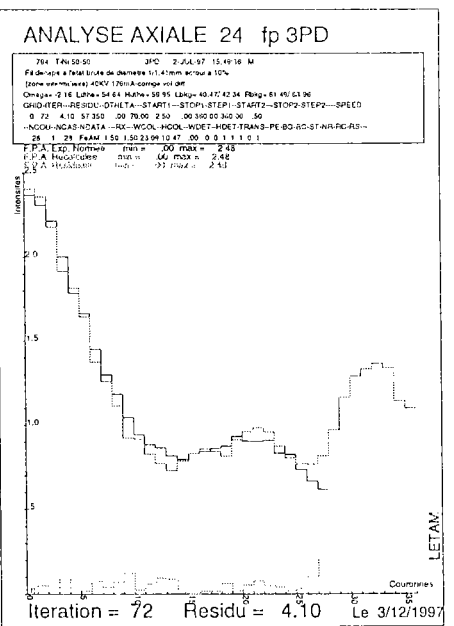
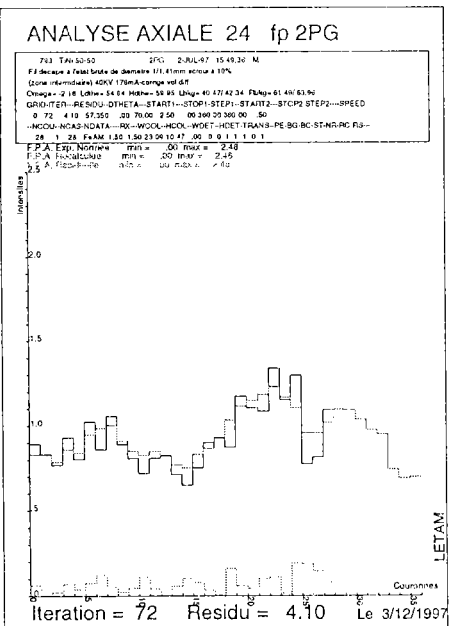
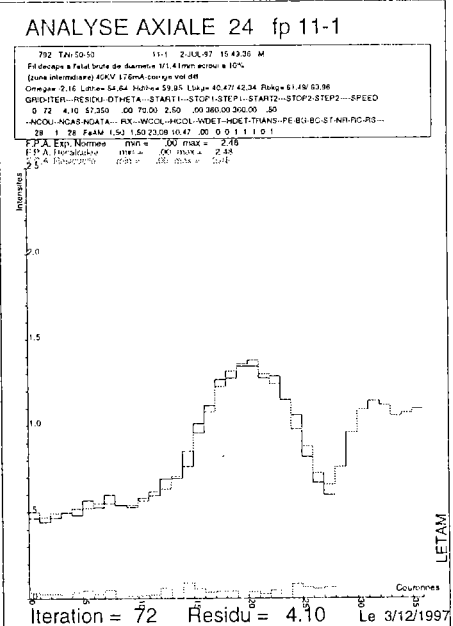


Planche IV-2 . Analyse axiale des FP en zone intermédiaire du fil déformé à 10%

ANALYSE ORDINAIRE (-1-11)

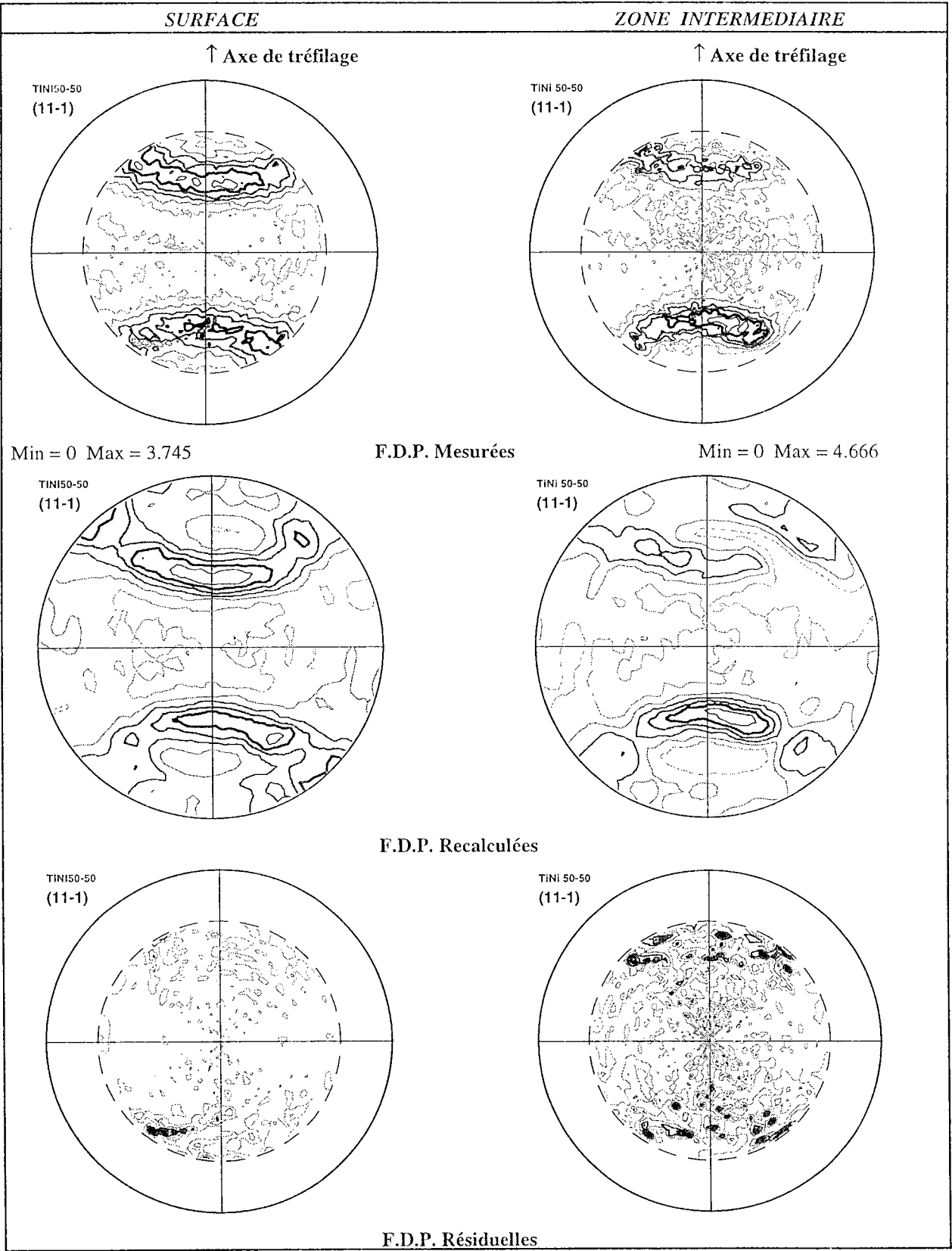


Planche IV-3. Analyse ordinaire des FP (11-1) dans les deux zones du fil déformé à 10%

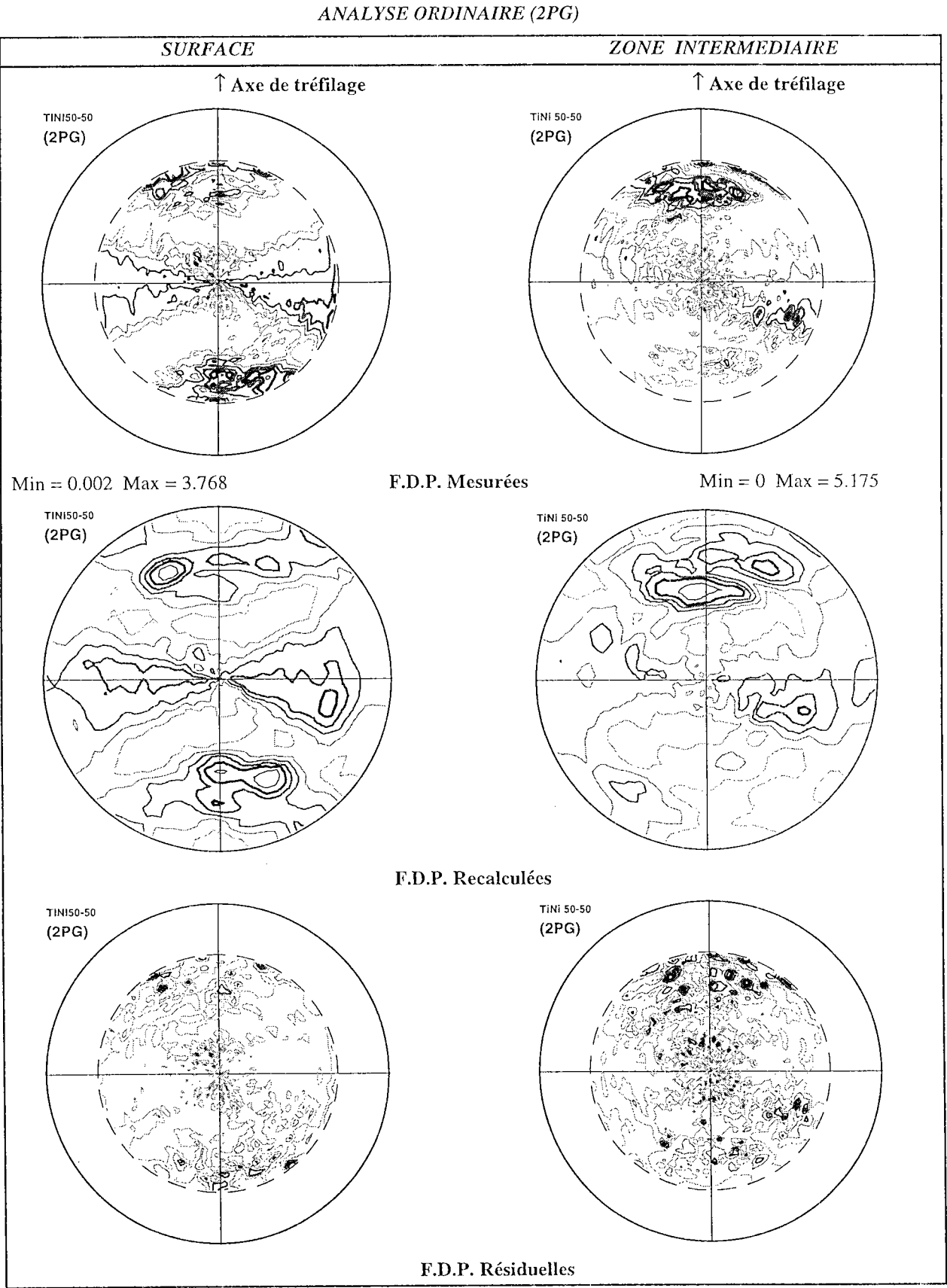


Planche IV-4. Analyse ordinaire des FP (2PG) dans les deux zones du fil déformé à 10%

ANALYSE ORDINAIRE (3PD)

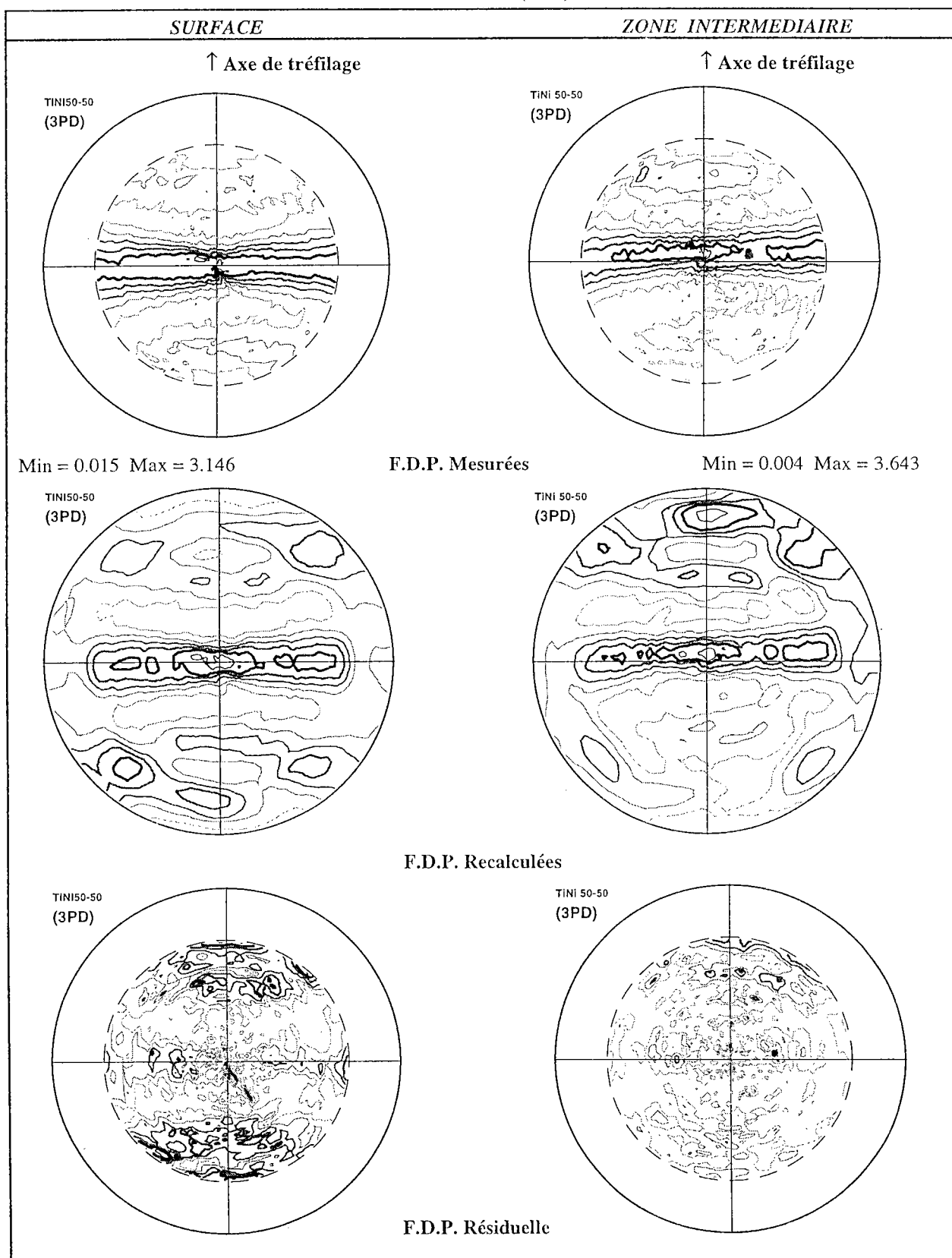


Planche IV-5. Analyse ordinaire des FP (3PD) dans les deux zones du fil déformé à 10%

Commentaire sur les analyses axiales

Sur les courbes d'analyses axiales (planches IV-1, IV-3), on remarque que les figures de pôles (11-1) et (3PD) des deux zones du fil sont bien reproduites. Par contre la figure de pôles (2PG) (planche IV-2) est moins bonne, ce qui est dû à la faible intensité de ces pics (figure III-10 du chapitre III). En général on peut dire que la reproduction est bonne avec un résidu de 3.60 en surface et 4.10 dans la zone intermédiaire.

Commentaire sur les analyses directes

La comparaison entre les FP mesurées et les FP recalculées (11-1) et (3PD) dans les deux zones du fil montre une bonne concordance. Puisque les lignes de niveau ont la même allure, les taches de diffraction sont correctement placées et les FP résiduelles ont des intensités faibles (planches IV-3, IV-5). Par contre, la concordance est bien moins bonne entre les FP (2PG) mesurées et recalculées (planche IV-4), car les taches de diffraction sont éparpillées et mal localisées avec des FP résiduelles plus fortes en surface et en zone intermédiaire.

Indice de texture (Ti)

Une fois normalisées toutes les FDP peuvent être comparées soit visuellement, soit par le calcul (différence de deux figures par exemple). Cette comparaison est nécessaire pour comprendre les variations de texture entre deux échantillons. Cependant elle n'est pas suffisante. Pour suivre l'évolution de la texture, nous pouvons:

- utiliser un test rapide et global tel que l'indice de texture (valeur efficace des composantes de texture)
- comparer l'ensemble des composantes, ce qui est long et inutile pour les composantes faibles
- comparer les composantes fortes, c'est à dire les composantes supérieures à un seuil variable que l'on peut fixer soi même.

Le programme " Recherche des Composantes Fortes" de A. VADON [VAD 81] fait tous ces calculs.

Nous avons vu que la texture est toujours une fibre, plus au moins marquée. L'indice de texture doit pouvoir décrire l'acuité de cette texture de fibre, sans pour autant pouvoir la caractériser. On remarque que la texture est moins prononcée en zone intermédiaire du fil (Ti = 1.47) qu'en surface (Ti = 1.52).

Cet indice de texture traduit relativement bien l'aspect visuel des FDP.

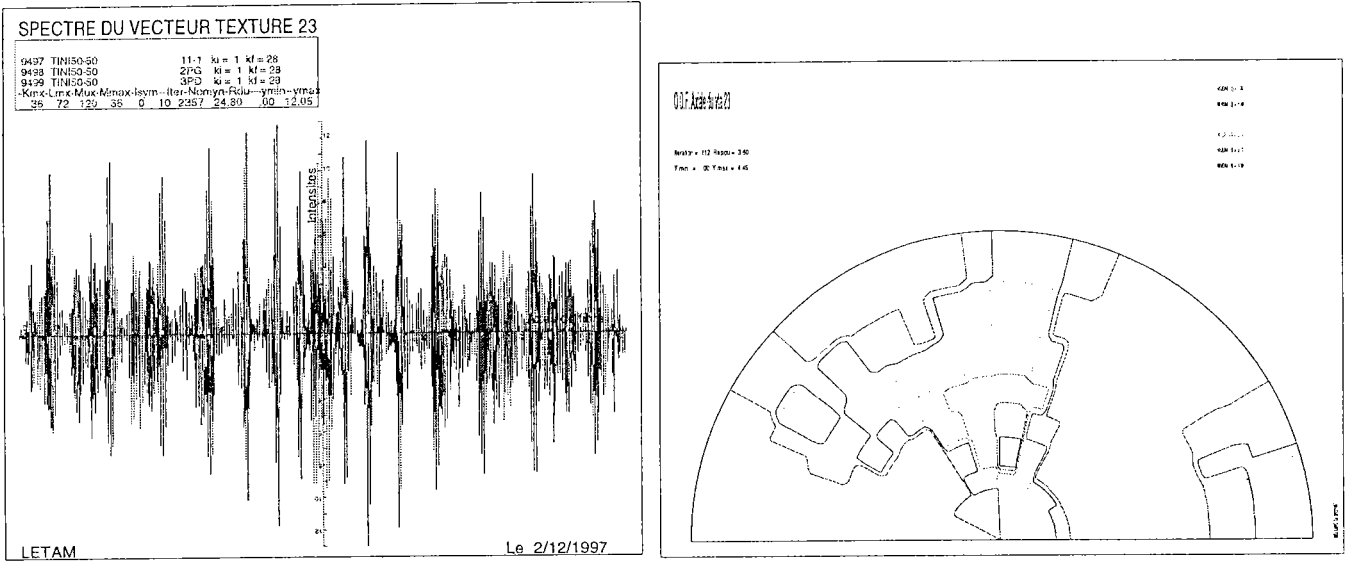


Figure IV-3. VT et FDO axiaux de la martensite en surface de l'échantillon déformé à 10%

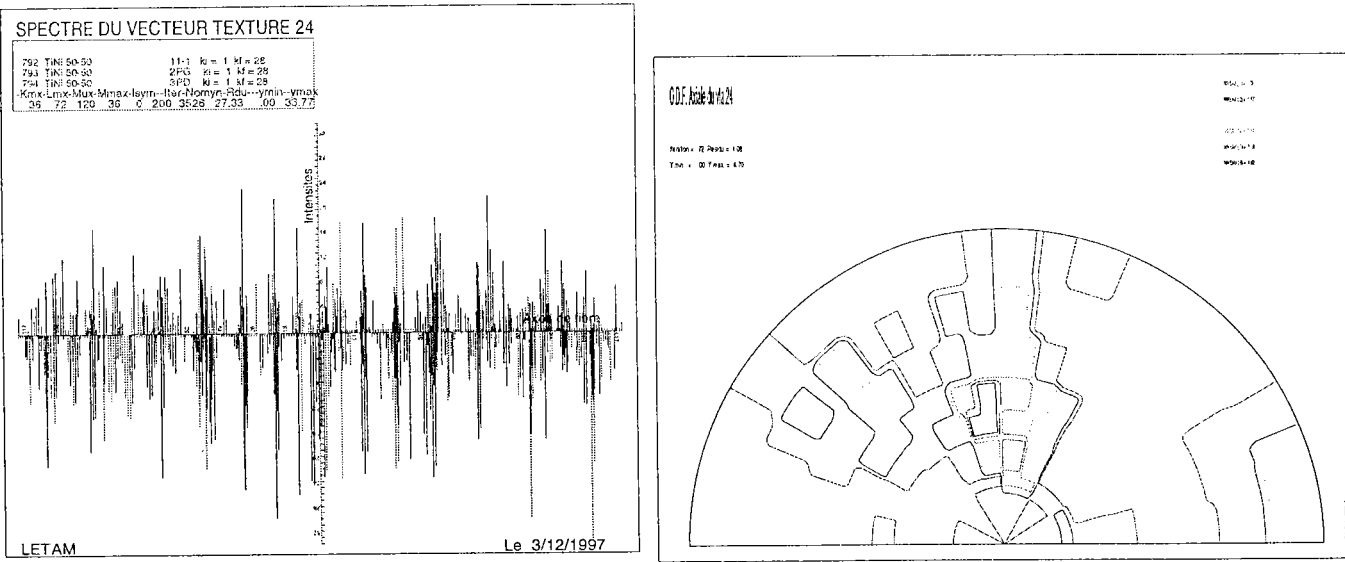


Figure IV-4. VT et FDO axiaux de la martensite en zone intermédiaire de l'échantillon déformé à 10%

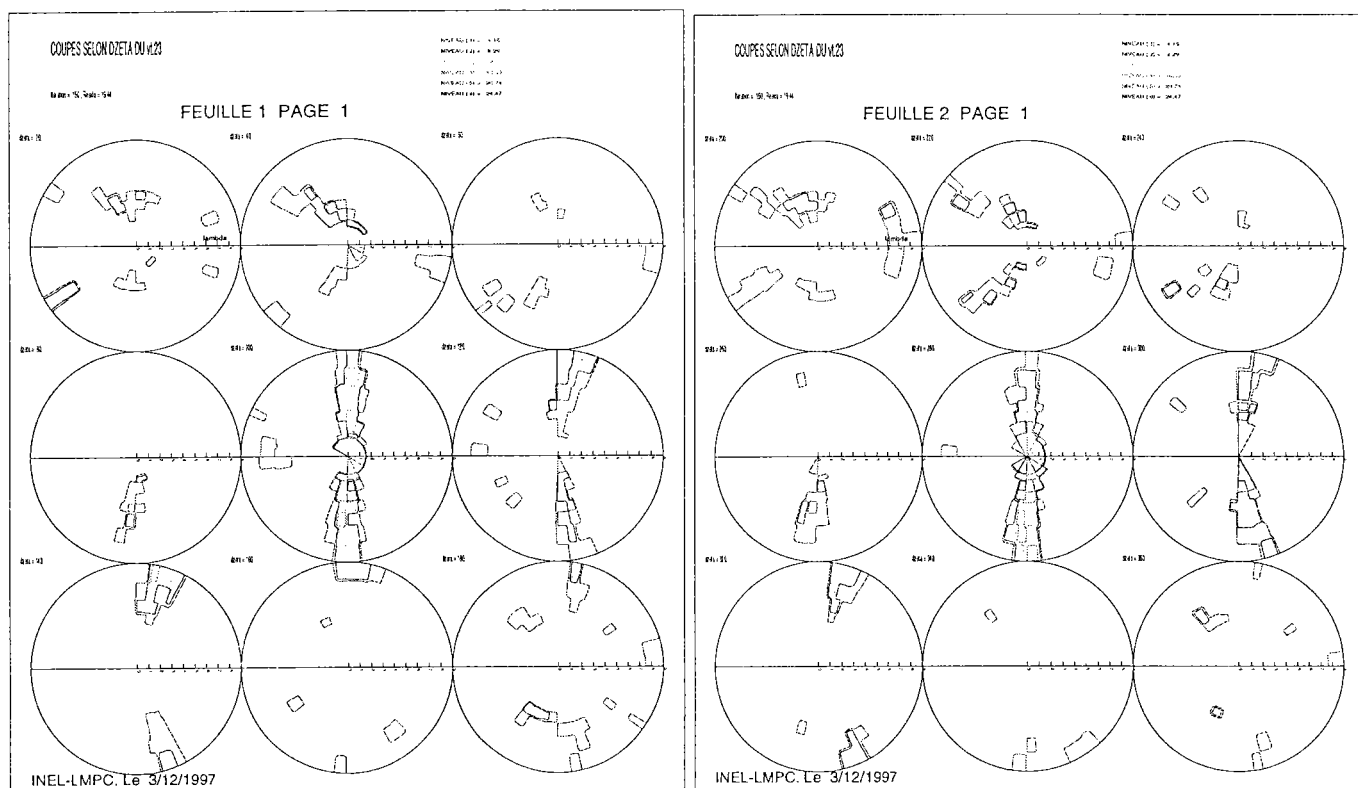


Figure IV-5. Coupes selon ζ du vecteur texture en surface du fil déformé à 10%

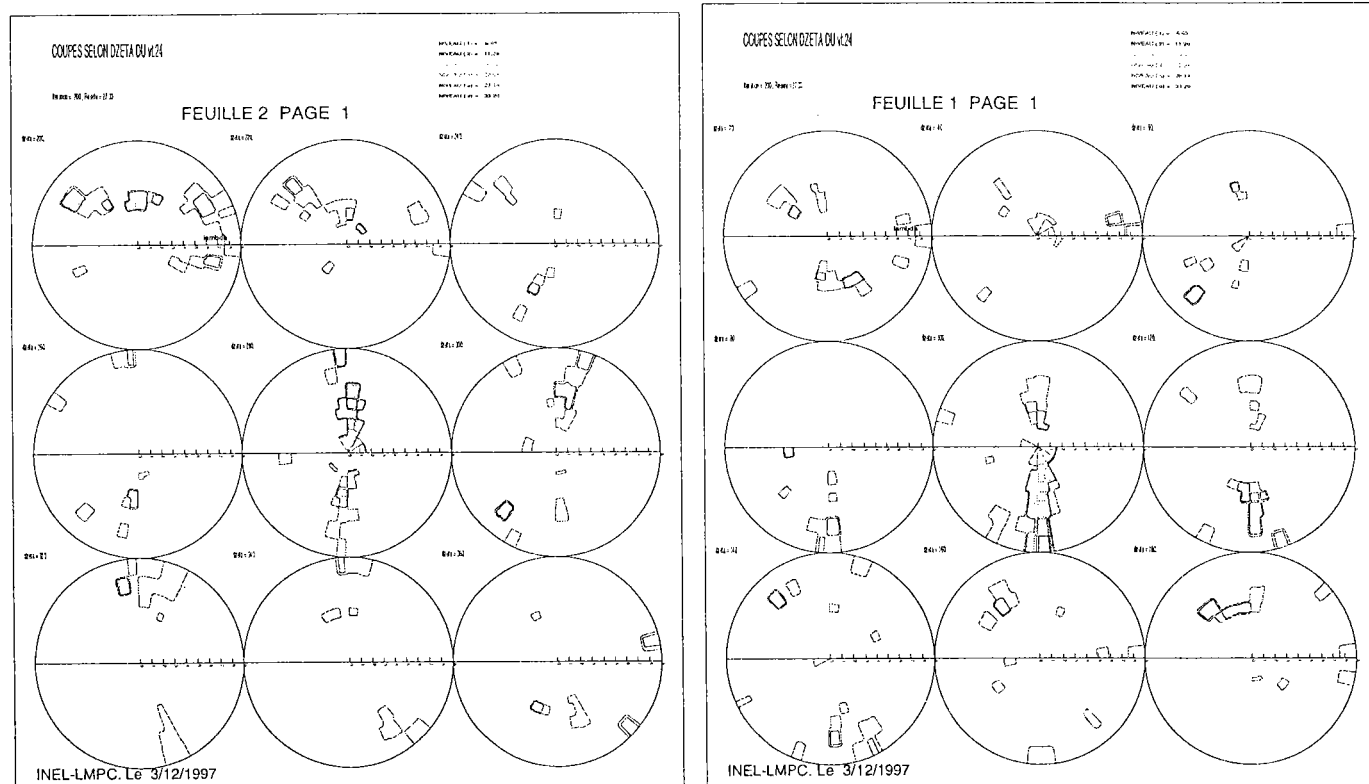


Figure IV-6. Coupes selon ζ du vecteur texture en zone intermédiaire du fil déformé à 10%

Discussion des résultats

L'analyse des deux FDO ainsi que des vecteurs texture du fil brut déformé à 10% montre que la texture de la martensite en zone intermédiaire est plus pointue que celle de la martensite en surface (figures IV-3, IV-4), bien qu'il y ait 46 composantes nulles sur le vecteur texture VTA23 (en surface) et 27 sur le vecteur VTA24 (en zone intermédiaire). Les coupes selon ζ (figures IV-5 et IV-6) présentent une répartition de ces composantes qui semblent aléatoire. L'histogramme de la figure IV-7 montre l'évolution des fractions volumiques axiales de la martensite entre la surface et la zone intermédiaire. On remarque sur l'histogramme que les composantes fortes en surface ont tendance à diminuer en zone intermédiaire (figure IV-8).

Si nous ne tenons pas compte des 71 composantes inférieures ou égales à 1, c'est à dire inférieures au fond continu isotrope, il reste 49 composantes supérieures à 1. Parmi celles ci

- 18 composantes diminuent
- 8 composantes ne changent pas
- 23 composantes augmentent.

Ceci est montré sur l'histogramme (b) de la figure IV-8, histogramme de la différence des deux VTA (24-23). On peut remarquer sur cet histogramme que les composantes qui diminuent, correspondent à des orientations bien groupées (tableau IV-1). Cette remarque va se confirmer lorsque le taux de déformation va augmenter.

