

Contribution à l'étude des modifications de texture par déformation et transformation dans les matériaux de basse symétrie

Francis Wagner

▶ **To cite this version:**

Francis Wagner. Contribution à l'étude des modifications de texture par déformation et transformation dans les matériaux de basse symétrie. Matériaux. Université Paul Verlaine - Metz, 1983. Français. NNT : 1983METZ004S . tel-01775652

HAL Id: tel-01775652
https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01775652

Submitted on 24 Apr 2018

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

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

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

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DES MODIFICATIONS DE TEXTURE PAR DÉFORMATION ET TRANSFORMATION DANS LES MATÉRIAUX DE BASSE SYMÉTRIE

---

par

Francis WAGNER

Maître-Assistant à l'Institut Universitaire de Technologie de Metz

---

THÈSE

Soutenue le 5 juillet 1983 à l'U.E.R. des Sciences Exactes et Naturelles de l'Université de Metz

en vue de l'obtention du grade de
DOCTEUR ÈS SCIENCES

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ
N° inv. 19830085
Cote S/M3 83/4
Loc Magasin

JURY

MM. H. BUNGE, Professeur à l'Université de Clausthal (R.F.A.) . . . . . Président

J. J. HEIZMANN, Professeur à l'Université de Metz
S. MATTHIES, Dr. Habil, Académie des Sciences de R.D.A.
H. R. WENK, Professeur à l'Université de Berkeley (U.S.A.) } Rapporteurs

P. COULOMB, Professeur à l'Université de Toulouse
M. GERL, Professeur à l'Université de Nancy
C. TAVARD, Professeur à l'Université de Metz } Examinateurs

à Monique, Emmanuelle, Frédéric et même Florence
pour leur aide et leurs encouragements

à mes parents

- AVANT-PROPOS -

Le présent travail a été effectué au Laboratoire de Métallurgie Structurale. A Monsieur le Professeur Baro, qui voulût bien m'y accueillir, puis me permit de choisir mon orientation tout en m'accordant son soutien constant, j'adresse mes très sincères remerciements. Monsieur le Professeur Heizmann, actuel Directeur du Laboratoire, par la confiance amicale qu'il m'a toujours témoignée, par l'exigence de clarté qu'il m'a imposée, a permis l'achèvement de ce travail; qu'il trouve ici l'expression de ma vive reconnaissance.

Je suis tout particulièrement sensible à l'honneur que m'a fait Monsieur le Professeur Bunge, spécialiste de renom international dans le domaine de l'analyse des textures, en acceptant de présider le jury de thèse. Pour cela, tout comme pour les nombreuses, cordiales et particulièrement fructueuses discussions que nous avons eues, je lui suis sincèrement reconnaissant.

Monsieur le Professeur Wenk, par son enthousiasme et ses conseils, m'a incité à m'intéresser à des matériaux pour moi fort mystérieux, les roches calcaires, et m'a ainsi ouvert de nouvelles perspectives. Qu'il reçoive ici mes plus vifs remerciements.

En acceptant d'être rapporteur de ma thèse et membre du jury, le docteur Matthies, dont le nom est indissociablement lié à la problématique des fantômes dans l'analyse des textures, me fait un très grand honneur. Je lui exprime ma gratitude et mon amicale estime.

Je remercie Monsieur le Professeur Coulomb, auteur d'un ouvrage de référence dans le domaine, d'avoir bien voulu participer au jury de thèse.

Je remercie le brillant physicien qu'est Monsieur le Professeur Gerl pour l'intérêt porté à ce travail et pour sa participation au jury de soutenance.

A Monsieur le Professeur Tavard, qui grâce à sa très grande culture scientifique a toujours su apporter dans le domaine des textures une vision originale, j'adresse mes très sincères remerciements.

Je tiens également à remercier chaleureusement mon ami et collègue Claude Esling pour son aide efficace dans les travaux effectués en commun et ses remarques avisées sur l'ensemble de ce texte, mes collègues Evelyne Bechler-Ferry et Michel Humbert pour leur disponibilité et leur soutien, mon collègue Jacques Muller toujours à même d'apporter avec brio le point de vue du mathématicien, ainsi que tous les chercheurs et techniciens du Laboratoire pour leur amical soutien.

Ce travail m'a aussi conduit à collaborer avec des collègues étrangers, notamment les docteurs Hans Bergmann de l'Université de Clausthal (RFA) et Paul Van Houtte de l'Université de Louvain (Belgique); tous deux, par leur dynamisme et leurs vastes connaissances, m'ont impressionné et stimulé ce dont je leur suis grandement reconnaissant.

Bon nombre de programmes de calcul utilisés pour ce travail ont été développés au centre de calcul de l'IRSID à Maizières-les-Metz qui a bien voulu m'ouvrir ses portes pendant plusieurs années. Aux Directeurs successifs de cet organisme, Messieurs Vayssière et Staib, ainsi qu'à Monsieur Filler chef du service informatique et à toute son équipe, j'exprime ma sincère gratitude.

J'exprime enfin mon entière satisfaction et j'adresse mes plus vifs remerciements à mon épouse et à Madame Buisson pour le soin apporté à la dactylographie de ce texte et à Monsieur Thil pour la qualité de son travail de réalisation ou de reproduction des figures présentées ci-après.

- TABLE DES MATIERES -

INTRODUCTION GENERALE 1

CHAPITRE I : EVOLUTION DE LA CONCEPTION DE FONCTION DE TEXTURE ET DES MOYENS EXPERIMENTAUX DE MESURE DE FIGURES DE POLES 3

INTRODUCTION 4
1.- L'AVENEMENT DE L'ANALYSE QUANTITATIVE DES TEXTURES 4
2.- L'EXISTENCE DE FANTOMES 6
3.- L'ORIGINE REELLE DES DIFFICULTES 6
3.1. Fonction de texture et symétrie du cristal 6
3.2. Fonction de texture et symétrie de l'échantillon 8
3.3. Relation entre fonction de texture et figures de pôles 9
4.- DETERMINATION DE LA FONCTION DE TEXTURE TOTALE 10
5.- LA METHODOLOGIE 11
6.- LES TECHNIQUES DE MESURE DANS L'ETUDE DES TEXTURES 15
Références chapitre I 18

CHAPITRE II : SPECIFICITES DE L'ANALYSE TRIDIMENSIONNELLE DES TEXTURES POUR LES BASSES SYMETRIES - CONCEPTION DES PROGRAMMES 21

INTRODUCTION 22
1.- ASPECTS MATHEMATIQUES 22
1 Figure de pôles sans symétrie 22
2 La fonction de texture et la symétrie du cristal 26
2.1 Conditions d'invariance dues à la symétrie du cristal 26
2.2 Détermination des fonctions harmoniques symétrisées 29
a) Symétrie rhomboèdrique 30
b) Symétrie cubique 33
c) Harmoniques simples symétrisés 35
3 L'espace d'Euler 37
3.1 Symétrie rhomboèdrique 38
3.2 Symétrie cubique 40
4 La relation fondamentale 42
5 La figure de pôles inverse 48

2.- LES PROGRAMMES 49
1 Généralités 49
2 Programme bibliothèque 52
2.1 Fonctionset coefficients calculés 52
2.2 Organisation et caractéristiques du programme bibliothèque.. 57
3 Programmes d'analyse 59
4 Programmes de synthèse 62
5 Programmes de calcul de figures de pôles directes et inverses 64
6 Programmes de dessin 64
CONCLUSION 67
Références chapitre II 68

CHAPITRE III : ETUDE DE DEUX TRANSFORMATIONS DE TEXTURE 71
1.- INTERET DE L'ETUDE DES TRANSFORMATIONS DE TEXTURE 73
2.- TRANSFORMATION HEMATITE ⟶ MAGNETITE 75
2.1. Présentation du problème 75
2.2. Définition de l'expérience 76
2.3. Matériaux utilisés 76
2.4. Mesure des figures de pôles 78
a) Hématite 78
b) Magnétite 80
c) Corrections 80
2.5. Textures initiale et finale 83
a) Hématite 83
b) Magnétite 83
2.6. Modèle classique de transformation de texture - comparaison avec les résultats expérimentaux 89
2.6.1. Modèle classique 89
2.6.2. La fonction de transformation W(Δg) 91
2.6.3. Comparaison des fonctions de texture calculée et réelle de la magnétite 93
2.7. Fonction de transformation de texture avec dispersion 96
2.7.1. Modèle de transformation avec dispersion 96
2.7.2. Résultats 99
2.8. Discussion 101

3.- TRANSFORMATION AVEC SELECTION DE VARIANTES - EXEMPLE D'UN ALLIAGE FER-NICKEL 104
3.1. Définition du problème 104
3.2. Matériau utilisé 105
3.3. Textures initiale et finale 106
3.4. Les relations d'orientation et les variantes 110
3.5. Textures calculées pour l'échantillon E87γ 115
3.6. Discussion 118
4.- CONCLUSION 124
Références chapitre III 125

CHAPITRE IV : CONTRIBUTION DE LA PARTIE IMPAIRE A LA FONCTION DE TEXTURE TOTALE POUR QUELQUES ECHANTILLONS DE CALCITE 128
1.- RAPPELS SUR LA DETERMINATION DE LA FONCTION DE TEXTURE TOTALE f(g).. 129
2.- DONNEES UTILISEES 131
3.- TRAITEMENT DES DONNEES - DETERMINATION DE LA FONCTION DE TEXTURE TOTALE 135
3.1. Procédure de calcul 136
3.2. Choix du paramètre ϕ_0 138
3.3. Tests de validité 140
4.- RESULTATS ET DISCUSSION 144
5.- FIGURES DE POLES INVERSES 152
6.- CONCLUSION 160
Références chapitre IV 161

CHAPITRE V : SIMULATIONS DE TEXTURES DE DEFORMATION POUR LA CALCITE A L'AIDE DU MODELE DE TAYLOR 164
1.- TEXTURE ET GEOLOGIE 165
2.- BUT DE L'ETUDE 166
3.- LE MODELE DE TAYLOR 167
3.1. Déformation par glissement 167
3.2. Prise en compte du maclage 170
4.- PROGRAMMES DE CALCUL ET DONNEES UTILISEES 173
4.1. Orientations initiales 173
4.2. Tenseur gradient de déplacement 175
4.3. Systèmes de glissement et de maclage 175
4.4. Programmes d'exploitation 177

5.- SIMULATIONS EN DEFORMATION PLANE - RESULTATS ET DISCUSSION 177
5.1. Déformation à basse température 178
5.2. Déformation aux températures intermédiaires 180
5.3. Déformation à haute température 182
6.- SIMULATIONS EN DEFORMATION UNIAXIALE - RESULTATS ET DISCUSSION 184
7.- CONCLUSION 188
Références chapitre V 189

CONCLUSION GENERALE 192

ANNEXE I : Symétrisation des fonctions harmoniques sphériques généralisées. 195

ANNEXE II : Détermination de l'orientation d'un grain de calcite par mesures optiques..... 199

ANNEXE III : Calcul des rotations associées aux différentes variantes d'une relation d'orientation..... 202

INTRODUCTION

Le comportement anisotrope des polycristaux, dû à la nature anisotrope des monocristaux et à l'arrangement des cristallites dans un échantillon, est à l'origine même de l'intérêt porté à la texture au sens cristallographique de ce terme. Aussi le domaine de l'analyse quantitative des textures est-il devenu un carrefour où se rencontrent physiciens du solide, métallurgistes, géologues et mathématiciens. Une première caractéristique du paramètre texture est que, contrairement à beaucoup d'autres grandeurs, il n'est pas directement mesurable et fait appel à un appareil mathématique considérable pour sa détermination. En second lieu, la texture est en quelque sorte une "machine à voyager dans le temps" : en effet, si le métallurgiste attend de sa connaissance la possibilité de prévoir les propriétés d'un matériau, par contre le géologue espère, lui, qu'elle lui fournira un moyen de mieux comprendre l'histoire de la formation des couches rocheuses et donc un moyen d'explorer le passé. En outre, dans les deux cas, la texture est considérée comme un moyen essentiel de comprendre les mécanismes de déformation ou de transformation des matériaux cristallins. Il n'est donc pas étonnant de constater qu'aussi bien les techniques expérimentales que la conception même de fonction de texture et les moyens de la déterminer ont grandement évolué ces dernières années.

Si, dans un premier temps, l'analyse des textures s'est tout naturellement intéressée aux métaux cubiques laminés (cas "standard" des symétries cubique-orthorhombique), on constate à présent qu'elle se développe pour bien d'autres cas de symétries que, par opposition au cas cubique-orthorhombique, nous appellerons basses symétries.

Le présent travail a pour but de contribuer à la compréhension de certains mécanismes de déformation et de transformation dans des matériaux de basses symétries à partir de l'étude de leurs textures cristallographiques. Il reflète donc les caractéristiques de ce domaine de recherche en ce sens qu'il concerne des matériaux assez divers et s'inscrit dans l'évolution indiquée puisqu'il traite de matériaux à basses symétries et que les implications de la partie impaire de la fonction de texture seront examinées.

Au chapitre I est tracé le cadre théorique et expérimental dans lequel s'inscrit ce travail. Les spécificités de l'analyse des textures pour les matériaux de basses symétries, les formules analytiques à utiliser et la conception des programmes nécessaires à leur mise en oeuvre feront l'objet du chapitre II. C'est à travers l'exemple de deux transformations de texture, celle observée lors de la réduction d'un minerai de fer d'une part, et celle rencontrée dans les alliages fer-nickel, que seront discutées les possibilités offertes par l'analyse des textures pour améliorer la compréhension de ces mécanismes de transformation. Le chapitre suivant a pour but d'évaluer, à partir des résultats obtenus pour des échantillons de calcite, la contribution de la partie impaire de la fonction de texture pour des matériaux de basses symétries. Enfin, au chapitre V, seront examinés, toujours à l'aide de l'outil texture, les mécanismes de déformation dans de tels matériaux en confrontant les prévisions théoriques et les résultats observés lors de déformations réelles.

CHAPITRE I

EVOLUTION DE LA CONCEPTION DE FONCTION DE TEXTURE ET DES MOYENS EXPERIMENTAUX DE MESURE DE FIGURES DE POLES

INTRODUCTION

1.- L'AVENEMENT DE L'ANALYSE QUANTITATIVE DES TEXTURES

2.- L'EXISTENCE DE FANTOMES

3.- L'ORIGINE REELLE DES DIFFICULTES

- 3.1.- Fonction de texture et symétrie du cristal
- 3.2.- Fonction de texture et symétrie de l'échantillon
- 3.3.- Relation entre fonction de texture et figures de pôles

4.- DETERMINATION DE LA FONCTION DE TEXTURE TOTALE

5.- LA METHODOLOGIE

6.- LES TECHNIQUES DE MESURE DANS L'ETUDE DES TEXTURES

INTRODUCTION

Le présent travail a été effectué au cours d'une période où avait lieu une évolution rapide des conceptions théoriques concernant l'influence des symétries sur la définition de la fonction de distribution des orientations ou fonction de texture et sur sa déterminabilité. Aussi les différents chapitres, tels des couches géologiques, peuvent-ils être datés en fonction de cette évolution à laquelle nous avons tenté de contribuer.

Dans le présent chapitre un bref historique des concepts et problèmes relatifs au domaine de l'analyse quantitative des textures est présenté afin de situer notre travail. Nous avons volontairement limité dans ce chapitre le nombre de formules et équations utilisées.Elles seront en effet explicitées au chapitre suivant pour les cas de symétries considérés. Nous voudrions davantage, ici, insister sur les concepts et leurs conséquences pour les méthodologies actuellement existantes.

I.- L'AVENEMENT DE L'ANALYSE QUANTITATIVE DES TEXTURES

La possibilité de déterminer, grâce à la diffraction des rayons X, la distribution des normales à des plans cristallographiques d'un échantillon polycristallin (figures de pôles) fut à la base des premières études de texture. De tels travaux aboutissent à la description de la texture par la donnée de quelques orientations idéales déduites des positions géométriques des pics principaux repérés dans les figures de pôles mesurées /1 /. C'est en 1965 que, simultanément, Bunge et Roe/2 ,3/ proposaient une solution analytique pour calculer la fonction de distribution des orientations, ou fonction de texture, à partir des figures de pôles mesurées pour un échantillon donné. La relation entre figure de pôles et fonction de texture se traduit mathématiquement par une équation intégrale. La solution proposée par ces auteurs repose, en premier lieu, sur la possibilité de développer en séries les fonctions distribution des orientations d'une part, et figures de pôles (ou plus rigoureusement densité de pôles) d'autre part, sur des bases de fonctions bien adaptées aux conditions du problème, à savoir les

harmoniques sphériques généralisés et les fonctions harmoniques simples respectivement.

Bien qu'en théorie une infinité de figures de pôles soit nécessaire pour calculer l'infinité de coefficients du développement en série de la fonction de texture, la possibilité pratique d'obtenir une solution satisfaisante est offerte dans la mesure où la convergence de ces séries permet leur troncature et rend donc possible la solution de l'équation intégrale à partir d'un nombre limité de figures de pôles. Les études de texture alors entreprises avaient donc pour but la détermination des coefficients C_l^{mn} du développement en série de la fonction de texture f(g) sur la base de ces fonctions harmoniques sphériques généralisés $T_l^{mn}(g)$, soit :

$$f(g) = \sum_l \sum_m \sum_n C_l^{mn} \; T_l^{mn}(g) \qquad (1.1)$$

Bunge et Roe reconnurent également que les symétries de l'échantillon et du cristal permettaient de réduire le nombre de coefficients C_l^{mn} à déterminer. Toutefois le développement (1.1) était limité aux termes d'indice l pairs, ce qui correspondait aux possibilités pratiques de calcul : en effet les figures de pôles mesurées, soumises à la loi de Friedel, se développent en série sur la base des harmoniques sphériques d'indices l pairs et ne permettent donc de remonter directement qu'aux seuls coefficients C_l^{mn} d'indices l pairs.

Tandis que cette méthodologie, qui offrait la possibilité de déterminer la fonction de distribution des orientations à partir d'un ensemble de figures de pôles complètes ou incomplètes /4,5,6,7/ était largement appliquée, notamment aux métaux de réseau cubique, Ruer, reprenant et améliorant sensiblement les travaux de Williams /8/, proposait une autre voie de calcul de la fonction de texture en utilisant non plus une fonction continue f(g), mais une fonction discrétisée dénommée vecteur texture /9/. Cette méthode, dite vectorielle, a depuis été étendue par A. Vadon au cas des cristaux non cubiques /10/.

2.- L'EXISTENCE DE FANTOMES

Dans la méthode harmonique la nécessité de tronquer la série représentant la fonction texture f(g) conduit donc à une solution approchée, d'autant plus satisfaisante que la convergence de cette série est rapide, et explique l'apparition fréquente de faibles oscillations qui ne correspondent pas réellement à des variations de la fonction de texture. Toutefois Pospiech signalait l'existence dans certaines textures de pics secondaires qui ne pouvaient être attribués à ce seul effet de troncature et introduisait le nom de fantôme pour attirer l'attention sur ce point /11/ déjà remarqué par Matsuo /37/. En 1979, reprenant le problème de l'équation intégrale qui relie figures de pôles et fonction de texture, Matthies indiquait que, dans le formalisme de la méthode harmonique, il fallait écrire le développement en série (1.1) de f(g) en incluant les termes d'indice 1 pairs et impairs quelle que soit la symétrie de réseau de l'échantillon /12,13/. Seul l'opérateur mathématique décrivant la "projection", c'est-à-dire le passage de la fonction de texture à la figure de pôles, était responsable de la disparition des termes d'indices 1 impairs du développement de la figure de pôles. Ces travaux posaient donc plusieurs problèmes extrêmement importants :

i) la fonction de texture est-elle entièrement déterminable à partir de mesures de figures de pôles ?

ii) existe-t-il une méthode d'analyse qui puisse surmonter ces difficultés ?

En outre apparaissait clairement la nécessité de reconsidérer le rôle particulier du centre de symétrie dans l'analyse des textures.

3. - L'ORIGINE REELLE DES DIFFICULTES

3.1. Fonction de texture et symétrie du cristal

En adoptant le point de vue le plus général possible, Esling, Muller et Bunge /14,17/ définissent une orientation comme la transformation

orthogonale qui amène, à translation près, un repère K_A lié à l'échantillon sur le repère K_B lié au cristal. Une telle transformation orthogonale est un élément du groupe orthogonal noté O(3) qui est le produit cartésien du groupe des rotations SO(3) (groupe utilisé jusque là pour définir la fonction de texture) par le groupe binaire $\{1,\bar{1}\}$:

$$O(3) = SO(3) \cdot \{1,\bar{1}\} \qquad (1.2)$$

où 1 et $\bar{1}$ représentent respectivement l'identité et l'inversion centrale ou centre de symétrie. La fonction de texture est donc une application , f , de O(3) dans $\mathbb{R}^+$. La nature non connexe de O(3), indiquée par (1.2), impose de scinder la fonction f en un couple $\{f^R,f^L\}$ de fonctions définies chacune sur le groupe des rotations SO(3) . A partir de cette définition tout à fait générale ces auteurs examinent l'effet des symétries et tout d'abord celui du groupe de symétrie caractéristique du cristal /15,16/, ce qui les amène à distinguer trois cas :

- cristaux énantiomorphes, c'est-à-dire dont le groupe de symétrie ne contient que des rotations : dans ce cas la définition précédente de la fonction de texture par un couple $\{f^R,f^L\}$ est nécessaire compte tenu de l'existence possible dans le matériau de deux ensembles indépendants de cristaux gauches et droits.

- cristaux possédant un centre de symétrie : dans ce cas les fonctions f^R et f^L sont égales et donc une seule fonction définie sur SO(3) suffit à caractériser la répartition des orientations.

- cristaux dont le groupe de symétrie possède un élément de type rotation inverse : dans ce cas également les deux fonctions f^R et f^L sont liées et la détermination de l'une d'entre elles est suffisante.

En nous limitant au cas considéré dans ce travail, c'est-à-dire celui des cristaux possédant un centre de symétrie, ces résultats indiquent donc que la texture peut être caractérisée par une seule fonction que nous

noterons à nouveau f(g) et que le centre de symétrie n'impose aucune condition particulière d'invariance de cette fonction. Ce dernier point confirme donc bien que, dans la méthode harmonique, le développement en série (1.1) doit contenir des termes d'indices l pairs et impairs.

3.2.- Fonction texture et symétrie d'échantillon

Un procédé de déformation appliqué à un échantillon polycristallin peut également induire des symétries dont il faut tenir compte.

Il est bien connu par exemple que la déformation plane, approximativement réalisée lors du laminage, induit une symétrie d'échantillon orthorhombique qui apparait dans les figures de pôles. Un point de vue consiste à dire qu'il existe plusieurs possibilités de choix pour le repère d'échantillon; quel que soit ce choix la fonction densité d'orientations sera la même et les repères peuvent donc être considérés comme équivalents. Il faut cependant noter que la symétrie d'échantillon a seulement un sens statistique et n'a pas la rigueur imposée par la symétrie du cristal. La description la plus générale possible de ces symétries nécessite l'utilisation des groupes colorés ou groupes de Shubnikov /15/.

Pour le présent travail il est important de noter que ces études montrent que si le groupe de symétrie cristallin contient l'inversion centrale $\bar{1}$ ceci implique une centro-symétrie, dite conventionnelle, d'échantillon /15/. Cette propriété particulière est due au fait que l'opérateur centre de symétrie commute avec toute rotation. Lorsque le groupe de symétrie d'échantillon contient les seuls éléments 1 et $\bar{1}$, cas que nous appellerons symétrie triclinique, une seule fonction de distribution des orientations est nécessaire; ce résultat découlait déjà de la centro-symétrie du cristal. Par contre ceci n'implique aucune condition restrictive additionnelle comme par exemple la disparition des termes de rang impairs.

Les analyses de texture présentées dans les chapitres suivants ont toutes été effectuées en considérant cette symétrie triclinique d'échantillon.

3.3.- Relation entre fonction de texture et figures de pôles

Reprenons le point de vue le plus général où la fonction de texture est définie par un couple $\{f^R, f^L\}$ et, oubliant pour l'instant tout aspect physique de la diffraction, recherchons la fonction mathématique $P_{\overrightarrow{h_i}}(\vec{y})$ qui représente la densité de cristallites pour lesquels le vecteur $\overrightarrow{h_i}$ repéré dans le réseau cristallin coïncide avec le vecteur $\vec{y}$ repéré dans le repère d'échantillon K_A supposé droit. La relation établie par Esling entre cette fonction $P_{\overrightarrow{h_i}}$ et ce couple $\{f^R, f^L\}$ /16/ s'écrit :

$$P_{\overrightarrow{h_i}}(\vec{y}) = \int_{\vec{y}=g\,\overrightarrow{h_i}} f^R(g)\,dg + \int_{\vec{y}=g\bar{1}\overrightarrow{h_i}} f^L(g)\,dg \qquad (1.3)$$

Elle indique que contribuent à la fonction $P_{\overrightarrow{h_i}}(\vec{y})$:

- d'une part tous les cristallites de type droit tels que $\overrightarrow{h_i}$ coïncide avec $\vec{y}$ (donc tels que $\vec{y} = g\,\overrightarrow{h_i}$) ce qui donne la première intégrale;

- d'autre part tous les cristallites de type gauche tels que, après application du centre d'inversion $\bar{1}$, $\overrightarrow{h_i}$ coïncide avec $\vec{y}$ (soit $\vec{y} = g\,\bar{1}\,\overrightarrow{h_i}$) ce qui correspond à la deuxième intégrale.

Le cas d'un matériau où la symétrie cristalline comporte un centre de symétrie se déduit en "passant à la limite" (un cristal centro-symétrique est à la fois gauche et droit) : dans la relation (1.3) n'apparaît plus alors qu'une seule fonction puisque $f = f^R = f^L$. Si l'on considère les développements en séries de $P_{\overrightarrow{h_i}}(\vec{y})$ et de $f(g)$ on constate alors que les

termes d'indices l impairs se détruisent dans le membre de droite.

Ainsi l'existence d'un centre de symétrie dans le cristal implique la centro-symétrie de la fonction $P_{\vec{h}_j}(\vec{y})$ (c'est-à-dire la disparition des termes d'indices l impairs). La loi de Friedel (égalité des facteurs de structure $|F_{\vec{h}}| = |F_{-\vec{h}}|$) n'introduit donc pas de condition supplémentaire dans ce cas. La figure de pôles $P_{h_j}(y)$, superposition des fonctions $P_{\vec{h}_j}(\vec{y})$ et $P_{-\vec{h}_j}(\vec{y})$, ne rend compte que d'une partie de la fonction de texture f(g), appelée partie déterminable $\tilde{f}(g)$/15,16/ On peut en effet décomposer f(g) sous la forme :

$$f(g) = \tilde{f}(g) + \tilde{\tilde{f}}(g) \qquad (1.4)$$

Dans le cas des cristaux centro-symétriques la partie déterminable $\tilde{f}(g)$ a un développement en série qui ne contient que des termes d'indices l pairs alors que $\tilde{\tilde{f}}(g)$ regroupe les termes d'indices l impairs. $\tilde{\tilde{f}}(g)$ n'apporte aucune contribution à la figure de pôles ou, en termes plus mathématiques, $\tilde{\tilde{f}}(g)$ appartient au noyau de l'application qui à f(g) associe une figure de pôles.

Aussi se pose la question capitale de savoir s'il est possible malgré tout de déterminer une valeur approchée de $\tilde{\tilde{f}}(g)$.

4.- DETERMINATION DE LA FONCTION DE TEXTURE TOTALE

Une formule dite de projection en retour ("reprojection method") a été proposée /12,18/ et démontrée /19/ pour "inverser" le problème de l'équation intégrale présentée en (1.3). Cette formule ne fait aucunement appel aux développements en séries et fournit donc une solution exacte, sans erreur de troncature, à l'équation intégrale fondamentale. Elle montre qu'à partir d'un ensemble (supposé continu !) de figures de pôles il n'est possible de déterminer exactement que la partie $\tilde{f}(g)$ de la fonction de texture totale f(g).

La situation n'est toutefois pas aussi désespérée qu'il n'y paraît puisque des solutions ont été proposées pour obtenir une valeur approchée de la partie non déterminable directement, $\tilde{\tilde{f}}(g)$ /20/, en utilisant les éventuels "domaines zéro" des figures de pôles /21a,21b/ ou en modélisant la fonction de texture (en supposant a priori par exemple des formes gaussiennes /22/). La technique du "domaine zéro", proposée par Bunge et Esling /21a,21b/, est basée sur le fait que la fonction de texture totale f(g) est par définition positive ou nulle :

$$f(g) = \tilde{f}(g) + \tilde{\tilde{f}}(g) \geq 0 \qquad (1.5)$$

Le domaine zéro dans l'espace des orientations, qui se déduit de ceux observés dans les figures de pôles, est justement le domaine pour lequel l'inégalité (1.5) devient une égalité. Si ce domaine est suffisamment étendu il est donc possible de déduire $\tilde{\tilde{f}}(g)$ connaissant $\tilde{f}(g)$.

Nous verrons au chapitre IV qu'il existe aussi des possibilités de détermination de $\tilde{\tilde{f}}(g)$ si l'on utilise des mesures individuelles d'orientation au lieu des mesures habituelles de figures de pôles.

5.- LA METHODOLOGIE

Bien que dès l'origine Matthies ait entrevu que le problème de la partie non directement déterminable $\tilde{\tilde{f}}$ se posait quelle que soit la méthode d'analyse /12,13,23/, bien que les travaux de Bunge et co-auteurs /15/, Esling /16/tentent de dépasser toute notion de méthode, la question de l'influence de la méthode sur la qualité de l'analyse s'est posée au cours de cette période d'évolution des concepts. Ainsi, reprenant un exemple théorique publié par Matthies et Pospiech /24/, Pospiech, Ruer et Baro /25/ montraient que la méthode vectorielle, partant d'un ensemble de figures de pôles, permettait de calculer $\tilde{f}(g)$ et $\tilde{\tilde{f}}(g)$ de manière satisfaisante. Mais dans cet exemple les figures de pôles présentent de larges domaines nuls dont tire avantage la méthode vectorielle qui impose systématiquement la positivité du résultat donné sous forme de vecteur texture. Ce sont bien ces domaines zéro qui permettent de calculer la fonction de texture totale comme le montrent

les résultats d'Esling, Bechler et Bunge qui, partant des mêmes figures de pôles, obtiennent avec la méthode du domaine zéro un résultat encore plus précis en utilisant les développements en séries harmoniques /26/. Un exemple très frappant, présenté par Matthies et Wagner /27/, permet de mieux cerner les limites liées aux méthodes. La figure 1.1. montre trois figures de pôles choisies parmi une infinité de figures de pôles théoriquement disponibles (il faut noter que ces figures de pôles ne présentent pas de domaine zéro et qu'en dehors des pics indiqués par les lignes de niveau existe toujours une densité non nulle). Les figures 1.2.a) et 1.2.b) montrent deux fonctions de texture f_1 et f_2 dont les "projections" fourniraient exactement les figures de pôles présentées à la figure 1.1. Mieux même, toute fonction de texture f(g) de la forme :

$$f(g) = c_1 f_1(g) + c_2 f_2(g) \qquad (1.6)$$

avec : $c_1 + c_2 = 1$ et $c_1 , c_2 \geq 0$

donne elle aussi les mêmes figures de pôles. Bien entendu toutes ces fonctions ne diffèrent entre elles que par leur partie impaire. Toute méthode d'analyse appliquée au cas des figures de pôles proposées ne pourra donc fournir que l'une des solutions possibles définies en (1.6). (La méthode harmonique et la méthode vectorielle conduisent à la solution $c_2 = 1$, $c_1 = 0$). La véritable question qui se pose, quelle que soit la méthodologie, est donc de savoir définir la "largeur de variation" du spectre des solutions possibles /12/ /27/. Il est clair, d'après les exemples cités précédemment, que l'existence de larges domaines zéro réduit considérablement cette "largeur de variation" et ouvre alors la possibilité d'obtenir une bonne approximation pour $\tilde{f}(g)$.

L'exemple illustré par les figures 1.1. et 1.2. montre que la question de la détermination de la fonction totale f(g) est une question de principe et non de méthode d'analyse. On peut donc considérer avec plus de sérénité les avantages et inconvénients respectifs des méthodes existantes. Dans la méthode vectorielle/9,10/les programmes de calcul assurent la positivité des composantes du vecteur texture et l'existence de domaines zéro dans les figures de pôles permet de fixer à zéro certaines de ces composantes.

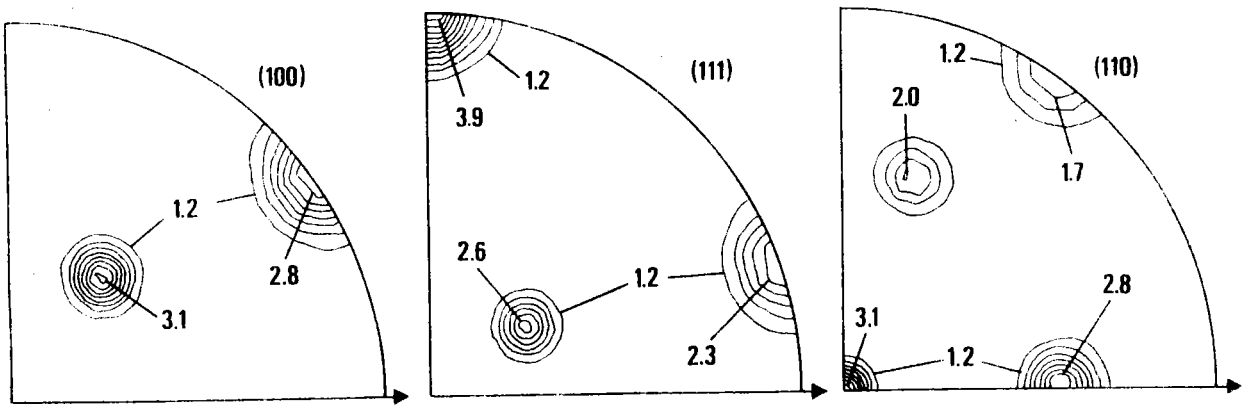


Fig. 1.1.: Figures de pôles (100), (111), (110) choisies parmi une infinité de figures de pôles compatibles.

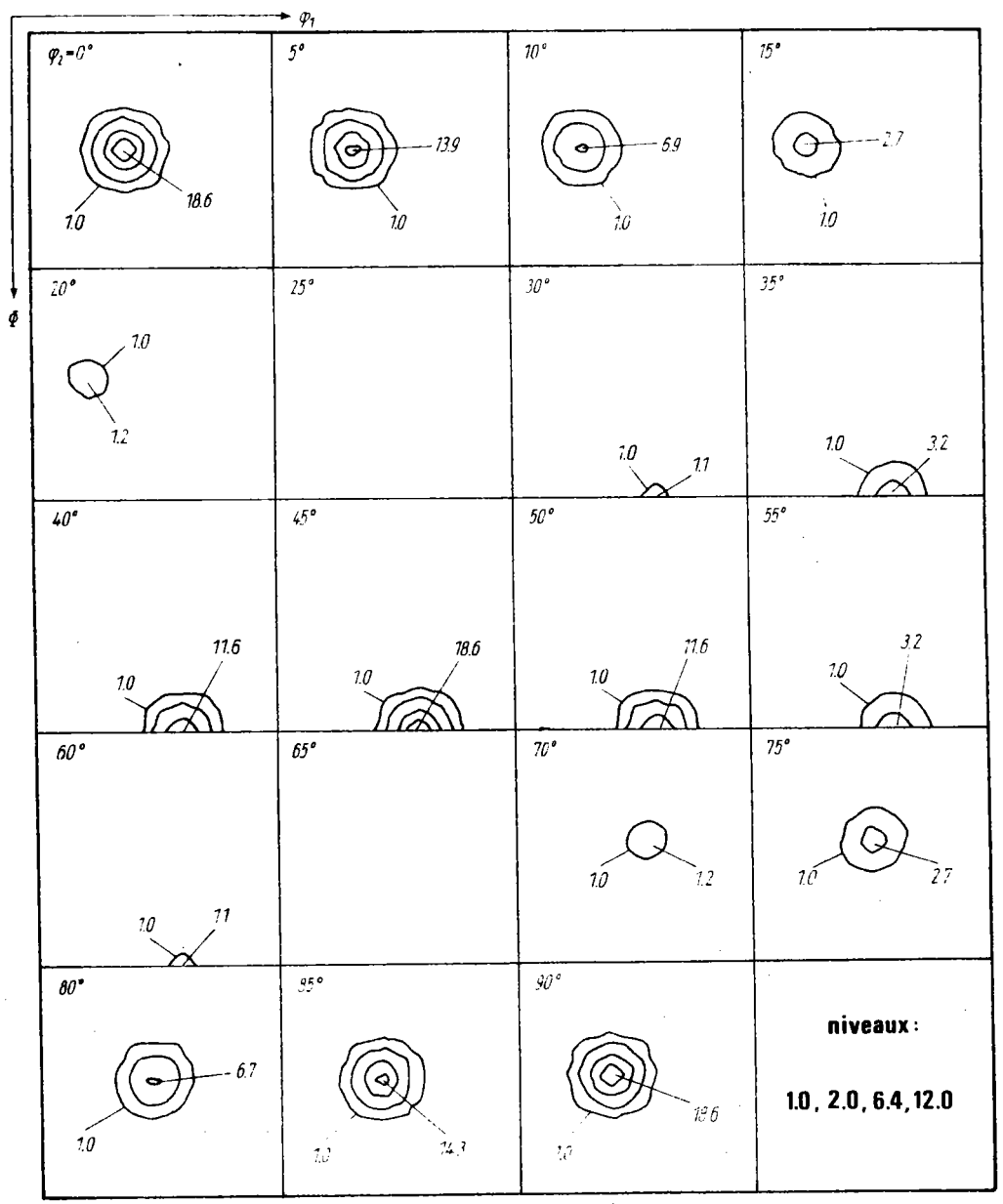


Fig. 1.2.a) : Fonction de texture $f_1(g)$ correspondant exactement aux figures de pôles de la figure 1.1.

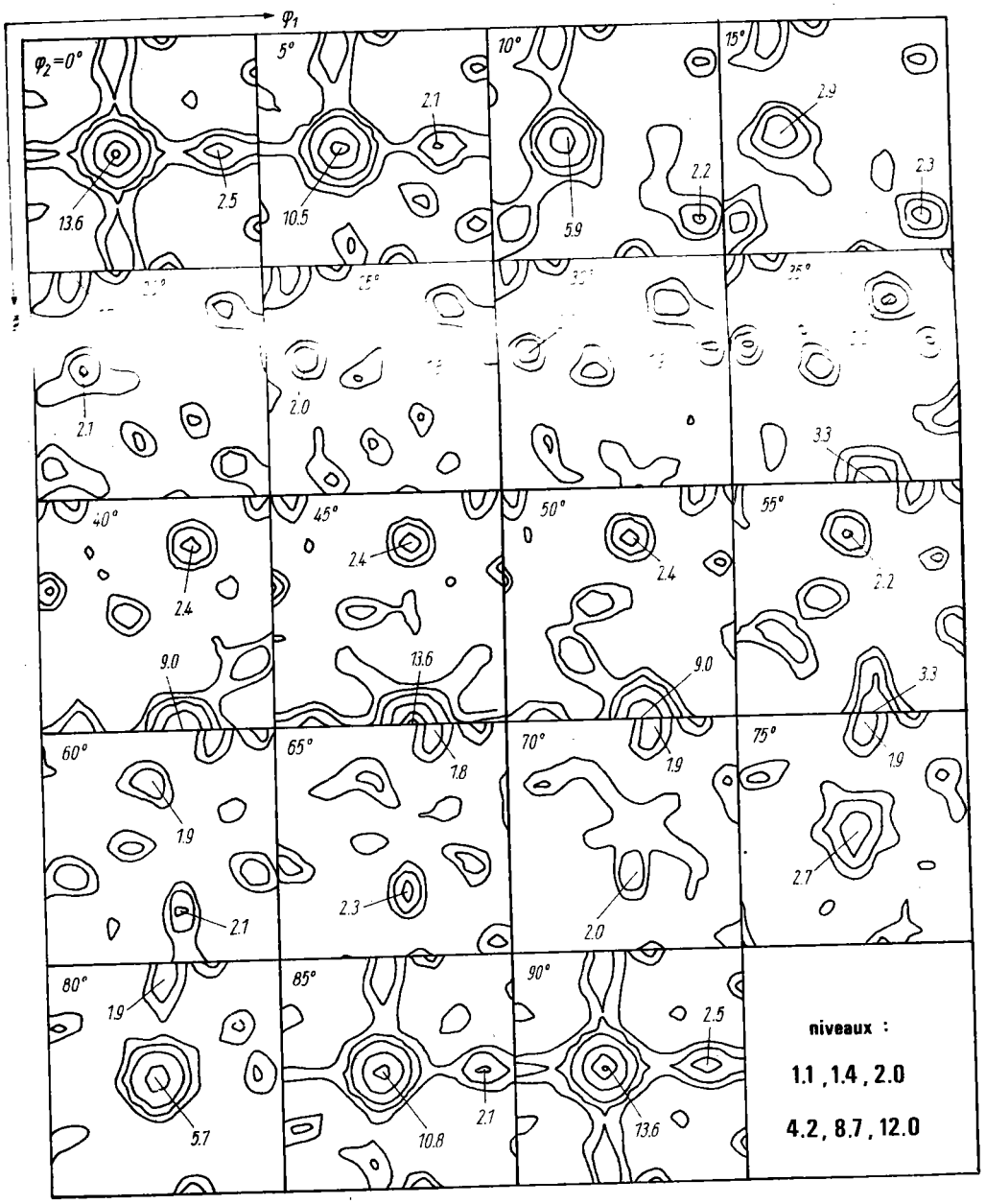


Fig. 1.2.b) : Fonction de texture $f_2(g)$ correspondant exactement aux figures de pôles de la figure 1.1.

Par contre la décomposition en parties déterminable $\tilde{f}(g)$ et non directement déterminable $\tilde{\tilde{f}}(g)$ n'a jamais été présentée dans ce formalisme si bien que règne une certaine incertitude quant aux dimensions du noyau de l'application fonction de texture → figure de pôles. La définition d'une "largeur de variation" du spectre des solutions semble donc plus difficile dans ce cas. Dans la méthode harmonique il est plus aisé de cerner mathématiquement les questions. Ainsi la décomposition en termes d'indices l pairs et impairs, dans le cas de cristaux centro-symétriques, permet-elle de fixer $\tilde{f}(g)$ et, dans certains cas, d'évaluer $\tilde{\tilde{f}}(g)$. Par contre le formalisme mathématique de la méthode harmonique rend plus difficile l'introduction dans les calculs de l'inégalité $f(g) \geqslant 0$ qui permettrait une convergence plus rapide vers une solution admissible.

C'est la méthode harmonique qui a été mise en oeuvre pour l'analyse des textures considérées dans les problèmes de transformation présentés dans le présent travail ainsi que pour l'évaluation de la partie non directement déterminable $\tilde{\tilde{f}}(g)$ pour des matériaux de symétries rhomboédrique-triclinique.

6.- LES TECHNIQUES DE MESURE DANS L'ETUDE DES TEXTURES

Deux voies s'ouvrent à celui qui souhaite collecter des données pour calculer la fonction de distribution des orientations relative à un matériau donné.

La première solution consiste à relever de manière individuelle l'orientation d'un grand nombre de grains (par microscopie optique dans certains cas /28/, ou diffraction électronique /29,30/ par exemple). Bien que l'évolution des concepts concernant la fonction de texture confère à cette manière de collecter les données un très grand intérêt, elle reste pour l'instant fort peu utilisée, notamment parce qu'elle nécessite un travail humain long et fastidieux. En outre, cette solution suppose que le matériau soit constitué de grains de même volume puisque les techniques actuellement

utilisées ne livrent que l'orientation de chaque grain.

La deuxième méthode, de loin la plus employée, consiste à utiliser la diffraction pour mesurer des figures de pôles. Le principe de telles mesures a été défini par Schultz dès 1949 /31/. L'évolution des conditions de mesure concerne essentiellement deux aspects :

i) l'utilisation de calculateurs programmables pour "piloter" l'expérience;

ii) l'utilisation de la diffraction neutronique au lieu de celle plus classique des rayons X.

L'association d'un calculateur commandant des moteurs pas à pas et d'ensembles mécaniques de haute précision permet aujourd'hui d'obtenir des goniomètres de texture pour lesquels les mouvements angulaires sont définis au $100^{ème}$ de degré près. En outre, le calculateur facilite grandement l'exploration de la sphère des pôles pour des découpages particuliers (par exemple découpage à aires égales) chaque position de mesure pouvant être calculée au cours de l'expérience. Il offre aussi des possibilités nouvelles /32/ de raffinement des mesures dans une zone particulière ou facilite la mise en oeuvre de mesures pour les échantillons dits composites /33/.

La diffraction neutronique, mise en oeuvre dans le domaine des textures dès 1953 /34/, offre deux avantages principaux comparée à celle des rayons X :

- le grand pouvoir pénétrant des neutrons permet de travailler avec des échantillons nettement plus volumineux que pour les rayons X. L'ordre de grandeur du volume exploré en diffraction neutronique rapporté à celui exploré en diffraction X est de 1000. Ceci implique que l'aspect statistique des mesures de figures de pôles est grandement amélioré. (La diffraction neutronique s'impose notamment lorsqu'il s'agit de mesurer des figures de pôles pour des échantillons à gros grains comme c'est souvent le cas pour les roches);

- la possibilité d'"immerger" complètement l'échantillon dans le faisceau de neutrons lors de la mesure d'une figure de pôles complète réduit le nombre de corrections à apporter aux valeurs enregistrées. En particulier le problème toujours délicat du raccordement des mesures effectuées en réflexion et transmission disparait totalement dans ce cas.

Nous reviendrons au chapitre III, en présentant quelques résultats obtenus en diffraction neutronique, sur le traitement des figures de pôles mesurées dans ces conditions.

En tout état de cause, les études comparatives entre diffraction X et neutronique /35,36/ plaident en faveur de cette dernière qui, à condition que les temps de comptage soient suffisamment longs, semble conduire à des résultats plus précis.

Toujours dans le cadre de mesures de figures de pôles, l'utilisation de "faisceaux blancs" (rayons X ou neutrons) et d'analyseurs d'énergie semble une voie intéressante pour obtenir en une seule expérience un ensemble de figures de pôles. Il reste toutefois à définir pour ce type d'expérience les meilleures conditions de mesure ainsi que les corrections à apporter aux valeurs enregistrées compte tenu du mode opératoire.

- REFERENCES : CHAPITRE I -

/1/ WASSERMANN,G. et GREWEN,J., Texturen metallischer Werkstoffe, Springer-Verlag - Berlin (1962).

/2/ BUNGE, H.J., Z. Metallkde, 56, p. 872 (1965).

/3/ ROE,R.J., J. Appl. Phys. 36, p. 2024 (1965).

/4a/ BUNGE,H.J., Mathematische Methoden der Texturanalyse (Akademie Verlag, Berlin) (1969).

/4b/ BUNGE,H.J., Texture Analysis in Materials Science - Mathematical Methods (Butterworth, London) (1983).

/5/ Quantitative Texture Analysis, éd. BUNGE, H.J. and ESLING, C., (D.G.M Metallurgy Information, New-York, Oberürsel), (1982)

/6/ POSPIECH,J. et JURA,J., Zeit. Metallkd., 65, p. 324 (1974)

/7/ HUMBERT,M. et BERGMANN,H.W., J. Appl. Cryst., 13, p. 500 (1980)

/8/ WILLIAMS,R.O., Trans. Met. Soc. AIME, 242, p. 105, (1968)

/9/ RUER,D , Thèse de Doctorat d'Etat (Université de Metz), (1976)

/10/ VADON,A., Thèse de Doctorat d'Etat (Université de Metz), (1981).

/11/ POSPIECH,J., Institut de Métallurgie, Cracovie, Communication privée

/12/ MATTHIES,S., Phys. Status Solidi (b) 92, p. k135 (1979)

/13/ MATTHIES,S., Kristall und Technik, 15, p. 431 (1980).

/14a/ ESLING,C., BUNGE,H.J. and MULLER,J., J. Physique Lett. 41, p. L-543 (1980).

/14b/ ESLING,C., BUNGE,H.J. et MULLER,J., C.R. Hebd. Séan. Acad. Sci. 291B, p. 263 (1980).

/15/ BUNGE,H.J., ESLING,C. et MULLER,J., Acta Cryst., A37, p. 889 (1981).

/16/ ESLING,C., Thèse de Doctorat d'Etat (Université de Metz), (1981).

/17/ BUNGE,H.J., ESLING,C. and MULLER,J., Proceedings of the 6th ICOTOM, vol. 2, p.1275, édité par : The Iron and Steel Institute of Japan (1982).

/18/ MATTHIES,S., Kristall und Technik, 15, p. 1323 (1980).

/19/ MULLER,J., ESLING,C. and BUNGE,H.J., J. Physique, 42, p. 161 (1981).

/20/ ESLING,C. and BUNGE,H.J., Proceedings of the 6th ICOTOM, vol. 2, p. 1426, édité par : The Iron and Steel Institute of Japan (1982).

/21a/ BUNGE,H.J. and ESLING,C., J. Physique Lett. 40, p. L-627 (1979).

/21b/ BUNGE,H.J. et ESLING,C., C.R. Hebd. Séan. Acad. Sci., 289B, p. 163 (1979).

/22/ LÜCKE,K., POSPIECH,J., VIRNICH,K.H. et JURA,J., Acta Met., 29, p. 167 (1981)

/23/ MATTHIES,S., Kristall und Technik, 15, p. 601 (1980).

/24/ MATTHIES,S. und POSPIECH,J., Phys. Stat. Sol. (b) 97, p. 547 (1980).

/25/ POSPIECH,J., RUER,D. et BARO,R., J. Appl. Cryst., 14, p. 230 (1981).

/26a/ ESLING,C., BECHLER-FERRY,E. and BUNGE,H.J., J. Physique Lett. 42, p. L-141 (1981).

/26b/ ESLING,C., BECHLER-FERRY,E. et BUNGE,H.J., C.R. Hebd. Séan. Acad. Sci., 292B, p. 159 (1981).

/27/ MATTHIES,S. et WAGNER,F., Phys. Stat. Sol. (b), 107, p. 591 (1981).

/28/ TURNER,F.J., GRIGGS,D.T., CLARK,R.H. et DIXON,R., Geol. Soc. Amer. Bull., 67, p. 1259 (1956).

/29/ HAESSNER,F., JAKUBOWSKI,V. et WILKENS,M., Acta Met., 14, p. 454 (1966).

/30/ HAESSNER,F., Proceedings of the 6th ICOTOM, vol. 1, p. 223, édité par : The Iron and Steel Institute of Japan (1982).

/31/ SCHULZ,L.G., J. Appl. Phys., 20, p. 1030 (1949).

/32/ HUMBERT,M., LARUELLE,C. et HEIZMANN,J.J., Mém. et Et. Sc. Rev. Métal. à paraître.

/33/ ELIAS,J.A., HECKLER,A.J., Trans. Met. Soc. AIME, 239, p. 1237 (1967).

/34/ BROCKHOUSE,B.N., Canad. J. Phys., 31, p. 353 (1953).

/35/ BETZL,M. et TOBISH,J., Thèse de Doctorat, Technische Universität, Dresde (R.D.A.), (1973).

/36/ EDER,O.J. et KLEMENCIC,R., J. Appl. Cryst., 8, p. 628 (1975).

/37/ MATSUO,M., TANI, S. et HAYAMI,S., Acta Cryst., A28, p.239, (1972)

CHAPITRE II

SPECIFICITES DE L'ANALYSE TRIDIMENSIONNELLE DES TEXTURES POUR LES BASSES SYMETRIES - CONCEPTION DES PROGRAMMES

INTRODUCTION

I ASPECTS MATHEMATIQUES

1 Figure de pôles sans symétrie

2 La fonction de texture et la symétrie du cristal

2.1 Conditions d'invariance dues à la symétrie du cristal

2.2 Détermination des fonctions harmoniques symétrisées

a) Symétrie rhomboèdrique

b) Symétrie cubique

c) Harmoniques simples symétrisés

3 L'espace d'Euler

3.1 Symétrie rhomboèdrique

3.2 Symétrie cubique

4 La relation fondamentale

5 La figure de pôles inverse

II LES PROGRAMMES

1 Généralités

2 Programme bibliothèque

2.1 Fonctions et coefficients calculés

2.2 Organisation et caractéristiques du programme bibliothèque

3 Programmes d'analyse

4 Programmes de synthèse

5 Programmes de calcul de figures de pôles directes et inverses

6 Programmes de dessin

CONCLUSION

INTRODUCTION

Si le formalisme général de l'analyse quantitative des textures proposé par BUNGE /1,2/ englobe tous les cas de symétrie du cristal et de l'échantillon, son utilisation effective nécessite en premier lieu l'établissement de formules analytiques détaillées. Il faut notamment expliciter les fonctions harmoniques symétrisées, simples et généralisées, qui sont, dans ce formalisme général, indiquées de manière symbolique (un point pour la symétrie d'échantillon et deux points pour la symétrie du cristal).

Lorsqu'il s'agit d'écrire les programmes nécessaires pour rendre opérationnelle cette méthode d'analyse il convient en outre de mener les calculs analytiques le plus loin possible afin de simplifier ce travail et de diminuer les temps de calcul.

Dans ce chapitre, nous avons rassemblé les relations établies dans le cas d'une symétrie triclinique d'échantillon et pour les symétries rhomboëdrique (trigonale) et cubique du cristal. Leurs spécificités ainsi que leur utilisation pour l'établissement de chaînes de programmes seront explicitées. Enfin, l'organisation de ces différents programmes sera brièvement présentée.

Les notations utilisées dans ce chapitre ainsi que dans les suivants sont conformes à celles proposées par Bunge dans l'édition allemande de son livre /2/. Compte tenu de la diffusion de cet ouvrage il nous a, en effet, semblé plus simple, pour rendre ce travail directement utilisable, de nous conformer scrupuleusement aux définitions qui y figurent (paramètres angulaires, polynômes, fonctions) même si l'on peut leur reprocher d'introduire parfois dans les formules des complications inutiles.

I ASPECTS MATHEMATIQUES

1 Figure de pôles sans symétrie

Dans ce chapitre la fonction densité de pôles, $P_{hi}(y)$, est la fonction déterminable à partir d'une expérience "classique" de diffraction c'est-à-dire une expérience soumise à la loi de Friedel. Elle indique

donc la fraction de volume du matériau pour laquelle les cristallites ont une direction (de droite) cristalline hi fixée parallèle à la direction macroscopique repérée par y ($\overrightarrow{hi}$ ou $-\overrightarrow{hi}$ coincident avec $\vec{y}$).

Avec les notations de Matthies /3,4/ une telle fonction serait notée $\tilde{P}_{hi}(y)$ par opposition à la fonction "mathématique" éventuellement observable en diffraction anomale /5/.

Lorsque l'échantillon ne possède pas de symétrie (symétrie triclinique) le développement de la fonction densité de pôles $P_{hi}(y)$ sur la base des fonctions harmoniques sphériques $k_l^n(y)$ s'écrit :

$$P_{hi}(y) = \sum_{\substack{l=0 \\ (2)}}^{\infty} \sum_{n=-l}^{n=l} F_l^n(hi)\, k_l^n(y) \qquad (2.1)$$

A cause de la centro-symétrie (du cristal ou de la diffraction) seuls les termes d'indice l pair interviennent.

Cette fonction doit satisfaire aux critères suivants :

- être réelle
- être normée
- être positive ou nulle

La positivité est en principe assurée puisque $P_{hi}(y)$ est proportionnelle à l'intensité mesurée pour la figure de pôles $I_{hi}(y)$. Dans la pratique la troncature de la série à un rang l=lmax fini peut entrainer des valeurs faiblement négatives pour certains y (phénomène d'oscillations au pied d'un pic par exemple).

Compte tenu du fait que les fonctions harmoniques sphériques $k_l^n(y)$ sont des fonctions à valeurs complexes qui s'écrivent :

$$k_l^n(y) = k_l^n(\phi,\beta) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \; e^{in\beta} \; \overline{P_l^n}(\phi) \qquad (2.2)$$

avec $\overline{P_l^n}(\phi)$ polynôme associé au polynôme de Legendre toujours réel,

le premier critère ($P_{hi}(y)$ réelle) impose pour les coefficients $F_l^n(hi)$ la relation :

$$F_l^{-n}(hi) = (-1)^n F_l^n(hi)^* \qquad (2.3)$$

(L'étoile marque la conjugaison complexe)

En reportant (2.3) dans (2.1) on obtient alors pour $P_{hi}(y)$ un développement qui ne contient plus que des termes avec un indice $n \geq 0$:

$$P_{hi}(y) = \sum_{l=0}^{lmax} \{F_l^0(hi)\, k_l^0(y) + \sum_{n=1}^{n=l} \sqrt{2/\pi}\, P_l^n(\phi)\, (RF_l^n(hi) \cos n\beta - IF_l^n(hi) \sin n\beta)\} \qquad (2.4)$$

avec $F_l^n(hi) = RF_l^n(hi) + i\, IF_l^n(hi)$ (2.5)

$RF_l^n(hi)$ et $IF_l^n(hi)$ notant respectivement les parties réelle et imaginaire du coefficient $F_l^n(hi)$.

Le tableau I met en évidence les spécificités de la symétrie triclinique d'échantillon.

	type	indice n	nb de coeff. jusqu'à lmax=22	nb de coeff. jusqu'à lmax=34
coefficients $F_l^n(hi)$ pour la symétrie orthorhombique	réel	$n \geq 0$ n pair	78	171
coefficients $F_l^n(hi)$ pour la symétrie triclinique	complexe	$n \geq 0$ n entier	144	324

I : Caractéristiques des coefficients F_l^n (hi) pour les symétries d'échantillon orthorhombique d'une part et triclinique d'autre part.

Il apparait clairement que l'absence de symétrie de la figure de pôles augmente le volume des calculs puisque d'une part l'indice n varie au pas de 1 et que d'autre part les coefficients F_l^n (hi) étant complexes (sauf pour n=0 cf(2.3))il faut déterminer les parties réelle RF_l^n (hi) et imaginaire IF_l^n (hi) pour chacun /6,7/.

