



HAL
open science

Eude de la transformation de phases [beta - alpha] induite sous contrainte dans l'alliage de titane [beta]-Cez

Delphine Pionnier

► To cite this version:

Delphine Pionnier. Eude de la transformation de phases [beta - alpha] induite sous contrainte dans l'alliage de titane [beta]-Cez. Matière Condensée [cond-mat]. Université Paul Verlaine - Metz, 1997. Français. NNT : 1997METZ048S . tel-01775915

HAL Id: tel-01775915

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01775915>

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>

5120.719



INSTITUT SUPERIEUR DE GENIE MECANIQUE
ET PRODUCTIQUE

THESE

Présentée à



UNIVERSITE DE METZ

PAR

Delphine PIONNIER

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE
- METZ

N° inv	19971005
Cote	S/M3 97/48
Loc	Magasin

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

SPECIALITE : *Sciences de l'Ingénieur*

OPTION : *Sciences des Matériaux*

**ÉTUDE DE LA TRANSFORMATION DE
PHASES $\beta \rightarrow \alpha$ INDUITE SOUS CONTRAINTE
DANS L'ALLIAGE DE TITANE β -CEZ**

M	M. HUMBERT	Professeur à l'Université de Metz	Directeur de Thèse
MM	J. DRIVER	Professeur à l'École des Mines de St.-Etienne	Rapporteur
	P. KLIMANECK	Professeur à l'Université de Freiberg (Allemagne)	Rapporteur
M ^{me}	M.J. PHILIPPE	Professeur à l'Université de Metz	Examineur
MM	C. ESLING	Professeur à l'Université de Metz	Examineur
	Y. COMBRES	Docteur-Ingénieur, Société CEZUS	Examineur

École Doctorale PROMEN

Remerciements

Ce travail, réalisé en collaboration avec la société CEZUS, a été effectué au *Laboratoire d'Etude des Textures et Applications aux Matériaux (LETAM-CNRS URA 2090)* au sein du *Groupe de Métallurgie des Matériaux Polycristallins (GM2P)*. Cette structure fait partie de l'*Institut Supérieur de Génie Mécanique et Productique (ISGMP)* de l'université de Metz.

Je tiens tout d'abord à remercier M. Humbert, directeur de thèse et Professeur à l'université de Metz, qui grâce à sa disponibilité, ses compétences et ses conseils avisés, m'a permis de mener à bien ce travail.

Pour la collaboration fructueuse entre l'université de Metz et la société Cezus, je remercie P. Clerc, D. Porta, et tout particulièrement à Y. Combres qui a accepté de participer au jury de thèse.

Mes remerciements vont également à M. J. Driver, Professeur à l'école des Mines de Saint-Etienne et P. Klimanek, Professeur à l'université de Freiberg, pour avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail et de participer au jury de thèse.

Je remercie M.J. Philippe, Professeur à l'université de Metz et C. Esling, Professeur à l'université de Metz et Directeur du laboratoire, d'avoir accepté de participer au jury de thèse.

J'exprime enfin toute ma reconnaissance à l'ensemble des membres du LETAM pour leur amabilité et leur soutien. Que N. Gey, N. Niclas, L. Jolly et tout particulièrement M. Diot soient ici remerciés.

Sommaire

Introduction	p.1
<hr/>	
I- Aspects métallurgiques de l'alliage β-CEZ	p.5
<hr/>	
I.1- Introduction	p.7
I.2- La métallurgie des alliages de titane	p.7
<i>I.2.a- Les variétés allotropiques du titane</i>	p.7
<i>I.2.b- L'influence des différents éléments d'alliage</i>	p.9
<i>I.2.c- Les différentes classes d'alliages</i>	p.9
☐ Les alliages α ou quasi- α	
☐ Les alliages α/β	
☐ Les alliages β -stables et β -métastables	
<i>I.2.d- Les transformations de phases dans les alliages de titane β-métastables</i>	p.13
I.3- Les mécanismes de déformation actifs dans les alliages de titane	p.15
<i>I.3.a- Introduction</i>	p.15
<i>I.3.b- Les différents mécanismes de déformation</i>	p.15
☐ Le glissement cristallographique	
☐ Le maclage	
☐ La transformation martensitique induite sous contrainte	
<i>I.3.c- Conditions d'activation de ces différents modes de déformation</i>	p.19
I.4- Cas de l'alliage β-CEZ en particulier	p.23
<i>I.4.a- Présentation générale de l'alliage de titane β-CEZ</i>	p.23
<i>I.4.b- Les principales microstructures obtenues suite à différents traitements de mise en solution</i>	p.23
☐ Mise en solution dans le domaine cubique centré β	
☐ Mise en solution dans le domaine biphasé $\alpha+\beta$	
<i>I.4.c- Influence de la température de mise en solution sur le mode de déformation actif à température ambiante</i>	p.25
☐ Mise en solution dans le domaine cubique centré β	
☐ Mise en solution dans le domaine biphasé $\alpha+\beta$	

I.5- La transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$	p.29
<i>I.5.a-</i> Introduction	p.29
<i>I.5.b-</i> Etude bibliographique de la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$	p.29
<i>I.5.c-</i> Cristallographie de la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$	p.31
<i>I.5.d-</i> Conclusion	p.33
Références bibliographiques	p.34
<u>II- Analyse de texture cristallographique par la méthode harmonique</u>	p.37
II.1- Introduction	p.39
II.2- La détermination expérimentale des figures de pôles	p.39
<i>II.2.a-</i> Acquisition des figures de pôles	p.39
<i>II.2.b-</i> La qualité des mesures	p.41
☐ Le fond continu	
☐ La défocalisation	
II.3- La méthode de calcul : la méthode harmonique	p.45
<i>II.3.a-</i> Notion d'orientation	p.45
<i>II.3.b-</i> L'équation fondamentale	p.46
<i>II.3.c-</i> Développement en série de la fonction de densité de pôles	p.47
<i>II.3.d-</i> Développement de la fonction de densité des orientations sur la base des fonctions harmoniques sphériques généralisées	p.47
<i>II.3.e-</i> La méthode de positivité	p.51
☐ Positivité dans les figures de pôles	
☐ Positivité dans le calcul de la fonction de densité des orientations	
<i>II.3.f-</i> Les coefficients de qualité de l'analyse	p.53
II.4- Conclusion	p.54
Références bibliographiques	p.55

III- Essais expérimentaux mis en œuvre et analyse des résultats	p.57
III.1- Introduction	p.59
III.2- Matériaux et techniques expérimentales	p.59
<i>III.2.a-</i> Les différents états de livraison	p.59
☒ La gamme de fabrication	
☒ Le traitement thermique	
<i>III.2.b-</i> Les techniques de caractérisation	p.61
☒ Essais de traction	
☒ Essais de laminage à froid	
☒ Examen métallographique	
☒ Radiocristallographie	
☒ Acquisition des figures de pôles	
<i>III.2.c-</i> Analyse de l'état initial avant déformation à froid	p.71
III.3- Etude de l'évolution de la texture β pendant la déformation à froid	p.73
<i>III.3.a-</i> Cas d'une déformation uniaxiale	p.73
☒ Traction longitudinale	
Essais jusqu'à rupture	
Essais interrompus avant la rupture	
☒ Traction transversale	
Essais jusqu'à rupture	
Essais interrompus avant la rupture	
<i>III.3.b-</i> Déformation plane par laminage	p.91
☒ Laminage longitudinal	
☒ Laminage transversal	
III.4- Analyse de texture de la phase α'' induite par la déformation à froid	p.95
<i>III.4.a-</i> Cas d'une déformation uniaxiale (essai de traction)	p.95
☒ Traction longitudinale	
Essais jusqu'à rupture	
Essais de traction interrompus avant la rupture	
☒ Traction transversale	
Essais jusqu'à rupture	
Essais de traction interrompus avant la rupture	
<i>III.4.b-</i> Déformation plane par laminage	p.99
☒ Laminage longitudinal	
☒ Laminage transversal	
III.5- Etude comparative des différents résultats d'analyse de texture	p.101
III.6- Conclusion	p.102
Références bibliographiques	p.104