Tableau IV-1. Groupes d'orientations qui diminuent fortement pour le fil à TD=10%

N° d'orientation	h	k	l	u	v	w
1	-5	-2	56	0	-30	-1
2	-2	-3	34	-1	-121	12
3	-1	-6	42	-1	-48	-7
10	1	-5	15	-1	-11	-4
28	-1	-2	3	1	-11	6
48	1	-3	3	-1	-2	-2
61	-2	-6	5	1	-4	-5
62	-2	-11	7	1	-12	-19
63	-1	-17	10	-1	-6	-10
64	1	-17	10	-2	-5	-7
92	5	-5	2	-5	-7	-4
107	-1	-7	1	3	-5	-33

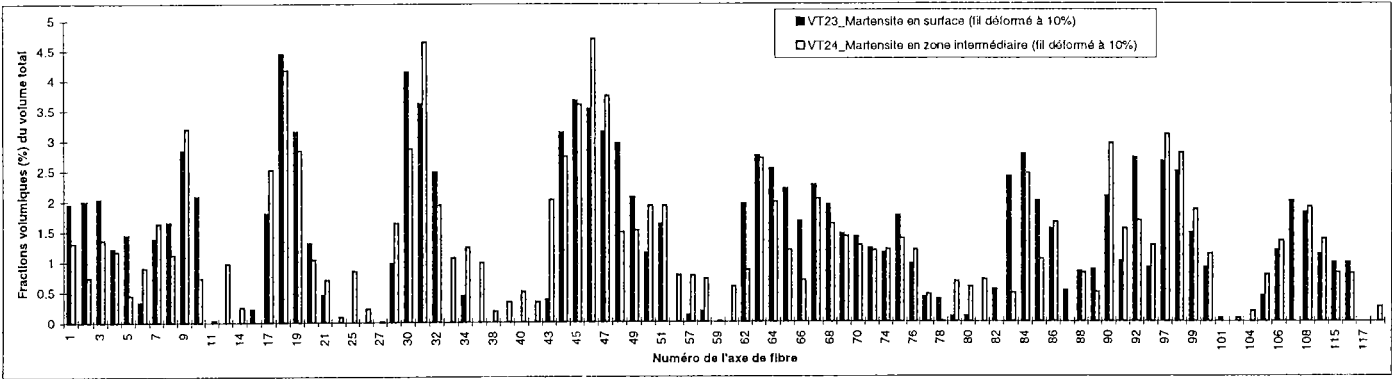


Figure IV-7. Evolution des fractions volumiques axiales de la martensite du fil déformé à 10% (a)

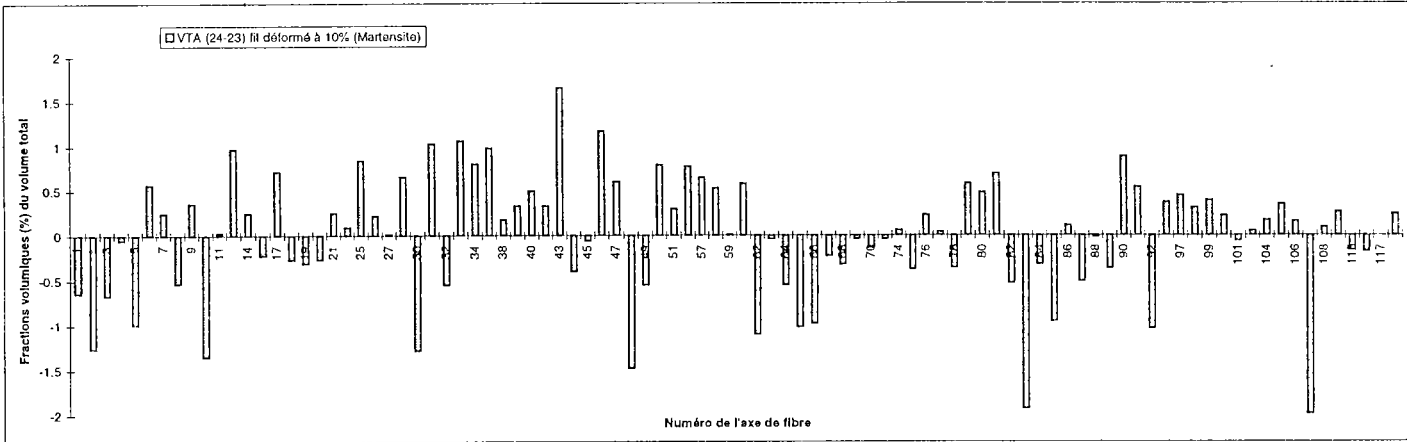


Figure IV-8. Différence des deux VTA (24-23) (b)

VI-5-2. Texture de la martensite du fil déformé à 20%

L'échantillon du fil déformé à 20 % se trouve dans une phase totalement martensitique. L'analyse de la texture est effectuée dans les mêmes conditions que celle du fil déformé à 10%. Nous allons étudier la variation de la texture entre les trois zones du fil (surface, zone intermédiaire et cœur du fil). La présentation des résultats est différente de la précédente : les figures expérimentales, recalculées et résiduelles d'un même plan (pour les trois analyses) sont présentées sur la même planche (planches IV-6, IV-7, IV-8)

SURFACE

ZONE INTERMEDIAIRE

AU COEUR

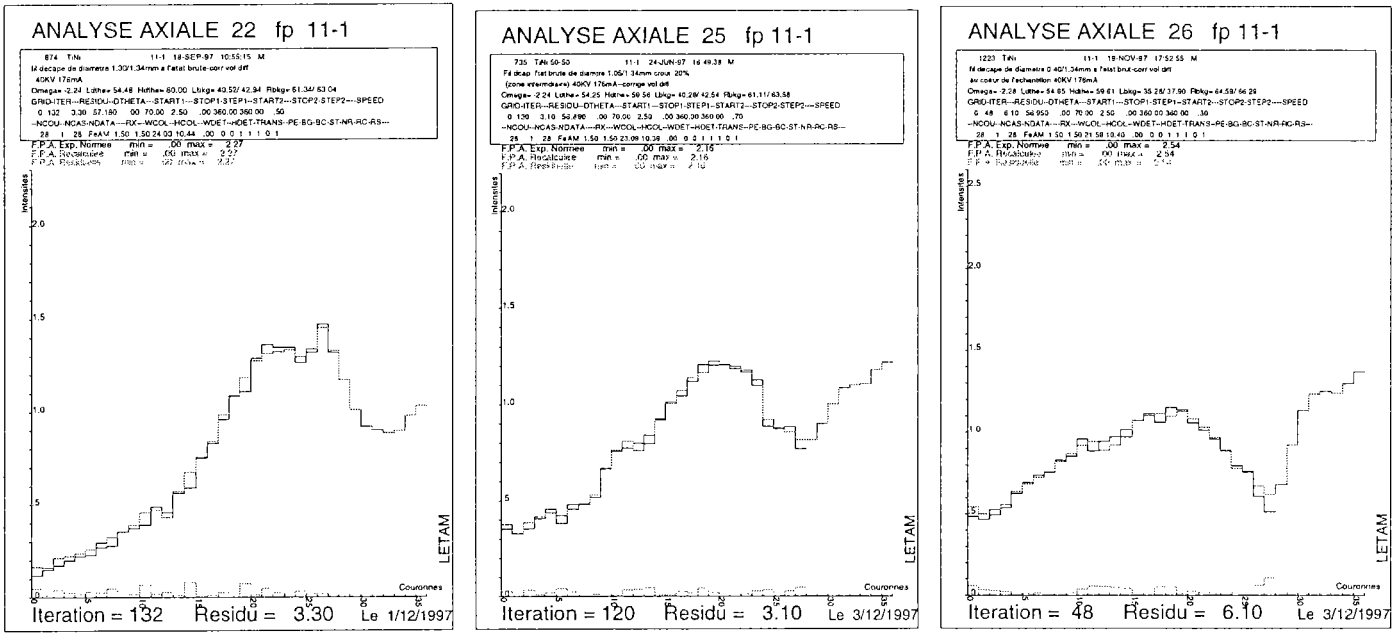


Planche IV-6. Analyse axiale des FP (11-1) dans les trois zones du fil déformé à 20%

SURFACE

ZONE INTERMEDIAIRE

AU COEUR

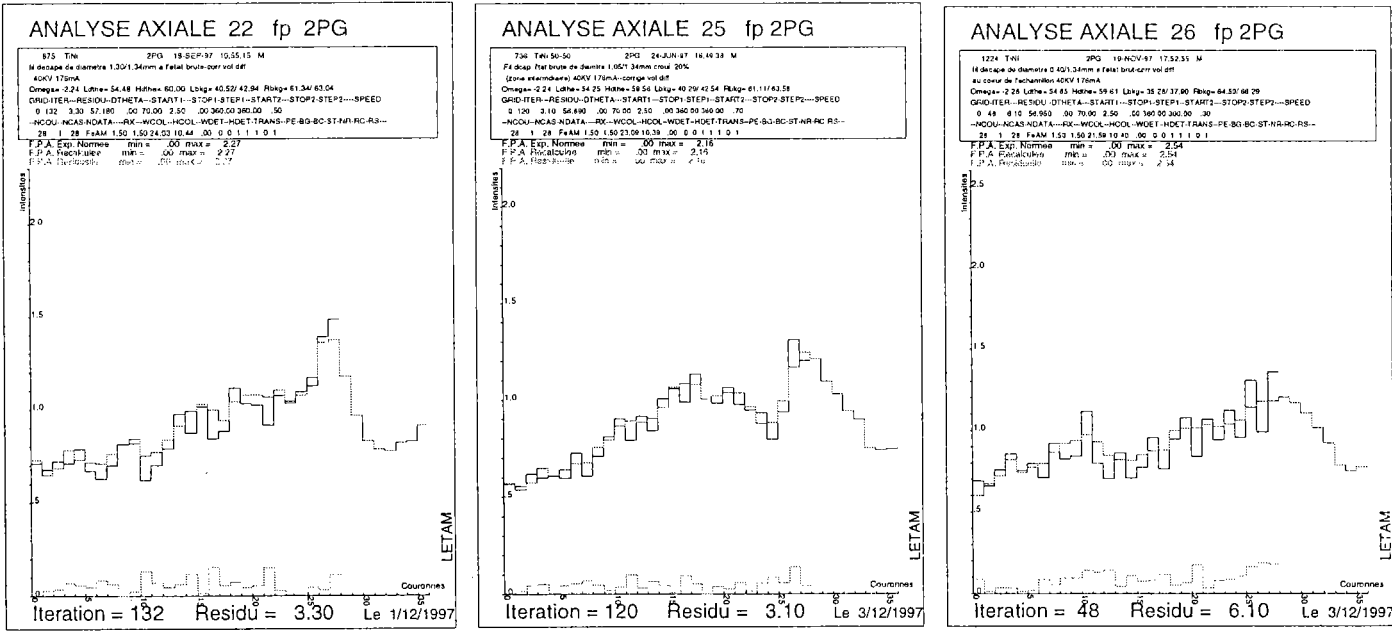


Planche IV-7. Analyse axiale des FP (2PG) dans les trois zones du fil déformé à 20%

SURFACE

ZONE INTERMEDIAIRE

AU COEUR

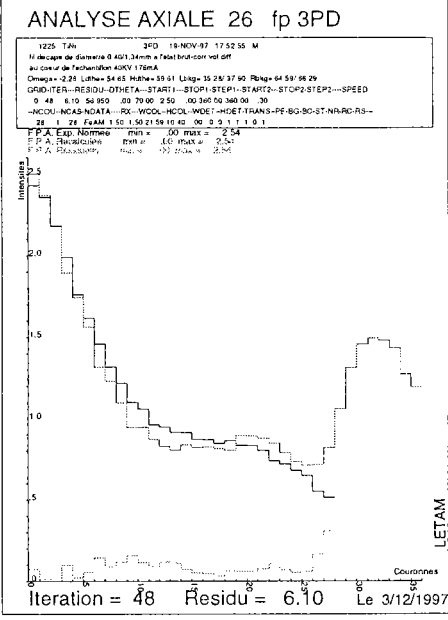
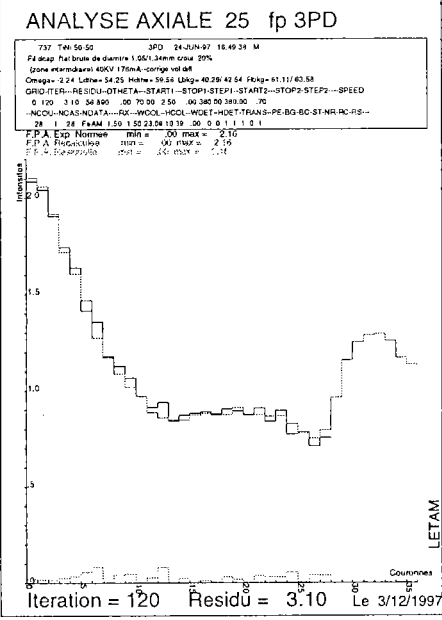
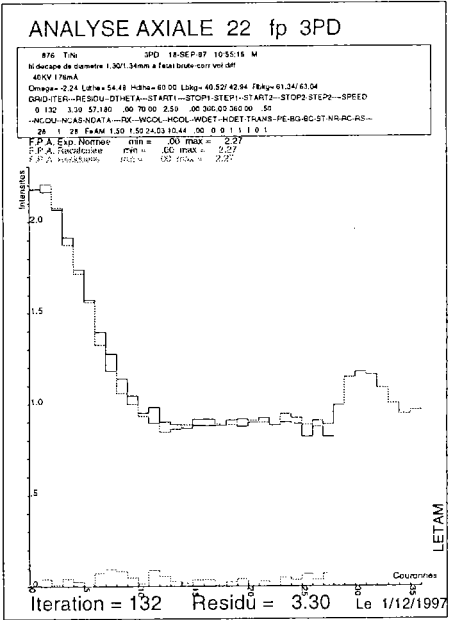


Planche IV-8. Analyse axiale des FP (3PD) dans les trois zones du fil déformé à 20%

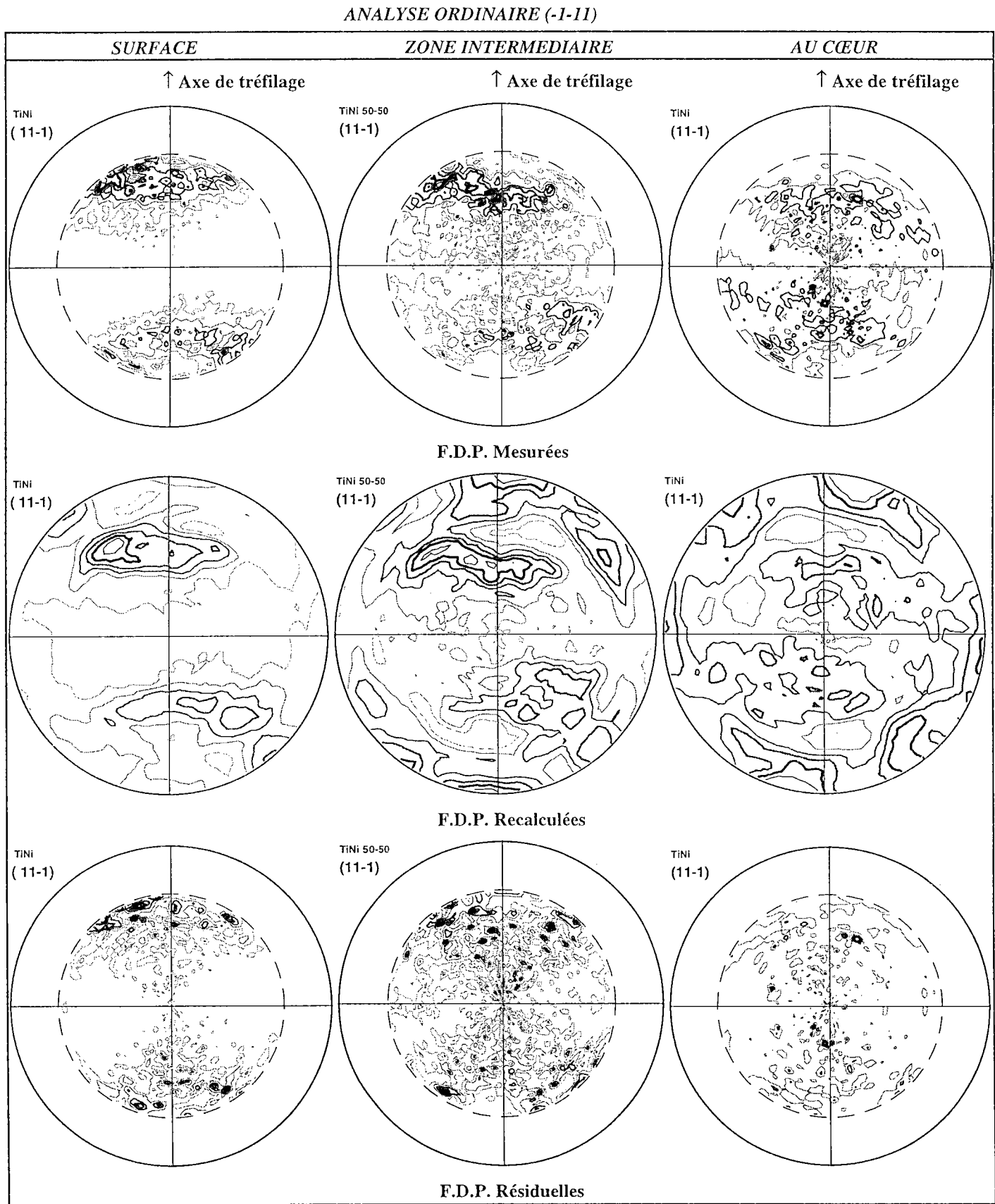


Planche IV-9. Analyse ordinaire des FP (11-1) dans les trois zones du fil déformé à 20%

ANALYSE ORDINAIRE (2PG)

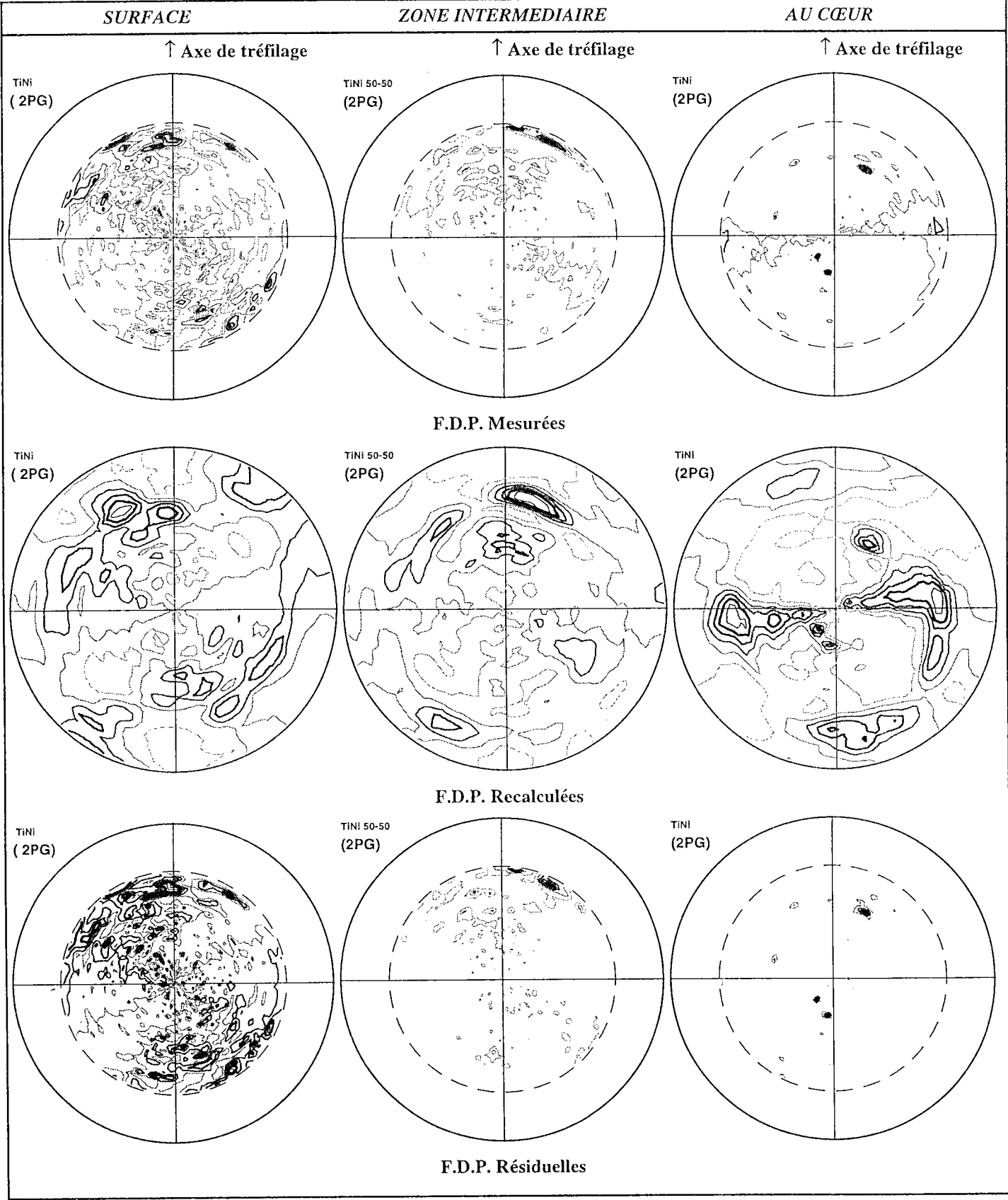


Planche IV-10. Analyse ordinaire des FP (2PG) dans les trois zones du fil déformé à 20%

ANALYSE ORDINAIRE (3PD)

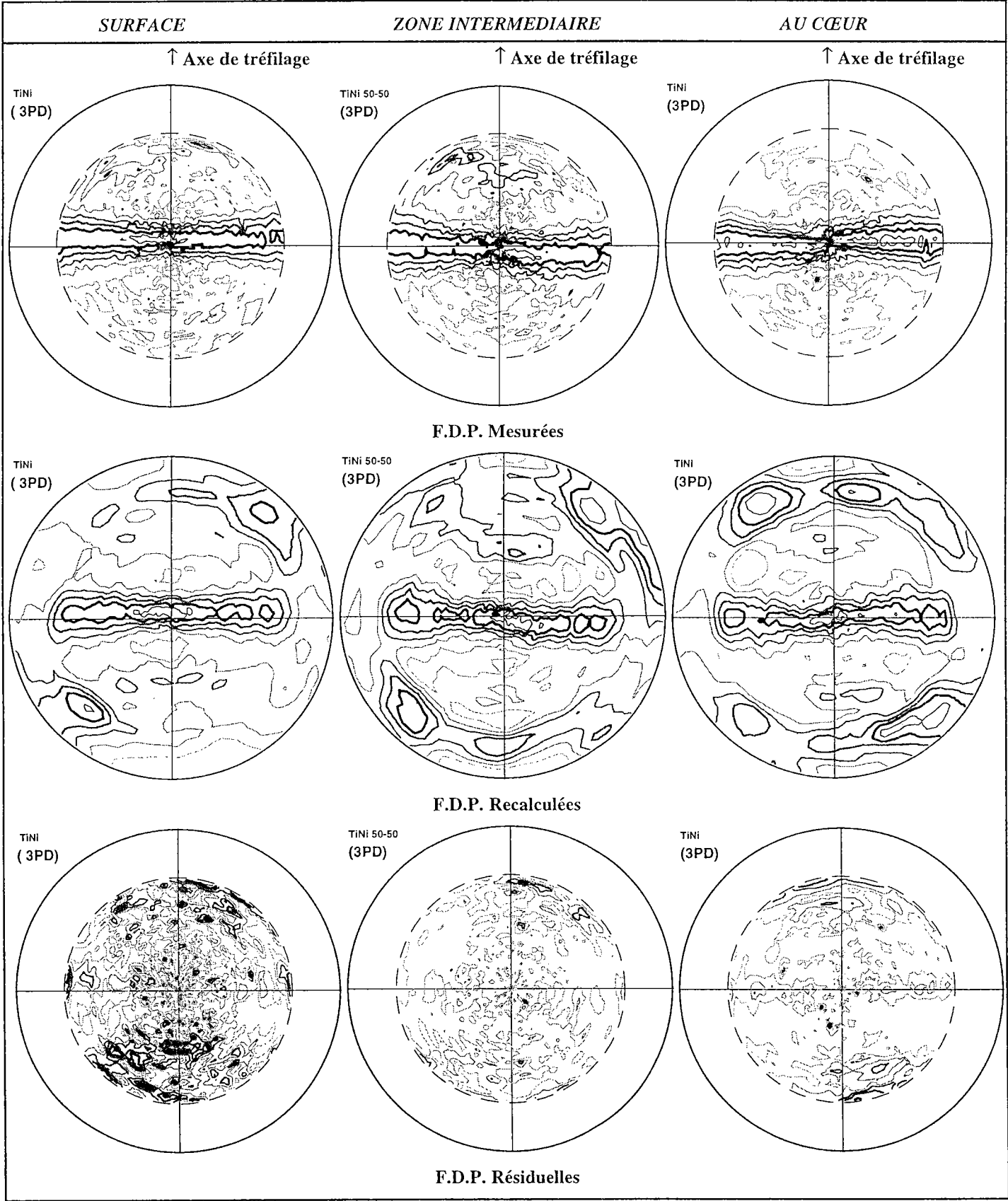


Planche IV-11. Analyse ordinaire des FP (3PD) dans les trois zones du fil déformé à 20%

Commentaire sur les analyses axiales et ordinaires

Pour les analyses axiales, on remarque que les FPA (11-1) et (3PD) dans les trois zones du fil sont bien reproduites (planches IV-6, IV-8) avec un résidu faible qui varie de 3.10 à 6.10 . Par contre les FPA (2PG) sont moins bien reproduites (planche IV-7) à cause de la faible intensité de ces pics sur le diffractogramme (même remarque que pour le taux de déformation de 10%). On remarque que le résidu global le plus faible pour les différentes FPA correspondent aux trois zones du fil est celui des FPA au cœur du fil qui est de 3.10.

Pour les analyses ordinaires, la comparaison entre les FP mesurées et les FP recalculées montre :

- une bonne concordance pour les FP (11-1) et (3PD) car les taches sont correctement placées et les lignes de niveau ont la même allure. Les FP résiduelles sont faibles (planches IV-9, IV-11).
- une concordance beaucoup moins bonne pour les FP (2PG) car les lignes de niveau n'ont pas la même allure (planche IV-10).

L'aspect visuel des FDP se traduit par l'indice de texture (tableau IV-2). On remarque qu'il y a une évolution de cet indice entre le cœur et la surface du fil déformé à 20% (figure IV-9).

Tableau IV-2. Indice de texture des trois zones du fil déformé à 10 et 20%

Zone de mesure	Ti (10%)	Ti (20%)
surface	1.52	1.56
zone intermédiaire	1.47	1.39
cœur		1.40

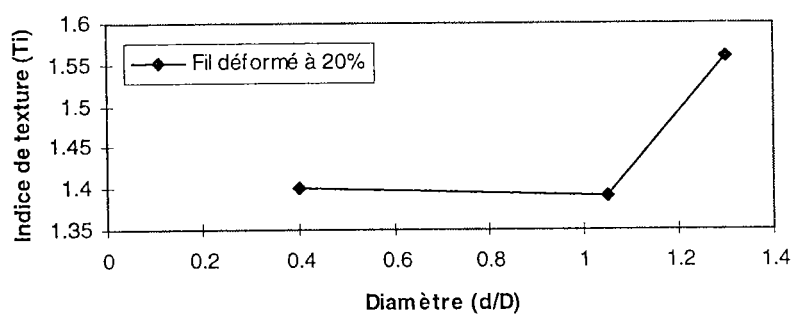


Figure IV-9 . Indice de texture en fonction du diamètre pour le fil déformé à 20%

EN SURFACE

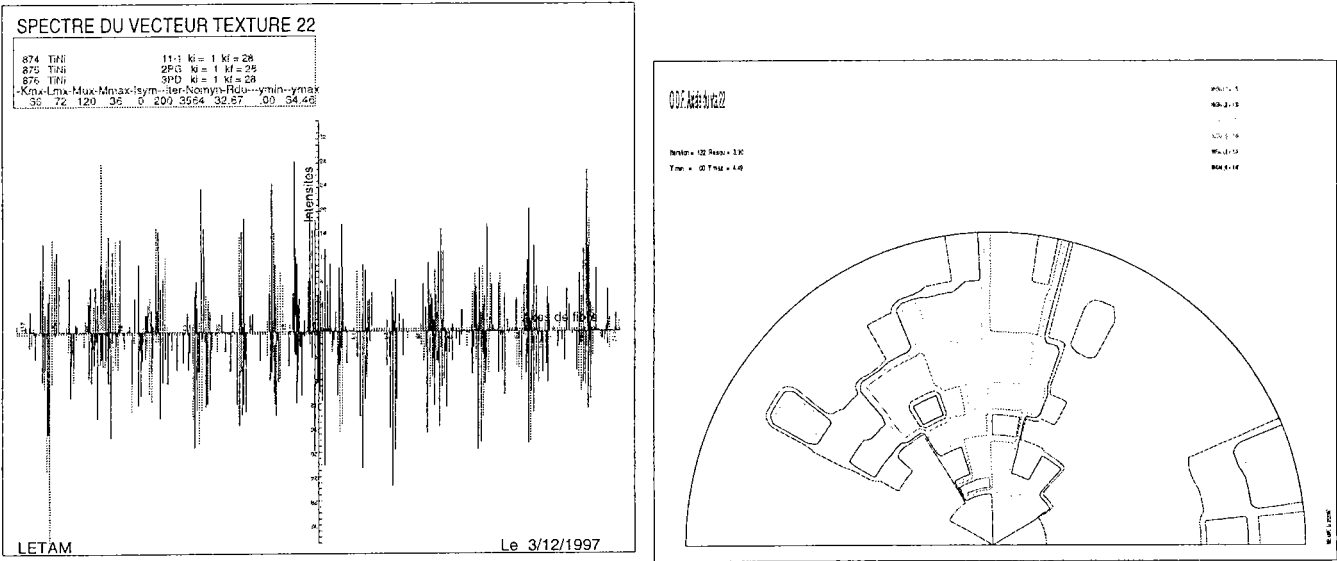


Figure IV-10. VT et FDO axiaux de la martensite en surface du fil déformé à 20%

EN ZONE INTERMEDIAIRE

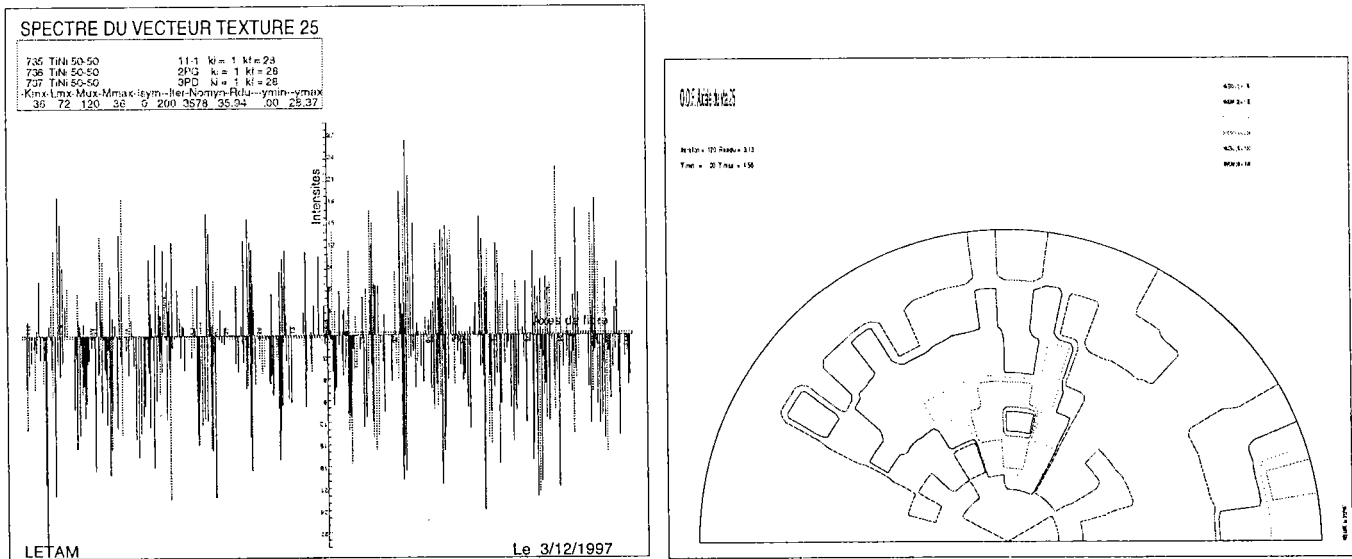


Figure IV-11. VT et FDO axiaux de la martensite en zone intermédiaire du fil déformé à 20%

AU CŒUR

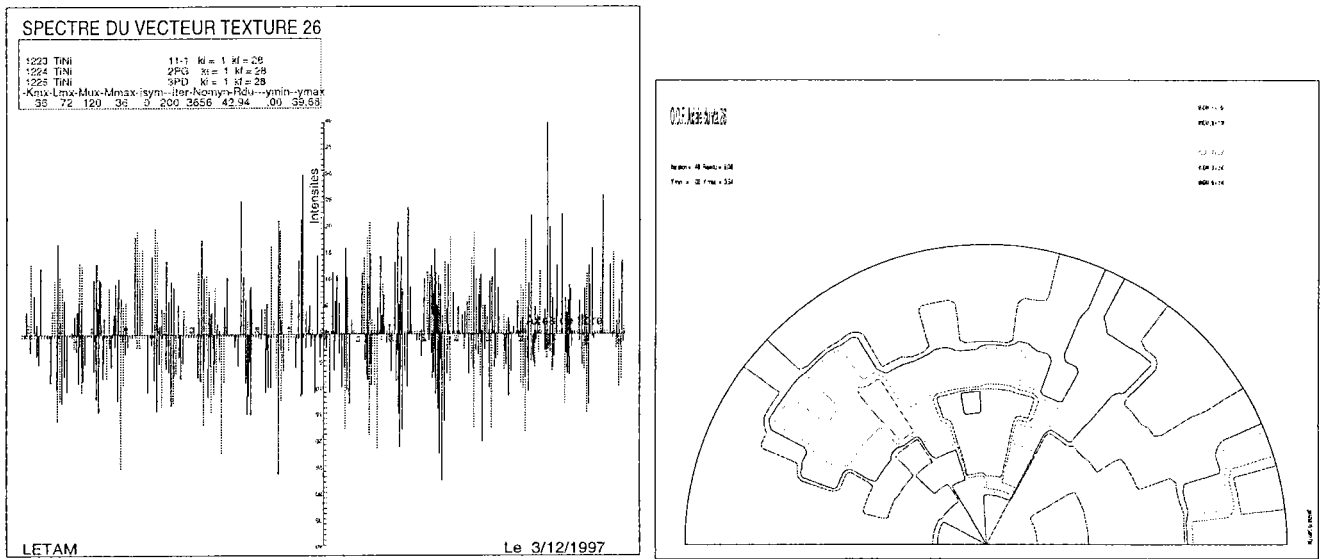


Figure IV-12. VT et FDO axiaux de la martensite au cœur du fil déformé à 20%

Discussion des résultats

L'analyse des FDO et des vecteurs texture entre les trois zones du fil déformé à 20% montre que la texture de la martensite en surface du fil à l'état brut est un peu plus pointue que celle de la martensite en zone intermédiaire et au cœur du fil. L'histogramme de la figure IV-13 montre l'évolution des fractions volumiques des composantes des vecteurs texture axiaux dans les trois zones du fil.

En général ce sont les composantes les plus fortes en surface que l'on ne retrouve pas en zone intermédiaire (figure IV-14). On peut remarquer également une tendance à l'uniformisation en allant de la surface au cœur (figure IV-16). Entre la zone intermédiaire et le cœur, il y a peu de différences (figure IV-15).

Si nous regardons les histogrammes des différences VTA (25-22), c'est à dire texture axiale en zone intermédiaire moins la texture axiale en surface, nous voyons que les composantes qui disparaissent (de la surface vers le cœur) sont presque les mêmes que précédemment.