En utilisant les propriétés d'orthogonalité des harmoniques sphériques et en intégrant sur la demi-sphère on obtient :

$$RF_l^n(hi) = \sqrt{\frac{2}{\Pi}} \int_{\beta=0}^{\beta=2\Pi} \int_{\phi=0}^{\phi=\Pi/2} P_{hi}(\phi,\beta)\, \overline{P_l^n}(\phi) \cos n\beta \sin\phi \, d\phi d\beta \quad (2.6)$$

$$IF_l^n(hi) = -\sqrt{\frac{2}{\Pi}} \int_{\beta=0}^{\beta=2\Pi} \int_{\phi=0}^{\phi=\Pi/2} P_{hi}(\phi,\beta)\, \overline{P_l^n}(\phi) \sin n\beta \sin\phi \, d\phi d\beta \quad (2.7)$$

$P_{hi}(y)$ ou $P_{hi}(\phi,\beta)$ est relié à l'intensité mesurée $I_{hi}(y)$ ou $I_{hi}(\phi,\beta)$ par la relation :

$$P_{hi}(\phi,\beta) = N_i \quad I_{hi}(\phi,\beta) \tag{2.8}$$

avec pour le facteur de normalisation N_i :

$$\frac{1}{N_i} = \frac{1}{2\Pi} \int_{\beta=0}^{\beta=2\Pi} \int_{\phi=0}^{\phi\ \Pi/2} I_{hi}(\phi,\beta) \sin\phi d\phi d\beta \tag{2.9}$$

Dans l'analyse tridimensionnelle des textures, lorsque les données sont des figures de pôles **complètes, c'est-à-dire mesurées pour une demi-sphère** complète, la première phase consiste à calculer pour chaque figure de pôles les coefficients $F_l^n(hi)$ qui sont nécessaires à la détermination ultérieure de la fonction de texture.

En supposant que $I_{hi}(y)$ représente l'intensité mesurée et corrigée (bruit de fond, défocalisation etc...) d'une figure de pôles ce sont les formules (2.6) à (2.9) qui forment la base nécessaire à l'écriture du programme correspondant à cette première phase. Les formules (2.8) et (2.9) seront utilisées pour calculer la fonction densité de pôles $P_{hi}(y)$ tandis que les formules (2.6) et (2.7) conduiront aux valeurs des coefficients $F_l^n(hi)$ de son développement sur la base des fonctions harmoniques sphériques.

2 La fonction de texture et la symétrie du cristal

2.1 Conditions d'invariance dues à la symétrie du cristal

La fonction de texture ou fonction de distribution des orientations (O.D.F. en anglais) f(g) est définie par :

$$\frac{dV}{V} = f(g)\, dg \tag{2.10}$$

et indique donc la fraction dV du volume V d'un échantillon pour laquelle

les cristallites sont dans l'orientation g à dg près.

Elle peut se développer sur la base des fonctions harmoniques sphériques généralisées $T_l^{mn}(g)$ selon :

$$f(g) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{m=-l}^{m=l} \sum_{n=-l}^{n=l} C_l^{mn} \; T_l^{mn}(g) \qquad (2.11)$$

(1)

avec $$T_l^{mn}(g) = e^{in\varphi_1} \; P_l^{mn}(\phi) \; e^{im\varphi_2} \qquad (2.12)$$

où $P_l^{mn}(\phi)$ est un polynôme associé au polynôme de Jacobi /2/.

Le développement contient des termes de rangs l pairs et impairs /3/ et ici aussi la série sera calculée dans la pratique jusqu'à une valeur limite l=lmax.

En fait la symétrie du cristal impose à f(g) les conditions d'invariance suivantes :

$$f(g_{Bj}\, g) = f(g) \quad \forall \; g_{Bj} \in G_B \qquad (2.13)$$

où G_B est le sous-groupe des rotations du groupe (orthogonal) de symétrie ponctuel O_B associé au cristal /8,9/ et g_{Bj} le j^{eme} élément de G_B.

Ces conditions sont mises à profit pour limiter le nombre de coefficients de type C_l^{mn} à calculer :

- soit en établissant grâce à (2.13) des relations linéaires entre les coefficents C_l^{mn} (point de vue de ROE /10/)

- soit en définissant une nouvelle base de fonctions, les fonctions harmoniques sphériques généralisées et symétrisées notées symboliquement $\dot{T}_l^{\mu n}(g)$, sur laquelle se fait le développement de f(g) :

$$f(g) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{n=-l}^{n=l} C_l^{\mu n} \quad \dot{T}_l^{\mu n}(g) \qquad (2.14)$$

(1)

Les fonctions symétrisées $\dot{T}_l^{\mu n}(g)$ sont alors des combinaisons linéaires des harmoniques sphériques généralisés $T_l^{mn}(g)$:

$$\dot{T}_l^{\mu n}(g) = \sum_{m=-l}^{m=l} \dot{A}_l^{m\mu} \quad T_l^{mn}(g) \qquad (2.15)$$

et leur nombre M(l) pour des indices l et n fixés est limité par la symétrie cristalline considérée.

C'est le point de vue adopté par BUNGE /2,8/ et qui est utilisé dans ce travail.

La dualité des deux points de vue est démontrée dans /11,12/.

Comme pour la fonction densité de pôles $P_{hi}(y)$ au paragraphe précédent, le fait que la fonction f(g) soit une fonction réelle développée sur une base de fonctions à valeurs complexes impose une relation entre les coefficients $C_l^{\mu n}$:

$$C_l^{\mu -n} = (-1)^{l+n} \quad C_l^{\mu n\,*} \qquad (2.16)$$

Le symbole * dénotant toujours la conjugaison complexe.

La fonction de texture f(g) peut alors s'écrire :

$$f(g) = 1 + \sum_{l=1}^{l=l_{max}} \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{n=0}^{n=l} \varepsilon(n) \{RC_l^{\mu n} \; R\dot{T}_l^{\mu n}(g) - IC_l^{\mu n} \quad I\dot{T}_l^{\mu n}(g)\} \qquad (2.17)$$

(1)

avec $\varepsilon(n) = \begin{cases} 1 \text{ si } n = 0 \\ 2 \text{ si } n \neq 0 \end{cases}$

et les symboles R et I indiquant les parties réelles et imaginaires des coefficients ou fonctions.

2.2 Détermination des fonctions harmoniques sphériques généralisées symétrisées

Pour utiliser effectivement la relation (2.17) il faut donc expliciter pour chaque type de symétrie cristalline ces fonctions symétrisées $\dot{T}_l^{\mu n}(g)$. Deux méthodes ont été proposées :

1) La première, proposée par BUNGE /8/, consiste à former un système linéaire en écrivant pour chaque fonction $\dot{T}_l^{\mu n}(g)$ les conditions d'invariance $\dot{T}_l^{\mu n}(g_{Bj}g) = \dot{T}_l^{\mu n}(g) \; \forall \; g_{Bj} \in G_B$.

La résolution de ce sytème linéaire fournit alors les valeurs numériques des coefficients $\dot{A}_l^{m\mu}$ de la relation (2.15).

2) La seconde, exposée par ESLING /13,14/, utilise un opérateur P, appelé projecteur ($P^2 = P$). Les éléments P_l^{ms} de la matrice associée à P sont définis par :

$$P_l^{ms} = \frac{1}{|G_B|} \sum_{j=1}^{|G_B|} T_l^{ms}(g_{Bj}) \qquad (2.18)$$

où $|G_B|$ représente le nombre d'éléments du sous-groupe de rotation G_B associé au cristal.

Les combinaisons linéaires $\sum_{s=-l}^{s=l} P_l^{ms} \; T_l^{sn}(g)$ sont, pour

les basses symétries, les fonctions harmoniques sphériques généralisées et symétrisées $\dot{T}_l^{mn}$ (g) (comme certains rangs m disparaissent on renumérote ces fonctions avec un indice μ qui commence à 1).

Dans le cas de la symétrie cubique les combinaisons linéaires précédentes forment, à l et n fixés, une famille génératrice dont il faut extraire une base orthonormée /14,15/.

C'est ce procédé de recherche des fonctions symétrisées qui a été adopté dans ce travail. Nous donnons à l'annexe I quelques détails pour l'obtention par ce procédé des fonctions symétrisées pour les 32 groupes de symétrie ponctuels qui correspondent à 11 cas distincts de fonctions symétrisées.

a) Symétrie rhomboèdrique (trigonale)

Dans le cas de la symétrie rhomboèdrique, ou plus exactement pour les classes $\bar{3}m$ et 32 de la symétrie rhomboèdrique, une fonction harmonique sphérique généralisée s'écrit :

$$\dot{T}_l^{\mu n}(g) = \varepsilon(\mu)\ (T_l^{m'n}(g) + (-1)^{l+m'}\ T_l^{-m'n}(g)) \qquad (2.19)$$

avec $m' = 3(\mu-1)$ et $\varepsilon(\mu) = \begin{cases} 1/2 \text{ si } \mu = 1 \\ 1/\sqrt{2} \text{ si } \mu \neq 1 \end{cases}$

Cette expression est valable si le repère $\{X_B, Y_B, Z_B\}$ du cristal est choisi de telle sorte que l'axe ternaire coïncide avec Z_B et que l'un des axes binaires coïncide avec Y_B. On distingue alors clairement dans cette expression (2.19) les effets de ces deux éléments de symétrie :

- l'axe ternaire impose la règle de sélection m' multiple de 3

- l'axe binaire implique que la fonction $\dot{T}_l^{\mu n}(g)$ est une combinaison linéaire de 2 fonctions harmoniques $T_l^{mn}(g)$.

En utilisant la relation (2.19) ainsi que l'expression (2.12) des harmoniques sphériques généralisés on peut alors développer l'expression (2.17) de f(g) ce qui conduit à la formule (2.20) ci-contre.

Les coefficients a'^{mns}_l sont les coefficients du développement fini en somme de Fourier des polynômes associés aux polynômes de Jacobi $P_l^{mn}(\phi)$ qui interviennent dans la définition des harmoniques sphériques généralisés $T_l^{mn}(g)$:

$$P_l^{mn}(\phi) = \sum_{s=0}^{l} a'^{mns}_l \cos(s\phi - \delta(m,n)\,\pi/2) \qquad (2.21)$$

avec $\delta(m,n)$ $\begin{cases} = 0 \text{ si } m+n \text{ est pair} \\ = 1 \text{ si } m+n \text{ est impair} \end{cases}$

Les coefficients a'^{mns}_l sont soit des réels (m+n pair) soit des imaginaires purs (m+n impairs) ce qui implique que les coefficients $\alpha^{\mu ns}$ et $\beta^{\mu ns}$ de la formule (2.20) sont toujours réels.

$$f(g) = 1 + \sum_{\mu=1}^{M(lmax)} \varepsilon(\mu) \sum_{n=0}^{lmax} \varepsilon(n) \Bigg\{ \delta_1(\mu,n) \Big[\cos(n\varphi_1 + m'\varphi_2) \sum_{s=0}^{lmax} \alpha^{\mu ns} \cos s\phi$$

$$- \sin(n\varphi_1 + m'\varphi_2) \sum_{s=0}^{lmax} \beta^{\mu ns} \cos s\phi + (-1)^n \cos(n\varphi_1 - m'\varphi_2) \sum_{s=0}^{lmax} (-1)^s \alpha^{\mu ns} \cos s\phi$$

$$- (-1)^n \sin(n\varphi_1 - m'\varphi_2) \sum_{s=0}^{lmax} (-1)^s \beta^{\mu ns} \cos s\phi \Big] + (1-\delta_1(\mu,n)) \Big[- \sin(n\varphi_1 + m'\varphi_2) \sum_{s=0}^{lmax} \alpha^{\mu ns} \sin s\phi$$

$$- \cos(n\varphi_1 + m'\varphi_2) \sum_{s=0}^{lmax} \beta^{\mu ns} \sin s\phi + (-1)^n \sin(n\varphi_1 - m'\varphi_2) \sum_{s=0}^{lmax} (-1)^s \alpha^{\mu ns} \sin s\phi$$

$$+ (-1)^n \cos(n\varphi_1 - m'\varphi_2) \sum_{s=0}^{lmax} (-1)^s \beta^{\mu ns} \sin s\phi \Big] \Bigg\} \qquad (2.20)$$

avec

$$\varepsilon(\mu) \begin{cases} = 1 & \text{si } \mu = 1 \\ = \sqrt{2} & \text{si } \mu \neq 1 \end{cases} \quad ; \quad \varepsilon(n) \begin{cases} = 1/2 \text{ si } n = 0 \\ = 1 \text{ si } n \neq 0 \end{cases} \quad ; \quad \delta_1(\mu,n) = \frac{1+(-1)^{m'+n}}{2} \quad ; \quad m' = 3(\mu-1)$$

et

$$\alpha^{\mu ns} = \sum_{l=lmin}^{l=lmax} \varepsilon\, a_l^{m'ns}\, RC_l^{\mu n} \quad ; \quad \beta^{\mu ns} = \sum_{l=lmin}^{l=lmax} a_l^{m'ns}\, IC_l^{\mu n} \quad ; \quad \varepsilon \begin{cases} = 1 & \text{si } m' + n \text{ pair} \\ = -1 & \text{si } m' + n \text{ impair} \end{cases}$$

Si la formule (2.20) est fastidieuse à typographier, voire à lire, il est clair par contre qu'elle ne présente aucune difficulté pour la programmation si l'on dispose (par exemple en bibliothèque) des coefficients a'^{mns}_{l} .

C'est cette formule qui servira de base au programme, dit de synthèse, qui calculera l'ensemble des valeurs d'une fonction de texture f(g) connaissant ses coefficients $C^{\mu n}_{l}$.

b) symétrie cubique

La symétrie cubique est le seul cas de symétrie où l'utilisation d'un projecteur ne fournit pas immédiatement l'expression analytique des fonctions symétrisées $\dot{T}^{\mu n}_{l}$ (g). En effet la présence simultanée des axes ternaires et des axes quaternaires X_B= [100], Y_B= [010], Z_B= [001] habituellement choisis comme repère microscopique, avec des angles non simples entre les deux catégories d'axes, complique le calcul par rapport au cas précédent. Il est nécessaire de procéder sur la matrice des éléments de projecteur P^{ms}_{l} à une réduction pour établir les relations de définition des fonctions symétrisées :

$$\dot{T}^{\mu n}_{l}(g) = \sum_{m=0}^{(4)} \sqrt{2\pi}\ \dot{B}^{m\mu}_{l}\ \frac{1}{2}\ (T^{mn}_{l}(g) + (-1)^{l}\ T^{-mn}_{l}(g)\ ) \qquad (2.22)$$

où les coefficients dits de symétrie cubique $\dot{B}^{m\mu}_{l}$ sont liés aux coefficients $\dot{A}^{m\mu}_{l}$ définis en (2.15) par la relation

$$\dot{B}^{m\mu}_{l} = \frac{\varepsilon}{\sqrt{2\pi}}\ A^{m\mu}_{l} \qquad (2.23)$$

avec $\varepsilon = \begin{cases} 1 \text{ si } m = 0 \\ 2 \text{ si } m \neq 0 \end{cases}$

Ici encore la connaissance des fonctions symétrisées $\dot{T}^{\mu n}_{l}$ (g) permet de développer l'expression de f(g) qui servira de base à la programmation.

$$f(g) = 1 + \sqrt{8\pi} \sum_{\substack{m=0 \\ (\Delta m=4)}}^{l_{max}} \sum_{n=0}^{l_{max}} \epsilon(n) \Big\{ \delta_1(n) \Big[- \cos n\varphi_1 \cos m\varphi_2 \sum_{\substack{s=0 \\ (\Delta s=2)}}^{l_{max}} \alpha^{mns} \cos(s\phi - \delta_2(n)\frac{\pi}{2}) + \sin n\varphi_1 \sin m\varphi_2 \sum_{\substack{s=1 \\ (\Delta s=2)}}^{l_{max}}$$

$$\alpha^{mns} \cos(s\phi - \delta_2(n)\frac{\pi}{2}) + \sin n\varphi_1 \cos m\varphi_2 \sum_{\substack{s=0 \\ (\Delta s=2)}}^{l_{max}} \beta^{mns} \cos(s\phi - \delta_2(n)\frac{\pi}{2}) + \cos n\varphi_1 \sin m\varphi_2 \sum_{\substack{s=1 \\ (\Delta s=2)}}^{l_{max}}$$

$$\beta^{mns} \cos(s\phi - \delta_2(n)\frac{\pi}{2}) \Big] + \delta_2(n) \Big[\sin n\varphi_1 \cos m\varphi_2 \sum_{\substack{s=0 \\ (\Delta s=2)}}^{l_{max}} \alpha^{mns} \cos(s\phi - \delta_2(n)\frac{\pi}{2})$$

$$+ \cos n\varphi_1 \sin m\varphi_1 \sum_{\substack{s=1 \\ (\Delta s=2)}}^{l_{max}} \alpha^{mns} \cos(s\phi - \delta_2(n)\frac{\pi}{2}) + \cos n\varphi_1 \cos m\varphi_2 \sum_{\substack{s=0 \\ (\Delta s=2)}}^{l_{max}} \beta^{mns} \cos(s\phi - \delta_2(n)\frac{\pi}{2})$$

$$- \sin n\varphi_1 \sin m\varphi_2 \sum_{\substack{s=1 \\ (\Delta s=2)}}^{l_{max}} \beta^{mns} \cos(s\phi - \delta_2(n)\frac{\pi}{2}) \Big] \Big\} \qquad (2.24)$$

avec $\epsilon(n) \begin{cases} = 1/2 & \text{si } n = 0 \\ = 1 & \text{si } n \neq 0 \end{cases}$; $\delta_1(n) \begin{cases} = 1 \text{ si } n \text{ pair} \\ = 0 \text{ si } n \text{ impair} \end{cases}$; $\delta_2(n) = 1 - \delta_1(n)$

et $\alpha^{mns} = \sum_{l=l_{max}} \sum_{\mu=M(l)} \epsilon \, RC_l^{\mu n} \, B_l^{m\mu} \, a'^{mns}_l$; $\beta^{mns} = \sum_{l=l_{max}} \sum_{\mu=M(l)} \epsilon \, IC_l^{\mu n} \, B_l^{m\mu} \, a'^{mns}_l$; $\epsilon \begin{cases} = 1 \text{ si } n \text{ pair} \end{cases}$

c) harmoniques simples symétrisés

La construction des fonctions harmoniques sphériques simples symétrisées est strictement analogue à celle des harmoniques généralisés. Ainsi dans le cas de la symétrie trigonale un harmonique simple symétrisé $\dot{k}_l^{\mu}$ (y) s'écrit :

$$\dot{k}_l^{\mu}(y) = \varepsilon(\mu)\ (k_l^{m'}(y) + (-1)^{l+m'}\ k_l^{-m'}(y)\ ) \qquad (2.25)$$

avec $m' = 3\ (\mu - 1)$ et $\varepsilon(\mu) = \begin{cases} 1/2 \text{ si } \mu = 1 \\ 1/\sqrt{2} \text{ si } \mu \neq 1 \end{cases}$

En utilisant l'expression de définition (2.2) des harmoniques simples on obtient :

$$\dot{k}_l^{\mu}(y) = \dot{k}_l^{\mu}(\phi,\beta) = \frac{\varepsilon(\mu)}{\sqrt{2\pi}}\ \overline{P_l^{m'}}(\phi)\ \left[e^{im'\beta} + (-1)^l\ e^{-im'\beta}\right] \qquad (2.26)$$

Cette expression montre que les fonctions symétrisées $\dot{k}_l^{\mu}$ (y) sont soit réelles ($\mu = 1$ ou l pair) soit imaginaires pures (l impair et $\mu \neq 1$).

De même pour la symétrie cubique les fonctions harmoniques sphériques simples symétrisées, par analogie avec (2.22), s'écrivent :

$$\dot{k}_l^{\mu}(y) = \sum_{m=0}^{l}{}^{(4)}\ \sqrt{2\pi}\ \dot{B}_l^{m\mu}\ \frac{1}{2}\ (k_l^{m}(y) + (-1)^l\ k_l^{-m}(y)\ ) \qquad (2.27)$$

avec les coefficients de symétrie $\dot{B}_l^{m\mu}$ déja définis en (2.23).

En utilisant ici aussi la relation de définition (2.2) des harmoniques sphériques simple la relation (2.27) donne :

$$\dot{k}_l^{\mu}(y) = \dot{k}_l^{\mu}(\phi,\beta) = \sum_{m=0}^{l}{}^{(4)} \dot{B}_l^{m\mu}\ \overline{P_l^m}(\phi)\ \frac{1}{2}\left(e^{im\beta} + (-1)^l\, e^{-im\beta}\right) \qquad (2.28)$$

La relation entre harmoniques symétrisés simples et généralisés s'écrit alors dans les deux cas :

$$\dot{T}_l^{\mu 0}(g) = \dot{T}_l^{\mu 0}(\varphi_1,\phi,\varphi_2) = (-1)^{m'} \sqrt{\frac{4\pi}{2l+1}}\ k_{il}^{\mu}(\phi,\beta)^{*} \qquad (2.29)$$

avec $m' = \begin{cases} 3(\mu - 1) & \text{trigonal} \\ 0 & \text{cubique} \end{cases}$ et $\beta = \pi/2 - \varphi_2$

Notons enfin que les fonctions harmoniques symétrisées, simples ou généralisées, sont construites de telle manière qu'elles conservent les propriétés extrêment utiles d'orthonormalité.

3 L'espace d'Euler

Les formules (2.20) et (2.24) montrent clairement que si la programmation ne pose pas de problème particulier, le volume des calculs à effectuer est considérable. A titre d'exemple, on peut indiquer que pour les symétries rhomboëdrique (cristal) - triclinique (échantillon) on calcule f(g) à l'aide de (2.20), lors d'une analyse de texture courante, pour 1482 points g différents.

Dans le formalisme établi par BUNGE /1,2/ et utilisé dans le présent travail une rotation g est décrite par trois angles, les angles d'Euler, notés $\varphi_1, \phi, \varphi_2$:

$$g = (\varphi_1, \phi, \varphi_2) \qquad (2.30)$$

avec les limitations suivantes :
$$0 \leq \varphi_1 \leq 2\pi$$
$$0 \leq \phi \leq \pi$$
$$0 \leq \varphi_2 \leq 2\pi$$

L'ensemble des triplets $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ sera dans la suite appelé espace d'Euler et un triplet particulier sera représenté par un point dans cet espace. A cause de la symétrie du cristal (et éventuellement de celle de l'échantillon) une orientation quelconque correspond en fait à un nombre J de points gj dans l'espace d'Euler. Ce nombre J est l'ordre du sous-groupe de rotation G_B correspondant à la symétrie du cristal, soit $J = |G_B|$ avec les notations déjà utilisées.

Toujours dans le but de limiter le volume des calculs à effectuer pour déterminer la fonction de texture, on est donc amené à considérer les symétries induites dans l'espace d'Euler /16/ afin de définir une cellule élémentaire (ou domaine fondamental) où une orientation est représentée par un minimum de points, un seul dans le meilleur des cas.

3.1 Symétrie rhomboèdrique

L'ordre du sous-groupe de rotation est de 6 et une orientation en position générale est donc représentée par 6 points dans l'espace d'Euler. (ceci n'est plus vrai pour certains cas très particuliers où les points sont situés sur les éléments de symétrie).

L'axe ternaire du cristal, orienté suivant l'axe Z_B du repère microscopique, impose à la fonction de texture d'être invariante pour les points :

$$(\varphi_1,\phi,\varphi_2) \equiv (\varphi_1,\phi,\varphi_2 + 2\pi/3) \equiv (\varphi_1,\phi,\varphi_2 + 4\pi/3) \qquad (2.31)$$

On voit immédiatement qu'il existe une "translation" selon φ_2 qui permet de limiter ses variations dans le domaine :

$$0 \leqslant \varphi_2 \leqslant 2\pi/3$$

L'axe binaire du cristal, orienté suivant l'axe Y_B du repère microscopique, impose l'équivalence des points :

$$(\varphi_1,\phi,\varphi_2) \equiv (\pi + \varphi_1,\ \pi - \phi,\ 2\pi - \varphi_2) \qquad (2.32)$$

La figure 2.1 montre en projection dans le plan $\phi = o$ 6 points équivalents dans l'espace d'Euler.

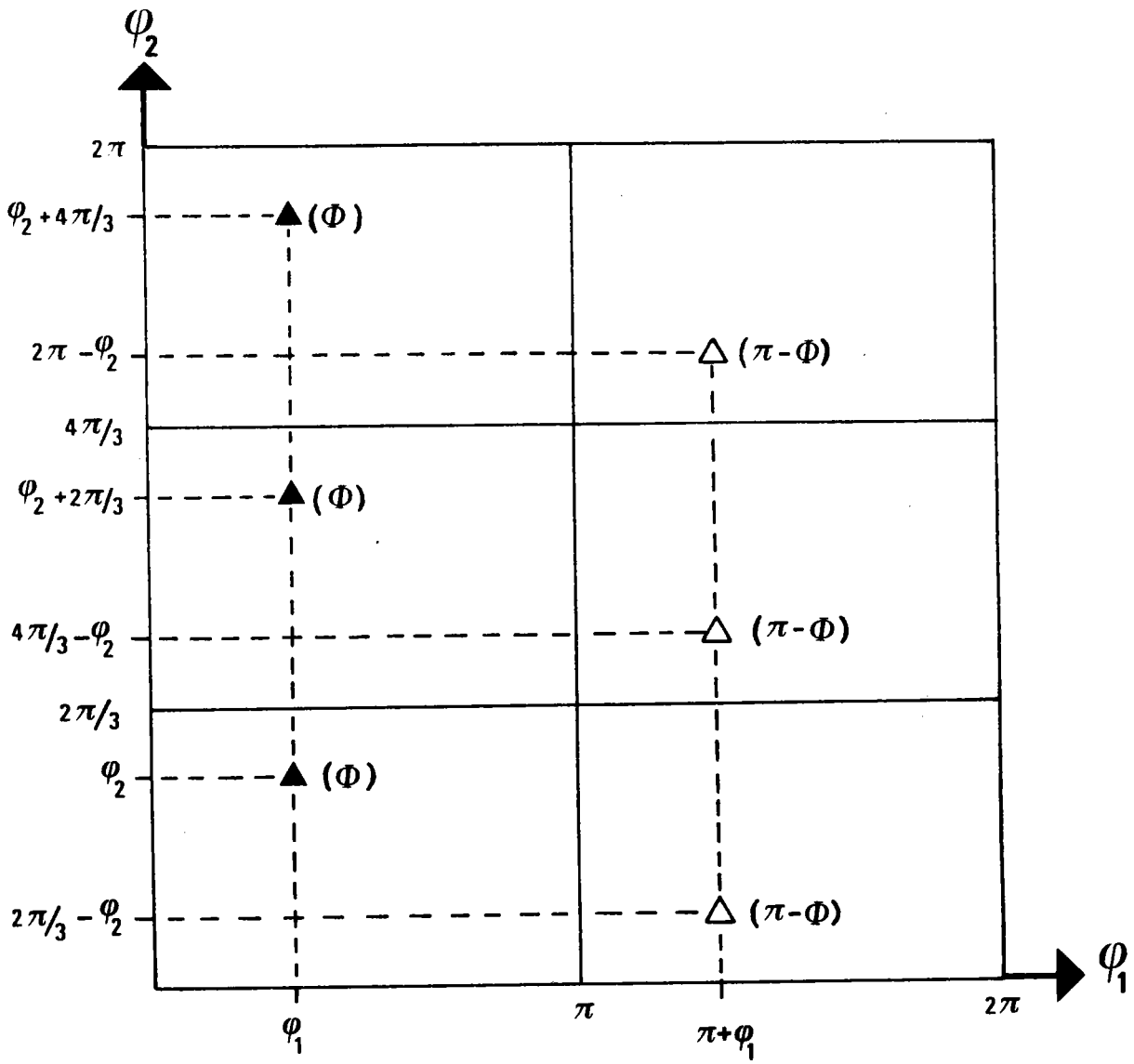


Fig. 2.1. : 6 points équivalents dans l'espace d'Euler pour la symétrie rhomboédrique (Projection dans le plan $\phi = 0$; les triangles ▲ indiquent des points à la cote ϕ et les triangles △ des points à la cote $\Pi - \phi$).

La relation (2.32) permet donc de limiter soit l'angle φ_1 soit l'angle ϕ ou même l'angle φ_2.

Nous indiquons, ci-après, les 3 choix possibles pour la cellule élémentaire (domaine fondamental) contenant 1 seul point pour une analyse de texture concernant les symétries rhomboèdrique (cristal) - triclinique (échantillon) :

$$\text{I} \begin{cases} 0 \leqslant \varphi_2 \leqslant 2\pi/3 \\ 0 \leqslant \varphi_1 \leqslant \pi \\ 0 \leqslant \phi \leqslant \pi \end{cases} \qquad \text{II} \begin{cases} 0 \leqslant \varphi_2 < 2\pi/3 \\ 0 \leqslant \varphi_1 < 2\pi \\ 0 \leqslant \phi < \pi/2 \end{cases} \qquad \text{III} \begin{cases} 0 \leqslant \varphi_2 < \pi/3 \\ 0 \leqslant \varphi_1 \leqslant 2\pi \\ 0 \leqslant \phi < \pi \end{cases}$$

3.2 Symétrie cubique

Toujours dans l'hypothèse d'un échantillon sans symétrie, une orientation quelconque est représentée dans l'espace d'Euler par 24 points équivalents. La figure 2.2 montre pour un exemple particulier (φ_1=15°, ϕ=20°, φ_2=30°) les 24 points équivalents dans l'espace d'Euler (les coordonnées de ces 24 points ont été obtenues en utilisant la table des orientations équivalentes pour les symétries cubique-orthorhombique publiée par Matthies et Wagner /17/).

Certaines opérations de symétrie dans le cristal induisent des éléments de symétrie dans l'espace d'Euler simples à reconnaitre :

- ainsi l'axe quaternaire [001] placé suivant la direction microscopique Z_B impose la translation de $\pi/2$ suivant φ_2 et permet donc de limiter φ_2 à $0 \leqslant \varphi_2 \leqslant \pi/2$

- l'axe binaire [110], placé à 45° des directions microscopiques X_B et Y_B impose l'invariance de la fonction de texture pour $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ et $(\pi + \varphi_1 , \pi - \phi , \pi/2 - \varphi_2)$ ce qui induit dans l'espace d'Euler un miroir avec glissement en $\phi = \pi/2$ et en $\varphi_1 = \pi$. On peut donc, au choix, limiter le domaine de variations de l'un des deux angles φ_1 ou ϕ.

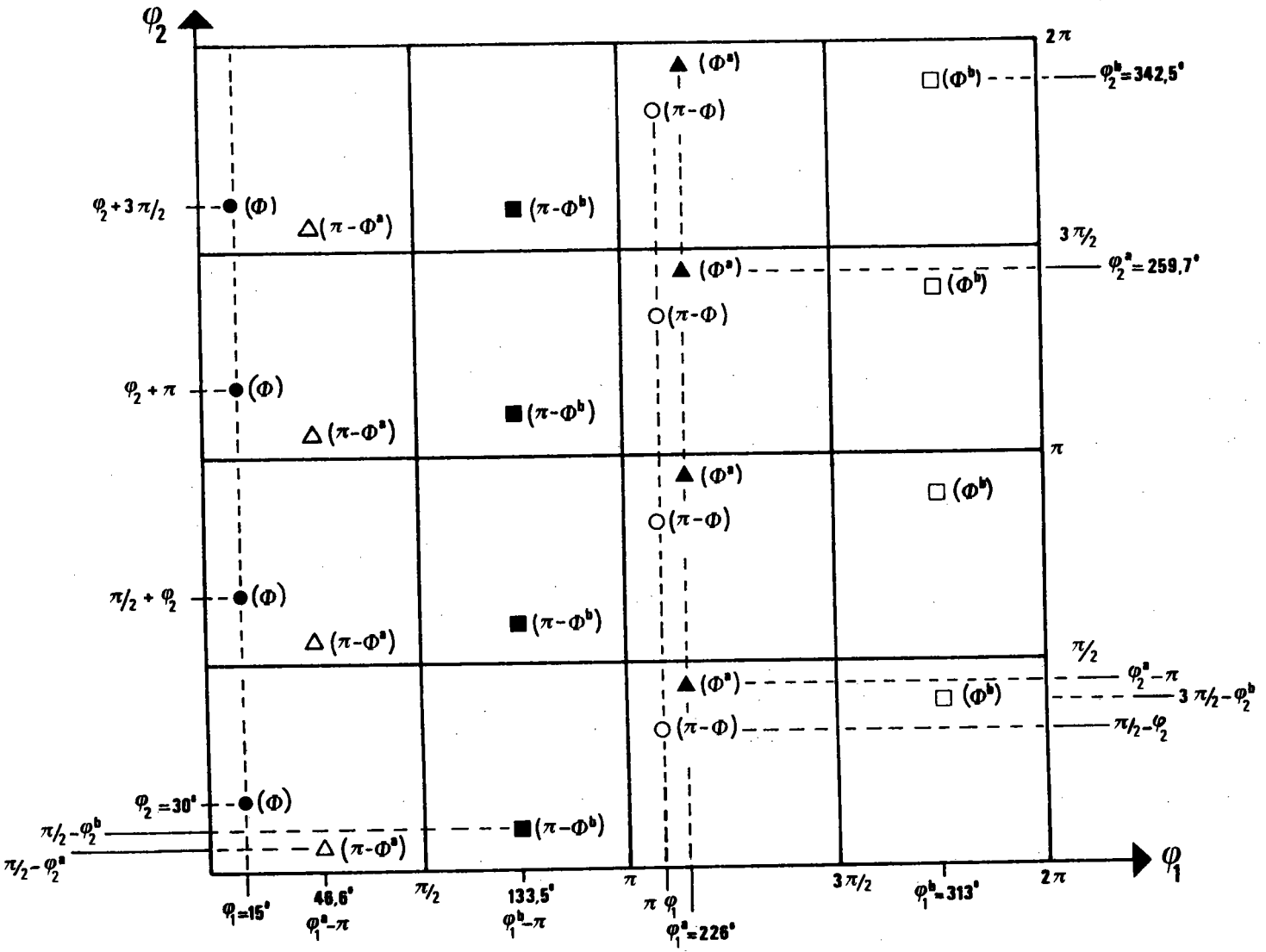


Fig. 2.2. : 24 points équivalents dans l'espace d'Euler pour la symétrie cubique. (projection dans le plan $\phi = 0$; les cotes en ϕ sont indiquées pour chaque point ; $\phi^a = 72.8°$, $\phi^b = 99.9°$).

Par contre, d'autres opérations de symétrie dans le cristal, par exemple les rotations autour des axes ternaires <111> , se traduisent par des relations trigonométriques compliquées entre les coordonnées des points équivalents ainsi engendrés/17/.

On ne peut plus alors définir de manière simple un domaine fondamental avec un seul point représentatif de l'orientation.

Nous avons choisi, comme cela se fait habituellement pour les symétries cubique-orthorhombique, un domaine élémentaire avec des limites angulaires simples mais qui contient trois points représentatifs pour une orientation soit :

$$\begin{aligned} 0 &\leqslant \varphi_1 \leqslant 2\Pi \\ 0 &\leqslant \phi \leqslant \Pi/2 \\ 0 &\leqslant \varphi_2 \leqslant \Pi/2 \end{aligned} \qquad (2.33)$$

(les considérations précédentes sur l'influence de l'axe binaire montrent qu'on pourrait choisir comme domaine fondamental, toujours avec 3 points représentatifs,

$$\begin{aligned} 0 &\leqslant \varphi_1 \leqslant \Pi \\ 0 &\leqslant \phi \leqslant \Pi \\ 0 &\leqslant \varphi_2 \leqslant \Pi/2 \ ). \end{aligned}$$

Les limitations (2.33) permettent donc de calculer f(g), dans le cas des symétries cubique-triclinique, pour seulement 1/8ème de l'espace d'Euler.

4 La relation fondamentale

On a parfois dénommé relation fondamentale la relation intégrale qui relie la fonction de texture f(g) à une fonction densité de pôles P_{hi} (y) et qui s'écrit :

$$P_{hi}(y) = \int_0^{2\Pi} f(g)_{\vec{y}\equiv\vec{hi}}\, d\gamma + \int_0^{2\Pi} f(g)_{\vec{y}\equiv-\vec{hi}}\, d\gamma \qquad (2.34)$$

L'équation (2.34) montre que la densité de pôles hi en un point y, $P_{hi}(y)$, s'obtient en intégrant la fonction de texture pour tous les cristallites tels que $\vec{y}$ coïncide avec $\overrightarrow{hi}$ ou $-\overrightarrow{hi}$, l'angle γ étant l'angle de rotation autour de la direction y fixée. Elle prend donc en considération la symétrie du cristal ou de la diffraction qui n'est sensible qu'à la distance réticulaire des plans hi et non pas à l'orientation du vecteur $\overrightarrow{hi}$.

En utilisant les développements en série (2.1) et (2.14) de P_{hi} (y) et f(g) ainsi que les propriétés d'orthogonalité des fonctions harmoniques sphériques simples et généralisées l'équation (2.34) conduit aux systèmes d'équations :

$$F_l^n(hi) = \frac{4\Pi}{2l+1} (-1)^n \sum_{\mu=1}^{\mu=M(l)} \left(\frac{1 + (-1)^l}{2}\right) C_l^{\mu n} k_l^{\mu}(hi)^* \qquad (2.35)$$

Quelques remarques s'imposent quant à la relation (2.35) qui est la relation fondamentale dans l'analyse des textures par la méthode harmonique.

1) Elle met en évidence l'un des avantages de cette méthode : le système d'équations qui contient les inconnues $C_l^{\mu n}$ se sépare en sous-systèmes indépendants. Pour chaque couple l et n fixés on aura donc à résoudre un système contenant I équations où I représente le nombre de figures de pôles indépendantes mesurées (c'est-à-dire le nombre de hi différents). Le nombre I étant forcément très limité l'inversion de chaque système ne pose aucune difficulté technique contrairement à la méthode vectorielle par exemple où l'inversion d'une seule matrice "géante" /18,19/ fait appel à des algorithmes d'inversion très particuliers et complique singulièrement la tâche du programmeur.

2) Le facteur $(1 + (-1)^l)$ montre qu'il n'est pas possible de déterminer directement à partir des figures de pôles les coefficients $C_l^{\mu n}$ d'indice l impair.

3) L'absence de symétrie d'échantillon (symétrie triclinique) ne modifie pas le nombre de figures de pôles nécessaires pour résoudre les systèmes d'équations (2.35). En effet, à l et n fixés un tel système d'équations contient M(l) inconnues où M(l) est déterminé par la seule symétrie du cristal. Pour la symétrie rhomboèdrique $M(l) = \left[\frac{l}{3} \right] + 1$ ($[\ ]$ indique la partie entière) alors que pour la symétrie cubique l'expression de M(l) est donnée par la trace de la matrice associée au projecteur P utilisé pour symétriser les fonctions harmoniques sphériques /14/. La figure 2.3 montre pour ces deux cas l'évolution de M(l) en fonction de l, c'est-à-dire le nombre de figures de pôles nécessaires pour résoudre les systèmes (2.35) jusqu'à un rang l fixé. Si la symétrie triclinique d'échantillon n'implique pas de modification sur la taille des systèmes à résoudre elle a par contre pour effet d'augmenter le nombre de ces systèmes puisque le nombre d'inconnues $C_l^{\mu n}$ est nettement plus élevé que pour une symétrie d'échantillon orthorhombique par exemple. Le tableau 2.II. montre le nombre d'inconnues dans différents cas de symétrie pour des calculs jusqu'à lmax = 22 et lmax = 34.

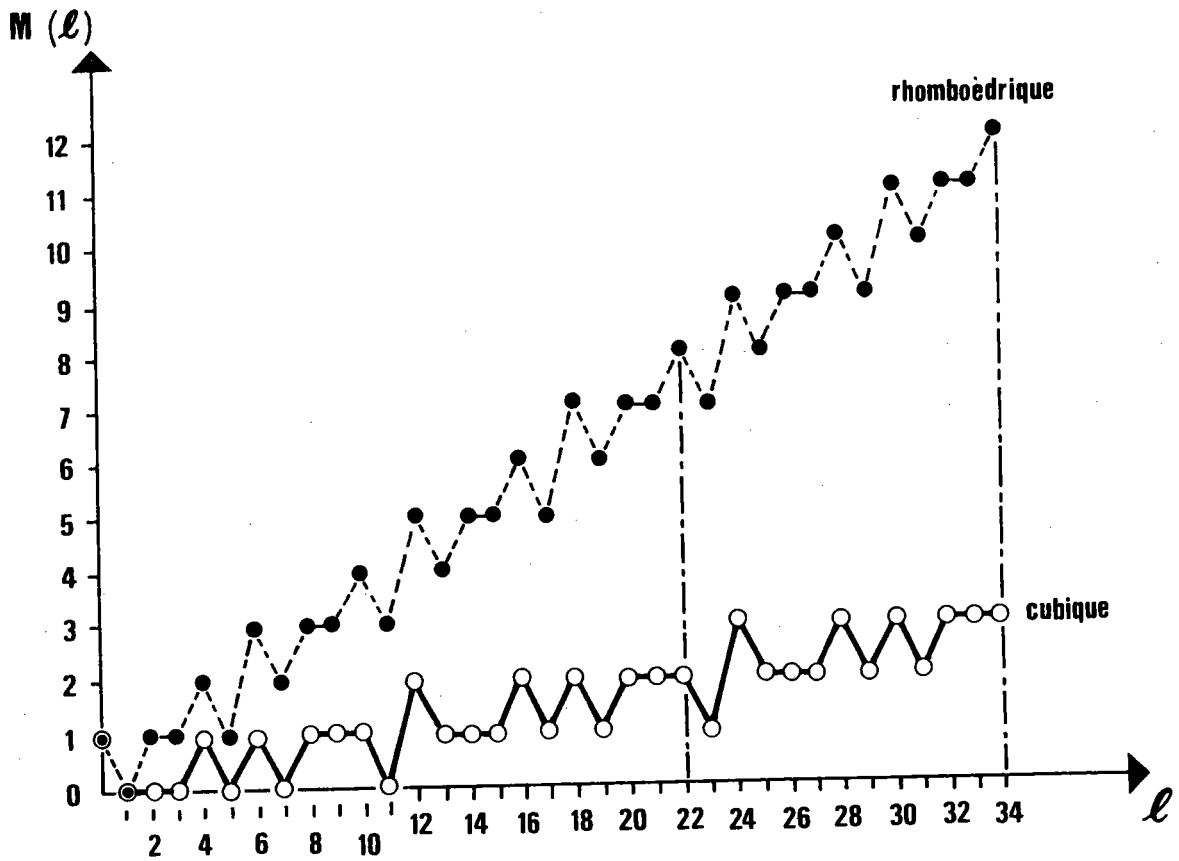


Fig. 2.3. : Nombre M(1) de figures de pôles indépendantes nécessaire pour un développement de la fonction de texture jusqu'à un rang lmax.

Symétries	Nature des coefficients $C_l^{\mu n}$	Nombre de coefficients $C_l^{\mu n}$ jusqu'à lmax=22	Nombre de coefficients $C_l^{\mu n}$ jusqu'à lmax=34
Cubique - orthorhombique	réels n pair	186 : 125 (l pair) ; 61 (l impair)	630 : 390 (l pair) ; 240 (l impair)
Cubique - triclinique	complexes n entier ≥ 0	356 : 234 (l pair) ; 122 (l impair)	1227 : 747 (l pair) ; 480 (l impair)
rhomboédrique - orthorhombique	réels n pair	728 : 432 (l pair) ; 296 (l impair)	2496 : 1404 (l pair) ; 1092 (l impair)
rhomboédrique - triclinique	complexes n entier ≥ 0	1404 : 812 (l pair) ; 592 (l impair)	4878 : 2694 (l pair) ; 2184 (l impair)

Tableau 2.II. : Nombre de coefficients $C_l^{\mu n}$ pour différents cas de symétrie (le coefficient de normalisation C_0^{10} est inclus dans ces dénombrements).

4) D'un point de vue plus technique, on peut constater qu'une équation des systèmes (2.35) contient des valeurs complexes. En effet, nous avons indiqué aux paragraphes précédents que les coefficients F_l^n (hi) et $C_l^{\mu n}$ sont complexes lorsque l'échantillon ne possède pas de symétrie.

Or les fonctions harmoniques simples symétrisées $\dot{k}_l^{\mu}$ (hi) sont des fonctions à valeurs réelles pour l pair. Chaque équation des systèmes (2.35) se sépare donc de manière simple en deux équations homologues qui contiennent respectivement les parties réelles RF_l^n (hi), $RC_l^{\mu n}$ et imaginaires IF_l^n(hi) et $IC_l^{\mu n}$ des coefficients de figures de pôles et de la fonction de texture. Ce "dédoublement" de chaque équation permet, dans les programmes de calcul, de mener en parallèle les calculs pour les parties réelles et imaginaires plutôt que de recourir à des variables complexes déclarés explicitement /6/.

5) Si l'on se propose de résoudre les systèmes d'équation (2.35) jusqu'à un rang l = lmax on est confronté à des sytèmes d'équations surdéterminés pour les petites valeurs de l puisqu'on dispose de M(lmax) figures de pôles, donc de M(lmax) équations, pour M(l) inconnues. En outre, pour améliorer la précision de la détermination des coefficients $C_l^{\mu n}$, il est fréquent de mesurer plus de figures de pôles que strictement nécessaire (on mesure par exemple M(lmax) + 1 figures de pôles) ce qui conduit dans chaque système (2.35) à un nombre surabondant d'équations. Une technique de minimisation au sens des moindres carrés permet de se ramener à des systèmes carrés. En effet, en posant :

$$\sum_i \left[F_l^n(hi) - \frac{4\Pi}{2l+1} (-1)^n \sum_{\mu=1}^{\mu=M(l)} \left(\frac{1 + (-1)^l}{2}\right) C_l^{\mu n} \, k_l^{\mu}(hi)^* \right]^2 = \text{Min} \qquad (2.36)$$

et en dérivant par rapport aux inconnues $C_l^{\mu n}$ on obtient les systèmes :

$$\frac{4\Pi}{2l+1} (-1)^n \sum_{\mu=1}^{\mu=M(l)} \left(\frac{1 + (-1)^l}{2}\right) C_l^{\mu n} \sum_i k_l^{\mu}(hi)^* \, k_l^{\mu'}(hi)^* = \sum_i F_l^n(hi) \, k_l^{\mu'}(hi)^*$$

(2.37)

où chaque système contient cette fois M(l) équations pour M(l) inconnues.

C'est sous la forme (2.37) que la relation fondamentale reliant fonction de texture et figures de pôles sera introduite dans les programmes d'analyse de texture.

5 La figure de pôles inverse

Les coefficients $C_l^{\mu n}$ du développement d'une fonction de texture f(g) contiennent donc toute l'information sur cette fonction et sont les inconnues lors d'une analyse de texture.

Une fois déterminés, ils permettent de recalculer toute figure de pôles directe ou inverse utile à la discussion d'un problème.

La fonction densité de pôles inverse $R_y(h)$ ou plus simplement figure de pôles inverse, définit la fraction du volume d'un échantillon pour laquelle une direction d'échantillon fixée y coïncide avec une direction cristallographique h (si l'on considère les rangs impairs dans le développement de $R_y(h)$, il faut remplacer dans cette définition direction h et y par vecteurs $\vec{h}$ et $\vec{y}$). Elle décrit donc la distribution dans le repère du cristal de la direction fixée y alors que la figure de pôles (directe) $P_{hi}(y)$ décrit la distribution dans le repère de l'échantillon d'une direction cristalline hi fixée.

Cette fonction $R_y(h)$ peut se développer sur la base des fonctions harmoniques simples, symétrisées pour la symétrie cristalline, $\dot{k}_l^{\mu}(h)$ suivant :

$$R_y(h) = \sum_{l=0}^{l=l\max} \sum_{\mu=1}^{M(l)} H_l^{\mu}(y) \; \dot{k}_l^{\mu}(h) \qquad (2.38)$$

(2)

Comme pour la figure de pôles directe, la figure de pôles inverse R_y (h) est liée à la fonction de texture par une relation intégrale.

On en déduit la relation entre les coefficients H_l^μ (y) et $C_l^{\mu n}$ qui s'écrit :

$$H_l^\mu (y) = \frac{4\Pi}{2l+1} \sum_{n=-l}^{n=l} (-1)^{l+n} C_l^{\mu n} k_l^n (y) \qquad (2.39)$$

Les formules (2.38) et (2.39) permettent donc de déterminer une figure de pôles inverse quelconque à partir des coefficients $C_l^{\mu n}$. Il est en effet rare de faire le chemin inverse, c'est-à-dire de déterminer les coefficients $C_l^{\mu n}$, donc la fonction de texture, à partir de mesures de figures de pôles inverses comme l'a réalisé Szpunar par une méthode d'énergie dispersive /20/.

Une telle détermination nécessite, en effet, la mesure d'un nombre important de réflexion (hkl). Il faut en outre, pouvoir rapporter ces mesures à celles enregistrées pour un échantillon isotrope afin de rendre comparable les reflexions qui sont obtenues pour différents facteurs de structure F_{hkl}.

Notons enfin que lorsque l'échantillon possède une symétrie C_∞, c'est-à-dire un axe de fibre suivant la direction macroscopique Z_A, la fonction de texture f(g) dégénère en une fonction de deux variables angulaires. La figure de pôles inverse pour la direction Z_A est, dans ce cas particulier, équivalente à la fonction de texture.

II LES PROGRAMMES

1 Généralités

Les aspects mathématiques développés aux paragraphes précédents soulignent à l'évidence la nécessité d'utiliser un calculateur lorsqu'il s'agit de procéder à une analyse de texture par la méthode harmonique, tant

à cause du volume des données (généralement plusieurs milliers de mesures) que de celui des calculs à effectuer. Les programmes correspondants doivent satisfaire à deux contraintes :

- calculer avec une précision suffisante pour que les erreurs numériques soient négligeables par rapport aux erreurs expérimentales qui entachent les données ;

- minimiser le temps d'ordinateur nécessaire.

A cet égard, le problème essentiel provient de la nécessité de calculer un très grand nombre de fois les fonctions harmoniques simples et généralisées. A moins de disposer d'un ordinateur extrêmement puissant et rapide il est généralement intéressant de pouvoir stocker sur disque magnétique (ou éventuellement sur bande) des tables de données numériques (bibliothèque) qui accèlèrent la reconstitution des différentes fonctions harmoniques à utiliser. Au paragraphe suivant est présentée une description sommaire d'un programme bibliothèque qui répond à cet objectif /21/ et qui a été généralisé pour calculer indifféremment des coefficients et fonctions d'indice l pair ou impair /22/

La figure 2.4, déjà présentée sous d'autres formes /23,24/, schématise les différents programmes qui interviennent dans l'analyse des textures ainsi que leurs buts.

Pour l'écriture des différents programmes, symbolisés par les rectangles de la figure 2.4, nous nous sommes inspirés des programmes existant pour la symétrie cubique - orthorhombique /25/. Nous avons choisi de constituer une chaîne de programmes pour chaque cas de symétrie : ainsi pour le cas cubique - triclinique ce sont les programmes PING 1, FUNE 1 etc... qui seront utilisés tandis que pour le cas rhomboèdrique - triclinique existe une chaîne analogue PING 2, FUNE 2 etc... Cette séparation permet en effet, d'une part, de tirer partie au mieux des spécifités

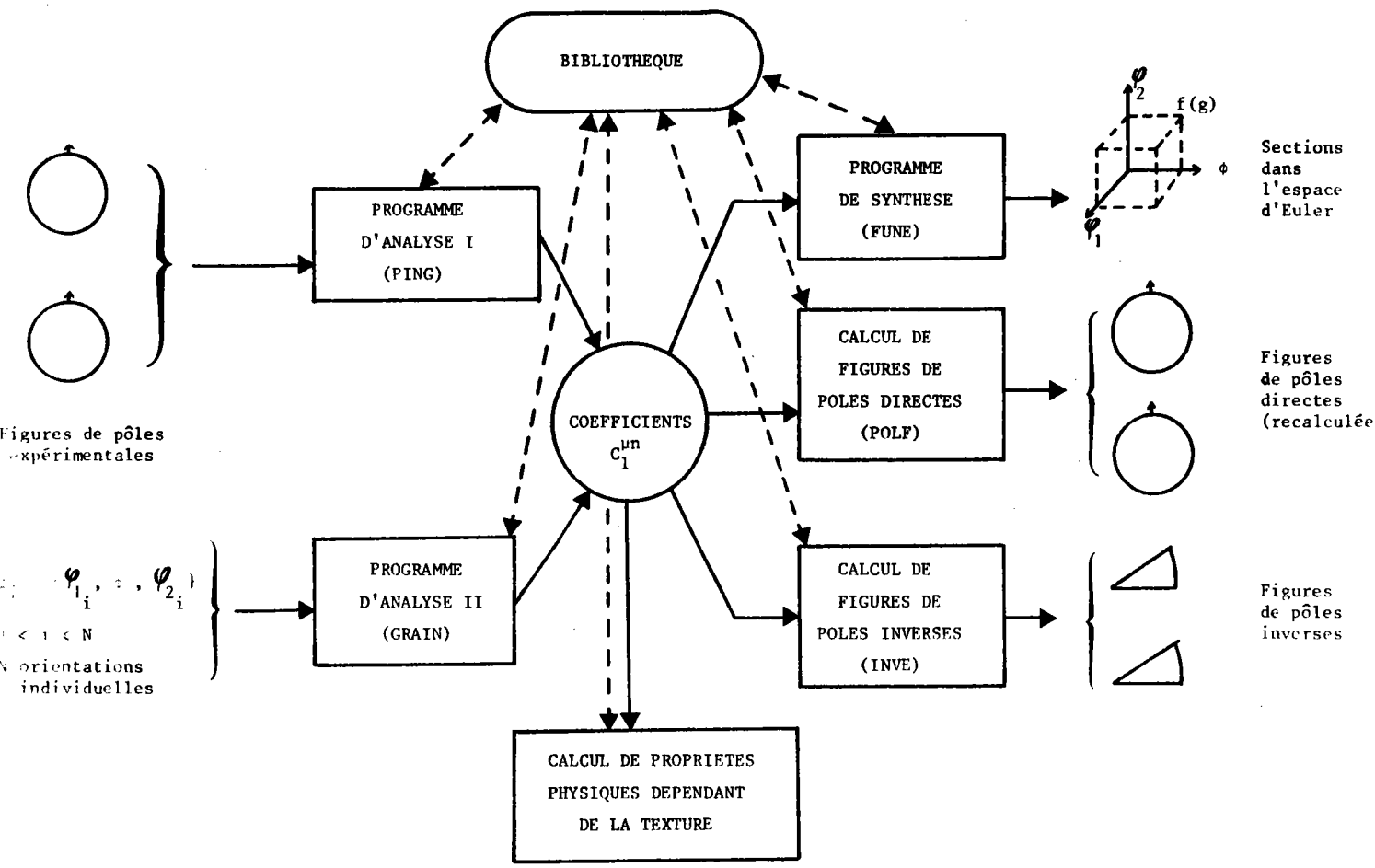


Fig. 2.4. : Schéma général des programmes utilisés dans l'analyse des textures et définition de leurs rôles.

indiquées à la partie I pour optimiser les programmes et d'autre part, d'avoir des programmes de faible encombrement mémoire. Ce dernier point était en effet capital pour nous puisque ces programmes ont été développés sur un ordinateur PDP 11/70 qui n'alloue que 64 K octets par utilisateur. Tous ces programmes ont été écrits en FORTRAN IV.

2 Programme bibliothèque

Le programme bibliothèque présenté offre à l'utilisateur la possibilité de créer différents types de bibliothèque suivant le choix effectué quant à la quantité de données à stocker. Il a aussi été conçu de manière à couvrir un grand nombre de cas de symétrie dont bien sûr les plus courants.

2.1 Fonctions et coefficients calculés

Nous donnons, ci-après, la liste des coefficients et fonctions susceptibles d'être calculés et stockés par ce programme, les limitations imposées, ainsi que les relations utilisées pour leur exploitation ultérieure. Pour toutes les quantités calculées, l'indice l varie entre les limites LMIN et LMAX choisies par l'utilisateur avec un pas choisi LP, ces paramètres étant soumis aux contraintes suivantes :

$$1 \leqslant LMIN \leqslant 4 \quad ; \quad 1 \leqslant LMAX \leqslant 34 \quad ; \quad LMIN \leqslant LMAX \quad ; \quad 1 \leqslant LP \leqslant 2$$

1) Coefficients Q_l^{mn}

Ils sont définis par la relation :

$$Q_l^{mn} = i^{m+n} P_l^{mn}(\pi/2) \qquad (2.40)$$

où les $P_l^{mn}(\pi/2)$ représentent des polynômes associés aux polynômes de Jacobi pour l'angle $\pi/2$. Ces coefficients sont calculés pour les indices suivants :

l = LMIN , LMAX , (LP)
m = 0 , 1 , (iDN)
n = 0 , m , (iDN) avec iDN = 1 ou 2

(les relations de symétrie permettent, en effet, cette limitation des indices)

Ces coefficients, toujours réels, sont l'un des "piliers" du programme bibliothèque. Ils sont calculés au début du programme à l'aide d'un algorithme de récurrence adapté à leurs symétries /26/ et sont soit stockés, soit utilisés pour calculer les autres coefficients et fonctions désirés.

2) Coefficients a'^{mns}_l

Ils sont définis par la relation :

$$a'^{mns}_l = \varepsilon\, Q^{ms}_l\, Q^{sn}_l \qquad (2.41)$$

avec $\begin{cases} \varepsilon = 1 \text{ si } s = 0 \\ \varepsilon = 2 \text{ si } m + n \text{ pair } (s \neq 0) \\ \varepsilon = 2i \text{ si } m + n \text{ impair } (s \neq 0) \end{cases}$

et sont calculés et stockés pour :

l = LMIN , LMAX , (LP)
m = 0 , 1 , (iDM) avec 1 ⩽ iDM ⩽ 6
n = 0 , 1 , (iDN) avec 1 ⩽ iDN ⩽ 2
s = 0 , 1 , (1)

Ces coefficients sont soit des réels, soit des imaginaires purs. Dans ce dernier cas ($s \neq 0$, $m + n$ impair) on stocke en fait les valeurs réelles a'^{mns}_l/i.