IV- Etude de la formation de la texture de la phase β de déformation à froid	p.105
<hr/>	
IV.1- Introduction	p.107
IV.2- Etude des textures de déformation dans les cubiques centrés.	p.107
IV.3- Modélisation de la texture de déformation à froid de la phase β	p.109
<i>IV.3.a- Introduction</i>	p.109
<i>IV.3.b- Modèle de déformation de type "Taylor"</i>	p.111
☒ La théorie de Taylor	
☒ Calcul de l'activité des systèmes de glissement	
☒ Les différentes versions du modèle de Taylor	
<i>IV.3.c- Résultats des simulations de textures de déformation à froid de la phase β</i>	p.115
☒ Paramètre de la modélisation	
Choix du paramètre m de sensibilité à la vitesse de déformation	
Choix des systèmes de glissement	
Choix des tenseurs de déformation	
Choix de la version du modèle à utiliser	
Discrétisation de la texture initiale	
☒ Etude des textures de déformation de la phase β simulées	
Etude des textures de déformation du premier groupe	
- Traction longitudinale interrompue	
- Traction transversale jusqu'à rupture	
Etude des textures de déformation du deuxième groupe	
- Traction longitudinale jusqu'à rupture	
- Laminage long	
IV.4- Conclusion	p.130
Références bibliographiques	p.132
V- Etude de la formation de la texture de la phase α' induite pendant la déformation à froid	p.133
<hr/>	
V.1- Introduction	p.135
V.2- Modélisation de la transformation de textures sans sélection de variantes	p.135
<i>V.2.a- Modèle de transformation de phases sans sélection de variantes</i>	p.135
☒ Les relations d'orientations mutuelles	
☒ Détermination du nombre de variantes cristallographiques	
☒ La transformation de textures	

V.2.b- Résultats de la simulation sans sélection de variantes de la texture α'' induite lors de la déformation à froid	p.147
☒ Textures de transformation induite par traction uniaxiale	
☒ Textures de transformation induite par un laminage	
V.3- Modélisation de la transformation de textures avec sélection de variantes	p.155
V.3.a- Modèle de transformation de textures avec sélection de variantes	p.155
V.3.b- Mécanismes de sélection de variantes	p.156
☒ Théorie phénoménologique appliquée à la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$	
Principe de base de la théorie phénoménologique	
Cas particulier de la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$	
☒ Critère énergétique de la transformation de phases	
V.3.c- Résultats des simulations avec sélection de variantes des textures α'' induites lors de la déformation à froid	p.161
☒ Déformation par traction uniaxiale	
Hypothèses de simulation	
Etude des textures simulées	
☒ Déformation plane : laminage	
Hypothèses de simulation	
Etude des textures simulées	
V.4- Conclusion	p.173
Références bibliographiques	p.174
Conclusion générale	p.177
Annexe	p.183

Introduction

Depuis plusieurs années, le titane et ses alliages ont connu un très large développement du fait de leurs qualités spécifiques adaptées à certaines technologies de pointe. Par exemple, la résistance spécifique de ces alliages justifie leur utilisation importante dans l'industrie aéronautique où le gain de masse est un souci constant.

Jusqu'à maintenant, l'alliage de titane le plus couramment employé était le TA6V (Ti-6Al-4V) de structure biphasée $\alpha+\beta$ qui offre l'avantage de présenter une résistance mécanique et une ténacité élevées. Un intérêt croissant est cependant porté aux alliages de titane β qui montrent une meilleure forgeabilité et déformabilité à froid. Le β -Cez, développé par la société Cezus, objet de cette étude, fait partie de cette catégorie d'alliage.

La déformation de cet alliage est accommodé par différents mécanismes : le glissement cristallographique, le maclage et les transformations de phases. L'activation de ces différents mécanismes est directement liée à la composition chimique, à l'état métallurgique et notamment à la stabilité de la phase β .

Lorsque ce matériau est dans un état β -métastable, la déformation est accommodée dans un premier temps par la transformation de phases β (cubique centrée) $\rightarrow \alpha''$ (orthorhombique) puis par du glissement plastique. Les études micrographiques attestent le fait que les platelets de martensite α'' formés mécaniquement présentent des directions morphologiques marquées à l'intérieur des grains β . Au cours d'un vieillissement ou d'une recristallisation, ces platelets α'' se transforment en phase α hexagonale dont la très fine structure et la texture, héritée de la texture de la phase martensitique, influencent notamment la ductilité du matériau. Ainsi, la formation des plaquettes de martensite α'' a une influence sur les propriétés d'utilisation de l'alliage.

Dans ce travail, nous nous sommes proposés d'étudier les modifications de microstructures et de textures cristallographiques engendrées par les déformations accommodées partiellement par la formation de plaquettes de martensite α'' . Nous nous sommes particulièrement intéressés à la formation des textures de la phase martensitique α'' et notamment aux mécanismes de sélection de variantes intervenant au cours de la transformation de phases. Dans ce but, nous avons soumis le matériau à différentes sollicitations (traction et laminage, sens long et sens travers) et comparé les textures de la phase martensitique expérimentales aux textures simulées tenant compte ou non de la sélection de variantes. Ce mode opératoire nous a permis de mieux comprendre les principales caractéristiques de la formation des textures de la phase α'' .

Ces différents travaux sont explicités dans ce document de thèse qui comporte cinq chapitres.

Dans un premier chapitre, nous proposons une étude bibliographique des alliages de titane. Les différentes microstructures caractéristiques de ces alliages et la nature des mécanismes de déformation actifs dans les matériaux cubiques sont décrits. Nous exposons ensuite le cas particulier de l'alliage de titane β -CEZ. La fin de ce chapitre est consacrée à l'étude de la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$ rencontrée dans cet alliage.

La précipitation de la phase martensitique α'' sous l'action du champ de contraintes extérieur modifie l'état textural du polycristal. La mise en forme induit la création d'une texture de transformation de phases (texture de la phase α'') marquée et une modification de la texture de la phase mère β (texture de déformation). Dans le second chapitre, nous rappelons donc brièvement le principe de calcul de la fonction de texture à partir de données expérimentales telles que les figures de pôles.

Plusieurs modes de sollicitation sont testés afin de vérifier l'influence du champ de contraintes extérieur sur l'évolution de textures des phases β et α'' . Après avoir décrit les techniques mises en œuvre pour caractériser les états métallurgiques des échantillons étudiés, nous exposons dans la seconde partie de ce troisième chapitre les différents résultats expérimentaux :

- les microstructures et les textures de la phase β avant et après les processus de mise en forme (essais de traction, laminage),
- les textures de la phase martensitique α'' héritées par changement de phases de la texture de la phase mère β avant déformation.

Afin de séparer l'influence des deux mécanismes de déformation sur l'évolution de la texture de la phase β , un modèle de déformation plastique de type Taylor a été mis en œuvre. Nous avons utilisé ce modèle, qui suppose que le seul mécanisme actif est le glissement cristallographique, pour suivre l'évolution de la texture de la phase β au cours de la déformation. Les résultats de ces simulations, présentés dans le quatrième chapitre, nous ont permis de quantifier le rôle de chacun des mécanismes activés (transformation de phases sous contrainte ou/et glissement cristallographique) dans l'accommodation de la déformation totale.

Le cinquième chapitre est consacré à la modélisation des textures de transformation de phases. Après avoir montré que les transformations de textures de ce matériau se produisaient avec de fortes sélection de variantes, nous avons développé et utilisé un modèle de transformation de textures tenant compte de la sélection des variantes. Ce modèle nous a permis de tester différentes hypothèses relatives aux mécanismes à cette sélection. Cette transformation se produisant sous l'action d'un champ de contraintes appliqué, les critères énergétiques de sélection de variantes nous ont paru les plus réalistes.

Chapitre I

Aspects métallurgiques de l'alliage β -CEZ

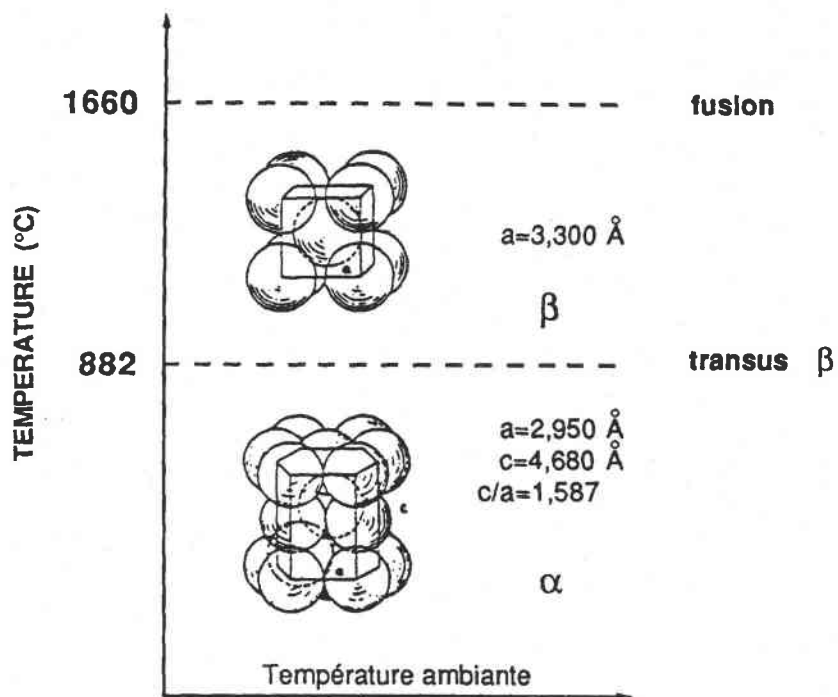


Fig. 1.1 : La transformation allotropique du titane [1].