Tableau IV-3. Groupes d'orientations qui diminuent fortement pour le fil à TD=20%

N° d'orientation	h	k	l	u	v	w
1	-5	-2	56	0	-30	-1
2	-2	-3	34	-1	-121	12
3	-1	-6	42	-1	-48	-7
8	2	-16	5	1	-233	-57
9	-1	-5	16	-1	-28	-10
10	1	-5	15	-1	-11	-4
16	-1	-2	5	1	-31	-13
20	2	-7	14	-1	-6	-3
28	-1	-2	3	1	-11	6
32	2	-7	9	-2	-7	-5
48	1	-3	3	-1	-2	-2
49	1	-2	2	-2	-4	-3
64	1	-17	10	-2	-5	-7
65	1	-5	3	-2	-3	-5
66	1	-3	2	-3	-4	-5
67	3	-6	4	-2	-3	-3
83	-1	-8	3	1	-11	29
84	-1	-24	8	-1	-6	-10
85	1	-24	8	-3	-4	-11
86	2	-16	5	-2	-2	-5
87	2	-9	3	-4	-3	-7
106	-3	-13	2	5	-4	-18
107	-1	-7	1	3	-5	-33

Nous retrouvons le même phénomène en comparant VTA 25 et 26 sur l'histogramme de la figure IV-15 c'est-à-dire en passant de la zone intermédiaire au cœur.

Il en va de même pour les composantes qui apparaissent : ce sont toujours les mêmes. On peut donc dire que certaines composantes, toujours les mêmes, disparaissent de la surface vers le cœur au profit des mêmes composantes qui apparaissent (tableau IV-3). Le phénomène est le même que celui observé avec 10% de déformation, ce qui tend à prouver que le tréfilage de cet échantillon correspond à un réarrangement bien précis.

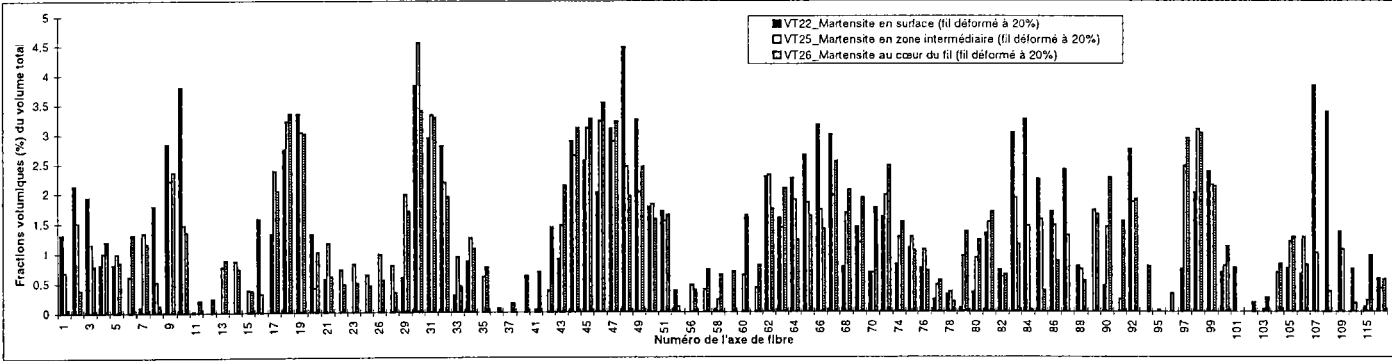


Figure IV-13. Evolution des fractions volumiques axiales de la martensite entre les trois zones du fil déformé à 20% (a)

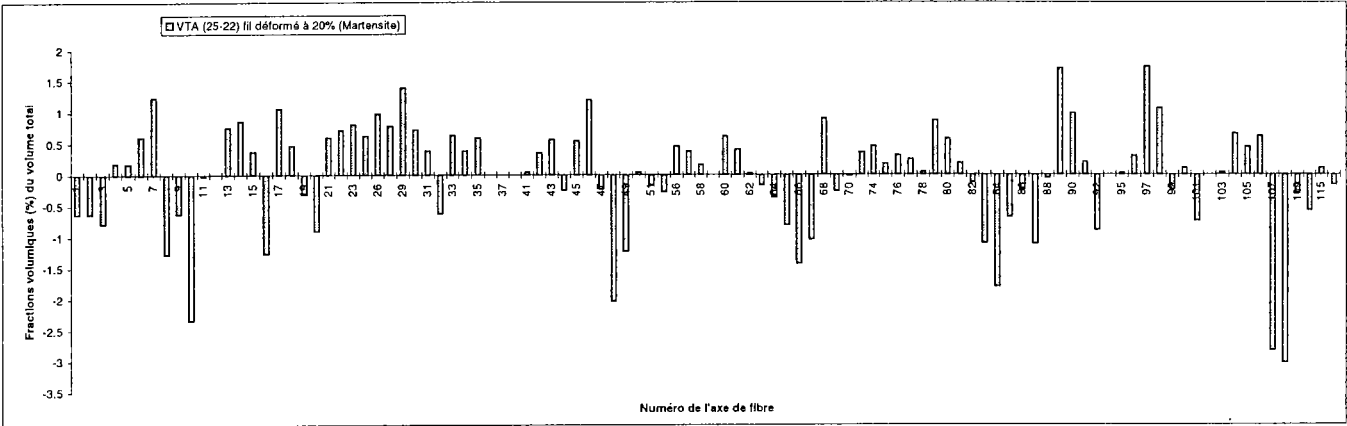


Figure IV-14. Différence des deux VTA (25-22) (b)

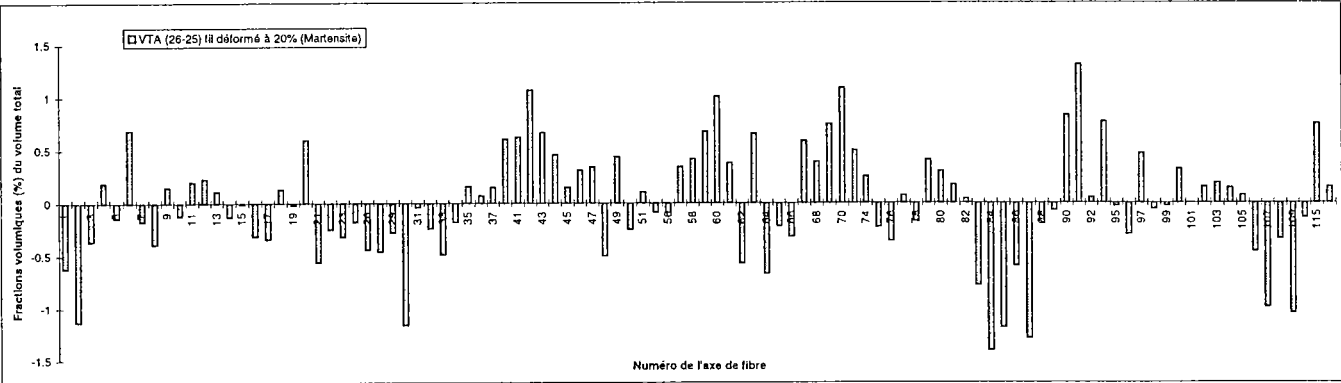


Figure IV-15. Différence des deux VTA (26-25) (c)

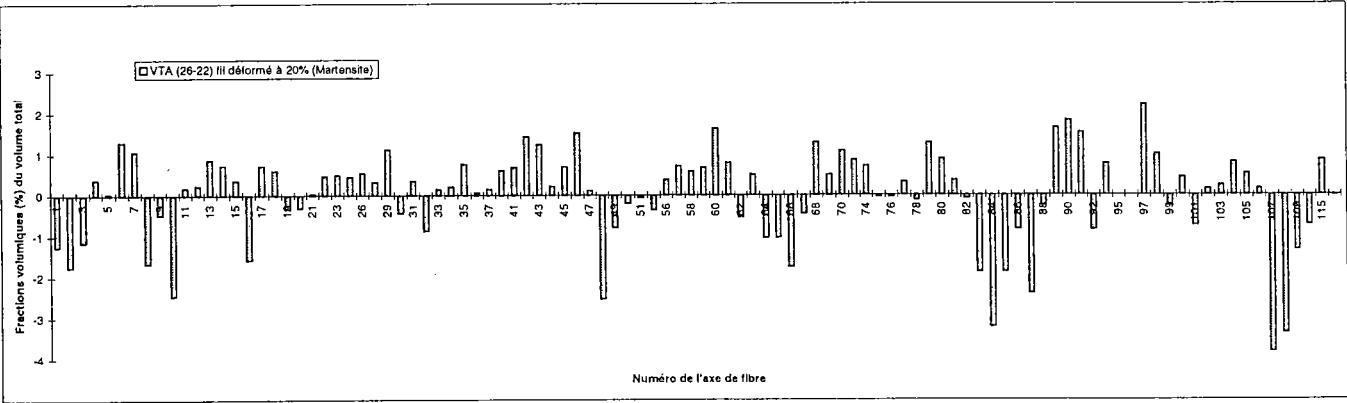


Figure IV-16. Différence des deux VTA (26-22) (d)

IV-6. Texture après recuit de la phase martensitique

Les textures de recuit sont en général des textures relativement proches de celles du matériau avant recuit. Partant d'un matériau déformé, à texture isotrope, le recuit conserve l'isotropie de la texture, à condition de ne pas avoir d'effets de surface (énergie superficielle très anisotropie par exemple). Le recuit est, comme le changement de phase, un transformateur de textures, et non un créateur comme la solidification, la déformation ou le traitement thermomécanique. Cependant il y a des exceptions. On peut distinguer plusieurs stades dans l'évolution de la texture de recuit du fil déformé. Notre travail consiste à vérifier cette évolution de la texture de la phase martensitique, sur des fils déformés à 20, 30 et 40% recuits sous atmosphère d'azote pendant 1 heure à des températures de 570 et 600°C. Pour cela, on utilise la méthode vectorielle.

a) fil recuit à 570°C et 600°C (déformé à 20%)

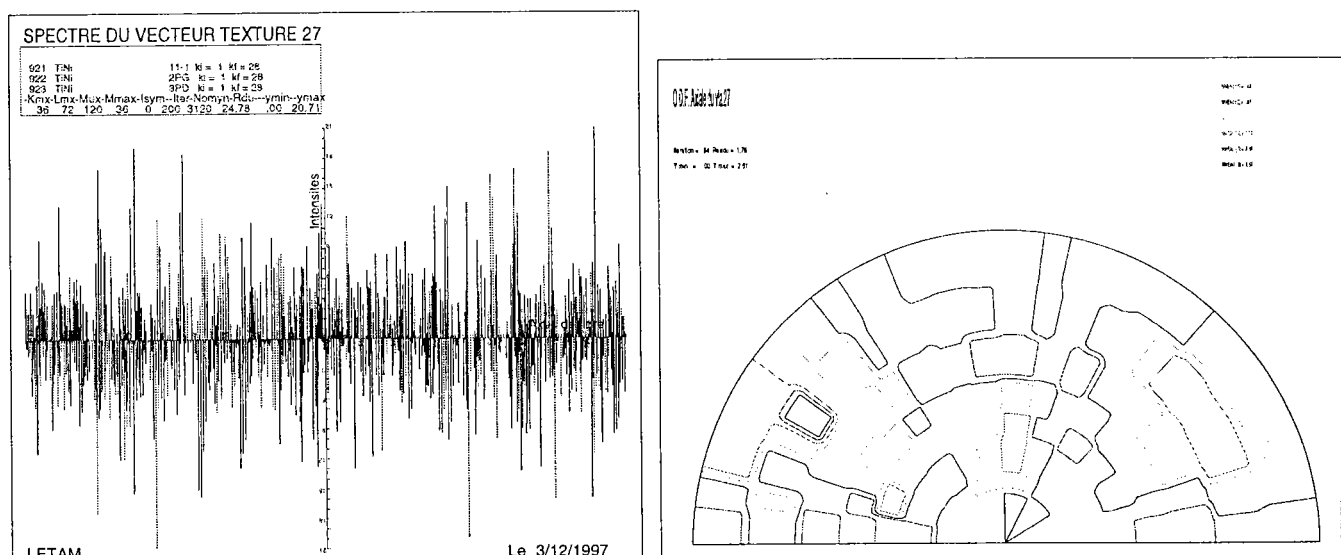


Figure IV-17. VT et FDO axiaux de la martensite après recuit à 570°C du fil déformé à 20%

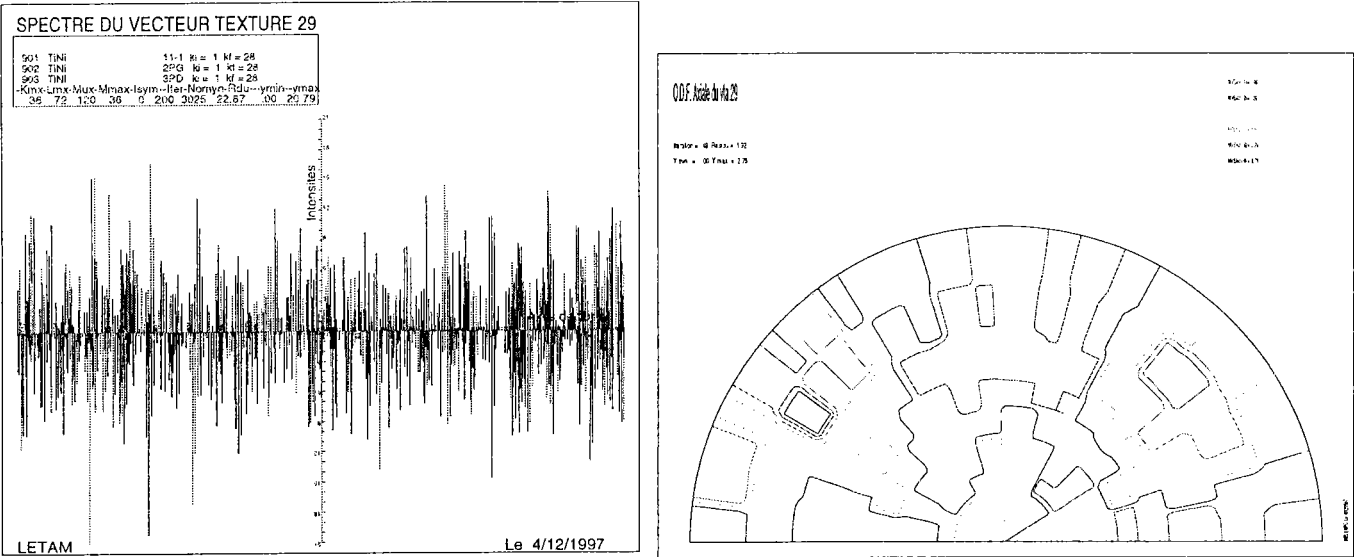


Figure IV-18 . VT et FDO axiaux de la martensite après recuit à 600°C du fil déformé à 20%

Discussion des résultats

Les histogrammes de la figure IV-19 montrent peu de variations de la texture. L’histogramme de la différence (figure IV-20) montre que peu de composantes varient de plus de 0.5. Les orientations les plus fortes sont représentées sur le tableau IV-4. la texture n’évolue pratiquement pas : les indices de texture restent pratiquement constants, 1.10 pour une température de recuit de 570°C, 1.15 pour 600°C.

Tableau IV-4. Groupes d’orientations qui diminuent pour le fil à TD=20%

N° d’orientation	h	k	l	u	v	w
18	-1	-13	24	-1	-15	-8
31	1	-12	16	-1	-5	-4
44	-1	-6	5	1	-158	-163
45	-1	-19	18	-1	-8	-8
47	1	-6	5	-2	-5	-5
65	1	-5	3	-2	-3	-5
86	2	-16	5	-2	-2	-5
108	-1	-25	3	-1	-212	-104
117	3	-2	0	-3	-4	-2

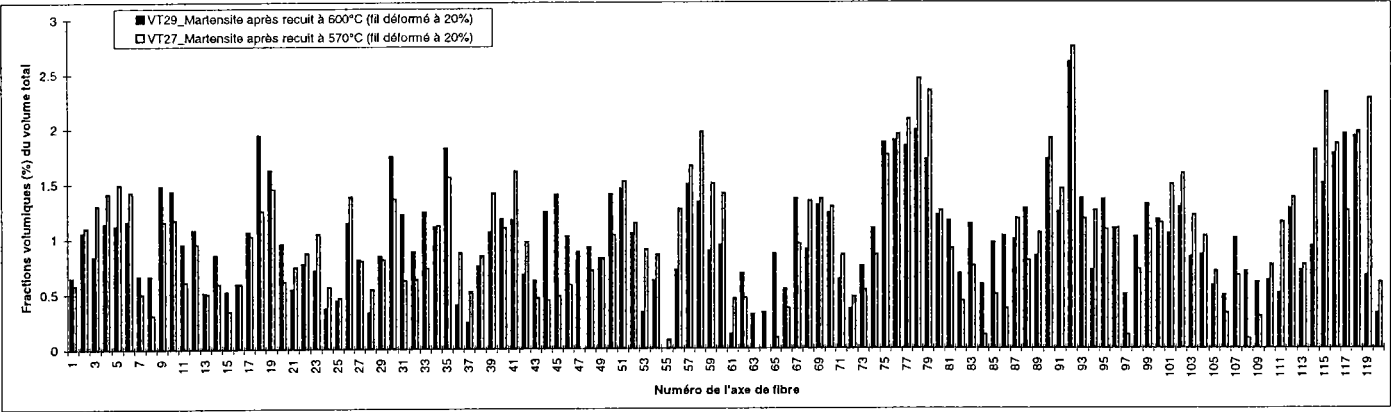


Figure IV-19. Evolution des fractions volumiques axiales de la martensite après recuit à 570 et 600°C du fil déformé à 20% (a)

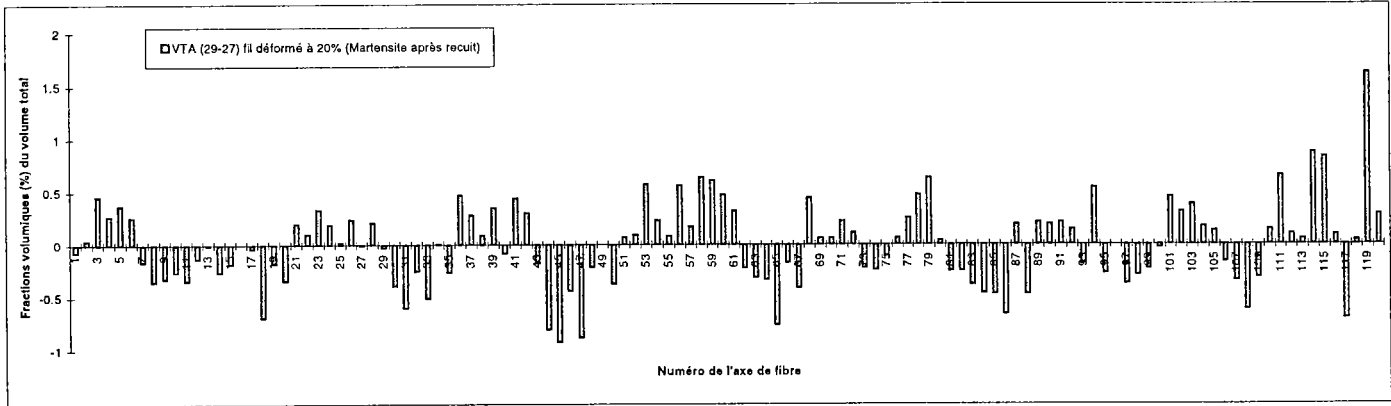


Figure IV-20. Différence des deux VTA (29-27) (b)

b) fil recuit à 570°C et 600°C (déformé à 30%)

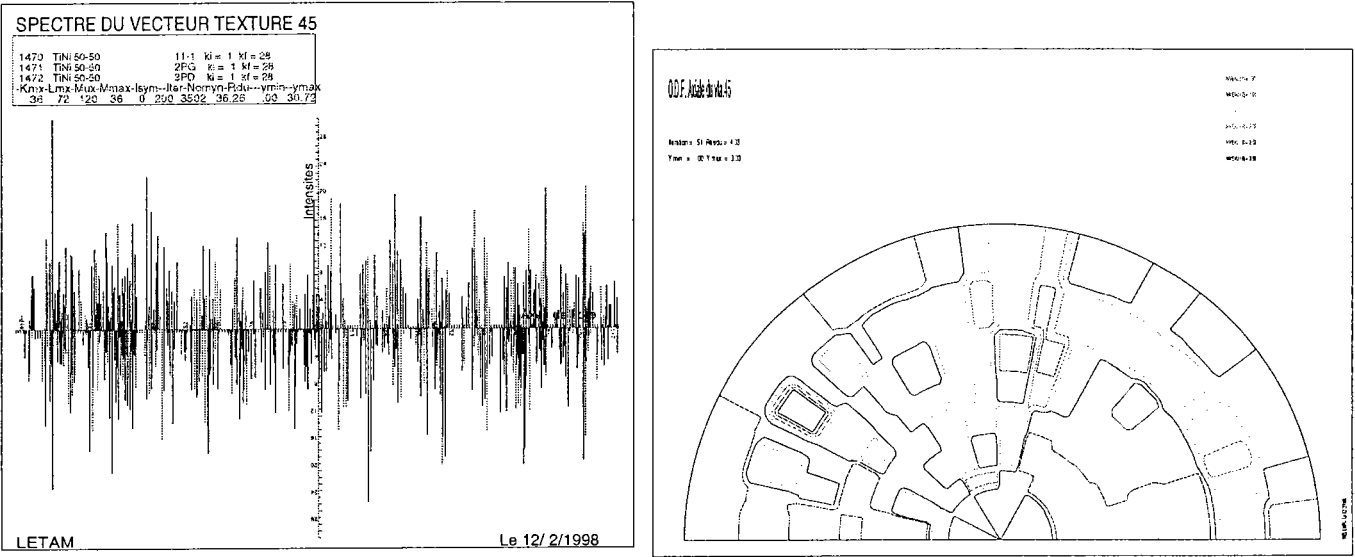


Figure IV-21 . VT et FDO axiaux de la martensite après recuit à 570°C du fil déformé à 30%

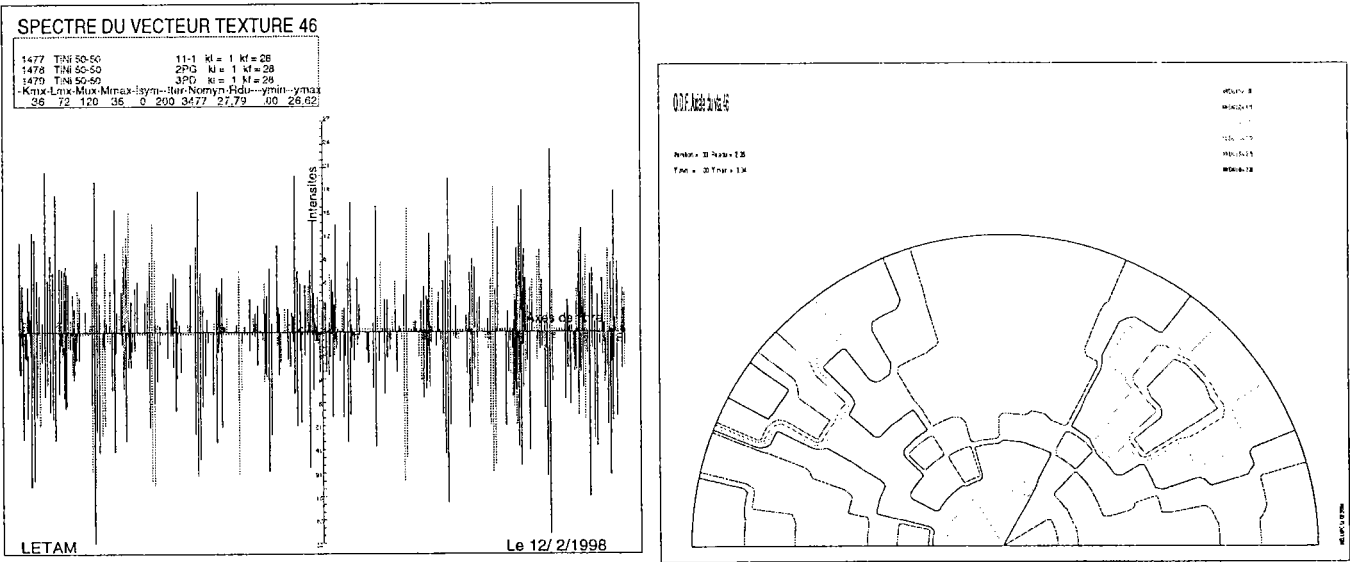


Figure IV-22 . VT et FDO axiaux de la martensite après recuit à 600°C du fil déformé à 30%

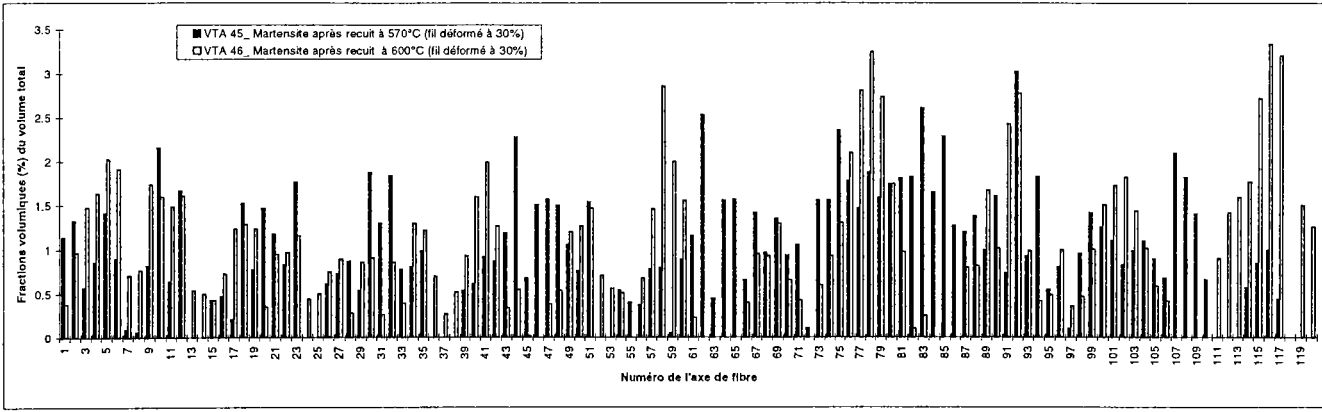


Figure IV-23. Evolution des fractions volumiques axiales de la martensite après recuit à 570 et 600°C du fil déformé à 30% (a)

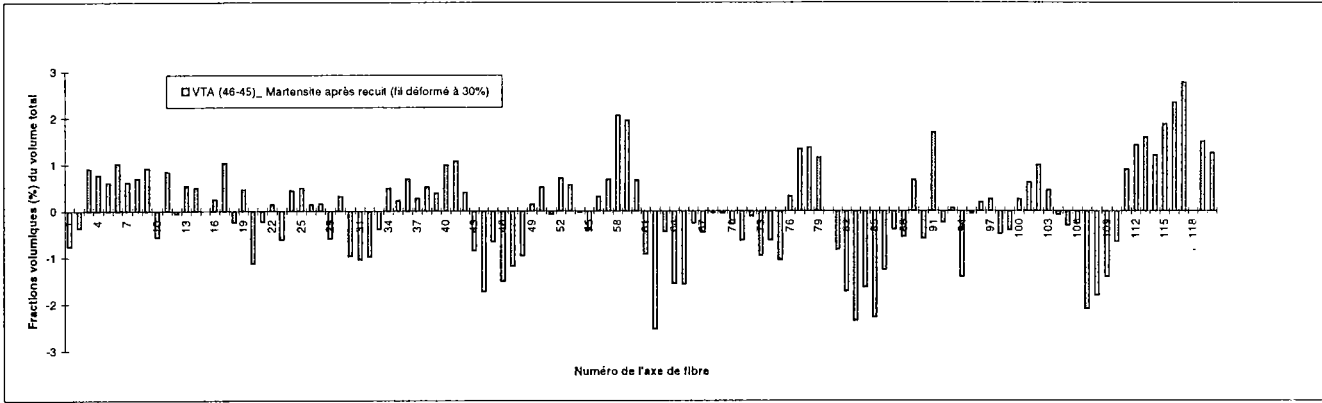


Figure IV-24. Différence des deux VTA (46-45) (b)

Discussion des résultats

L’histogramme (a) de la figure IV-23 et les vecteurs texture (figure IV-25, IV-27) eux-mêmes montrent que la texture est plus pointue à 600°C. Ceci est attribué au phénomène de recristallisation.

On remarque sur l’histogramme (b) de la figure IV-24 que le groupe d’orientations qui diminue pour un TD=30% entre les deux températures de recuit 570 et 600°C, est voisin de celui obtenu à 20%.

Tableau IV-5. Groupes d'orientations qui diminuent fortement pour le fil à TD=30%

N° orientation	h	k	l	u	v	w
20	2	-7	14	-1	-6	-3
30	-1	-12	16	-1	-12	9
31	1	-12	16	-1	-5	-4
32	2	-7	-9	-2	-7	-5
43	-1	-3	-3	1	8	-8
44	-1	-6	5	1	-158	-163
46	-1	-19	18	-1	-8	-8
47	1	-6	5	-2	-5	-5
48	1	-3	3	-1	-2	-2
61	-2	-6	5	1	-4	-5
62	-2	-11	7	1	-12	-19
64	1	-17	10	-2	-7	-5
65	-1	-5	3	-2	-3	-5
82	-3	-13	5	2	-5	11
83	-1	-8	3	1	-11	29
84	-1	-24	8	-1	-6	-10
85	1	-24	8	-3	-4	-11
86	2	-16	5	-2	-2	-5
107	-1	-7	1	3	-5	-33
108	-1	-25	3	-1	-212	-104
109	2	-49	5	-5	-2	-17

c) fil recuit à 570°C et 600°C (déformé à 40%)

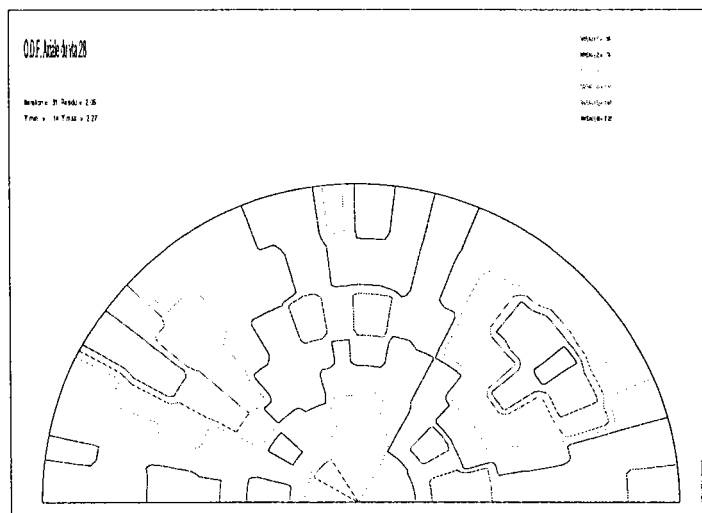
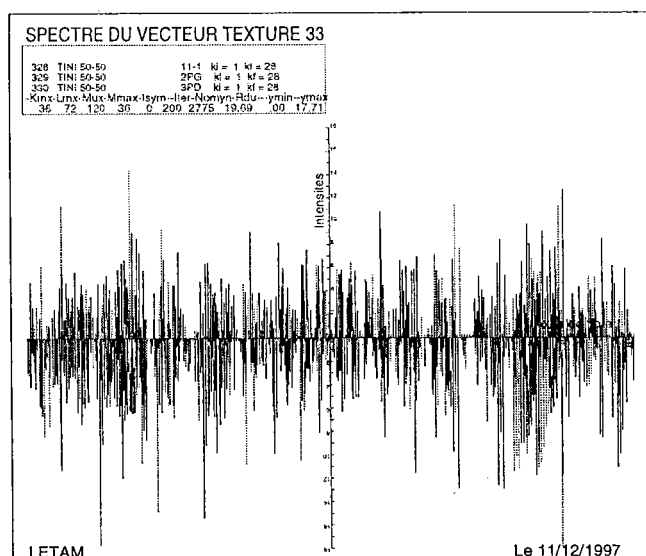


Figure IV-25 . VT et FDO axiaux de la martensite après recuit à 570°C du fil déformé à 40%

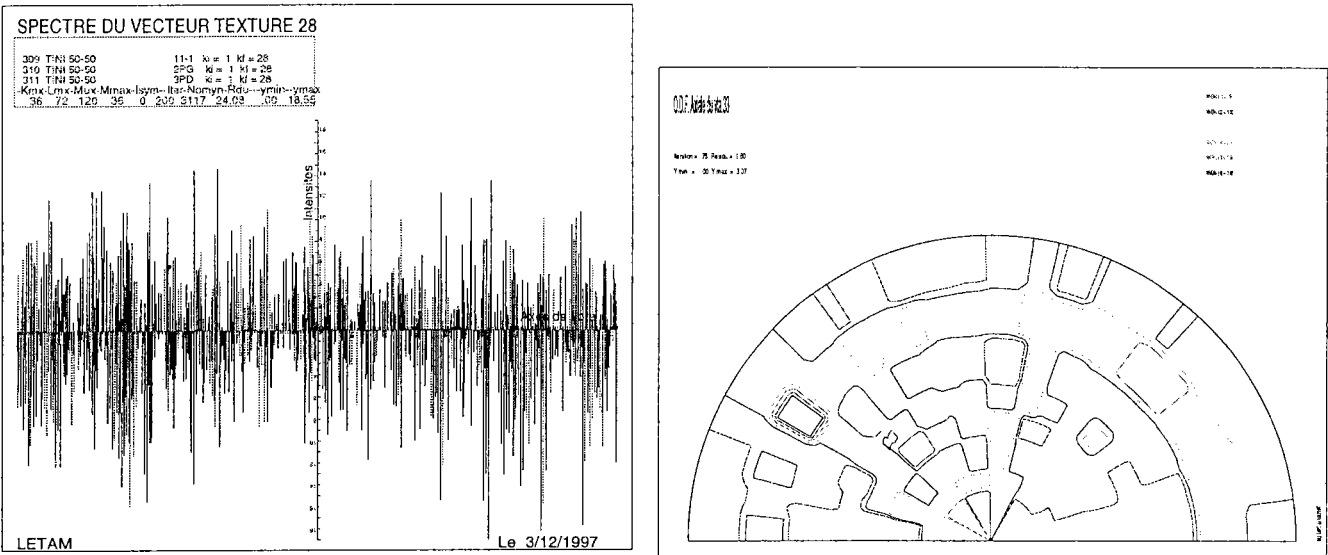


Figure IV-26 . VT et FDO axiaux de la martensite après recuit à 600°C du fil déformé à 40%

Discussion des résultats

On retrouve, pratiquement, le même phénomène que précédemment à un taux de déformation de 40%. Les textures sont voisines de celles obtenues à un taux de 20%. On retrouve les mêmes composantes avec un histogramme (a) de la figure IV-27, approximativement le même pour les deux VTA à 570 et 600°C avec des indices de textures successifs de 1.09 et 1.17. Les orientations qui diminuent fortement entre ces deux températures sont représentées sur le tableau IV-6.