Les coefficients a'^{mns}_l sont utilisés pour calculer les polynômes associés aux polynômes de Jacobi $P^{mn}_l(\phi)$, pour un angle ϕ quelconque, en utilisant leur développement en somme de Fourier :

$$P^{mn}_l(\phi) = \sum_{s=\delta}^{l} a'^{mns}_l \cos(s\phi - \delta\Pi/2) \qquad (2.42)$$

avec $\delta = \begin{cases} 0 \text{ si } m + n \text{ pair} \\ 1 \text{ si } m + n \text{ impair} \end{cases}$

3) Coefficients a'^{ms}_{l}

Ils s'expriment en fonction des coefficients Q^{mn}_{l} par :

$$a'^{ms}_{l} = \varepsilon \sqrt{4l+2} \quad Q^{ms}_{l} \; Q^{s0}_{l} \qquad (2.43)$$

avec
$\varepsilon = 1/2\ (-1)^{m/2}$ si $s = 0$
$\varepsilon = (-1)^{m/2}$ si m pair $(s \neq 0)$
$\varepsilon = (-1)^{(m-1)/2}$ si m impair $(s \neq 0)$

et sont calculés et stockés pour les conditions suivantes :

l = LMIN , LMAX , (LP)
m = 0 , 1 , (iDN) avec $1 \leqslant$ iDN $\leqslant 2$
s = t , 1 , (2) avec t = 0 si l pair
t = 1 si l impair

4) Polynômes $\tilde{P}^{m}_{l}(\phi)$

Les coefficients a'^{ms}_{l} précédents sont utilisés pour calculer les polynômes associés aux polynômes de Legendre $P^{m}_{l}(\phi)$ qui peuvent être, en outre, calculés et stockés pour une distribution régulière de valeurs angulaires ϕ. Ces polynômes s'expriment également par une somme de Fourier :

$$\overline{P^{m}_{l}(\phi)} = \sum_{s=\delta}^{l} a'^{ms}_{l} \cos(s\phi - \delta\Pi/2) \qquad (2.44)$$

avec
$\delta = 0$ si m pair
$\delta = 1$ si m impair

Ils sont calculés pour les conditions suivantes :

l = LMIN , LMAX , (LP)
m = 0 , 1 , (iDN) avec $1 < iDN \leq 2$
ϕ = 0 , 90° , ($\Delta\phi$) avec $1.25 \leq \Delta\phi \leq 90°$

5) Coefficients $\dot{B}_l^{m\mu}$

Les coefficients de symétrie cubique $\dot{B}_l^{m\mu}$, nécessaires à la construction des fonctions harmoniques de symétrie cubique, sont calculés dans un sous-programme qui effectue une réduction de la matrice associée au projecteur P de symétrie cubique /27/. Ils sont calculés pour :

l = lm , LMAX , (LP)
μ = 1 , M(l) , (1)
m = 0 , 1 , (4)

lm est la première valeur de l pour laquelle on obtient un coefficient non nul (lm = 4 si les rangs l pairs sont calculés, lm = 9 si seuls les rangs l impairs sont calculés).

6) Harmoniques simples de symétrie cubique $\dot{k}_l^{\mu}$ (hi)

L'équation fondamentale (2.35) fait intervenir ces fonctions pour les hi correspondant aux figures de pôles utilisées comme données. Ces fonctions peuvent être calculées et stockées pour 8 plans hi : (100) , (110) , (111) , (102) , (112) , (122) , (103) et (113) dont les paramètres angulaires $\{hi\} = \{\phi i , \beta i\}$ sont mis en mémoire par des cartes DATA du programme bibliothèque.

Ces fonctions sont calculées par la relation :

$$\dot{k}_l^{\mu}(hi) = \dot{k}_l^{\mu}(\phi i, \beta i) = \sum_{\substack{m=0 \\ (\Delta m=4)}}^{l} \dot{B}_l^{m\mu}\ \overline{P_l^m}(\phi i)\cos(m\beta i - \delta\Pi/2) \qquad (2.45)$$

avec δ = 0 ou 1 pour l pair ou impair et les mêmes limitations qu'en 5) pour l et μ.

7) Harmoniques simples $\dot{k}_l^{\mu}(hi)$ pour d'autres symétrie microscopiques.

Toujours dans le but de constituer une table de valeurs numériques nécessaires pour résoudre l'équation fondamentale (2.35) le programme bibliothèque permet de calculer les fonctions $\dot{k}_l^{\mu}(hi)$ pour d'autres symétries du cristal que la symétrie cubique. Ces fonctions sont obtenues pour 12 plans hi au maximum pour lesquels l'utilisateur doit fournir les paramètres angulaires $\{hi\} = \{\phi i, \beta i\}$.

Elles sont définies par la relation :

$$\dot{k}_l^{\mu}(hi) = \dot{k}_l^{\mu}(\phi i, \beta i) = \frac{\varepsilon}{\sqrt{\Pi}}\ (-1)^{m'}\ \overline{P_l^{m'}}(\phi i)\cos(m'\beta i - \delta\Pi/2) \qquad (2.46)$$

avec $\begin{cases} \delta = 0 \text{ pour l pair} \\ \delta = 1 \text{ pour l impair} \end{cases}$ $\begin{cases} \varepsilon = 1/\sqrt{2} \text{ si } \mu = 1 \\ \varepsilon = 1 \quad \text{si } \mu \neq 1 \end{cases}$ et $m' = J(\mu-1)$

J représente l'ordre (6,4,3,2 ou 1) de l'axe du cristal situé suivant la direction Z_B du repère microscopique. La formule (2.46) suppose en outre l'existence d'un axe binaire suivant la direction Y_B du repère microscopique. Elle est donc valable pour les 12 groupes ponctuels de symétrie suivants : 6/m mm, 622, $\bar{3}$m, 32, $\bar{6}$m2, 4/mmm, 422, mmm, 222, $\bar{4}$2m, 2/m, 2. Il suffit donc de fournir au programme bibliothèque l'ordre J de l'axe Z pour

obtenir les fonctions harmoniques simples symétrisées pour les plans hi choisis.

2.2 Organisation et caractéristiques du programme bibliothèque

La figure 2.5 présente l'organigramme du programme biliothèque. Deux types principaux de bibliothèques peuvent être obtenus (suivant la valeur 0 ou 1 du paramètre ISTOK) :

- le premier contient les coefficients Q_l^{mn}, les coefficients et fonctions de symétrie cubique $B_l^{m\mu}$ et k_l^{μ} (hi) si cette symétrie est souhaitée, et /ou les harmoniques symétrisés pour une autre symétrie microscopique. Bunge a en effet proposé ces coefficients Q_l^{mn} /28/ qui constituent un bon compromis entre le nombre de données à stocker (assez limité dans ce cas) et le temps nécessaire à la reconstitution en mémoire centrale des différentes fonctions utilisées dans l'analyse harmonique.

- le deuxième est constitué des coefficients et fonctions suivants :

$\bar{P}_l^m$ (ϕ), a_l^{ms}, $B_l^{m\mu}$ et k_l^{μ} (hi) si la symétrie cubique est demandée et /ou k_l^{μ} (hi) pour une autre symétrie (ce qui est déterminé par les 3 valeurs possibles du paramètre ISYM), a_l^{mns}. Dans ce deuxième cas il est possible de créer une bibliothèque "standard" (en fixant avec une seule carte de données le paramètre IST à 1) directement adaptée à la chaîne d'analyse de texture publiée pour le cas cubique - orthorhombique /25/.

Tous les calculs sont effectués en double précision mais les résultats obtenus sont finalement stockés dans la bibliothèque en simple précision. Ceci permet de garantir la précision des valeurs stockées à $\pm$ 1 unité sur le septième chiffre significatif pour un ordinateur qui représente une valeur réelle sur 32 bits.

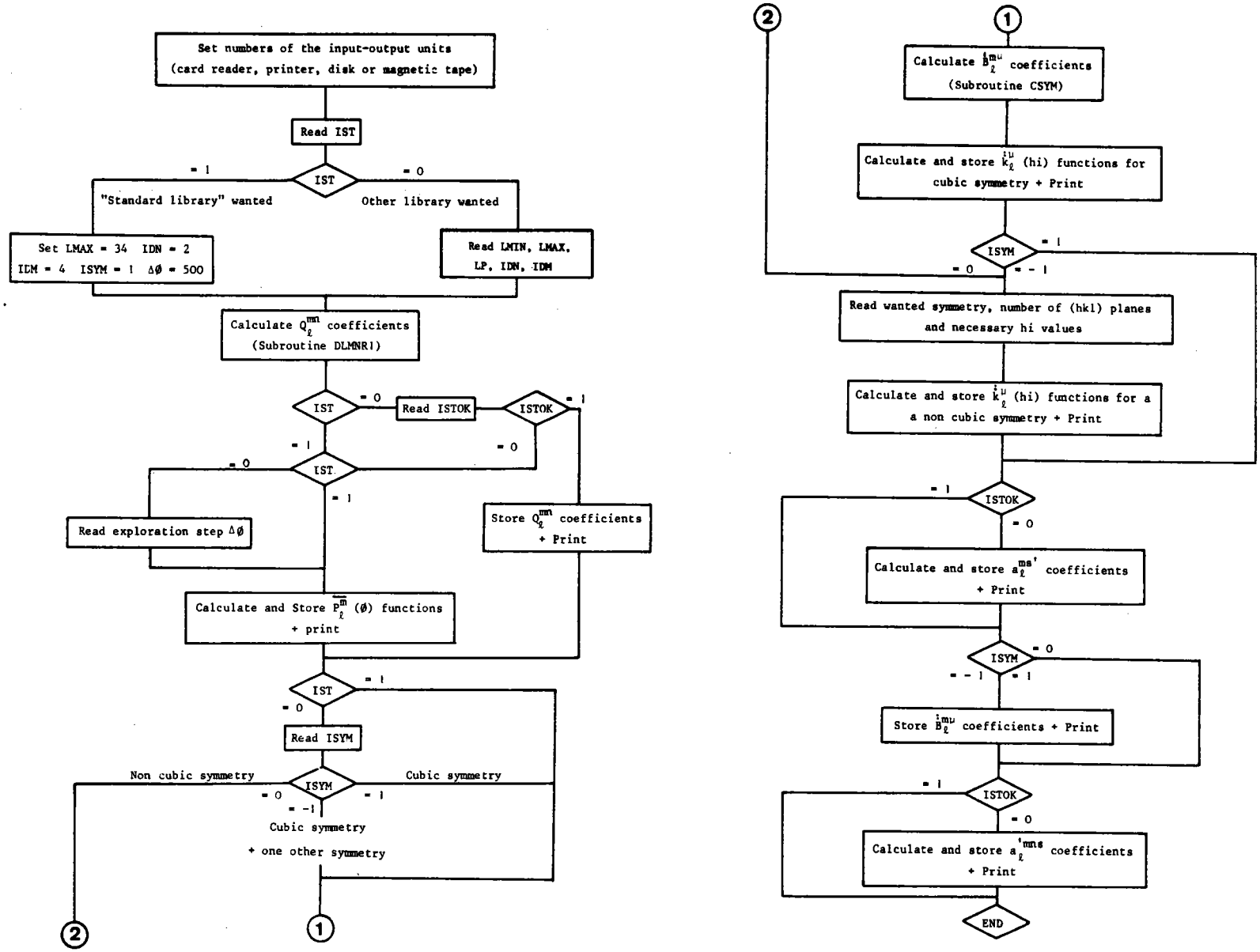


Fig. 2.5. : Ordinogramme du programme bibliothèque.

Dans sa forme la plus générale, le programme bibliothèque nécessite environ 150 K octets. On peut facilement réduire la place mémoire nécessaire pour ce programme en limitant ses possibilités (par exemple lmax < 34, ou valeurs de l seulement paires ou impaires) ce qui permet de limiter les dimensions des tableaux utilisés ou encore en travaillant en recouvrement (overlay), ce que nous avons fait avec un ordinateur limitant à 64 K octets la mémoire accessible à l'utilisateur.

Enfin, les temps de calcul restent très raisonnables pour un programme qui, de plus, ne doit travailler que très épisodiquement (chaque fois que l'on souhaite créer une bibliothèque correspondant à de nouvelles conditions de symétrie) : ainsi le temps d'exécution pour une bibliothèque standard est de l'ordre de 3 minutes pour un ordinateur PDP 11/70 et d'environ 1,5 minutes sur un UNIVAC 1100.

3 Programmes d'analyse

La figure 2.4 montre que la dénomination programme d'analyse est utilisée pour les programmes qui, partant des données expérimentales, déterminent les coefficients C_l^{un} de la fonction de texture. Nous reviendrons au chapitre 4 sur les possibilités d'analyse à partir de mesures d'orientations individuelles.

La structure des programmes PING1 et PING2, qui sont les programmes d'analyse utilisant des figures de pôles complètes pour des symétries respectivement cubique - triclinique et rhomboëdrique - triclinique, est schématisée dans le tableau 3. Nous avons adopté une structure très modulaire, qui permet notamment un travail en recouvrement (overlay), le programme principal étant essentiellement constitué d'une liste de COMMON et d'instructions d'appel aux différents sous-programmes.

Pour chaque sous-programme sont donnés dans la table 3 le nombre d'appels à partir du programme principal, les grandeurs calculées, ainsi que

la référence des formules utilisées et présentées dans la première partie de ce chapitre. Dans les sous-programmes COEF 1/2 qui résolvent les systèmes d'équations (2.37) sont en outre calculés , l'indice de texture /2/ qui caractérise l'acuité de la texture, ainsi que des coefficients d'erreur qui permettent de contrôler la qualité de l'analyse. Ces coefficients d'erreur sont basés sur la comparaison des figures de pôles expérimentales (bien entendu corrigées et normées) et des figures de pôles recalculées à partir des coefficients C_l^{un} obtenus par l'analyse. Les sous-programmes POLO 1/2 permettent d'imprimer et de stocker ces figures de pôles recalculées.

	Sous programme	Nombre d'appels	Rôle du sous-programme	Relations utilisées	Utilisation de données en bibliothèque
PING 1/2 (programme principal)	SETCA 1/2	1	- fixer les unités d'entrée-sortie - lecture des informations générales sur l'échantillon concerné - lecture du nombre de figures de pôles et du rang lmax		Non
	CORE 1/2	P = nombre de figures de pôles.	Correction d'une figure de pôles mesurée (bruit de fond, défocalisation , absorption etc...)		Non
	TWODI 1/2	P = nombre de figures de pôles.	- normalisation d'une figure de pôles - calcul des coefficients F_l^h (hi)	(2.6),(2.7),(2.9)	Oui
	COEF 1/2	1	- calcul des coefficients C_l^{un} de la fonction de texture - calcul de l'indice de texture - calcul des coefficients d'erreur } (cf./2/)	(2.37),(2.35)	Oui
	POLO 1/2	P = nombre de figures de pôles.	Calcul à partir des coefficients C_l^{un} d'une figure de pôles "théorique" utilisée en entrée.	(2.4)	Oui

Tableau 2.3. : Structure des programmes d'analyse PING 1/2.

4 Programmes de synthèse

Ces programmes, appelés FUNE 1 et FUNE 2 pour les 2 cas de symétrie, ont pour but de calculer, à partir des coefficients C_l^{un}, la valeur de la fonction de texture sur une grille régulière de points dans le domaine fondamental de l'espace d'Euler.

C'est à partir de ces valeurs numériques que sont recherchées les lignes d'isodensité de f(g) dont le dessin pour différentes sections de l'espace d'Euler constitue la présentation habituelle du résultat d'une analyse de texture.

La table 4 donne quelques indications sur l'organisation des programmes FUNE 1/2 qui ont eux aussi une structure modulaire. Ces programmes sont ceux qui nécessitent le plus de temps de calcul dans les chaînes de programmes utilisées dans l'étude des textures. A titre indicatif nous donnons ci-après les temps de calcul nécessaires pour les programmes d'analyse et de synthèse dans le cas de symétries rhomboèdrique - triclinique pour un calculateur PDP 11/70 travaillant en recouvrement (overlay) :

- programme d'analyse (6 figures de pôles ; lmax = 14) : 1'14"
- programme de synthèse (lmax = 14 ; 4446 points dans l'espace d'Euler) : 19'41"

sous programme	Nombre d'appels	Rôle du sous-programme	Relations utilisées	Utilisation de données en bibliothèque
SETCA 1/2	1	- fixer les unités d'entrée-sortie - lecture des informations générales sur l'échantillon concerné - lecture du rang lmax		Non
LECCF 1/2	1	- lecture des coefficients $C_l^{\mu n}$ - calcul des coefficients $\alpha^{\mu ns}$ et $\beta^{\mu ns}$ (voir relation de définition en (2.20) et (2.24)).		Oui
UNKC 1/2	1	- fixer les limites du domaine fondamental dans l'espace d'Euler. - lire le type de section choisi (φ_1, ϕ ou φ_2 = constante) et le nombre de points par section - calcul de f(g) pour chaque point de l'espace d'Euler - stocker ces résultats par section	(2.24) ou (2.20)	Non

FUNE 1/2

(programme principal)

Tableau 2.4. : Structure des programmes de synthèse FUNE 1/2.

5 Programmes de calcul de figures de pôles directes et inverses

Les programmes POLF 1/2 et INVE 1/2 permettent de calculer respectivement toute figure de pôles directe P_{hi} (y) ou inverse R_y (h) à partir d'un ensemble de coefficients C_l^{un} caractéristique d'une texture.

Les tableaux 5 et 6 montrent l'organisation de ces deux types de programmes. Compte tenu des formules programmées pour reconstituer ces figures de pôles directes ou inverses le temps d'exécution est relativement court : toujours pour un calculateur PDP 11/70 le temps de calcul est de 12s. pour une figure de pôles directe et de 50s.pour une figure de pôles inverse.

6 Programmes de dessin

Qu'il s'agisse de figures de pôles directes ou inverses ou de sections dans l'espace d'Euler, l'interprétation est souvent facilité par la visualisation des résultats à l'aide de courbes d'égale intensité.

Les résultats stockés par les différents programmes peuvent donc être repris afin d'obtenir les tracés correspondants. Les programmes de tracé de courbes que nous utilisons font appel aux sous-programmes conçus et écrits par notre collègue A. Vadon /29/ qui permettent la détermination et le tracé de lignes d'isointensité pour les trois types de dessin habituellement utilisés dans le domaine des textures.

	sous programme	Nombre d'appels	Rôle du sous-programme	Relations utilisées	Utilisation de données en bibliothèque
POLF 1/2	SETCA 1/2	1	- fixer les unités d'entrée - sortie - lecture des informations générales sur l'échantillon concerné - lecture du rang lmax		Non
	XDATA 1/2	1	Lecture des coefficients C_l^{un} et impression pour contrôle.		Non
(programme principal)	POLV 1/2	P = nombre de figures de pôles demandées	- lecture du type hi de figure de pôles demandé - calcul des coefficients F_l^n (hi) - calcul de la fonction densité de pôles P_{hi} (y) - écriture et stockage des résultats	(2.35),(2.4)	Oui

Tableau 2.5. : Structure des programmes de calcul de figures de pôles directes POLF 1/2.

	sous programme	Nombre d'appels	Rôle du sous-programme	Relations utilisées	Utilisation de données en bibliothèque
INVE 1/2 (programme principal)	SETCA 1/2	1	- fixer les unités d'entrée-sortie - lecture des informations générales sur l'échantillon concerné - lecture du rang lmax		Non
	DIR 1/2	P = nombre de figures de pôles inverses demandé	- lecture de la direction y demandée - calcul des polynômes associés aux polynômes de Legendre ultérieurement utilisés	(2.44)	Oui
	INCF 1/2	P	- lecture des coefficients $C_l^{\mu n}$ utilisés - calcul des coefficients $H_l^{\mu}(y)$ de la figure de pôles inverse demandée	(2.39)	Non
	INVA 1/2	P	- fixer la grille angulaire de la figure de pôles inverse - calcul des valeurs de la fonction densité de pôles inverse et impression et stockage des résultats	(2.28)	Oui

Tableau 2.6. : Structure des programmes de calcul de figures de pôles inverses INVE 1/2.

CONCLUSION

Quelle que soit la méthodologie employée, l'analyse des textures, à cause de la nature de la grandeur recherchée (fonction de trois variables), du volume des données et de la relation intégrale qui lie fonction de texture et figures de pôles, fait appel à un "appareil mathématique" relativement lourd et à des chaînes de programmes volumineuses. Pour pouvoir mener à bien les études de texture projetées pour les symétries cubique - triclinique et rhomboèdrique - triclinique, il nous fallait donc forger les outils adéquats. Du point de vue mathématique nous l'avons fait en établissant les relations nécessaires avec le souci de mener le plus loin possible les calculs analytiques afin de réduire le travail de programmation. Du point de vue de la programmation, nous avons cherché à trouver un bon compromis entre les deux impératifs : rapidité d'exécution des programmes et précision du calcul en tenant compte des contraintes imposées par la taille mémoire limitée de l'unité centrale pour le calculateur utilisé.

- REFERENCES : CHAPITRE II -

/1/ BUNGE, H.J., Z. Metallkde, 56, p. 872 (1965).

/2a/ BUNGE, H.J., Mathematische Methoden der Texturanalyse (Akademie Verlag, Berlin) (1969).

/2b/ BUNGE, H.J., Texture Analysis in Materials Science - Mathematical Methods (Butterworth, London) (1983)

/3/ MATTHIES, S., Phys. Status Solidi (b) 92, p. k135 (1979).

/4/ MATTHIES, S., Kristall und Technik, 15, p. 431 (1980).

/5a/ BUNGE, H.J. and ESLING, C., J. Appl. Cryst. 14, p. 253 (1981).

/5b/ BUNGE, H.J. and ESLING, C., Proceedings of the 6th ICOTOM, vol. 2, p. 1202, édité par : The Iron and Steel Institute of Japan (1982).

/6/ CLEMENT,A., DURAND, G., J. Appl. Cryst., 8, p. 589 (1975).

/7/ Quantitative Texture Analysis, éd. BUNGE, H.J. and ESLING, C., (D.G.M. Metallurgy Information, New-York, Oberürsel) chap. V, p. 179 (1982).

/8/ BUNGE, H.J., Mber. Dt. Akad. Wis., 7, p. 351 (1965).

/9a/ ESLING, C., BUNGE, H.J. and MULLER, J., J. Physique Lett., 41, p. L-543 (1980).

/9b/ ESLING, C., BUNGE, H.J. et MULLER, J., C.R. Hebd. Séan. Acad. Sci. 291B, p. 263 (1980).

/10/ ROE, R.J., J. Appl. Phys., 36, p. 2024 (1965).

/11/ Quantitative Texture Analysis, éd. BUNGE, H.J. and ESLING, C., (D.G.M. Metallurgy Information, New-York, Oberürsel) chap. XI, p. 271 (1982).

/12/ ESLING, C., BECHLER-FERRY, E. and BUNGE, H.J., Texture and Microstructure, 5, p. 95 (1982).

/13/ ESLING, C., et TAVARD, C., C.R. Hebd. Séan. Acad. Sci., 274 B, p. 125 (1972).

/14/ ESLING, C., BECHLER-FERRY, E. and BUNGE, H.J., Proceedings of the 6th ICOTOM, vol. 2, p. 1373, édité par : The Iron and Steel Institute of Japan (1982).

/15/ BECHLER-FERRY, E., Thèse de Docteur-Ingénieur, I.N.P.L. (1981).

/16/ POSPIECH, J., GNATEK, A. and FICHTNER, K., Kristall und Technik, 9, p. 729 (1974).

/17/ MATTHIES, S., and WAGNER, F., Phys. Stat. Sol. (b), 107, p. 591 (1981).

/18/ RUER, D., Thèse de Doctorat d'Etat (Université de Metz), (1976).

/19/ VADON, A., Thèse de Doctorat d'Etat (Université de Metz), (1981).

/20/ SZPUNAR,J, OJANEN,M. and LAINE,E. Zeit. für Metallkde, 65, p.221, (1974).

/21/ WAGNER, F., ESLING, C. et BARO, R., Texture Cryst. Solids, 2, p. 225 (1977).

/22/ WAGNER, F., BECHLER-FERRY, E., ESLING, C. et BARO, R., J. Appl. Cryst., 15, p. 122 (1982).

/23/ Quantitative Texture Analysis, éd. BUNGE, H.J. and ESLING, C., (D.G.M. Metallurgy Information, New-York, Oberürsel) chap. IV, p. 129 (1982).

/24/ DURAND, G., BERNADOU, J.P. et FRIES, J.F., J. Appl. Cryst., 10, p. 473 (1977).

/25/ JURA, J., POSPIECH J. et BUNGE, H.J., Texture Cryst. Solids, 1, p. 201 (1974).
et
Metalurgia, 24, p. 111, Prace Komisji Metalurgiczno Odlewniczey Polska Akademia Nauk (1976).

/26/ BECHLER-FERRY, E., WAGNER, F., HUMBERT, M., ESLING, C. and BARO, R., Proceedings of the 6th ICOTOM, vol. 2, p. 1300, édité par : The Iron and Steel Institute of Japan (1982).

/27/ ESLING, C., Thèse de Doctorat d'Etat, Université de Metz (1981).

/28/ BUNGE, H.J., Kristall und Technik, 6, p. 429 (1971).

/29/ Quantitative Texture Analysis, éd. BUNGE, H.J. and ESLING, C., (D.G.M. Metallurgy Information, New-York, Oberürsel) chap. IX, p. 235 (1982).

CHAPITRE III

ETUDE DE DEUX TRANSFORMATIONS DE TEXTURE

1.- INTERET DE L'ETUDE DES TRANSFORMATIONS DE TEXTURES

2.- TRANSFORMATION HEMATITE ⟶ MAGNETITE

- 2.1.- Présentation du problème
- 2.2.- Définition de l'expérience
- 2.3.- Matériaux utilisés
- 2.4.- Mesure des figures de pôles
  - a) hématite
  - b) magnétite
  - c) corrections
- 2.5.- Textures initiale et finale
  - a) hématite
  - b) magnétite
- 2.6.- Modèle classique de transformation de texture - comparaison avec les résultats expérimentaux
  - 2.6.1.- Modèle classique
  - 2.6.2.- La fonction de transformation $W(\Delta g)$
  - 2.6.3.- Comparaison des fonctions de texture calculée et réelle de la magnétite
- 2.7.- Fonction de transformation de texture avec dispersion
  - 2.7.1.- Modèle de transformation avec dispersion
  - 2.7.2.- Résultats
- 2.8.- Discussion

3.- TRANSFORMATION AVEC SELECTION DE VARIANTES - EXEMPLE D'UN ALLIAGE FER-NICKEL

- 3.1.- Définition du problème
- 3.2.- Matériau utilisé
- 3.3.- Textures initiale et finale
- 3.4.- Les relations d'orientation et les variantes

3.5.- Textures calculées pour l'échantillon E87$_\gamma$

3.6.- Discussion

4.- CONCLUSION.

I.- INTERET DE L'ETUDE DES TRANSFORMATIONS DE TEXTURE

Un matériau polycristallin qui subit une transformation à l'état solide, métallurgique, mécanique, chimique etc... voit généralement sa texture se modifier. Nous pouvons schématiser ce fait par l'écriture tout à fait symbolique suivante :

$$[TF] = [MT][TI] \qquad (3.1)$$

où [TI] et [TF] indiquent respectivement la texture initiale et la texture finale du matériau et [MT] les mécanismes impliqués dans la transformation considérée ou plus précisément leur influence sur l'orientation des cristallites.

L'étude d'une transformation de texture peut donc viser l'un des trois objectifs, exclusifs les uns des autres, suivants :

i) prévoir la texture finale [TF] connaissant la texture initiale [TI] ainsi que les mécanismes de transformation [MT]

ii) déterminer la texture [TI] connaissant [TF] et [MT]

iii) déterminer les mécanismes de la transformation, ou du moins leurs aspects cristallographiques, connaissant [TI] et [TF].

Dans le premier cas la prévision de la texture finale est possible si l'action de la transformation sur l'orientation des cristallites dans l'état initial est susceptible d'une description quantifiable.

Dans le deuxième cas on se propose de rechercher quelle texture initiale permet d'obtenir, après transformation, une texture donnée, connue par exemple pour être favorable à l'utilisation envisagée du matériau. Si, oubliant pour quelques instants l'aspect symbolique de la "relation" (3.1), nous l'assimilons à une relation matricielle, il apparait clairement que deux cas doivent être distingués :

- [MT] est inversible et la solution [TI] peut être calculée

- [MT] n'est pas inversible; la seule possibilité consiste alors en une succession d'essais en partant de [TI] différents avec l'espoir que l'une au moins de ces textures initiales conduira à la texture finale souhaitée.

Ce type d'étude pose donc le difficile problème de l'existence d'une "transformation inverse" sur lequel nous reviendrons au paragraphe 2.8

Enfin, dans le dernier cas ([MT] inconnu), l'analogie indiquée ci-dessus avec le calcul matriciel nous montre que, sauf cas particulier, la détermination de [MT] ne peut se faire que de manière indirecte. La procédure utilisée, schématisée à la figure 3.1., consiste à tester différents modèles possibles pour la transformation en comparant la texture finale ainsi prévue $[TF_{calc}]$ avec celle réellement déterminée de manière expérimentale $[TF_{exp}]$. C'est avec cet objectif de meilleure compréhension des mécanismes de transformation qu'ont été entreprises les deux études présentées aux paragraphes suivants.

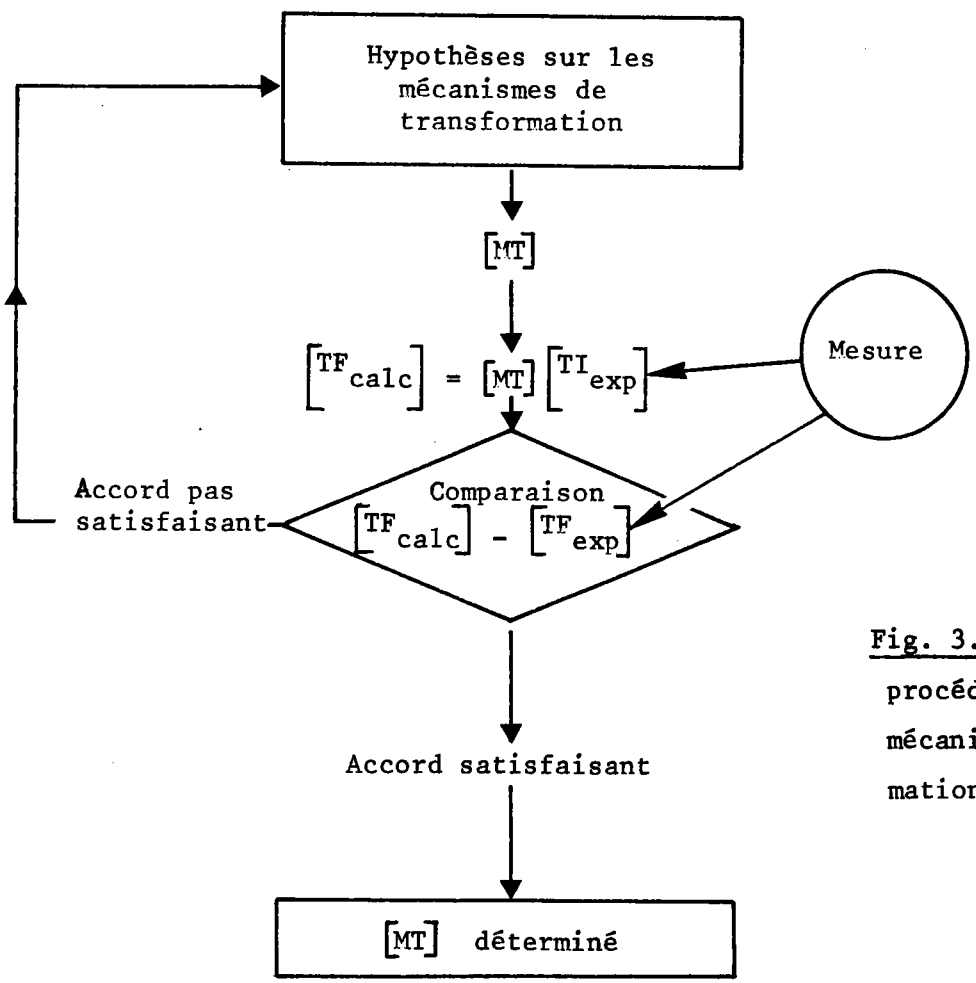


Fig. 3.1. : Schéma du procédé d'étude des mécanismes de transformation [MT].

2.- TRANSFORMATION HEMATITE ⟶ MAGNETITE

2.1. - Présentation du problème

Une grande partie des minerais de fer de notre globe sont des minerais d'hématite. L'hématite, αFe_2O_3, a une structure rhomboédrique et appartient au groupe spatial $R\bar{3}c$. La réduction d'un tel minerai, par exemple dans un haut-fourneau où le coke fournit l'oxyde de carbone CO nécessaire à la réduction, se fait généralement par la succession de réactions suivantes :

$$3\ \alpha Fe_2O_3 + \frac{1}{2}\ CO \longrightarrow 2\ Fe_3O_4 + \frac{1}{2}\ CO_2$$

$$Fe_3O_4 + CO \longrightarrow 3\ Fe\ O + CO_2$$

$$FeO + CO \longrightarrow Fe + CO_2$$

où apparaissent successivement la magnétite (Fe_3O_4), la wüstite (FeO) et le fer. Les caractéristiques du minerai, teneur en impuretés, porosité, histoire géologique etc... influent grandement sur sa réductibilité et notamment sur la vitesse de réduction qui est, du point de vue économique, un paramètre très important.

L'étude de la texture cristallographique de tels minerais présente deux intérêts. D'une part elle contient, comme pour les roches, une information importante sur l'histoire géologique du matériau, notamment sur sa déformation, et constitue en quelque sorte un moyen de caractériser ce processus géologique /1,2/.

D'autre part la réduction est un phénomène anisotrope. En effet si l'on examine un monocristal d'hématite partiellement réduit on constate que le front de réduction a progressé de manière différente suivant les différentes rangées cristallographiques / 3 /. Il a également été démontré que, pour un monocristal, la réactivité est différente suivant le type de face (h k.l) concernée / 4 /.

Dans l'étude détaillée de chaque étape de la réduction entreprise par différents chercheurs /3,5,6,7 /, les relations de structure entre les divers oxydes qui apparaissent au cours de la réduction sont donc d'un grand intérêt. Ainsi dans la première étape de la réduction (hématite → magnétite) Blackmann et Kaye/ 8 /, Heizmann et al. / 9 /, Becker et al. /10 / ont montré que différentes relations de structure entre les deux oxydes, appelées relations topotaxiques, apparaissent en fonction des conditions de réduction (température de réduction notamment). Toutefois ces relations topotaxiques n'ont été mises en évidence que pour des monocristaux. En outre la faible pénétration des rayons X ne permet de mettre en évidence que les relations de structure qui apparaissent sur une mince couche à la surface du monocristal. Il nous a donc semblé intéressant de rechercher, d'une part si de telles relations de structure existent encore pour un minerai (donc polycristallin), et d'autre part si elles sont valables pour l'ensemble du volume. Ce dernier point a été rendu possible par l'utilisation de la diffraction neutronique.

2.2.- Définition de l'expérience

Le schéma logique de l'étude est celui de la figure 3.1. Du point de vue expérimental il s'agit donc de déterminer les textures de l'échantillon avant et après la transformation, c'est-à-dire ici avant et après la réduction de l'hématite en magnétite. Pour cela sont découpés dans un même bloc de minerai d'hématite deux échantillons (n° 1 et 2) cubiques d'environ 1 cm^3. Leur orientation par rapport à un repère lié au bloc de minerai est strictement analogue et soigneusement marquée sur chacun des deux échantillons. L'échantillon n° 1 est utilisé pour déterminer la texture du minerai d'hématite initial. L'échantillon n° 2 est tout d'abord réduit en magnétite (Fe_3O_4) avant d'être soumis à une analyse de texture. Les réductions ont été effectuées en utilisant un mélange réducteur CO/CO_2.

2.3.- Matériaux utilisés

Une première étude qualitative effectuée sur un minerai provenant de Grängesberg (Suède), et réduit par un mélange CO/CO_2, a montré,

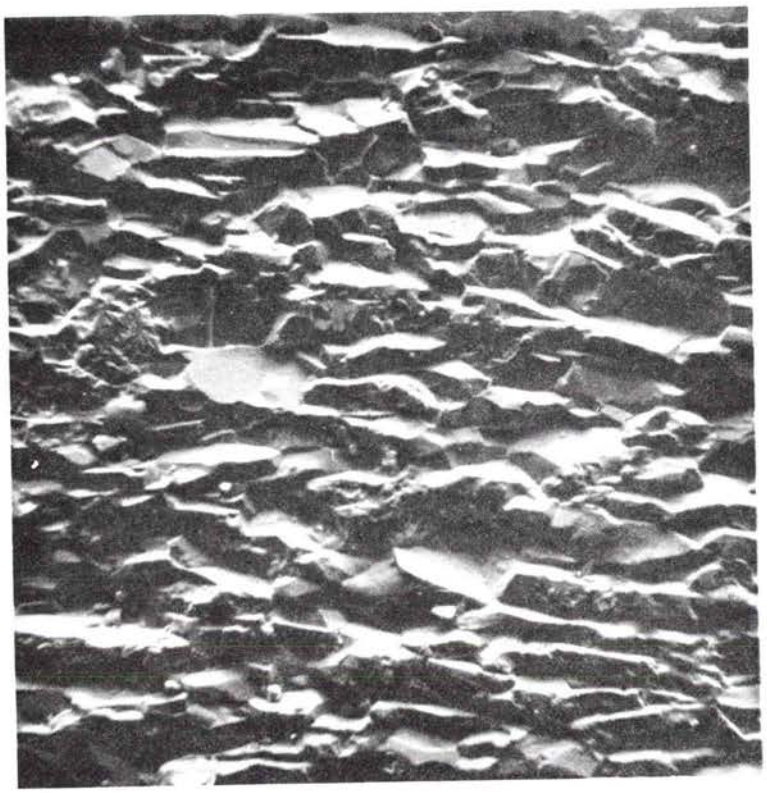


Fig. 3.2 : Echantillon d'hématite d'Itabira (Brésil)-Grandissement 200 X.

l'existence d'une corrélation de texture entre les deux échantillons /11/. Une étude plus quantitative, toujours basée sur le même principe, a alors été entreprise pour un minerai provenant d'Itabira (Brésil). Il s'agit d'un minerai d'hématite extrêmement riche (99 % de αFe_2O_3) avec des grains de l'ordre de 50 microns (fig. 3.2). La spectroscopie X en microscopie électronique à balayage révèle des traces très faibles de silicium en quelques rares points de l'échantillon. La réduction sous CO/CO_2 (10 % CO, 90 % CO_2) a été effectuée à 700°C pendant environ 8 heures et la perte de poids enregistrée pour l'échantillon réduit montre que l'hématite s'est transformée presque totalement en magnétite.

2.4.- Mesure des figures de pôles

Le goniomètre de texture que nous avons utilisé est dû à l'initiative de Marcel Englander et a été mis en place sur le canal H11 du réacteur EL3 (Saclay) en 1976. Il est constitué d'un berceau d'Euler Philips et les 5 mouvements possibles (4 mouvements du berceau, 1 mouvement pour le compteur) sont commandés manuellement ou par programme par un mini-ordinateur Multi IV d'Intertechnique (Fig. 3.3.). Le faisceau de neutrons thermiques est monochromatisé à λ = 1,14 Å, la détection est assurée par un compteur au fluorure de bore (BF3).

La mesure d'une figure de pôles avec des pas angulaires de 5° (1368 points de mesure) nécessite environ 10 heures si l'on souhaite une bonne statistique (pour un flux de l'ordre de 10^6 neutrons/cm^2/s après le monochromateur).Au cours de toute l'expérience l'échantillon reste entièrement "immergé" dans le faisceau de neutrons, le support d'échantillon étant alors protégé par une bague en cadmium. Ceci évite toute variation de volume diffractant et donc supprime la correction correspondante. La figure de pôles complète ainsi enregistrée est donc obtenue à la fois en réflexion et transmission.

a) Hématite

6 figures de pôles complètes ont été mesurées pour l'échantillon d'hématite : (00.3), (10.1), (01.2), (11.0), (10.4) et (11.6) . Les raies

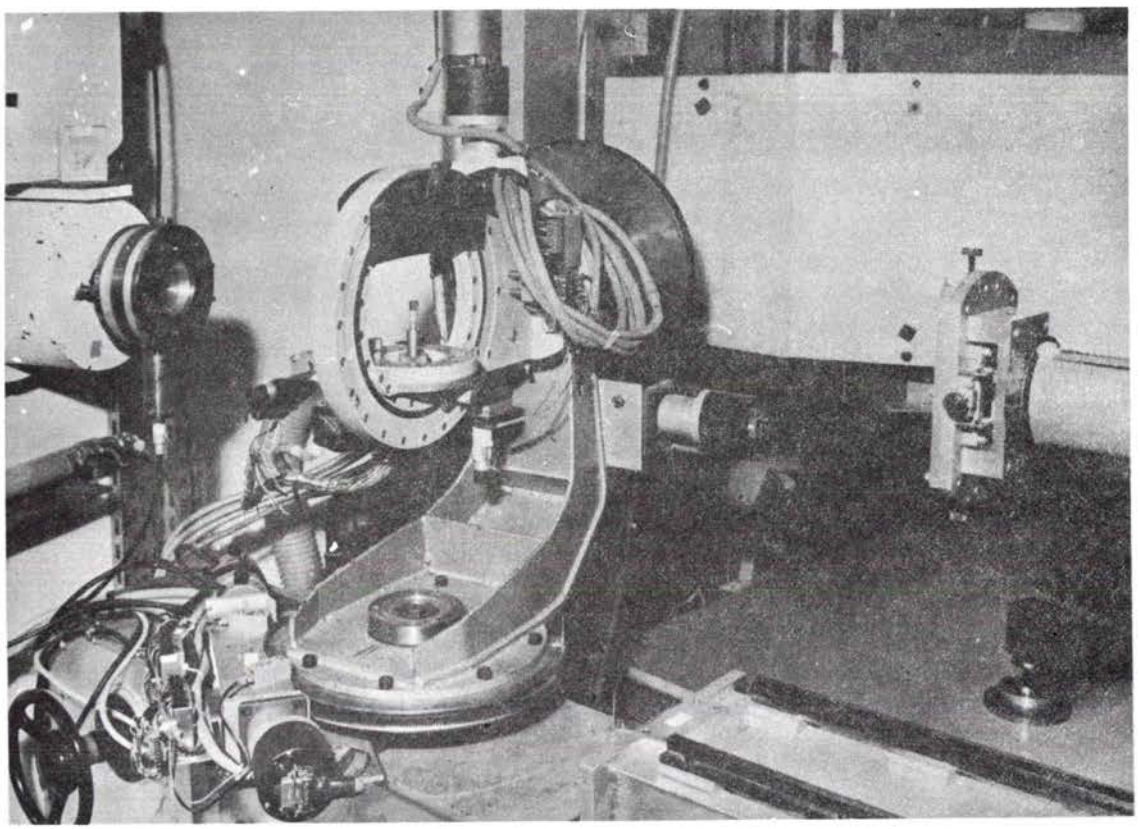


Fig. 3.3 : Goniomètre de texture sur le canal 11 du réacteur EL3 (Saclay).

(00.3) et (10.1) sont des raies magnétiques /12/. En effet, l'interaction des moments magnétiques des neutrons et des atomes de la cible peut donner lieu à une diffraction cohérente aux angles de Bragg habituels. C'est le cas pour l'hématite où les couches successives d'atomes de fer le long de l'axe c ont des moments magnétiques antiparallèles à température ambiante /12/. Contrairement à ce qui se passe pour les rayons X on peut donc facilement mesurer, avec des neutrons, les figures de pôles (00.3) et (10.1).

b) Magnétite

La magnétite (Fe_3O_4) est cubique faces centrées (groupe spatial Fd 3m). Trois figures de pôles complètes (111), (220) et (400) ont été mesurées. Dans les trois cas, la diffraction est due simultanément aux interactions nucléaires et magnétiques.

c) Corrections

Compte tenu de la méthode utilisée pour la mesure des figures de pôles les corrections à effectuer sur les intensités sont de deux types :

i) correction de bruit de fond.
Il faut soustraire aux intensités mesurées le bruit de fond. Nous avons relevé les valeurs du bruit de fond pour chaque couronne en utilisant la technique habituelle qui consiste à enregistrer les intensités en décalant le compteur de part et d'autre du pic de Bragg (ou d'un seul côté s'il existe un pic trop proche).

ii) correction d'absorption.
Au cours de l'expérience le trajet des neutrons incidents et réfléchis varie en fonction de la position de l'échantillon, ce qui implique une variation d'absorption pour l'échantillon. En vue de corriger cet effet nous avons déterminé dans chaque cas (hématite et magnétite) le coefficient d'absorption μ en mesurant l'atténuation du faisceau direct après transmission à travers l'échantillon :

$$\mu = \frac{1}{d} \text{ Log } \frac{I_o}{I} \qquad (3.2)$$

avec : I_o intensité du faisceau incident direct

I intensité du faisceau transmis

d épaisseur de l'échantillon

On obtient : $\mu = 0,24$ cm^{-1} pour l'hématite

et $\mu = 0,18$ cm^{-1} pour la magnétite.

(L'intensité transmise est égale à $\frac{I_o}{e}$ pour $\mu d = 1$; c'est-à-dire pour des épaisseurs de 4,1 cm et 5,5 cm respectivement !).

Pour calculer le facteur de correction d'absorption nous avons écrit un programme basé sur le principe suivant : l'échantillon de forme cubique est divisé en 1000 cellules cubiques élémentaires; pour chaque position de l'échantillon (ϕ,β) on calcule pour chacune des 1000 cellules élémentaires les trajets parcourus par les neutrons incidents et par les neutrons qui sont réfléchis par les plans réflecteurs.

Ainsi pour la cellule numéro j l'absorption Aj s'écrit :

$$Aj = e^{-\mu(l_i^j + l_r^j)} \qquad (3,3)$$

avec : l_i^j = trajet des neutrons incidents pour la cellule j

l_r^j = trajet des neutrons réfléchis par la cellule j. (Fig. 3.4.)

L'absorption totale est obtenue an faisant la moyenne pour les 1000 valeurs ainsi calculées. En fait, avec les valeurs de μ déterminées, la variation de l'absorption reste très faible (inférieure à 1 %) ce qui, dans ce cas, signifie que pour les neutrons la forme cubique est une bonne approximation de la sphère.

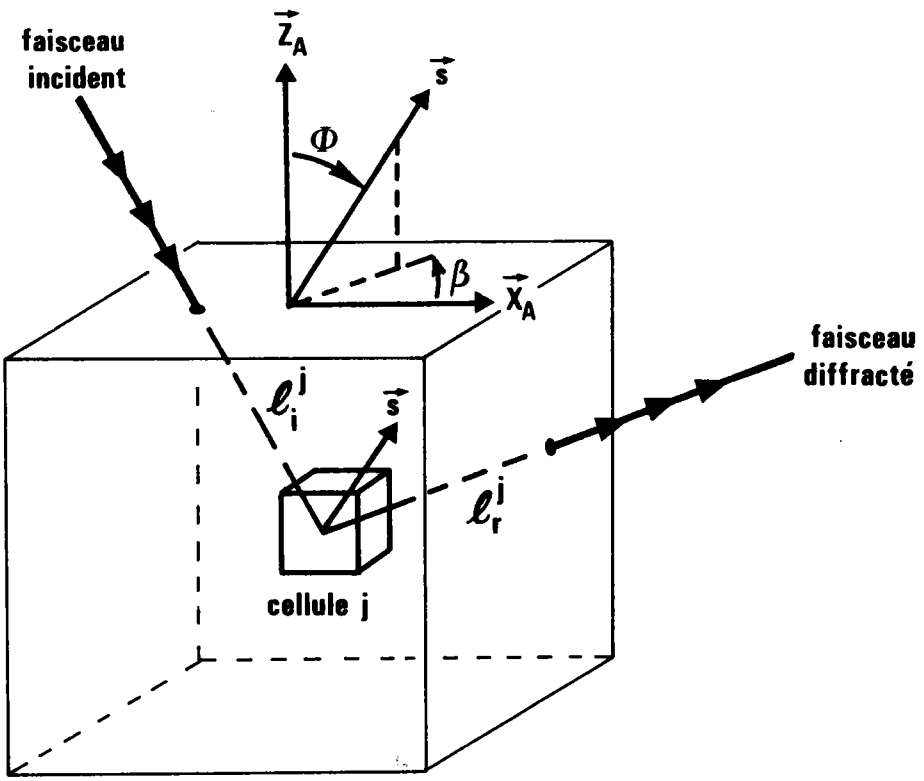


Fig. 3.4. : Schéma du parcours des neutrons dans l'échantillon avant et après diffraction par le volume élémentaire de la cellule j. ($\vec{s}$ est le vecteur de diffraction situé par rapport au repère d'échantillon $\{X_A, Y_A, Z_A\}$).

2.5.- Textures initiale et finale

a) Hématite

La figure 3.5. montre les 6 figures de pôles corrigées et normalisées obtenues pour l'hématite. Pour la symétrie rhomboèdrique 6 figures de pôles permettent de calculer les termes du développement en série de la fonction de texture jusqu'à lmax = 16. Nous avons choisi de limiter les calculs à lmax = 14 de manière à avoir constamment une surdétermination lors du calcul des coefficients $C_l^{\mu n}$ (cf. paragraphe 4 du chapitre précédent). Ce développement paraît en effet suffisant compte tenu de la rapide décroissance des coefficients $C_l^{\mu n}$ illustrée à la figure 3.6. où leur moyenne par rang l, C_l, est comparée au coefficient d'erreur $\overline{\Delta C_l}$ /13/.

La fonction de texture ainsi calculée est présentée à la figure 3.7. Il apparaît clairement que cette texture est essentiellement une texture de fibre. La "non variation en φ_2" indique clairement que c'est la direction microscopique Z = [0001] qui coïncide avec l'axe de fibre. En considérant la zone de plus forte intensité on peut donc définir la fibre par :

$$Z = [0001] \quad // \quad y_0 = \{\varphi_1 = 145° \ , \ \phi = 100°\}$$

Il faut noter toutefois la forte dispersion de l'axe de fibre autour de cette position centrale puisqu'on obtient des intensités notables pour la fonction de texture dans les sections comprises entre φ_1 = 110° et φ_1 = 170°. L'indice de texture est de 5.10 dans ce cas.

b) Magnétite

Les trois figures de pôles mesurées corrigées et normalisées sont présentées à la figure 3.8. L'O.D.F. est déterminée en limitant le développement à lmax = 22. La figure 3.9. qui présente les sections à φ_1 = cste indique aussi qu'il s'agit d'une texture de type texture de fibre, qu'il est cette fois plus difficile d'identifier car ce n'est plus l'axe Z du repère microscopique qui coïncide avec l'axe de fibre.

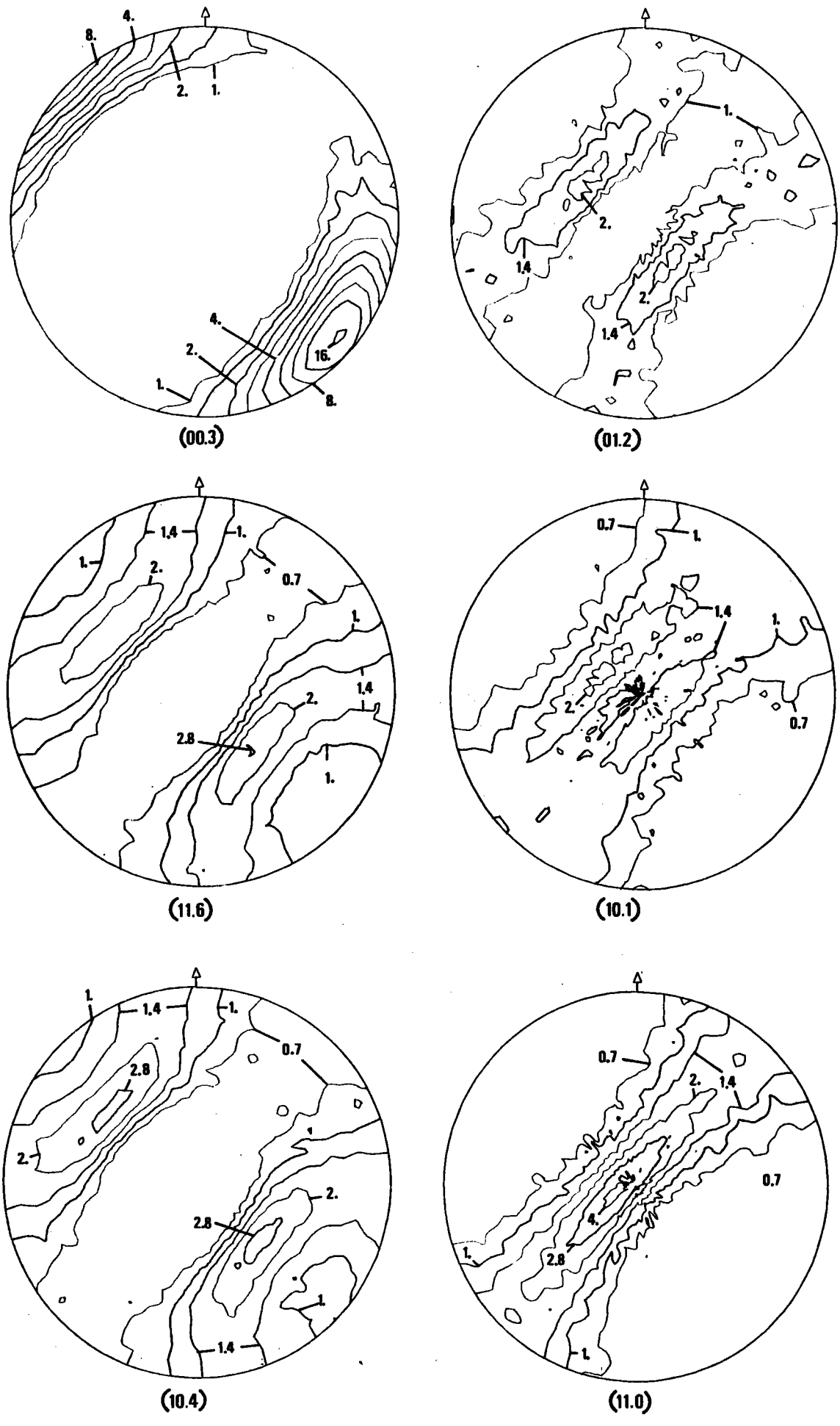


Fig. 3.5 : Figures de pôles expérimentales (corrigées et normalisées) pour l'échantillon d'hématite.

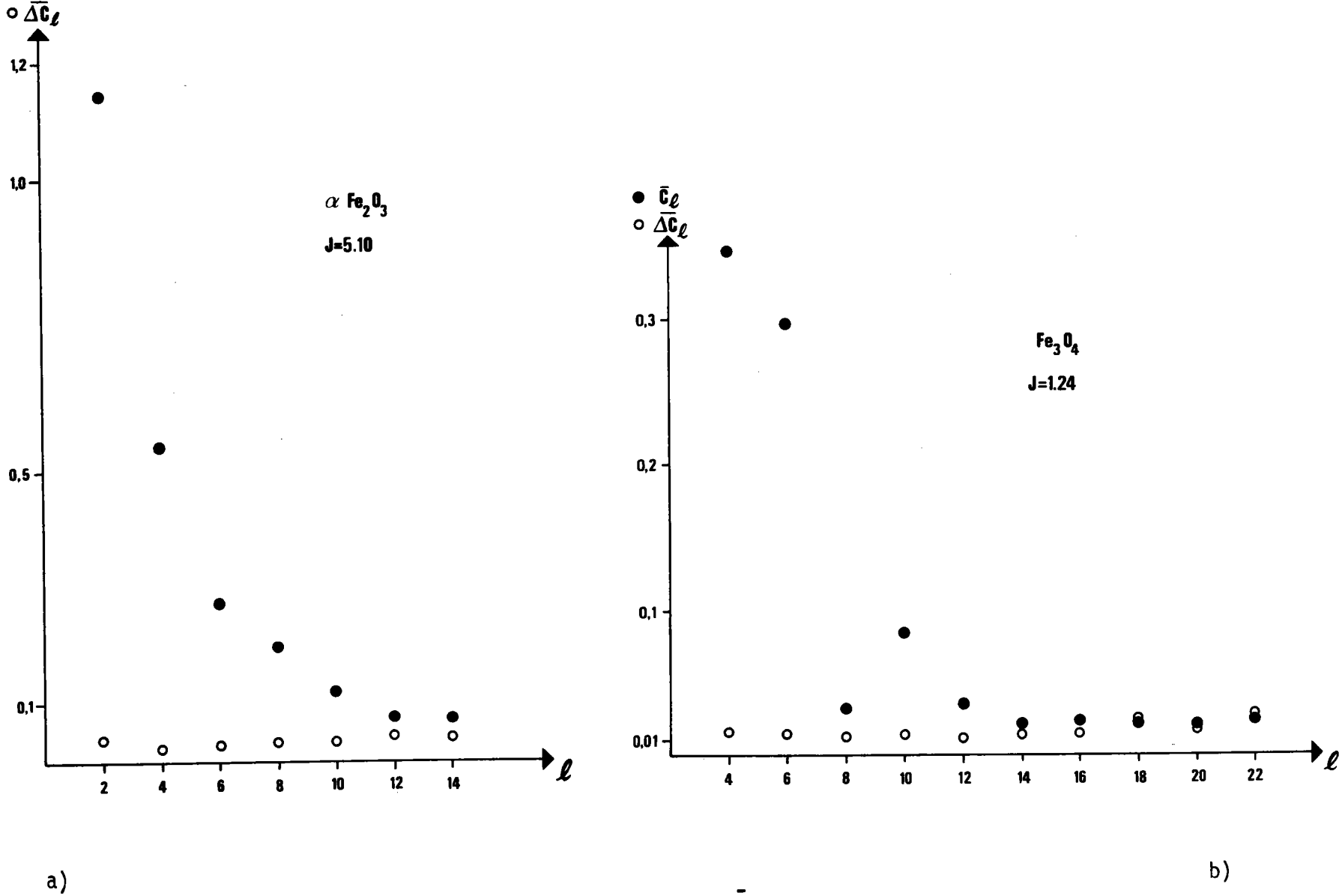


Fig. 3.6. :Variation des coefficients moyens $\bar{C}_l$ et des coefficients d'erreur moyen $\bar{\Delta C}_l$ en fonction du rang l a) pour l'échantillon d'hématite b) pour l'échantillon de magnétite.