I.1- Introduction

Les alliages de titane sont des alliages largement utilisés dans l'industrie aéronautique du fait de leur excellente tenue à la corrosion, leur faible densité et leur grande résistance. Actuellement, le TA6V est l'alliage de titane α/β le plus répandu, mais un intérêt croissant pour les alliages β -métastables se développe maintenant. En effet, ces alliages sont appréciés pour leur très bonne formabilité à froid. De plus, la précipitation très fine, par exemple de phase α , lors de traitements thermiques ultérieurs confère à ces alliages un important caractère durcissant.

Le β -CEZ, mis au point par la société CEZUS, a été développé pour des applications à températures élevées et plus particulièrement pour des disques de compresseurs utilisés dans des moteurs d'avion.

Afin de comprendre et d'optimiser les propriétés d'usage de ces matériaux, il est important de se familiariser avec la métallurgie du titane et les modes de déformations actifs pour comprendre les séquences de précipitation des différentes phases, en particulier de la phase α'' . C'est pourquoi ce travail comporte également une étude bibliographique sur la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$.

I.2- La métallurgie des alliages de titane

I.2.a- Les variétés allotropiques du titane

Aux températures inférieures à 882°C, la variété stable du titane pur possède une structure hexagonale compacte (fig. I.1). A température ambiante, cette phase, appelée α , a pour paramètre de maille :

$$\begin{aligned} a &= 2.95 \text{ \AA} \\ c &= 4.68 \text{ \AA} \\ c/a &= 1.587 \end{aligned}$$

Au-dessus de 882°C, la phase α se transforme de manière allotropique en une phase β cubique centrée de paramètre de maille $a=3.30 \text{ \AA}$ stable jusqu'à la fusion (1660°C).

La transformation $\beta \rightarrow \alpha$ est une transformation qui présente des caractéristiques que l'on retrouve dans la transformation de type martensitique et dont le mécanisme a été proposé par Burgers dans le cas du Zirconium [2] et repris ensuite dans le cas du titane [3]. Des relations d'orientations mutuelles strictes existent entre les deux phases :

Relations de BURGERS :

$$\begin{aligned} (0001)_{\alpha} // (110)_{\beta} \\ \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha} // \langle 111 \rangle_{\beta} \end{aligned}$$

Éléments		Diagrammes d'équilibre (*)	Solutions solides d'insertion	Solutions solides de substitution
Alphagènes			O ₂ , N ₂ , B, C	Al
Bêtagènes	isomorphes			Mo, V, Nb, Ta
	eutectoides		H ₂	Mn, Fe, Cr, Co, W, Ni, Cu, Au, Ag, Si
Neutres				Sn, Zr,

Tab. I.1 : Influence des principaux éléments d'addition sur les températures de transformation $\beta \leftrightarrow \alpha$ [4].

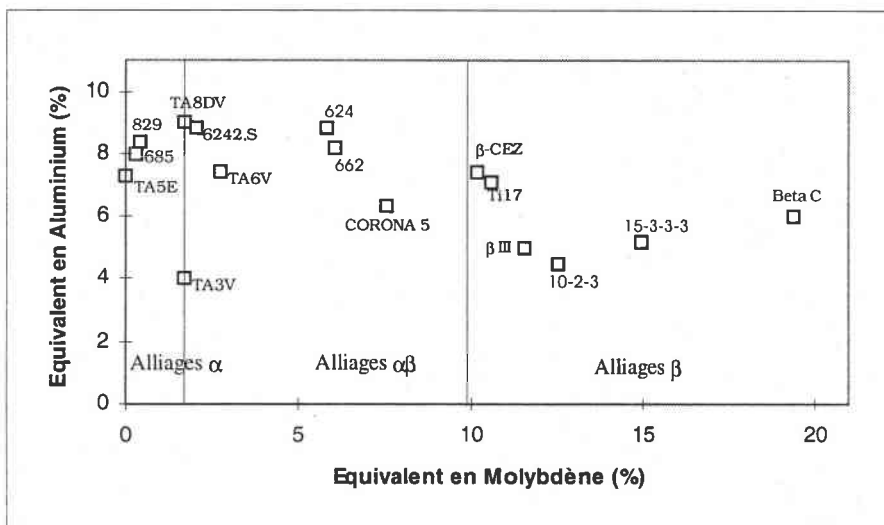


Fig. I.2 : Répartition des alliages de Titane dans le diagramme Mo_{eq}-Al_{eq} [5].

I.2.b- L'influence des différents éléments d'alliage

Le titane étant un métal de transition, il peut former des solutions solides avec un grand nombre d'éléments d'addition. Le tableau I.1 nous donne une classification des principaux éléments d'alliage.

L'emploi d'éléments d'addition déplace les domaines d'existence des phases α et β , et fait apparaître un domaine biphasé $\alpha+\beta$. Les phases α et β peuvent être stabilisées en quantité plus ou moins importante suivant les éléments d'addition. Ceux-ci sont classés en trois grandes catégories :

* Les éléments α -gènes solubles en grande partie dans la phase α ; les diagrammes présentés Tab.I.1 révèlent que les températures de transus α et β sont augmentées, le domaine de stabilité de la phase α est donc plus étendu. Ces éléments sont, entre autres, l'Aluminium (Al), l'Oxygène (O), le Carbone (C), l'Azote (N)...

L'Aluminium est un des constituants majeurs des alliages de Titane commerciaux ; il permet, en solution solide, un durcissement important de la phase α . Cependant, en trop grande quantité, il conduit à la précipitation de la phase α_2 (Ti_3Al) extrêmement fragilisante.

* Les éléments β -gènes sont mis en solution dans la phase β et abaissent les points de transformation. Ces éléments peuvent être subdivisés en deux catégories distinctes :

- les isomorphes qui permettent de stabiliser la phase β jusqu'à la température ambiante. Les plus couramment utilisés sont le Molybdène (Mo), le Vanadium (V) et le Niobium (Nb).

Le Molybdène est l'élément qui possède le pouvoir β -gène le plus important : il confère à l'alliage une réponse rapide aux traitements thermiques, améliore la trempabilité et retarde l'apparition de la phase fragilisante Ti_3Al . Sa teneur dans l'alliage doit cependant être limitée en raison de sa masse spécifique élevée.

- les eutectoïdes (Mn, Fe, Cr, Co), qui ont une solubilité restreinte dans les phases α et β , peuvent donner naissance à des composés intermétalliques définis conduisant à la formation d'eutectoïdes. Dans la pratique, on leur ajoute des éléments β isomorphes pour éviter la formation de ces composés définis.

* Les éléments neutres, comme le Zirconium (Zr) et l'Étain (Sn) affectent peu les points de transformation. Ces deux éléments sont très solubles dans la phase α et permettent son durcissement. Ils contribuent en général à améliorer la résistance au fluage.

Le choix judicieux des éléments d'addition (stabilisant ou non de la phase β) est un moyen de contrôle important pour l'obtention des propriétés souhaitées [35,36]. Selon les teneurs de ces éléments dans les alliages, il est possible de distinguer parmi ces derniers plusieurs catégories.