Tableau IV-6. Groupes d'orientations qui diminuent fortement pour le fil à TD=40%

N° d'orientation	h	k	l	u	v	w
12	3	-1	11	-1	-24	-2
23	5	-3	13	-3	-27	-5
30	-1	-12	16	-1	-12	-9
43	-1	-3	3	1	8	-8
48	1	-3	3	-1	-2	-2
62	-2	-11	7	1	-12	-19
73	-13	-1	9	1	-19	-1
74	-7	-2	5	1	-6	-1
81	-3	-9	4	3	-5	-9
82	-3	-13	5	2	-5	-11
83	-1	-8	3	1	-11	-29
89	3	-6	2	-5	-4	-6
92	5	-5	2	-5	-7	-4

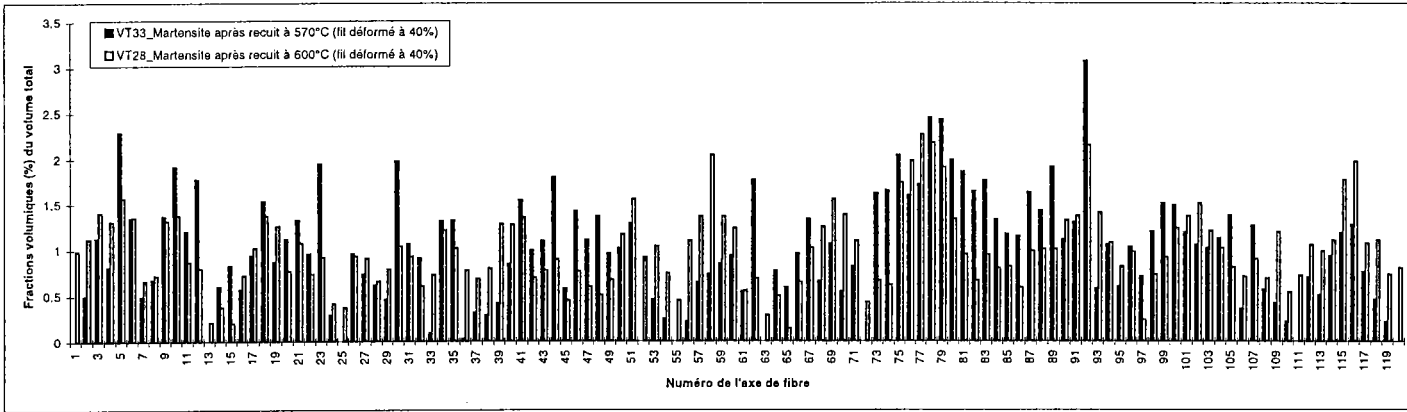


Figure IV-27. Evolution des fractions volumiques axiales de la martensite après recuit à 570 et 600°C du fil déformé à 40% (a)

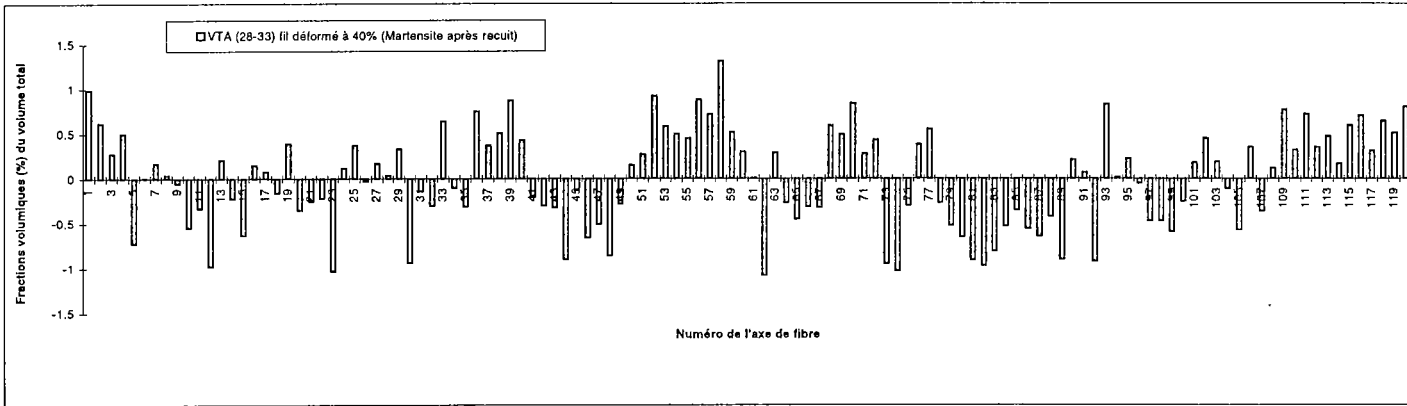


Figure IV-28. Différence des deux VTA (28-33) (b)

Indice de texture (Ti)

L'indice de texture des analyses ordinaires des échantillons en phase martensitique semble relié au taux de déformation du fil. On remarque, plus le TD est important, plus Ti est élevé en surface du fil recuit à 570 et 600°C (figure IV-29).

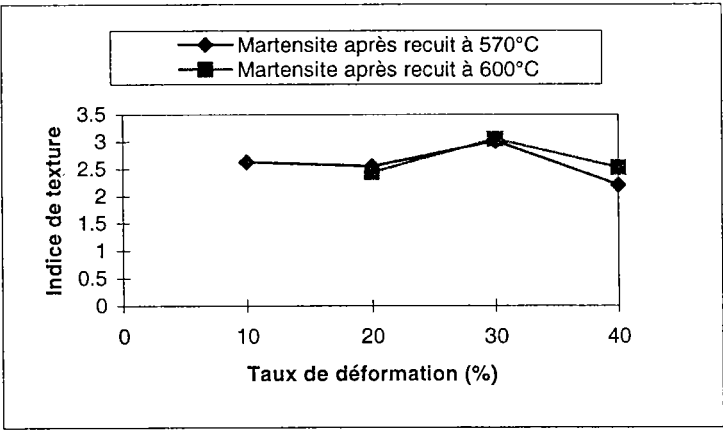


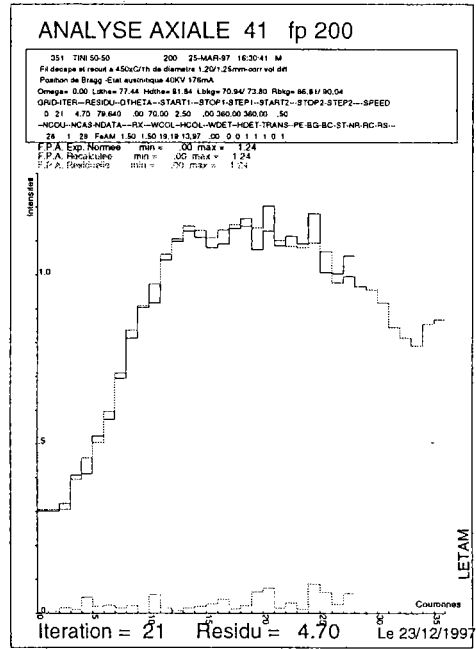
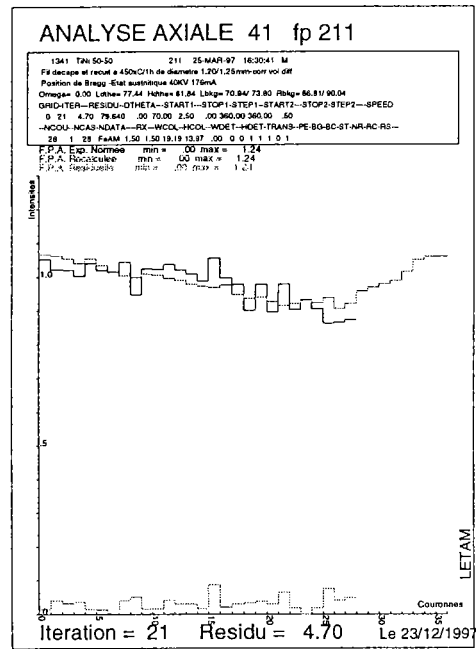
Figure IV-29. Evolution de Ti en fonction du taux de déformation et des températures de recuit

IV-7. Texture de la phase austénitique

Pour l'analyse quantitative de la texture de la phase austénitique, nous avons utilisé des figures de pôles simples (200) et (211) des fils déformés à 30 et 40% qui sont recuits à 450 et 510°C. Nous présentons les résultats de cette phase sous forme de tracés.

a) fil déformé à 30%

Fil recuit à 450°C



Fil recuit à 510°C

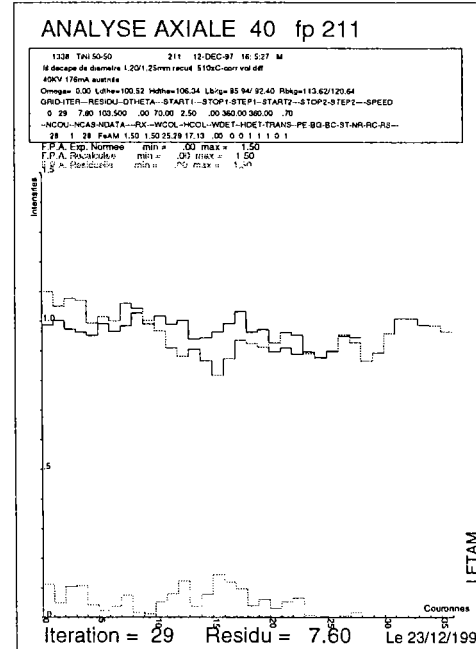
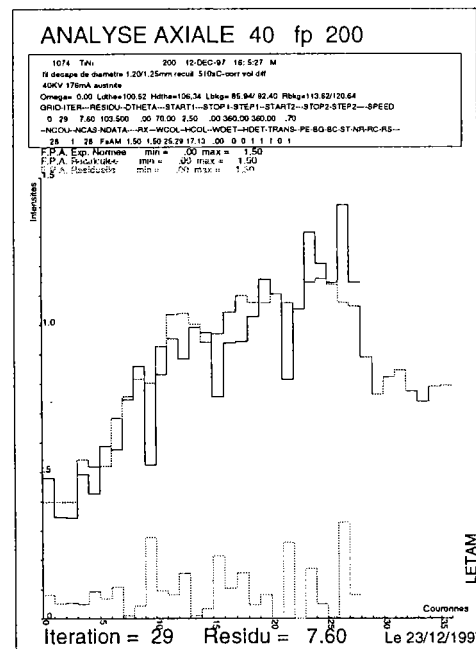


Planche IV-12. Analyse axiale des FP (200) et (211) du fil déformé à 30%

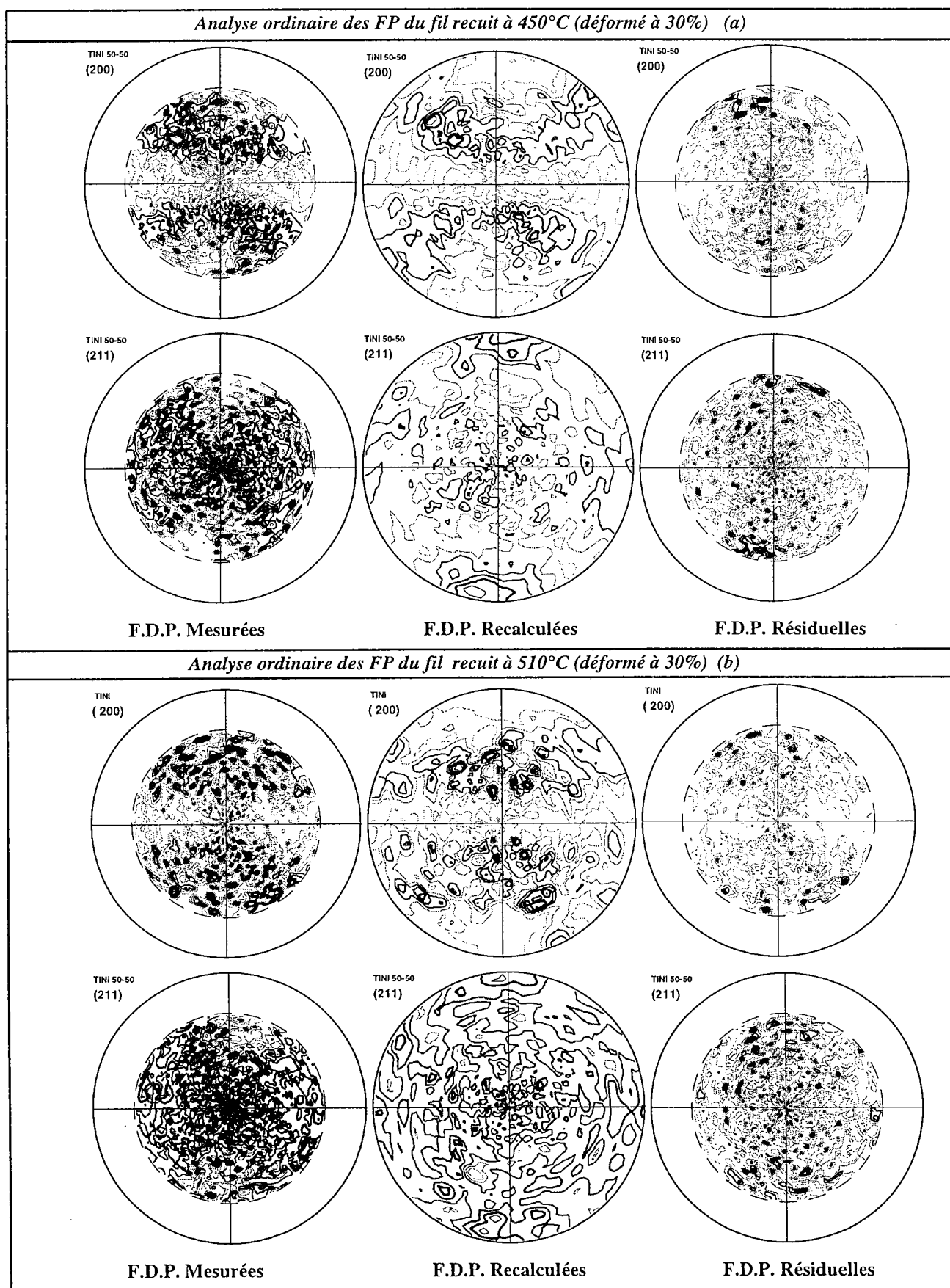
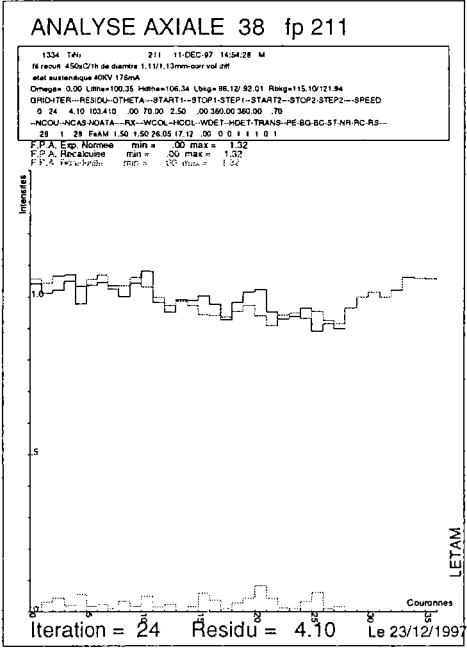
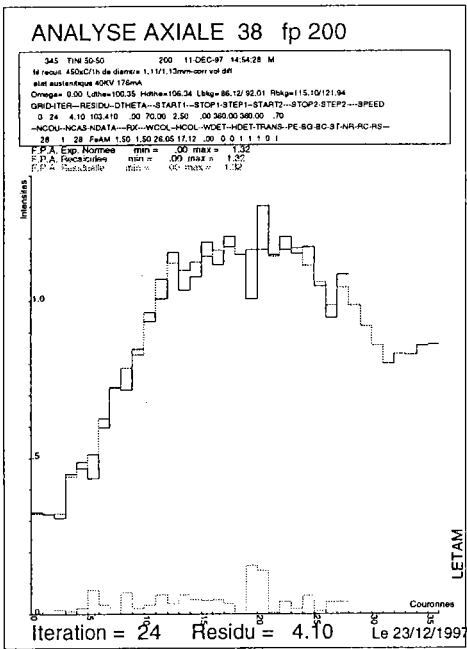


Planche IV-13. Analyse ordinaire des FP (200) et (211) du fil déformé à 30%

b) fil déformé à 40%

Fil recuit à 450°C



Fil recuit à 510°C

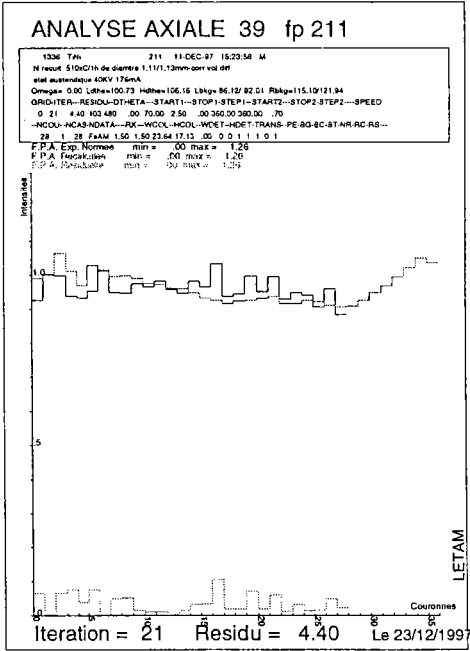
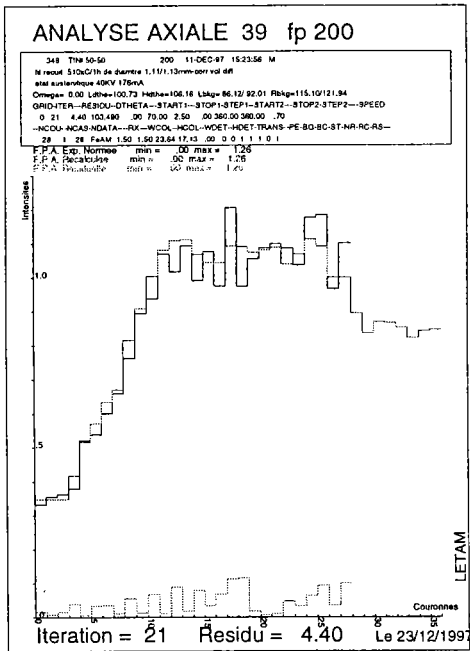


Planche IV-14. Analyse axiale des FP (200) et (211) du fil déformé à 40%

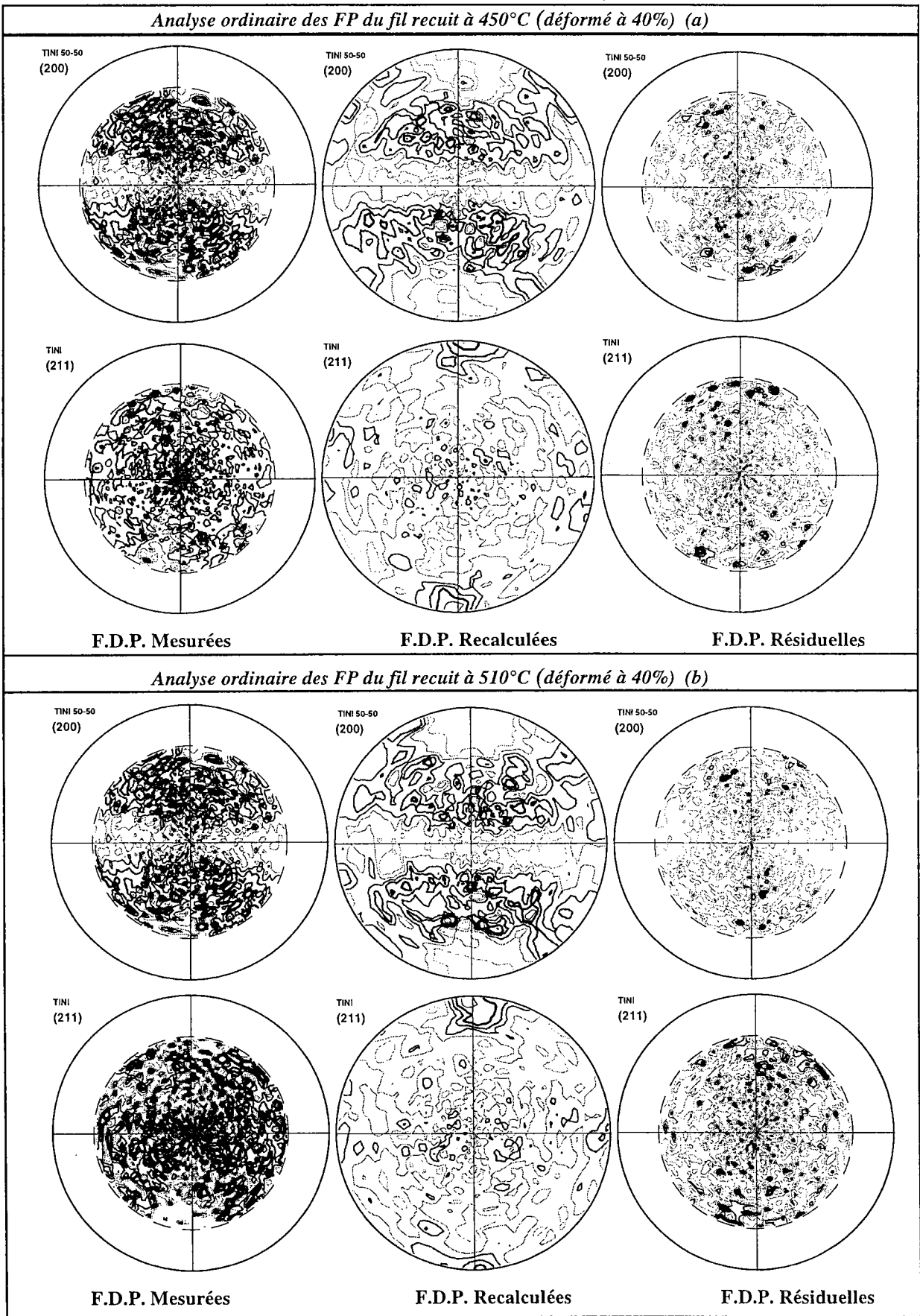


Planche IV-15. Analyse ordinaire des FP (200) et (211) du fil déformé à 40%

a) Commentaire des analyses axiales

Les figures de pôles sont tracées à la même échelle en intensité (échelle déduite de la plus grande des deux intensités). On remarque que tous les FPA sont correctement reproduites pour les deux taux de déformation 30 et 40%.

Les FPA expérimentales se superposent bien aux FPA recalculées, les FPA résiduelles sont très faibles (planches IV-12, IV-14).

b) Commentaire des analyses ordinaires

On remarque qu'il y a une bonne concordance entre les FP expérimentales (200) et les FP recalculées pour les deux taux de déformation (planches IV-13, IV-15) :

- les taches sont correctement placées
- les lignes de niveau ont même allure
- les FP résiduelles sont faibles.

Par contre cette concordance est moins bonne entre les FP (211).

Discussion des résultats

Les textures de fibre des matériaux C.C. sont comparable quelles que soient la nature, la composition et la pureté du matériau : la texture finale est toujours du type $\langle 110 \rangle$; cette direction est d'ailleurs le point vers lequel convergent les axes des monocristaux déformés en traction.

Dans notre travail, d'après les fonctions de distribution des orientations axiales et les histogrammes des VTA des figures (IV-34 et IV-35), on remarque que :

- la texture est relativement isotrope : il n'y a pas de composante particulièrement forte ou particulièrement faible
- les variations de texture entre les deux recuits (450°C et 510°C) sont faibles pour un taux de 40% (figure IV-36), un peu plus fortes au taux de déformation de 30% (figure IV-34).

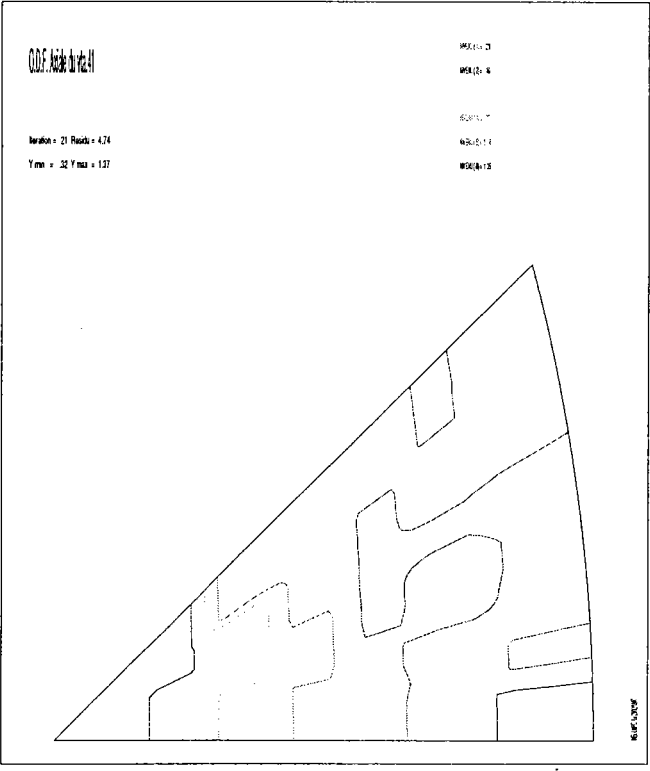
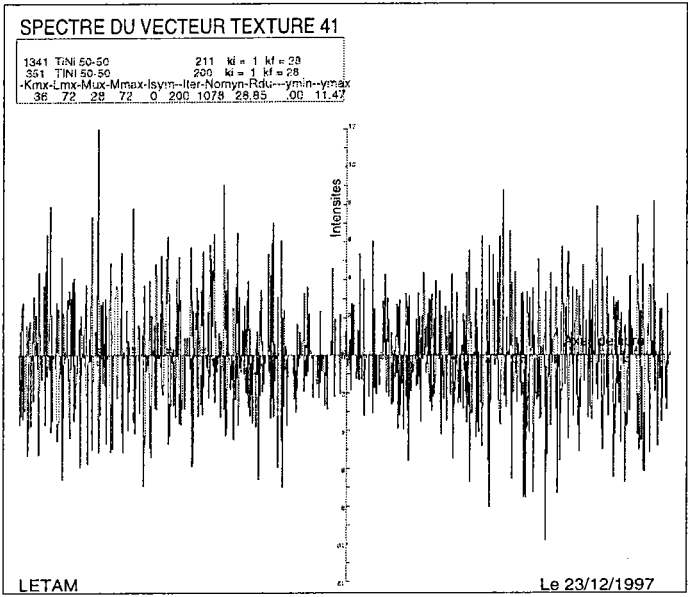


Figure IV-30. VT et ODF axiaux du fil déformé à 30% et recuit à 450°C

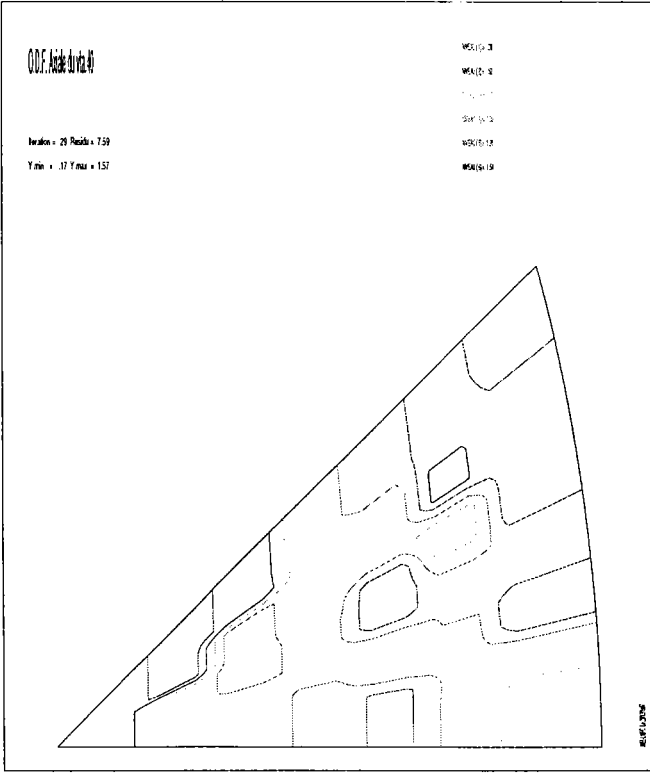
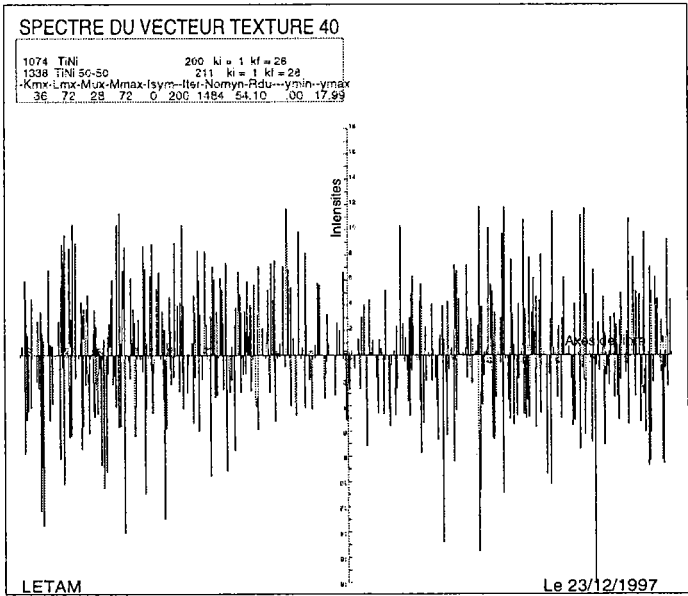


Figure IV-31. VT et ODF axiaux du fil déformé à 30% et recuit à 510°C

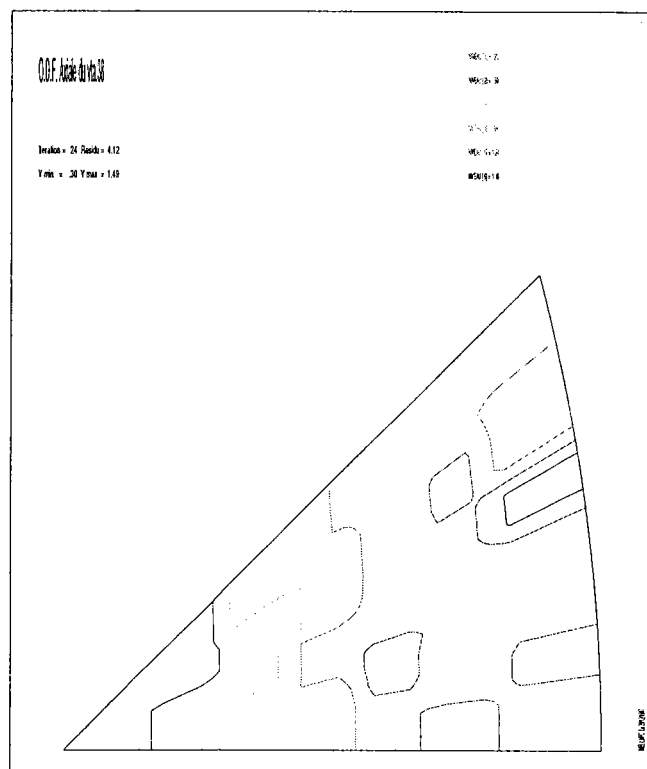
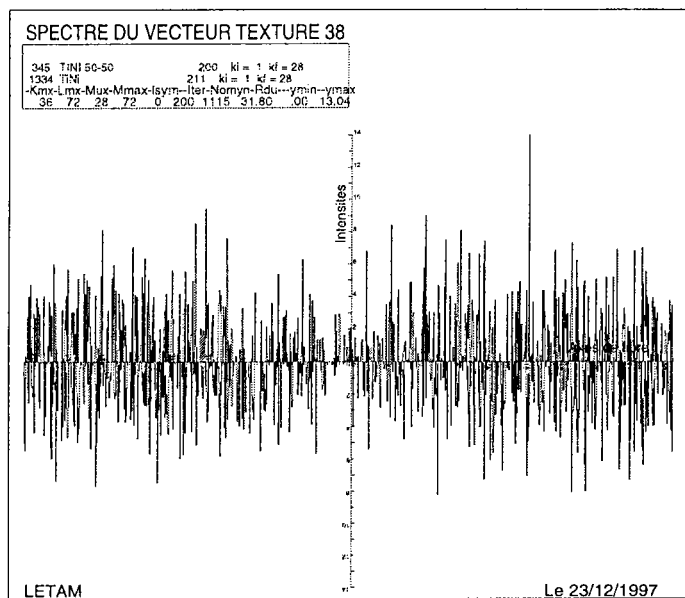