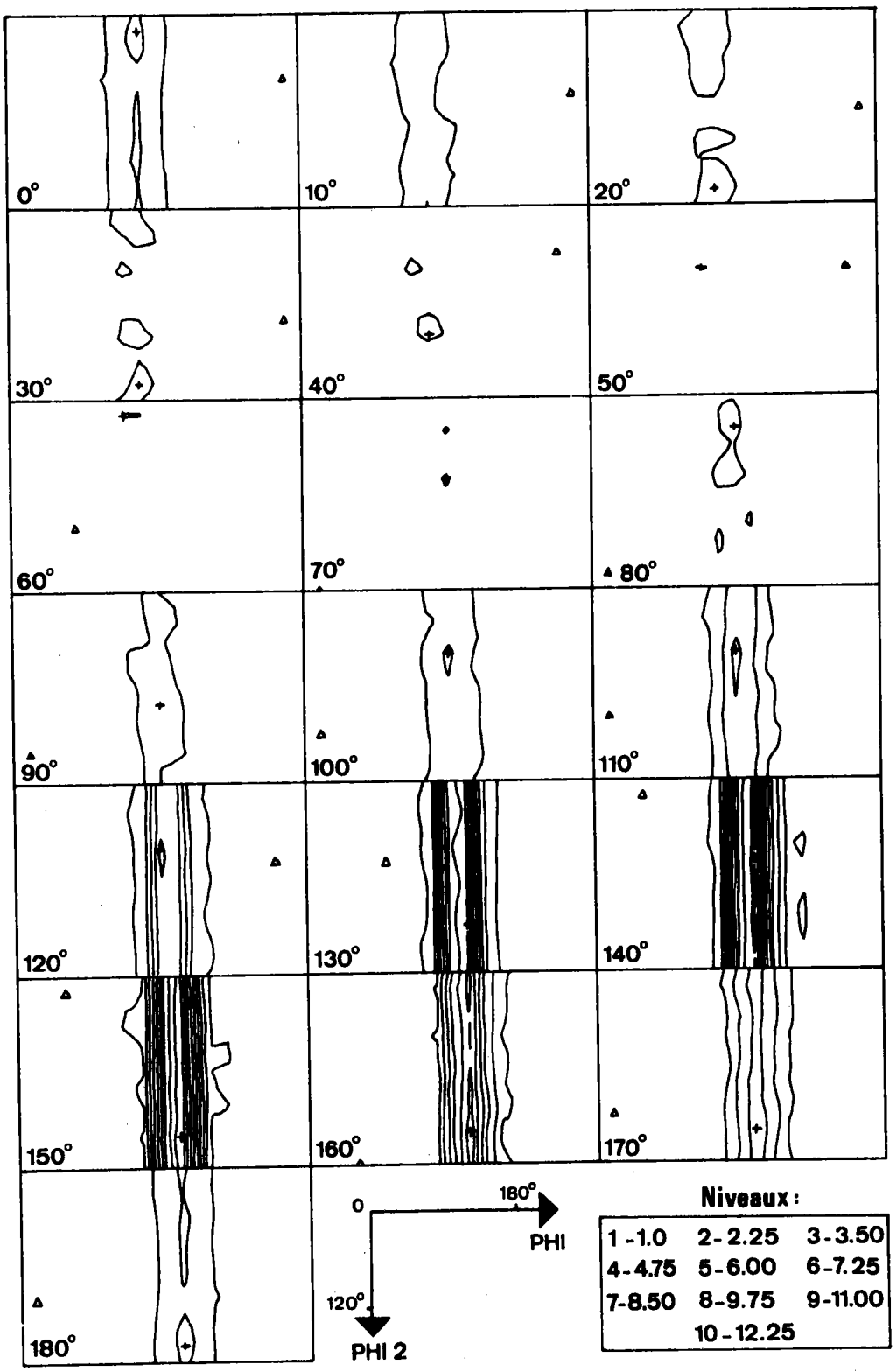


Fig. 3.7. : Sections à φ_1 = cste de la fonction de texture pour l'échantillon d'hématite.

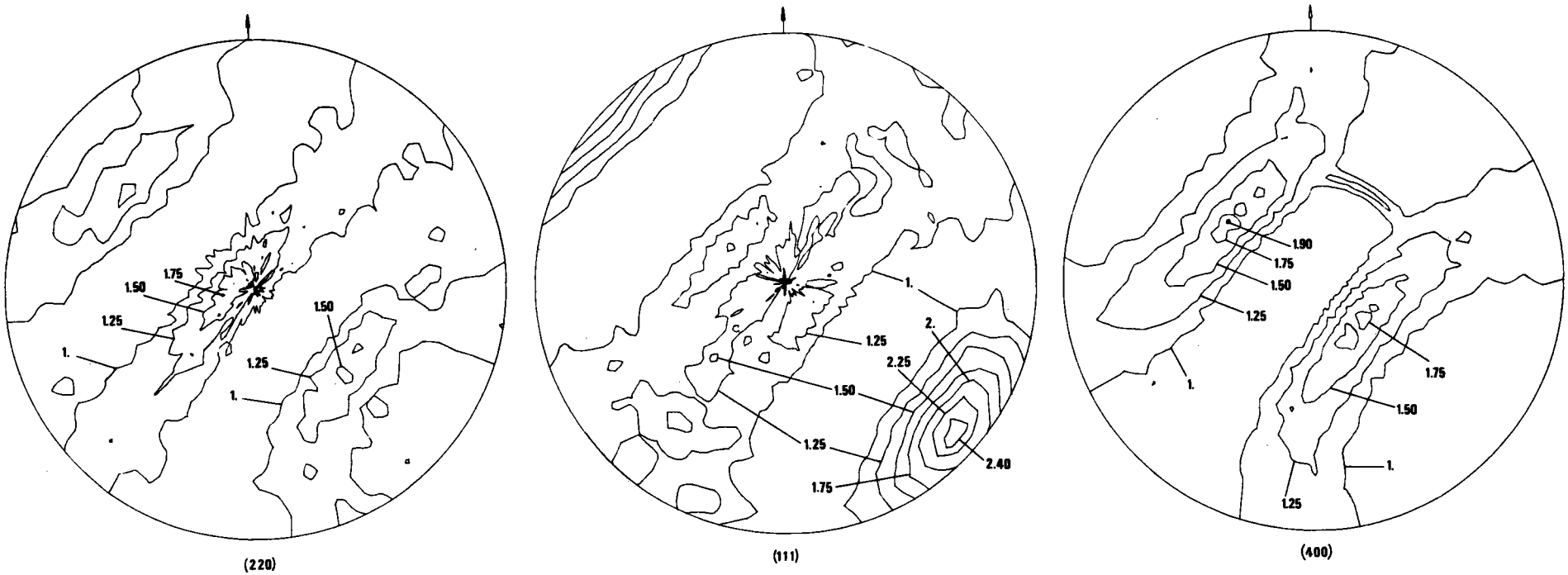


Fig. 3.8. : Figures de pôles expérimentales (corrigées et normalisées) pour l'échantillon de magnétite.

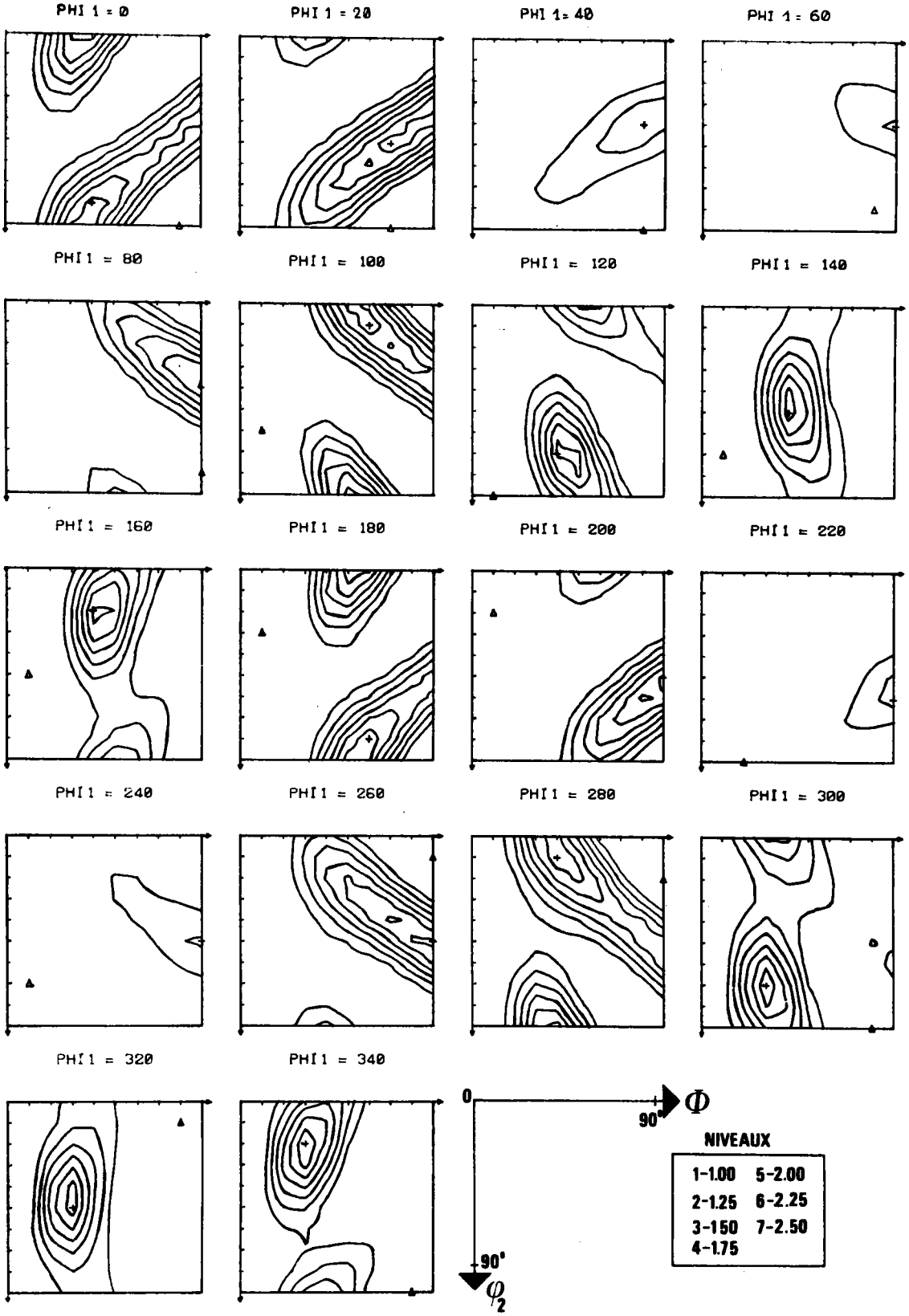


Fig. 3.9. : Section à φ_1 = cste de la fonction de texture pour l'échantillon de magnétite.

2.6.- Modèle classique de transformation de texture - Comparaison avec les résultats expérimentaux

2.6.1.- Modèle classique

Nous avons déjà indiqué que le calcul de la texture finale à partir de la texture initiale est possible si l'on sait décrire la rotation Δg, due à la transformation qui relie un cristallite dans l'état initial et dans l'état final.

Si l'on note K_A le repère macroscopique fixé pour l'échantillon avant et après transformation, K_{BI} le repère microscopique de l'échantillon initial, et K_{BF} le repère microscopique de l'échantillon final, nous pouvons définir les fonctions suivantes :

$$K_A \xrightarrow{g} K_{BI} \qquad f_I(g) = \sum_{l} \sum_{\mu=1}^{\mu=M_I(l)} \sum_{n=-l}^{n=l} {}_{I}C_l^{\mu n} : T_l^{\mu n}(g) \qquad (3.4)$$

$$K_A \xrightarrow{g'} K_{BF} \qquad f_F(g') = \sum_{l'} \sum_{\mu'=1}^{\mu'=M_F(l)} \sum_{n'=-l'}^{n'=l'} {}_{F}C_{l'}^{\mu' n'} : T_{l'}^{\mu' n'}(g') \qquad (3.5)$$

La rotation Δg $\quad K_{BI} \xrightarrow{\Delta g} K_{BF}$ qui amène en coïncidence les repères K_{BI} et K_{BF} est donc telle que le cristallite initial d'orientation g se transforme en un cristallite final d'orientation g' ce qui implique :

$$g' = \Delta g \; g \qquad (3.6)$$

De manière plus générale on peut considérer une fonction $\Psi(\Delta g)$ qui indique la probabilité de transformation par une rotation Δg. Cette fonction continue, proposée par Bunge /13/, a été utilisée par différents auteurs / 14,15,16,17/ notamment sous le nom de "misorientation function" /15,16/.

$W(\Delta g)$ peut, bien entendu, se développer elle aussi sur la base des harmoniques généralisés :

$$W(\Delta g) = \sum_{l} \sum_{\lambda=1}^{\lambda=M_F(l)} \sum_{\alpha=1}^{\alpha=M_I(l)} W_l^{\lambda\alpha} \; \vdots\vdots T_l^{\lambda\alpha}(\Delta g) \qquad (3.7)$$

Les fonctions $\vdots\vdots T_l^{\lambda\alpha}(\Delta g)$ sont doublement symétrisées : les deux points de gauche marquent la symétrie microscopique dans l'échantillon final, tandis que ceux de droite marquent la symétrie microscopique de l'échantillon initial. Dans la transformation hématite → magnétite nous aurons donc des fonctions qui peuvent s'écrire $\vdots\vdots T_l^{\lambda\alpha}$, les deux points indiquant la symétrie cubique (magnétite), les trois points la symétrie rhomboèdrique (hématite).

Les deux fonctions de texture sont alors liées par la relation intégrale :

$$f_F(g') = \int_g f_I(g)\, W(\Delta g)\, dg \qquad (3.8)$$

$$\text{avec} \quad g = \Delta g^{-1}\, g'$$

qui exprime que la densité d'orientation dans l'échantillon final en g', $f_F(g')$, est obtenue en faisant la somme de tous les cristallites en position g dans l'échantillon initial qui sont tels qu'il existe une rotation Δg de probabilité $W(\Delta g)$ qui les amène en g'.

En utilisant les développements en série des trois fonctions, (3.4), (3.5) et (3.7), ainsi que le théorème d'addition des harmoniques sphériques généralisés /13/, la relation intégrale (3.8) se traduit au niveau des coefficients de ces développements par les relations :

$$F_{C_l^{\mu'n'}} = \frac{1}{(2l+1)} \sum_{\mu=1}^{M_I(l)} W_l^{\mu'\mu} \; I_{C_l^{\mu n'}} \qquad (3.9)$$

Les relations (3.9) sont donc les relations de base qui décrivent la transformation de texture, les propriétés des harmoniques sphériques généralisés permettant de découpler la relation intégrale (3.8) en autant d'équations que de triplets (l,μ',n'). On reconnaît en (3.9) la structure symbolique de la "relation" (3.1) indiquée au début de ce chapitre.

2.6.2. - La fonction de transformation de texture W(Δg)

Dans un certain nombre de transformations de texture, la relation d'orientation entre un cristallite dans l'état initial et ce même cristallite dans l'état final est unique ($W(\Delta g) \neq 0$ seulement pour $\Delta g = \Delta g_j$) Elle est alors souvent décrite par une relation du type :

$$(h_I k_I l_I)\ u_I v_I w_I \quad // \quad (h_F k_F l_F)\ u_F v_F w_F \qquad (3.10)$$

qui indique qu'un plan $(h_I k_I l_I)$ dans l'échantillon initial devient un plan $(h_F k_F l_F)$ dans l'échantillon final tandis qu'une direction $u_I v_I w_I$ se transforme en une direction $u_F v_F w_F$ (on remplace aussi parfois la donnée de 2 directions parallèles $u_I v_I w_I$ // $u_F v_F w_F$ par celle des 2 plans parallèles $(h'_I k'_I l'_I)$ // $(h'_F k'_F l'_F)$).

On peut alors déduire les angles d'Euler $(\varphi_1^j, \phi^j, \varphi_2^j)$ qui décrivent de manière équivalente la rotation donnée par (3.10). La fonction W(Δg) décrit donc une "orientation idéale" ce qui implique pour les coefficients $W_l^{\lambda\alpha}$ de son développement / 13 / :

$$W_l^{\lambda\alpha} = (2l+1)\ \overset{::}{T}{}_l^{\lambda\alpha}(\Delta g_j) \qquad (3.11)$$

Dans la transformation hématite ⟶ magnétite plusieurs "orientations idéales" Δg_j ont été découvertes pour des monocristaux. Le tableau 3.I. donne la liste de ces rotations, les conditions de réduction pour lesquelles elles ont été observées ainsi que leur importance. Dans un premier temps nous nous sommes limités à la seule relation d'orientation AA' qui est prépondérante aux hautes températures (supérieurs à 600°C) d'après les observations faites pour des monocristaux /5,10/. Les coefficients $W_l^{\lambda\alpha}$ de la fonction W(Δg) sont donc calculés en utilisant la relation (3.11) avec pour Δg_j les angles d'Euler de la relation AA' indiqués au tableau 3.I.

AA'	$(00.1)_H$ // $(111)_M$ $(10.0)_H$ // $(\bar{1}01)_M$	$\varphi_1 = 120°$ $\phi = 54.7°(=\text{Arc cos } \frac{1}{\sqrt{3}})$ $\varphi_2 = 45°$	CO/CO_2 toutes températures de réduction	Relation la plus importante. Augmente avec la température.	/5/, /8/, /9/, /18/
B	$(00.1)_H$ // $(112)_M$ $(10.0)_H$ // $(1\bar{1}0)_M$	$\varphi_1 = 0$ $\phi = 35.3°(\text{Arc cos } \sqrt{\frac{2}{3}})$ $\varphi_2 = 45°$	CO/CO_2 température de réduction inférieure à 900°C	10 à 30 % de AA' environ en fonction de la température de réduction	/5/, /9/
CC'	$(00.1)_H$ // $(113)_M$ $(10.0)_H$ // $(1\bar{1}0)_M$	$\varphi_1 = 0$ $\phi = 25.2°(\text{Arc cos } \frac{3}{\sqrt{11}})$ $\varphi_2 = 45°$	CO/CO_2 température de réduction entre 200°C et 400°C	Faible	/10/
D	$(00.1)_H$ // $(115)_M$ $(10.0)_H$ // $(1\bar{1}0)_M$	$\varphi_1 = 0$ $\phi = 15.8(\text{Arc cos } \frac{5}{\sqrt{27}})$ $\varphi_2 = \Pi/4$	CO/CO_2 température de réduction entre 200°C et 400°C	Faible	/10/

Tableau I : Relations topotaxiques observées lors de la réduction de monocristaux d'hématite.

2.6.3.- Comparaison des fonctions de texture calculée et réelle de la magnétite

La fonction de texture de la magnétite, que nous appellerons fonction de texture réelle, a été présentée à la figure 3.9. La relation (3.9) permet de calculer les coefficients $^{F}C_{l}^{\mu'n'}$ du développement de la fonction de texture, que nous appellerons calculée, de la magnétite à partir des coefficients $^{I}C_{l}^{\mu n'}$ déterminés expérimentalement pour l'hématite et des coefficients $W_{l}^{\mu'\mu}$ précédemment définis. La figure 3.10. montre les sections (toujours à φ_1= cste) obtenues pour la fonction de texture calculée de la magnétite. En comparant à la fonction réelle (fig. 3.9.) l'accord du point de vue visuel est excellent. Mais il n'en va pas tout à fait de même si l'on prend en considération les niveaux choisis pour les lignes d'intensité. On constate en effet que les maxima sont nettement plus prononcés pour la fonction de texture théorique (par exemple le maximum absolu est de 4.0 pour la fonction théorique, pour 2.5 pour la fonction réelle). Pour quantifier cette notion de bon ou mauvais accord, nous avons calculé l'indice de texture (cf. II. et /13/) pour les fonctions de texture réelle et calculée de la magnétite ainsi que pour la fonction différence obtenue par soustraction de ces 2 fonctions. Les résultats obtenus sont présentés ci-après :

	Rang lmax du développement de l'O.D.F.	Indice de texture J
O.D.F. réelle hématite	14	5.10
O.D.F. réelle magnétite	14	1.25
O.D.F. calculée magnétite	14	1.70
fonctiondifférence des 2 O.D.F. précédentes	14	0.15

Tableau II : Indices de texture pour les différentes fonctions de texture et pour la fonction différence.

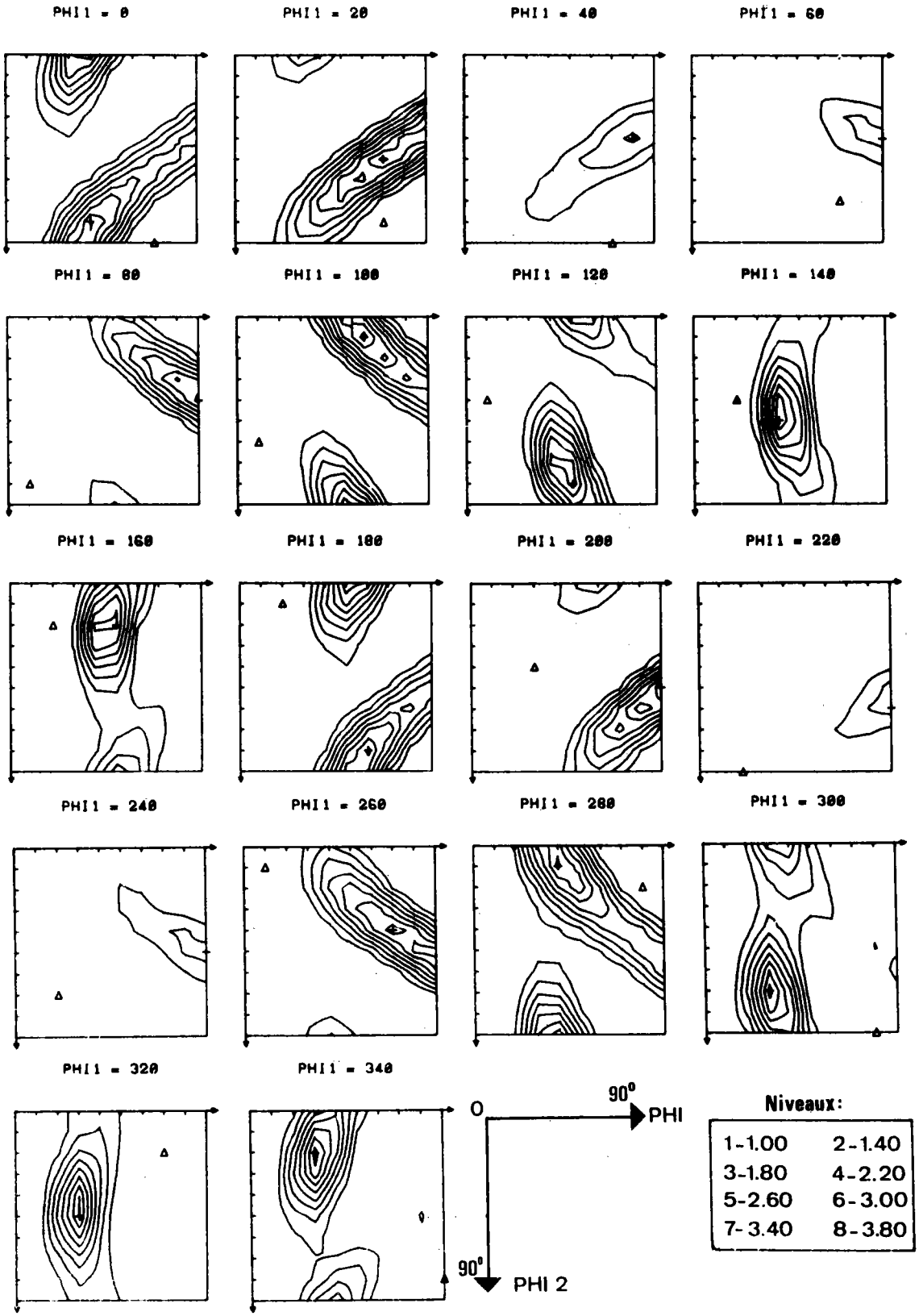


Fig. 3.10 : Sections à φ_1 = cste de la fonction de texture calculée pour la magnétite avec une fonction de transformation W(Δg) sans dispersion.

Ces résultats montrent clairement que la corrélation d'orientation AA' est bien mise en jeu au cours de la réduction du minerai puisqu'on peut, en l'utilisant, prédire la position des maxima pour la texture de la magnétite. La comparaison quantitative montre aussi que cette relation AA' ne suffit pas à prédire de manière complète la texture de la magnétite puisque les maxima théoriques sont trop prononcés si on les compare à ceux de la texture réelle. Deux raisons peuvent expliquer ces écarts :

i) d'une part il est possible que d'autres relations d'orientation soient mises en jeu au cours de la réduction. Le tableau 3.I., où sont reportés les résultats obtenus pour des monocristaux, montre qu'au-dessus de 500°C il existe une autre possibilité de corrélation qui est la relation topotaxique notée B.

ii) d'autre part, les relations d'orientation ne sont peut-être pas aussi strictes que l'indiquent les définitions du tableau 3.I. On peut en effet concevoir qu'au cours du réarrangement atomique qui accompagne la transformation hématite → magnétite se produisent de légères désorientations autour des transformations idéales AA' et B décrites par les angles d'Euler du tableau 3.I. En outre, la transformation hématite → magnétite s'accompagne d'un changement de volume (la magnétite a un volume inférieur de 3.7% à celui de l'hématite). Un grain initial d'hématite peut donc se diviser en plusieurs grains de magnétite ce qui, d'un point de vue strictement mécanique, est également une source de désorientation des cristallites autour des positions théoriquement prévues par les relations topotaxiques.

C'est pour prendre en compte ces deux phénomènes que nous avons construit un nouveau modèle de fonction de transformation $W(\Delta g)$.

2.7.- Fonction de transformation de texture avec dispersion

2.7.1.- Modèle de transformation avec dispersion

Le figure 3.11. montre de manière très schématique le modèle décrit précédemment pour la fonction de transformation et celui qui nous paraît susceptible de prendre davantage en considération les phénomènes réels qui accompagnent la transformation hématite → magnétite.

La solution schématisée à la figure 3.11.b) consiste donc à considérer que la fonction probabilité de transformation $W(\Delta g)$ est constituée d'une superposition de gaussiennes centrées aux "points" $\Delta g_{AA'}$ et Δg_B caractéristiques des relations topotaxiques considérées. Les paramètres So de ces gaussiennes sont liés aux probabilités relatives des différentes relations topotaxiques alors que les paramètres ϕ_o décrivent la dispersion autour des positions centrales définies par ces relations. Une telle fonction de transformation, que nous noterons $W^G(\Delta g)$, peut encore se développer sur la base des harmoniques sphériques généralisés doublement symétrisés suivant la relation (3.7). Ses coefficients ${}^{G}W_l^{\lambda\alpha}$ s'écrivent alors :

$$G_{W_l^{\lambda\alpha}} = \sum_{i=1}^{J} Mi \quad Ki \quad \overset{::}{T}{}_l^{\lambda\alpha} \quad (\Delta gi) \qquad (3.12)$$

avec $\sum_{i=1}^{J} Mi = 1$ et J le nombre total de gaussiennes considérées

(Mi caractérise la probabilité de transformation selon l'orientation n° i)

$$\text{et} \quad Ki = \frac{\exp\left(\frac{-l^2 \phi_{oi}^2}{4}\right) - \exp\left(-(l+1)^2 \frac{\phi_{oi}^2}{4}\right)}{1 - \exp\left(-\phi_{oi}^2 / 4\right)} \qquad (3.13)$$

où l'angle ϕ_{oi} est l'angle pour lequel l'amplitude de la gaussienne est réduite d'un facteur e. Notons que lorsque ϕ_{oi} tend vers 0 , Ki tend vers 2l+1

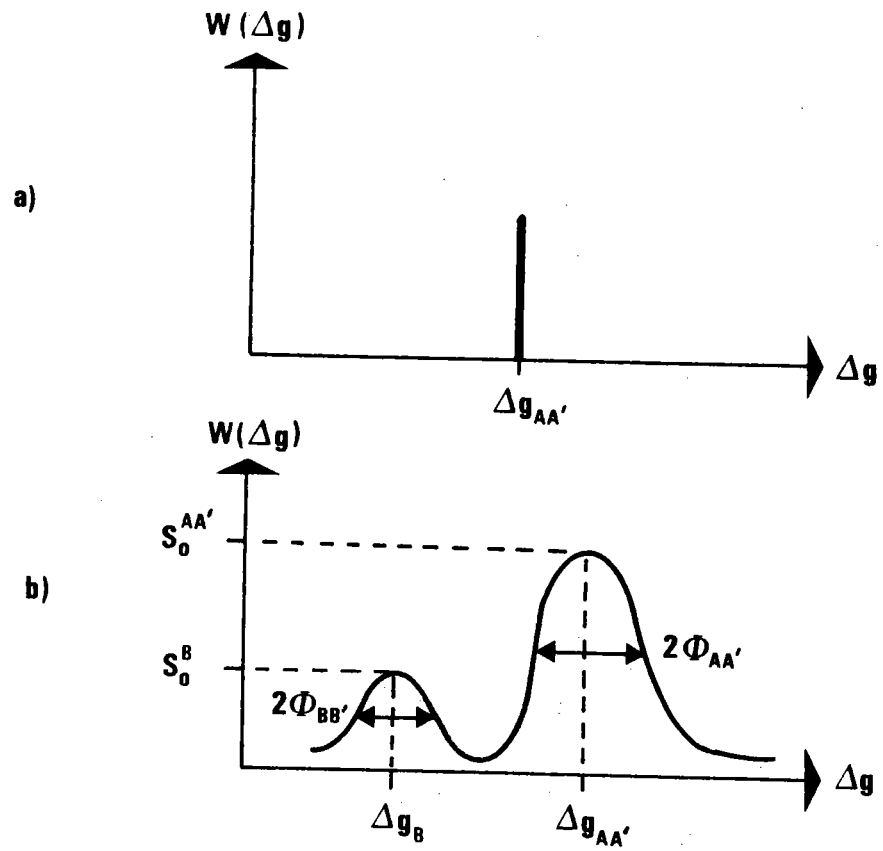


Fig. 3.11. :Représentation schématique de la fonction de transformation W(Δg) a) pour une orientation idéale stricte Δg b) pour deux orientations idéales $\Delta g_{AA'}$, et Δg_B avec dispersion.

et l'on retrouve alors la formule (3.11) du paragraphe précédent.

Si ce modèle est capable de rendre compte de la transformation de texture lors de la transformation hématite → magnétite on doit donc pouvoir déterminer J couples (Mi, ϕ_{oi}) caractérisant les gaussiennes centrées en Δgi qui soient tels que la fonction de transformation ainsi définie, $^{G}W(\Delta g)$, permette de calculer pour la magnétite une fonction de texture $f_F^{calc}(g')$ très proche de la fonction de texture $f_F^{exp}(g')$ déduite des mesures de figures de pôles.

Plutôt que de générer de manière aléatoire ces couples (Mi, ϕ_{oi}) jusqu'à trouver un résultat satisfaisant, nous avons préféré les rechercher par une technique de minimisation en cherchant à faire coïncider au mieux les fonctions $f_F^{exp}(g')$ et $f_F^{calc}(g')$. Il s'agit donc d'obtenir les couples (Mi, ϕ_i) tels que :

$$\oint \left[f_F^{exp}(g') - f_F^{calc}(g') \right]^2 dg' = Min \qquad (3.14)$$

Pour que cette condition de minimum soit satisfaite il suffit que la somme des différences des coefficients des développements en série de ces deux fonctions soit minimale, ce qui s'écrit :

$$F(Mi,\phi_i) = \sum_{l} \sum_{\mu'} \sum_{n} \left({}_{exp}^{F} C_l^{\mu'n'} - \sum_{\mu=1}^{M_I(l)} {}^{G}W_l^{\mu'\mu} \; {}_{exp}^{I} C_l^{\mu n} \right)^2 = Min \qquad (3.15)$$

où les coefficients $^{G}W_l^{\mu'\mu}$ dépendent d'après (3.12) et (3.13) des paramètres (ϕ_{oi},Mi).

Le programme de minimisation utilisé est un programme de la bibliothèque IBM basé sur la méthode du gradient conjugué /19/. Il nécessite la connaissance des formules analytiques de toutes les dérivées partielles du premier ordre par rapport aux variables Mi, ϕ_{oi} ce qui est possible ici compte tenu des relations (3.15), (3.12) et (3.13).

L'inconvénient de ce programme est la nécessité de fournir un point de départ à la recherche de minimum ce qui ne garantit que l'obtention d'un minimum local (recherche des plus fortes pentes à partir de ce point de départ). Pour pallier à cet inconvénient nous avons couplé ce programme avec une recherche de minimum par "jets aléatoires" : dans l'espace des Φ_i, Mi on choisit un grand nombre de points et on calcule à chaque fois la valeur de la fonction $F(Mi,\phi_i)$. Les paramètres correspondant à la valeur minimale de cette fonction servent alors de point de départ pour la minimisation par la méthode du gradient conjugué.

2.7.2.- Résultats

Le tableau 3.III. présente les résultats obtenus pour les paramètres (Mi,ϕ_{0i}) obtenus à partir de telles minimisations. Dans le premier cas la fonction de transformation ${}^{G}W(\Delta g)$ est constituée de deux gaussiennes centrées sur les valeurs Δgi correspondant aux relations topotaxiques AA' et B. Ces deux relations sont en effet celles qui sont en principe attendues dans notre cas où la température de réduction hématite → magnétite est relativement élevée (700°C) si l'on se réfère aux résultats obtenus pour des monocristaux (cf. tableau 3.I.). Dans le deuxième cas la fonction de transformation de texture ${}^{G}W(\Delta g)$ est constituée de quatre gaussiennes correspondant aux quatre relations topotaxiques signalées au tableau 3.I. pour des monocristaux. Le programme de minimisation qui travaille sans contrainte (pas de limitation dans l'espace des (ϕ_i,Mi) fournit cette fois une réponse qui n'est pas tout à fait satisfaisante du point de vue physique puisque la probabilité de la transformation D, soit le paramètre M4, est négative. Toutefois, compte tenu de la faible valeur de M4, on peut l'assimiler à zéro et considérer le résultat comme acceptable. Si l'on compare alors les deux résultats obtenus on constate un certain nombre de points communs :

i) la fonction de texture calculée pour la magnétite, $f^{F}_{calc}(g)$, est très proche de la fonction réelle, $f^{F}_{exp}(g)$, comme l'indique l'indice de texture calculé pour la fonction différence, $f^{F}_{calc}(g) - f^{F}_{exp}(g)$, qui dans

	relation AA'	relation B	relation C	relation D	Indice de texture pour $f^{F}_{calc}(g)$	Indice de texture pour la fonction différence
Fonction de transformation $^{G}W(\Delta g)$ à 2 gaussiennes	M1 = 0.71 ϕ_{01} = 6.8°	M2 = 0.29 ϕ_{02} = 6.5°	pas prise en compte	pas prise en compte	1.23	0.003
Fonction de transformation $^{G}W(\Delta g)$ à 4 gaussiennes	M1 = 0.83 ϕ_{01} = 7.8°	M2 = 0.13 ϕ_{02} = 0°	M3 = 0.11 ϕ_{03} = 0°	M4 = -0.07 ϕ_{04} = 0°	1.24	0.003

Tableau 3.III. : Résultats obtenus pour deux fonctions de transformation avec dispersion.

les deux cas a pour valeur 0.003. La figure 3.12 montre la fonction de texture calculée pour la magnétite en utilisant le modèle à 2 gaussiennes. On constate cette fois un très bon accord avec la fonction de texture réelle présentée à la figure 3.9.

ii) la transformation se fait essentiellement suivant la relation AA' avec une petite dispersion autour de la position théorique. Les résultats obtenus pour M1 sont encore plus proches si, dans le deuxième cas, on renormalise les valeurs de Mi après avoir imposé $M_4 = 0$ (on obtient alors M1 = 0.78 au lieu de 0.83).

De plus, la différence observée, une gaussienne centrée sur la relation B (poids M2 = 0.29) dans le premier cas, et deux gaussiennes centrées en B et C dans le deuxième (somme des poids renormalisés M2 + M3 = 0.22), est relativement faible. En effet, les centres des gaussiennes en B et C sont très proches dans l'espace d'Euler (mêmes angles φ_1 et φ_2, écart de 10.1° en ϕ) si bien que les deux résultats de minimisation obtenus sont assez voisins. En outre la série utilisée pour décrire la fonction $^{G}W(\Delta g)$ étant tronquée à lmax = 14, la distinction de ces deux pics relativement voisins n'est guère significative pour des fonctions harmoniques dont les oscillations sont supérieures à 10°.

2.8.- Discussion

Cette étude permet de tirer les conclusions suivantes :

i) les relations topotaxiques mises en évidence à la surface des monocristaux, lors de la réduction hématite → magnétite, sont aussi présentes dans le polycristal et ceci dans tout le volume de l'échantillon.

ii) pour la température de réduction utilisée (700°C) la plus grande partie de la transformation (environ 75 %) s'opère suivant la relation AA'.

B.U. METZ

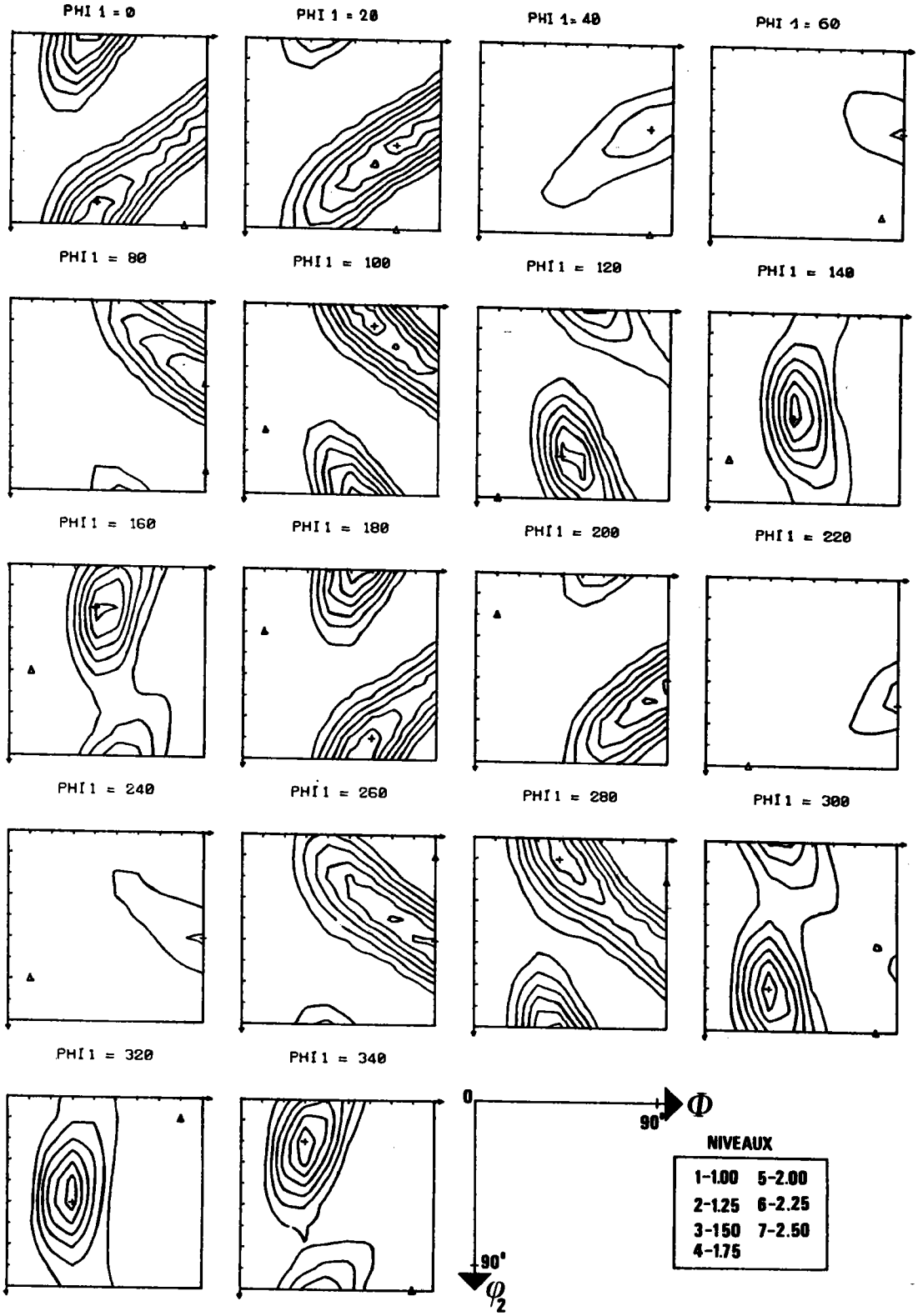


Fig. 3.12 :Sections à φ_1 = cste de la fonction de texture calculée pour la magnétite avec une fonction de transformation $^{G}W(\Delta g)$ avec dispersion (cas à 2 gaussiennes).

En outre, à cause essentiellement du changement de volume qui accompagne la réduction hématite ⟶ magnétite, une légère dispersion autour de la position idéale définie par la relation AA' doit être prise en compte pour rendre parfaitement compte de la texture de magnétite observée. Une deuxième fraction des cristallites (environ 25%) se transforme suivant la relation B ou les relations B et C sans qu'il soit possible de séparer avec certitude les contributions respectives de ces deux relations. Ces résultats sont en bon accord avec les observations faites pour des monocristaux /9/. Ainsi à partir de figures de pôles (113) mesurées aux rayons X pour des monocristaux d'hématite réduits, Heizmann, Becker et Baro trouvent une proportion de 18 à 8 % entre 600°C et 700°C pour le rapport entre les cristallites transformés respectivement par les relations B et AA' /9/. De plus les désorientations autour des positions idéales qu'ils relèvent dans ces figures de pôles correspondent d'après notre évaluation à des dispersions inférieures à 10° en termes de ϕ_0 dans l'espace d'Euler ce qui est conforme aux résultats reportés au tableau 3.III . Il semble donc que pour les aspects cristallographiques de la réduction le polycristal se comporte comme un agrégat de cristallites indépendants.

iii) nous avons indiqué au début de ce chapitre, notamment par la relation symbolique (3.1), que dans ce problème de transformation de texture trois types de grandeurs apparaissent: les coefficients correspondant à la texture initiale, ceux correspondant à la texture finale et les coefficients caractéristiques de la fonction de transformation.
Nous avons également mentionné que le problème était plus ou moins complexe suivant la grandeur considérée comme inconnue. La structure mathématique exacte de la relation (3.1) est donnée par la formule (3.9). Si l'on considère le système d'équations (3.9) pour une valeur de l et une valeur de μ' fixées on constate qu'il y a $M_I(l)$ inconnues (ce sont les coefficients $W_l^{\mu'\mu}$) et $N'(l)$ équations ($N'(l)$ désigne le nombre de valeurs possibles pour n' à l fixé). Pour les symétries envisagées dans la transformation hématite ⟶ magnétite $M_I(l) < N'(l)\ \forall\ l$. On pourrait donc penser que la résolution des systèmes d'équations (3.9) permet de déterminer directement les coefficients $W_l^{\mu'\mu}$, et donc la fonction de transformation.
Les essais que nous avons effectués donnent des résultats peu satisfaisants.

Ceci est lié à la nature des textures de départ et d'arrivée. Pour justifier cette affirmation considérons le cas particulièrement simple où les textures initiale et finale sont isotropes. Ceci implique que tous les coefficients ${}^{F}C_{l}^{\mu'n'}$ et ${}^{I}C_{l}^{\mu n'}$ sont nuls sauf les coefficients de normalisation ${}^{F}C_{o}^{10}$ et ${}^{I}C_{o}^{10}$.
Il est alors évident, d'après la relation (3.9), que les inconnues $W_{l}^{\mu'\mu}$ sont complètement arbitraires (sauf pour le premier coefficient W_{o}^{11}). Un problème analogue apparaît lorsque la texture initiale est une texture de fibre avec l'axe microscopique Z_B parallèle à l'axe Z_A du repère, cas où les coefficients ${}^{I}C_{l}^{\mu n'}$ sont tous nuls sauf pour n'=0. Dans notre cas où la texture initiale est relativement proche d'une telle texture de fibre la résolution directe des systèmes (3.9) n'est donc pas significative. La stratégie exposée dans les paragraphes précédents qui consiste à constr re un modèle pour la fonction de transformation et à confronter les te ires finales prévue et déterminée reste donc la seule voie possible.

iv) la transformation de texture respecte les symétries cristallines qui ont été traduites par la double invariance des harmoniques sphériques généralisés utilisés pour ${}^{G}W(\Delta g)$.
En effet chacun des deux réseaux cristallins (avant et aprè transformation) impose aux orientations g et g', liées par la relation (3.6) ($g'=\Delta g\ g$), des équivalents. Ainsi les équations utilisées supposent en fait que la transformation se fasse en réalité à l'aide d'une famille de rotations Δg engendrées par les groupes de symétrie caractéristiques des deux réseaux cristallins. Nous verrons au paragraphe suivant que cette symétrie de la transformation n'est pas toujours vérifiée contrairement au cas étudié jusqu'ici.

3) Transformation avec sélection de variantes. Exemple d'un alliage fer-nickel

3.1 Définition du problème

Nous voudrions, dans ce paragraphe, mettre en évidence les problèmes nouveaux introduits par la rupture de symétrie lors d'une transformation de texture et tenter d'indiquer les possibilités qu'offre l'étude des textures pour la compréhension des mécanismes d'une telle transformation.

Nous avons choisi pour les illustrer le cas le plus net que nous ayons rencontré et qui concerne une transformation de type martensitique dans un alliage fer-nickel Fe30Ni. Cette étude s'inscrit en fait dans un travail plus général qui vise à déterminer les possibilités de "réaliser à façon" des textures, en examinant successivement le rôle des déformations, transformations et recristallisation /20,21 /. L'étude de cette transformation dans un alliage Fe30Ni est grandement facilitée car l'on peut disposer, à température ambiante, d'échantillons stables dans chacune des deux phases.
En effet, un tel alliage, refroidi à partir d'une température supérieure à 500°C jusqu'à la température ambiante, présente une structure cubique face centrée. Si le refroidissement est poursuivi, par exemple par une trempe dans l'azote liquide, une transformation martensitique se produit. L'alliage est alors une structure cubique centrée qui se maintient même si l'on revient à température ambiante. L'alliage Fe30Ni apparaît donc comme un matériau idéal pour l'étude de la transformation de type martensitique.

3.2 Matériau utilisé

L'alliage utilisé a pour composition : 30,28% Ni, 0,02%C, 0,02% Cr et 69,68% Fe. La figure 3.13 montre les différents traitements thermiques et déformations effectués, l'encadré indiquant la transformation qui est le sujet de la présente étude. Les processus métallurgiques et les mesures de figures de pôles ont été effectués à l'institut de métallurgie de l'Université technique de Clausthal (R.F.A.) principalement par H.W. Bergmann. Pour l'échantillon E 87_{α} pour lequel les figures de pôles étaient incomplètes, l'analyse a été faite en utilisant la méthode de la norme F_2 /22/.
Les analyses de texture pour ces deux échantillons ont été effectuées sans hypothèse particulière pour la symétrie d'échantillon (symétrie triclinique). En effet, bien que le matériau ait été laminé, la symétrie d'échantillon n'est plus très stricte après la transformation. Il nous a donc paru plus judicieux de ne pas imposer artificiellement cette symétrie dans les calculs.

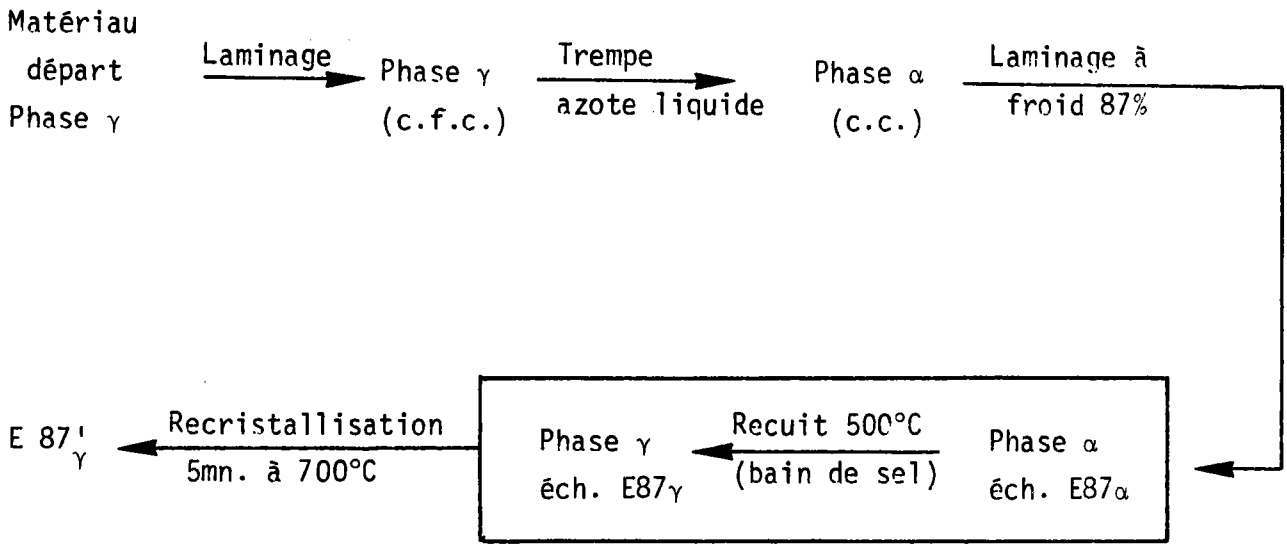


Fig. 3.13 : Préparation d'un échantillon et transformation étudiée (encadré) .

3.3 Textures initiale et finale

La figure 3.14 montre les section à φ_1= cste de la fonction de distribution des orientations correspondant à l'échantillon E 87α. Deux orientations principales apparaissent à ($\varphi_1+\varphi_2$ = 45°, ϕ = 0°) soit l'orientation (001) $[1\bar{1}0]$ et à (φ_1=0°, ϕ = 35°,φ_2= 45°) soit l'orientation (112) $[1\bar{1}0]$ La figure 3.15 montre la position de ces deux orientations dans les sections φ_1= cste (compte tenu du fait qu'avant transformation l'échantillon possède bien une symétrie orthorhombique les positions équivalentes par cette symétrie sont également indiquées sur cette figure). En fait, comme le montre la section φ_1=0°, il existe entre ces deux orientations principales une région de densité importante ($\varphi_2\simeq$45°, $0\leq\phi\leq90°$)correspondant à des orientations telles que l'axe $[1\bar{1}0]$ coïncide avec la direction de laminage. Cette texture peut donc être considérée comme une fibre partielle d'axe $[1\bar{1}0]$ parallèle à

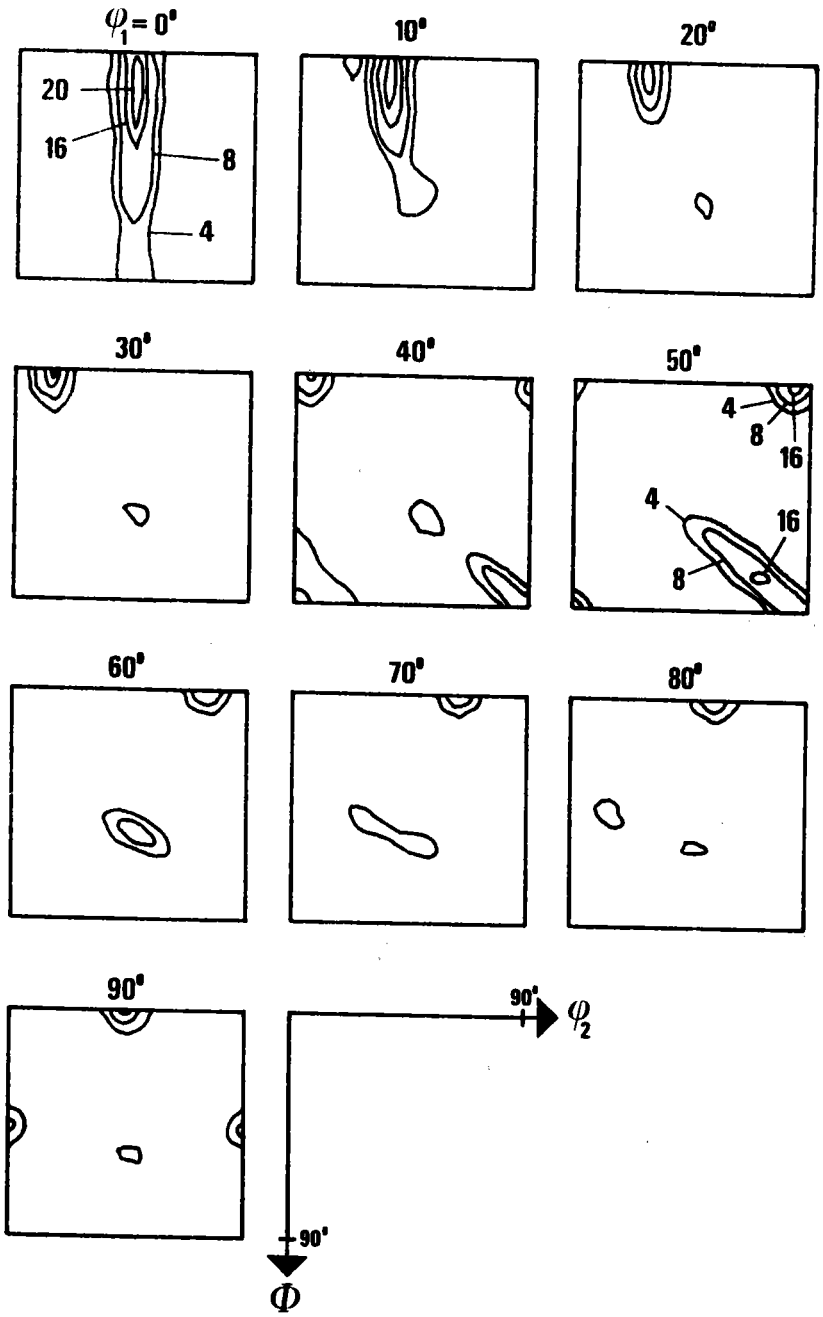


Fig. 3.14 : Sections à φ_1 = cste de la fonction de texture pour l'échantillon E87 α avant transformation.

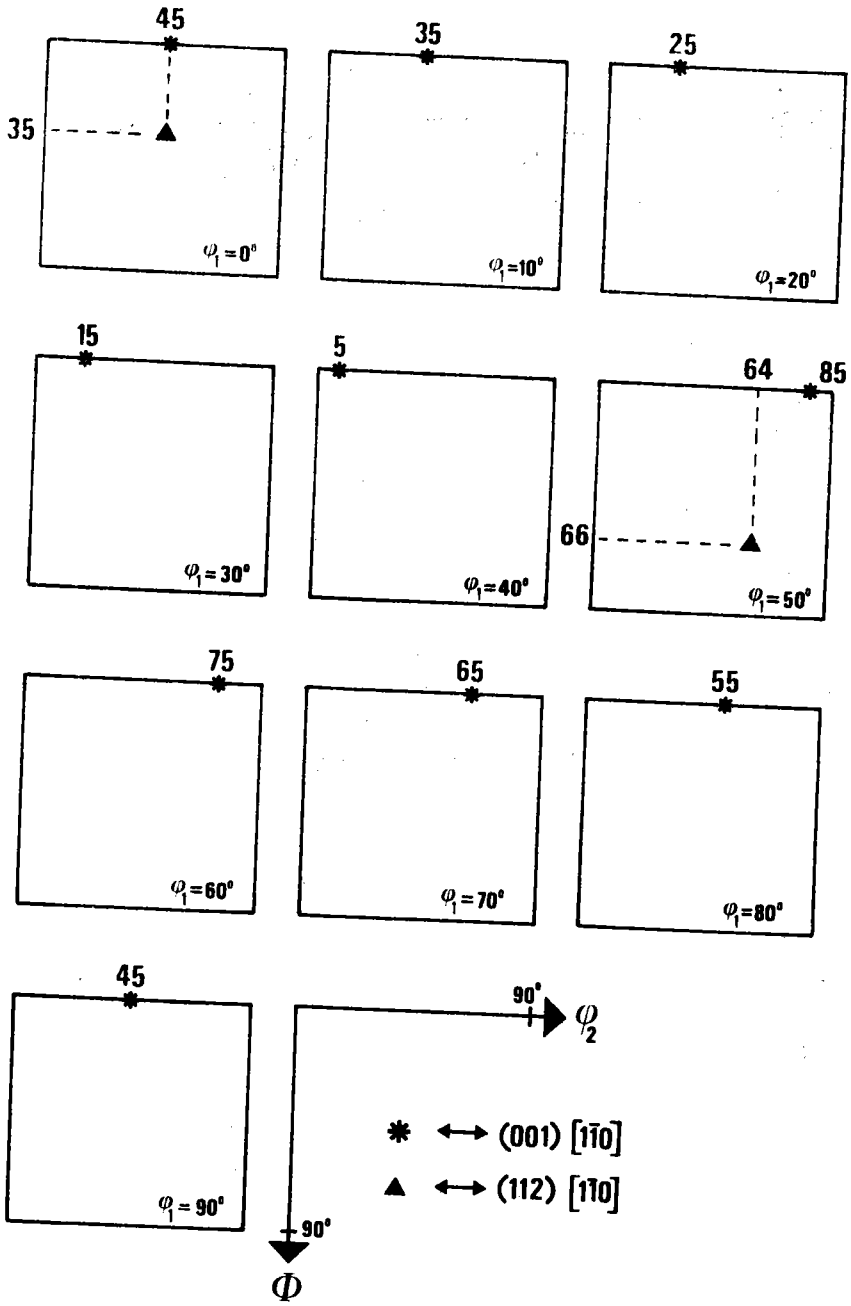


Fig. 3.15. : Positions dans l'espace d'Euler des 2 orientations principales pour la texture de l'échantillon E87α.

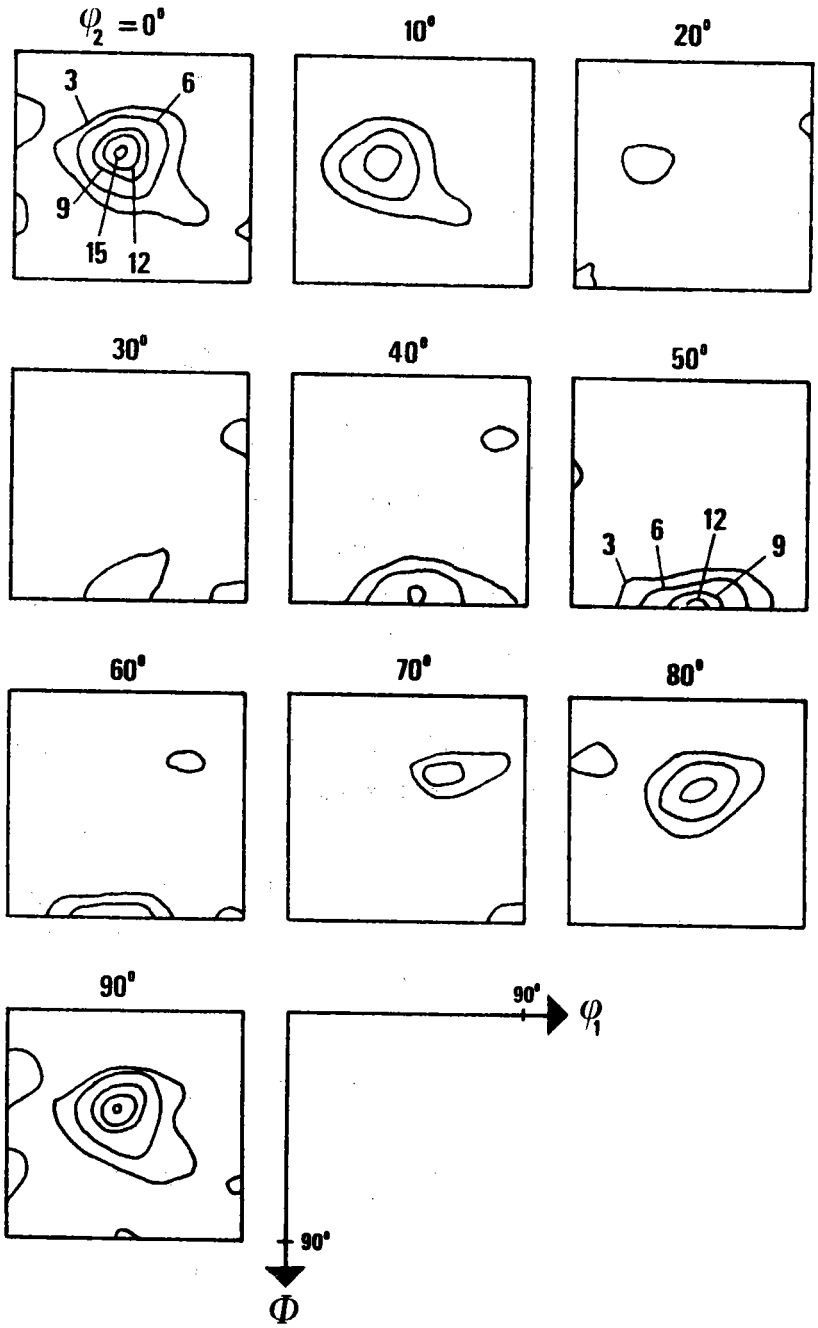


Fig. 3.16 : Sections à φ_2 = cste de la fonction de texture pour l'échantillon E87γ après transformation.

la direction de laminage avec une variation de densité le long de cette fibre.