I.2.c- Les différentes classes d'alliages

La proportion en éléments d'addition peut être rationalisée dans un diagramme Al_{eq} Mo_{eq} (fig. I.2), où Al_{eq} et Mo_{eq} sont respectivement les équivalents en Aluminium pour les α -gènes et en Molybdène pour les β -gènes calculés suivant les équations suivantes :

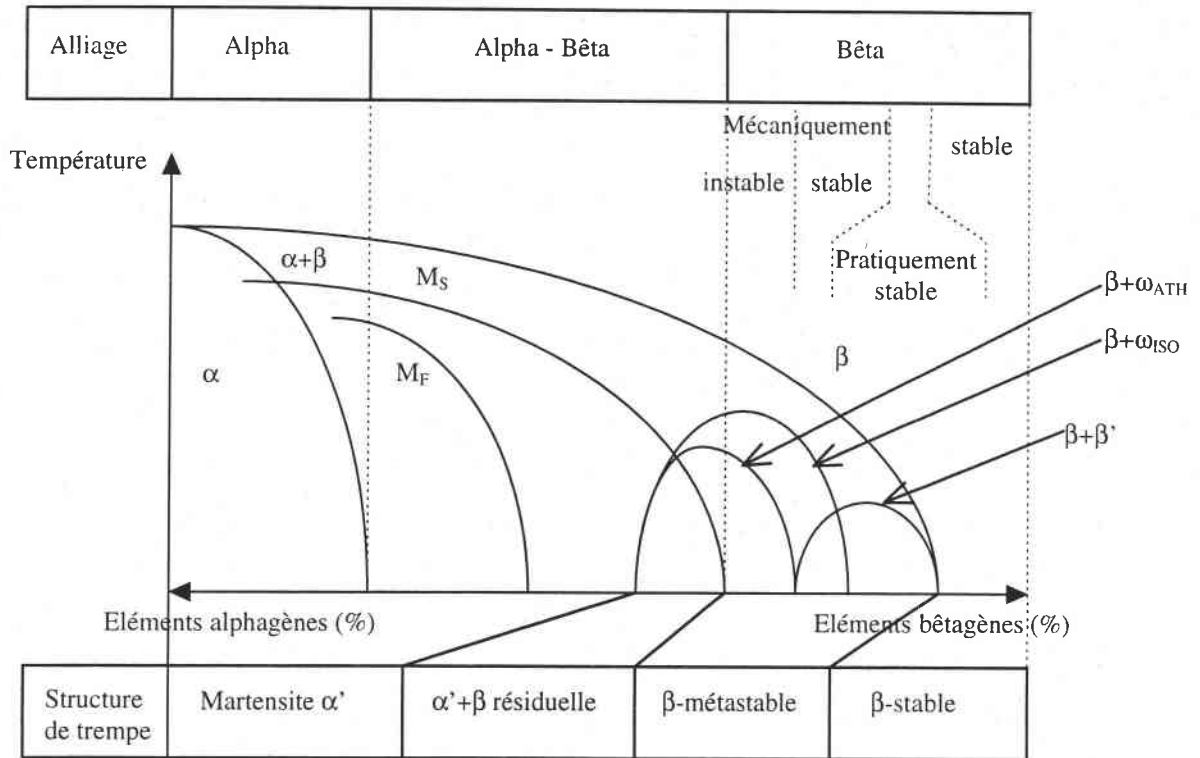


Fig. 1.3 : Représentation schématique de la classification des alliages de titane à partir d'un diagramme pseudo-binaire d'équilibre sur lequel figurent les constituants obtenus par trempe [6].

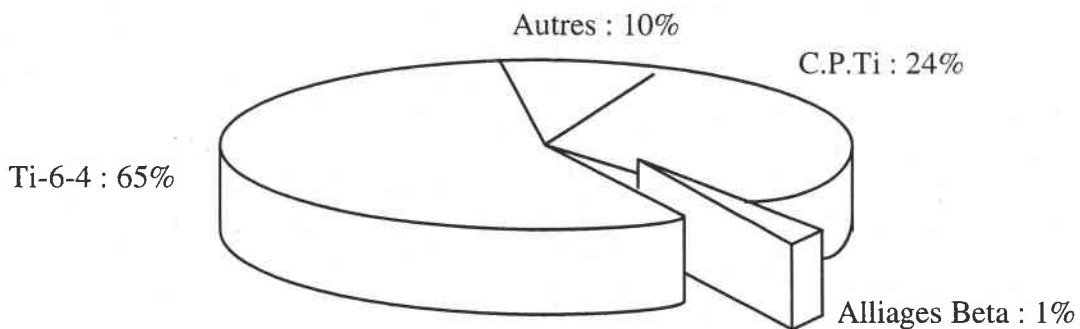


Fig. 1.4 : Distribution approximative des différents alliages sur le marché du titane [7].

$$Al_{eq}(\% \text{ en poids}) = Al + \frac{Sn}{3} + \frac{Zr}{6} + 10 O_2$$

$$Mo_{eq}(\% \text{ en poids}) = Mo + \frac{V}{1.5} + \frac{Cr}{0.6} + \frac{Fe}{0.35} + \frac{Cu}{1.3} + \frac{Nb}{3.6}$$

Le pourcentage en Mo_{eq} permet de classer les alliages en plusieurs catégories : les alliages dont la teneur en Mo_{eq} est inférieure à 1.5% sont classés dans la catégorie des alliages α , ceux dont le pourcentage en Mo_{eq} est supérieur à 11% sont classés dans la catégorie des alliages β , les alliages biphasés α/β ont une teneur en Mo_{eq} comprise entre 1.5 et 11%. La classification des alliages de titane est représentée schématiquement fig.I.3.

Les alliages α ou quasi- α

Les alliages α sont constitués majoritairement d'éléments α -gènes ou neutres. La teneur en est cependant limitée à 9% dans la pratique pour éviter la formation de Ti_3Al , phase très fragilisante.

Aux alliages monophasés α sont souvent ajoutées de faibles quantités d'éléments β -gènes (environ 2%) pour former des alliages quasi- α . Grâce à cette addition, la phase β peut être en partie stabilisée, ce qui améliore la forgeabilité à froid.

Ces alliages possèdent également une excellente tenue au fluage jusqu'à une température d'environ 650°C. Ils sont particulièrement aptes au soudage et tenaces jusqu'aux températures cryogéniques.

Par exemple, l'alliage IMI829 (Ti-5.5Al-3.5Sn-3Zr-0.3Mo-0.3Si-1Nb) [8] est un alliage quasi- α utilisé pour sa bonne tenue au fluage. En effet, suite à un traitement en β , cet alliage possède une microstructure de type ' β -transformé' qui lui confère cette propriété. Toutefois, l'inconvénient de ce type d'alliage réside dans sa tenue très moyenne en fatigue.

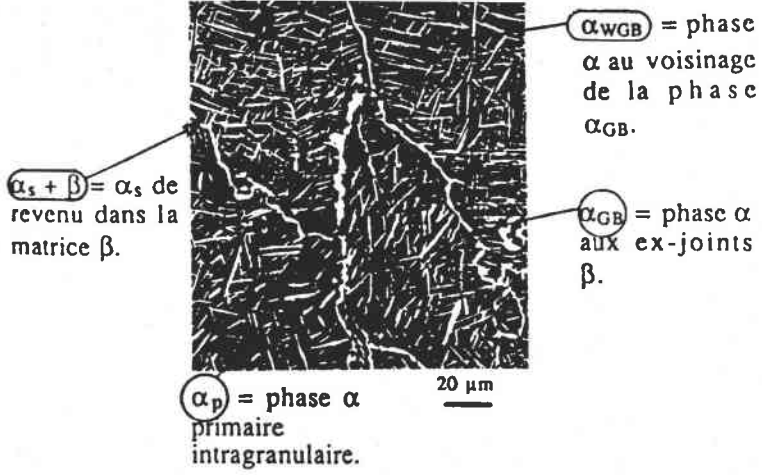
Les alliages α/β

Ces alliages contiennent à la fois des éléments α -gènes pour stabiliser et renforcer la phase α de même que des éléments β -gènes pour permettre à la phase β d'être retenue à température ambiante dans une proportion en général supérieure à 10% [5] sans toutefois atteindre 100%. Ces alliages possèdent une meilleure réponse aux traitements thermiques et une résistance en traction améliorée par rapport aux alliages de type α , grâce à leur structure biphasée $\alpha+\beta$.

Une gamme variée de microstructure peut alors être obtenue, suivant le traitement thermo-mécanique subi.

Par exemple, lors d'une trempe rapide depuis le domaine β , la phase β peut subir une transformation martensitique, la température de début de transformation (M_s) étant supérieure à la température ambiante. Cette transformation peut être totale ou partielle, suivant que la température de fin de transformation (M_f) est supérieure ou inférieure à la température ambiante. Une partie de phase β non transformée peut donc être conservée à température ambiante. La phase martensitique, appelée α' , est de même composition chimique que la phase β et de structure hexagonale compacte.

L'alliage de cette catégorie le plus employé est le TA6V (Ti-6Al-4V) (fig. I.4).