Figure IV-32. VT et ODF axiaux du fil déformé à 40% et recuit à 450°C

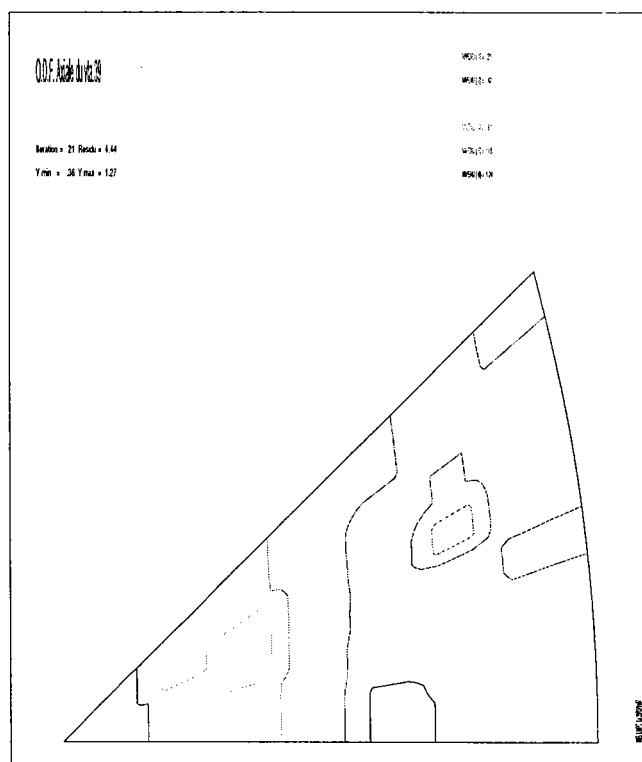
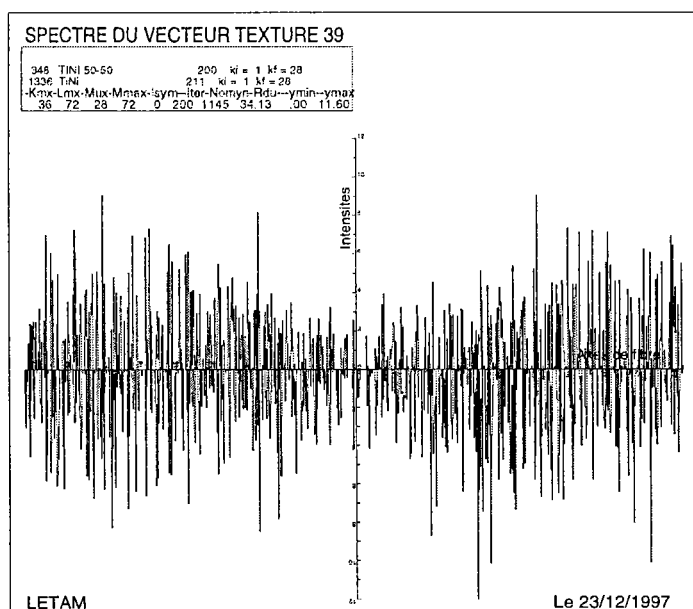


Figure IV-33. VT et ODF axiaux du fil déformé à 40% et recuit à 510°

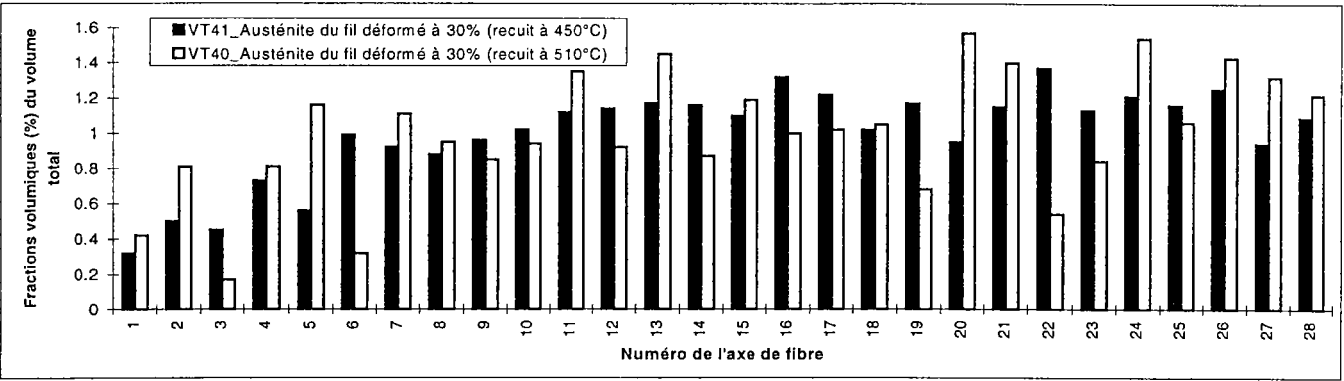


Figure IV-34. Evolution des fractions volumiques axiales de l'austénite du fil déformé à 30% (a)



Figure IV-35. Différence des deux VTA (40-41) (b)

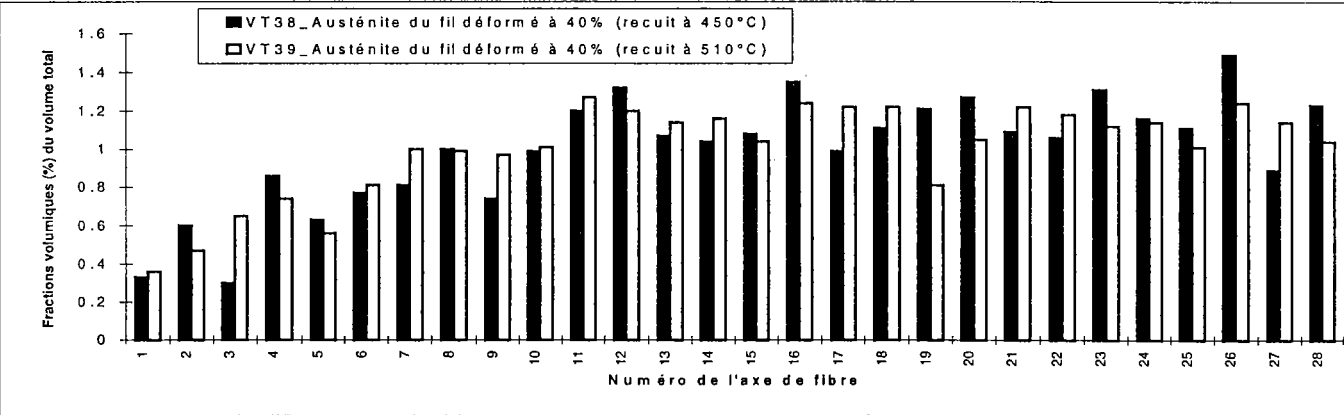


Figure IV-36. Evolution des fractions volumiques axiales de l'austénite du fil déformé à 40% (a)

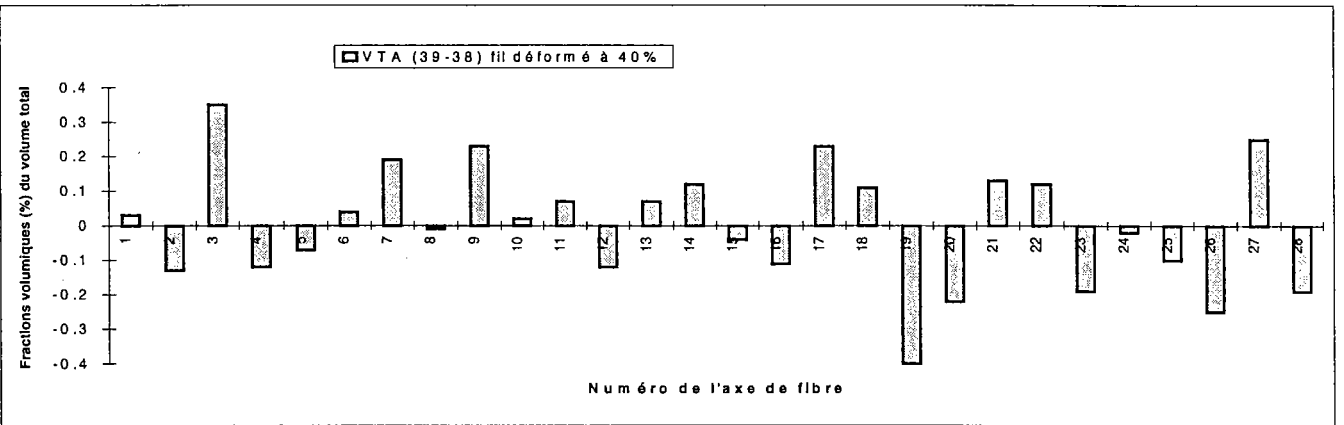


Figure IV-37. Différence des deux VTA (39-38) (b)

Conclusion

L'analyse quantitative de la texture par la méthode vectorielle de la martensite monoclinique et de l'austénite cubiques centrés (C.C), nous a permis de déterminer la fraction volumique des différentes composantes de texture et donc d'étudier l'évolution de la texture en fonction du taux de déformation et des températures de recuit.

Pour la phase martensitique :

- les histogrammes qui représentent l'évolution de ces fractions volumiques en fonction du numéro de la case, montrent bien que le groupe d'orientation qui diminue fortement entre les deux températures de recuit 570 et 600°C est le même quel que soit le taux de déformation.

- les histogrammes et les vecteurs texture montrent bien que la texture est plus pointue à 600°C. Ceci est attribué au phénomène de recristallisation.

Pour la phase austénitique

- les histogrammes montrent que la texture est relativement isotrope
- les variations de texture entre les deux recuits (450 et 510°C) sont faibles.

Dans le but de comparer les variations de textures et les propriétés mécaniques du fil, nous avons utilisé un indice de texture (valeur efficace des composantes de texture). Cet indice obtenu à partir des F.D.P représente l'acuité de la texture locale du fil. Ce nombre traduit bien la forme visuelle des F.D.P. obtenues sans pour autant caractériser les différentes textures observées.

CHAPITRE V

ETUDE DE LA TEXTURE DE FILS DE L'ALLIAGE TINI 50-50 PAR DIFFRACTION DES NEUTRONS

V. ETUDE PAR DIFFRACTION DES NEUTRONS DE LA TEXTURE DE L'ALLIAGE TiNi 50-50. COMPARAISON AVEC LES RESULTATS DES ANALYSES PAR DIFFRACTION X

Les études de texture par la diffraction neutronique [BUN 72] ; [KAJ 68] ; [STO 73] ; [SZP 76], soulignent que cette méthode, similaire à la technique de diffraction X, présente de grands avantages dus aux faibles coefficients d'absorption des matériaux pour les neutrons, par rapport aux rayons X. L'avantage principal pour l'analyse quantitative est l'obtention des FP complètes, sans correction de volume diffractant.

V-1. Caractéristiques des faisceaux de neutrons

Les neutrons sont des particules électriquement neutres, de masse au repos $m_n = 1.675 \cdot 10^{-27}$ kg. Les sources des neutrons sont les réacteurs nucléaires qui permettent de disposer des faisceaux de neutrons dont l'énergie E est comprise entre 1 et 500 meV ($1 \text{ meV} = 1.602 \cdot 10^{-22} \text{ J}$). Les longueurs d'onde correspondantes $\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_n E}}$ varient de 10 à 0.4 Å.

Pour les études de diffraction par des cristaux, il est nécessaire de disposer de neutrons ayant des longueurs d'onde de l'ordre de 1 Å. Ces neutrons dits thermiques peuvent être fournis par des réacteurs nucléaires munis de modérateurs (eau lourde ou eau légère). La distribution des longueurs d'onde fournies par un tel réacteur est montrée sur la figure V-1.

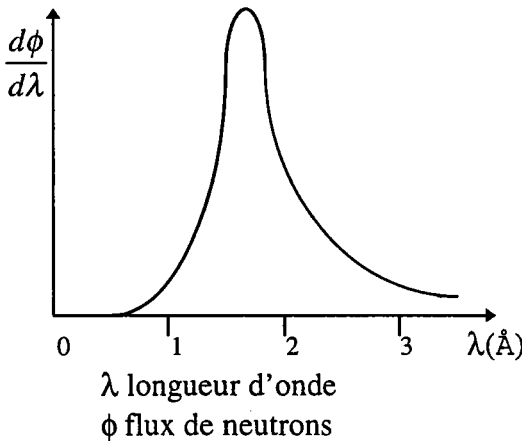


Figure V-1. Spectre des neutrons thermiques fournis par un réacteur nucléaire.

V-2. Comparaison avec les rayons X

La diffraction des neutrons est qualitativement équivalente à la diffraction des rayons X et fournit les mêmes renseignements. Cependant quelques différences ont pour conséquence que, dans certains problèmes, il peut être intéressant, voir indispensable, d'utiliser la diffraction des neutrons.

a) pour la plupart des éléments, l'absorption des neutrons est très faible par rapport à l'absorption des rayons X. Il y a une différence d'un facteur 10^3 à 10^4 entre les coefficients massiques d'absorption (tableau V-1). On peut donc travailler sur des échantillons de grands volumes en transmission (figure V-2)

b) on peut obtenir avec les neutrons un contraste entre atomes différents de celui des rayons X. Cela peut être très intéressant si l'étude est faite sur des structures formées d'éléments de numéros atomiques voisins.

c) les flux de neutrons fournis par les réacteurs nucléaires sont très faibles comparés aux flux de photons fournis par les tubes à rayons X (rapport des flux $\approx 10^4$). Les temps d'enregistrement des spectres sont donc très longs (une dizaine d'heures).

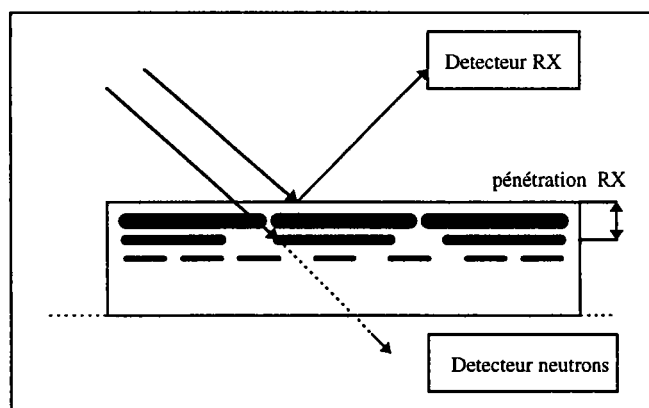


Figure V-2. Pouvoir de pénétration des diffractions X et des neutrons

Tableau V-1. Profondeur de pénétration en cm des neutrons ($\lambda = 1.20 \text{ \AA}$) et des rayons X ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$) dans différents matériaux

Matériaux	Neutrons	Rayon X
Al	14.3	8×10^{-3}
Fe	1.33	0.4×10^{-3}
Ni	1.25	2×10^{-3}
Cu	0.96	2×10^{-3}
Ag	0.48	0.4×10^{-3}

V-3. Applications

La possibilité d'obtenir des faisceaux de neutrons monochromatiques fait que les applications de la diffraction des neutrons sont, dans leur principe, de même nature que celles de la diffraction des rayons X monochromatiques :

- détermination des paramètres cristallins,
- identification des phases cristallines,
- détermination de structures cristallines.

De nombreux exemples d'application ont été publiés ces dernières années. Citons en particulier

- a) la détermination des paramètres cristallins sur des cristaux massifs ;
- b) l'étude des textures au moyen des figures de pôles complètes dans des matériaux difficiles à amincir (titane, minerai de fer) ;
- c) l'étude de la transformation martensitique sur des échantillons massifs.

A travers ces exemples, la diffraction des neutrons apparaît bien comme complémentaire de la diffraction des rayons X en ce qu'elle permet d'étudier des échantillons assez gros, ce qui est très utile lorsque l'échantillon a une structure hétérogène, et que l'on est intéressé par une description moyenne (relation avec des propriétés mécaniques ou physiques, lorsque le matériau ne peut pas être suffisamment aminci ou lorsqu'il est formé de gros grains ($>50 \mu\text{m}$)).

Cette technique présente comme inconvénient majeur la nécessité d'aller faire les expérimentations auprès des réacteurs nucléaires (en nombre très limité) munis de montages adaptés. Ce nombre de postes d'expérimentation limité et le temps très long nécessaire pour faire les mesures font que la diffraction des neutrons ne doit être utilisée que lorsque les techniques disponibles dans le laboratoire de métallographie (diffraction des rayons X ou des électrons) sont insuffisantes.

V-4. Mode de mesure et préparation des échantillons

V-4-1. Ensemble d'acquisition des données

Les mesures de diffraction neutronique ont été effectuées au laboratoire Léon Brillouin avec le réacteur ORPHEE du CEA de Saclay, de puissance nominales 14 MWth.

L'ensemble d'acquisition des données entièrement automatisé, piloté par un ordinateur, comprend, pour la mesure des intensités recueillies les éléments suivants:

- un goniomètre de textures utilisant un berceau d'Euler Philips, à cinq mouvements angulaires pas à pas, indépendants, contrôlés automatiquement par des codeurs
- deux équipements électroniques standards (générateurs haute tension, discriminateurs et compteurs d'impulsions) reliés à un moniteur placé dans le faisceau incident et à un détecteur à BF_3 gazeux de 50 mm de diamètre dans le faisceau diffracté.

V-4-2. Caractéristiques des échantillons

Nous avons choisi d'utiliser des échantillons de forme cubique de 10 mm de côté composés d'un ensemble de fils parfaitement jointifs (figure V-3). Ces échantillons ont été extraits de bobines de fil de diamètres 1.41, 1.34, 1.25 et 1.13 mm. Les fils ont un taux de déformation respectif de 10, 20, 30 et 40%.

Les fils sont soigneusement mis côte à côte, de façon à ce que leur direction transverse reste inchangée, donc toujours la même. Ainsi il n'y a pas rotation des fils autour de leur l'axe . L'assemblage est obtenu par collage, à l'aide d'une colle organique dont le volume est très faible devant celui du fil. Cette colle contient de l'hydrogène qui aura peut être un effet sur le bruit de fond.

L'échantillon est positionné sur le goniomètre à l'aide d'un support en aluminium dont la diffraction éventuelle est évitée grâce à un écran de cadmium.

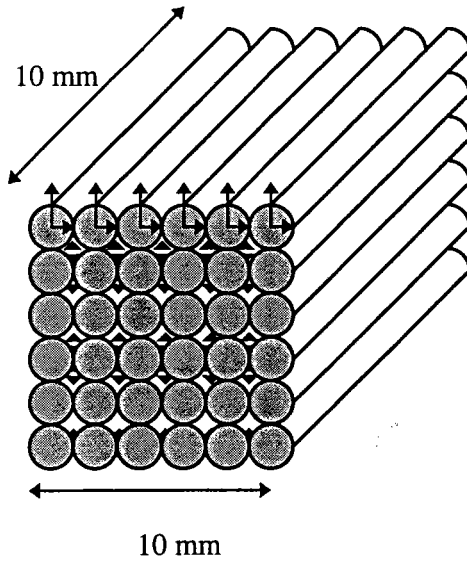


Figure V-3. Schéma de l'échantillon cubique .Les repères macroscopiques liés à chaque brin coïncident

V-4-3. Enregistrement automatique des figures de pôles

Les mesures par diffraction des neutrons ont été effectuées sur des fils de diamètres 1.38/1.41 mm, 1.11/1.41 mm , 1.30/1.34 mm, 1.20/1.25 mm et 1/1.13 mm. Pour chaque échantillon, nous avons effectué l'enregistrement des figures de pôles suivantes :

- trois FP simples (10-1), (11-1), (020)
- quatre FP multiples (002)+(101), (012)+(111) et (022)+(121)+(003)

pour les fils de diamètres 1.38 et 1.11 mm ,

- cinq FP simples (011), (100), (11-1), (020) et (12-1),

pour les fils de diamètres 1.30 et 1.20 mm

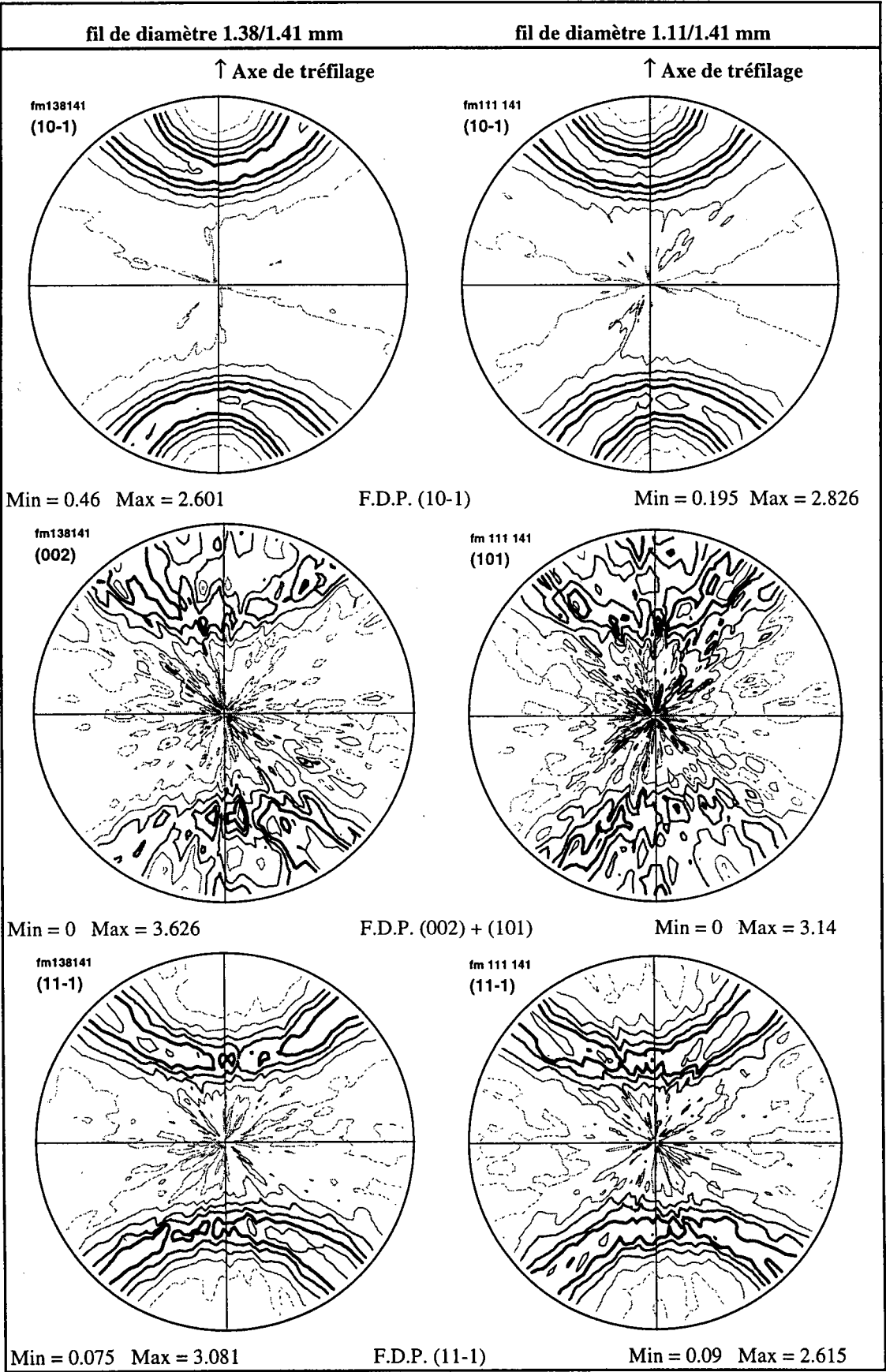
- cinq FP simples (100), (11-1), (12-1), (011) et (020)
- trois FP multiples (101)+(002), (101)+(012), (121)+ (022)+ (003).

pour le fil de diamètre 1mm

Les intensités recueillies sont corrigées de bruit de fond et normalisées par intégration numérique.

Les figures de pôles sont présentées sous forme de planches correspondant à un ou plusieurs plans de la martensite.

a) figures de pôles du fil déformé à 10%



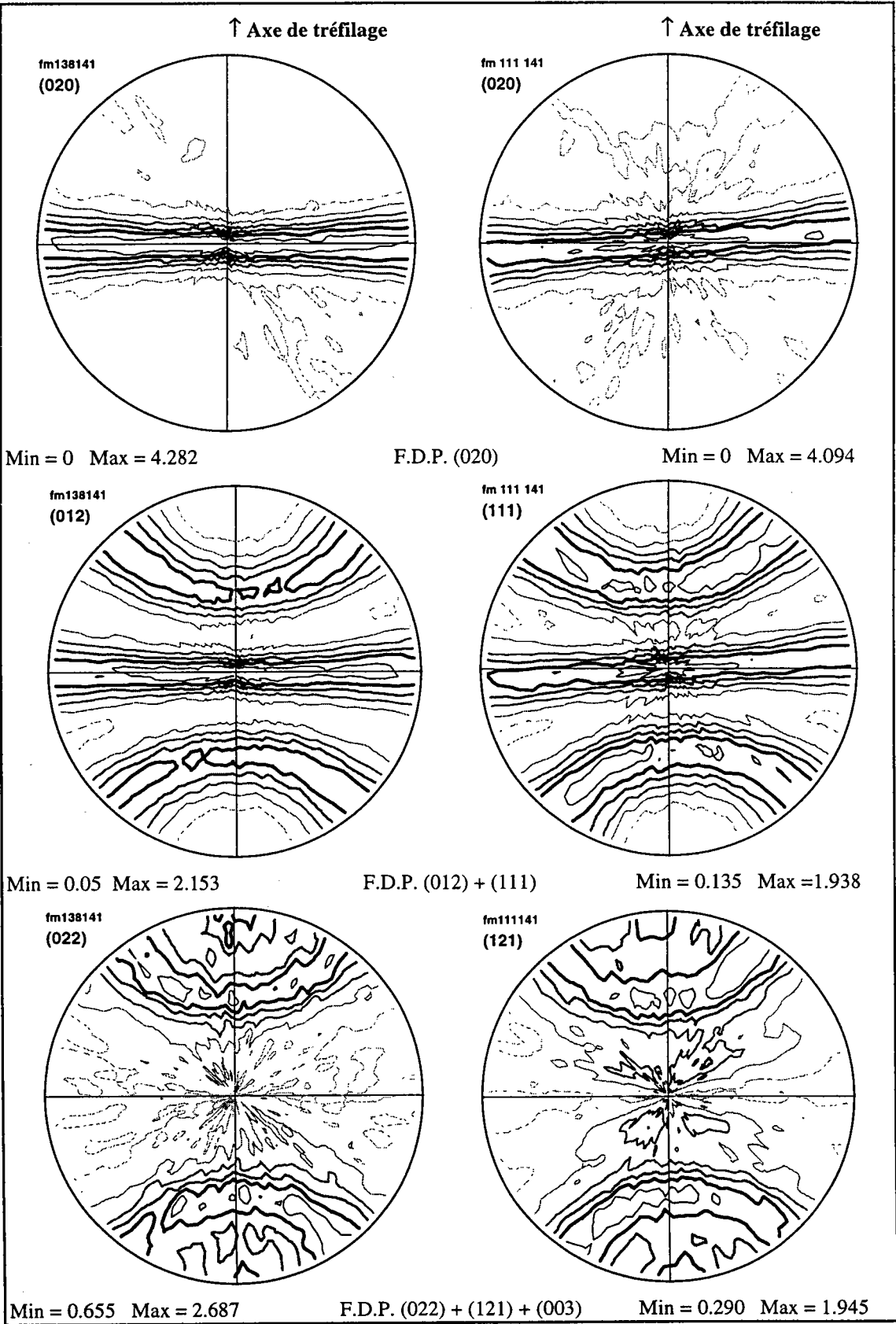
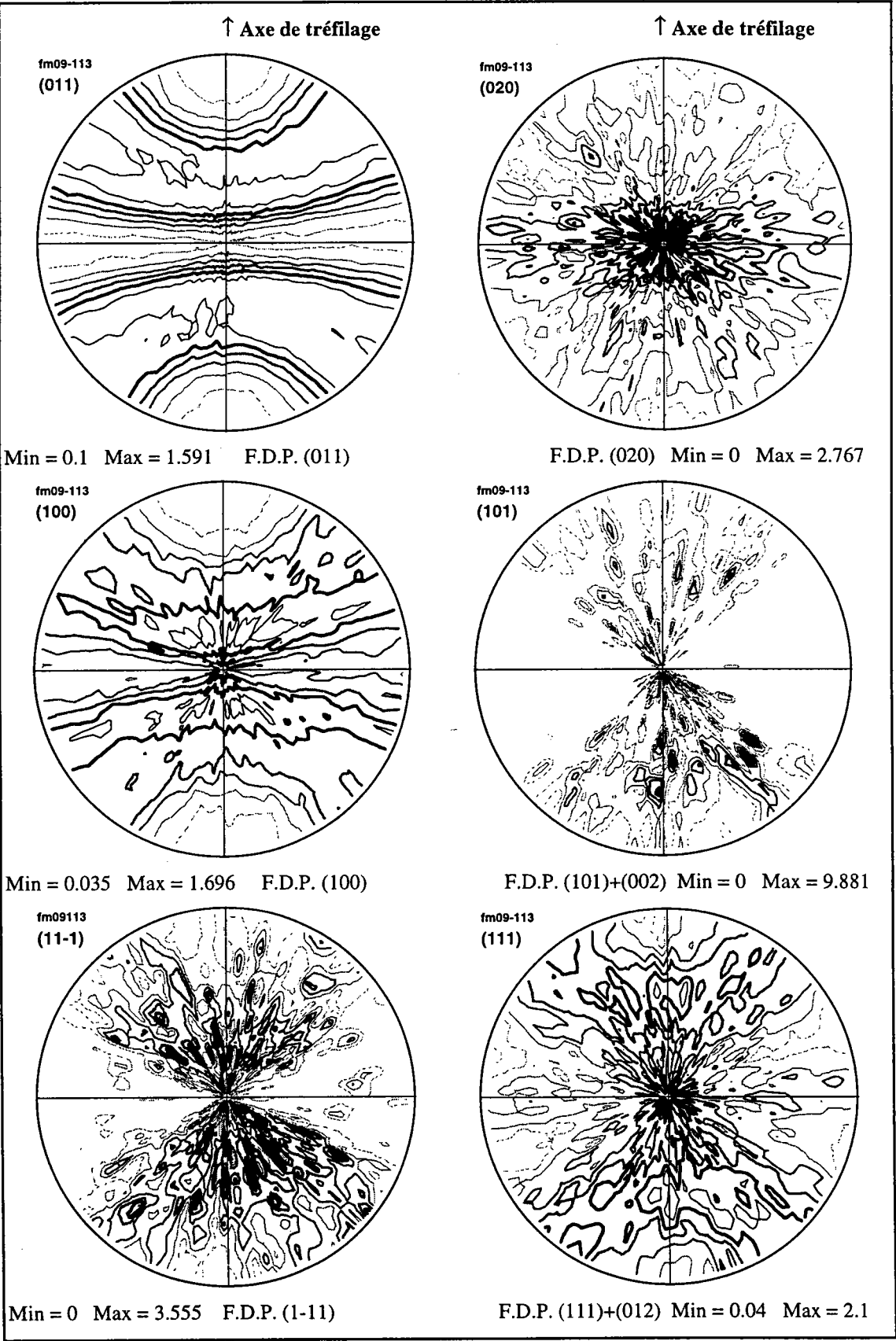


Planche V-1. Figures de pôles par diffraction des neutrons du fil déformé à 10% à l'état brut
(diamètre du fil 1.38/1.41 mm et 1.11/1.41 mm)

b) figures de pôles du fil déformé à 40%



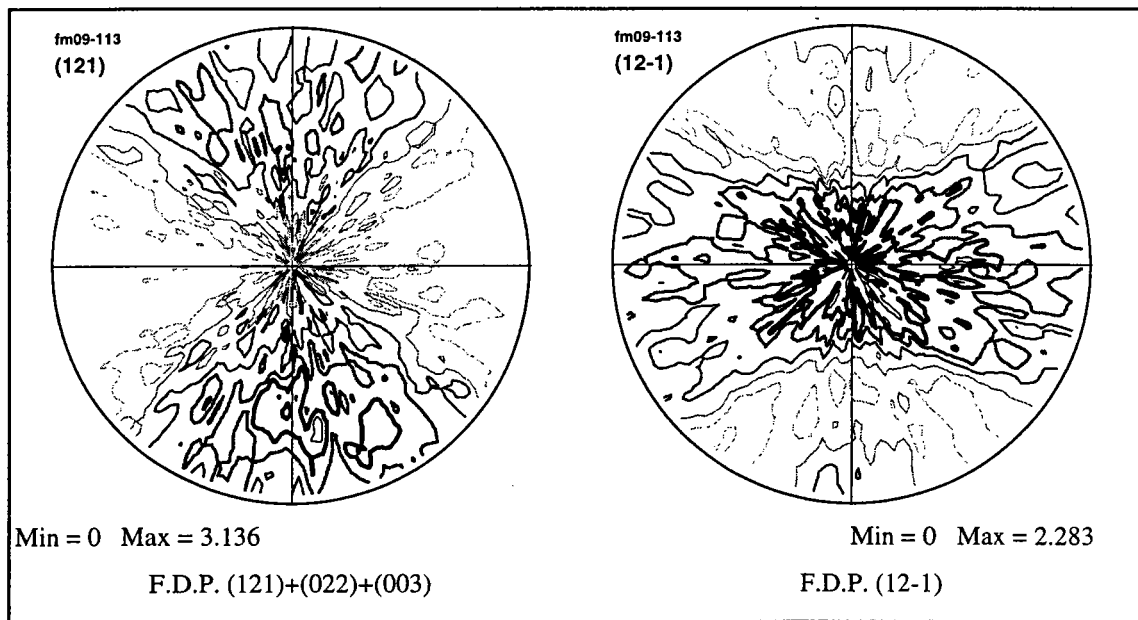


Planche V-2. Figures de pôles mesurées par diffraction des neutrons du fil déformé à 40% à l'état brut (diamètre du fil 0.9/1.13 mm)

V-5. Examen des F.D.P.