Dans l'étude de la texture de laminage du fer (acier à faible teneur en carbone), Schläfer et Bunge ont mis en évidence l'existence de deux composantes, appelées A et B, correspondant à deux fibres partielles / 23 /.

La composante A correspond à un tube qui court de (φ_1=0°, ϕ = 35°,φ_2= 45°) (soit (11$\bar{2}$) [1$\bar{1}$0]) à (φ_1= 90°, ϕ = 60°, φ_2= 45°) (soit approximativement (111) [11$\bar{2}$]) tandis que B correspond à un tube compris entre (φ_1=0°, ϕ=0°, φ_2= 45°) (soit (001) [1$\bar{1}$0]) et (φ_1=0°, ϕ=35°,φ_2=45°) (soit (112) [1$\bar{1}$0]).

La description faite précédemment pour la texture de notre échantillon E87α montre qu'elle correspond à la composante B alors que la composante A n'apparait que très faiblement dans notre cas. Il faut en outre noter que les variations de densité le long du tube de texture sont plus fortes dans notre cas.

La figure 3.16 présente les sections à φ_2=cste de la fonction de distribution des orientations correspondant à l'échantillon E87γ après transformation. Il existe cette fois une orientationprincipale à (φ_1=40, ϕ = 40, φ_2=0) soit approximativement (011) [2$\bar{1}$1] avec forte dispersion autour d'elle (les maxima à (45,90,50) et (40,40,90) sont dus à la symétrie du cristal et correspondent donc à la même orientation).

3.4 Les relations d'orientation et les variantes

Il y a déjà près de cinquante ans que des relations d'orientation entre les phases α et γ ont été établies pour le fer pur ou ses alliages. Pour le fer pur Bain / 24 / a trouvé la relation suivante :

$$\{001\}_\alpha \;//\; \{001\}_\gamma \text{ et } \langle 110\rangle_\alpha \;//\; \langle 100\rangle_\gamma$$

Pour des alliages fer-carbone ou fer-nickel deux autres relations ont été mises en évidence. Pour Kurdjumov et Sachs / 25 / il s'agit de la relation : $\{110\}_\alpha$ // $\{111\}_\gamma$ et $\langle 1\bar{1}1\rangle_\alpha$ // $\langle 1\bar{1}0\rangle_\gamma$ tandis que Nishiyama et Wassermann /26,27/ proposent la relation $\{110\}_\alpha$ // $\{111\}_\gamma$ et $\langle 1\bar{1}0\rangle_\alpha$ // $\langle \bar{2}11\rangle_\gamma$.

Notons tout d'abord que ces relations d'orientation sont relativement proches. Nous avons représenté à la figure 3.17, en projection stéréographique, les repères $\{X_\gamma\ Y_\gamma\ Z_\gamma\}$ obtenus en appliquant successivement chacune des trois relations d'orientation au repère initial $\{X_\alpha\ Y_\alpha\ Z_\alpha\}$ tandis que la figure

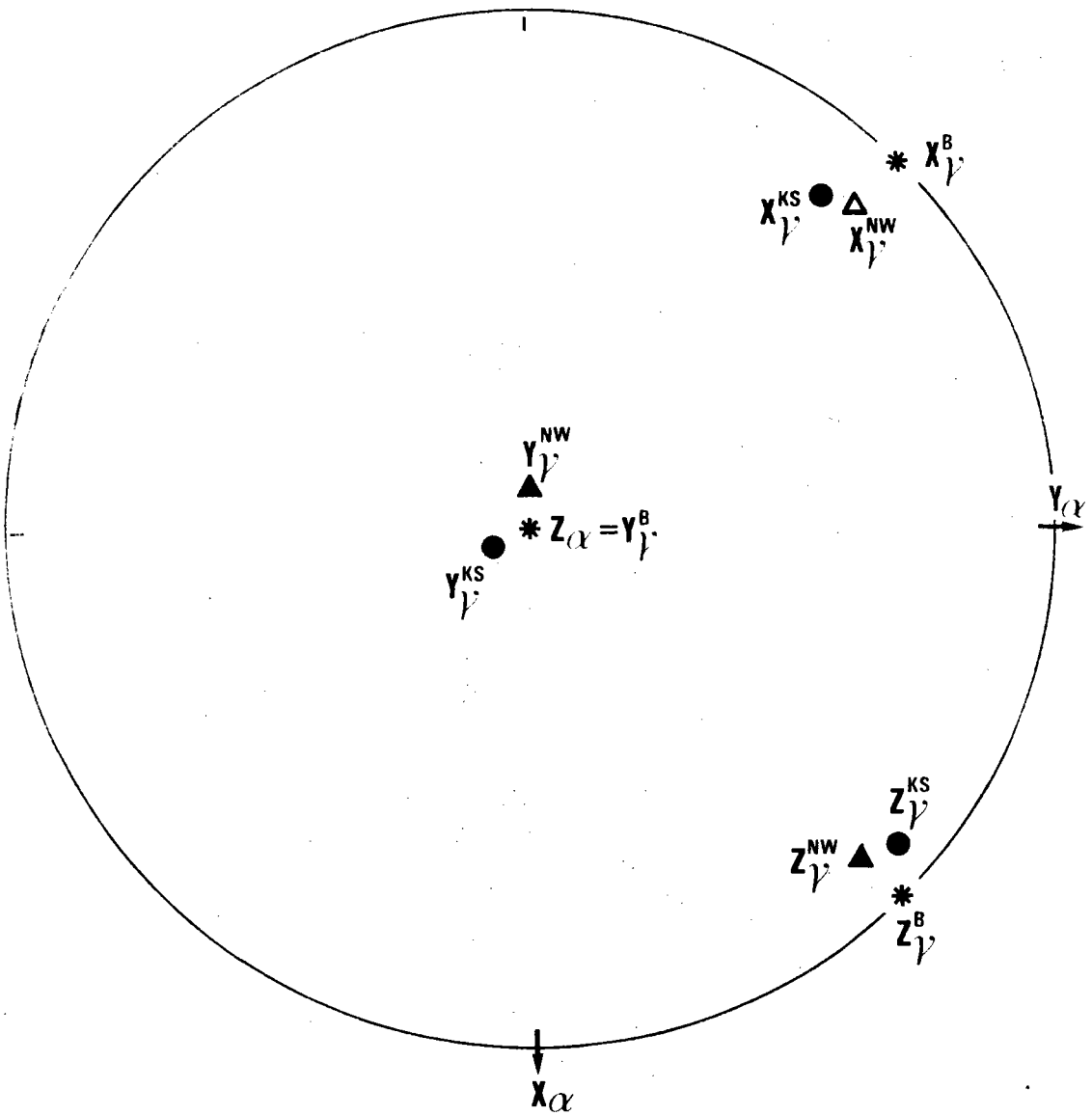


Fig. 3.17. : Positions relatives des repères $(X_\alpha Y_\alpha Z_\alpha)$ et $(X_\gamma Y_\gamma Z_\gamma)$ en projection stéréographique pour les 3 relations d'orientation, Bain (B) Kurdjumov-Sachs (KS), Nishiyama-Wassermann (NW).

3.18 montre dans l'espace d'Euler les orientations pour la phase γ obtenues par ces trois transformations en partant d'une orientation {0,0,0} dans la phase α.

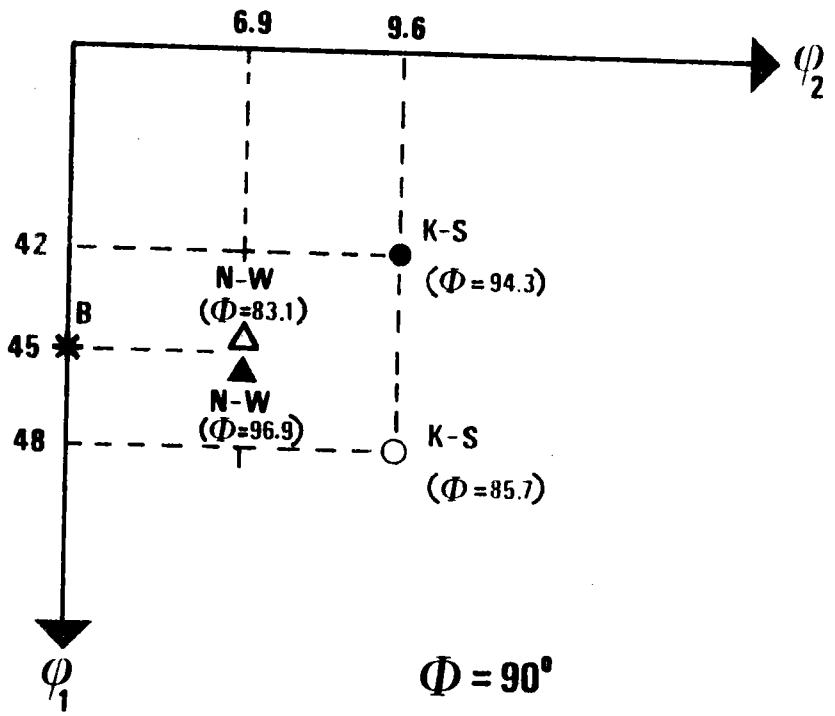


Fig. 3.18. :Orientations g_γ dans l'espace d'Euler après transformation de l'orientation g_α={0,0,0} par chacune des 3 relations d'orientation.

Outre les écarts angulaires, ce qui distingue ces trois relations d'orientation est le nombre de variantes engendrées. Considérons deux cristallites dont les orientations g_α et $g_k \cdot g_\alpha$ sont physiquement indiscernables (g_k est donc une rotation du groupe de symétrie microscopique) et regardons le résultat obtenu après une transformation caractérisée par une relation d'orientation Δ_g :

$$g_\gamma = \Delta g \cdot g_\alpha \qquad (3.15)$$

$$g_{\gamma k} = \Delta g \cdot g_k \cdot g_\alpha = \Delta g_k \cdot g_\alpha \qquad (3.16)$$

Les orientations g_γ et $g_{\gamma k}$ sont a priori distinctes et l'on dira que Δg et Δg_k sont deux variantes de la relation d'orientation.
De manière plus générale lorsque g_k parcourt le sous-groupe de rotation caractéristique de la symétrie du cristal de départ (qui contient $|G_k|$ éléments) $|G_k|$ orientations finales $g_{\gamma k}$ sont engendrées par les $|G_k|$ variantes Δg_k.
Pour les groupes ponctuels de sypmétrie cubique m3m ou 432 $|G_k|$ est égal à 24.
Une orientation de départ g_α donne lieu à 24 orientations $g_{\gamma k}$ dans l'échantillon après transformation.

En fait lorsque la relation d'orientation Δg fait coïncider des axes de rotation de même ordre (ou multiples l'un de l'autre) dans les phases α et γ les 24 orientations finales $g_{\gamma k}$ ne sont plus toutes physiquement distinctes et le nombre de variantes distinctes n'est plus que l'ordre d'un sous-groupe de G_k.

Le tableau 3.IV montre les 24 Δg_k obtenus pour la transformation selon Bain. Dans ce cas il n'y a que trois Δg_k qui conduisent à des orientations distinctes soit trois variantes. On peut remarquer que dans ce problème de recherche des variantes distinctes il n'est pas utile de considérer la symétrie du cristal final (en effet une rotation de transformation de la forme $\Delta g'_k = g'_k . \Delta g$ avec g'_k une rotation de symétrie du réseau final, conduit à une orientation $g'_{\gamma k} = \Delta g'_k . g_\alpha = g'_k . \Delta g . g_\alpha = g'_k . g_\gamma \equiv g_\gamma$ soit à une orientation équivalente à g_γ). Nous donnons à l'annexe AIII des tables similaires pour les transformations selon Kurdjumov-Sachs et Nishiyama-Wassermann ainsi que le mode de calcul utilisé. Le nombre de variantes est respectivement de 24 et de 12 pour ces deux transformations.

On peut donc, au moins par la pensée, concevoir qu'un cristallite initial se divise en 3 (ou 12 ou 24) fractions égales chacune étant alors transformée par l'une des variantes distinctes. Sans "perturbation" de la symétrie du réseau initial ces variantes doivent se produire avec la même probabilité. Dans un tel cas on attend donc une "acuité" plus faible (définie par exemple par l'indice de texture) de la texture finale.

Bien entendu les considérations précédentes ne traduisent que les aspects géométriques de la transformation et non pas les aspects physiques qui font intervenir notamment des mouvements de dislocations et des déplacements très faibles des atomes.

Variante *	Δg_k $\{\varphi_1, \phi, \varphi_2\}$	Variantes distinctes
V 1 (001) [110]	0, 0, 45	0, 0, 45
V 2 (001) [$\bar{1}$10]	0, 0, 135	
V 3 (001) [1$\bar{1}$0]	0, 0, 315	
V 4 (001) [$\bar{1}\bar{1}$0]	0, 0, 225	
V 5 (010) [10$\bar{1}$]	180, 90, 135	= 0, 90, 45
V 6 (010) [$\bar{1}$01]	180, 90, 45	
V 7 (010) [101$\bar{}$]	180, 90, 225	
V 8 (010) [$\bar{1}$0$\bar{1}$]	180, 90, 315	
V 9 (100) [011]	90, 90, 45	90, 90, 45
V10 (100) [0$\bar{1}$1]	90, 90, 135	
V11 (100) [01$\bar{1}$]	90, 90, 315	
V12 (100) [0$\bar{1}\bar{1}$]	90, 90, 225	
V13 (00$\bar{1}$) [110]	0, 180, 315	
V14 (00$\bar{1}$) [$\bar{1}$10]	0, 180, 315	
V15 (00$\bar{1}$) [1$\bar{1}$0]	0, 180, 45	
V16 (00$\bar{1}$) [$\bar{1}\bar{1}$0]	0, 180, 45	
V17 (0$\bar{1}$0) [101]	360, 90, 45	
V18 (0$\bar{1}$0) [$\bar{1}$01]	360, 90, 135	
V19 (0$\bar{1}$0) [10$\bar{1}$]	360, 90, 315	
V20 (0$\bar{1}$0) [$\bar{1}$0$\bar{1}$]	360, 90, 225	
V21 ($\bar{1}$00) [011]	270, 90, 135	
V22 ($\bar{1}$00) [01$\bar{1}$]	270, 90, 45	
V23 ($\bar{1}$00) [0$\bar{1}\bar{1}$]	270, 90, 225	
V24 ($\bar{1}$00) [0$\bar{1}$1]	270, 90, 315	

Tableau 3.IV - Les 24 Δg_k correspondant à la transformation selon Bain et les trois variantes distinctes.

* Une variante est définie par la donnée d'un plan (hkl) et d'une direction [uvw] dans la phase α parallèles à (001) et [100] dans la phase γ.

3.5 Textures calculées pour l'échantillon E 87$_\gamma$

Partant de la texture connue de l'échantillon E 87$_\alpha$ avant transformation nous avons calculé la texture après transformation en utilisant successivement chacune des trois relations d'orientation définies au paragraphe précédent. Le modèle utilisé pour la fonction de transformation $W(\Delta g)$ est celui du paragraphe 2.6.1 c'est à dire un modèle avec une seule relation d'orientation sans dispersion. Les seules modifications par rapport au cas de la transformation hématite⟶magnétite concernent les fonctions doublement symétrisées $\overset{::}{T}{}_1^{\lambda\alpha}(\Delta g)$ utilisées pour calculer les coefficients $W_1^{\lambda\alpha}$ du développement de $W(\Delta g)$ (cf. relation (3.11)) qui sont à présent cubique-cubique et, bien entendu, les valeurs de Δg_j caractéristiques des relations d'orientation. L'utilisation de ces fonctions implique que toutes les variantes pour une relation d'orientation sont prises en compte avec la même probabilité.

Les figures 3.19 et 3.20 montrent les sections des fonctions de distribution des orientations calculées pour l'échantillon E 87$_\alpha$ en supposant respectivement que la relation d'orientation est du type Bain ou Nishiyama-Wassermann.

Dans les deux cas on constate immédiatement que les textures calculées ne sont pas en accord avec la texture déterminée pour l'échantillon E 87$_\gamma$ (l'utilisation de la relation d'orientation donnée par Kurdjumov-Sachs ne donne pas de meilleurs résultats). On peut toutefois remarquer que l'orientation principale décrite précédemment pour l'échantillon E 87$_\gamma$ figure bien parmi les orientations prévues dans les deux fonctions calculées. Par contre dans les deux cas plusieurs des orientations prévues n'apparaissent pas dans la texture réelle. Ceci indique donc que toutes les variantes prises en compte dans le calcul n'opèrent pas en réalité (ou du moins pas avec la même probabilité). Une telle possibilité a d'ailleurs été mentionnée par d'autres auteurs / 28,29,30/. Cette hypothèse est tout à fait en accord avec les constatations faites, à savoir : les maxima de la fonction de texture réelle sont un "sous-ensemble" de ceux prédits et corrélativement leurs intensités sont nettement plus importantes que celles calculées.

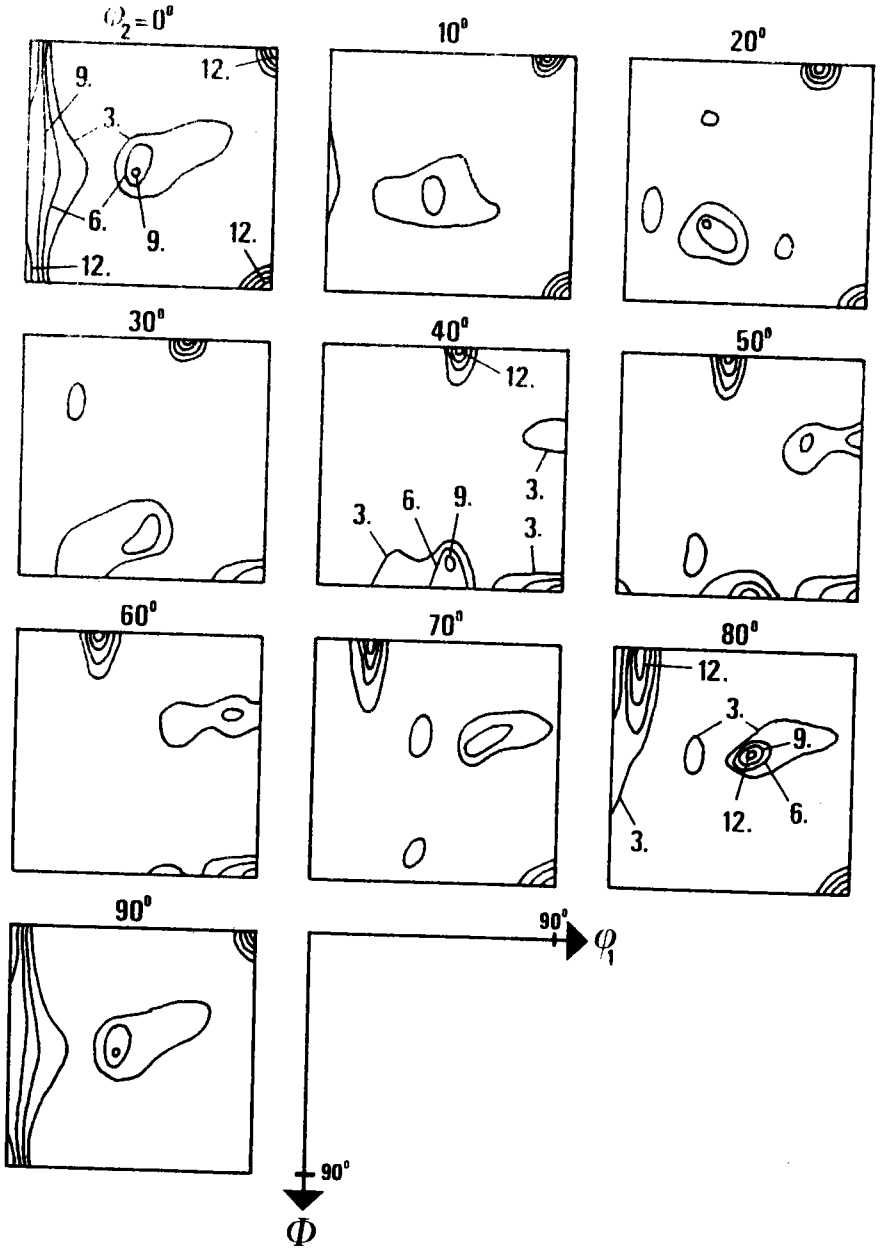


Fig. 3.19. : Sections à φ_2= cste de la fonction de texture calculée pour l'échantillon E87$_\gamma$- Transformation selon Bain sans sélection de variantes.

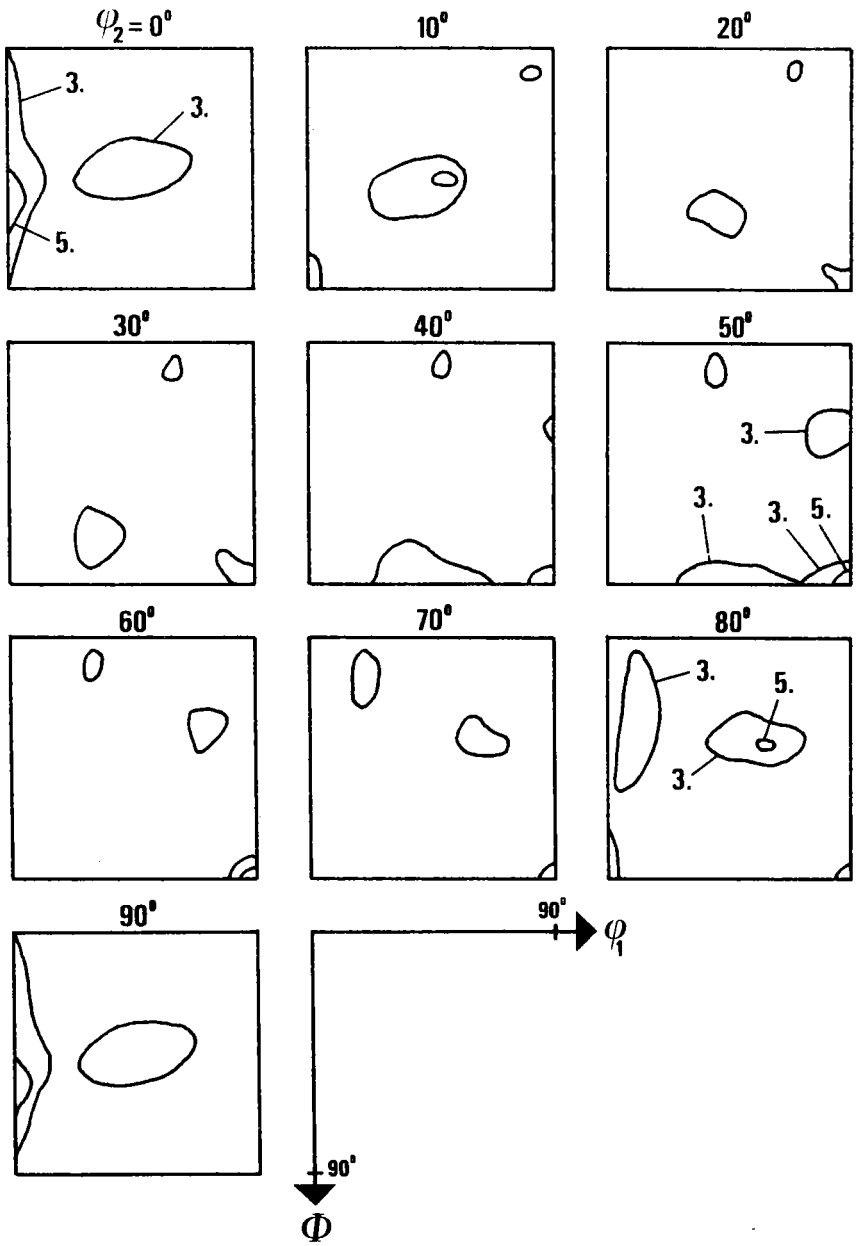


Fig. 3.20. : Sections à φ_2 = cste de la fonction de texture calculée pour l'échantillon E87$_\gamma$. Transformation selon NIshiyama-Wassermann sans sélection de variantes.

3.6 Discussion

Le modèle mathématique utilisé pour décrire la transformation de texture ne permet pas de "rompre" la symétrie cristalline pour prendre en compte de manière différenciée chacune des variantes correspondant à une relation d'orientation.

Il faut donc abandonner le formalisme utilisant des fonctions continues pour recourir à des orientations idéales comme cela a été fait dans un problème analogue de recristallisation /31/ et, tout récemment, pour des transformations de texture dans le même matériaux / 32 /.

Pour tenter d'identifier les variantes bloquées et comprendre les règles de sélection nous avons également eu recours à ce procédé. Ainsi la texture de départ (éch E 87_α) est assimilée à deux orientations idéales, celles décrites au paragraphe 3.3.

De plus, nous avons recherché pour chacune d'elle les orientations équivalentes par la symétrie orthorhombique. Dans le premier cas (orientation $\varphi 1 + \varphi 2 = 45$, $\phi = 0$ que nous appellerons orientation 1 par la suite) les orientations équivalentes ainsi générées sont physiquement indiscernables de l'orientation initiale car les axes binaires de la symétrie d'échantillon coïncident avec des axes d'ordre 2 ou 4 du cristal. Dans le second cas (orientation 2 $\varphi 1 = 0$, $\phi = 35$, $\varphi 2 = 45$) seul l'un des axes binaires de la symétrie d'échantillon coïncide avec un axe binaire du cristal. Les deux orientations équivalentes générées par les deux autres axes binaires de la symétrie d'échantillon sont en fait physiquement indiscernables l'une de l'autre ; elles se correspondent en effet par une rotation de la symétrie cristalline. En définitive l'orientation 2 n'a qu'un équivalent par symétrie orthorhombique (orientation dénotée 3 par la suite).

Pour tenter d'identifier les variantes actives nous avons donc utilisé une description sommaire en trois orientations idéales de la texture de l'échantillon E 87_α soit :

Orientation idéale 1	$\varphi 1 + \varphi 2 = 45$, $\phi = 0$
Orientation idéale 2	$\varphi 1 = 0$, $\phi = 35$, $\varphi 2 = 45$
Orientation idéale 3 (équivalente à 2 par symétrie orthorhombique)	$\varphi 1 = 50.7$, $\phi = 66.1$, $\varphi 2 = 63.7$

Il est alors possible pour chaque type de transformation de calculer les orientations finales obtenues pour toutes les variantes.

Le tableau 3.V montre, à titre d'exemple, les 12 orientations finales obtenues à partir de l'orientation 1 transformée par une relation du type Nishiyama-Wassermann (ces 12 orientations sont classées par l'angle Ψ_2 croissant) ainsi que les valeurs de f(g) en ces points, pour la fonction réelle (cf. fig. 3.16), et pour la fonction calculée en admettant que toutes les variantes sont équiprobables (cf.figure 3.20).

Variante *	Orientation finale (φ_1, ϕ, φ_2)	f(g) réelle	f(g) calculée
V1 (110) [1$\bar{1}$0]	54.7, 45 , 0	6.3	4.0
V7 ($\bar{1}$10) [1$\bar{1}$0]	35.3 45 , 0	13.1	4.0
V11 (0$\bar{1}$1) [0$\bar{1}\bar{1}$]	89.6, 83 , 6.9	0.0	3.0
V6 (011) [0$\bar{1}$1]	35.4, 45.8 ,13.6	6.9	3.5
V2 (110) [$\bar{1}$10]	35 , 90 ,45	8.9	4.1
V3 (101) [10$\bar{1}$]	45 , 9.7 ,45	0.6	3.
V4 (101) [$\bar{1}$01]	45 , 80.3 ,45	6.9	3.0
V8 ($\bar{1}$10) [110]	54.7, 90 ,45	11.5	3.8
V10 ($\bar{1}$01) [101]	45 , 99.7 ,45	12.3	3.0
V12 (0$\bar{1}$1) [011]	54.6, 45.8 ,76.4	4.4	3.5
V5 (011) [0$\bar{1}$1]	0.4, 83 ,83.1	1.1	3.0
V9 ($\bar{1}$01) [$\bar{1}$0$\bar{1}$]	90.4, 83 ,83.1	0.4	3.0

Tableau 3.V : Les 12 orientations finales dans la phase γ obtenues par transformation selon Nishiyama-Wassermann de l'orientation 1 dans la phase α ainsi que les valeurs des fonctions réelle et calculée en ces points.

* une variante est définie par la donnée du plan et de la direction dans la phase α parallèles au plan (111) et à la direction [$\bar{2}$11] de la phase γ

Orientation initiale	Variante *	Orientation finale ($\varphi 1, \phi, \varphi 2$)	f(g) réelle	f(g) calculée
0.I 1 (0,0,45)	V1 (001) [110]	0,0,0	-0,8	14.6
	V2 (010) [101]	45,45,0	13.2	6.7
	V3 (100) [011]	45,90,45	12.3	6.7
0.I 2 (0,35,45)	V1 (001) [110]	0,35,0	4.1	9.4
	V2 (010) [101]	90,5,30,54.2	2.1	6.0
	V3 (100) [011]	31.5,73,25.1	1.3	4.4
0.I 3 (50.7,66.1,63.7)	V1 (001) [110]	50.7,66.1,18.8	2.0	4.0
	V2 (010) [101]	89.5,30,35.9	3.4	4.6
	V3 (100) [011]	0,55,0	2.7	9.5

Tableau 3.VI : Orientations finales dans la phase γ obtenues par transformation selon Bain des 3 orientations de la phase α et valeurs des fonctions réelle et calculée en ces points

* Une variante est définie par la donnée du plan et de la direction dans la phase α parallèles au plan (001) et à la direction [100] de la phase γ.

Nous avons établi des tableaux analogues pour chacune des trois orientations initiales pour les transformations Nishiyama-Wassermann (12 variantes), Kurdjumov-Sachs (24 variantes) et Bain (3variantes).

Contrairement à ce que nous avions pensé initialement il n'est pas possible d'établir une relation directe entre les variantes bloquées et les systèmes de glissement activés à la fin de la déformation, juste avant transformation. En effet la relation d'orientation de Kurdjumov-Sachs $\{110\}_\alpha\langle 1\bar{1}1\rangle_\alpha$ // $\{111\}_\gamma\langle 1\bar{1}0\rangle_\gamma$ conserve les systèmes de glissement et certains auteurs ont indiqué que les variantes opérant effectivement correspondent aux systèmes de glissement pour lesquels la contrainte de cisaillement résolue est importante en fin de laminage, donc avant la transformation /28,33/. Des calculs de ce type nous ont en fait montré que,dans notre cas,certains systèmes de glissement affectés d'un facteur de Schmid nul correspondaient malgré tout à des variantes actives.

En outre la haute multiplicité des relations d'orientation Nishiyama-Wassermann ou Kurdjumov-Sachs, même en imaginant que certaines variantes sont bloquées, est peu compatible avec la texture observée pour l'échantillon E 87_γ pour laquelle l'indice de texture est du même ordre de grandeur que celui obtenu pour la texture avant transformation.

Il nous paraît donc plus probable que la relation d'orientation soit du type Bain d'autant plus que les maxima prévus dans ce cas coïncident mieux, dans l'espace d'Euler, avec ceux réellement présents (par exemple la relation d'orientation selon Bain permet de prédire avec une seule variante un maximum à $\varphi_1 = 45$, $\phi = 90$, $\varphi_2 = 45$ qui existe effectivement alors qu'il faut considérer que les variantes V2, V8 et V10 (cf. tableau 3.V) sont actives pour la transformation Nishiyama-Wassermann pour obtenir un maximum en ce point de l'espace d'Euler).

Le tableau 3.VI indique les 9 orientations finales correspondant à la transformation par les 3 variantes de la relation d'orientation de Bain de la texture initiale toujours décrite par 3 orientations idéales.

Si l'on regarde les valeurs de la fonction de texture réelle il semble que toutes les variantes sont actives, sans doute à des degrés divers, sauf la variante V1 de l'orientation 1.

Pour les orientations 2 et 3 les variantes V3 semblent atténuées,encore qu'il soit difficile de conclure dans le dernier cas car la fonction de texture réelle présente un maximum secondaire de 4.2 dans une position très proche ($\varphi 1 = 0$, $\phi = 65$, $\varphi 2 = 0$) de l'orientation prédite ce qui représente un faible écart compte tenu de la description schématique par 3 orientations idéales de la texture initiale.

Nous avons recherché ce qui distingue la seule variante véritablement bloquée par rapport aux huit autres. Cette différence nous semble d'ordre géométrique. En effet, dans le seul cas de la variante V1 de l'orientation 1, la normale du plan conservé soit $(001)_\alpha$ // $(001)_\gamma$ coïncide avec la normale à la tôle c'est à dire la direction de compression lors du laminage. On peut donc penser que les cristallites qui sont soumis à des variations dimensionnelles lors de la transformation les réalisent préférentiellement suivant la direction de plus faible dimension du matériau, c'est à dire l'épaisseur, d'autant plus que des contraintes résiduelles induites par la compression lors du laminage à froid sont susceptibles d'y contribuer.

Un indice supplémentaire est fourni par l'aspect de la tôle qui présente une très forte rugosité. Les plans $(001)_\alpha$ orthogonaux à cette normale à la tôle sont donc perturbés et ne permettent pas la réalisation de la variante V1 pour l'orientation 1 considérée.

Il nous faut toutefois reconnaître que la nature qualitative de la discussion précédente ne nous permet d'avancer ces explications qu'à titre d'hypothèses. Elles nous semblent toutefois de nature à surmonter les difficultés rencontrées par d'autres auteurs /30,32/ comme par nous-même pour expliquer les textures obtenues par transformation dans l'alliage Fe30Ni. Par exemple, Bateman et Davies qui n'envisagent que les transformations de type Nishiyama-Wassermann ou Kurdjumov-Sachs n'ont pu donner de prédictions conformes aux fonctions de textures réelles malgré les nombreuses hypothèses de sélection de variantes testées / 32 /.

Des travaux tout récents montrent qu'il existe une voie pour réaliser analytiquement cette "rupture de symétrie" que nous avons décrite précédemment et tester quantitativement l'effet des sélections de variantes /34/.

Ceci nécessite toutefois l'écriture de programmes imposants et notamment le calcul d'un très grand nombre de coefficients de Clebsch-Gordan /34/. De tels calculs devraient permettre, c'est bien sûr notre souhait, de confirmer les hypothèses avancées dans ce travail.

4. - CONCLUSION

Nous avons tenté dans ce chapitre de montrer comment "l'outil texture" peut contribuer à la compréhension des mécanismes de transformation dans le polycristal, et quelles en sont les limites. Plusieurs déconvenues nous ont appris qu'il est imprudent d'oublier la nature physique de ces mécanismes et de ne considérer que les aspects de la technique mathématique, tels que nombre d'équations et d'inconnues dans les systèmes d'équations qui traduisent ces transformations de texture. En effet des limitations liées à la texture initiale (cas de la transformation hématite→magnétite) ou des règles de sélection (cas de la transformation martensitique) ne permettent pas, à partir de deux jeux de coefficients C_l^{un} connus, d'extraire une fonction de transformation, supposée inconnue, significative. Il faut donc construire pour cette fonction un modèle afin de comparer la texture ainsi prédite avec la texture réelle. Bien entendu il convient d'utiliser au maximum les connaissances déjà acquises pour le monocristal. Nous avons vu dans le cas de la transformation hématite ⟶ magnétite, en l'absence de sélection de variantes, que le polycristal se comportait comme un ensemble de monocristaux indépendants et que la prévision pouvait alors être excellente. Lorsque toutes les variantes ne sont pas également présentes, comme dans le cas de la transformation martensitique étudiée, le formalisme exposé dans ce chapitre ne permet pas de faire une prédiction quantitative. Toutefois la comparaison de la fonction de texture réelle obtenue après transformation et de la fonction de texture calculée pour toutes les variantes équiprobables permet, comme nous l'avons montré, d'identifier les variantes bloquées et de rechercher l'origine physique du phénomène. La possibilité future de passer au stade quantitatif pour la détermination de la fonction de texture après transformation avec sélection de variantes devrait, selon nous, permettre d'acquérir des certitudes pour les mécanismes mis en jeu lors de telles transformations.

-REFERENCES : CHAPITRE III -

/1/ WENK,H.R.,Proceedings of the 5th ICOTOM,Vol II,p.47,Springer-Verlag,(1978)

/2/ QUADE,H.et WALDE,R., Rapport de fin de contrat n°4879,"Texturuntersuchungen zum Reduktionsverhalten von Eisenreicherzen",(1982).

/3/ VON BOGDANDY,L.,"The reduction of iron ores-Scientific basis and technology",Springer-Verlag, (1971).

/4/ MOINEAU,H.et BARO,R.,Bull.Soc.fr.Mineral.Cristallo.,94,p.444, (1971).

/5/ HEIZMANN,J.J.,Thèse de doctorat d'état,Université de Metz, (1973).

/6/ BECKER,P., Thèse de doctorat d'état, Université de Metz, (1978).

/7/ BESSIERES,J., Thèse de doctorat d'état, Université de Metz, (1983).

/8/ BLACKMANN,M.et KAYE,G., Proc. Phys. Soc.-London,55, p.364, (1960).

/9/ HEIZMANN,J.J.,BECKER,P. et BARO,R., Mém. Scient. Revue Métal., 4, p.285, (1975).

/10/ BECKER,P.,HEIZMANN,J.J. et BARO,R., J. Appl. Crystal. ,10, p.77, (1977).

/11/ WAGNER,F.,ESLING,C.,BARO,R.et ENGLANDER,M., Zeit. Metallkde., 68, p.701, (1977).

/12/ BACON,G.E., "Neutron diffraction" ,3éme éd., Clarendon Press-Oxford,(1975

/13a/ BUNGE,H.J., "Mathematische Methoden der Texturanalyse", Akademie Verlag,Berlin, (1969).

/13b/ BUNGE,H.J., "Texture Analysis in Materials Science-Mathematical Methods", Butterworth,Londres, (1983).

/14/ POSPIECH,J., JURA,J. et MACIOSOWSKI,A., 3ème Colloque européen sur les textures, p.117 (1975).

/15/ DAVIES,G.J., KALLEND,J.S. et MORRIS,P.P., Acta Met., 24, p.159 (1976).

/16/ KALLEND,J.S., MORRIS,P.P. et DAVIES, G.J., Acta Met., 24, p.361 (1976).

/17/ ESLING,C., WAGNER,F., BARO,R. et ENGLANDER,M., Proceedings of the 5th ICOTOM, Vol.II, p.221, Springer Verlag (1978).

/18/ KEELING, R.O. et WICK, D.A., Science, 141, p.1175 (1963).

/19/ PELLETIER,P., "Techniques numériques appliquées au calcul scientifique", Masson et Cie, (1971).

/20/ BERGMANN,H.W., BECHLER-FERRY,E. et ESLING,C., Proceedings of the 6th ICOTOM, The Iron and Steel Institute of Japan, Vol.I, p.703 (1982).

/21/ WAGNER,F., BERGMANN,H.W., HUMBERT,M. et ESLING,C., Proceedings of the 6th ICOTOM, The Iron ans Steel Institute of Japan, Vol. I, p. 714 (1982).

/22/ HUMBERT,M. et BERGMANN,H.W., J. Appl. Cryst., 13,p.500 (1980).

/23/ SCHLÄFER,D. et BUNGE,H.J., Texture, 1 p.157 (1974).

/24/ BAIN, I.C., Trans. Amer. Inst. Min. Met. Eng., 70, p.25 (1924).

/25/ KURDJUMOV,G., SACHS,G., Zeit. Phys., 64, p. 325 (1930).

/26/ NISHIYAMA,Z., Sc. Rep. Tohuku Imp. Univ, I, 23, p.637 (1934).

/27/ WASSERMANN,G., Archiv für Eisenhütt., 16, p.647 (1933).

/28/ ABE,H., ITO,K. et FUKUMOTO,R., J.Japan Inst. Metal., 31, p.37 (1967).

/29/ DAVIES,G.J., Proceedings of the 5th ICOTOM, Springer-Verlag, p.121 (1978).

/30/ DAVIES,G.J. et BATEMANN,R.K., Proceedings of the 6th ICOTOM, The Iron and Steel Institute of Japan, Vol.I, p.132 (1982).

/31/ POSPIECH,J., Proceedings of the 5th ICOTOM, Springer Verlag, Vol.II, p.97 (1978).

/32/ BATEMAN,R.M. et DAVIES, G.J., Proceedings of the 6th ICOTOM, The Iron and Steel Institute of Japan, Vol. I, p.690 (1982).

/33/ HASLAM,K., COLEMAN,T., DULEIU,D. et DILLAMORE,I.L., "Deformation and recrystallisation Textures in Metals and their industrial applications", Société française de métallurgie, Nancy, p.369 (1975).

/34/ BUNGE,H.J., HUMBERT,M., WELCH,P.I., à paraître.

CHAPITRE IV

CONTRIBUTION DE LA PARTIE IMPAIRE A LA FONCTION DE TEXTURE TOTALE POUR QUELQUES ECHANTILLONS DE CALCITE

1 - RAPPELS SUR LA DETERMINATION DE LA FONCTION DE TEXTURE TOTALE f(g)

2 - DONNEES UTILISEES

3 - TRAITEMENT DES DONNEES - DETERMINATION DE LA FONCTION DE TEXTURE TOTALE

3.1 - Procédure de calcul

3.2 - Choix du paramètre ϕ_o

3.3 - Tests de validité

4 - RESULTATS ET DISCUSSION

5 - FIGURES DE POLES INVERSES

6 - CONCLUSION

I - RAPPELS SUR LA DETERMINATION DE LA FONCTION DE TEXTURE TOTALE f(g)

Nous avons indiqué au chapitre I, qu'une fonction de texture f(g) peut se décomposer en une somme composée d'une partie directement déterminable à partir de figures de pôles, $\tilde{f}(g)$, et d'une partie non directement déterminable, $\tilde{\tilde{f}}(g)$ (cf formule 1.4). En termes de développement sur la base des harmoniques sphériques généralisés $T_l^{mn}(g)$, et pour des matériaux à cristaux centro-symétriques, $\tilde{f}(g)$ correspond au développement sur les harmoniques d'indices 1 pairs tandis que $\tilde{\tilde{f}}(g)$ a un développement qui ne contient que des termes d'indices 1 impairs. Les figures de pôles ne permettent le calcul direct que des coefficients C_l^{mn} de $\tilde{f}(g)$. Ainsi dans le chapitre précédent les fonctions de texture présentées se limitent aux seules parties paires. Ceci est justifié dans la mesure où ces résultats sont exploités en termes de comparaison et pour extraire des informations qualitatives ou semi-quantitatives sur les mécanismes de transformation.

Lorsqu'il s'agit de fournir un résultat quantitatif pour une fonction de texture, c'est donc la fonction de texture totale qu'il faut déterminer (nous utilisons ici le qualificatif total pour éviter toute confusion avec la restriction de la fonction à sa partie paire, $\tilde{f}(g)$, qui a souvent été appelée fonction texture).

La nécessité théorique d'additionner à $\tilde{f}(g)$ la partie non directement déterminable $\tilde{\tilde{f}}(g)$ pour obtenir la fonction de texture totale $f(g)$ implique deux questions essentielles :

i) la contribution, à la fonction totale f(g), de $\tilde{\tilde{f}}(g)$ est-elle négligeable ?

ii) dans la négative, comment déterminer ou approximer $\tilde{\tilde{f}}(g)$?

Quelques éléments de réponse ont déjà été proposés par différents auteurs /1,2,3,4,5,6,7/. Ainsi, pour ce qui concerne la première question, Mathies et Pospiech / 1 / ont présenté l'exemple suivant : une fonction de texture totale f(g), qui consiste en une orientation idéale avec dispersion, est définie théoriquement ; le calcul de $\tilde{\tilde{f}}(g)$ montre alors que la contribution de cette fonction à la somme f(g) est considérable et élimine notamment

les pics secondaires de $\tilde{f}(g)$ parfois dénommés fantômes / 8 / à cause justement de leur absence de signification physique.
En relation avec la seconde question trois possibilités ont été définies : les deux premières utilisent comme données des figures de pôles et incluent des hypothèses permettant une approximation de $\tilde{\tilde{f}}(g)$, la troisième fait appel à des mesures d'orientations individuelles.
Plus précisément, il s'agit de :
i) la méthode du domaine zéro /2,9,10/. Elle implique, comme son nom l'indique, l'existence de domaines Z_{oi} de densité nulle dans les figures de pôles ou au moins dans l'une d'elles ce qui entraîne l'existence d'un domaine de densité nulle Z_o dans l'espace d'Euler. Elle permet de calculer, à partir de $\tilde{f}(g)$, $\tilde{\tilde{f}}(g)$ sur le domaine Z_o puisque la somme $\tilde{f}(g) + \tilde{\tilde{f}}(g)$ est nulle sur Z_o. L'hypothèse supplémentaire consiste à considérer que la fonction $\tilde{\tilde{f}}(g)$ ainsi déterminée est la fonction $\tilde{\tilde{f}}(g)$ recherchée sur tout l'espace d'Euler, approximation qui sera d'autant plus raisonnable que le domaine Z_o sera plus grand. Un élément important pour l'appréciation de cette approximation est le fait que toute partie impaire $\tilde{\tilde{f}}(g)$ est telle que $\oint \tilde{\tilde{f}}(g)\, dg=0$ pour l'ensemble de l'espace d'Euler. En dehors de $Z_o \tilde{\tilde{f}}(g)$ n'est donc pas complètement quelconque mais doit satisfaire à l'équation intégrale précédente.

Les exemples traités /9,10 / montrent que la contribution de $\tilde{\tilde{f}}(g)$ n'est pas négligeable. L'inconvénient de cette méthode est qu'elle ne s'applique qu'à certains types de textures celles qui engendrent des domaines assez étendus de densité nulle dans les figures de pôles. Du point de vue pratique, la définition d'une limite en dessous de laquelle la densité sera assimilée à zéro est également un problème délicat.

ii) la modélisation de la fonction de texture / 6,7 /.

Certaines textures peuvent être représentées par la superposition de quelques gaussiennes parfois appelées composantes /11,12/. Si $\tilde{f}(g)$ apparaît comme une fonction présentant quelques pics il est en effet possible de rechercher les paramètres de quelques gaussiennes, dont les centres sont fixés, telles que leur superposition $\tilde{f}_G(g)$ coïncide au mieux avec $\tilde{f}(g)$. A cause de l'hypothèse initiale de la structure de $\tilde{f}_G(g)$, la détermination de la partie impaire pour ce modèle, $\tilde{\tilde{f}}_G(g)$, est alors possible /6,7,13 /. L'inconvénient de cette méthode, ici aussi, est qu'elle ne concerne que

certains types de textures susceptibles d'une description en composantes. Il semble en outre qu'un tel modèle induit une relation trop stricte entre les parties paires et impaires / 14 /.

iii) les mesures d'orientations individuelles.

L'utilisation de données de ce type, au lieu de figures de pôles, permet théoriquement d'accéder directement à la fonction de texture totale f(g) /4,5 /. En pratique cependant, l'aspect statistique et les problèmes de troncature des séries nécessitent la définition d'un mode opératoire de traitement pour de telles données. C'est justement l'objet des paragraphes suivants.

Les résultats obtenus pour $\tilde{f}(g)$ dans les quelques exemples traités par la méthode du domaine zéro ou par la modélisation de la fonction de texture indiquent que la contribution de cette partie impaire n'est pas négligeable dans une analyse quantitative. Toutefois comme ces deux techniques ne peuvent fournir qu'une approximation de $\tilde{f}(g)$, et que par définition la fonction totale f(g) est inconnue, il est hasardeux de tirer des conclusions sur la contribution de $\tilde{f}(g)$. En outre, ces résultats ne concernent que des métaux de structure cubique. Dans les matériaux de basse symétrie, il est plus fréquent de rencontrer des textures qui ne présentent pas de domaine zéro et ne peuvent se réduire à quelques composantes c'est-à-dire des types de texture pour lesquels aucune des deux techniques précédentes ne permet d'évaluer $\tilde{f}(g)$.

Dans ce chapitre nous nous proposons donc d'évaluer cette contribution de $\tilde{f}(g)$ en partant de mesures d'orientations individuelles pour quelques échantillons de symétrie cristalline trigonale et nous tenterons de "tirer les leçons" des résultats obtenus.

2. - DONNEES UTILISEES.

La mesure d'orientations individuelles des grains peut se faire soit par diffraction électronique, soit, dans certains cas, par microscopie optique. La microscopie optique a, par exemple, été utilisée pour la détermination de l'orientation des grains dans certaines roches de symétrie rhomboédrique telles que la calcite ($Ca\ CO_3$) ou la dolomite ($Ca\ Mg(CO_3)2$) /15,16 /. Il est en effet possible de répérer optiquement l'axe [0001]

dans un grain d'une telle roche. D'autre part, le maclage est extrêmement fréquent dans ces matériaux. Il est donc également possible, pratiquement pour chaque grain, de repérer un plan de maclage dont les indices cristallographiques sont bien connus (plans e = {01$\bar{1}$8} dans la calcite, plans f = {01$\bar{1}$2}dans la dolomite). L'utilisation d'une table orientable sous le microscope permet en effet le repérage angulaire de ces directions dans chaque grain. Dans la dolomite, compte tenu du fait qu'il n'existe pas d'axe binaire orthogonal à l'axe d'ordre 3, la détermination de l'orientation n'est pas fixée univoquement à partir de la connaissance de deux directions cristallographiques ; il reste deux possibilités qui se déduisent l'une de l'autre par une rotation de 180° autour de l'axe Y_B. De telles données ont parfois été utilisées en enrichissant artificiellement la symétrie du cristal (sous-groupe de rotation 32 au lieu de 3) / 17,4 /. Pour la calcite, par contre, la connaissance de deux directions cristallographiques permet, compte tenu de l'existence dans le cristal d'axes binaires orthogonaux à l'axe 3, une détermination univoque de l'orientation gi du grain, gi étant par exemple définie par un triplet (φ_{1i}, ϕ_i, φ_{2i}) d'angles d'Euler (voir annexe A2). Les données pour une analyse consistent donc en une suite de N orientations gi.

Les résultats présentés dans ce chapitre concernent quatre échantillons de calcite dont les données, sous forme d'angles d'Euler, nous ont été fournies par F. Turner et H.R. Wenk. Deux échantillons ont été prélevés dans des roches naturelles :

- l'échantillon Ca Prato provient de Prato (Alpes Centrales)
- l'échantillon Ca172 provient d'un marbre de Yule / 15 /

Les deux autres échantillons ont été prélevés dans le même marbre de Yule puis déformés expérimentalement / 15 / avant les mesures d'orientations :

- l'échantillon Ca 459 a subi une extension (40%) suivant une direction orthogonale à $\vec{s}$ ($\vec{s}$ est la normale au plan de foliation de l'échantillon)
- l'échantillon Ca 477 a subi une extension (48%) parallèlement à la direction $\vec{s}$

Pour les deux échantillons naturels (Ca Prato et Ca 172) le référentiel macroscopique $\{\vec{X}_A, \vec{Y}_A, \vec{Z}_A\}$ est choisi de telle manière que le vecteur $\vec{Z}_A$ soit orthogonal au plan de foliation tandis que pour les échantillons déformés (Ca 459 et Ca 477) le vecteur $\vec{Z}_A$ est colinéaire à la direction de traction.

La tableau 4.I indique pour chaque échantillon le nombre N d'orientations individuelles mesurées (le paramètre ϕ_o sera défini ultérieurement au paragraphe 3).

Référence de l'échantillon	Nature de l'échantillon	Nombre de mesures N	Valeur de ϕ_o
Ca Prato	Calcite naturelle de Prato $\vec{Z}_A$ // $\vec{s}$ ($\vec{s}$ normale au plan de foliation)	483	10.7°
Ca 172	Calcite naturelle (marbre de Yule) $\vec{Z}_A$ // $\vec{s}$	342	12.0°
Ca 459	Calcite déformée (marbre de Yule) élongation 40% à 500°C 5Kbar $\vec{Z}_A$ // $\vec{F}$ (direction d'extension) et $\vec{X}_A$ // $\vec{s}$	162	15.4°
Ca 477	Calcite déformée (marbre de Yule) : élongation 48% à 500 °C, 5Kbar $\vec{Z}_A$ // $\vec{F}$ (direction d'extension) et $\vec{Y}_A$ // $\vec{s}$	91	18.7°

Tableau 4.I : Nature des échantillons et nombre N de mesures d'orientations individuelles pour chacun d'eux.

3 - TRAITEMENT DES DONNEES - DETERMINATION DE LA FONCTION DE TEXTURE TOTALE

Il faut tout d'abord souligner que l'utilisation de telles données, c'est à dire d'un ensemble de N orientations individuelles gi, fait appel implicitement à l'hypothèse que les grains ont tous le même volume. En effet, seule l'orientation gi d'un grain est déterminée et non pas la fraction de volume qu'il représente. Cette hypothèse est toutefois acceptable dans de nombreux cas,y compris pour les roches, où pratiquement tous les grains ont des dimensions comparables. Elle sera implicitement utilisée dans les raisonnements ultérieurs.

Une autre question importante pour de telles données concerne l'aspect statistique. Les nombres de mesures N d'orientations individuelles présentés dans le tableau 4.I peuvent paraître faibles. Il faut toutefois les comparer au nombre de grains qui diffractent au cours d'une expérience classique de mesure de figure de pôles.

A titre d'exemple pour l'échantillon Ca Prato dont les grains ont un volume de l'ordre de 0.5 mm^3 (sphère de rayon de 0.5 mm environ) le nombre de grains "actifs" au cours d'une expérience de diffraction aux rayons X (faisceau balayant une surface de 80 mm2) est de l'ordre de 100, alors qu'un échantillon de 1 cm^3 immergé dans un faisceau de neutrons permettrait l'analyse d'un volume correspondant à 2000 grains. Du point de vue statistique les données paraissent donc acceptables surtout si le traitement prend en compte les limitations liées à leur nombre.

Une première possibilité de traiter de telles données consiste à diviser l'espace d'Euler en I cases et à comptabiliser le nombre ni d'orientations individuelles dans chacune / 16 /. Il convient alors de choisir des cases de volume identique ou de diviser chaque valeur ni par le volume de la case i correspondante en tenant compte bien entendu de la métrique de l'espace d'Euler.De telles données ont été utilisées de manière analogue dans la méthode vectorielle pour construire un vecteur de texture et tester les possibilités de cette méthode / 18 /

Notre but ici est quelque peu différent puisqu'il s'agit d'examiner pour des échantillons réels la contribution des parties impaires aux fonctions de textures totales.

Il convient donc d'utiliser la décomposition sur la base des harmoniques

sphériques généralisés $\dot{T}_l^{\mu n}(g)$ pour calculer séparément les parties paires et impaires, $\tilde{f}(g)$ et $\tilde{\tilde{f}}(g)$, de ces fonctions.

3.1 Procédure de calcul

La fonction de texture totale, f(g), s'écrit donc :

$$f(g) = \tilde{f}(g) + \tilde{\tilde{f}}(g) \qquad (4.1)$$

avec

$$\tilde{f}(g) = \sum_{l=0(2)}^{l=l\max} \sum_{\mu=1}^{\mu=M(l)} \sum_{n=-l}^{n=l} C_l^{\mu n} \dot{T}_l^{\mu n}(g) \qquad (4.2)$$

et

$$\tilde{\tilde{f}}(g) = \sum_{l=1(2)}^{l=l\max-1} \sum_{\mu=1}^{\mu=M(l)} \sum_{n=-l}^{n=l} C_l^{\mu n} \dot{T}_l^{\mu n}(g) \qquad (4.3)$$

A partir de N orientations gi les coefficients $C_l^{\mu n}$ de ces développements peuvent être calculés en utilisant la relation établie par Bunge /19 a, 19 b/

$$C_l^{\mu n} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{i=N} (2l+1)\, \dot{T}_l^{\mu n}(gi) \qquad (4.4)$$

qui permet d'obtenir indifféremment les coefficients $C_l^{\mu n}$ d'indices l pairs et impairs.

La fonction totale, f(g), dont le développement est recherché,est en fait une somme de N fonctions de Dirac placées en N points gi de l'espace d'Euler. Parce que les coefficients $C_l^{\mu n}$ sont nécessairement calculés jusqu'à une valeur l=lmax finie, une erreur de troncature est donc introduite. Cette erreur est relativement importante car la convergence des séries est faible lorsqu'il s'agit de représenter des"fonctions"de Dirac. Ceci est illustré à la figure 4.1a où une fonction de texture totale f(g) a été calculée pour 3 orientations idéales g_1, g_2 et g_3 en utilisant (4.4) et en développant la série jusqu'à lmax = 22 (ce qui représente 1403 termes) ; on peut constater qu'autour des pics centrés sur g_1, g_2, g_3 existent des zones négatives non négligeables dues à cet effet de troncature. Il paraît donc préférable de remplacer les"fonctions" de Dirac par des fonctions

gaussiennes de paramètre ϕ_0 (régularisation de la fonction) ce qui conduit à remplacer la relation (4.4) par :

$$C_l^{\mu n} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{i=N} K \, \dot{T}^{\mu n}(gi) \qquad (4.5)$$

$$\text{avec } K = \frac{\exp(-l^2 \phi_0^2/4) - \exp(-(l+1)^2 \phi_0^2/4)}{1 - \exp(-\phi_0^2/4)} \qquad (4.6)$$

(le paramètre ϕ_0 d'une gaussienne, valeur angulaire pour laquelle l'amplitude est divisée par e, est lié à la largeur totale à mi-hauteur, b, par la relation : $\phi_0 = b/2\sqrt{\ln 2}$)

La figure 4.1b) montre la fonction obtenue, pour les mêmes orientations idéales g_1, g_2 et g_3, lorsque les coefficients $C_l^{\mu n}$ de la série, toujours pour l max = 22, sont calculés à l'aide de (4.5) avec $\phi_0 = 10°$. Les zones négatives qui mettaient en évidence l'erreur de troncature ont à présent disparu mais bien entendu l'intensité maximale des pics est atténuée par rapport au cas de la figure 4.1a).