Phases	Structures cristallographiques	Caractéristiques
α	Hexagonale	<p>C'est le produit stable de la décomposition de la matrice β. De composition chimique différente de β, elle obéit aux relations de Burgers.</p>  <p>α_{WGB} = phase α au voisinage de la phase α_{GB}.</p> <p>α_{GB} = phase α aux ex-joints β.</p> <p>α_p = phase α primaire intragranulaire.</p> <p>$\alpha_S + \beta$ = α_S de revenu dans la matrice β.</p> <p>20 μm</p> <p>Représentation des différentes morphologies de la phase α</p>
α_{GB}		Au premier stade du refroidissement, précipitation de la phase α aux joints de grains β .
α_{WGB}		Phase α de type Widmanstätten qui précipite à partir de α_{GB} .
α_p		Phase α primaire intragranulaire : phase α à l'équilibre issue d'un traitement de mise en solution dans le domaine $\alpha+\beta$.
α_S		Phase α secondaire intragranulaire : produit de la transformation de la phase β lors du revenu.
2α	Hexagonale	C'est une phase ayant les mêmes paramètres de maille que la phase α , mais qui n'est pas en relation de Burgers avec la phase β .
α_2	Hexagonale	Structure ordonnée de la phase α .
α'	Hexagonale	De même composition chimique que la phase β dont elle est issue. Deux mécanismes de formation : <ul style="list-style-type: none"> - par trempe rapide pour des alliages tels que le pourcentage en Mo équivalent est inférieur à 5, - par décomposition de la phase β sous l'effet d'une contrainte : martensite d'écroutissage.
α''	Orthorhombique	Autre phase martensitique qui apparaît dans les alliages de Titane dont la teneur en éléments β -gènes est plus élevée. Les principales caractéristiques de cette phase sont détaillées en fin de ce chapitre.
ω	Hexagonale	Produit de la transformation de la phase β lorsque l'alliage est suffisamment enrichi en éléments β -stabilisants.
ω_{ath}		Transformation de β lors d'une trempe rapide d'alliages suffisamment riches en éléments β -gènes.
ω_{iso}		Transformation de β lors d'un revenu effectué entre 200 et 400°C environ.
ω_S		Formée sous l'action d'une contrainte extérieure. Sa formation est presque toujours associée au maclage de type $\{332\}\langle 113 \rangle$ dans les alliages de Titane β métastables.
β	Cubique Centrée	Phase stable à haute température.
β'	Cubique Centrée	Phase apparaissant, dans les alliages à teneur élevée en éléments β -gènes, par décomposition spinodale de la phase β . C'est un précurseur de la phase α .

Tab. I.2 : Principales phases présentes dans les alliages de Titane.

Les alliages β -stables (par ex. le Ti20V5Al) ou β -métastables (par ex. le β -Cez)

Les alliages β peuvent être classés en deux catégories en fonction de la stabilité de la phase β maintenue à température ambiante :

- les alliages β stables,
- les alliages β métastables.

Les alliages de type β stables sont des alliages très fortement chargés en éléments β -gènes, ce qui confère à la phase β une plus grande stabilité thermodynamique à température ambiante.

Les alliages β -métastables ont l'avantage d'une rapide réponse aux traitements thermiques et d'une bonne trempabilité alliée à une facilité de mise en forme et une faible densité.

Ce type d'alliage est caractérisé par une température de début de transformation martensitique M_s en-dessous de la température ambiante.

Une trempe énergique depuis le domaine haute température β permet de conserver à basse température la phase β sous forme métastable. Le diagramme de la figure I.3 montre que l'on peut alors distinguer deux sortes d'alliages : les alliages β mécaniquement stables et les alliages β mécaniquement instables. Pour ces derniers, l'action d'une contrainte extérieure permet d'activer une transformation martensitique ($\beta \rightarrow \alpha''$ ou $\beta \rightarrow \alpha'$ par exemple). Parmi ces alliages, on citera le Ti17 (Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr) et le β -Cez, qui se situent à la limite des alliages α/β et β -métastables.

I.2.d- Les transformations de phases dans les alliages de titane β -métastables

Le principe de base des traitements thermiques d'alliages β -métastables repose sur la capacité à maintenir à température ambiante une certaine quantité de phase β cubique centrée, par trempe plus ou moins énergique. Lors du vieillissement ou du revenu ultérieur, la précipitation de la phase α provoque un durcissement important du matériau.

Les caractéristiques microstructurales de ces alliages sont conditionnées par l'enchaînement des traitements thermomécaniques subis qui comprennent le forgeage, la mise en solution, la trempe et le vieillissement.

Suite à différents traitements thermomécaniques, une grande variété de phases et de microstructures peut être obtenue, conférant à ces alliages des comportements variés.

Il est donc nécessaire de connaître dans la phase β métastable les phases hors équilibre et leurs conditions d'obtention. Le mode de formation des différentes phases apparaissant dans les alliages de titane a déjà été largement décrit [4,6,9].

Nous rappelons brièvement dans un tableau les résultats empruntés à Henri et Mora [10,11] qui répertorient les principales phases rencontrées dans les alliages de Titane (Tab. I.2).

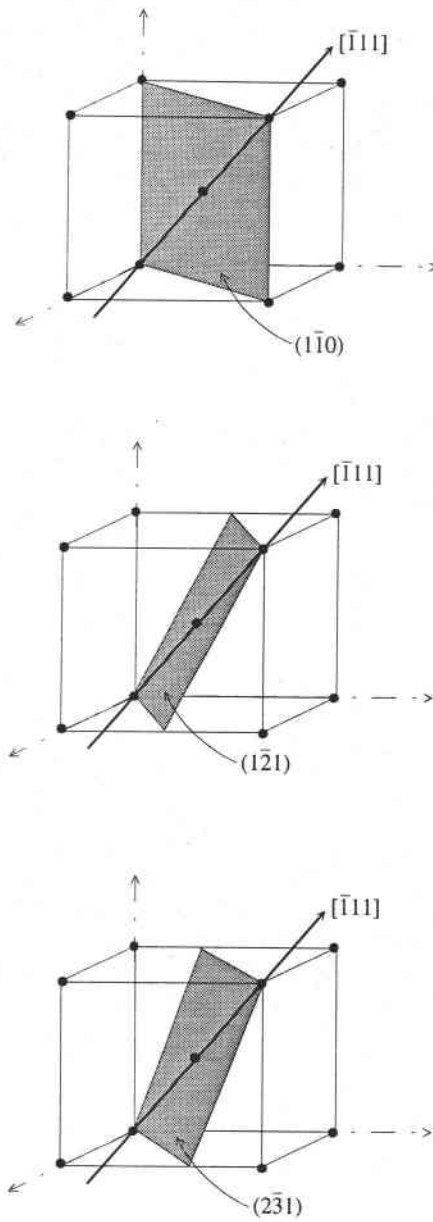


Fig. I.5 : Principaux systèmes de glissement dans les cubiques centrés [14].

Une structure β -métastable, obtenue par trempe rapide depuis le domaine monophasé β , peut être déstabilisée par écrouissage et subir une transformation $\beta \rightarrow \alpha''$ partielle. Lors d'un revenu ultérieur, les platelets de martensite α'' influencent la précipitation de la phase α stable à température ambiante.

La température de mise en solution et la vitesse de refroidissement après mise en solution ont une très forte influence sur l'état microstructural du matériau à température ambiante. En effet, elles régissent la précipitation des différentes phases (les phases pouvant précipiter pendant le refroidissement étant les phases α et ω) et donc le degré de stabilité de la phase β . Pendant le processus de mise en forme ultérieur, ces facteurs microstructuraux ont un effet important sur l'activation des différents modes de déformation.

I.3- Les mécanismes de déformation actifs dans les alliages de titane

I.3.a- Introduction

Les alliages de titane β , dans un état métastable, sont réputés pour leur bonne capacité à se déformer plastiquement à température ambiante [12,13]. Les modes de déformation accommodant cette déformation plastique varient selon la composition des alliages considérés. Les caractéristiques mécaniques des alliages de titane β sont influencées par le mode de déformation, glissement ou maclage, ainsi que par la précipitation des phases induites sous contrainte.

Nous répertorierons donc dans un premier temps les différents modes de déformation actifs lors d'une sollicitation à froid des alliages de titane β métastables. L'influence de la teneur en éléments d'addition, c'est à dire de la stabilité de la phase β et de la proportion de phase ω athermique précipitant pendant la trempe, sur la compétition entre ces modes de déformation sera étudiée.

I.3.b- Les différents mécanismes de déformation

Les déplacements coordonnés d'atomes, sous l'effet des contraintes externes, se font principalement par glissement et/ou maclage. Les mécanismes de déformation dépendent des conditions expérimentales comme par exemple la température, la vitesse de déformation, l'orientation et la taille des grains et la présence d'une seconde phase.