La planche V-1 montre les figures de pôles du fil déformé à 10 % pour les deux diamètres 1.38/1.41 mm et 1.11/1.41 mm.

La planche V-2 montre les figures de pôles du fil déformé à 40 % pour un seul diamètre 0.9/1.13 mm.

Les F.D.P avec les deux taux intermédiaires sont montrées en annexe.

Les F.D.P montrent pour la majorité des textures de fibre très marquées autour de DT.

Les F.D.P simples correspondant à une seule raie spectrale montrent toujours une texture de fibre $(-3\ 0\ 1)$ très marquée. Lorsque le taux de déformation augmente, les F.D.P multiples ne montrent plus cette texture, les F.D.P deviennent assez chaotiques. L'allure de fibre subsiste mais la dispersion autour de la fibre devient grande.

V-6. Analyses axiales

Elle a été effectuée avec les échantillons ayant subi les quatre taux de déformation avec quatre ou cinq F.D.P complètes.

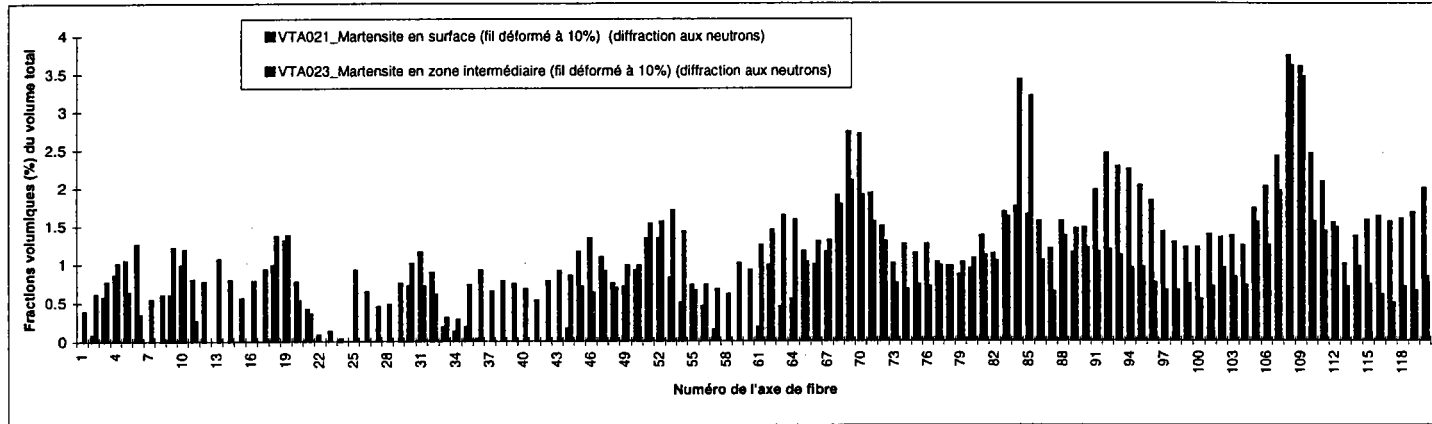


Figure V-4 . Evolution des fractions volumiques axiales de la martensite du fil déformé à 10 %

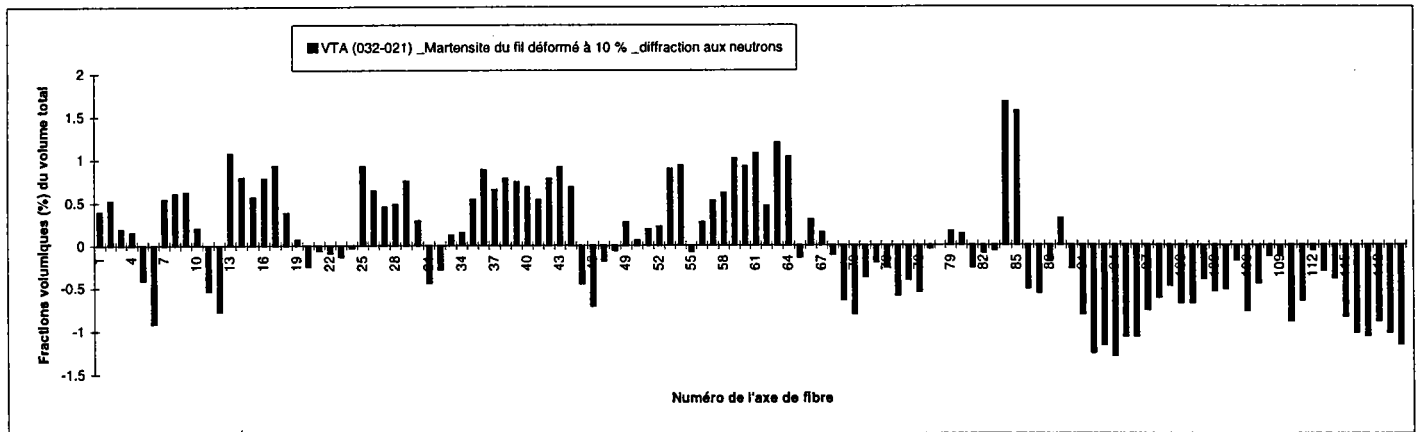


Figure V-5 . Différence des deux VTA (032 -021) (diffraction aux neutrons)

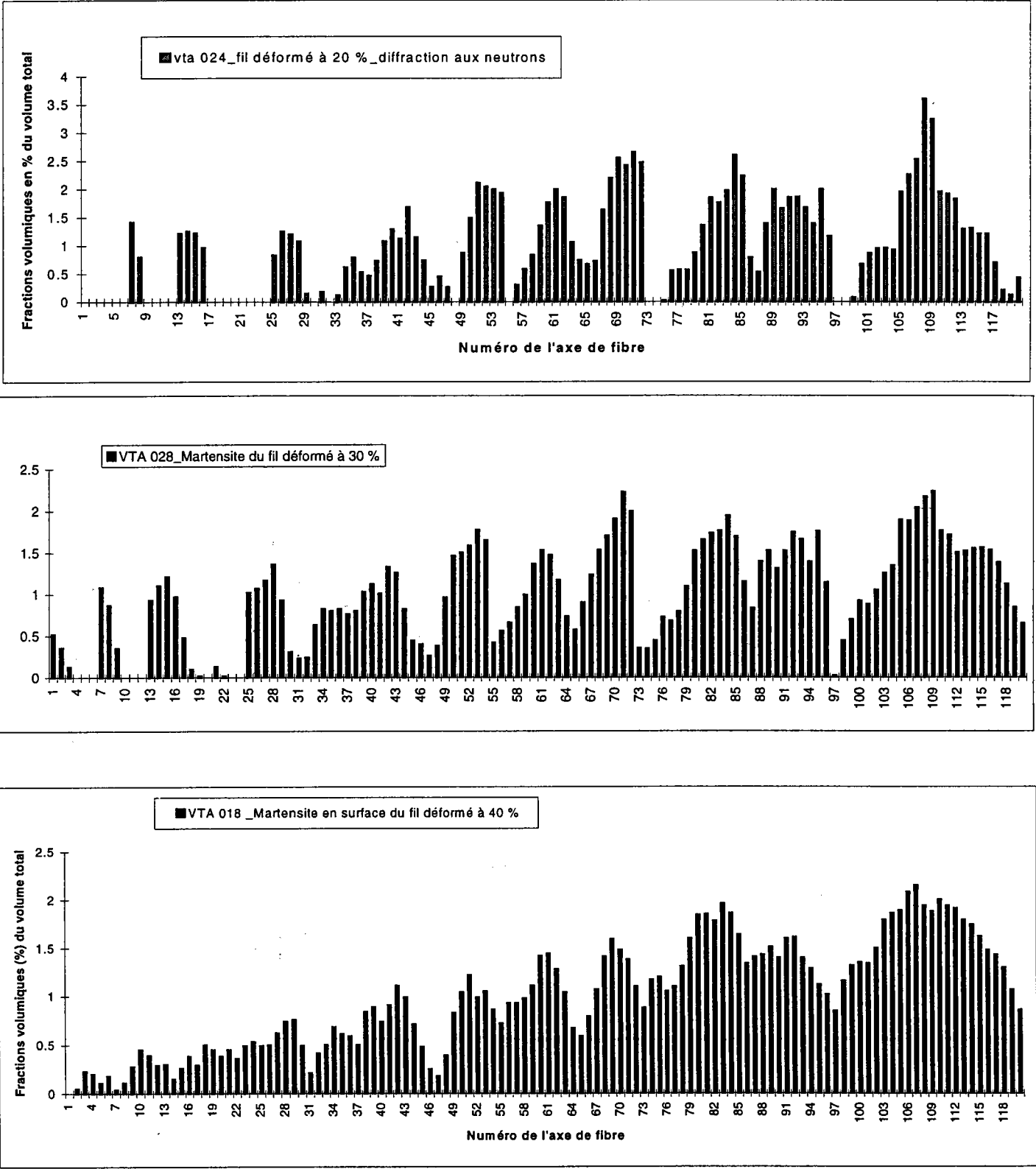


Figure V-6 . Fractions volumiques axiales de la martensite du fil déformé à 20, 30 et 40 %

Commentaire sur les analyses

Les analyses axiales montrent bien qu'il y a une bonne concordance entre les F.P.A. expérimentales et les F.P.A. recalculées pour les quatre taux de déformation, avec un résidu qui varie de 3.10 à 6.50 (voir annexe).

Les analyses directes montrent que la plupart des F.P mesurées par diffraction des neutrons et les F.P recalculées par la méthode vectorielle sont en bon accord, puisque les lignes de niveau ont la même allure, les taches de diffraction sont correctement placées et les F.P résiduelles ont des intensités faibles (voir annexe)

V-7 . Etude comparative des résultats obtenus par les deux méthodes de diffraction

V-7-1. Intérêt de la comparaison

Il est important pour notre laboratoire de comparer les textures obtenues après la même analyse, mais avec deux ensembles de mesures très différents.

a) Mesure aux RX

Nous n'avons qu'une seule FP en position de BRAGG. Les autres FP mesurées simultanément donnent lieu à correction et présentent une zone aveugle centrale importante. On peut donc penser pouvoir tester "globalement" les programmes de correction par comparaison de résultats d'analyse. De nombreux pics se chevauchent aux RX et nos figures de pôles multiples sont moins bien définies, ce qui, dans notre cas, complique la comparaison. Quel est le nombre exact de pics dans un pic multiple ? Quelle est la pondération d'un pic vis à vis d'un autre ?

b) Mesures aux neutrons

Il y a deux avantages certains :

1) les FP sont complètes ce qui élimine les problèmes de normalisation partielle, dangereux si l'intensité masquée est importante.

2) les FP sont mieux séparées, le nombre de FP simples est plus grand qu'avec les RX.

Exemple

- aux RX les analyses ont été faites avec une FP simple (11-1) et deux FP multiples (2PG) et (3PD)
- aux neutrons les analyses ont été faites avec quatre FP simples (10-1), (11-1), (011) et (020) et une FP double (012) + (111)

3) le problème de la pondération est mieux résolu. Nous avons choisi les coefficients de pondération de Michal qui semblent offrir le maximum de garantie. Le logiciel de simulation de spectre utilisé est certainement bien meilleur que le notre.

Dés le départ, il y a donc un déséquilibre certain : les FP aux neutrons sont de meilleure qualité et doivent conduire à un résultat plus sûr.

V-7-1-1. Comparaison qualitative des F.D.P

L'examen des F.D.P. montre que les résultats obtenus par les neutrons sont cohérents avec ceux fournis par la diffraction X, mais il existe quelques différences :

- les F.D.P. mesurées par les neutrons montrent une texture de fibre (-3 0 1) plus nette par rapport à celle obtenue par diffraction X (planche V-3)
- globalement les FP mesurées aux RX et corrigées sont moins bonnes que celles mesurées avec les neutrons.

V-7-1-2. Comparaison quantitative

L'examen des vecteurs texture (figure V-7, V-8, V-9) montre que les résultats obtenus par les neutrons donnant la texture globale confirment la présence d'une texture de fibre (-3 0 1), mais permettent difficilement d'observer les variations de celle-ci dans le fil. Par contre les mesures aux RX permettent les analyses en surface et au coeur du fil.

On remarque sur les vecteurs texture des fils analysés par diffraction des neutrons qu'il y a plus de composantes par rapport aux analyses par diffraction X, mais le groupement des ces composantes est toujours le même. Nous pouvons attribuer cette différence des composantes aux effets suivants :

- le pouvoir de pénétration des neutrons dans les fils et la stabilité au cours des mesures
- les mesures par diffraction des neutrons correspondent à une texture globale du fil, par contre aux RX c'est une texture locale
- les effets induits par les corrections de volume diffractant par diffraction X.

Figures de pôles communes que nous pouvons comparer.

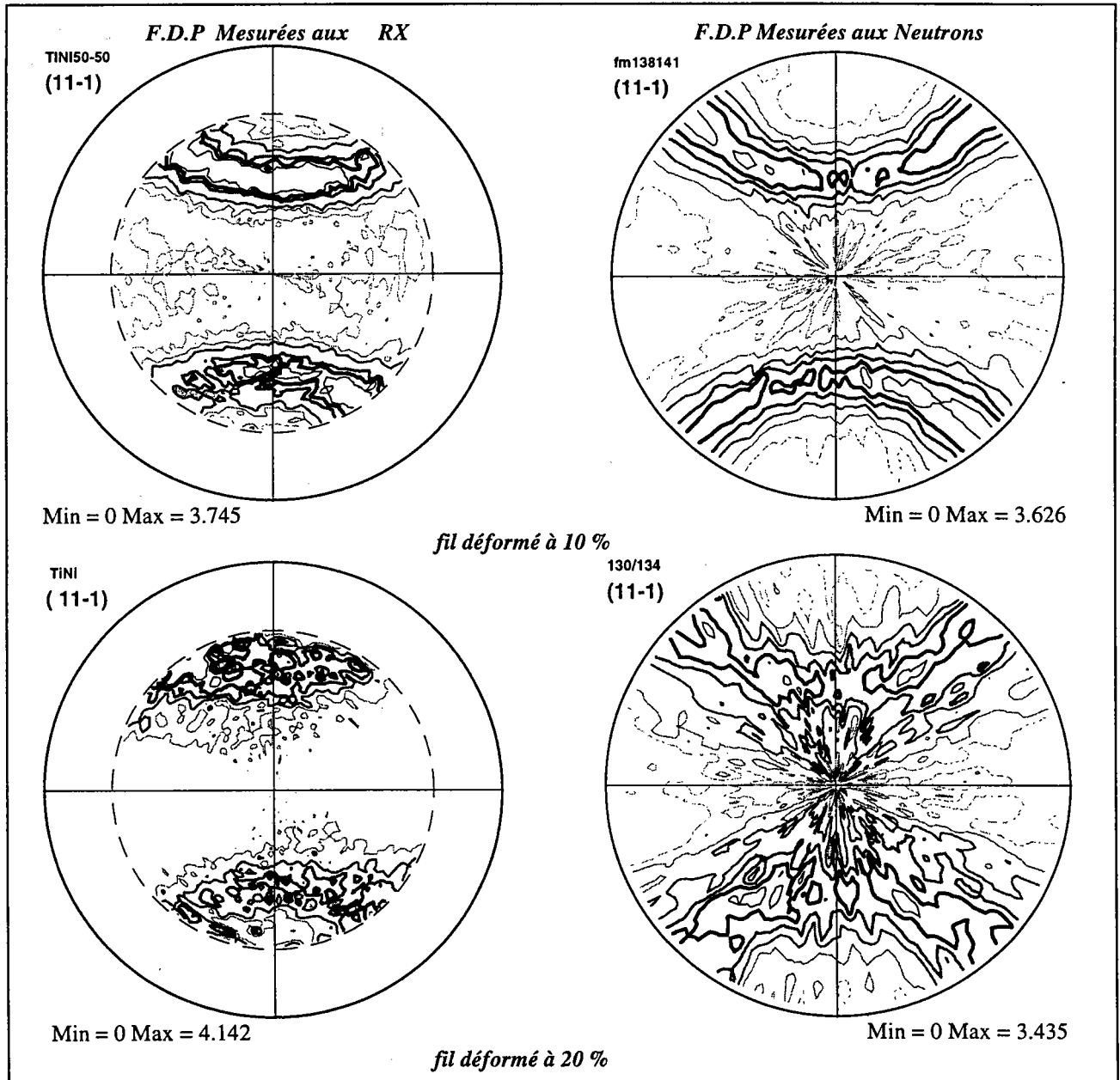
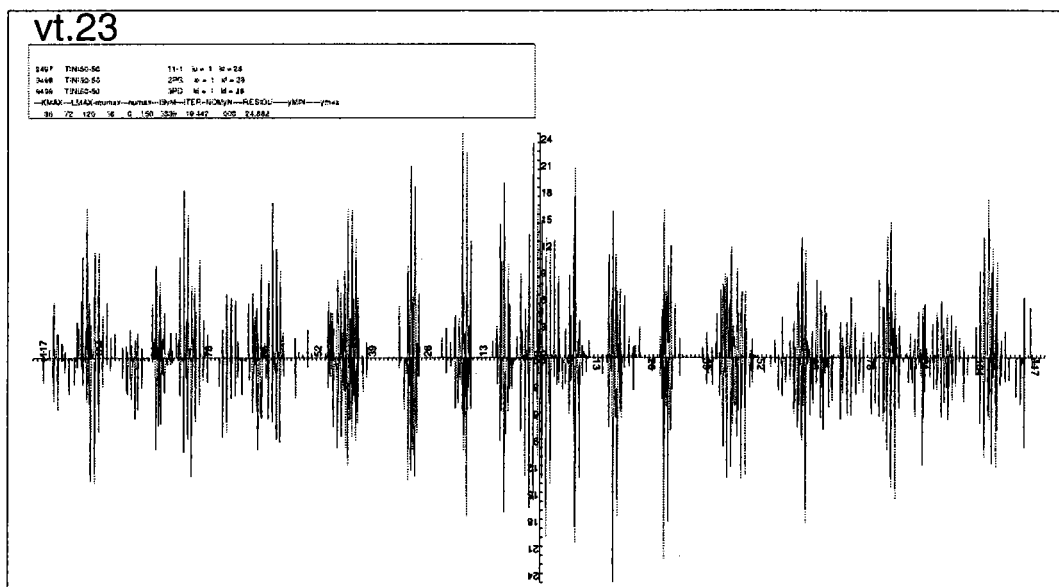
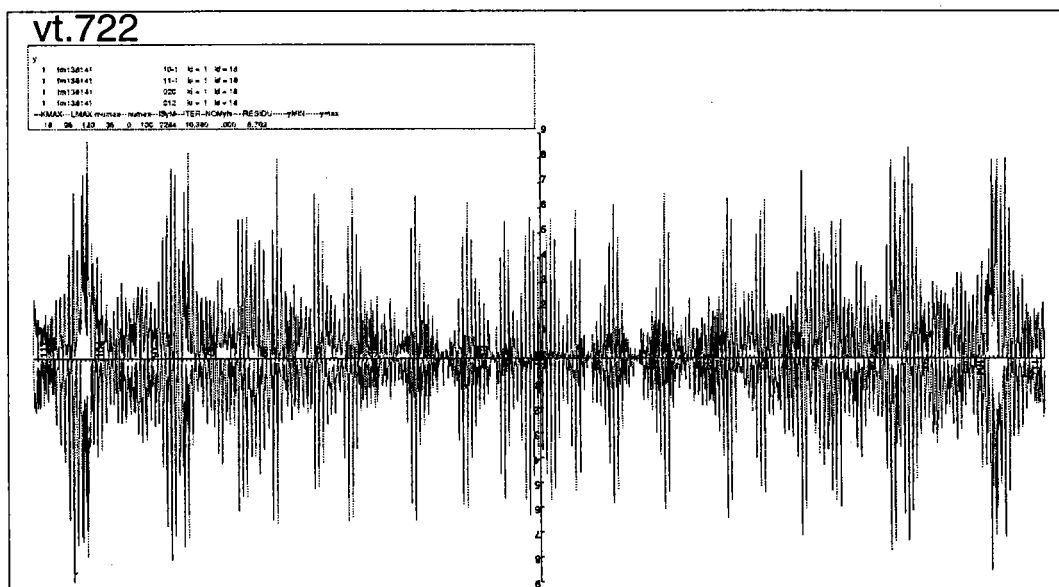


Planche V-3. Figures de pôles mesurées aux RX et aux neutrons des fils déformés à 10 et 20 %

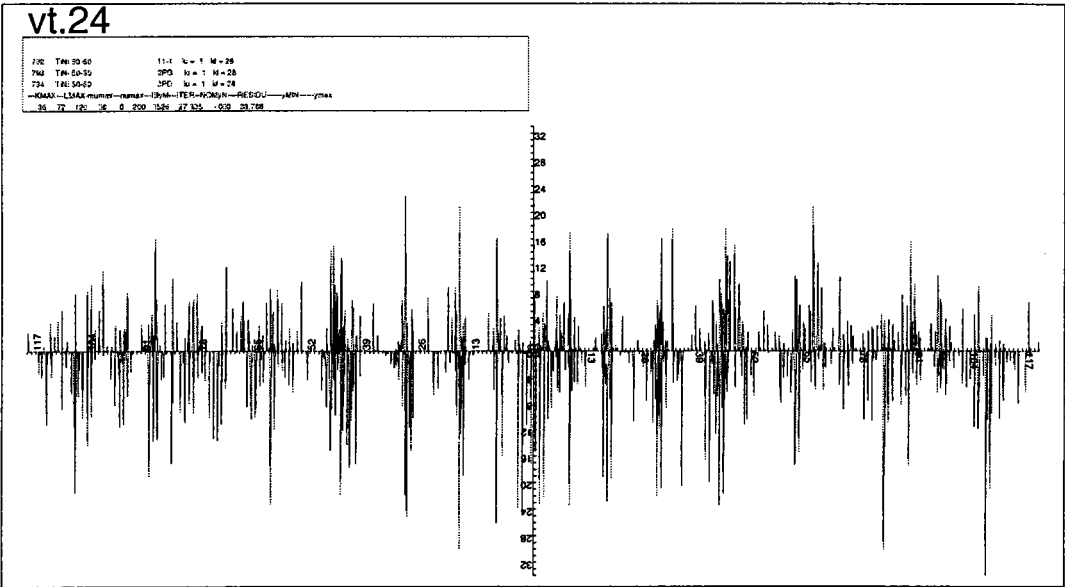


a) vecteur texture du fil de diamètre 1.38 /1.41 mm par diffraction X

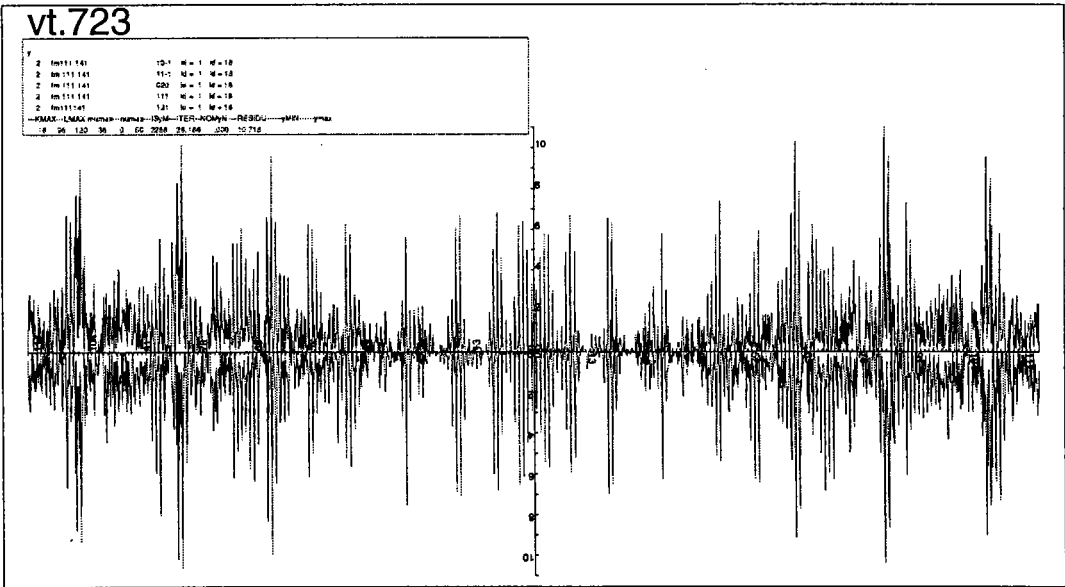


b) vecteur texture du fil de diamètre 1.38 /1.41 mm par diffraction des neutrons

Figure V-7. Vecteurs texture de la martensite mesurés par diffraction a) RX et b) neutrons

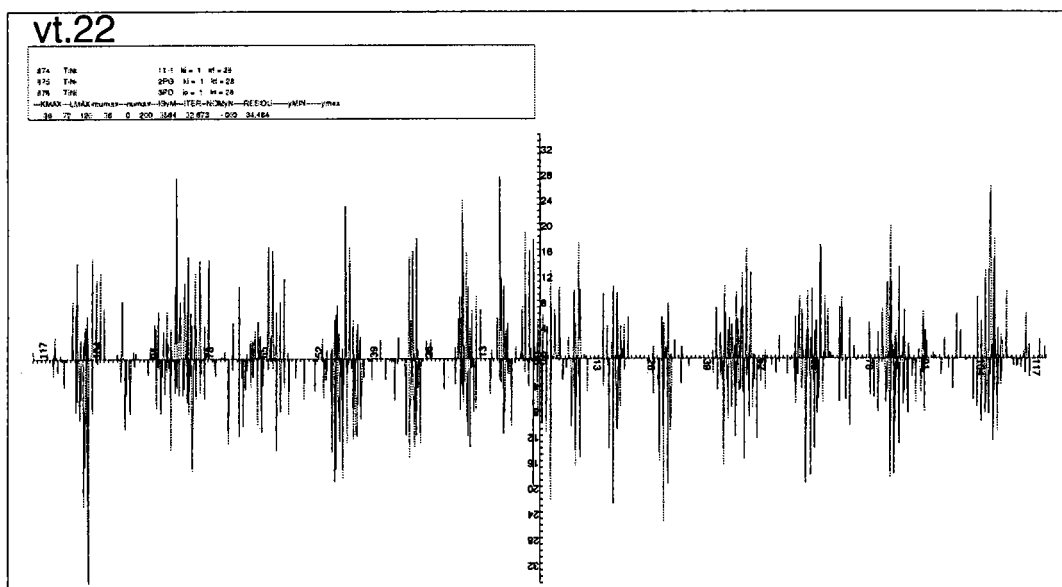


a) vecteur texture du fil de diamètre 1.11 /1.41 mm par diffraction X

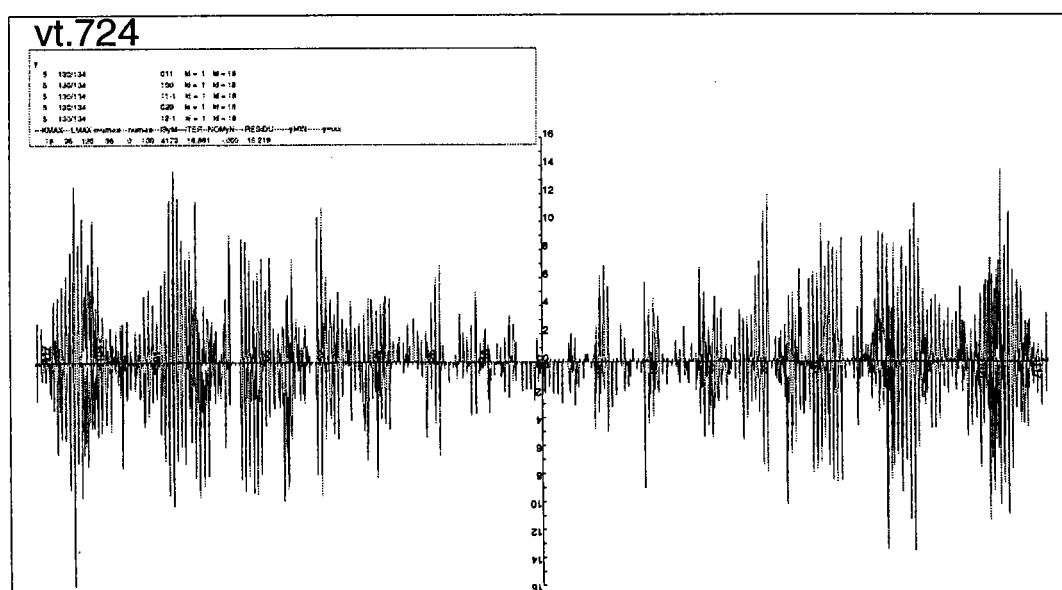


b) vecteur texture du fil de diamètre 1.11 /1.41 mm par diffraction des neutrons

Figure V-8 . Vecteurs texture de la martensite mesurés par diffraction a) RX et b) neutrons



a) vecteur texture du fil de diamètre 1.30 /1.34 mm par diffraction X



b) vecteur texture du fil de diamètre 1.30 /1.34 mm par diffraction des neutrons

Figure V-9. Vecteurs texture de la martensite mesurés par diffraction a) RX et b) neutrons

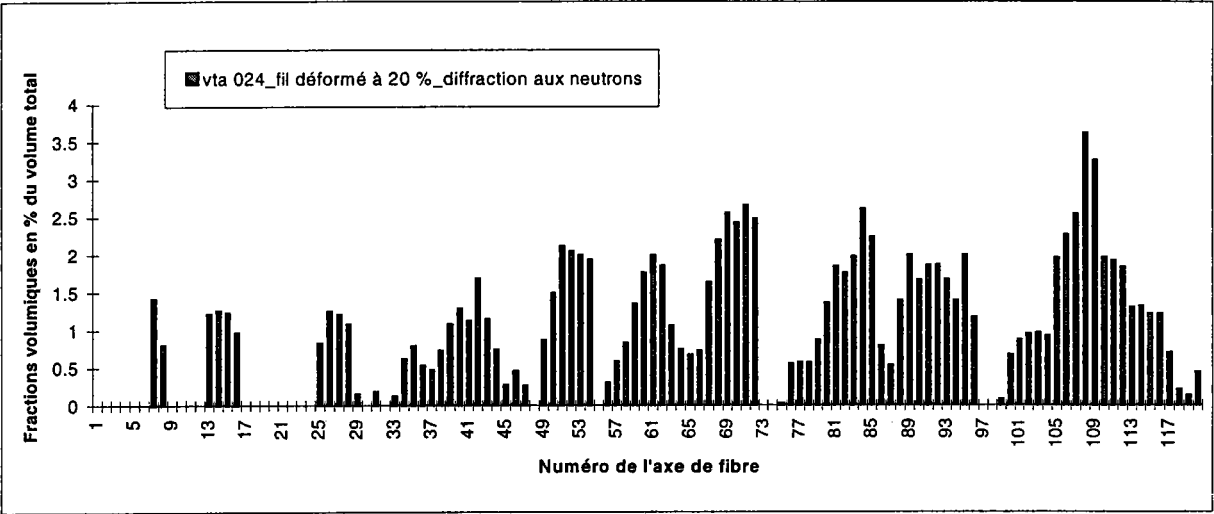


Figure V-10 . Evolutions des fractions volumiques par diffraction des neutrons du fil déformé à 20 %