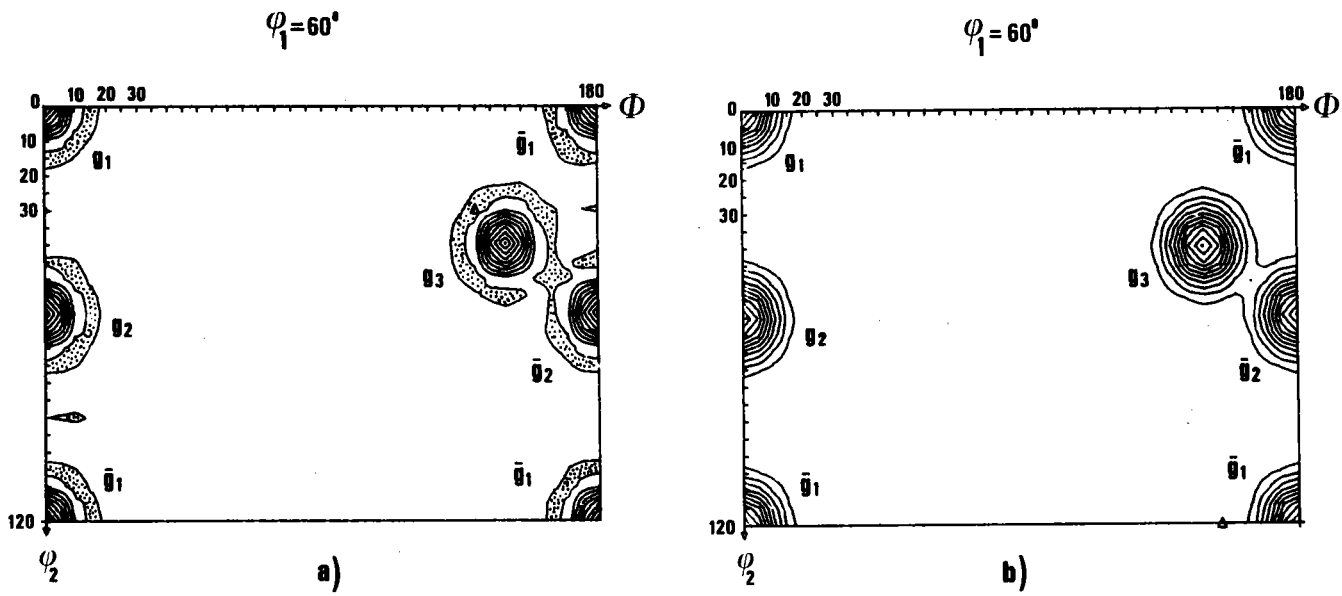


Fig. 4.1. : Fonction de texture pour 3 orientations idéales g_1, g_2, g_3 représentées par a) des "fonctions de Dirac" ; niveaux : -90, -30(grisé), 100,200, ..., 900 - b) des gaussiennes (ϕ_o=10°) niveaux : 10,23,36, ... 140.

3.2 Choix du paramètre ϕ_0.

Cette procédure qui consiste à placer une gaussienne en chaque orientation gi est bien sûr applicable pour les données qui nous intéressent et permet donc à l'aide de (4.5) de calculer les coefficients des développements de $\tilde{f}(g)$ et $\tilde{\tilde{f}}(g)$. Il reste toutefois à définir des critères permettant de choisir la valeur de ϕ_0 la plus adéquate dans chaque cas. En considérant quelques "cas-limite", montrons, tout d'abord qualitativement, que la valeur à choisir pour ϕ_0 dépend du nombre de mesures disponibles, N, et de la texture elle-même.

Reprenons pour l'instant la conception exposée précédemment où l'espace d'Euler est divisé en I cases et où chacune des N orientations mesurées est comptabilisée dans la case adéquate. Dans le cas d'une texture isotrope si l'on veut p orientations par case on doit découper l'espace d'Euler en $I = \frac{N}{p}$ cases. Comme on doit avoir au minimum p=1 orientation par case pour restituer la distribution isotrope le nombre I de cases, c'est-à-dire en fait le pouvoir de résolution dans l'espace d'Euler, est donc directement lié à N. Si nous considérons l'autre cas extrême où tous les grains ont exactement la même orientation g_0 nous voyons qu'une seule mesure est suffisante pour déterminer la fonction de texture qui est en fait une fonction de Dirac située en g_0. Ceci montre qualitativement que pour une texture très marquée le nombre de mesures N nécessaires peut être beaucoup plus faible que pour une distribution proche de l'isotropie.

Nous allons à présent reprendre de manière plus quantitative ces considérations en supposant que les cases de l'espace d'Euler sont des sphères de rayon ϕ_0.

L'élément différentiel dg dans l'espace d'Euler s'écrit /19,20 /:

$$dg = \frac{1}{8\pi^2} \sin\phi \, d\phi \, d\varphi_1 \, d\varphi_2 \qquad (4.7)$$

Le volume total Vo est donc :

$$Vo = \oint dg = \int_{\varphi_1=0}^{\varphi_1=2\pi} \int_{\varphi_2=0}^{\varphi_2=2\pi} \int_{\phi=0}^{\phi=\pi} \frac{1}{8\pi^2} \sin\phi \, d\phi \, d\varphi_1 \, d\varphi_2 = 1 \qquad (4.8)$$

Soit $\frac{Vo}{6} = \frac{1}{6}$ pour le volume de la cellule élémentaire qui tient compte des limitations imposées aux angles φ_1 et φ_2 par les symétries cristallines (cf § 2.3.1).

Le volume v d'une sphère de rayon ϕ_0 s'écrit avec cette métrique * :

$$v = \int_{\theta=0}^{\theta=\pi} \int_{\varphi=0}^{2\pi} \int_{\phi=0}^{\phi=\phi_0} \frac{1}{4\pi^2} \sin^2 \frac{\phi}{2} \sin\theta \, d\varphi \, d\theta \, d\phi = \int_{\phi=0}^{\phi=\phi_0} \frac{1}{\pi} \sin^2 \left(\frac{\phi}{2}\right) d\phi =$$

$$\frac{1}{2\pi} (\phi_0 - \sin\phi_0) \simeq \frac{1}{2\pi} \frac{\phi_0^3}{6} \qquad (4.9)$$

où l'approximation indiquée consiste à remplacer sin ϕ_0 par $\phi_0 - \phi_0^3/3$! ce qui est acceptable pour ϕ_0 petit.
Pour avoir en moyenne p points dans chaque sphère il faut donc que l'espace d'Euler soit découpé en I sphères avec :

$$I = \frac{N}{p} = \frac{V_0}{6v} = \frac{1}{6v} \qquad (4.10)$$

Compte tenu de (4.9) on en déduit donc pour ϕ_0 l'approximation :

$$\phi_0 \simeq (2\pi p/N)^{1/3} \qquad (4.11)$$

Nous avons vu précédemment que la paramètre p doit au minimum être égal à 1 pour une texture isotrope alors qu'il tend vers 0 pour une texture très marquée.

Dans le cas des textures "intermédiaires" étudiées, c'est-à-dire des textures qui se situent entre une distribution isotrope et une texture de type monocristal, nous avons choisi de manière empirique, après différents essais , $p = \frac{1}{2}$. La formule (4.II) permet donc d'adapter la résolution recherchée au nombre de mesures N disponibles.

* Pour une orientation définie par 1 axe (θ,φ) et une rotation ϕ autour de cet axe l'élément de volume s'écrit $dv = \frac{1}{4\pi^2} \sin^2 \frac{\phi}{2} \sin\theta \, d\theta \, d\varphi \, d\phi$.
Le volume v_0 de l'espace d'Euler s'écrit alors :

$$v_0 = \int_{\theta=0}^{\theta=\pi} \int_{\varphi=0}^{\varphi=2\pi} \int_{\phi=0}^{\phi=2\pi} \frac{1}{4\pi^2} \sin^2 \frac{\phi}{2} \sin\theta \, d\phi \, d\varphi \, d\theta = 1$$

3.3 Tests de validité

Pour tester la validité de cette procédure nous avons conçu deux types d'essais : le premier consiste en une simulation sur ordinateur des différentes étapes qui conduisent au résultat alors que le deuxième utilise des mesures effectivement réalisées et étudie la stabilité du résultat en fonction des paramètres choisis.

a) simulation

Le schéma adopté pour cette simulation est le suivant :

$$f_t(g) = \Sigma\ {}^t C_l^{\mu n}\ \dot{T}_l^{\mu n}(g) \xrightarrow{(1)} g_1, g_2, \ldots\ldots, g_M$$

$$\downarrow (2)$$

$$f_c(g) = \Sigma\ {}^c C_l^{\mu n}\ \dot{T}_l^{\mu n}(g) \xleftarrow{(3)} g_1^e, g_2^e, \ldots\ldots, g_N^e$$

$f_t(g)$ est une fonction de texture "théorique" donnée a priori.

L'opération (1) consiste à calculer M orientations individuelles correspondant à cette texture avec une grande valeur pour M. Ceci est réalisé en divisant l'espace d'Euler en 3888 cases de volume Δg_j et en calculant pour chacune le nombre j de grains dont l'orientation est dans cette case par la relation :

$$nj = M \int_{\Delta g_j} f_t(g)\ dg \qquad (4.12)$$

Ces n_j orientations sont alors distribuées au hasard dans la case numéro j. On obtient ainsi un ensemble de M orientations $\{g_1, g_2, \ldots\ldots, g_M\}$ qui est pratiquement équivalent à la fonction de texture $f_t(g)$.

L'opération (2) simule l'action d'un expérimentateur qui mesure dans un échantillon comportant M grains les orientations g_i^e de N d'entre eux. Ceci est réalisé par un processus aléatoire qui sélectionne parmi les M valeurs disponibles N d'entre elles.
L'ensemble $\{g_1^e, g_2^e, \ldots\ldots, g_N^e\}$ représente donc les N orientations "mesurées" disponibles pour l'analyse.

Enfin, la phase (3) du schéma précédent indique la procédure décrite précédemment, c'est-à-dire la détermination de ϕ_o à l'aide de (4.11), le calcul des coefficients ${}^c C_l^{\mu n}$ par (4.5) et (4.6) ce qui permet d'obtenir par

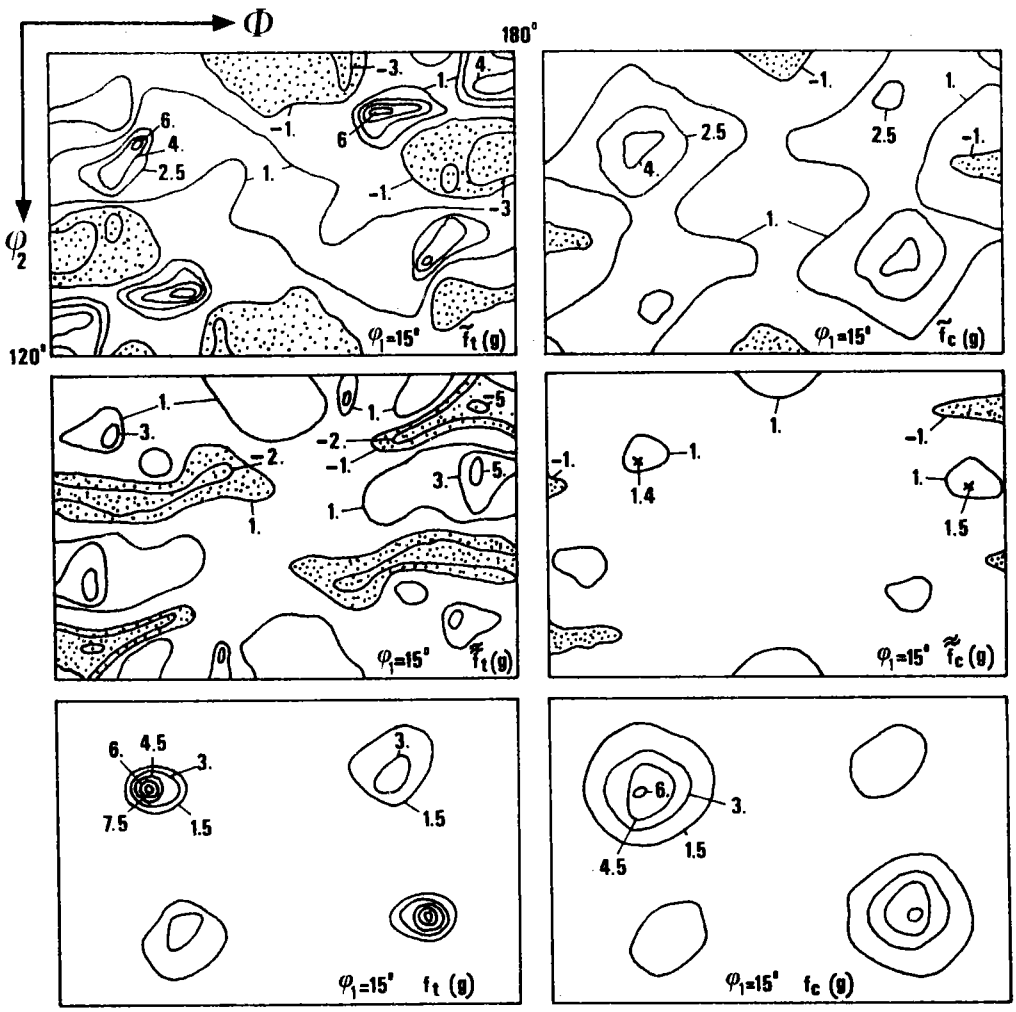
(4.2) et (4.3) les parties paires et impaires de $f_c(g)$. La fonction de texture calculée, $f_c(g)$, doit donc être comparée à la fonction de texture "théorique" $f_t(g)$, fixée au départ.

La figure 4.2 montre un exemple d'une telle simulation. En 4.2a) sont présentées les sections φ_1=15 pour la fonction de texture théorique $f_t(g)$ et pour ces parties paires et impaires $\tilde{f}_t(g)$ et $\tilde{\tilde{f}}_t(g)$. Le calcul de $f_c(g)$ a été fait en utilisant N = 250 orientations "mesurées" choisies dans un ensemble de M = 4544 orientations disponibles. Le paramètre ϕ_0 déterminé avec (4.11) où p = 0.5, prend alors la valeur 13.3°. La figure 4.2b) montre le résultat obtenu pour $f_c(g)$, $\tilde{f}_c(g)$ et $\tilde{\tilde{f}}_c(g)$, toujours pour la section φ_1=15°. On peut constater que les caractéristiques essentielles de la fonction de texture choisie initialement, $f_t(g)$, sont restituées après la simulation de la mesure et la procédure d'analyse de ces données. Compte tenu du nombre N assez petit d'orientations utilisées et donc du paramètre ϕ_0 relativement grand pour les gaussiennes, les valeurs absolues de $f_c(g)$ sont inférieures à celles de $f_t(g)$ alors que les pics s'élargissent.

Une telle simulation, qui ne prétend pas être une démonstration générale, montre cependant à notre avis que la procédure proposée pour l'analyse d'un ensemble de N orientations individuelles conduit à une approximation satisfaisante de la fonction de texture.

b) stabilité du calcul

Le deuxième type de test effectué porte cette fois sur des données réelles. Trois analyses de texture ont été effectuées pour l'échantillon Ca Prato en utilisant successivement l'ensemble des données (N=483), la moitié (N=241) et le tiers (N=161) de ces données. En utilisant (4.11), toujours avec p=0.5, l'adaptation de ϕ_0 au nombre N de données conduit aux valeurs ϕ_0= 10.7° pour N=483, ϕ_0 = 13.5° pour N=241 et ϕ_0 = 15.4° pour N = 161. La figure 4.3 montre le résultat obtenu (section φ_1=30°) pour f(g), $\tilde{f}(g)$ et $\tilde{\tilde{f}}(g)$ dans les trois cas. On peut constater que les résultats sont sensiblement analogues pour les analyses effectuées à partir de 483 et 241 mesures (figures 4.3a) et 4.3b)), le maximum pour f(g) étant légèrement supérieur dans le deuxième cas. Par contre l'analyse à partir d'un tiers des mesures seulement (N=161) fait apparaître un affaiblissement sensible pour les valeurs maximales de $\tilde{f}(g)$ et f(g). Ces résultats confirment la validité de la



a) b)

Fig. 4.2. : Comparaison des fonctions de texture a) théorique et b) calculée pour la section $\varphi_1 = 15°$ (partie paire, impaire et fonction totale).

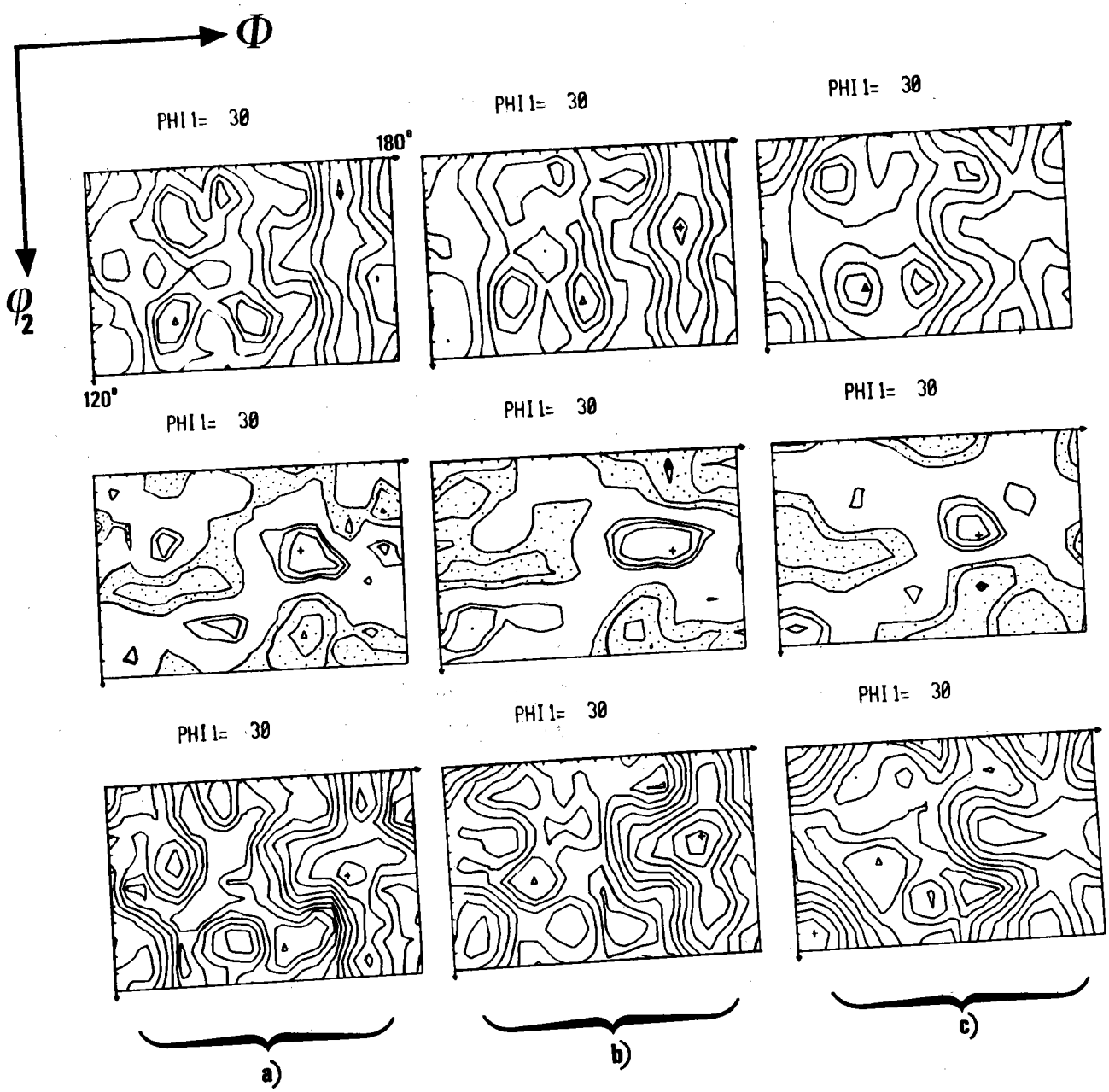


Fig. 4.3. : Influence du nombre d'orientations individuelles prises en compte. De haut en bas $\tilde{f}(g)$, $\tilde{\tilde{f}}(g)$ et $f(g)$ pour la section $\varphi_1 = 30°$, niveaux : -0.9, -0.5, -0.2, 0.6, 0.8, 1.1, 1.5, 2.0, 2.6, 3.3, 4.1, 5.0, 6.0. a) 483 mesures b) 241 mesures c) 161 mesures

procédure de calcul proposée à condition que N ne soit pas trop faible en particulier si la texture est peu marquée.

c) rang l max du développement en série

Dans la procédure proposée la fonction de texture totale recherchée, f(g), est constituée d'une somme de gaussiennes de paramètre ϕ_0. Comme il s'agit en fait de déterminer la décomposition de cette fonction sur la base des fonctions harmoniques sphériques généralisées qui sont des fonctions oscillantes il faut que le développement soit suffisant pour minimiser l'erreur de troncature. Ceci implique que le rang lmax du développement soit fixé de manière telle que les harmoniques d'indices l les plus élevés, c'est-à-dire ceux qui oscillent le plus rapidement, aient un pouvoir de résolution permettant de "résoudre" les gaussiennes qu'il s'agit de décrire. La plus petite"distance" entre deux zéros pour une fonction harmonique généralisée de rang l est $\frac{180°}{l}$, soit $\frac{360°}{l}$ pour une oscillation complète. Pour rendre compte d'une gaussienne de largeur totale à mi-hauteur b, le rang l maximal doit donc être tel que : $\frac{360°}{l} \leq b$ (4.13) (cf / 21 /)

Ainsi pour rendre compte de gaussiennes de paramètre ϕ_0=10°, c'est-à-dire dont la largeur totale à mi-hauteur est b=16.6°, la relation (4.13) indique qu'il faut utiliser des harmoniques jusqu'à l=22. C'est effectivement la valeur maximale de l, lmax, qui a été utilisée dans les calculs des paragraphes précédents et qui garantit donc que l'erreur de troncature est négligeable compte tenu des valeurs de ϕ_0 utilisées.

4) Résultats et discussions

Les données relatives aux quatre échantillons de calcite ont été analysées suivant la procédure précédemment décrite ; les valeurs de ϕ_0 utilisées compte tenu du nombre N de mesures disponibles sont indiquées dans le tableau 4.I.

Les figures 4.4 à 4.7 présentent les sections à φ_1= cste pour les fonctions $\tilde{f}(g)$, $\tilde{\tilde{f}}(g)$ et f(g) correspondant aux quatre échantillons. Pour l'échantillon non déformé expérimentalement Ca 172 la fonction f(g) varie peu avec l'angle φ_2 (fig. 4.5) ce qui correspond à une texture de fibre avec une grande proportion de cristallites dont la direction [0001] est proche de la direc-

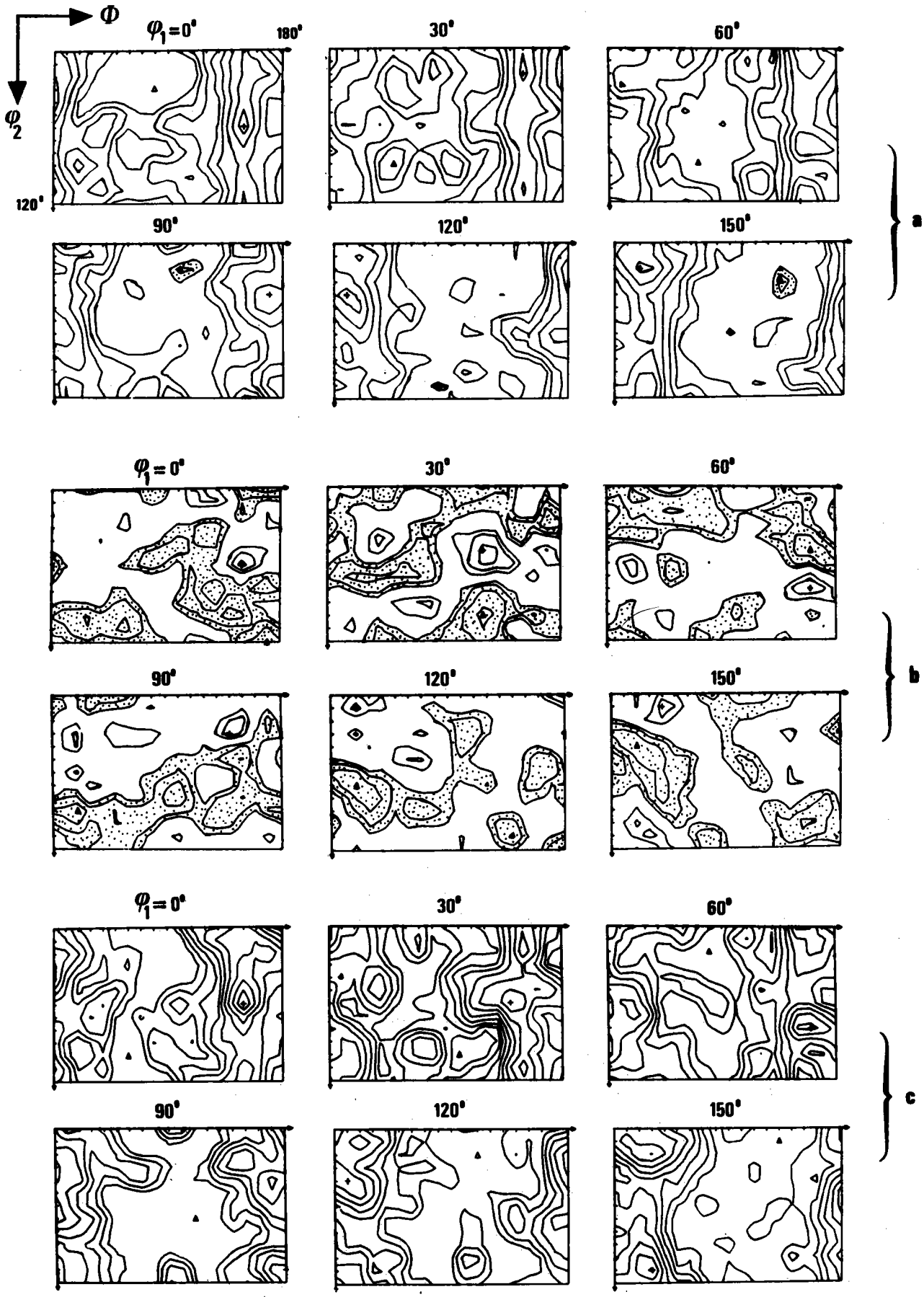


Fig. 4.4. : Fonction de texture pour l'échantillon Ca Prato

a) $\tilde{f}(g)$; niveaux : -0.3,-0.1(grisé),0.6,0.9,1.3,1.8,2.4,3.1,3.9,4.8

b) $\tilde{\tilde{f}}(g)$; niveaux : -1.0, -0.6, -0.3, -0.1 (grisé), 0.6, 0.9, 1.3.

c) $f(g)$; niveaux : 0.6,0.9,1.3,1.8,2.4,3.1,3.9,4.8,5.8,6.9.

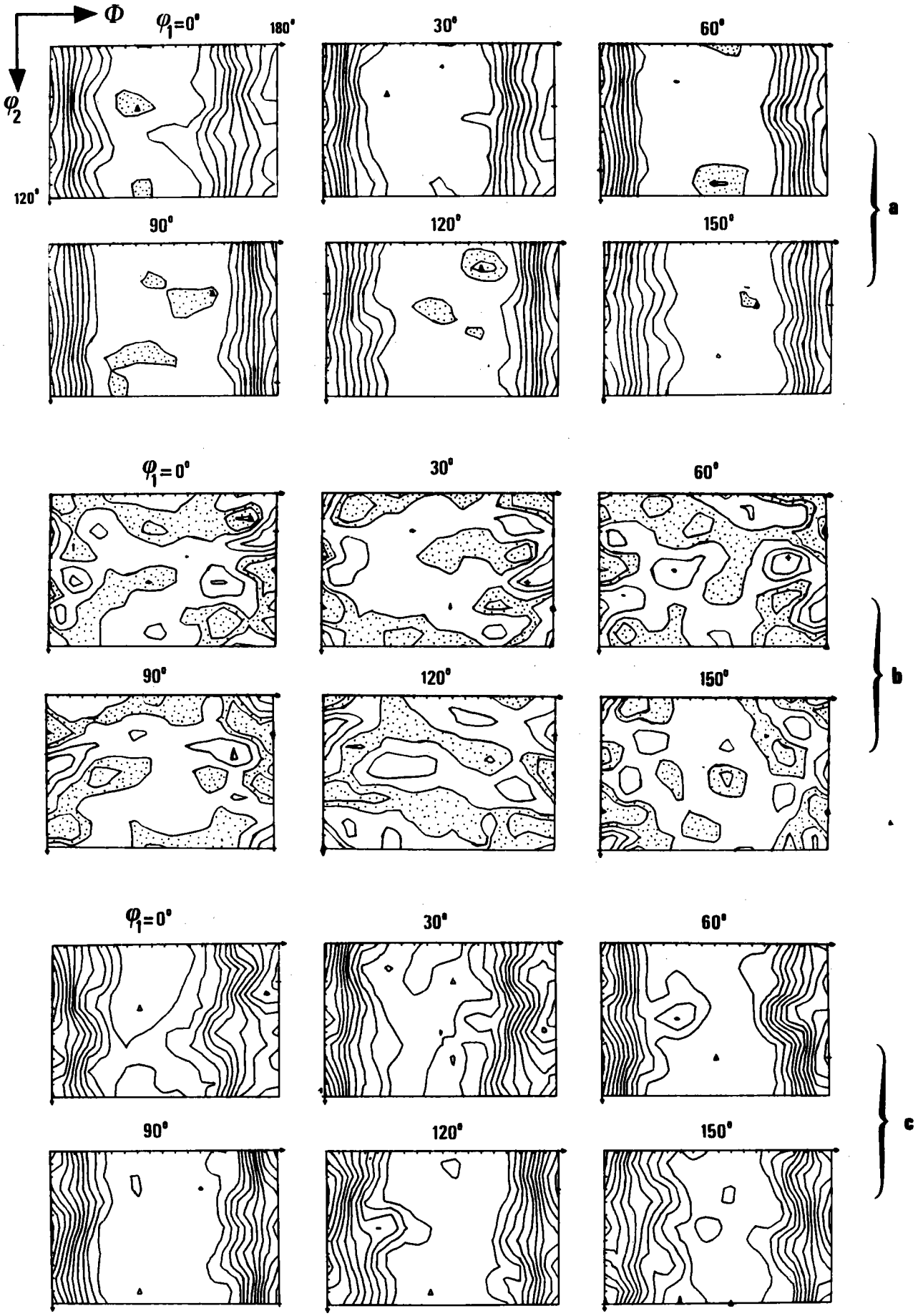


Fig. 4.5. : Fonction de texture pour l'échantillon Ca 172 a) $\tilde{f}(g)$; niveaux : -0.4, -0.1(grisé), 0.9, 1.5, 2.2, 3.0, 3.9, 4.9, 6.0, 7.2, 8.4.

b) $\underset{\sim}{f}(g)$; niveaux : -1.0, -0.4, -0.1(grisé), 0.4, 0.9, 1.5.

c) $f(g)$; niveaux : 0.4, 0.9, 1.5, 2.2, 3.0, 3.9, 4.9, 6.0, 7.2, 8.4, 9.7.

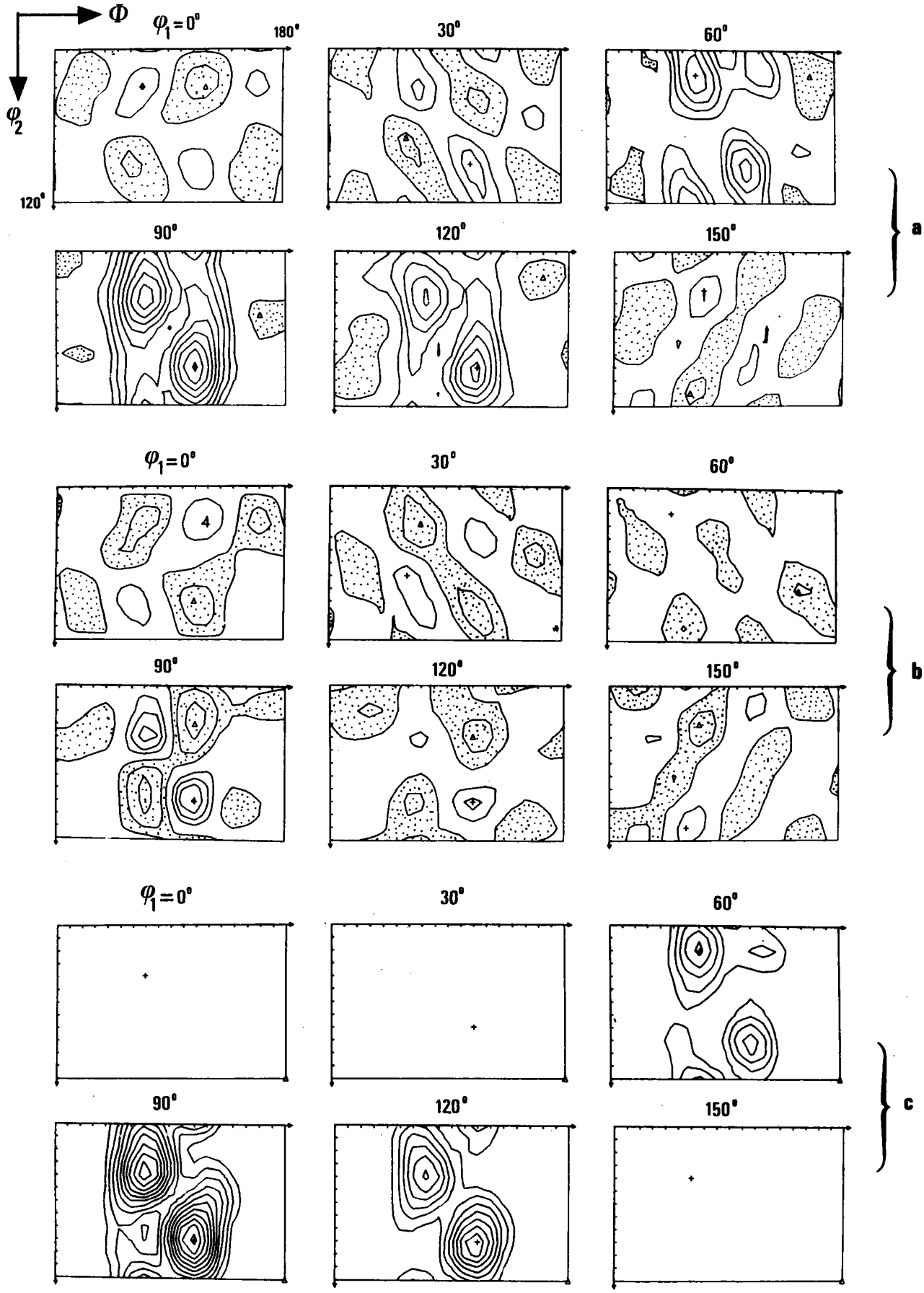


Fig. 4.6. : Fonction de texture pour l'échantillon Ca 459

a) $\tilde{f}(g)$; niveaux : -1.2,-0.2(grisé),1.0,1.7,2.5,3.4,4.4,5.5,6.7,8.0,9.4.

b) $\tilde{\tilde{f}}(g)$; niveaux : -2.0,-1.0,-0.2(grisé), 1.0,1.7,2.5,3.4

c) $f(g)$; niveaux : 1.0,1.7,2.5,3.4,4.4,5.5,6.7,8.0,9.4,10.9,12.6.

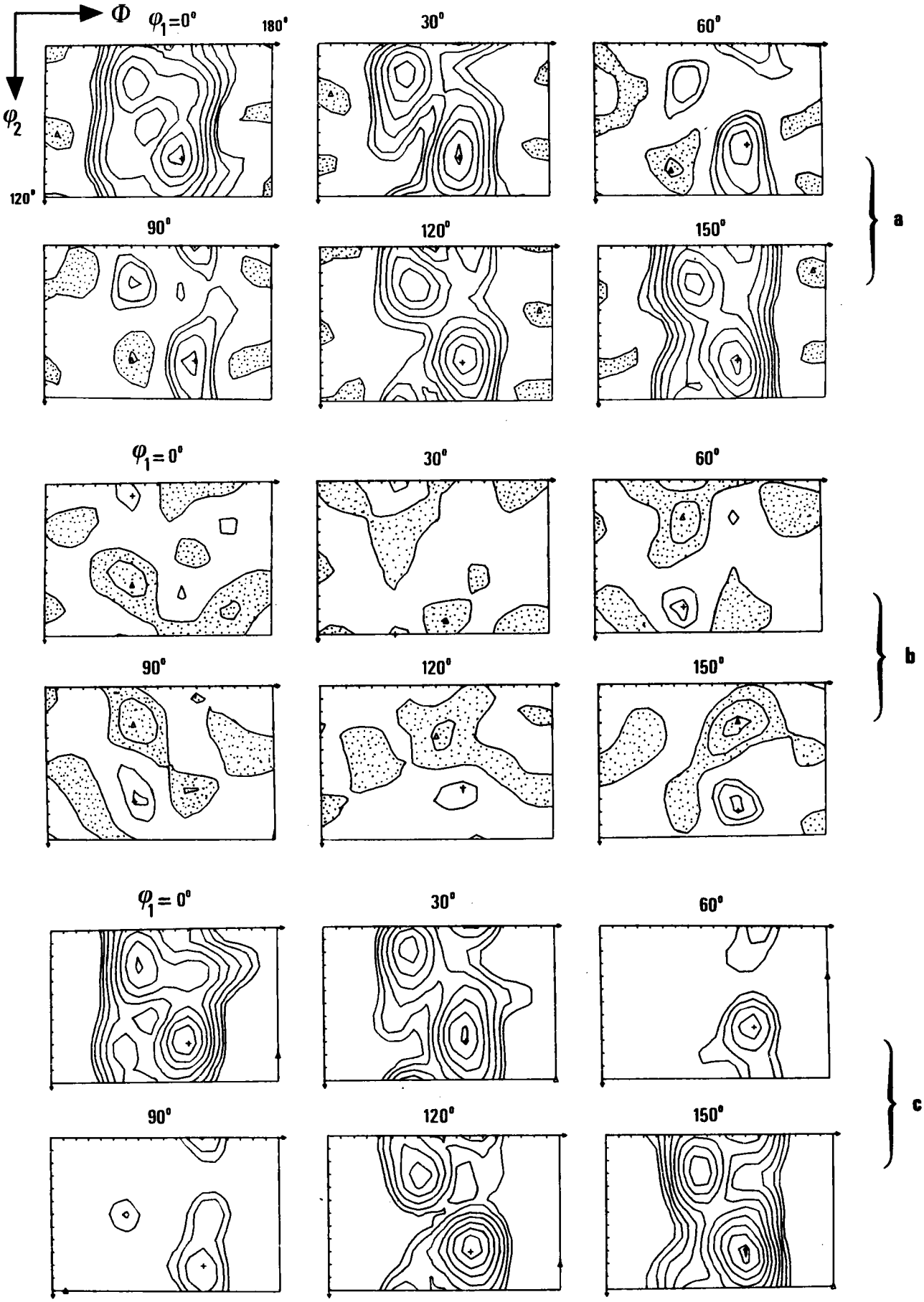


Fig. 4.7. : Fonction de texture pour l'échantillon Ca 477

a) $\tilde{f}(g)$; niveaux : -0.4,-0.1(grisé),0.5,0.7,1.0,1.4,1.9,2.5,3.2,4.0,4.9.

b) $\tilde{\tilde{f}}(g)$; niveaux : -1.0, -0.5,-0.1(grisé), 0.5,0.7,1.0.

c) $f(g)$; niveaux : 0.5,0.7,1.0,1.4,1.9,2.5,3.2,4.0,4.9,5.9,6.2

tion Z_B du repère macroscopique (ϕ=0 ou ϕ= 180°). On retrouve une texture approximativement de même type pour l'échantillon non déformé expérimentalement Ca Prato ; dans ce cas toutefois les variations de f(g) avec φ_2 sont plus notables (fig 4.4) et une description par une fibre n'est plus tout à fait justifiée.

Pour les échantillons déformés expérimentalement, Ca 459 et Ca 477, les textures sont notablement différentes. Dans les deux cas on peut les décrire schématiquement par deux maxima avec une très forte dispersion autour de chacun d'eux (fig. 4.6 et 4.7). La"translation" de φ_1= 90° entre les deux textures est due au fait que les directions de traction sont à 90° l'une de l'autre et que le repère d'échantillon a été choisi dans chaque cas de telle sorte que l'axe Z_A coïncide avec cette direction de traction (cf. tableau 4.I).

Ces résultats permettent de tirer quelques enseignements en ce qui concerne les contributions respectives des parties paires et impaires, $\check{f}(g)$ et $\tilde{\check{f}}(g)$, à la fonction de texture totale f(g) :

- les zones négatives qui existent dans $\check{f}(g)$ et $\tilde{\check{f}}(g)$ et qui ne sont nullement dues à des erreurs de troncature disparaissent lorsque leur somme f(g) est calculée ce qui est satisfaisant compte tenu de la définition de la fonction de texture.
- pour $\tilde{\tilde{f}}(g)$ les valeurs négatives et positives sont du même ordre de grandeur ce qui est normal compte tenu de la relation que doit vérifier cette fonction à savoir :

$$\int \tilde{\tilde{f}}(g)\, dg = 0 \qquad (4.14)$$

- les fortes valeurs positives de $\tilde{\tilde{f}}(g)$ correspondent, dans les quatre cas traités, à des zones de forte intensité de $\tilde{\check{f}}(g)$ si bien que la contribution de $\tilde{\tilde{f}}(g)$ a pour effet de renforcer de manière sensible dans f(g) les pics déjà présents dans $\tilde{\check{f}}(g)$.
- la contribution de $\tilde{\tilde{f}}(g)$ a également pour effet de faire disparaitre certains pics secondaires positifs existant dans $\tilde{\check{f}}(g)$ (ceci est particulièrement net pour l'échantillon Ca 459) ; $\tilde{\tilde{f}}(g)$ fait donc disparaitre ces pics parfois dénommés fantômes / 8,22 /.
- pour $\tilde{\check{f}}(g)$ les zones négatives sont d'autant plus importantes que la texture est plus marquée (comparer par exemple les figures 4.4a), 4.5a) et 4.6a) et 4.7a)).

Le tableau 4.II qui rassemble les valeurs maximales et minimales pour $\tilde{f}(g)$, $\underset{\sim}{\tilde{f}}(g)$ et $f(g)$ dans les quatre cas fournit une indication plus quantitative quant à la contribution de la partie impaire à la fonction de texture totale. En termes de valeurs maximales la contribution de $\underset{\sim}{\tilde{f}}(g)$ rapportée à celle de $\tilde{f}(g)$ varie donc de 16% à 36% la valeur la plus forte concernant l'échantillon Ca 459 qui a la texture la plus marquée.

Ces résultats montrent à notre sens que la contribution de la partie impaire $\underset{\sim}{\tilde{f}}(g)$ ne peut être négligée dès lors qu'il s'agit d'effectuer une analyse quantitative de texture et qu'il convient donc de développer toutes les techniques qui permettent d'évaluer cette contribution.

Le développement par Matthies d'une nouvelle méthode dénommée WIMV /21/, qui permet sous certaines hypothèses de déterminer une fonction de texture comportant une partie impaire, s'inscrit tout à fait dans cette perspective.

Echantillon	$\hat{f}(g)$ max	$\hat{f}(g)$ min	$\tilde{\hat{f}}(g)$ max	$\tilde{\hat{f}}(g)$ min	f(g) max	f(g) min	$\tilde{\hat{f}}(g)$ max / $\hat{f}(g)$ max
Ca Prato	5.55	-0.46	1.51	-1.09	7.06	0.00	0.27
Ca 172	9.26	-0.54	1.50	-1.18	10.23	0.00	0.16
Ca 459	9.76	-1.73	3.53	-2.56	13.29	0.00	0.36
Ca 477	5.23	-0.50	1.09	-1.15	6.30	0.00	0.21

Tableau 4.II : Valeurs extrémales pour les fonctions $\hat{f}(g)$, $\tilde{\hat{f}}(g)$ et f(g) calculées pour les 4 échantillons de calcite.

5) Figures de pôles inverses

La partie paire $\tilde{f}(g)$ d'une fonction de texture permet de calculer toute figure de pôles directe $P_{hi}(y)$ ou figure de pôles inverse $\tilde{R}_y(h)$ désirée. La notation ~ utilisée ci-dessus indique que ces figures de pôles (directes ou inverses) sont celles qui pourraient être mesurées expérimentalement et qui donnent la fraction volumique de cristallites dont une direction microscopique h coïncide avec une direction d'échantillon y, h ou y étant fixées suivant le type de figure de pôles.

La connaissance de la fonction de texture totale, f(g), permet, elle, d'accéder à des figures de pôles "théoriques" ou totales (non mesurables en diffraction normale) $P_{hi}(y)$ ou $R_y(h)$, qui décrivent cette fois la fraction volumique de cristallites pour lesquels un vecteur microscopique $\vec{h}$ coïncide avec un vecteur d'échantillon $\vec{y}$.

Comme les problèmes de déformation et de symétrie de déformation dans la calcite ont souvent été discutés à partir de figures de pôles inverses nous nous proposons de déterminer les figures de pôles inverses correspondant aux fonctions de texture totales précédemment calculées afin d'examiner les informations qu'elles sont susceptibles de livrer.

5.1 Relations générales

Une telle fonction $R_y(h)$ peut se développer sur la base des fonctions harmoniques simples symétrisées, $\dot{k}_l^\mu(h)$:

$$R_y(h) = \sum_{l=0(1)}^{l=l_{max}} \sum_{\mu=1}^{\mu=M(l)} H_l^\mu(y)\ \dot{k}_l^\mu(h) \qquad (4.15)$$

Les coefficients $H_l^\mu(y)$ de ce développement se déduisent des coefficients $C_l^{\mu n}$ de la fonction de texture totale f(g) par la relation :

$$H_l^\mu(y) = \frac{4\pi}{2l+1} \sum_{n=-l}^{n=l} (-1)^{l+n}\ C_l^{\mu n}\ k_l^n(y) \qquad (4.16)$$

où $k_l^n(\vec{y})$ sont les fonctions harmoniques simples non symétrisées.

De manière analogue à ce qui a été fait pour la fonction de texture

totale f(g) on peut également décomposer la fonction densité de pôles inverse totale, $R_y(h)$, en une partie $\tilde{R}_y(h)$ qui ne contient que des termes d'indices l pairs et une partie $\tilde{\tilde{R}}_y(h)$ qui ne contient que ceux d'indices l impairs soit :

$$R_y(h) = \tilde{R}_y(h) + \tilde{\tilde{R}}_y(h) \qquad (4.17)$$

Les propriétés des fonctions harmoniques simples permettent aisément de démontrer que :

$$\tilde{R}_y(h) = \frac{1}{2}\left(R_y(h) + R_y(-h)\right) = \frac{1}{2}\left(R_y(h) + R_{-y}(h)\right) =$$

$$\tilde{R}_y(-h) \qquad (4.18)$$

La fonction densité de pôles inverse accessible à la mesure $\tilde{R}_y(h)$ est donc bien la superposition de deux fonctions "théoriques" qui décrivent les coïncidences des vecteurs $\vec{y}$ et $-\vec{y}$ avec un vecteur $\vec{h}$.

De manière analogue, on peut déduire pour $\tilde{\tilde{R}}_y(h)$ l'expression :

$$\tilde{\tilde{R}}_y(h) = \frac{1}{2}\left(R_y(h) - R_y(-h)\right) = \frac{1}{2}\left(R_y(h) - R_{-y}(h)\right) = -\tilde{\tilde{R}}_y(-h)$$

(4.19)

La figure 4.8 montre un exemple de telles fonctions. Nous avons supposé ici qu'une fonction de texture totale f(g) était constituée d'une seule gaussienne de paramètre $\phi_o = 10°$ centrée au point $\{\varphi_1 = 10°, \phi = 20°, \varphi_2 = 40°\}$ La formule (4.16) permet de calculer, à partir des coefficients $C_l^{\mu n}$ correspondant à cette fonction de texture totale, les coefficients des développements de $R_y(h)$, $\tilde{R}_y(h)$ et $\tilde{\tilde{R}}_y(h)$. Les résultats présentés à la figure 4.8 ont été calculés pour $\vec{y} = \{\beta = 71°, \phi = 50°\}$ (β et ϕ sont les coordonnées polaires définissant $\vec{y}$ dans le repère d'échantillon).

Pour la gaussienne choisie et le vecteur $\vec{y}$ fixé, la fonction $R_y(h)$ doit présenter un maximum pour $\vec{h} = \{\beta = 15.6°, \phi = 67.8°\}$ ce qui est bien le cas. On peut remarquer d'autre part que les fonctions $R_y(h)$ et $\tilde{\tilde{R}}_y(h)$ sont respectivement symétrique et anti-symétrique lorsqu'on utilise le triangle standard complet qui est un secteur de cercle de 120°.

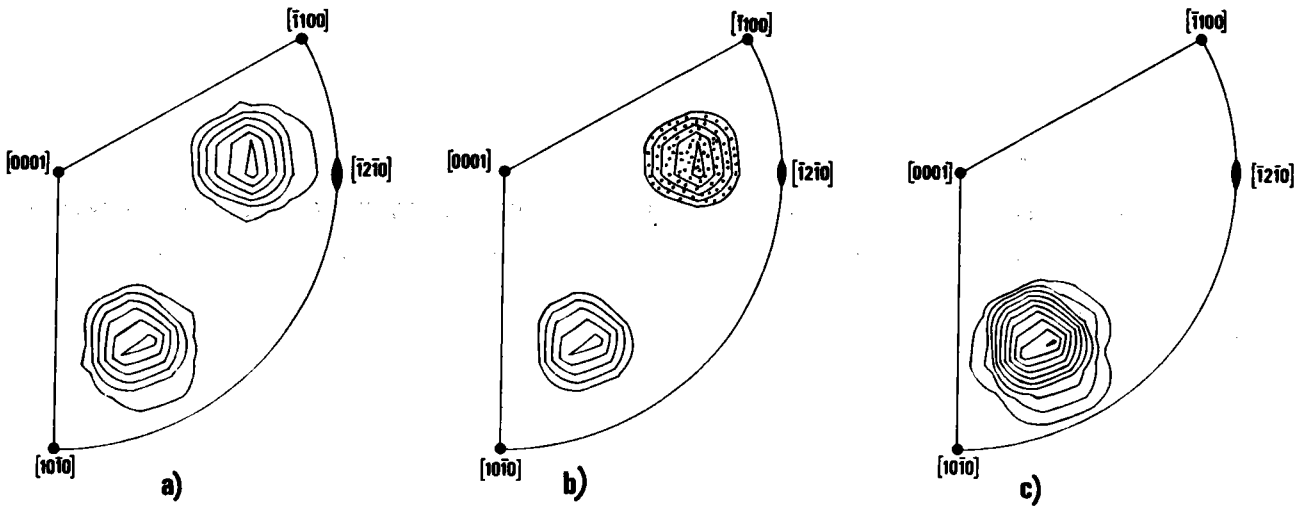


Fig. 4.8. :Figure de pôles inverse pour une fonction de texture comportant une orientation avec dispersion

a) $\tilde{R}_y(h)$; niveaux : 1.0,2.0,3.2,4.6,6.2,8.0

b) $\tilde{\tilde{R}}_y(h)$; niveaux : -8.0,-6.2,-4.6,-3.2,-2.0(grisé),2.0,3.2,4.6, 6.2,8.0

c) $R_y(h)$; niveaux : 1.0,2.0,3.2,4.6,6.2,8.0,10.0,12.2,14.6,17.2

En effet ce triangle standard, délimité à partir des seules symétries rotationnelles existant dans un cristal rhomboédrique (donc celles qui interviennentpour f(g)) est constitué de deux secteurs de 60° contigus qui se déduisent l'un de l'autre par le centre d'inversion du cristal ($\vec{h}' = \{\beta + \frac{\pi}{3}, \phi\}$est équivalent à $-\vec{h}$ avec $\vec{h} = \{\beta, \phi\}$). Les figures 4.8a) et 4.8b) présentent donc bien les symétries indiquées par les relations (4.18) et (4.19).

5.2 Résultats

En utilisant les relations du paragraphe précédent les fonctions $\tilde{R}_y(h)$, $\tilde{\tilde{R}}_y(h)$ et $R_y(h)$ ont été calculées pour les quatre échantillons de calcite et pour $\vec{y} = \vec{Z}_A = \{\beta = 0, \phi = 0\}$ c'est-à-dire la normale à l'échantillon.

La figure 4.9 montre les résultats obtenus dans le cas de l'échantillon Ca 459 et la figure 4.10 présente les figures de pôles inverses totales $R_{Z_A}(h)$, toujours pour la direction normale $\vec{Z}_A$ du repère d'échantillon, correspondant aux trois autres échantillons étudiés. Le tableau 4.III rassemble les valeurs extrémales obtenues pour ces fonctions dans les quatre cas étudiés.

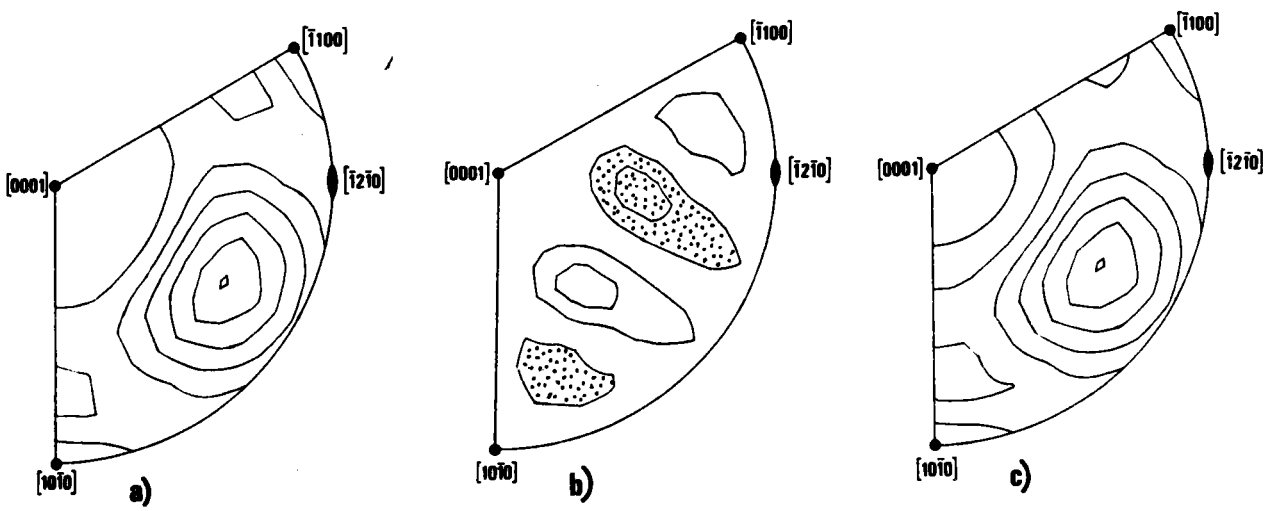


Fig. 4.9 : Figure de pôles inverse pour l'échantillon Ca 459 ($\vec{y}=\vec{Z}_A=\{0,0\}$

a) $\tilde{R}_{Z_A}(h)$; niveaux : 0.1,0.5,1.0,1.6,2.3,3.1,3.9

b) $\tilde{\tilde{R}}_{Z_A}(h)$; niveaux : -0.1, -0.05(grisé), 0.05,0.1

c) $R_{Z_A}(h)$ mêmes niveaux que a)

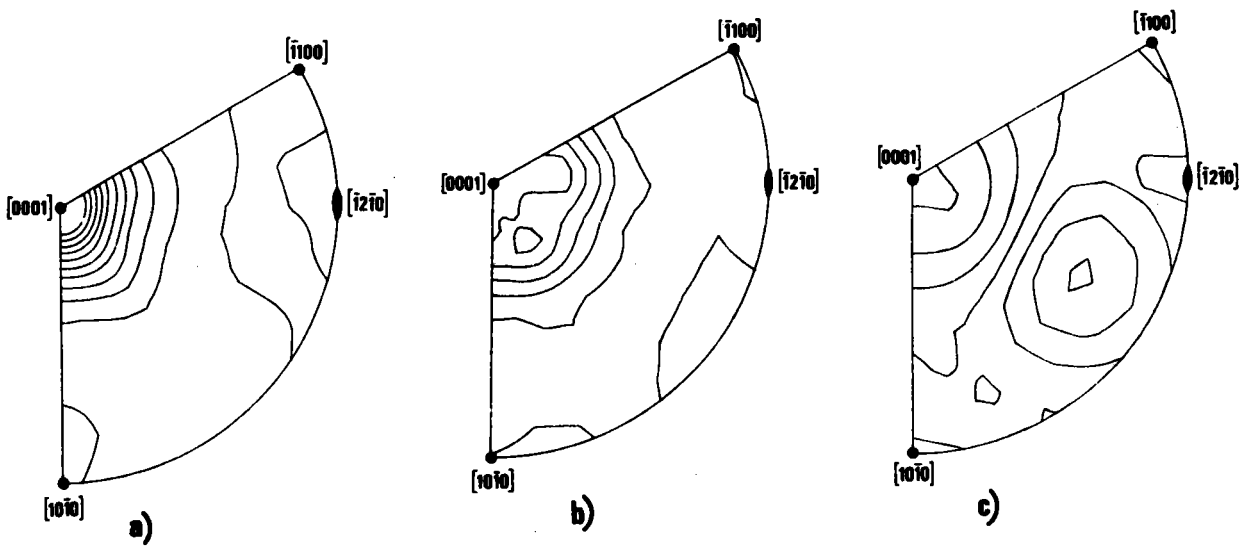


Fig. 4.10 : Figures de pôles inverses totales $R_{Z_A}(h)$ pour l'échantillon :

a) Ca172 ; niveaux : 0.2,0.8,1.4,2.0,2.6,3.2,3.8,4.4,5.0,5.6,6.2.

b) Ca Prato ; niveaux : 0.5,0.8,1.1, 1.4,1.7,2.0.

c) Ca 477 ; niveaux : 0.05,0.2,0.5,0.9,1.4,2.0,2.7.

ECHANTILLON	$\tilde{R}_{ZA}(h)_{max}$	$\tilde{R}_{ZA}(h)_{min}$	$\tilde{\tilde{R}}_{ZA}(h)_{max}$	$\tilde{\tilde{R}}_{ZA}(h)_{min}$	$R_{ZA}(h)_{max}$	$R_{ZA}(h)_{min}$	$\frac{\tilde{\tilde{R}}_{ZA}(h)_{max}}{\tilde{R}_{ZA}(h)_{max}}$
Ca Prato	2.08	0.46	0.07	- 0.07	2.13	0.44	0.034
Ca 172	6.48	0.17	0.29	- 0.29	6.51	0.14	0.045
Ca 459	4.00	0.00	0.13	- 0.13	4.00	0.00	0.033
Ca 477	2.86	0.04	0.07	- 0.07	2.86	0.04	0.024

Tableau 4.III : Valeurs extrémales de $\tilde{R}_{ZA}(h)$, $\tilde{\tilde{R}}_{ZA}(h)$ et $R_{ZA}(h)$ pour les 4 échantillons de calcite.