Le glissement cristallographique :

Un système de glissement est défini par une direction et par un plan généralement denses. Dans les matériaux cubiques centrés, les principaux systèmes de glissement font intervenir la direction dense $\langle 111 \rangle$ (fig. I.5). Ces glissements se font en général sur le plan dense $(110)_\beta$, mais les plans $(112)_\beta$ et $(123)_\beta$ (plans quasi-denses) ont aussi été identifiés comme étant des plans de glissement actifs dans les matériaux cubiques centrés.

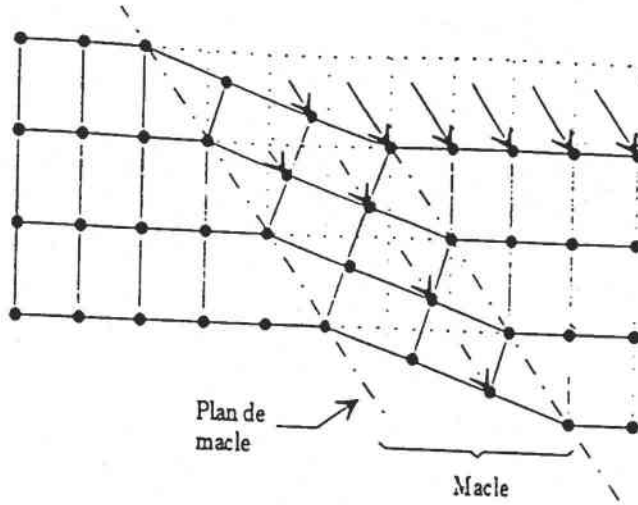


Fig. I.6 : Schéma d'une macle [14].

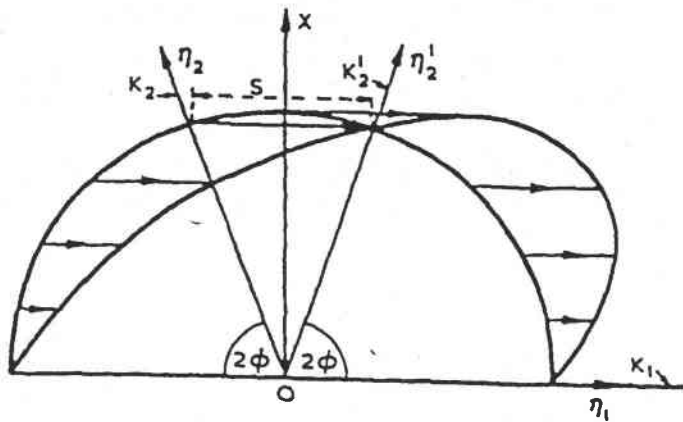


Fig. I.7 : Définition des éléments géométriques de la macle [14].

Le maclage :

Le processus de déformation par maclage entraîne une translation par cisaillement du réseau parallèlement au plan de macle et selon une direction dite de maclage. Ce mode de déformation est tel que le réseau maclé est symétrique du réseau primitif par rapport au plan de macle. Le déplacement subi par chaque atome est inférieur à une distance interatomique (fig. I.6). La géométrie de la macle est représentée fig. I.7 avec :

- K_1 : le plan de macle, plan invariant par cisaillement,
- η_1 : la direction de macle,
- K_2 : le deuxième plan sans distorsion,
- η_2 : intersection de K_2 avec le plan de cisaillement.

Le taux de cisaillement S est : $S = 2\cotg 2\phi$

Compte tenu du grand nombre de systèmes de glissement pouvant être activés dans les matériaux de symétrie cubique centrée, le maclage est peu fréquent. Les macles se forment surtout à basse température et pour des grandes vitesses de déformation. Le système de déformation le plus couramment rencontré lors d'une déformation de métaux cubiques centrés est $\{112\}\langle 111\rangle$ [14]. Cependant, il a été mis en évidence que les alliages de titane β métastables se déforment sur un système différent, à savoir $\{332\}\langle 113\rangle$, associé à la formation de la phase ω_s (phase ω induite sous contrainte) [15,16].

La transformation martensitique induite sous contrainte :

Nous rappellerons tout d'abord que les phases induites sous contrainte peuvent être de plusieurs sortes, à savoir la phase ω_s dont la formation est associée au maclage $\{332\}\langle 113\rangle$ et les phases martensitiques α' et α'' , respectivement de structure cristallographique hexagonale compacte et orthorhombique [17]. Nous nous intéresserons dans ce travail à la formation de la phase α'' en particulier.

Sous l'action d'un champ de contrainte extérieur, la phase β métastable peut se transformer en martensite. L'énergie mécanique fournie par les contraintes extérieures permet la formation de martensite et la transformation peut débiter à une température supérieure à M_s . En d'autres termes, l'application de contraintes a pour conséquence d'élever la température M_s d'autant plus que ces contraintes sont plus élevées. Cependant, si la température est trop élevée au-dessus de M_s , il peut y avoir compétition entre le processus de transformation martensitique et celui de la déformation plastique classique de la phase mère. Une température M_d est alors définie, température au-dessus de laquelle, même en présence de contraintes, la transformation martensitique ne peut se produire.

La formation de platelets de phase martensitique est donc un moyen supplémentaire qui permet d'accommoder la déformation macroscopique.

Il semble exister une sorte de compétitivité entre ces différents modes de déformation plastique, compétitivité régie par la nature de l'alliage considéré.

I.3.c- Conditions d'activation de ces différents modes de déformation

Afin de préciser l'influence des éléments d'addition sur le comportement de la phase β pendant une déformation à température ambiante, Ishiyama et Col [17,18] ont caractérisé les modes de déformation d'alliages de titane binaires β -métastables dopés avec des additions d'Etain (Sn), de Zirconium (Zr) et d'Aluminium (Al).

Les alliages binaires Ti-16V et Ti-7Cr sont, après une trempe rapide depuis le domaine β cubique centré, constitués principalement d'une matrice β et d'une phase ω athermique. Le mode de déformation dominant de ce type d'alliage est le maclage de type (332).

L'Etain et le Zirconium (éléments classifiés neutres), en tant qu'éléments d'addition ternaires à ces alliages, n'ont pas la même influence sur le mode de déformation.

L'Etain, qui retarde la précipitation de la phase ω pendant la trempe [19], change le mode de déformation du maclage de type (332) à une transformation martensitique induite sous contrainte et cela jusqu'à une teneur de 4%. L'alliage ternaire Ti-16V-4Sn accommode la déformation par une transformation de phase étudiée également par d'autres auteurs [20]. Une teneur de plus de 4% d'Etain diminue la proportion de transformation martensitique.

Le Zirconium, lui, ne semble pas avoir d'influence ni sur la précipitation de la phase ω , ni sur le mode de déformation plastique. Les alliages ternaires de type Ti-16V-Zr et Ti-7Cr-Zr se déforment, tout comme les alliages binaires, par maclage de type (332).

L'Aluminium (jusqu'à une teneur de 1.5%), comme l'Etain, restreint la précipitation de la phase ω durant la trempe [19], le mode de déformation dominant est alors la transformation martensitique induite sous contrainte.

Certains alliages commerciaux β -métastables ont été également étudiés. Le Ti-10V-2Fe-3Al, grâce à l'addition de 2% de Fer et 10% de Vanadium, peut, suite à une trempe rapide depuis le domaine β , maintenir à température ambiante une structure β -métastable. L'application d'une faible contrainte extérieure à ce matériau entraîne la transformation martensitique $\beta \rightarrow \alpha''$ [21,22,23].

D'autres alliages, comme T129 (Ti-11.5V-2Al-2Sn-11.3Zr), présentent, suite à la trempe, une structure biphasée $\beta + \alpha''$, la proportion de phase α'' restant faible [24]. La déformation plastique induite par une traction uniaxiale à température ambiante est accommodée par la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$.

Les alliages commerciaux Ti-15.5Mo-6Zr-4.5Sn et Ti-15Mo-5Zr se déforment par maclage de type $\{332\}\langle 113 \rangle$ tandis que le glissement cristallographique est le mode de déformation dominant dans les alliages Ti-15Mo-5Zr-3Al, Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr et Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn [25].

L'alliage Ti-20V accommode une déformation plastique à température ambiante par l'activation du système de maclage $\{332\}\langle 113 \rangle$, avec la formation de la phase ω_s dans la macle [26].