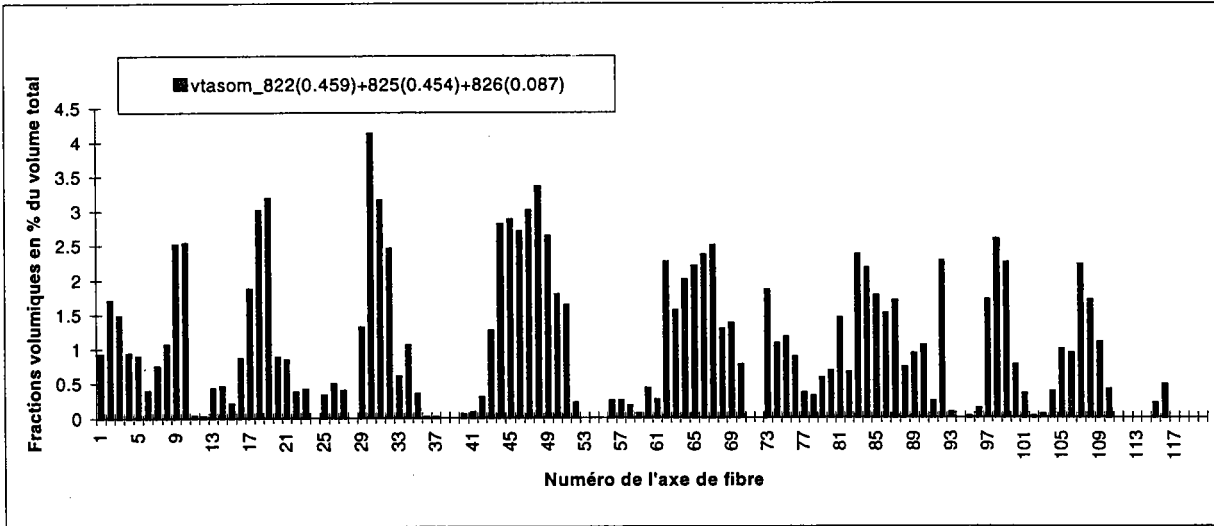
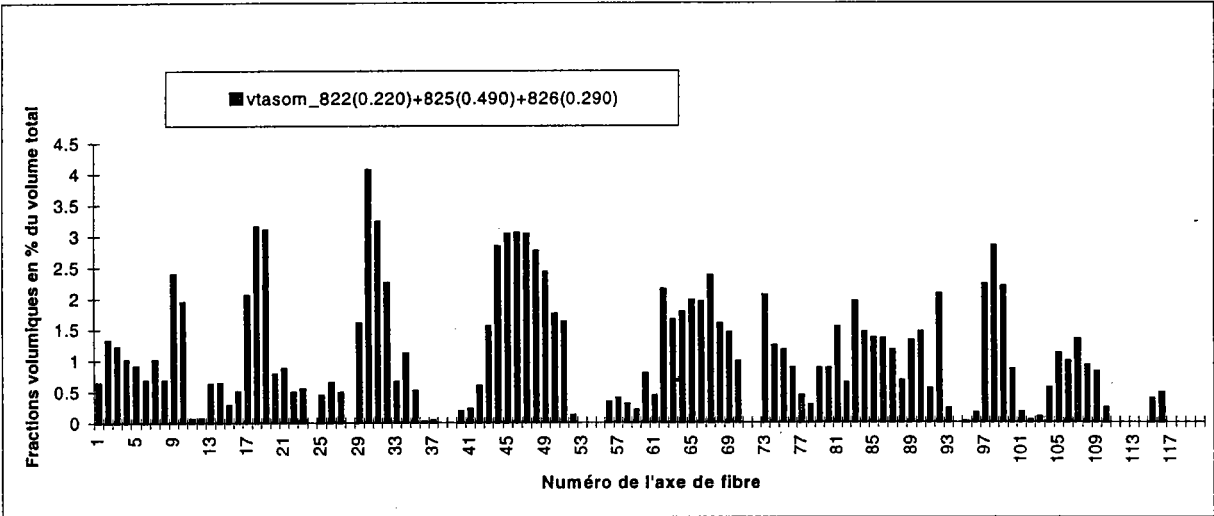


Figure V-11 . Evolutions des fractions volumiques par diffraction X du fil déformé à 20 %
à différentes pondérations

Comparaison des fractions volumiques

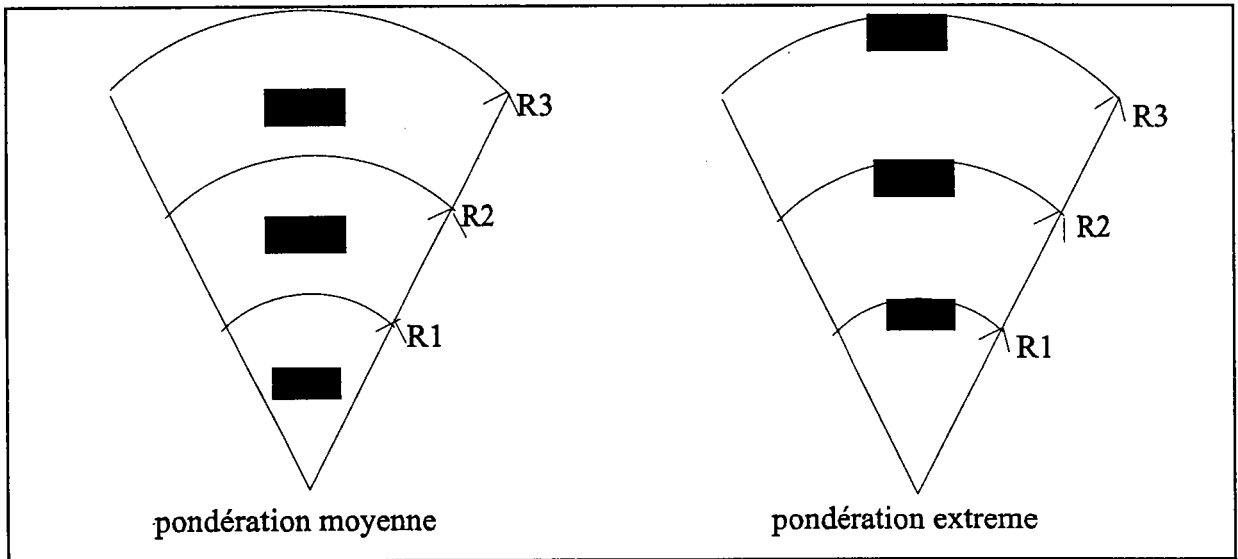
Les seules analyses quantitatives que nous pouvons vraiment comparer sont celles effectuées avec l'échantillon de fil déformé à 20 %. C'est le seul fil pour lequel nous connaissons la texture des trois zones (superficielles, intermédiaire et coeur) mesurées aux RX et la texture globale mesurée aux neutrons.

Pour la comparaison, nous avons confectionné un programme de pondération des composantes du VT en fonction du volume du fil entourant la position de la zone explorée aux RX, pour globaliser la texture et pouvoir la comparer à celle obtenue aux neutrons. Nous n'avons conservé que deux pondérations.

a) une pondération moyenne pour laquelle

- la texture à coeur est affectée au volume $\pi R_1^2 L$
- la texture intermédiaire à $\pi (R_2^2 - R_1^2) L$
- la texture superficielle à $\pi (R_3^2 - R_2^2) L$

R_1, R_2, R_3 étant les rayons des cercles "moyens"



b) une pondération extrême avec des cercles passant juste sur les couches analysées.

Malgré ces pondérations, le résultat obtenu n'est pas très satisfaisant et ne permet pas de conclure sur le bien fondé de notre procédure d'analyse aux RX.

Si certains composantes de texture axiale se retrouvent bien dans les mêmes cases avec la bonne valeur (composantes n° 49, 50, 51 et 83,84,85), d'autres composantes ne coïncident pas (composantes de n° faible 1 à 6 ou fortes 106 à 113).

Ces résultats ne sont pas surprenants. En effet la mesure de la texture aux RX ne se fait pas dans un cas favorable : (voir les remarques du V-7-1-a)

- nous n'avons qu'une seule figure de pôles simple
- les deux autres FP sont des figures multiples pour lesquelles de nombreux pics se chevauchent. Nous ne savons pas exactement lesquels et nous pouvons donc calculer une matrice avec des coefficients exacts. Et surtout les zones aveugles sont importantes.
- nous effectuons des corrections de volume diffractant
- le volume diffractant est faible. L'échantillon est vraiment local et il faudrait alors beaucoup plus d'échantillons.

Au total, nous comparons deux cas limites, ce qui n'est guère favorable.

Conclusion

L'examen des vecteurs texture montre que les résultats obtenus par les neutrons sont cohérents avec ceux fournis par la diffraction X, mais il existe des différences .

Nous pouvons dégager plusieurs enseignements de cette étude comparative, qui font opter pour la technique neutronique :

- l'emploi de la méthode de diffraction neutronique en transmission nous permet d'éliminer les corrections habituelles aux rayons X,
- une plus grande stabilité au cours des mesures, puisque le comptage est effectué à nombre de coups constant du faisceau incident,
- l'influence négligeable de l'état de surface, et une méthode de préparation des échantillons qui ne fait pas intervenir de traitements chimiques,
- un volume de matériau contribuant à la diffraction 2×10^4 fois plus grand que dans le cas de la diffraction X.

Ces avantages facilitent la mesure de texture globale. Par contre,

- cette technique nécessite, sur le plan expérimental, l'utilisation d'un appareillage plus important et l'accès à un réacteur nucléaire
- la mesure de faibles épaisseurs de matière est incompatible (le volume de matière analysée doit être supérieur à 1 cm^3)
- les analyses superficielles ou locales sont extrêmement délicates voir impossible.

Nous avons plusieurs échantillons de fils amincis découpés en cube de $5 \times 5 \times 5 \text{ mm}^3$ plutôt qu'en $10 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$. Il faut savoir que pour réaliser un cube de $10 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$ avec un fil de diamètre 0.3 mm il faut 9 mètres de fil à amincir. Compte tenu du découpage et du collage, nous avons dû en gros amincir pour chaque cube 10 mètre de fil. C'est la raison pour laquelle nous avons préparés pour les petits diamètres des cubes de $5 \times 5 \times 5 \text{ mm}^3$ qui malheureusement n'ont pas diffractés suffisamment et pour lesquels nous n'avons pu obtenir de FP.

Ce travail doit donc se poursuivre par :

- amincissement de grandes longueurs de fils et réalisation de cubes par collage, cubes d'au moins $10 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$.
- l'étude de la texture de ces cubes et la comparaison par différence. La variation de texture d'un amincissement à l'autre correspond au métal enlevé, trois amincissements semblent suffisants.

La validité de la procédure de correction effectuée aux RX devait se faire sur des échantillons sans gradients de texture, par exemple avec des fils de cuivre de type électrique, à condition que le tréfilage n'induisse pas un gradient de texture important.

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

L'étude des transformations de phase et de l'évolution de la texture cristallographique de fils en alliage équiatomique TiNi 50-50 en fonction du taux de déformation et du traitement thermique, nous a posé un certain nombre de problèmes que nous avons essayé de résoudre au mieux. Ces problèmes étaient à la fois techniques et théoriques.

a) Problèmes techniques liés :

- à la géométrie cylindrique des fils qui rend particulièrement complexe la détermination des textures cristallographiques par diffraction X,
- à l'aminçissement régulier des fils pour l'étude des variations de texture dans les trois zones superficielle, intermédiaire et à coeur du fil,
- à la confection d'échantillons massifs pour la mesure des F.D.P aux neutrons
- à la nature du fil : les échantillons présentent des températures de transformation proche de l'ambiante.

b) Problèmes théoriques d'analyse de la texture en très basse symétrie avec des figures de pôles incomplètes et issues de massifs de raies.

Dans un premier temps, nous avons mis en évidence par diffraction X les phases et les fractions volumiques dans l'alliage TiNi 50-50, ainsi que les températures de transformation de chaque phase par une analyse calorimétrique (DSC). Ces transformations et leurs températures dépendent des processus thermiques et mécaniques associés à la contrainte interne résiduelle et au processus de recristallisation qui apparaît à des températures élevées.

Nous avons établi un facteur correctif qui permet de s'affranchir les variations de la taille variable du volume diffractant au cours de la mesure.

Les figures de pôles du TiNi, après correction de volume diffractant montrent que le fil présente trois texture différentes selon le rayon correspondant à une zone superficielle, une zone intermédiaire et une zone centrale. Il s'agit d'une texture de fibre $(-3\ 0\ 1)$ qui varie selon le taux de déformation, cette fibre est plus au moins intense et étendue dans le fil.

Une analyse qualitative des figures de pôles a montré qu'il existe deux types de texture de fibre dans les fils déformés en phase martensitique à l'état brut et après recuit.

Pour suivre l'évolution de la texture, nous avons utilisé l'indice de texture qui décrit l'acuité des orientations sans pour autant pouvoir la caractériser. Cet indice semble relié au taux de déformation du fil. Plus le taux est important, plus l'indice est élevé.

Puis nous sommes attachés à l'étude quantitative de la texture de la martensite monoclinique. Elle nous a permis de déterminer la fraction volumique des différentes composantes et donc d'étudier l'évolution de la texture des fils déformés à l'état brut et après recuit. Les histogrammes qui représentent ces fractions volumiques en fonction des numéros des cases d'axe de fibre montrent que :

- les composantes qui diminuent correspondent à des orientations bien groupées quel que soit le taux de déformation et pour des températures de recuit de 570 et 600°C,
- les composantes de texture en surface ont tendance à diminuer en zone intermédiaire dans des fils à l'état brut déformés à 10 et 20%. Ceci est attribuée au procédé du tréfilage dont on ne connaît pas les paramètres les plus influents sur les propriétés texturales de ces fils de TiNi 50-50.

La géométrie du fil nous a confronté aux problèmes de variation du volume diffractant au cours de la mesure car l'échantillon n'est pas plan. Pour éviter ce problème, nous avons opté pour la mesure de la texture globale du fil par diffraction des neutrons pour lesquels l'absorption par la matière est négligeable.

Les résultats donnant la texture globale confirment la présence d'une texture de fibre, mais permettent difficilement d'observer les variations de celle-ci dans le fil.

Les résultats obtenus par les neutrons sont cohérents avec ceux fournis par la diffraction X, mais il subsiste de nombreuses différences que nous avons essayé de justifier. Cette étude montre que la diffraction des neutrons conduit à de FP de meilleure qualité, donc à une analyse quantitative meilleure, mais beaucoup plus longue non seulement à cause des neutrons eux mêmes, mais surtout à cause de la préparation des échantillons.

Il conviendrait donc, pour une étude plus poussée concernant par exemple le réglage des paramètres de tréfilage, de bâtir un plan d'expériences plus précis.

En ce qui concerne la validation des procédures que nous utilisons aux RX avec les fils, l'étude est à reprendre avec un fil sans gradient de texture ou du moins présentent un gradient de texture le plus faible possible (fil de cuivre électrique recuit par exemple) .

Alors la comparaison entre la texture massique et la texture superficielle des fils sera correcte et permettra de mettre en évidence les effets des corrections réalisés dans l'analyse aux RX.

BIBLIOGRAPHIE

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [ABU], D.N.Abujudom, P.E.Thoma and S.Fariabi johnson controls, Inc, Milwaukee, Wisconsin USA.
- [BAN 75], Banks (R). Solid State heat engine U.S. Patent. N° 3913326, U.S. Energy Research and Development Administration 1975.
- [BUH 83], W. Buhner, R. Gotthardt, A. Kulik, O. Mercier and F. Staub : J. Phys. F : Met. Phys., L77- L81 (1983).
- [BUN 72], Bunge, H. J. et Tobisch, J. (1972). J. Appl. Crys. 5, 27-40.
- [CHA 68], Chandra, and G.R. Purdy, J. Appl. Phys, Vol.39, N°5, pp 2176- 2181 (1968).
- [DAU 65], D.P.Dautovich and G.R.Purdy, Can. Metall.Q.4, 129 (1965).
- [DEL 74], Delay (L), Krisnan (R.V), Tas (H) et Warlimont (H). Thermoelasticity, pseudoelasticity and the memory effects associated with martensitic transformations. J of Mat. Sci 9, 1974 p 1521.
- [FRA 90], M. François, J.M. Spravel, L. Lebrun et G. Chaland, ICOTOM 9, Sep. 1990, Avignon.
- [GOO 85], E.Goo and R. Sinclair, Acta metall. 33, pp 1717-1723 (1985).
- [GOOB 92], K. Gooba, L. Jordan, M. Masse, G. Bouquet : Scripta Metallurgica et Materiala, Vol 26, pp 1163-1168 (1992).
- [HEH 71], R.F. Hehemann, and G.D. Sandrock, Scripta Metallurgica, Vol. 5, pp 801-806 (1971).
- [HUM 91], J. Van Humbeek, " From a seed to a need : the growth of Shape memory applications in Europe ", in Materials Research Society Fall Meeting, Boston, USA, 1991.
- [HWA 82], C. M. Hwang, M.Meichle, M.B.Salamon and C.M. Wayman, J.Physique 43, C4-231 (1982).
- [HWA 83], C. M. Hwang, M.Meichle, M.B.Salamon and C.M. Wayman, Phil.Mag. A47, 9, 31, 177 (1983).
- [KAC 77], V. N. Kachin, V.E.Gyunter, L.A. Monasevich and Yu. I. Paskal, Sov. Phys. Dok.22, 337 (1977).
- [KAJ 68], Kajamaa, J. (1968). Trans. Metal. Soc. AIME, 242, 973-977.
- [KHA 79], V.N. Khachin, V.E. Gjunter, V.P. Sirokha and A.S. Sasinov, in Proc. Intl. Conf . on martensitic transformations (ICOTOM-79), Cambridge, MA, USA, 474 (1979).

- [KNO 81], K.M. Knowles and D. A Smith, *Acta. Metall.*, Vol.29, N° 8, pp 101-110 (1989).
- [KOS 69], Koskimaki (D), Marcincowski (M.J) et Sastri (A.S). Solid State diffusional transformations on the near équiatomic TiNi alloys *Trans. A.I.M.E. (USA)* 245 1969 p 1883.
- [KUD 85], Y. Kudoh, M. Tokonami, and S. Mayazaki and K. Otsuka : *Acta metall.*, Vol. 33, N° 11, pp 2049-2056 (1985).
- [LIN 81], H. C. Ling and R. Kaplow : *Mater. Sci. Eng.*, 1981, vol. 48, p. 241.
- [LIN 89], H.C. Ling and R. Kaplow : *Metall. Trans. A*, 11 (1981), 77, *Ibid.*, 12 (1981), 2101.
- [LAN 89], F.Langouche, E.Aernoutt,P. Van Houtte *J. Appl. cryst.* Vol 22, 1989, 533-538.
- [MAD 91], Madangopal K, Jugragi Singh and S. Banerjee, *Scripta mettallurgica et materialia*, Vol. 25, pp. 2153-2158, (1991).
- [MAT 87], O. Matsumota, S. Miyazaki, K. Otsuka and H. Tamura, *Acta. Metall.*, Vol. 35, N°. 8, pp 2137-2144 (1987).
- [MEL 81], K.N.Melton and O. Mercier, *Acta metall.* 29, p 393 (1981).
- [MER 82], O. Mercier and K.N.Melton, R. Gotthardt and K.Kulik, *Proc.Int.Conf.on Solid – Soli Phase Transformations* (edited by H.I. Aaronson, D.E.Laughlin, R.F. Sekerka and C.M. Wayman),p.1259. *Am.Inst.Min. Engrs*, Philadelphia, Pa (1982).
- [MIC 81], G. Michal and R. Sinclair, *Acta. Cryst.*, B37, pp 1803-1807 (1981).
- [MIC 82], Michal, Moine, Sinclair, *Acta. Metall.*, Vol. 30, pp 125 (1982).
- [MIY 81], S. Miyazaki, T. Imai, K.Otsuka, and Y.Suzuki, *Scripta Metallurgica*, Vol. 15, p 853 (1981).
- [MIY 82], S. Miyazaki, Ohmi, K.Otsuka, and Y.Suzuki: *Journal de physique*, 43p.c4-225 (1982).
- [MIY 82], S. Miyazaki, Y. Liu, K. Otsuka and P.G. McCormick : *International conférence on martensitic transformations*, Monterey, USA (1982).
- [MIY 86], S. Miyazaki, Y. Igo, and K.Otsuka. *Metall.* , 34, pp 2045 (1986).
- [MIY 88], S. Miyazaki et al, *Acta.metal.*, Vol. 36, N°1, pp 181-192 (1988).
- [MIY 89], S. Miyazaki, K. Otsuka and C.M.Wayman, *Acta. Metall.* , Vol. 37, N°7, pp 1873-1884 (1989).
- [MIY 91], S. Miyazaki, Y. Kohiyama and K. Otsuka dans *Proceedings of Sixth JIM International Symposium on Intermetallic Componds*, p 691, Sendai, Japon, (1991).

- [MOH 75], H.A. Mohamed Lawrence Berkeley Laboratory, University of California. Report N°. LBL-5112, 1975.
- [MON 90], T. Montesin, J.J. Heizmann *Revue de métallurgie* Avril 1990, 217,232.
- [MOR] , F. Moreau, communication interne (LETAM).
- [MUK 85], K.Mukherjee, S. Sircaïn, and N.B.Dahotre, *Mater.Sci.Engng* 74,75 (1985).
- [NIS 82], M.Nishida and T.Honma, *J.Physique* 43, C4-225 (1982).
- [NIS 84], M. Nishida and C.M. Wayman, *Scripta metall* 18, 1389 (1984).
- [NIS 84], M.Nishida and T.Honma, *Scripta metall.* 18, 1293 (1984).
- [OTS 71], K. Otsuka, T. Sawamura, and K. Shimizu, *Phys. Stat.(a)* 3, pp 457 (1971).
- [PUR 61], G.R.Purdy, and J.G.parr, *tran. Aime*, Vol. 221, pp 631 (1961).
- [PUS 87], Pusin W.E., Muslov S.A. and Hacin W.N. (1987). *Fiz.Metallov.* 64, 802.
- [RIO 64], Rios Jara (s). *Theoretical analysis of the crystallography of the martensitic transformations.* 1964. The Mac Millan Series in material science.
- [SAB 82], T. Saburi, and S. Nenno, *proc. Int. Conf. On Solid to Solid Phase Trans.*, p. 1455. Am. Soc. Metals Park, ohio (1982).
- [SAN 71], G.D.Sandrock, A.J.Perkins and R.F. Heihemann, *Metall.Trans.2*, 2769 (1971).
- [SCH 68], R. Scholl, D.J.Larson, and J.E.Freise, *J. Appl . phys.*, Vol 39, N°5 pp 2186-2191 (1968).
- [SCH 75], Schmerling (M. A), Wilkov (M. A), Sanders (A. E) et Woosley (J. E). A proposed médical application of the shape memory effect : a TiNi Harrington rod for the treatment of Scoliosis. *Shape memory effects.* 1975 Plenum Press p. 563.
- [SHU 49], L. G. Shultz, *J. Appl. Phys*, 20 (1949), 1030.
- [SIM 77], Simon (M), Kaplow (R), Salzman (E) et Freiman (D). A vena cava filter using thermal Shape memeory alloys. *Radiology (USA)* 125. P 89. (1977).
- [STA 88], G.B. Stachowiak and P.G. Mc Cormick, *Acta Metall.*, 36, 291, (1988).
- [STO 73], Stott, D.E. et Hutchinson, W. B. (1973). 3^{ème} Colloque Européen sur les textures de Déformation et de Recristallisation des Métaux et leurs Applications Industrielles, Pont-à Mousson, France, pp. 427-438.
- [SZP 76], Szpunar, J. (1976). *At. Energ. Rev.* 14, 199.
- [TAD 87], T. Tadaki, Y. Nakata and K. Shimizu, *Trans. Japon Inst. Metals* 28, 883 (1987).
- [TOD 86], Todoroki T. and Tamura H. (1986). *Jap.Inst.Met.*50,1.
- [TOD 87], Todoroki T. and Tamura H, *Trans. of the japon*, vol.28, N°2, pp.83-94 (1987).

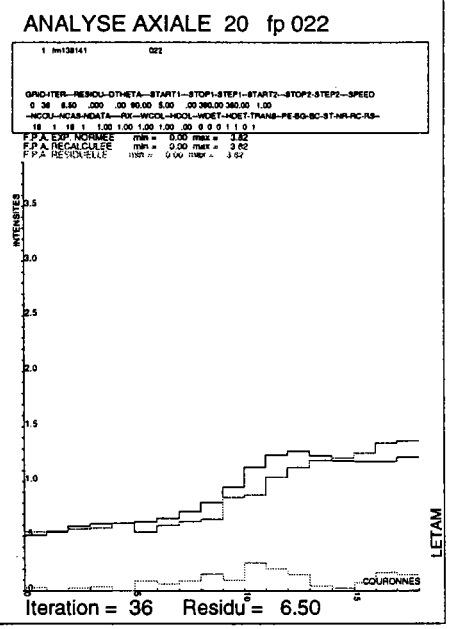
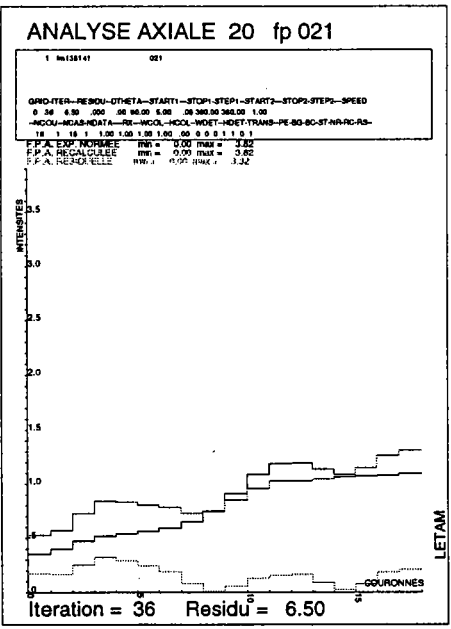
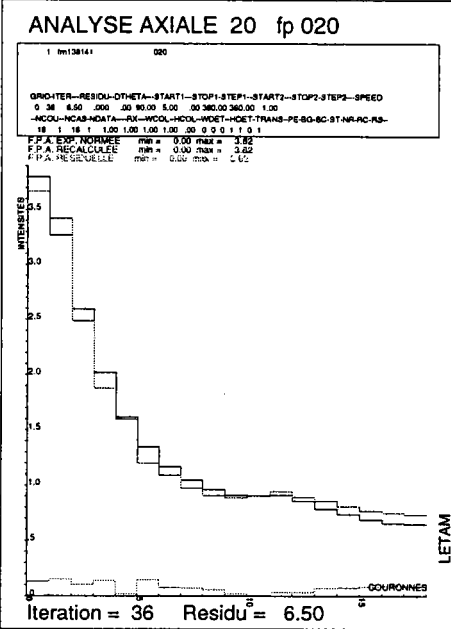
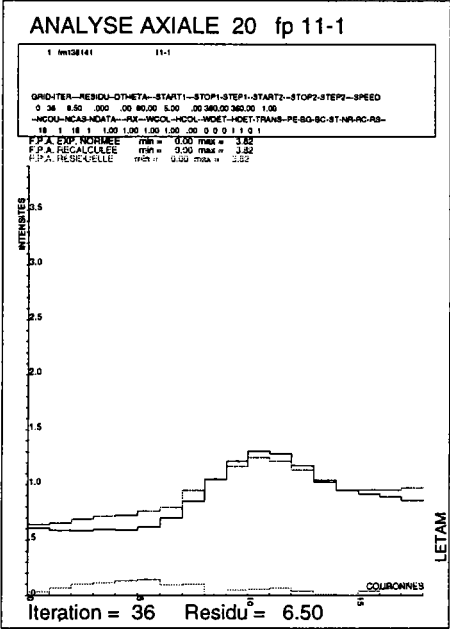
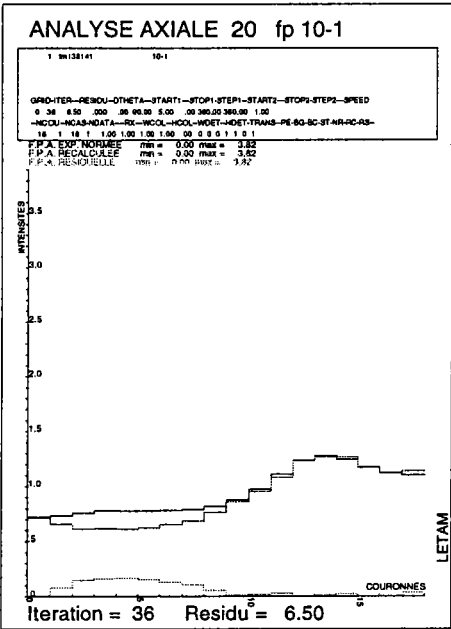
[VAD 81], A. Vadon, Thèse d'état, Univ. Metz, (1981).

[WAS 71], Wasilewski (R.J), Butler (S.R), Hanion (J.E) et Worden (D). Homogeneity range and the martensitic transformation in TiNi. Met Trans. (USA) 21. (1971) p 229.

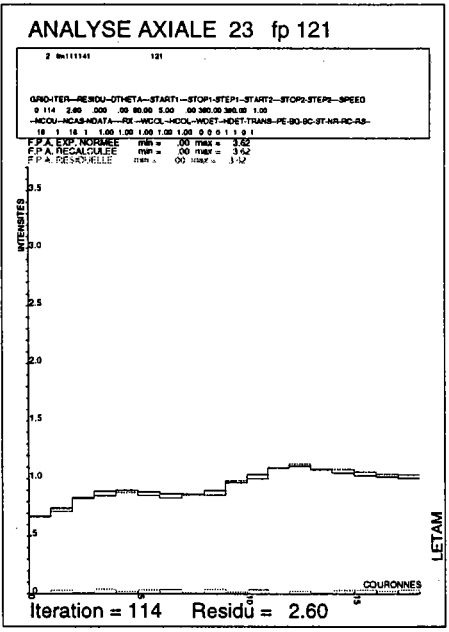
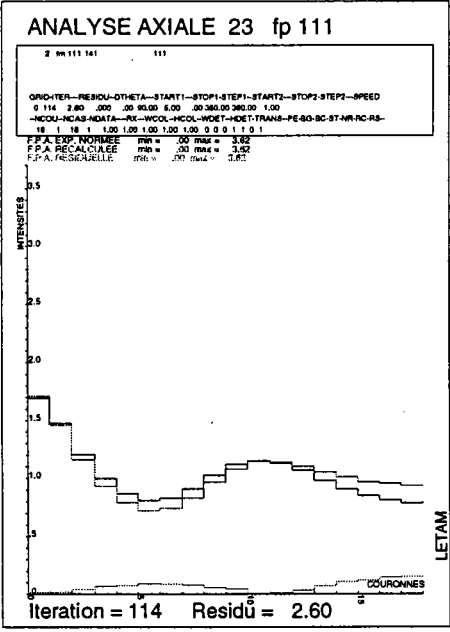
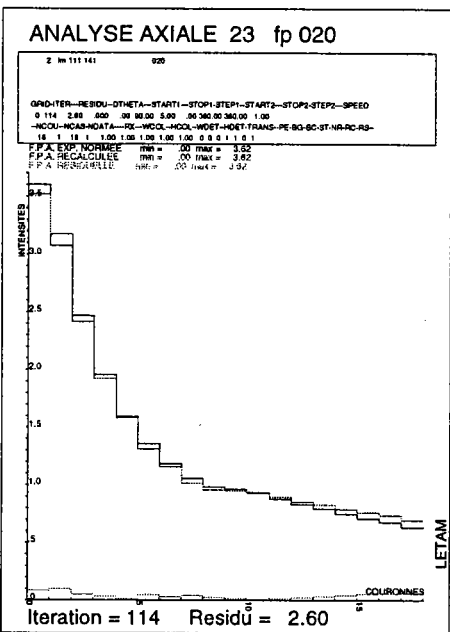
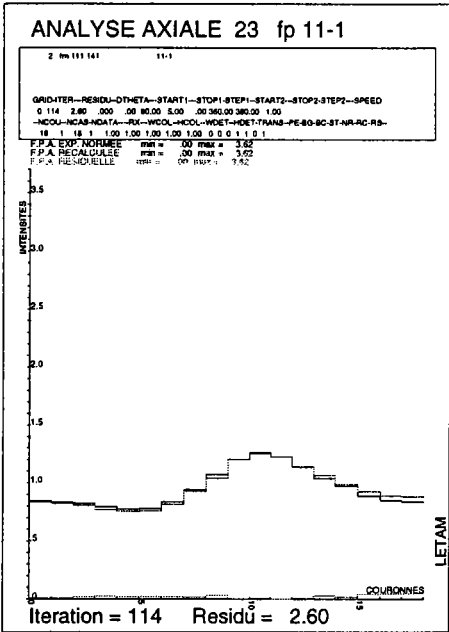
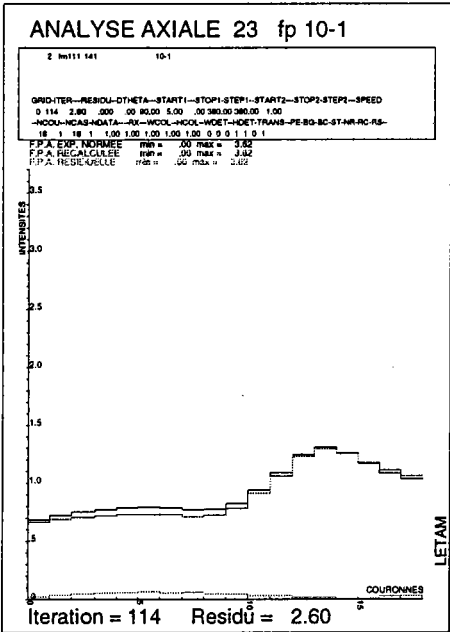
[WAY 89], C.M. Wayman, Adv. Mats, Vol.9, pp 63 (1989).