L'élément le plus marquant est le fait que, bien que les parties impaires $\tilde{\tilde{f}}(g)$ des quatre fonctions de texture soient importantes, la contribution $\tilde{\tilde{R}}_{ZA}(h)$ est dans tous ces cas pratiquement négligeable (de 2,4% à 4,5% en termes de valeurs maximales pour les rapports $\tilde{\tilde{R}}_{ZA}(h)$ max / $\tilde{R}_{ZA}(h)$ max) ce qui parait à priori contradictoire. Une telle situation, valeurs de $\tilde{\tilde{f}}(g)$ importantes et $\tilde{\tilde{R}}_y(h) \simeq 0$, n'est en fait possible que pour certains $\vec{y}$ particuliers pour lesquels on a la même distribution de vecteurs $\vec{h}$ et $-\vec{h}$ coïncidant avec $\vec{y}$. Nous avons en effet vérifié que, pour ces mêmes textures, les rapports $\tilde{\tilde{R}}_y(h)$ max / $\tilde{R}_y(h)$ max devenaient significatifs pour des $\vec{y}$ différents de $\vec{Z}_A$.

Ainsi, dans le cas de l'échantillon Ca 459, on obtient par exemple $\tilde{\tilde{R}}_y(h)$ max / $\tilde{R}_y(h)$ max = 52 % pour $\vec{y}=\{\beta = 30°, \phi = 40°\}$ (figure 4.11).

Ces résultats offrent un intérêt de deux points de vue.
Du point de vue théorique, tout d'abord, ils représentent un exemple de symétrie grise partielle. Bunge, Esling et Muller ont envisagé dans leur description de la symétrie d'échantillon par des groupes colorés un cas de symétrie dite grise où pour toute direction d'échantillon $\vec{y}$ on obtient une fonction centro symétrique, c'est-à-dire autant de $\vec{h}$ et de $-\vec{h}$ ce qui conduit à une fonction de texture dont la partie impaire est identiquement nulle /23, 24,25 /. Dans nos exemples ceci est approximativement réalisé mais seulement pour certains $\vec{y}$ particuliers (pour $\vec{y} = \vec{Z}_A$ dans les figures présentées jusqu'ici) ce qui explique les faibles valeurs de la partie impaire $\tilde{\tilde{R}}_{ZA}(h)$ et justifie l'appellation de symétrie grise partielle précédemment utilisée.

D'un point de vue plus pratique, ces figures de pôles inverses mettent en évidence certaines symétries de la distribution des orientations. Pour les échantillons Ca Prato et Ca 172 on a sensiblement la même distribution de vecteurs $[0001]$ et $[000\bar{1}]$ autour de la normale $\vec{Z}_A$. On constate donc qu'au cours de la formation de ces couches rocheuses les normales $[0001]$ tendent à s'orienter perpendiculairement au plan de foliation de manière symétrique par rapport à ce plan. Ceci implique qu'il existe au moins un axe binaire macroscopique orthogonal à $\vec{Z}_A$.

Pour l'échantillon Ca459 la figure 4.9 a montré que la partie impaire de la figure de pôles inverse pour $\vec{y} = \vec{Z}_A$ est approximativement nulle. Il en est de même pour $\vec{y} = \vec{X}_A$ et $\vec{y} = \vec{Y}_A$. Ceci implique, pour la symétrie d'échantillon, l'existence d'axes binaires orthogonaux à ces trois directions qui

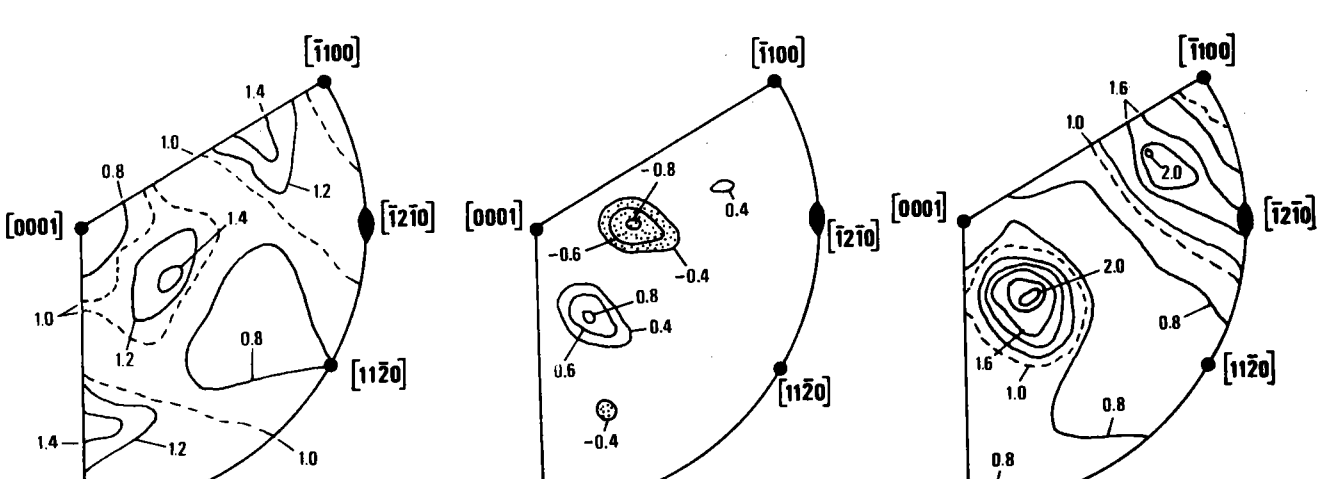


Fig. 4.11 : Figure de pôles inverse pour l'échantillon Ca 459 et pour : $y = \{30°, 40°\}$ a) $\tilde{R}_y(h)$ b) $\tilde{\tilde{R}}_y(h)$ c) $R_y(h)$

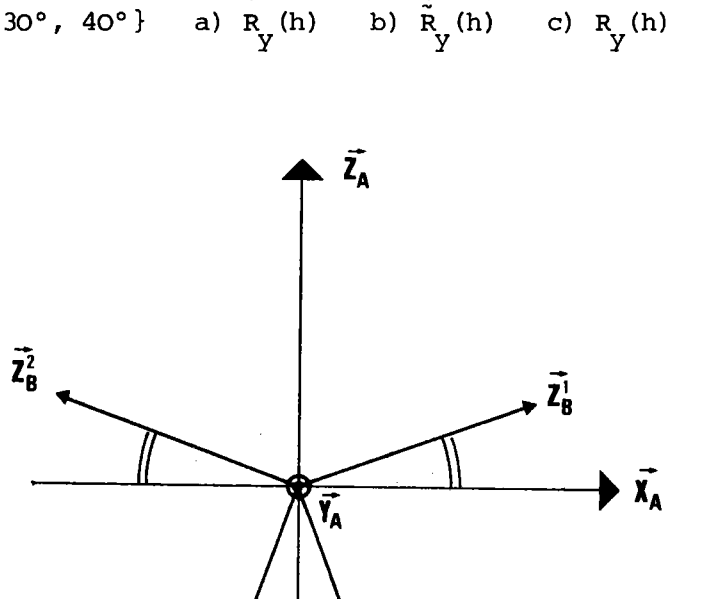


Fig. 4.12 : Position des deux orientations principales (X_B^1, Y_B^1 , Z_B^1) et (X_B^2, Y_B^2 , Z_B^2) par rapport au repère d'échantillon (X_A, Y_A, Z_A) pour l'échantillon Ca 459.

forment le repère d'échantillon. La figure 4.12 montre, pour les deux orientations principales qui constituent la texture de cet échantillon Ca 459, l'orientation du repère cristallin ($\vec{X}_B^i$, $\vec{Y}_B^i$, $\vec{Z}_B^i$) par rapport au repère d'échantillon ($\vec{X}_A$, $\vec{Y}_A$, $\vec{Z}_A$).

On voit immédiatement que la normale du repère d'échantillon $\vec{Z}_A$ est un axe binaire. Si on se souvient que la direction $\vec{Y}_B^i$ est un axe binaire du repère cristallin on montre aisément que les deux orientations peuvent également se déduire l'une de l'autre par rotation de 180° autour de $\vec{X}_A$.

Ceci est donc bien conforme aux conclusions tirées de l'absence de partie impaire significative dans les figures de pôles inverses mentionnées. Le cas de l'échantillon Ca 477, lui aussi déformé en extension, est tout à fait analogue.

Ces symétries d'échantillon assez particulières pour les échantillons déformés Ca 459 et Ca 477 sont dues à la superposition des axes de symétrie de la déformation appliquée avec les axes de symétrie macroscopique de la texture des échantillons avant déformation.
Alors que pour une déformation infinie la texture initiale n'a plus d'influence et qu'une extension conduit à une texture de fibre, la déformation en extension finie, considérée ici, ne conduit pas à une texture de fibre à cause de la symétrie de la texture initiale.

Nous verrons en outre au chapitre suivant que certains mécanismes particuliers peuvent avoir lieu au cours de telles déformations uniaxiales.

Bien entendu toute l'information sur les symétries est présente dans la fonction de texture totale et donc dans les représentations sous forme de sections des figures 4.4 à 4.7. Le recours aux figures de pôles directes ou inverses a simplement pour but de faciliter la reconnaissance de ces symétries qui est souvent difficile dans l'espace d'Euler.

6) Conclusion

Les textures présentées dans ce chapitre furent les premières textures, correspondant à des échantillons réels, pour lesquelles la partie paire et la partie impaire ont été déterminées. Il apparaît clairement que la contribution de la partie impaire est quantitativement significative. En particulier les pics principaux de $\tilde{f}(g)$ sont renforcés si l'on additionne la partie impaire $\tilde{\tilde{f}}(g)$, d'autant plus nettement que la texture est plus marquée. Ces constations sont confirmées par celles faites par d'autres auteurs. Les calculs de $\tilde{f}(g)$ et $\tilde{\tilde{f}}(g)$ effectués pour une fonction théorique / 1 / pour des échantillons de cuivre et de fer laminés /9,10 / (méthode du domaine zéro), pour des laitons / 7,11 / (fonction modélisée par des gaussiennes ou utilisation d'orientations individuelles) montrent tous ce renforcement des pics principaux dans la fonction de texture totale ainsi qu'en général la disparition de pics secondaires présents dans $\tilde{f}(g)$. Au vu de la seule partie paire $\tilde{f}(g)$, cette tendance générale permet donc d'avoir une idée de la fonction de texture totale f(g) sans toutefois pouvoir la déduire quantitativement de manière exacte compte tenu de la complexité de la structure des relations liant ces fonctions / 21,26/. Ces résultats indiquent également que les études de texture antérieures, effectuées à partir de mesures de figures de pôles, et qui n'aboutissaient donc qu'à la détermination de $\tilde{f}(g)$, ont conduit à "sous-évaluer" l'intensité des pics et la simplicité de la distribution des orientations dans l'espace d'Euler.

Il faut en particulier considérer avec beaucoup de réserve les tentatives d'interprétation physique faites à partir de pics secondaires de $\tilde{f}(g)$ qui, bien souvent, ne sont que des artefacts.

Lorsque la texture ne présente ni domaine zéro étendu, ni quelques composantes bien marquées, la seule voie possible pour une détermination quantitative de f(g) consiste donc à mesurer les orientations individuellement. Cette façon d'étudier les textures devrait à notre avis se développer dans l'avenir. Toutefois pour qu'elle supplante les traditionnelles mesures de figures de pôles il reste encore à découvrir les techniques permettant d'automatiser la mesure individuelle d'orientation et, si possible, la mesure correspondante du volume de chaque grain.

- REFERENCES : CHAPITRE IV -

/1/ MATTHIES,S. und POSPIECH,J., Phys. Stat. Sol. (b) 97,p. 547 (1980).

/2a/ BUNGE,H.J. and ESLING,C., J. Physique Lett. 40, p. L-627 (1979).

/2b/ BUNGE,H.J. et ESLING,C., C.R. Hebd. Séan. Acad. Sci., 289B, p.163 (1979).

/3/ MATTHIES,S., Kristall und Technik, 16, p.513, (1981).

/4/ WENK, H.R., WAGNER, F., ESLING, C. et BUNGE, H.J., Tectonophysics, 78, p.119, (1981).

/5/ WAGNER,F., WENK, H.R., ESLING,C. et BUNGE, H.J., Phys. Stat. Sol.(a), 67, p.269 (1981).

/6/ LÜCKE,K., POSPIECH,J., VIRNICH, K.H. et JURA,J., Acta met., 29, p. 167(1981).

/7/ LÜCKE,K., Proceedings of the 6th ICOTOM, éd. The Iron and Steel Institue of Japan, Vol. I, p.14 (1982).

/8/ POSPIECH,J., Institut de Métallurgie, Cracovie, Communication privée.

/9a/ ESLING,C., BECHLER-FERRY,E. and BUNGE,H.J., J. Physique Lett. 42, p.L-141 (1981).

/9b/ ESLING,C., BECHLER-FERRY,E. et BUNGE,H.J., C.R. Hebd. Séan. Acad. Sci., 292B, p.159 (1981).

/10/ BECHLER-FERRY,E., BUNGE,H.J. et ESLING,C., Proceedings of the 6th ICOTOM, éd. The Iron and Steel Institute of Japan, Vol.2, p.1359, (1982).

/11/ POSPIECH,J., TRUSZKOWSKI,W., JURA,J. et KROL,J., Proceedings of the 4th ICOTOM, éd. The Métals Society, p.23, (1976).

/12/ VIRNICH,K.H., POSPIECH,J., FLEMMER,A. et LÜCKE,K., Proceedings of 5th ICOTOM, Springer Verlag, Vol.I,p.129, (1978).

/13/ MATTHIES,S., Phys. Stat. Sol. (b), 112, p.705, (1982).

/14/ ESLING,C. et BUNGE,H.J., Proceedings of the 6th ICOTOM, The Iron and Steel Institute of Japan, Vol.2, p.1426, (1982).

/15/ TURNER,F.J., GRIGGS,D.T., CLARK,R.H. et DIXON,R., Geol.Soc.Amer.Bull., 67, p.1259 (1956).

/16/ WENK,H.R. et WILDE, Geophysical Monograph series, 16, p.83, (1972).

/17/ WENK,H.R. et SHORE,J., Contrib.Mineral.Petrol., 50, p.115, (1976).

/18/ VADON,A., Thèse d'Etat, Université de Metz, (1981).

/19a/ BUNGE,H.J., Mathematische Methoden der Texturanalyse (Akademie Verlag, Berlin) (1969).

/19b/ BUNGE,H.J., Texture Analysis in Materials Science - Mathematical Methods (Butterworth, London) (1983).

/20/ Quantitative Texture Analysis, éd. BUNGE,H.J. et ESLING,C., (D.G.M. Metallurgy Information, Oberürsel), (1982).

/21/ MATTHIES,S., "Aktuelle Probleme der quantitativen Texturanalyse", Publication interne du Zentral Institut für Kernforschung - Dresde, (R.D.A.) (1982).

/22/ MATTHIES,S., Kristall und Technik, 15, p.601 (1980).

/23/ BUNGE,H.J., ESLING,C. et MULLER,J., Acta Cryst., A37, p.889 (1981).

/24/ ESLING,C., Thèse de Doctorat d'Etat (Université de Metz), (1981).

/25/ BUNGE,H.J. et ESLING,C., Textures and Microstructures, 5, p.87 (1982).

/26/ MATTHIES,S. et WAGNER,F., Phys. Stat. Sol. (b), 107, p. 591 (1981).

CHAPITRE V

SIMULATIONS DE TEXTURES DE DEFORMATION POUR LA CALCITE A L'AIDE DU MODELE DE TAYLOR

1. - TEXTURE ET GEOLOGIE

2. - BUT DE L'ETUDE

3. - LE MODELE DE TAYLOR
   - 3.1. - Déformation par glissement
   - 3.2. - Prise en compte du maclage

4. - PROGRAMMES DE CALCUL ET DONNEES UTILISEES
   - 4.1. - Orientations initiales
   - 4.2. - Tenseur gradient de déplacement
   - 4.3. - Systèmes de glissement et de maclage
   - 4.4. - Programmes d'exploitation

5. - SIMULATIONS EN DEFORMATION PLANE - RESULTATS ET DISCUSSION
   - 5.1. - Déformation à basse température
   - 5.2. - Déformation aux températures intermédiaires
   - 5.3. - Déformation à haute température

6. - SIMULATIONS EN DEFORMATION UNIAXIALE - RESULTATS ET DISCUSSION

7. - CONCLUSION

1. - TEXTURE ET GEOLOGIE.

La détermination de la texture, nous l'avons déjà souligné à plusieurs reprises, n'est pas un but en soi mais l'un des moyens nécessaires à la compréhension du comportement des matériaux polycristallins. C'est sans doute dans le domaine de la déformation plastique des matériaux, et tout spécialement des métaux de réseau cubique, / 1,2 /, que la texture a été utilisée le plus fréquemment et le plus intensivement, ce qui est bien normal compte tenu des applications industrielles évidentes.

Mais l'étude de la déformation plastique n'est pas l'apanage du seul métallurgiste soucieux d'utiliser au mieux le métal disponible. Elle intéresse également le géologue cherchant à reconstituer l'histoire de notre globe pour mieux l'exploiter. Parmi les grandeurs physiques ou chimiques qu'il peut déterminer pour la roche "actuelle", la texture est sans conteste un paramètre important qui traduit au moins partiellement son histoire (la symétrie de la déformation, principalement dans sa phase finale, peut par exemple se manifester dans la texture). Il n'est donc pas surprenant que les géologues aient été parmi les premiers à mesurer des figures de pôles (ou "fabriques"). Plus récemment certains d'entre eux ont reconnu l'intérêt de caractériser la texture par une fonction tridimensionnelle, plutôt que par une ou deux figures de pôles. C'est ainsi que Baker / 3 /, Baker et Wenk / 4,5 /, Bunge et Wenk / 6 / ont été parmi les premiers à présenter des fonctions de texture pour des quartzites ou des carbonates. Si l'utilisation de la fonction de texture n'a pas suscité en géologie un intérêt comparable à celui rencontré en métallurgie c'est que la liaison recherchée entre l'observation actuelle et l'histoire de la roche reste particulièrement difficile à établir.

L'une des idées de la géologie structurale est de tenter de recréer, au laboratoire, les mécanismes naturels. En effet la compréhension des mécanismes mis en jeu au cours de la déformation ou de la recristallisation d'une roche, dans des conditions bien définies, doit permettre de se rapprocher sensiblement de l'objectif fixé, la reconstitution de l'histoire géologique de notre globe. Il s'agit donc en tout premier lieu d'établir des modèles susceptibles de décrire les phénomènes observés. Bien que se proposant de voyager dans le temps en sens opposés, le géologue et le métallurgiste sont donc confrontés à des problèmes identiques.

2. - BUT DE L'ETUDE.

La seule connaissance de la texture ne suffit évidemment pas à comprendre la déformation plastique d'une roche ou d'un métal. Un modèle de déformation adapté au polycristal est nécessaire. Le modèle proposé par Taylor / 7 /, et appliqué pour la première fois à la prévision de textures quantitatives par Bunge /8/, est l'une des réponses à cette nécessité.
Bien que ses limitations soient reconnues par ses utilisateurs eux-mêmes, ce modèle a permis le calcul de nombreuses textures dont la comparaison avec celles réellement observées s'est avérée très souvent concluante, notamment pour les métaux déformés à froid / 2 /.
G.Lister dans l'étude du quartz /9,10/ puis de la calcite / 11 /, H.Siemes dans l'étude de minéraux de structure cubique / 12 / ont à leur tour fait appel avec quelque succès au modèle de Taylor pour expliquer la déformation des roches. Ces travaux remarquables comportent toutefois quelques ombres :
i) contrairement aux métaux de réseau cubique, les matériaux de basse symétrie (métaux hexagonaux, roches rhomboédriques par exemple) ne se déforment pas seulement par glissement de dislocations. Le maclage mécanique est aussi un mode de déformation important. Or les calculs effectués ne prennent pas en compte de manière satisfaisante ce mode de déformation comme l'indique Lister lui-même / 11 /.
ii) dans ces études beaucoup de textures ont été calculées pour des déformations uniaxiales. Dans le cas de la calcite notamment elles ne permettent pas d'expliquer certaines textures réellement"observées" / 11 /.
iii) les simulations à l'aide du modèle de Taylor ont généralement été effectuées indépendamment des expériences de déformation réalisées en laboratoire. Dans l'espoir de retrouver certaines des textures "observées" les paramètres du modèle de Taylor (telles les contraintes critiques de cisaillement) parcourent un champ de valeurs considérable . Ceci représente des temps de calcul ordinateur très importants. Pour la simulation de textures de déformation de la calcite en mode uniaxial par exemple, Listerindique que le programme utilise près de trois heures de calcul sur un ordinateur CDC 6600 / 11 /.
Notre étude sur la simulation des textures de déformation de la calcite à l'aide du modèle de Taylor a pour but de mieux définir les possibilités et limites de ce modèle pour décrire la déformation des roches, en tentant de remédier aux inconvénients mentionnés précédemment.

Tout d'abord ces calculs ont été menés en parallèle avec des expériences de déformation effectuées à l'institut de Minéralogie et Pétrographie de l'Université de Kiel (R.F.A.) par les professeurs Kern et Wenk. On retrouve donc ici le schéma logique déjà utilisé au chapitre 3 : détermination de la texture initiale, modélisation de la "transformation" (ici la déformation) et confrontation des textures réelle et calculée. En second lieu, les premières comparaisons ont été effectuées pour des déformations planes ce qui rend extrêmement faible la probabilité d'avoir une prédiction satisfaisante sans que les paramètres utilisés dans le modèle soient corrects. Enfin, nous y reviendrons au paragraphe suivant, nous avons utilisé le modèle de Taylor dans une version susceptible de prendre en compte le maclage.
Quant au choix du minéral étudié, la calcite, il a été guidé par deux considérations : l'intérêt géologique de ce minéral qui constitue une bonne partie de l'écorce terrestre et la relativement bonne connaissance des mécanismes de déformation pour le monocristal, le second point étant bien entendu une conséquence du premier.

3. - LE MODELE DE TAYLOR

3.1- Déformation par glissement.

Sous le nom de modèle de Taylor nous entendons ce qui a parfois été dénommé modèle de Taylor-Bishop-Hill compte tenu de l'équivalence établie /13,14/ entre les conclusions auxquelles aboutissent Taylor / 7 / et Bishop et Hill /15,16/ à partir d'approches différentes mais en fait duales l'une de l'autre. Nous ne présenterons ici que quelques éléments essentiels de cette théorie qui, rappelons-le, ne s'applique qu'à la déformation plastique réalisée par glissements de dislocations à l'intérieur des grains et exclut donc de son champ d'application des déformations accomplies par d'autres mécanismes (glissements aux joints par exemple). Nous reviendrons ultérieurement sur la prise en compte du maclage.
Pour décrire la déformation considérons dans un matériau donné deux vecteurs $\vec{V}$ et $\vec{V}'$ avant et après une déformation infinitésimale.
Ils sont reliés par la relation :

$$\vec{V}' = (I + E)\,\vec{V} \qquad (5.1)$$

où I est le tenseur identité et $E=(de_{ij})$ est appelé tenseur gradient de déplacement. Pour la déformation plastique qui conserve le volume on a :

$$\sum_{i=1}^{i=3} de_{ii} = 0 \qquad (5.2)$$

La décomposition du tenseur E en une partie symétrique E^s et une partie antisymétrique E^a s'écrit :

$$E = E^s + E^a \qquad (5.3)$$

avec $E^s = \frac{1}{2}(E + E^t)$ (5.4)

et $E^a = \frac{1}{2}(E - E^t)$ (5.5)

où E^t désigne le transposé de E.

E^s et E^a sont respectivement appelés tenseur de déformation et tenseur de rotation.

Une déformation finie sera en fait considérée comme une succession de déformations infinitésimales soit, du point de vue pratique (pour la programmation notamment), comme une succession de K petites déformations.

Connaissant la déformation globale de l'échantillon, il s'agit de savoir quelle est la déformation de chaque grain du polycristal et comment sont distribuées les contraintes à l'intérieur de ce polycristal. La première hypothèse de Taylor consiste à considérer que chaque grain subit la même déformation que l'échantillon global. L'avantage de cette hypothèse, par rapport à celle de Sachs /17 / par exemple qui suppose que chaque grain est soumis à la contrainte appliquée, est que les déformations des grains sont compatibles (pas de "trous" dans le polycristal).

Comme le tenseur de déformation comporte cinq inconnues un grain ne pourra accomplir une déformation fixée que s'il possède au moins cinq systèmes de glissement indépendants. Ces systèmes de glissement seront considérés comme activés si la contrainte de cisaillement dans le plan de glissement et suivant la direction de glissement est égale à une valeur limite appelée contrainte critique de cisaillement.

Considérons un grain pour lequel le tenseur gradient de déplacement E est imposé. Dans le repère du cristal on peut écrire :

$$E = \Omega + \sum_{g=1}^{g=k} E_g \qquad (5.6)$$

E_g est le tenseur gradient de déplacement correspondant au $g^{ème}$ système de glissement (on suppose ici qu'il existe k systèmes de glissement) et Ω

est un tenseur de rotation additionnel nécessaire pour rendre compte du changement d'orientation du grain. Un élément du tenseur E_g, supposé associé à une déformation infinitésimale, s'écrit:

$$d\,e_{ij}^{g} = d_i^{g}\ n_j^{g}\ d\gamma^{g} \qquad (5.7)$$

où d_i^g et n_j^g sont respectivement des cosinus directeurs de la direction de glissement et de la normale au plan de glissement et $d\gamma^g$ est la quantité de glissement sur le système numéro g. En considérant la seule partie symétrique des tenseurs de l'équation (5.6) on obtient :

$$E^{s} = \sum_{g=1}^{g=k} E_g^{s} \qquad (5.8)$$

(Ω, tenseur antisymétrique, n'intervient donc pas ici).
soit en notant de_{ij} un élément de E :

$$\frac{1}{2}\,(de_{ij} + de_{ji}) = \frac{1}{2} \sum_{g=1}^{g=k} (n_i^g\, d_j^g + n_j^g\, d_i^g)\, d\gamma^g \qquad (5.9)$$

L'équation (5.6) limitée aux parties antisymétriques des tenseurs s'écrit :

$$E^{a} = \Omega + \sum_{g=1}^{g=k} E_g^{a} \qquad (5.10)$$

soit en notant $d\omega ij$ les éléments de Ω :

$$\frac{1}{2}\,(de_{ij} - de_{ji}) = d\omega_{ij} + \frac{1}{2} \sum_{g=1}^{g=k} (n_i^g\, d_j^g - n_j^g\, d_i^g)\, d\gamma^g \qquad (5.11)$$

Dans l'équation (5.9) il y a k inconnues qui sont les quantités de glissement $d\gamma^g$ pour les k systèmes de glissement considérés. Or on ne peut écrire que cinq équations du type (5.9) ce qui conduit à un système surdéterminé pour $k>5$. La seconde hypothèse de Taylor permet justement de surmonter cette difficulté ; parmi les combinaisons possibles de cinq $d\gamma^g$ satisfaisant aux équations (5.9) sera sélectionnée celle qui correspond au travail interne dissipé minimal soit :

$$dW = \sum_{g=1}^{g=k} |\tau_c^{\,g}\ d\gamma^{g}\ | = \text{Min} \qquad (5.12)$$

où $\tau_c^{\,g}$ désigne la contrainte critique de cisaillement sur le système de

glissement g. Lorsque les inconnues $d\gamma^g$ ont été déterminées à partir du système (5.9) et de cette hypothèse supplémentaire on peut les reporter dans le système (5.11). Les trois inconnues ω_{ij} peuvent alors être calculées et la nouvelle orientation du grain après une déformation infinitésimale est ainsi déterminée.

3.2 Prise en compte du maclage.

La figure 5.1a) schématise un grain dont une partie est maclée. La partie maclée a subi un cisaillement $\gamma_0 = tg\varphi$ et on appelle plan de maclage le plan de cisaillement et direction de maclage la direction du cisaillement telle que γ_0 soit positif. Il faut noter ici que ce cisaillement γ_0 n'est pas infinitésimal et prend une valeur fixée finie. On observe parfois que la partie

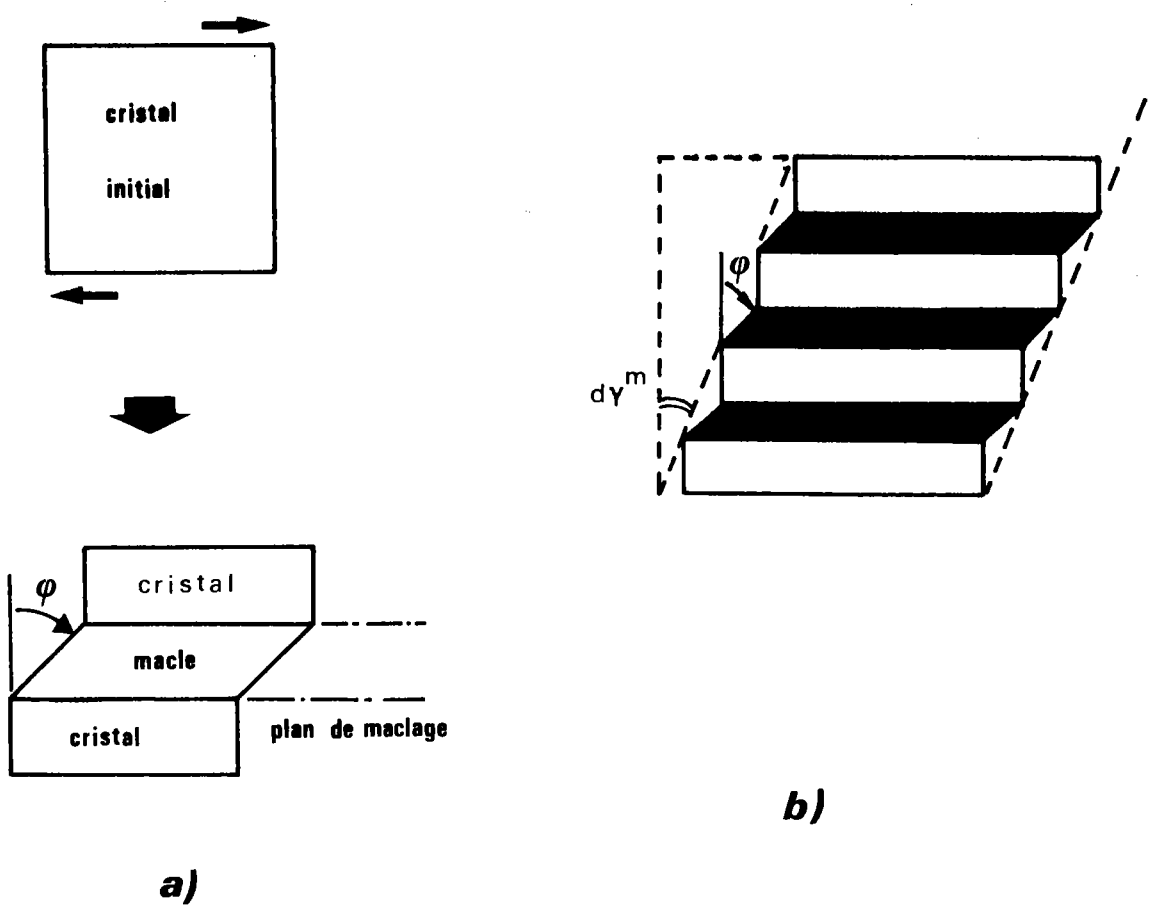


Figure 5.1 : Déformation par maclage. a) une seule zone maclée
b) déformation par micro-macles

maclée dans un grain est en fait constituée d'un ensemble de micro-macles. La figure 5.1b) illustre une telle situation ; le cisaillement $d\gamma^m$ est fonction de la fraction volumique df^m de la partie maclée :

$$d\gamma^m = \gamma_0 \, df^m \qquad (5.13)$$

avec, bien entendu, $0 \leq df^m \leq 1$.

Chin, Hosford et Mendorf ont proposé de traiter le maclage comme un pseudo glissement / 18 /. On constate en effet que dans le cas des micro-macles illustré à la figure 5.1b) le cisaillement est approximativement homogène à l'échelle du grain. La quantité $d\gamma^m$, définie en (5.13), pourra, au même titre que les $d\gamma^g$ pour les systèmes de glissement, être considérée comme une inconnue du problème (la formule(5.13) montre qu'en fait c'est df^m qui est l'inconnue, le cisaillement γ_0 étant une constante définie par la cristallographie du maclage).
La relation (5.6) du paragraphe précédent devient donc :

$$E = \Omega + \sum_{g=1}^{g=k} E_g + \sum_{m=1}^{m=p} E_m \qquad (5.14)$$

où l'on suppose l'existence de p systèmes de maclage, E_m représentant le tenseur gradient de déplacement associé au $m^{ème}$ d'entre eux.
Par analogie avec le glissement on considérera que le maclage intervient seulement si une contrainte critique de cisaillement τ_c est atteinte.
La décomposition de la relation (5.14) en parties symétriques et antisymétriques, de manière analogue à ce qui a été fait au paragraphe précédent, conduit à :

$$\frac{1}{2}(de_{ij} + de_{ji}) = \frac{1}{2}\{\sum_{g=1}^{g=k}(n_i^g d_j^g + n_j^g d_i^g)\, d\gamma^g + \sum_{m=1}^{m=p}(n_i^m d_j^m + n_j^m d_i^m)\, d\gamma^m\} \qquad (5.15)$$

et

$$\frac{1}{2}(de_{ij} - de_{ji}) = d\omega_{ij} + \frac{1}{2}\{\sum_{g=1}^{g=k}(n_i^g d_j^g - n_j^g d_i^g)\, d\gamma^g + \sum_{m=1}^{m=p}(n_i^m d_j^m - n_j^m d_i^m)\, d\gamma^m\} \qquad (5.16)$$

Le système d'équations (5.15) comporte à présent n=k+p inconnues (les $d\gamma^g$ et $d\gamma^m$) avec une spécificité pour les quantités $d\gamma^m$ qui sont obligatoirement positives.
Comme précédemment la solution sera obtenue par l'utilisation du critère de travail interne minimal.
Cette possibilité théorique pour prendre en compte le maclage se heurte toutefois à une difficulté pratique. La simulation est en effet effectuée par une succession de petites déformations appliquées à un nombre N de cristallites supposés représentatifs du polycristal et de sa texture initiale. Si un grain se déforme par maclage il convient en principe, pour la suite du calcul, de prendre en considération ses deux fractions : la partie maclée et la partie non maclée avec leurs orientations et volumes respectifs.
Ceci amène, après seulement quelques pas de déformation, à traiter un nombre N' de cristallites extrêmement grand et conduit très rapidement à "saturer" un ordinateur même puissant. Pour résoudre cette difficulté pratique P. Van Houtte a proposé une technique de choix aléatoire / 19 /. Chaque fois que se présente une situation où un grain se macle on choisit de manière aléatoire de conserver, pour la suite du calcul, ou l'orientation de la partie maclée, ou celle de la partie non maclée. La probabilité accordée à chacune des deux possibilités est proportionnelle à la fraction volumique correspondante. L'avantage évident est que le calcul porte constamment sur un nombre N de cristallites fixé au départ. Le résultat par contre ne peut avoir de valeur que d'un point de vue statistique c'est à dire lorsque ce nombre N est suffisamment grand.
L'assimilation du maclage à un pseudo-glissement et l'utilisation de cette technique numérique permettent donc en définitive d'inclure ce mode de déformation dans le modèle de Taylor.

4. - PROGRAMMES DE CALCUL ET DONNEES UTILISEES.

Le programme utilisé, basé sur une technique de programmation linéaire, nous a été fourni par P. Van Houtte qui l'a progressivement étendu pour pouvoir traiter, outre le cas des matériaux de réseau cubique, celui des métaux à réseau hexagonal en incluant également la possibilité de déformation par maclage /20,19/. Il nous a suffit de modifier les éléments relatifs à la symétrie cristalline puisque la calcite a un réseau rhomboédrique. Pour les simulations que nous avons effectuées les données suivantes ont été utilisées.

4.1.- Orientations initiales

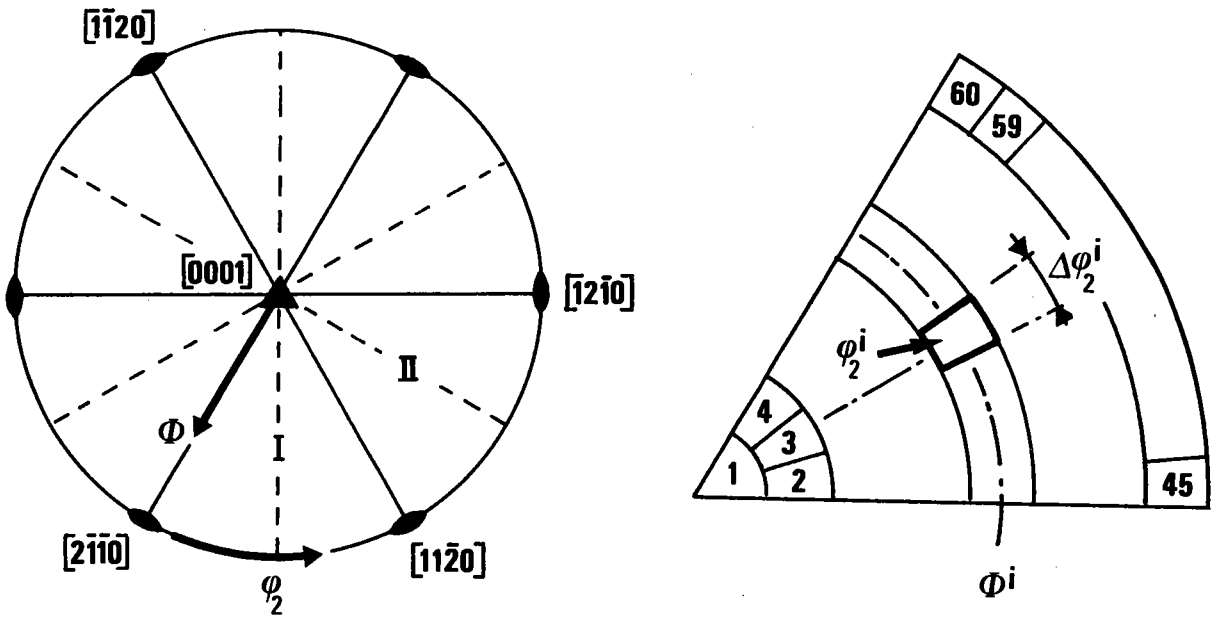
La texture initiale utilisée dans nos simulations est la texture isotrope, les expériences de déformation réalisées à Kiel pour comparaison portant sur des calcites sans orientations préférentielles au départ. Un ensemble de N orientations régulièrement disposées dans l'espace d'Euler doit donc être défini. Pour cela il est suffisant de se limiter au domaine fondamental qui est représenté, en termes de figure de pôles inverse /21 /, par les secteurs I et II de la figure 5.2a). En effet ce domaine fondamental peut être défini (cf chapitre II, § 3.1) par :

$0 \leq \varphi_2 \leq 2\pi/3$ (en raison de l'axe ternaire)

$0 \leq \phi \leq \pi/2$ (en raison de l'axe binaire)

$0 \leq \varphi_1 \leq 2\pi$

La symétrie éventuelle du tenseur gradient de déplacement imposé induit une symétrie d'échantillon pour la texture générée après déformation et permet donc de restreindre encore le domaine fondamental / 21 /.
Ainsi, pour un tenseur correspondant à une déformation plane, le domaine fondamental se réduit au secteur I de la figure 5.2a) avec $0 \leq \varphi_1 \leq \pi$ (symétrie d'échantillon orthorhombique). Dans le cas d'une déformation uniaxiale suivant la direction Z_B du repère d'échantillon le domaine fondamental se réduit au secteur I, l'angle φ_1 ayant une valeur unique arbitraire (la symétrie d'échantillon est une symétrie de fibre) /21 /.
Pour obtenir l'ensemble des N orientations initiales correspondant à la texture isotrope nous avons divisé le secteur I en Nc = 60 cases d'aires égales



a) b)

Figure 5.2 : Répartition des orientations initiales. a) domaine fondamental. b) découpage du secteur I en cases d'aires égales.

(figure 5.2b)). Les N triplets $\{\varphi_1^i, \phi^i, \varphi_2^i\}$ définissant ces N orientations sont constitués à partir des couples (ϕ^i, φ_2^i) centrés sur ces cases et de valeurs de φ_1 régulièrement espacées de $\Delta\varphi_1$.
Ainsi, pour la déformation plane, avec N_c=60 et $\Delta\varphi_1$= 7.5°, ce sont N = 60x24 =1440 orientations qui sont utilisées à chaque étape de la simulation.
Pour la déformation uniaxiale les 60 orientations $\{\varphi_1$=0$, \phi^i, \varphi_2^i\}$ sont répétées six fois de sorte que le nombre d'orientations N=360 soit suffisant pour la prise en compte "statistique" du maclage (cf paragraphe 3.2).

Pour une texture isotrope ces N orientations sont bien sûr affectées du même poids.

4.2. - Tenseur gradient de déplacement.

Une déformation macroscopique finie est réalisée au cours d'une simulation en fixant comme données, d'une part un tenseur gradient de déplacement petit, E^e (dans le repère de l'échantillon), et d'autre part le nombre p de pas de calculs où ce tenseur est "appliqué". Ainsi nous avons utilisé les tenseurs E_1^e et E_2^e pour, respectivement, la déformation plane et la compression uniaxiale.

$$E_1^e = \begin{pmatrix} 0.05 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -0.05 \end{pmatrix} \quad E_2^e = \begin{pmatrix} 0.025 & 0 & 0 \\ 0 & 0.025 & 0 \\ 0 & 0 & -0.05 \end{pmatrix}$$

Si $\begin{pmatrix} L_o \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}$, $\begin{pmatrix} 0 \\ l_o \\ 0 \end{pmatrix}$, et $\begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ h_o \end{pmatrix}$ sont trois vecteurs liés au matériau initial, l'utilisation de ces tenseurs conduit après p = 10 pas à :

- en déformation plane $\dfrac{\Delta h}{h_o} = \dfrac{h_o - h}{h_o} = 1 - (1 - 0.05)^{10} \simeq 40\%$

$$\frac{\Delta L}{L_o} = \frac{L - L_o}{L_o} = (1 + 0.05)^{10} - 1 \simeq 63\%$$

- en compression uniaxiale $\dfrac{\Delta S}{S_o} = \dfrac{Ll - L_o l_o}{L_o l_o} = (1 + 0.025)^{20} - 1 \simeq 64\%$

$$\frac{\Delta h}{h_o} = \frac{h_o - h}{h_o} = 1 - (1 - 0.05)^{10} \simeq 40\%$$

4.3. - Systèmes de glissement et de maclage

Nous avons utilisé les principaux systèmes de glissement et de maclage mentionnés dans la littérature pour la calcite. Le tableau 5.I donne la liste

de ces systèmes et les contraintes critiques de cisaillement correspondantes déterminées pour des monocristaux à 400°C et 600°C.

Système de glissement	Nombre de systèmes cristallographiquement équivalents	Symbole	Contraintes critiques de cisaillement(MPa) pour des monocristaux		Référence
			à 400°C	à 600°C	
$\{10\bar{1}4\}\ \langle 20\bar{2}1\rangle$	3	r^+	40	20	Spiers et Wenk (1980)
$\{10\bar{1}4\}\ \langle \bar{2}02\bar{1}\rangle$	3	r^-	25	10	Heard et al. (1965) /24/
$\{\bar{1}012\}\ \langle \bar{2}201\rangle$ $\{\bar{1}012\}\ \langle 0\bar{2}21\rangle$	6	f^+	70	20	Spiers et Wenk (1980) /25/
$\{\bar{1}012\}\ \langle \bar{2}20\bar{1}\rangle$ $\{\bar{1}012\}\ \langle 0\bar{2}2\bar{1}\rangle$	6	f^-	40	10	Heard et al. (1965)
Maclage $\{10\bar{1}8\}\ \langle 40\bar{4}1\rangle$	3	e^+	10	10	Heard et al. (1965)

Tableau 5.I : Contraintes critiques de cisaillement pour les différents systèmes de glissement et de maclage de la calcite.

Pour le maclage sur le système e^+ la valeur du cisaillement γ_0 est celle calculée à partir de considérations cristallographiques soit $\gamma_0 = 0.694$ / 22 /). C'est donc parmi ces 21 systèmes de glissement et de maclage que seront recherchés, pour chaque orientation et chaque pas de déformation, les cinq systèmes correspondant au travail interne minimal.

Avec le programme utilisé il est possible d'attribuer à des glissements de sens opposés, sur un même plan de glissement, des contraintes critiques de cisaillement différentes, cas qui se présente pour les données à 400°C pour les systèmes r et f.

Il faut également remarquer que les valeurs des contraintes critiques de cisaillement sont généralement déterminées de manière très approximative , notamment pour le maclage où cette notion de contrainte critique de cisaillement est quelque peu artificielle. Toutefois, lorsqu'il s'agit uniquement, à partir de simulations, de déterminer les textures de déformation, seules les valeurs

relatives ($\tau_{c\,r^+}/\tau_{c\,e^+}$, τ_{cf^+}/τ_{ce^+}, etc...) interviennent.
En tout état de cause les valeurs reportées au tableau 5.1 sont à considérer davantage comme des données initiales susceptibles d'être quelque peu modifiées au cours des essais que comme des données intangibles du problème.

4.4. - Programmes d'"exploitation".

L'un des résultats fourni par une simulation est la texture après déformation qui est donc décrite par la donnée de N orientations avec leurs poids respectifs. Pour obtenir les coefficients $C_l^{\mu n}$ du développement de la fonction de texture, le traitement de ces données est celui déjà décrit au paragraphe 3.1 du chapitre précédent, chaque orientation idéale étant "restituée" par une gaussienne de paramètre ϕ_0. Après chaque simulation nous avons donc calculé les coefficients $C_l^{\mu n}$ correspondants en nous limitant ici aussi à lmax=22 et en utilisant un paramètre ϕ_0 égal à 10°. On peut remarquer que la fonction de texture ainsi déterminée est une fonction de texture totale. Si sa partie paire $\tilde{f}(g)$ est en bon accord avec celle obtenue pour un échantillon réel ayant subi une déformation correspondante, on peut raisonnablement supposer que la partie impaire $\tilde{\tilde{f}}(g)$ de la texture simulée correspond à la partie non déterminable de la fonction de texture réelle.
Bien que ce ne soit pas leur objectif principal, les simulations peuvent donc, dans certains cas, être utilisées pour obtenir des informations sur la partie non déterminable de la fonction de texture.
Dans ce travail nous avons essentiellement utilisé les coefficients $C_l^{\mu n}$, obtenus pour la fonction de texture après simulation, pour calculer des figures de pôles directes ou inverses en utilisant les programmes déjà présentés au chapitre II. Ce sont ces figures de pôles qui seront comparées avec celles des calcites déformées.

5. - SIMULATIONS EN DEFORMATION PLANE - RESULTATS ET DISCUSSION

Nous utiliserons ci-après, de manière quelque peu arbitraire, les appelations basse température, température intermédiaire et haute température pour distinguer trois catégories d'expériences de déformation correspondant à des conditions de température différentes.

5.1. - Déformation à basse température.

Les figures 5.3 d) e) et f) présentent trois figures de pôles calculées après simulation d'une déformation plane (de l'ordre de 25%, soit 5 pas de calcul) en utilisant les contraintes critiques de cisaillement indiquées au tableau 5.I pour 400°C. Les figures 5.3 a), b) et c) sont les figures de pôles expérimentales correspondant à un échantillon ayant subi une déformation plane d'environ 25% à 200°C. (Nous donnerons ultérieurement la justification de ces comparaisons pour des conditions de température différentes). Le matériau utilisé est un calcaire à grains fins (10-30µm) provenant de Courrendlin (Jura suisse) qui présente une texture initiale quasiment isotrope. Les expériences de déformation sont réalisées à l'aide d'une machine de déformation triaxiale à six pistons, conçue par Kern / 23 /, pour des échantillons cylindriques d'environ 30 mm de haut et 20 mm de diamètre.
L'accord entre les deux ensembles de figures de pôles apparaît satisfaisant puisqu'elles présentent les mêmes caractéristiques générales. Comme c'est souvent le cas dans ce type de comparaisons, la simulation conduit, du point de vue quantitatif , à des maxima un peu plus marqués / 2 /. L'accord qualitatif indique cependant que la description théorique utilisée (déformation intracristalline par plusieurs systèmes de glissement et maclage) correspond effectivement à la réalité.
De nombreuses observations ont montré qu'à basse température le maclage est un mode de déformation très important/26,27/. Ceci est pris en compte dans la simulation puisque la contrainte critique de cisaillement attribuée aux systèmes de maclage est la plus faible dans la liste donnée au tableau 5.I pour 400°C. Ainsi, après un pas de déformation dans la simulation, la partie maclée correspond à 18% du volume total. Pour le modèle utilisé et les données du problème (texture initiale isotrope, trois systèmes de maclage possibles) ceci apparaît d'ailleurs comme un "cas limite". En effet une simulation analogue,mais dans laquelle le maclage est encore plus favorisé (rapport de 1 à 100 pour les contraintes critiques de cisaillement attribuées respectivement aux systèmes de maclage et de glissement),conduit à des figures de pôles similaires à celles des figures 5.3 d)-f).
Malgré les hypothèses nécessaires pour inclure le maclage dans le modèle de Taylor, ce dernier semble donc décrire correctement la déformation de la cal-

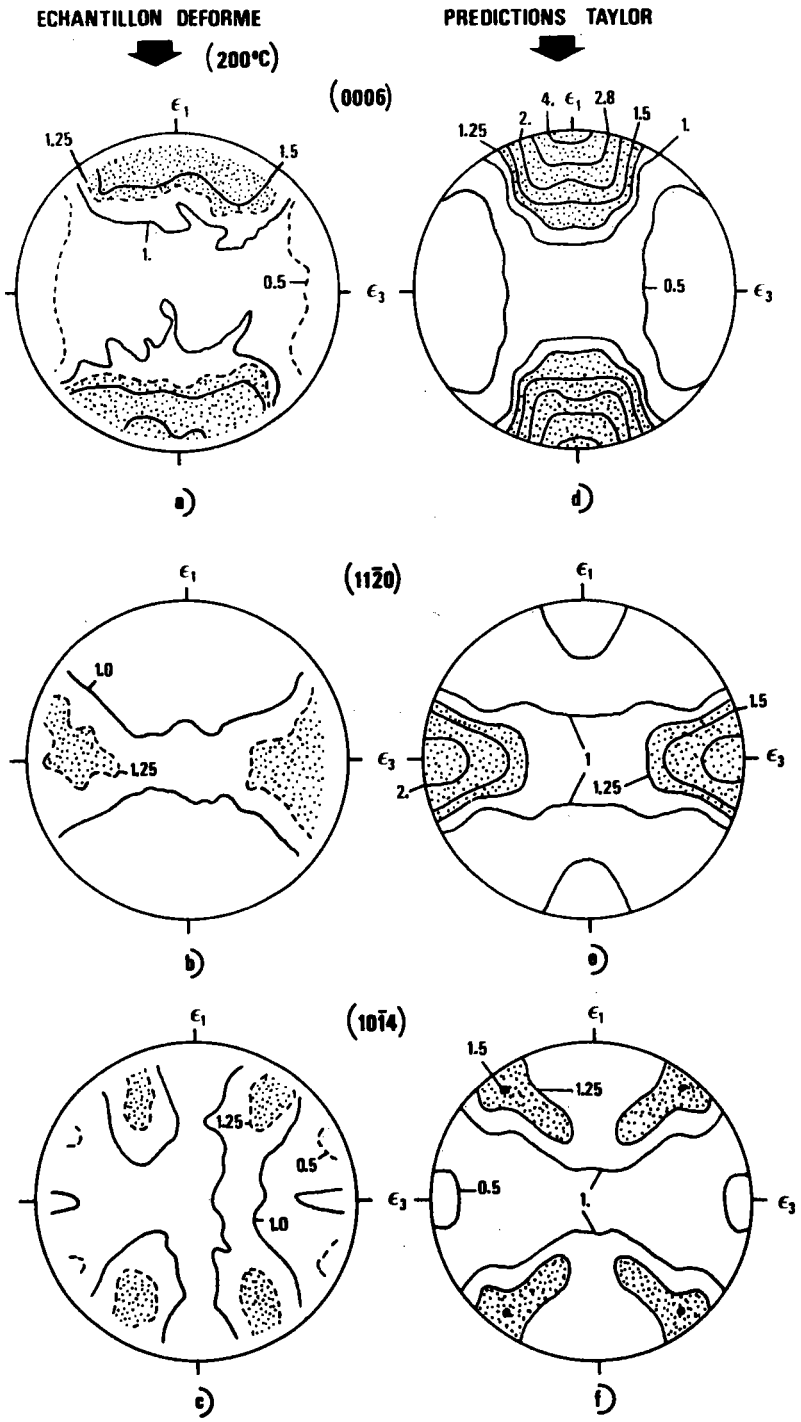


Figure 5.3 : Figures de pôles pour l'échantillon déformé à 200°C a), b) et c) et figures de pôles calculées par le modèle de Taylor (données 400°C) d), e) et f).

cite à basse température où le maclage est, justement, un mode de déformation important /28/.

5.2. - Déformation aux températures intermédiaires.

Lorsqu'on introduit, dans une simulation, les contraintes critiques de cisaillement correspondant à 600°C (cf tableau 5.I) les figures de pôles calculées ne sont pas en accord avec celles obtenues pour le matériau déformé. Il nous est apparu que les différences observées étaient dues au fait que ces valeurs de contraintes critiques de cisaillement favorisent trop, dans la simulation, la déformation par maclage. Les figures 5.4 d), e) et f) montrent trois figures de pôles calculées à partir d'une simulation où les contraintes critiques de cisaillement sont celles correspondant à 600°C sauf pour les systèmes de maclage où ces valeurs ont été multipliées par 3. On peut constater, ici aussi, un accord satisfaisant avec les figures de pôles expérimentales qui correspondent à un échantillon de calcite déformé à 300°C (déformation plane de l'ordre de 32% pour l'expérience comme pour la simulation).

Nous avons jusqu'à présent comparé des figures de pôles sans nous soucier des conditions de température correspondant, d'une part, aux données utilisées pour les simulations et, d'autre part, aux expériences de déformation ; nous voudrions à présent reprendre cet aspect de la comparaison. Les données du tableau 5.I pour les contraintes critiques de cisaillement montrent que le rôle du maclage diminue avec la température.

Les comparaisons effectuées mettent en évidence deux éléments :

- la texture de déformation à 200°c est en accord avec les résultats de la simulation utilisant les données à 400°C (pour les contraintes critiques de cisaillement)
- la texture de déformation à 300°C est obtenue à partir d'une simulation où le maclage est pénalisé par rapport aux données à 600°C.

Lorsqu'on applique les données du monocristal à la déformation du polycristal tout se passe comme s'il y avait une "translation" vers les basses températures. Bien entendu, l'incertitude sur ces données, que nous avons déjà évoquée, est un élément d'explication. Mais il a été démontré d'autre part, par des observation optiques, que le maclage est beaucoup plus important pour des

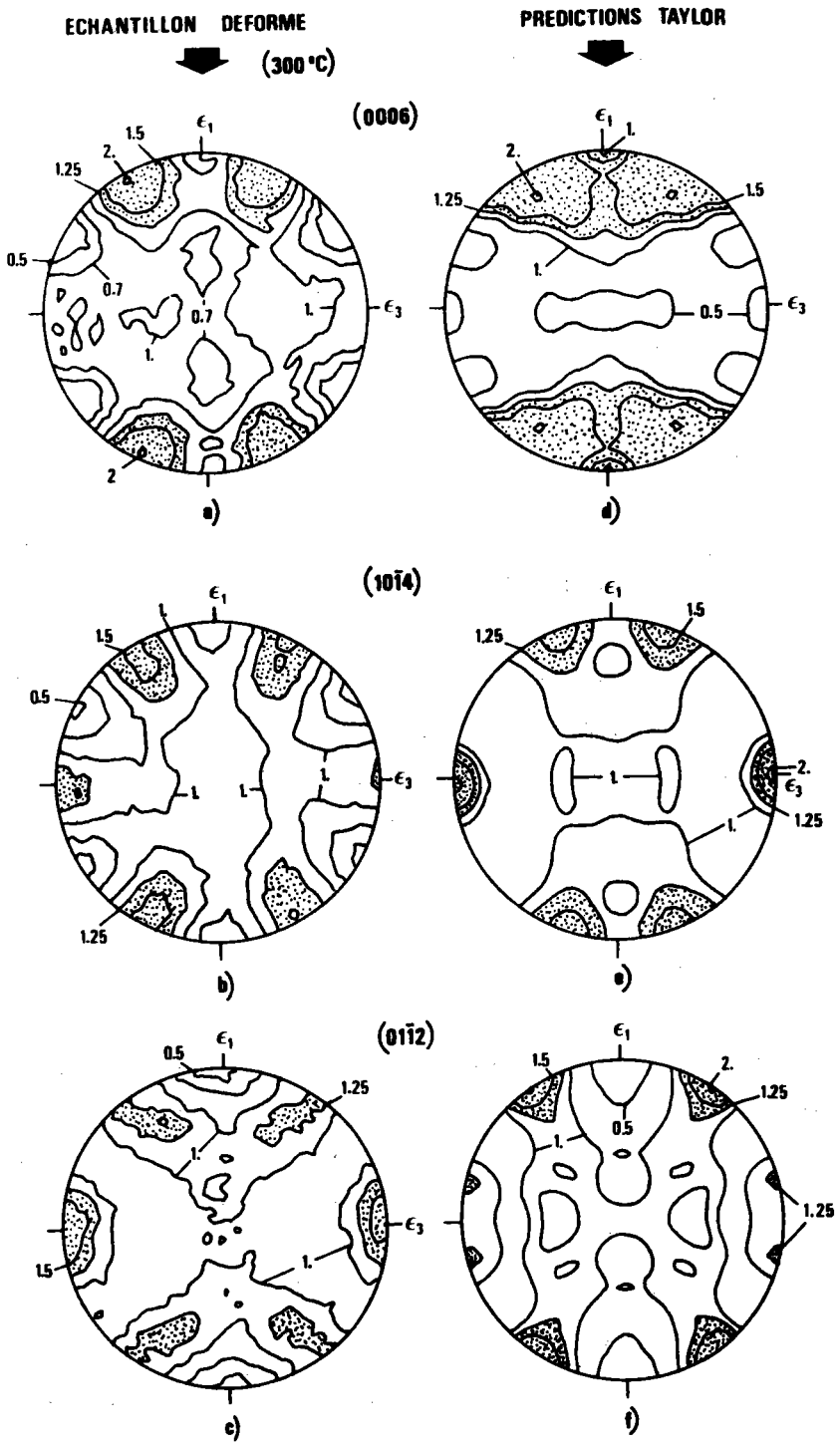


Figure 5.4 : Figures de pôles mesurées pour l'échantillon déformé à 300°C a), b) et c) et figures de pôles calculées (données 600°C, maclage X 3) d), e) et f).

marbres à gros grains que pour des calcaires à grains fins /23/ , les joints de grains formant obstacle à la propagation des macles.
Or les expériences de déformation ont justement été effectuées sur des calcaires à grains fins. La "translation" mentionnée précédemment s'explique donc aussi par la différence de taille,des grains des échantillons réels d'une part,et des monocristaux utilisés pour déterminer les contraintes critiques de cisaillement d'autre part.