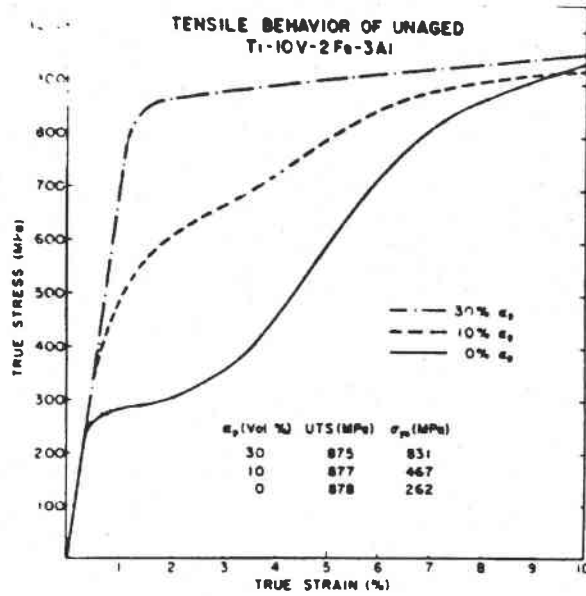


Fig. I.8 : Courbes contrainte-déformation pour trois niveaux de stabilité de l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al [22].

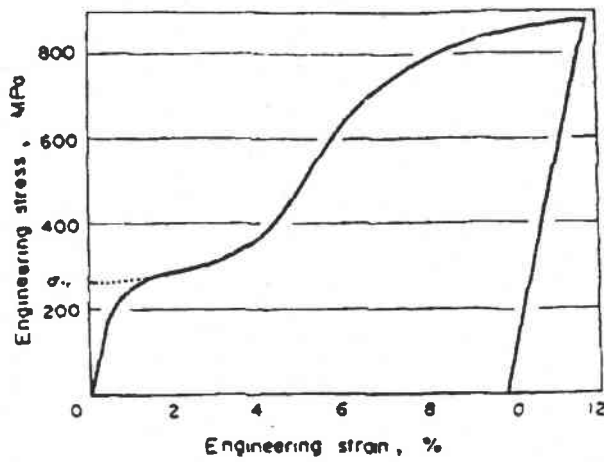


Fig. I.9 : Courbe σ - ϵ typique de l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al trempé [21].

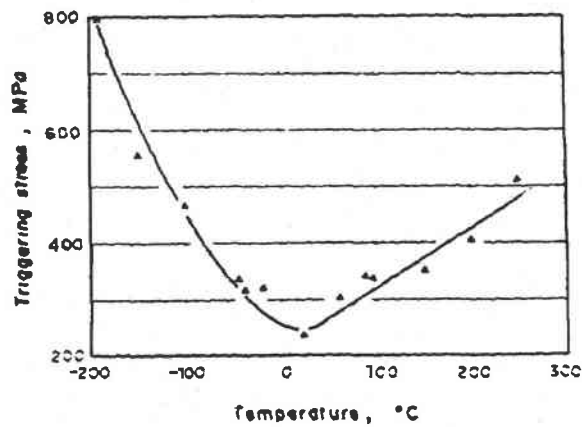


Fig. I.10 : Contrainte seuil d'initiation de la transformation martensitique en fonction de la température [21].

De plus, la composition chimique de la phase β peut aussi être modifiée dans un même alliage en effectuant différents traitements de mise en solution, soit en modifiant la proportion de phase α primaire présente à température ambiante.

Les travaux de Duerig [21,22,23] relatifs à l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al montrent clairement l'influence des conditions de mise en solution sur le mode de déformation plastique actif à température ambiante (fig. I.8).

Une mise en solution dans le domaine $\alpha+\beta$ mène à une structure biphasée constituée de phase α primaire et de phase β . Lorsque que l'on diminue la température de mise en solution, la quantité de phase α primaire (α_p) croît. La présence de α_p provoque un enrichissement en Fer et en Vanadium de la phase β et augmente donc sa stabilité chimique. La température de début de transformation martensitique M_S est alors abaissée et la température M_d est proche de la température ambiante. Lorsque la phase β est suffisamment stable, M_d est alors inférieure à la température ambiante et le matériau se déforme de manière classique par plasticité.

Diminuer la température de mise en solution, c'est-à-dire augmenter la proportion de phase α_p à température ambiante, supprime la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$ accommodant la déformation.

Une mise en solution dans le domaine β suivie d'une trempe conduit à une structure monophasée β qui, moins concentrée en Fer et en Vanadium, éléments β -stabilisants, est mécaniquement instable, la température M_d étant supérieure à l'ambiante.

Comme le montre la figure I.8, la courbe σ - ϵ présente dans ce cas une forme particulière appelée "double-yielding". Ceci se caractérise par une faible limite d'élasticité, un segment plat où la déformation se produit par transformation de phase sous une contrainte sensiblement constante, puis une portion à fort coefficient d'écrouissage.

La contrainte nécessaire pour initier la formation de ces plaquettes de martensite est appelée "trigerring stress" (σ_{tr}) ou contrainte seuil à l'initiation de la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$. Elle correspond à l'intersection entre les tangentes à la courbe dans le domaine élastique et du plateau (fig. 1.9). Elle dépend de la température à laquelle sont réalisés les essais. Duerig [21] montre que le minimum de cette contrainte est obtenu pour des déformations effectuées à température ambiante (fig. I.10).

Les premières plaquettes de martensite grossissent jusqu'à ce qu'une "barrière", telle que par exemple un joint de grains, soit rencontrée. La germination dans le grain voisin est alors activée et la transformation se fait sous contrainte presque constante. Puis au cours de la transformation, comme la matrice β est déjà en partie consommée par la transformation en phase α'' , la contrainte nécessaire à la formation de nouveaux germes et à leur croissance est plus importante, d'où le point d'inflexion sur la courbe. Le matériau se déforme ensuite de manière quasi-élastique jusqu'à ce que la contrainte appliquée devienne suffisamment importante pour activer le mouvement des dislocations.

T liquidus ($^{\circ}\text{C}$)	1600
T solidus ($^{\circ}\text{C}$)	1550
T de transition $\alpha+\beta\rightarrow\beta$ ($^{\circ}\text{C}$)	890
T de transition $\beta\rightarrow\alpha+\beta$ ($^{\circ}\text{C}$)	860
Densité (g/cm^3)	4.69

Tab. I.3 : Principales propriétés thermiques du β -CEZ [27].

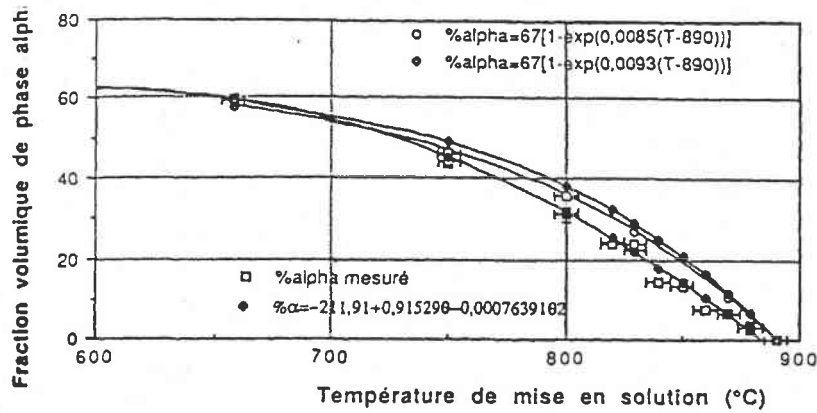


Fig. I.11 : Evolution de la fraction volumique de phase α présente dans le β -CEZ en fonction de la température de mise en solution [28].

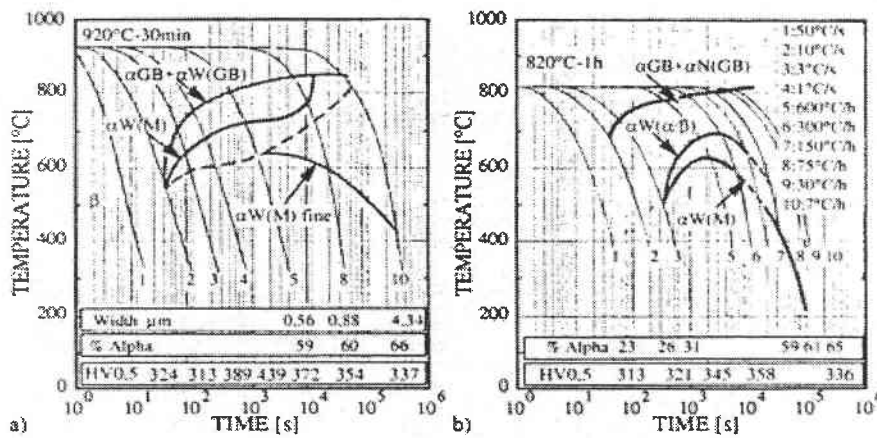


Fig. I.12 : Courbes T.R.C. de l'alliage β -Cez refroidi à partir de : (a) 920 $^{\circ}\text{C}$ et (b) 820 $^{\circ}\text{C}$ [29].