[ZHA 89], Xinghong Zhao, Xingfang Wu and Tsun Ko, Acta metall., Vol. 37, pp 1783-1790 (1989).

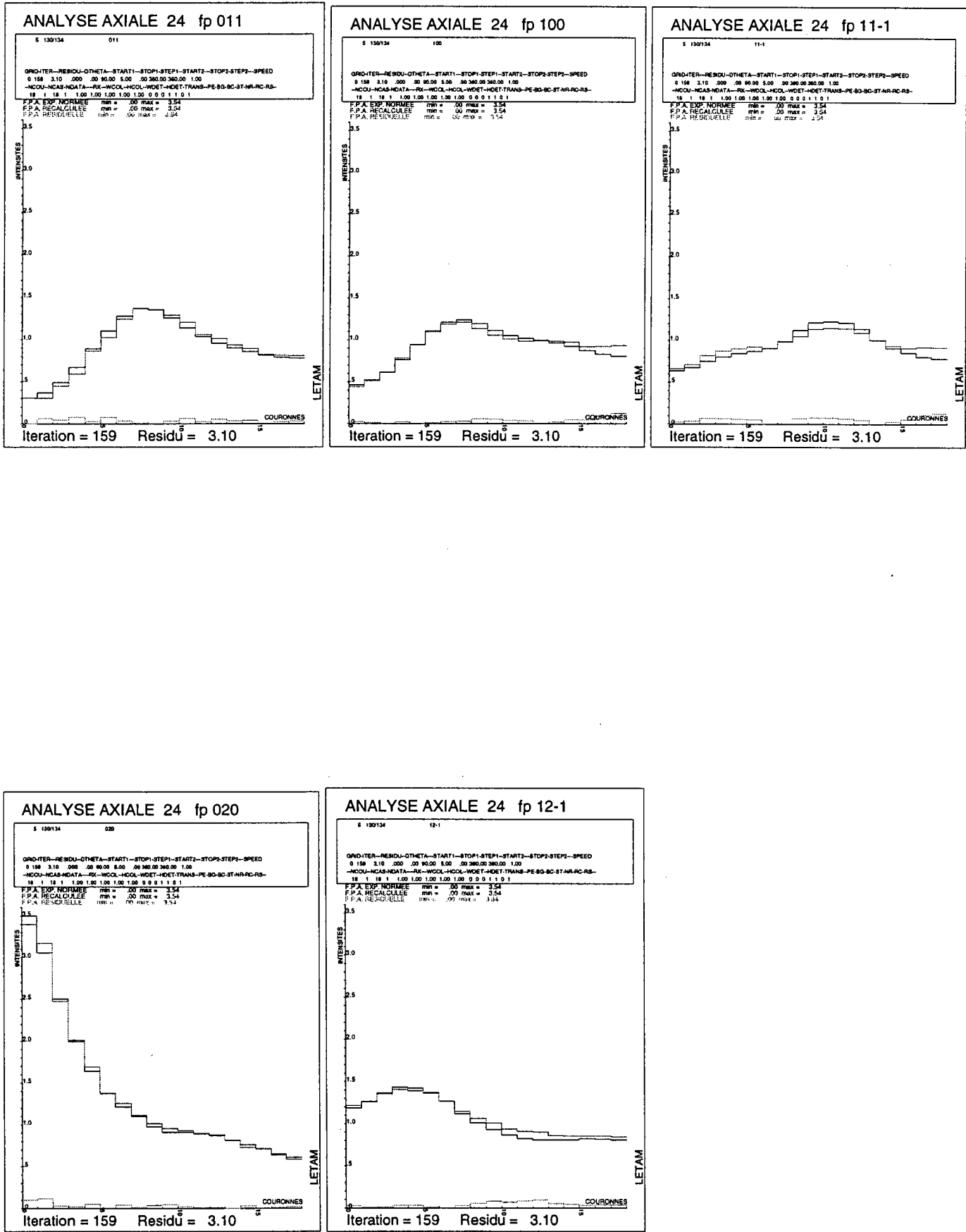
ANNEXE



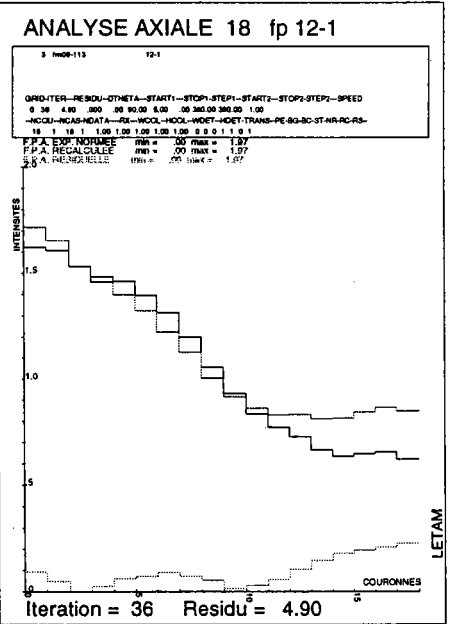
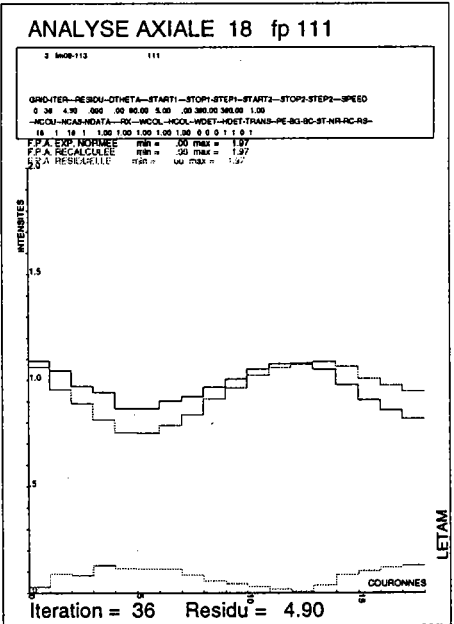
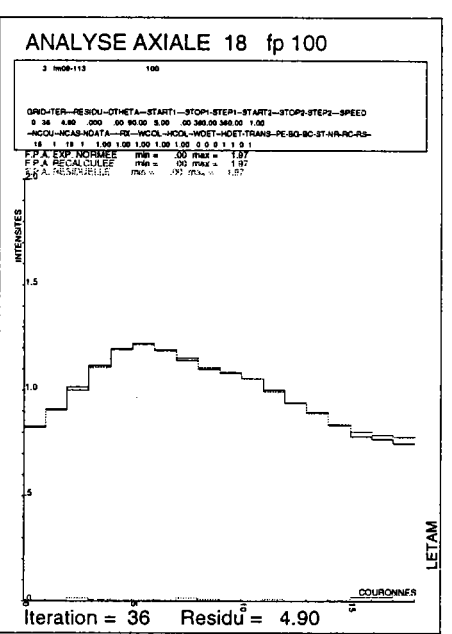
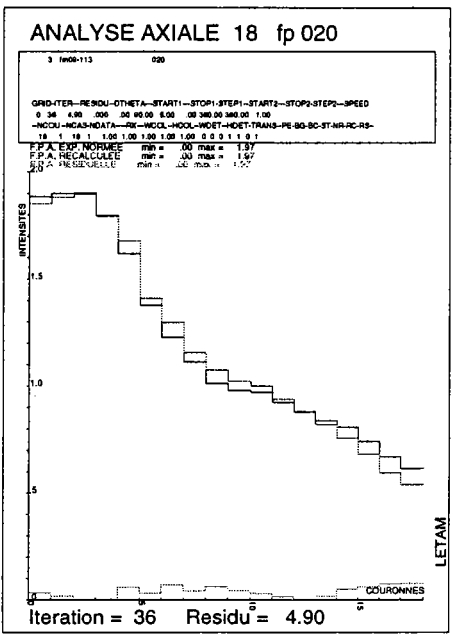
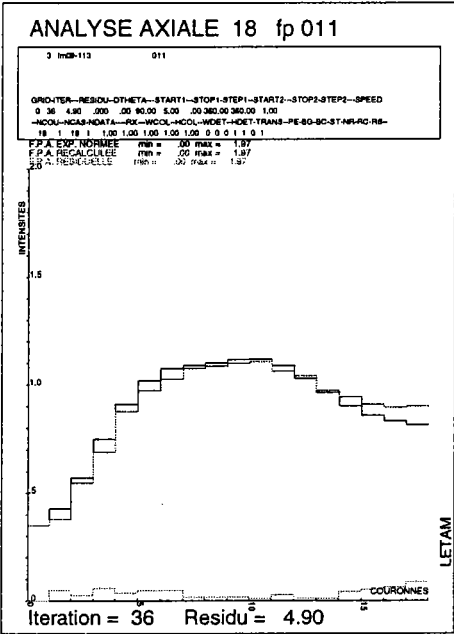
Analyse axiale des FP du fil déformé à 10% de diamètre 1.38/1.34 mm (diffraction aux neutrons)



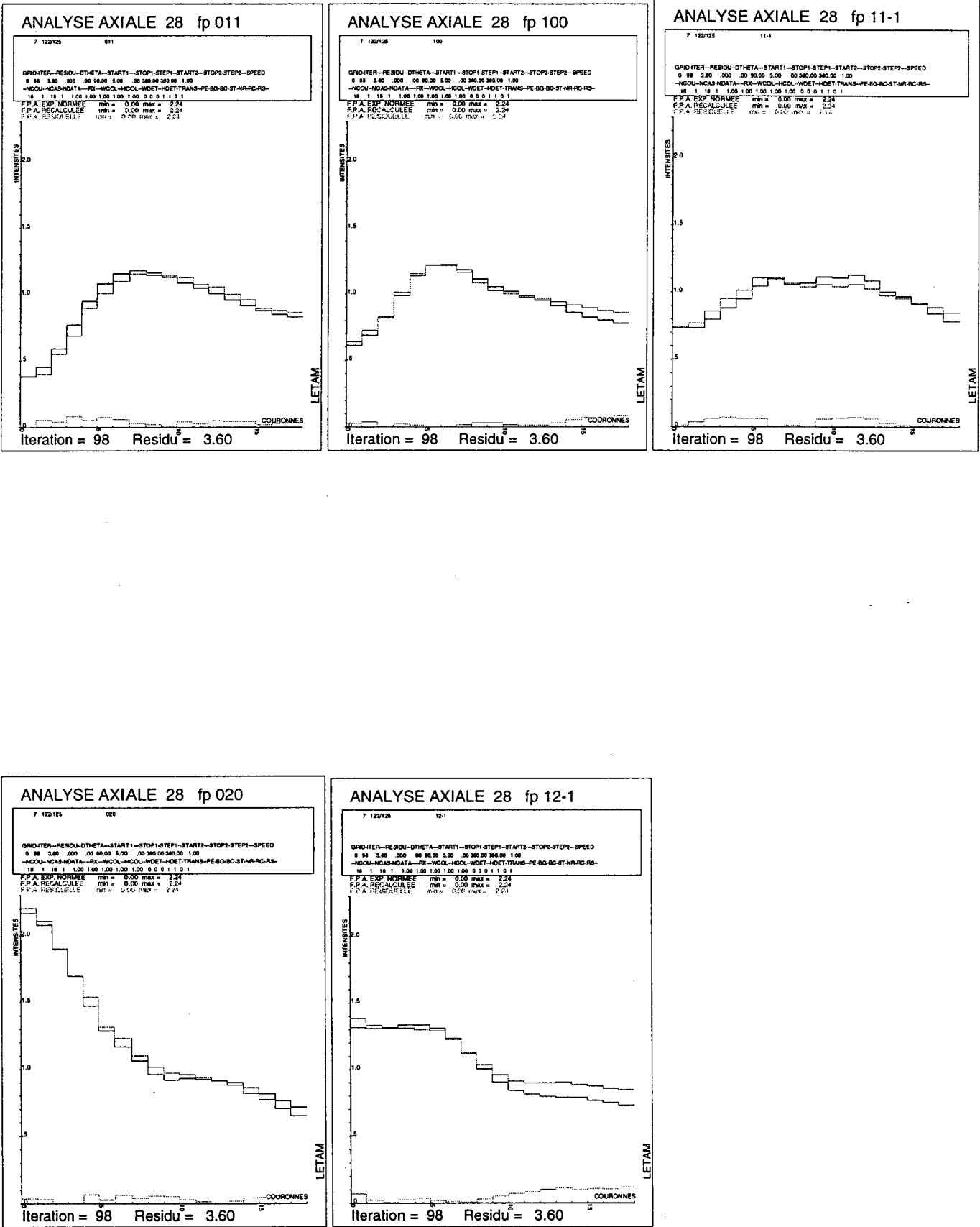
Analyse axiale des FP du fil déformé à 10% de diamètre 1.11/1.41 mm (diffraction aux neutrons)



Analyse axiale des FP du fil déformé à 20% de diamètre 1.30/1.34 mm (diffraction aux neutrons)



Analyse axiale des FP du fil déformé à 40% de diamètre 1.10/1.13 mm (diffraction aux neutrons)



ANALYSE AXIALE 28 fp 020

7 122125 020

GRID:ITER-RESIDU-OTHEA-START1-STOP1-STEP1-START2-STOP2-STEP2-SPEED
0 98 3.60 .000 .00 90.00 5.00 .00 360.00 360.00 1.00
-HCOL-NCAS-MDATA-RX-HCOL-HCOL-WDET-HDET-TRANS-PE-SO-SC-ST-NR-RC-RS-
18 1 18 1 1.00 1.00 1.00 1.00 0.0 0.1 1.0 1

F.P.A EXP NORMEE min = 0.00 max = 2.34
F.P.A RECALCULEE min = 0.00 max = 2.34
F.P.A RESIDUELLE min = 0.00 max = 2.34

Iteration = 98 Residu = 3.60

ANALYSE AXIALE 28 fp 12-1

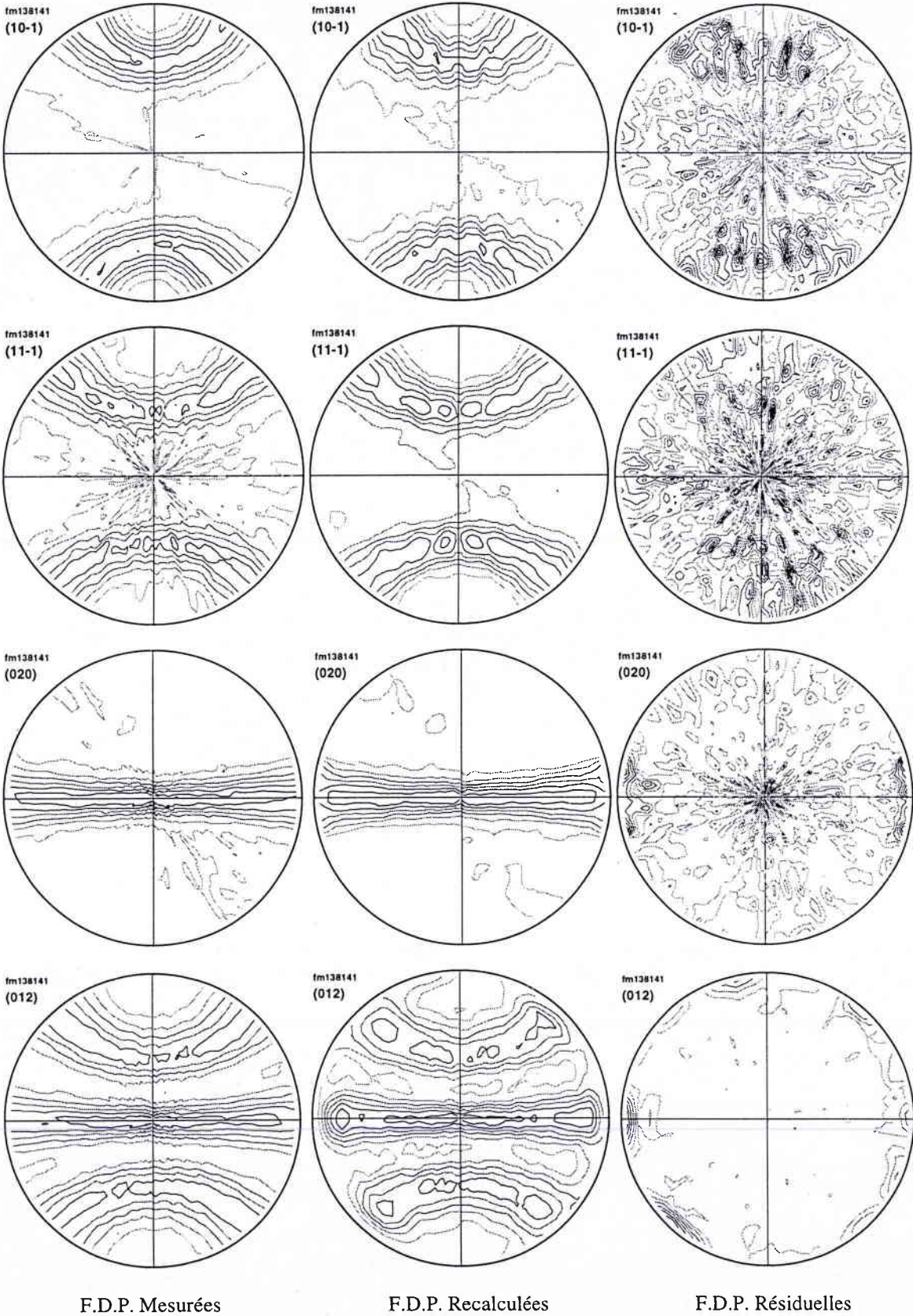
7 122125 12-1

GRID:ITER-RESIDU-OTHEA-START1-STOP1-STEP1-START2-STOP2-STEP2-SPEED
0 98 3.60 .000 .00 90.00 5.00 .00 360.00 360.00 1.00
-HCOL-NCAS-MDATA-RX-HCOL-HCOL-WDET-HDET-TRANS-PE-SO-SC-ST-NR-RC-RS-
18 1 18 1 1.00 1.00 1.00 1.00 0.0 0.1 1.0 1

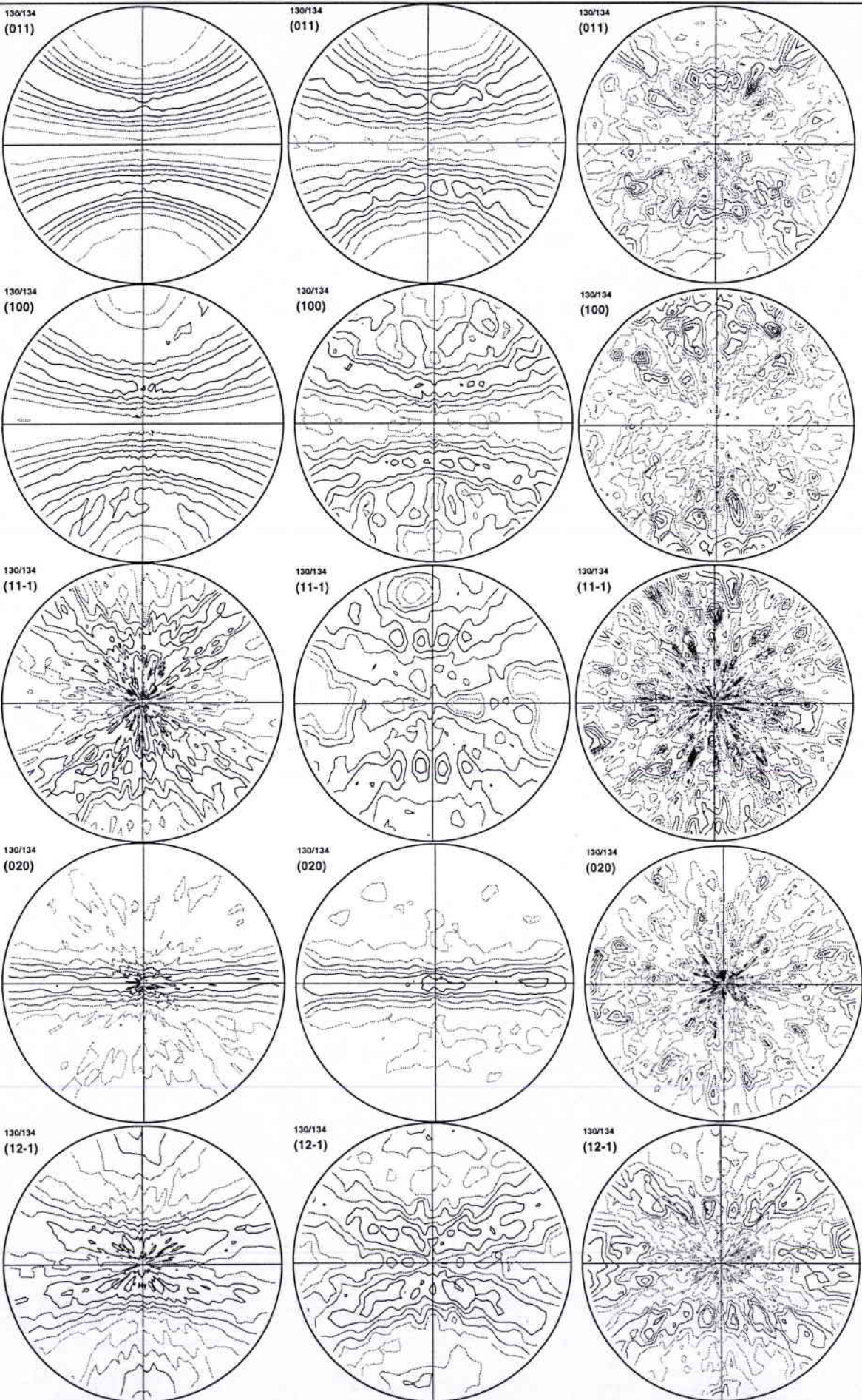
F.P.A EXP NORMEE min = 0.00 max = 2.34
F.P.A RECALCULEE min = 0.00 max = 2.34
F.P.A RESIDUELLE min = 0.00 max = 2.34

Iteration = 98 Residu = 3.60

Analyse axiale des FP du fil déformé à 30% de diamètre 1.20/1.25 mm (diffraction aux neutrons)



Figures de pôles mesurées, recalculées et résiduelles du fil déformé à 10 % (diffraction aux neutrons)

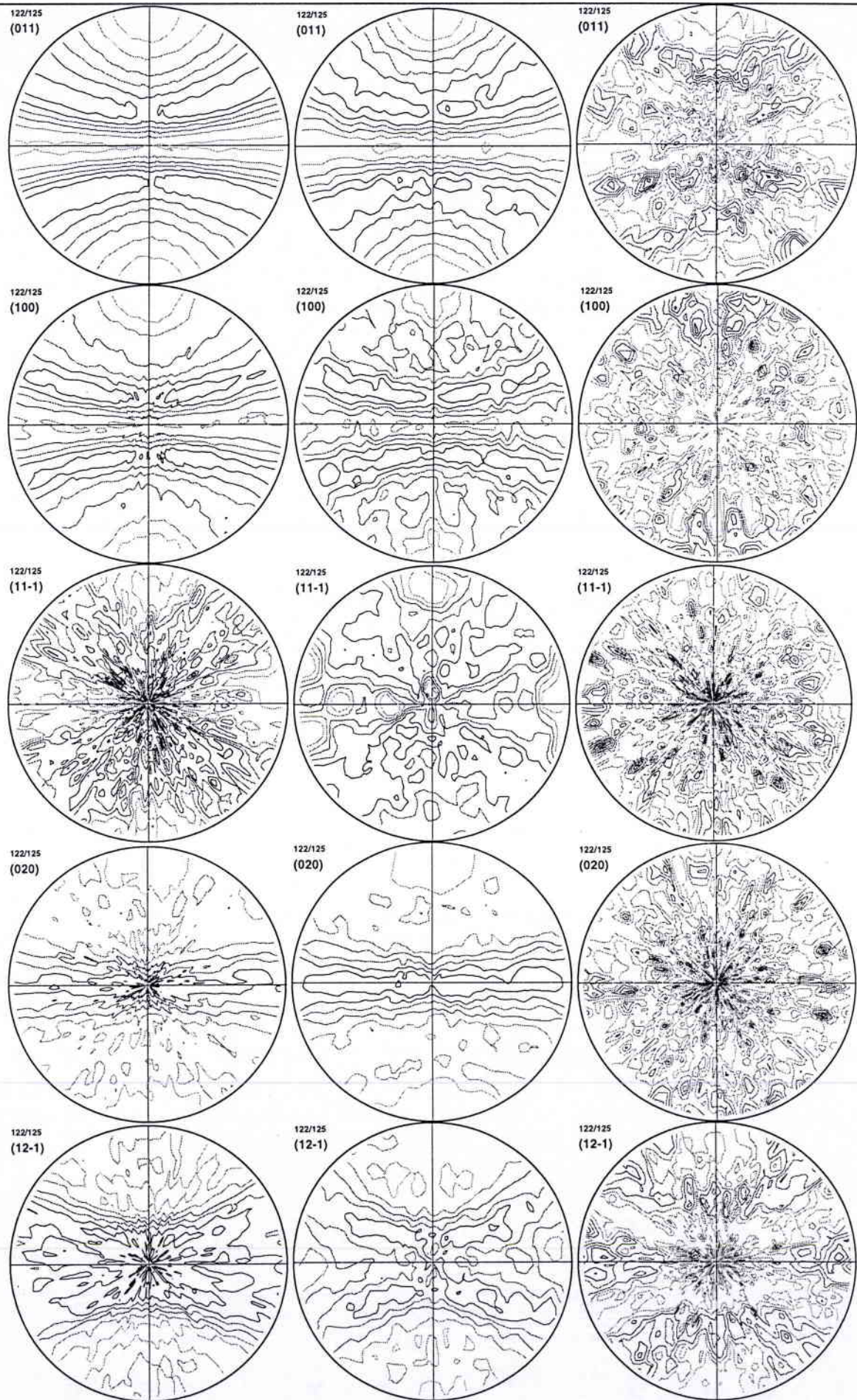


F.D.P. Mesurées

F.D.P. Recalculées

F.D.P. Résiduelles

Figures de pôles mesurées, recalculées et résiduelles du fil déformé à 20 % (diffraction aux neutrons)

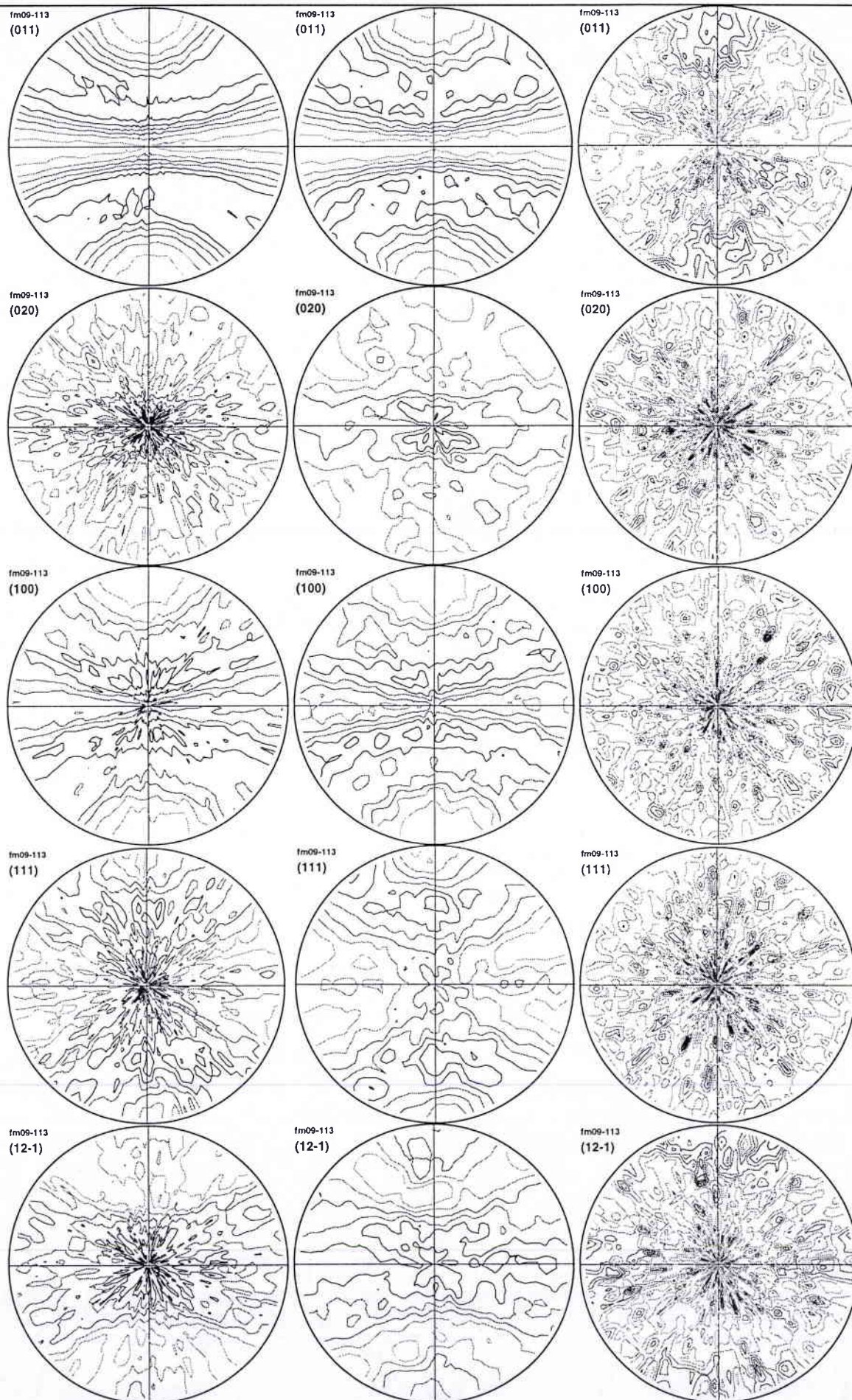


F.D.P. Mesurées

F.D.P. Recalculées

F.D.P. Résiduelles

Figures de pôles mesurées, recalculées et résiduelles du fil déformé à 30 % (diffraction aux neutrons)



F.D.P. Mesurées

F.D.P. Recalculées

F.D.P. Résiduelles

Figures de pôles mesurées, recalculées et résiduelles du fil déformé à 40 % (diffraction aux neutrons)

fil de diamètre 1.38/1.41 mm

PLAN	MIN_FP mes	MIN_FP rec	MAX_FP mes	MAX_FP rec
10-1	0.46	0.396	2.601	2.662
002	0		3.626	
11-1	0.075	0.181	3.081	2.459
020	0	0	4.282	4.245
012	0.05	0.098	2.153	2.042
021	0.135	0	2.742	1.838
022	0.055		2.687	

fil de diamètre 1.11/1.41 mm

PLAN	MIN_FP mes	MIN_FP rec	MAX_FP mes	MAX_FP rec
10-1	0.195	0.232	2.826	2.790
101	0		3.140	
11-1	0.090	0.354	2.615	2.357
020	0	0	4.094	3.843
111	0.135	0.203	1.938	1.872
121	0.290	0	1.945	1.782

fil de diamètre 1.30/1.34 mm

PLAN	MIN_FP mes	MIN_FP rec	MAX_FP mes	MAX_FP rec
011	0.069	0.001	2.183	2.194
11-1	0	0	2.435	1.957
100	0.064	0.195	1.882	1.907
020	0	0	4.117	3.902
12-1	0.178	0.282	1.843	1.733

fil de diamètre 1.22/1.25 mm

PLAN	MIN_FP mes	MIN_FP rec	MAX_FP mes	MAX_FP rec
011	0.126	0.010	1.745	1.714
100	0.06	0.163	1.787	1.661
11-1	0	0	2.344	1.678
020	0	0	2.895	2.458
12-1	0.156	0.369	1.698	1.720

fil de diamètre 0.9/1.13 mm

PLAN	MIN_FP mes	MIN_FP rec	MAX_FP mes	MAX_FP rec
011	0.1	0.197	1.591	1.6
020	0	0	2.767	2.648
100	0.035	0.132	1.696	1.68
101	0		9.881	
11-1	0		3.555	
111	0	0.295	2.1	1.878
12-1	0	0	2.283	1.878
121	0		3.136	

*Maximum et Minimum des FP Mesurées et recalculées des fils déformés à 10, 20, 30 et 40 %
(diffraction aux neutrons)*