5.3. - Déformation à haute température.

Les figures 5.5 a) -c) présentent les figures de pôles correspondant à un échantillon déformé, toujours en déformation plane, à 400°C.
Il nous faut dire d'emblée qu'aucune des simulations que nous avons effectuées ne produit des figures de pôles très satisfaisantes. Nous voudrions seulement ici discuter les raisons possibles de cet écart entre les figures de pôles expérimentales et prédites. Le montage effectué pour les figures 5.5 d)-f) correspond en fait à deux simulations : sur la partie gauche apparaissent trois demi-figures de pôles correspondant à une simulation effectuée avec les données de contraintes critiques à 600°C tandis que les demi-figures de pôles de la partie droite correspondent à une simulation où seuls les systèmes de glissement sont pris en compte. On constate qu'il serait assez facile de reconstituer les figures de pôles expérimentales s'il nous prenait la fantaisie de faire une "combinaison linéaire" des deux jeux de figures de pôles correspondant aux deux simulations. Ceci revient en fait à considérer que l'échantillon se déforme de manière hétérogène et contient deux populations de grains : une population de grains qui se déforment essentiellement par maclage (demi-figures de pôles de gauche) et une population de grains qui se déforment essentiellement par glissement (demi-figures de pôles de droite).
Un tel comportement hétérogène du matériau ne peut être décrit par le modèle de Taylor tel que nous l'avons envisagé. Il faut toutefois reconnaître que d'autres raisons, en particulier l'existence de glissements aux joints de grains, peuvent également mettre en défaut le modèle de Taylor. Tout comme cela a été fait pour des matériaux laminés / 29 / une étude détaillée de l'évolution de la texture en fonction de la localisation spatiale de la zone analysée dans l'échantillon pourrait permettre de vérifier l'hypothèse d'hétérogénéité que nous avons avancée.

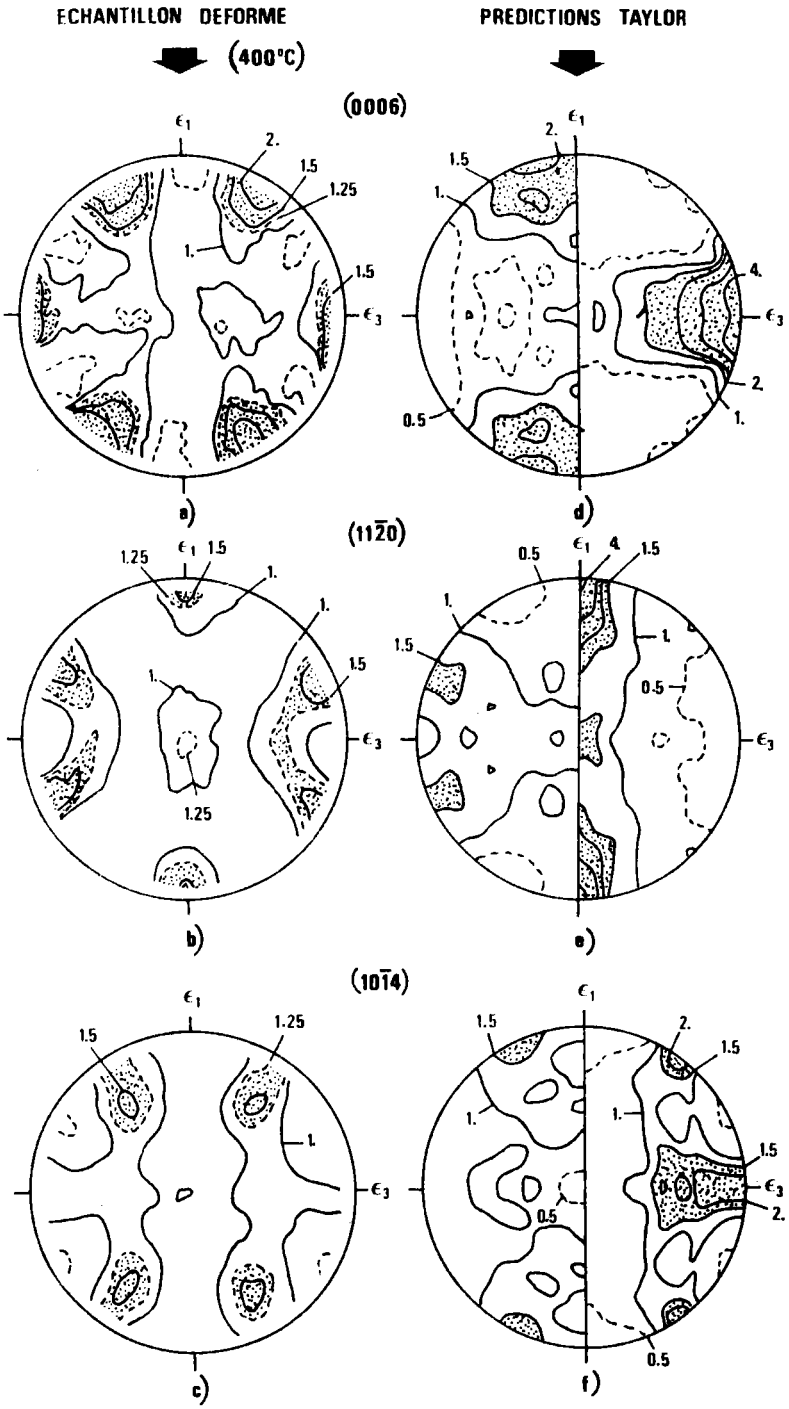


Figure 5.5 : Figures de pôles mesurées pour l'échantillon déformé à 400°C a), b) et c) et figures de pôles calculées d), e) et f) pour données 600°C (partie gauche) et glissements seuls (partie droite).

6. - SIMULATIONS EN DEFORMATION UNIAXIALE - RESULTATS ET DISCUSSION

Nous avons mis en évidence au paragraphe précédent deux jeux de contraintes critiques de cisaillement (nous les **appellerons** par la suite, pour simplifier, données pour 200°C et 300°C) qui, utilisées dans le modèle de Taylor, permettent à celui-ci de prédire des textures conformes à celles observées pour des échantillons déformés en déformation plane jusqu'à 300°C.
Il nous a paru intéressant d'utiliser ces données pour des simulations de déformation uniaxiales. Nous avons en effet déjà indiqué que, pour de telles déformations de la calcite, Lister indiquait que certaines textures réellement déterminées ne pouvaient être prédites / 12 /.
Nous reproduisons à la figure 5.6a) - c) les figures de pôles inverses publiées par Wenk et al. / 30 / ; elles correspondent à des calcaires à grain fin déformés en compression uniaxiale. Les deux figures de pôles inverses de la figure 5.7 ont été calculées à partir de deux simulations utilisant, respectivement, les données pour 200°C et 300°C (notons que toutes les figures de pôles inverses représentent la répartition de la direction $\vec{y}$ de compression et que l'existence d'axes de symétrie binaires perpendiculaires à l'axe de fibre dans la symétrie d'échantillon permet de se limiter au secteur angulaire de 60° (cf§ 5 du chapitre IV)).
On constate immédiatement que ces figures de pôles inverses calculées (figure 5.7.) diffèrent très nettement des figures expérimentales (figure 5.6).
Nous avons toutefois noté un phénomène curieux : si, à partir des textures obtenues pour les simulations en déformation plane, on calcule les figures de pôles inverses correspondant à la direction de compression, on obtient des résultats assez proches (figure 5.8) de ceux de la figure 5.6.
Des situations de ce type ont en fait déjà été mises en évidence dans les métaux. Ainsi des études micrographiques ont montré que des textures de fibre générées par des déformations en extension (métaux cubiques centrés) ou en compression (métaux cubiques à faces centrées) correspondent en fait à des déformations planes des grains accompagnées d'un phénomène de courbure (curling) de ces grains/31,32/. Un tel phénomène dans la calcite déformée en compression uniaxiale serait à même d'expliquer les résultats contradictoires présentés ci-dessus. Encore faut-il, pour que cela soit plausible, que la déformation plane accompagnée de courbure des grains réalise la déformation appliquée avec un travail interne plus faible que celui correspondant à la

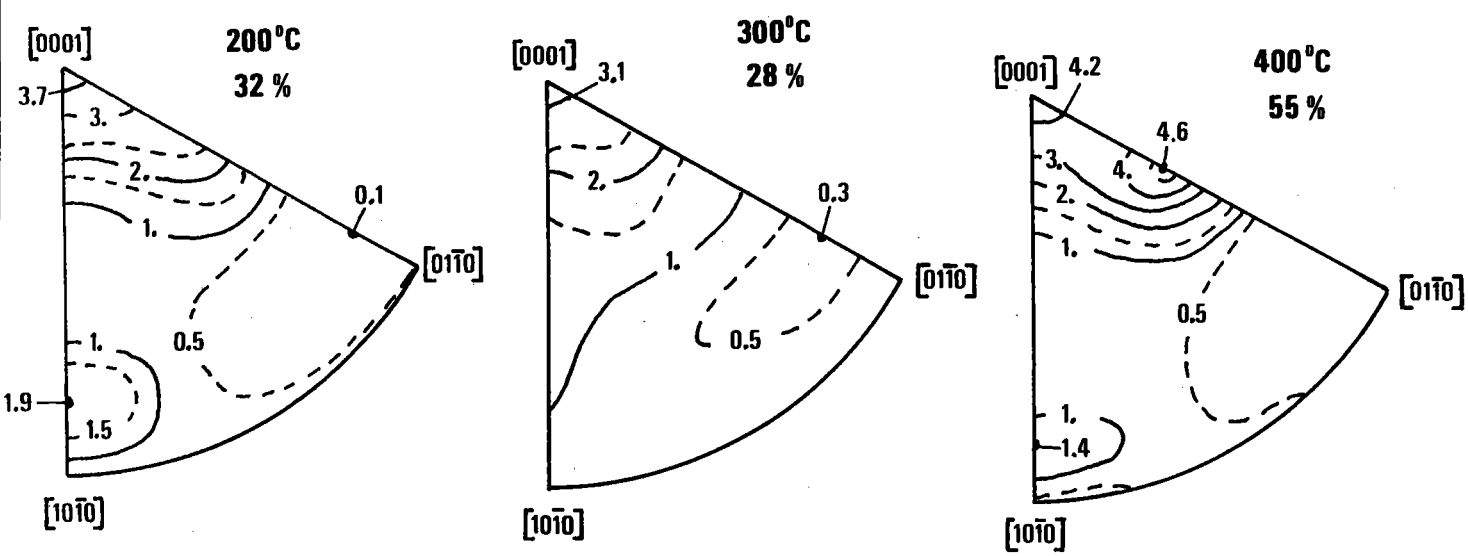


Figure 5.6. : Figures de pôles inverses pour des échantillons déformés en compression axiale (d'après /30/).

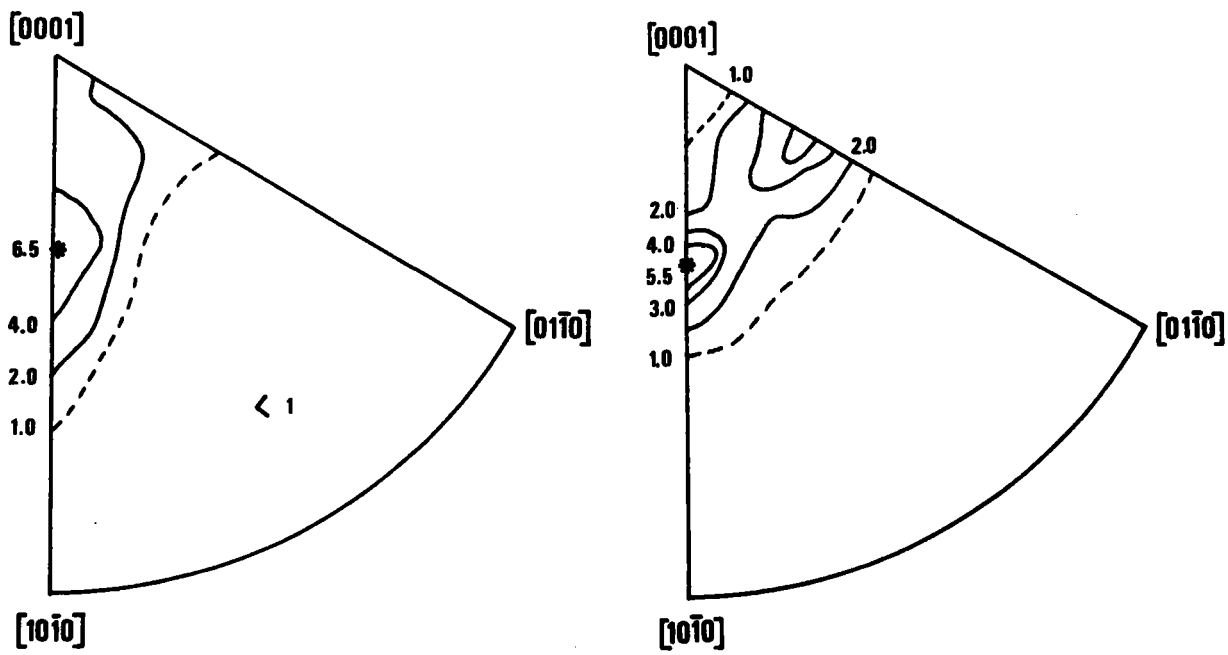


Figure 5.7. : Figure de pôles inverse calculée pour une simulation en compression axiale a) données pour 200°C b) données pour 300°C.

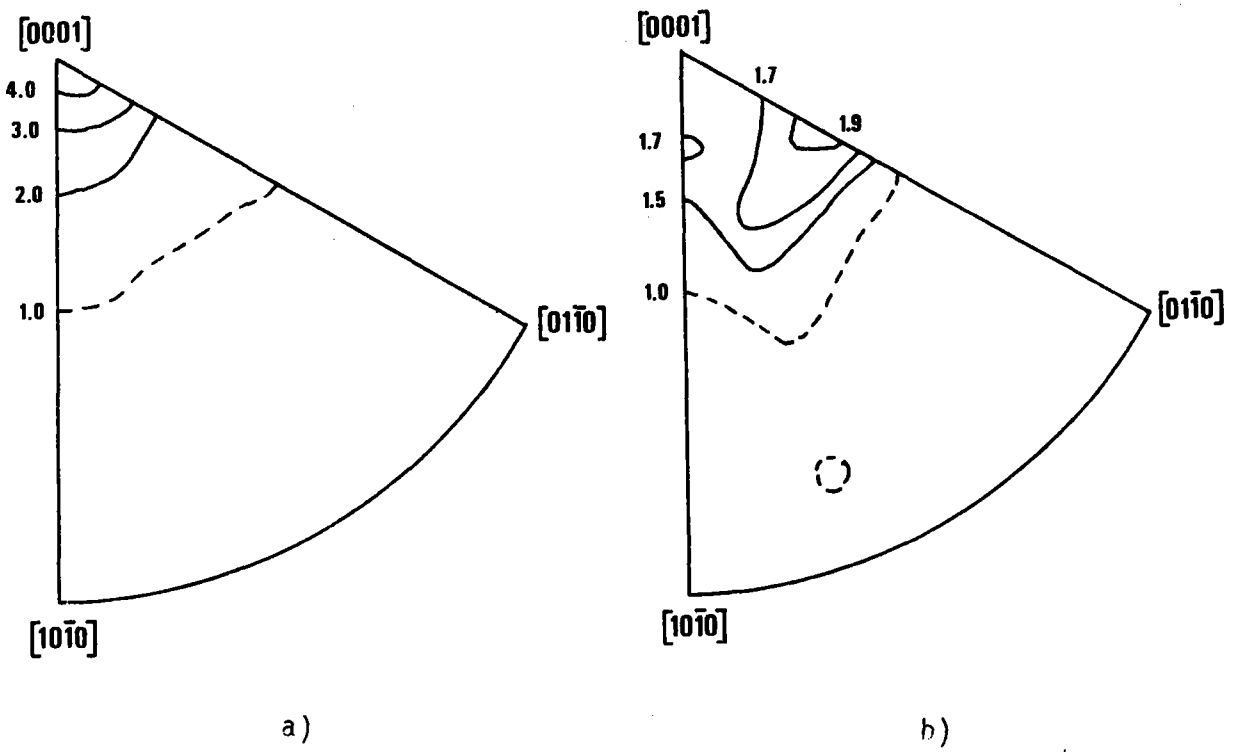


Figure 5.8 : Figure de pôles inverse calculée pour la direction de compression à partir de simulations en déformation plane
a) données pour 200°C b) données pour 300°C

déformation uniaxiale des grains /32,33/. Nous avons donc, à l'aide du programme de simulation, calculé ce travail de déformation, ou plus exactement le facteur de Taylor qui lui est directement proportionnel, dans deux cas différents :

- compression uniaxiale appliquée à un ensemble initial de 60 orientations $\{0, \phi^i, \varphi_2^i\}$ réparties uniformément dans le domaine fondamental (cf§4.1) ; le facteur de Taylor moyen $\bar{M}$ est calculé pour ces 60 orientations après un pas de déformation.
- déformation plane appliquée à un ensemble initial de 1440 orientations $\{\varphi_1^{ik}, \phi^i, \varphi_2^i\}$ réparties uniformément dans le domaine fondamental avec les mêmes 60 couples (ϕ^i, φ_2^i) $(1 \leq i \leq 60)$ que précédemment et, dans chaque cas, 24 valeurs $(1 \leq k \leq 24)$ régulièrement distribuées pour φ_1. Pour chacun des 60 "paquets" de 24 orientations nous avons sélectionné l'orientation pour laquelle le facteur de Taylor est minimal. Cette procédure traduit simplement le

fait que, contrairement à la direction de compression qui est fixée, la direction d'extension dans chaque grain, à priori libre, va être celle qui correspond au travail minimal nécessaire pour accomplir la déformation plane. Le facteur de Taylor moyen calculé ne prend en compte que les 60 orientations ainsi sélectionnées.

Les valeurs obtenues pour le facteur de Taylor moyen sont reportées au tableau 5.II.

	Compression uniaxiale	Déformation plane
Données pour 200°C	$\bar{M} = 9.69$	$\bar{M} = 7.82$
Données pour 300°C	$\bar{M} = 6.70$	$\bar{M} = 5.25$

Tableau 5.II : Facteurs de Taylor moyen calculés pour des simulations en compression uniaxiale et déformation plane.

On constate qu'effectivement la déformation plane est, du point de vue du travail de déformation, plus favorable. En outre les écarts entre les deux modes de déformation sont suffisamment importants pour pouvoir considérer que, même augmenté du travail nécessaire à la courbure des grains, le travail correspondant à la déformation plane reste inférieur à celui requis pour la compression uniaxiale.

Ainsi le modèle de Taylor, même lorsqu'il s'avère impuissant à restituer les textures réelles observées, reste un outil particulièrement intéressant puisqu'il nous suggère des modes de déformation qui ne s'intègrent pas dans son formalisme. Les études micrographiques qui viennent d'être entreprises pour mettre en évidence ce phénomène de "curling" dans des échantillons de calcite déformés en compression uniaxiale confirment, semble-t-il, la réalité de ce mode de déformation / 34/

7. - CONCLUSION

Comme cela est souvent le cas pour les métaux, les prédictions du modèle de Taylor pour des déformations planes s'avèrent conformes à la réalité lorsque la température n'est pas trop élevée (jusqu'à environ 300°C pour les calcites étudiés). Le point le plus remarquable ici est que cet accord concerne des déformations qui se réalisent en grande partie par maclage.
La validité du modèle de Taylor étendu à ce mode de déformation nous paraît donc établie.
On s'est souvent interrogé sur les raisons susceptibles d'expliquer pourquoi, en géologie, les textures sont peu marquées. Il nous semble que l'importance du maclage comme mode de déformation est l'une d'entre elles. Nous avons observé en effet que, pour la calcite, les simulations effectuées en ne considérant que les seuls systèmes de glissement génèrent des figures de pôles avec des maxima relativement intenses, lesquelles ne correspondent pas à celles déterminées pour les échantillons déformés aux différentes températures.
Le fait que le modèle de Taylor ne fournisse pas de prédictions satisfaisantes dans certains cas (déformation plane à haute température, compression uniaxiale) s'avère en définitive instructif, comme nous avons tenté de le montrer. En effet l'analyse détaillée des différences constatées peut être un guide dans la recherche des mécanismes de déformation réels, comme cela a été illustré pour le phénomène de "curling".

- REFERENCES : CHAPITRE V -

/1/ COULOMB,P., "Les textures dans les métaux de réseau cubique", éd. Dunod, Paris, (1972).

/2/ GIL SEVILLANO,J., VAN HOUTTE,P. et AERNOUDT,E., Progress in Material Science, 25, p.69-412, (1980).

/3/ BAKER, D.W., Advances in X-rays analysis, 13, p.435, (1970).

/4/ BAKER,D.W. et WENK, H.R., The Journal of Geology, 80, p.81, (1972).

/5/ WENK,H.R. et SHORE,J., Contrib. Mineral. Petro., 50, p. 115, (1975).

/6/ BUNGE,H.J. et WENK, H.R., Tectonophysics, 40, p.257, (1977).

/7/ TAYLOR,G.I., J. Inst.Met., 62, p.307, (1938).

/8/ BUNGE,H.J., Kristall und Tecknik, 5, p. 145, (1970).

/9/ LISTER, G.S., Ph. D. Thesis, Australian National University, Camberra, (1974).

/10/ LISTER,G.S., PATERSON,M.S. et HOBBS,B.E., Tectonophysics, 45, p.107(1978).

/11/ LISTER,G.S., Proceedings of the 5th ICOTOM, Vol. II, p. 199, Springer Verlag, (1978).

/12/ SIEMES, H., Contrib. Mineral. Petrol., 43, p. 149, (1974).

/13/ CHIN,G.Y. et MAMMEL, W.L., Trans.TMS-AIME, 245, p. 1211, (1969).

/14/ VAN HOUTTE,P., Mat. sci.eng., 55, p. 69, (1982).

/15/ BISHOP,J.F.W. et HILL,R., Phil.Mag., 42, p.414, (1951)

/16/ BISHOP,J.F.W. et HILL,R., Phil. Mag., 42,p. 1298, (1951).

/17/ SACHS,G., Z. Verein Deut. Ing., 72, p. 734, (1928).

/18/ CHIN, G.Y., HOSFORD, W.F. et MENDORF, D.R., Proc. Roy. Soc., A309, p. 433, (1969).

/19/ VAN HOUTTE,P., Acta Met., 26, p.591, (1978)

/20/ VAN HOUTTE, P. et AERNOUDT, E., Zeit. Metallkde., 66, p. 202, (1975).

/21/ VAN HOUTTE,P. et AERNOUDT,E., Mat.Sci.Eng., 23, p.11, (1976).

/22/ HANDIN,J.W. et GRIGGS, D.T., Bull. Soc. Amer. Geol., 62,p. 863,(1951).

/23/ KERN,H., Bull. Mineral ., 102, p. 290, (1979).

/24/ SPIERS,C.J. et WENK,H.R. , EOS, Trans. Amer. Geophys. U.,61,p.1128,(1980).

/25/ HEARD,H.C. et TURNER,F.J., Univ. Calif. Publ. Geol. Sci.,46,p.103,(1965).

/26/ TURNER,F.J.,GRIGGS,D.T. et HEARD,H.C., Geol. Soc. Am. Bull., 65, p. 883, (1954).

/27/ WENK,H.R., KERN, H. et WAGNER, F. , Proceedings of the 2nd Riso International Symposium, Riso national laboratory(Danemark), p. 235, (1981).

/28/ WAGNER,F., WENK,H.R., KERN,H., VAN HOUTTE,P. et ESLING,C., Contrib. Mineral. Petrol., 80, p. 132, (1982).

/29/ TRUSZKOWSKI,W., KROL,J. et MAJOR,B., Proceedings of the 6th ICOTOM, The Iron and Steel Institute of Japan, Vol. I, p. 39, (1982).

/30/ WENK,H.R., VENKITASUBRAMANYAN,C.S. et BAKER,D.W., Contrib. Mineral. Petrol., 38, p. 81, (1973).

/31/ PECK,J.F. et THOMAS,D.A., Trans. AIME, 221, p. 1240, (1961).

/32/ HOSFORD,W.F., Trans. AIME, 230, p. 12, (1964).

/33/ VAN HOUTTE,P., Communication privée, (1982).

/34/ WENK,H.R., Communication privée, (1983).

C O N C L U S I O N

La détermination de la texture cristallographique, à l'issue d'une transformation de phase ou d'une déformation plastique, est un moyen d'investigation puissant. Elle permet en effet d'obtenir des renseignements sur les mécanismes physiques qui ont conduit à cette texture, aussi bien dans le cas des métaux que dans celui des roches. Cependant, si l'on veut utiliser "l'outil" analyse de textures il convient d'adapter son formalisme aux cas de symétries rencontrés, de cerner ses possibilités et limitations, de vérifier son adéquation au problème à traiter et enfin d'en tester l'efficacité. C'est dans cet esprit que nous avons indiqué quelles étaient les spécificités de l'analyse des textures pour les matériaux de basse symétrie et leurs conséquences sur la conception des programmes à établir.

Il est actuellement admis que ce sont essentiellement les symétries du cristal,de l'échantillon et de la diffraction qui sont à l'origine des limitations existantes ; en effet ces symétries ne permettent pas, par principe, d'accéder à la fonction de texture totale par inversion de figures de pôles, mais seulement à sa partie directement déterminable (ou partie paire pour les cristaux centro-symétriques). Toutefois nous avons montré que l'utilisation de mesures d'orientations individuelles était à même de surmonter cette difficulté. L'utilisation de telles données pour quelques échantillons de calcite nous a en effet permis de calculer la contribution de la partie non directement déterminable à la fonction de texture totale et d'en déduire ainsi les caractéristiques essentielles de cette contribution dans le cas général. Nous avons notamment indiqué qu'elle est quantitativement significative. Elle ne peut donc être négligée si la texture est utilisée pour le calcul d'une propriété physique non centrosymétrique, ou si les poids respectifs de différentes composantes, au sein d'une même texture, sont recherchés.
Ceci n'est plus tout à fait le cas dans les études de textures de transformation ou de déformation. En effet ces études, qui

visent à mieux comprendre les mécanismes mis en jeu lors de déformations ou transformations de polycristaux, sont conduites suivant unschéma logique identique : détermination de la texture initiale, modélisation de la transformation ou déformation, et comparaison des textures finales réelle et calculée. Cette comparaison reste encore significative même si l'on se limite aux parties déterminables des fonctions de texture, ou aux figures de pôles.

Les deux situations possibles à l'issue d'une telle comparaison, c'est à dire accord ou désaccord, ont été rencontrées dans ce travail. C'est ainsi qu'une très grande similitude entre texture réelle et calculée nous a conduit à retenir, pour la transformation hématite ⟶ magnétite, le modèle de relations topotaxiques avec désorientations pour rendre compte du comportement du polycristal au cours de la réduction. De même le modèle de Taylor incluant le maclage fournit une description très satisfaisante de la déformation plane de la calcite jusqu'à 300°C.

En revanche, lorsque les texture réelle et calculée diffèrent, il faut alors tenter d'identifier dans le modèle utilisé les hypothèses qui sont à l'origine de ce désaccord.Ainsi nous avons mis en évidence, dans la transformation de texture d'un alliage fer-nickel, que la sélection de variantes, vraisemblablement liée au blocage des variantes impliquant la conservation des plans parallèles à la tôle, permettait d'expliquer les différences observées. De même, nous avons montré, pour la déformation en compression uniaxiale, que le phénomène de courbure des grains (curling) était très probablement le mécanisme qui expliquait les résultats obtenus.

Si, des deux situations que nous avons décrites, la première est la plus "confortable" pour le chercheur, la seconde est sans doute la plus stimulante puisqu'elle l'oblige à formuler les hypothèses nouvelles qui seront à confronter à la réalité.

Dans le cadre de l'approche utilisée pour l'étude des mécanismes de transformation et de déformation, il est possible

de définir des perspectives pour les recherches futures.
Il nous paraît tout d'abord clair que"l'outil" texture peut encore être perfectionné. Dans la mesure où il s'agit d'améliorer sa nature quantitative il est nécessaire d'inclure dans l'analyse des textures tous les éléments susceptibles de fournir une bonne approximation de la partie non directement déterminable, ou du moins une estimation quantitative de la largeur de son "spectre de variations", et d'augmenter le pouvoir de résolution dans l'espace des orientations. Une alternative, nous l'avons déjà indiqué, consisterait à concevoir une méthode rapide de détermination d'orientations individuelles ce qui aurait en outre l'avantage d'introduire le paramètre de localisation spatiale, habituellement négligé dans l'analyse des textures, qui pourrait rendre compte de certaines hétérogénéités de textures obtenues après déformation plane.

Bien entendu les modèles utilisés pour décrire la transformation et la déformation devraient eux aussi être encore perfectionnés. Dans cette optique, la prise en compte quantitative de la sélection de variantes pour les problèmes de transformation de texture ou celle de phénomènes particuliers tel que celui du curling dans le modèle de Taylor nous semblent, à la lumière des résultats présentés, ouvrir des perspectives prometteuses.

ANNEXE I : SYMETRISATION DES FONCTIONS HARMONIQUES SPHERIQUES GENERALISEES.

Nous voudrions indiquer ici les différents cas qui peuvent se présenter lorsqu'il s'agit de prendre en compte, dans les problèmes de texture, la symétrie du cristal. En utilisant les notations de Weigel /1/ on peut subdiviser les 32 groupes ponctuels de symétrie utilisés en cristallographie en 3 catégories :

i) 11 $GPS^{-}(i)$ (groupes ponctuels de symétrie contenant l'opérateur de symétrie $\bar{1}$ ou centre d'inversion)

ii) 10 GPS^{-} (groupes ponctuels de symétrie contenant des opérateurs à déterminants -1 (miroir ou axe de symétrie inverse) mais ne contenant pas le centre d'inversion)

iii) 11 GPS^{+} (groupes ponctuels de symétrie ne contenant que des opérateurs à déterminant +1, c'est à dire des rotations).

Selon que la symétrie cristalline d'un matériau est décrite par un GPS^{-} (GPS^{-} ou $GPS^{-}(i)$) ou un GPS^{+} sa texture sera décrite par une seule fonction ou un couple de fonctions (cas des cristaux énantiomorphes) /2/.
Nous avons rappelé au chapitre II que pour la fonction de texture (ou éventuellement le couple de fonctions de texture) seuls les éléments du sous-groupe de rotation correspondant au groupe ponctuel de symétrie considéré interviennent, par exemple dans le calcul des fonctions harmoniques généralisées et symétrisées qui sont utilisées dans le formalisme proposé par Bunge /3/.

A la table AI.I nous avons indiqué, pour les 32 groupes ponctuels de symétrie, les 11 sous-groupes de rotation possibles qui sont donc les 11 cas à distinguer pour symétriser la (les) fonction (s) de texture.

Pour chaque ligne, sont donnés tous les groupes ponctuels de symétrie qui admettent le même sous-groupe maximal de rotation fixé, indiqué en première colonne. Les symboles de la der-

	les 32 groupes ponctuels de symétrie			
sous-groupe de rotation	les 11 GPS$^+$	les 11 GPS$^-$(i)	les 10 GPS$^-$	Type du sous-groupe
1	1	$\bar{1}$	m	Cn
2	2	2/m	$\bar{4}$ mm2	Cn
3	3	$\bar{3}$	$\bar{6}$ 3m	Cn
4	4	4/m	4mm	Cn
6	6	6/m	6mm	Cn
222	222	mmm	$\bar{4}$2m	Dn
32	32	$\bar{3}$m	$\bar{6}$m2	Dn
422	422	4/mmm		Dn
622	622	6/mmm		Dn
23	23	m3	$\bar{4}$3m	T
432	432	m3m		O

Table AI.I : Les 11 sous-groupes de rotation correspondant aux 32 groupes ponctuels de symétrie.

nière colonne rappellent une classification de ces sous-groupes qui correspond également, comme nous allons l'expliciter, aux différentes situations rencontrées pour lecalcul des fonctions harmoniques adaptées aux symétries.

i) la notation Cn (groupe cyclique) correspond au cas où le sous-groupe de rotation possède un seul axe de rotation d'ordre J (J=1,2,3,4 ou 6). Si l'on choisit le repère microscopique orthogonal $\{X_B, Y_B, Z_B\}$ tel que Z_B coïncide avec cet

axe d'ordre J, une fonction harmonique sphérique généralisée symétrisée $\dot{T}_l^{m'n}(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ est une fonction harmonique sphérique généralisée habituelle $T_l^{m'n}(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ satisfaisant à la condition :

$$m' = Jk \qquad \text{(AI.1)} \quad \text{avec } k \in \mathbb{Z}$$

et bien entendu les limitations $-l \leq m' \leq l$.

Cette condition est en fait une règle de sélection /3/.

ii) Nous avons dénoté Dn (groupe diédral) le cas des sous-groupes de symétrie qui présentent un axe de rotation d'ordre J et un axe binaire qui lui est orthogonal. Si le repère microscopique $\{X_B, Y_B, Z_B\}$ est choisi de telle manière que Z_B et Y_B coïncident respectivement avec l'axe d'ordre J et l'axe binaire, un harmonique sphérique généralisé symétrisé $\dot{T}_l^{\mu n}(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ s'écrira :

$$\dot{T}_l^{\mu n}(\varphi_1,\phi,\varphi_2) = \varepsilon(\mu)\,(T_l^{m'n}(\varphi_1,\phi,\varphi_2) + (-1)^{l+m'} T_l^{-m'n}(\varphi_1,\phi,\varphi_2)) \qquad \text{(AI.2)}$$

avec $-l \leq m' = J(\mu - 1) \leq l$

et $\varepsilon(\mu) = \begin{cases} 1/2 & \text{si } \mu = 1 \\ 1/\sqrt{2} & \text{si } \mu \neq 1 \end{cases}$

Notons que, pour le monoclinique, il existe deux conventions de repères. Pour les classes 2 et 2/m (sous-groupe de rotation 2) on peut choisir l'axe Z_B suivant l'axe binaire. Dans ce cas la classification Cn que nous avons indiquée est correcte. Si le repère cristallin est choisi suivant la deuxième convention, c'est à dire tel que Y_B coïncide avec l'axe binaire, le symbole de classification devient Dn. La formule AI.2 est alors valable avec J=1 puisque l'axe Z_B n'a plus de propriété particulière.

iii) Les symboles T et O (groupes du tétraèdre et de l'octaèdre) correspondent au cas des deux sous-groupes de rotation possibles pour les symétries cubiques. Dans le cas de la "classe" O nous avons déjà rappelé au chapitre II que les

fonctions symétrisées $\dot{T}_1^{\mu n}(\varphi_1,\phi,\varphi_2)$ étaient en définitive des combinaisons linéaires des fonctions $T_1^{mn}(\varphi_1,\phi,\varphi_2)$. Les coefficients $B_1^{m\mu}$ qui interviennent dans ces combinaisons linéaires ont déjà été publiés /3,4/.
Pour la"classe" T le calcul de coefficients similaires $B_1^{m\mu'}$,en utilisant par exemple des opérateurs projecteurs /4/, peut s'effectuer de façon analogue. Cette question reste toutefois secondaire puisque, à notre connaissance, aucune étude de texture, à ce jour, n'a été entreprise pour des matériaux correspondant à ce sous-groupe de rotation.

REFERENCES

/1/ WEIGEL, D., "Cristallographie et structure des solides", éd. Masson et Cie, Paris, (1972).

/2/ BUNGE,H.J., ESLING,C. et MULLER,J., Acta Cryst., A 37, p. 889, (1981).

/3/ BUNGE, H.J., "Texture Analysis in Materials Science-Mathematical Methods", Butterworth, London, (1983).

/4/ ESLING,C., Thèse de doctorat d'état, Université de Metz (1981).

ANNEXE II : DETERMINATION DE L'ORIENTATION D'UN GRAIN DE CALCITE PAR MESURES OPTIQUES

Nous voudrions donner ici, avec quelques détails, la procédure utilisée pour déterminer, à partir de mesures faites en microscopie optique, les angles d'Euler $\{\Psi_1, \phi, \Psi_2\}$ qui caractérisent l'orientation d'un grain de calcite. Des indications plus sommaires ont été publiées par ailleurs /1,2/. Nous voudrions également montrer que l'orientation ainsi déterminée est bien unique.

L'utilisation d'une table orientable sous le microscope optique permet, pour un grain de calcite, de définir par rapport au repère de l'échantillon $\{X_A, Y_A, Z_A\}$ les coordonnées polaires de deux directions cristallographiques :

i) direction Z' = <0001> (extinction de la lumière)

ii) direction N_e normale à un plan de maclage du type e = $\{01\bar{1}8\}$ (déterminée lorsque le plan de maclage apparaît avec une étendue maximale).

L'angle théorique entre les deux directions Z' et N_e est de 26° (figure AII.1). Pour toute mesure un contrôle est effectué : si l'écart angulaire entre Z' et N_e diffère de plus de 5° de la valeur théorique de 26° la mesure est rejetée.

Connaissant la position de Z' et N_e il nous faut déterminer l'orientation du repère microscopique $\{X_B, Y_B, Z_B\}$ par rapport au repère d'échantillon. Compte tenu des différentes possibilités d'indexation pour Z' et N_e (liées à la multiplicité par symétrie), il existe 6 orientations possibles pour $\{X_B, Y_B, Z_B\}$. Nous allons examiner comment il est possible de les déterminer et montrer qu'elles sont en fait équivalentes.

A partir de Z' et N_e on recherche tout d'abord la position de la direction X' située à 90° de Z' et à 64° de N_e (figure AII.2). Soit Y' la direction orthogonale à X' et Z' telle que $\{X', Y', Z'\}$ soit un repère orthogonal droit. Il faut à présent considérer les différentes indexations possibles pour les trois directions X',Y',Z' de ce repère lié au cristal. La direction Z' (axe c) possède une multiplicité par symétrie de 2 alors que la direction N_e possède une multiplicité de 6.

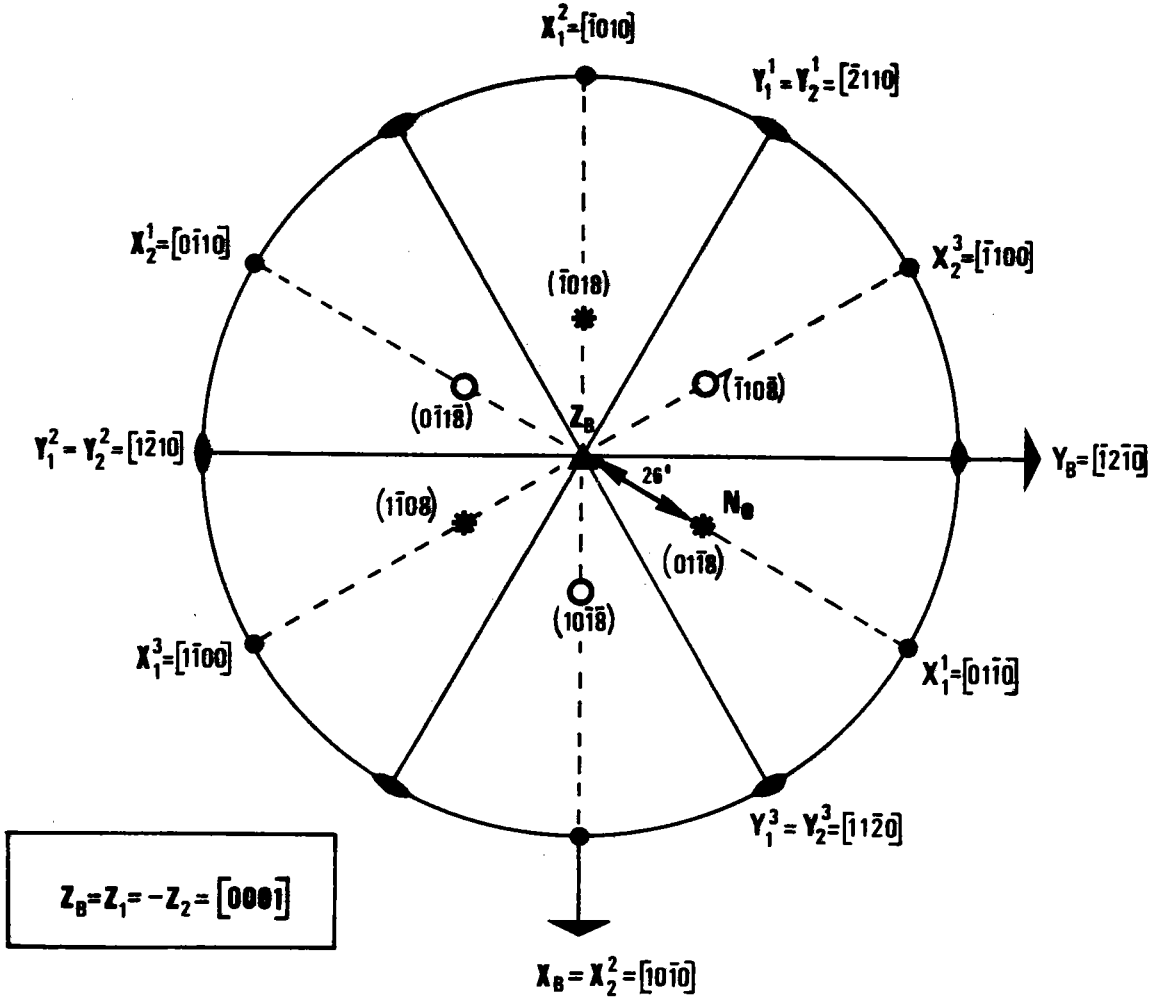


Figure A.II.1.: Repérage en projection stéréographique de quelques directions cristallographiques de la calcite.

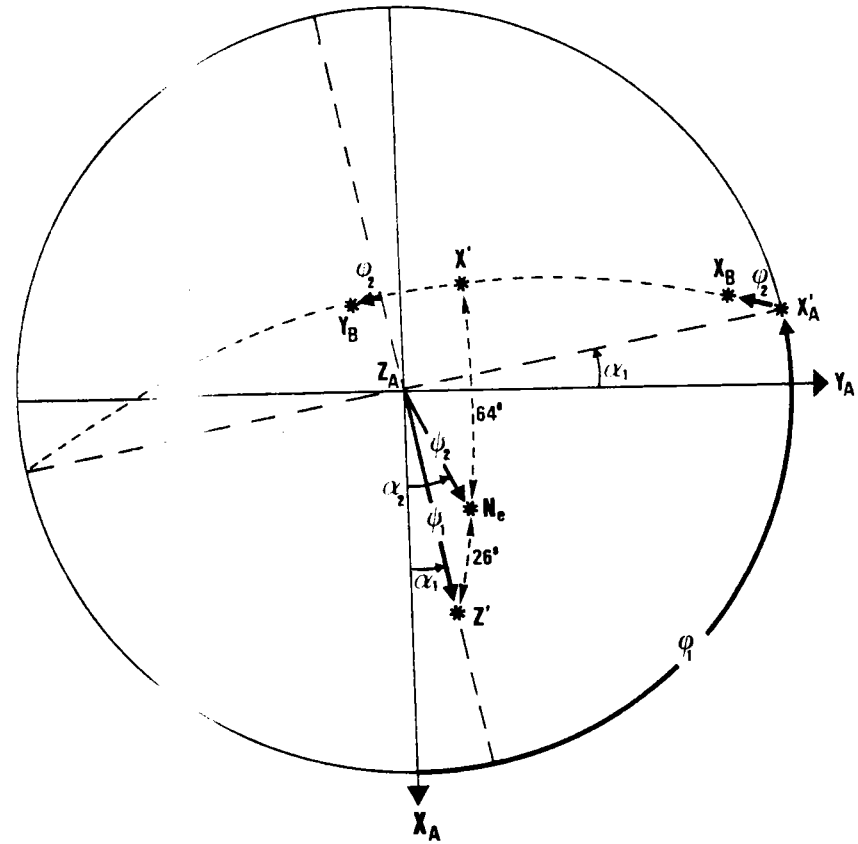


Figure A.II.2.: Construction permettant de déterminer les angles $\{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$ caractéristiques de l'orientation d'un grain de calcite.

i) si $Z' = Z_1 = [0001]$, la normale N_e est orthogonale à l'un des trois plans $(01\bar{1}8)$, $(\bar{1}018)$ ou $(1\bar{1}08)$ et X' est donc l'une des trois directions $X_1^1 = [01\bar{1}0]$, $X_1^2 = [\bar{1}010]$ ou $X_1^3 = [1\bar{1}00]$.

$\{X',Y',Z'\}$ coïncide donc avec l'un des trois repères $\{X_1^i, Y_1^i, Z_1\}$ ($1 \leqslant i \leqslant 3$).

ii) si $Z' = Z_2 = [000\bar{1}]$, la normale N_e est l'une des trois normales aux plans $(01\bar{1}8)$, $(\bar{1}018)$ ou $(1\bar{1}08)$ et X' est donc l'une des 3 directions $X_2^1 = [01\bar{1}0]$, $X_2^2 = [\bar{1}010]$ ou $X_2^3 = [1\bar{1}00]$. $\{X',Y',Z'\}$ coïncide donc avec l'un des trois repères $\{X_2^i , Y_2^i , Z_2\}$ ($1 \leqslant i \leqslant 3$).

Il nous reste donc à montrer que les 6 repères $\{X_1^i, Y_1^i, Z_1^i\}$ et $\{X_2^i, Y_2^i, Z_2\}$ sont équivalents par symétrie. Il est clair que la variation de i correspond à une rotation de $2\pi/3$ autour de l'axe ternaire si bien qu'il ne reste en définitive à considérer que les deux cas a priori distincts $\{X_1^1,Y_1^1,Z_1\}$ et $\{X_2^1, Y_2^1, Z_2\}$. Or ces deux repères se déduisent l'un de l'autre par une rotation de π autour de $Y_1^1 = Y_2^1$ qui est justement un axe binaire. On constate donc que, quel que soit le cas de figure, le repère $\{X',Y',Z'\}$ détermine de manière unique la position du cristal par rapport au repère d'échantillon.Connaissant $\{X',Y',Z'\}$ il est aisé de trouver $\{X_B, Y_B, Z_B\}$ le repère microscopique habituellement utilisé.
En termes d'angles d'Euler on peut remarquer que la position de Z' permet de déterminer deux des angles recherchés ; en effet on a :

$$\phi = \Psi_1$$
$$\text{et } \varphi_1 = \alpha_1 + \pi/2 \qquad \text{(AII.1)}$$

L'angle φ_2 est déterminé à partir de la construction de la figure AII.2 (angle entre X'_A et X_B sur le cercle à 90° de Z') ou des relations trigonométriques correspondantes.

REFERENCES

/1/ WENK,H.R. et WILDE, W.R., Geophysical Monograph series, 16, p.83, (1972).

/2/ WAGNER, F., WENK, H.R., ESLING, C. et BUNGE, H.J., Phys. Stat. Sol. (a), 67, p. 269, (1981).

ANNEXE III : CALCUL DES ROTATIONS ASSOCIEES AUX DIFFERENTES VARIANTES D'UNE RELATION D'ORIENTATION.

Nous supposons ici qu'une relation d'orientation est définie par des relations du type :

$$\begin{aligned} \{h_1\ k_1\ l_1\}_\alpha \quad &// \quad \{h_2\ k_2\ l_2\}_\gamma \\ \langle u_1\ v_1\ w_1\rangle_\alpha \quad &// \quad \langle u_2\ v_2\ w_2\rangle_\gamma \end{aligned} \qquad (\text{A III. 1})$$

Très fréquemment s'y ajoutent les relations d'orthogonalité :

$$h_1 u_1 + k_1 v_1 + l_1 w_1 = h_2 u_2 + k_2 v_2 + l_2 w_2 = 0 \qquad (\text{A III.2})$$

(Nous admettrons par la suite que ces relations sont satisfaites).

Nous avons indiqué au chapitre III (§3.4) qu'il était suffisant, pour générer un ensemble de variantes contenant toutes les variantes distinctes, d'appliquer tous les éléments de la symétrie microscopique au cristal initial.
Considérons pour l'instant une variante V_i définie par :

$$\begin{aligned} (\ h_1^i\ k_1^i\ l_1^i\ )_\alpha \quad &// \quad (\ h_2\ k_2\ l_2\ )_\gamma \\ \left[u_1^i\ v_1^i\ w_1^i\right]_\alpha \quad &// \quad \left[u_2\ v_2\ w_2\right]_\gamma \end{aligned} \qquad (\text{A II. 3})$$

Le problème consiste donc à rechercher la rotation Δg_i qui amène le repère du cristal avant transformation, $\{X_\alpha\ Y_\alpha\ Z_\alpha\}$, sur le repère du cristal après transformation , $\{X_\gamma\ Y_\gamma\ Z_\gamma\}$, de telle sorte que les conditions (AII.3) soient satisfaites (figure A III.1).
La transformation considérée est ici la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$.

Pour déterminer Δg_i on peut décomposer cette rotation en un produit de deux rotations. Soit g_1^i la rotation qui amène Z_α sur la normale $N(h_1^i\ k_1^i\ l_1^i)_\alpha$ et X_α sur la direction $\left[u_1^i\ v_1^i\ w_1^i\right]_\alpha$; de manière analogue g_2 désigne la rotation qui amène Z_γ sur $N\ (\ h_2\ k_2\ l_2)_\gamma$ et X_γ sur $\left[u_2\ v_2\ w_2\right]_\gamma$.

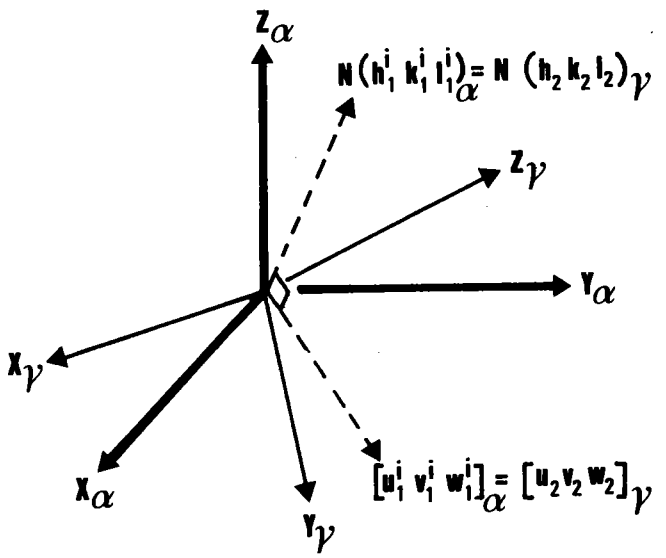


Figure A.III.1. : Position relative des repères $\{X_\alpha, Y_\alpha, Z_\alpha\}$ et $\{X_\gamma, Y_\gamma, Z_\gamma\}$ pour une variante Vi.

Compte tenu des conditions (A III.3) on peut donc écrire :

$$\Delta g_i = g_2^{-1} \cdot g_1^i \qquad \text{(A III.4)}$$

(composition de droite à gauche, la notation $^{-1}$ indiquant une rotation inverse).

Si on caractérise les rotations par leurs matrices d'Euler la relation s'écrira alors :

$$(\Delta g_i) = (g_1^i)(g_2^{-1}) \qquad \text{(A III.5)}$$

L'inversion de l'ordre des opérations entre (A III.4) et (A III.5) tient au fait que nous traitons un problème de changement de repère et que nous appelons ici matrice d'Euler la matrice associée à une rotation définie par ses angles d'Euler $\{\varphi_1, \phi, \varphi_2\}$ qui s'écrit :

$$\begin{pmatrix} \cos\varphi_1 \cos\varphi_2 - \sin\varphi_1 \sin\varphi_2 \cos\phi & -\cos\varphi_1 \sin\varphi_2 - \sin\varphi_1 \cos\varphi_2 \cos\phi & \sin\varphi_1 \sin\phi \\ \sin\varphi_1 \cos\varphi_2 + \cos\varphi_1 \sin\varphi_2 \cos\phi & -\sin\varphi_1 \sin\varphi_2 + \cos\varphi_1 \cos\varphi_2 \cos\phi & -\cos\varphi_1 \sin\phi \\ \sin\varphi_2 \sin\phi & \cos\varphi_2 \sin\phi & \cos\phi \end{pmatrix}$$

Cette matrice est la transposée de celle définie dans le livre de Bunge /1/.

Connaissant les directions cristallographiques utilisées pour définir une variante (relation A III.3),on peut aisément calculer les matrices d'Euler (g_1) et (g_2^{-1}) et donc (Δg_i). De cette dernière matrice on déduit le triplet $\{\varphi_1^i, \phi^i, \varphi_2^i\}$ correspondant à la rotation recherchée Δg_i.
Les variantes sont générées en remplaçant $(h_1^i\ k_1^i\ l_1^i)_\alpha$ et $[u_1^i\ v_1^i\ w_1^i]_\alpha$ par tous les plans et directions équivalents satisfaisant à la condition d'orthogonalité (A III.2). Toutes les variantes Δg_i ainsi générées ne sont pas forcément distinctes.
Si une variante Δg_j peut se déduire par une opération de symétrie microscopique g_s d'une autre variante Δg_i soit :

$$\Delta g_j = g_s \cdot \Delta g_i \qquad \text{(A III.6)}$$

(avec toujours une composition de doite à gauche dans cette écriture) elle sera considérée comme équivalente à Δg_i et éliminée. La table A III.I présente les 24 triplets $\{\varphi_1^i, \phi^i, \varphi_2^i\}$ correspondant aux 24 variantes distinctes Δg_i existantes pour la relation d'orientation de Kurdjumov-Sachs.
Une variante y est définie par la donnée du plan et de la direction dans la phaseα parallèles au plan (111) et à la direction $[1\bar{1}0]$ de la phaseγ.

Le programme de calcul, basé sur les conceptions présentées précédemment, a été écrit en FORTRAN.*

* Nous remercions Monsieur LAMOTTE, stagiaire au Laboratoire de Métallurgie Structurale, pour la mise au point de ce programme, et notamment la recherche d'une présentation optimale des résultats.

Les tables AIII.II et A III.III donnent les 12 et 3 variantes distinctes correspondant respectivement aux relations d'orientation selon Nishiyama-Wassermann et Bain.
Ces variantes sont définies par :

$(h\,k\,l)_\alpha\ [u\,v\,w]_\alpha \quad // \quad (111)_\gamma\ [\bar{2}11]_\gamma$ pour Nishiyama-Wassermann

$(h\,k\,l)_\alpha\ [u\,v\,w]_\alpha \quad // \quad (001)_\gamma\ [100]_\gamma$ pour Bain.

REFERENCES

/1/ BUNGE, H.J., "Texture Analysis in Materials Science-Mathematical Methods", Butterworth, Londres, (1983).

VARIANTE:	H K L	U V W	ROTATION (DEGRES): PHI1	PHI	PHI2
V 1	1 1 0	1-1 1	80.38	85.70	41.95
V 2	1 1 0	-1 1 1	165.61	42.13	6.41
V 3	1 1 0	-1 1-1	9.62	85.70	48.05
V 4	1 1 0	1-1-1	95.77	48.19	5.77
V 5	1 0 1	1 1-1	48.05	85.70	9.62
V 6	1 0 1	-1 1 1	41.23	80.40	4.35
V 7	1 0 1	-1-1 1	12.67	49.47	77.33
V 8	1 0 1	1-1-1	6.42	42.13	75.61
V 9	0 1 1	1-1 1	4.36	80.41	41.23
V10	0 1 1	1 1-1	96.41	42.13	75.61
V11	0 1 1	-1-1 1	131.23	80.41	4.36
V12	0 1 1	-1 1-1	24.20	10.53	24.20
V13	-1 1 0	1 1-1	14.39	42.13	83.59
V14	-1 1 0	-1-1 1	84.23	48.19	84.23
V15	-1 1 0	1 1 1	75.61	42.13	6.41
V16	-1 1 0	-1-1-1	5.77	48.19	5.77
V17	-1 0 1	1-1 1	65.82	10.53	65.77
V18	-1 0 1	-1 1-1	85.64	80.41	48.77
V19	-1 0 1	1 1 1	94.35	80.41	41.22
V20	-1 0 1	-1-1-1	114.22	10.53	24.18
V21	0-1 1	-1 1 1	83.59	42.13	14.38
V22	0-1 1	1-1-1	48.77	80.41	85.64
V23	0-1 1	1 1 1	41.95	85.70	80.38
V24	0-1 1	-1-1-1	77.33	49.47	12.67

Tableau A.III.I. : Les 24 rotations Δg_i correspondant aux 24 variantes distinctes pour la relation d'orientation selon Kurdjumov-Sachs.

VARIANTE:			ROTATION (DEGRES):		
	H K L	U V W	PHI1	PHI	PHI2
V 1	1 1 0	1-1 0	9.75	89.99	45.00
V 2	1 1 0	-1 1 0	80.26	89.99	45.00
V 3	1 0 1	1 0-1	44.59	83.13	6.91
V 4	1 0 1	-1 0 1	9.60	45.81	76.36
V 5	0 1 1	0 1-1	134.58	83.13	6.92
V 6	0 1 1	0-1 1	99.60	45.82	76.36
V 7	-1 1 0	-1-1 0	80.25	45.00	.01
V 8	-1 1 0	1 1 0	9.74	45.00	.02
V 9	-1 0 1	-1 0-1	90.02	9.74	44.97
V10	-1 0 1	1 0 1	90.00	80.26	44.99
V11	0-1 1	0-1-1	45.42	83.13	83.08
V12	0-1 1	0 1 1	80.40	45.82	13.64

Tableau A.III.II.: Les 12 rotations Δg_i correspondant aux 12 variantes distinctes pour la relation d'orientation selon Nishiyama-Wassermann.

VARIANTE:			ROTATION (DEGRES):		
	H K L	U V W	PHI1	PHI	PHI2
V 1	0 0 1	1 1 0	.00	.00	45.00
V 2	0 1 0	1 0 1	.00	90.00	45.00
V 3	1 0 0	0 1 1	.00	45.00	.00

Tableau A.III.III.: Les 3 rotations Δg_i correspondant aux 3 variantes distinctes pour la relation d'orientation selon Bain.