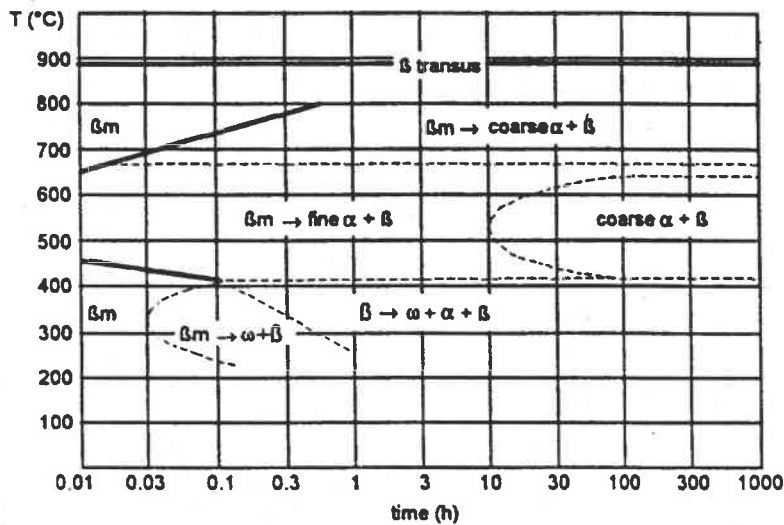
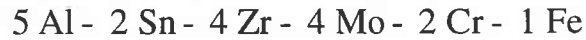


Fig. I.13 : Diagramme TTT pour des échantillons traités dans le domaine β [33].

I.4- Cas de l'alliage β -Cez en particulier

I.4.a- Présentation générale de l'alliage β -CEZ

Cet alliage, dont la composition nominale fournie par la société CEZUS est :



a été mis au point pour supplanter le Ti 17. On remarque en effet que sur le diagramme $\text{Al}_{\text{eq}}\text{-Mo}_{\text{eq}}$ présenté figure I.2, ces deux alliages sont très proches l'un de l'autre. Ils se situent tout deux à la limite des classes d'alliages $\alpha+\beta$ et β , ce qui fait d'eux des alliages de Titane β -métastables, capables de préserver à température ambiante de 25 à 100% de phase β -métastable. Les principales propriétés thermiques du β -CEZ sont répertoriées dans le tableau I.3 [27]:

I.4.b- Les principales microstructures obtenues suite à différents traitements de mise en solution

Comme nous l'avons dit précédemment, la composition chimique et donc la stabilité de la phase β sont régis par la proportion de phase α présente à température ambiante. La variation de la fraction volumique de la phase α lors d'une mise en solution est représentée fig. I.11 et suit une loi de type [28] :

$$\% \alpha = 67[1 - \exp(0.0085(T - 890))]$$

où 67 est la fraction volumique de la phase α à température ambiante,
T, la température de mise en solution et
890°C, la température de transus β .

Les courbes T.R.C. établies par Angelier [28,29] dans le cas de l'alliage β -CEZ pour des mises en solution dans le domaine $\alpha+\beta$ et dans le domaine β sont présentées fig. I.12.

Mise en solution dans le domaine cubique centré β

Un minimum de stabilité est obtenu pour une structure 100% β issue d'une mise en solution dans le domaine haute température de la phase β cubique centrée, suivie d'une trempe rapide jusqu'à la température ambiante. La vitesse critique de trempe, vitesse la plus faible assurant la rétention de la phase β à température ambiante, est assez rapide. Une étude réalisée par Lhermitte dans le cadre d'une thèse CNAM [30] montre qu'une mise en solution à 920°C pendant 30 min suivie d'une trempe à l'huile conduit à une microstructure biphasée constituée majoritairement de phase β et d'un début de précipitation de phase α .

Une mise en solution à 920°C pendant 30 min suivie d'un refroidissement à l'eau permet de maintenir, à température ambiante, une structure β -métastable. Une analyse par diffraction électronique révèle cependant la présence d'une faible proportion de fines particules de phase ω [31,32].

L'étude de la décomposition au chauffage d'une telle structure est représentée fig. I.13 [33].

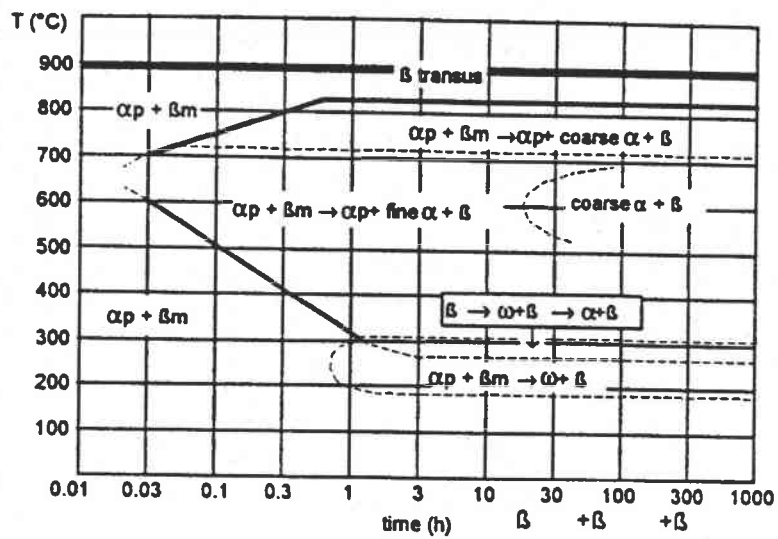


Fig. I.14 : Diagramme TTT pour des échantillons traités dans le domaine $\alpha + \beta$ [33].

Mise en solution dans le domaine biphasé $\alpha+\beta$

Une mise en solution dans le domaine $\alpha+\beta$ conduit à la formation d'une phase β haute température riche en éléments β -gènes. Un refroidissement à l'huile ou à l'eau mène à une microstructure biphasée : phase α primaire aiguillée sur une matrice β -métastable. L'étude de la décomposition au chauffage d'une telle structure est représentée fig. I.14.

Il est donc évident que la décomposition de la phase β métastable au cours du chauffage, soit à partir d'une structure $\beta_m+\omega_{ath.}$, soit à partir d'une structure $\beta_m+\alpha$, détermine en partie la morphologie et la distribution des précipités de phase α pendant le traitement de recuit dans le domaine $\alpha+\beta$.

Si, préalablement à ce recuit en $\alpha+\beta$, on fait subir au matériau un processus de mise en forme (par exemple du laminage) à température ambiante, l'activation des différents systèmes de déformation va provoquer une modification de la microstructure qui peut avoir une influence sur les séquences de précipitation durant le traitement en $\alpha+\beta$.

Il est donc intéressant d'observer l'influence que peut avoir l'état microstructural du matériau sur l'activation des modes de déformation.

I.4.c- Influence de la température de mise en solution sur le mode de déformation actif à température ambiante

Les mécanismes de déformation pouvant être activés dans le β -Cez sont de deux types : le glissement cristallographique et la transformation martensitique

Dans le cas particulier du β -CEZ, comme dans le cas des autres alliages de titane β -métastables, le mécanisme de déformation intervenant lors d'une sollicitation à froid dépend du degré de stabilité de la phase β , donc du traitement de mise en solution subi par le matériau.

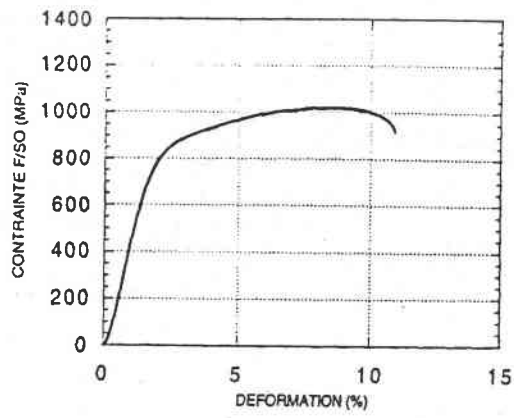
Mise en solution dans le domaine cubique centré β

Différents auteurs ont étudié les mécanismes de déformation actifs de l'alliage de Titane β -Cez dans un état β métastable lors d'une traction uniaxiale à température ambiante.

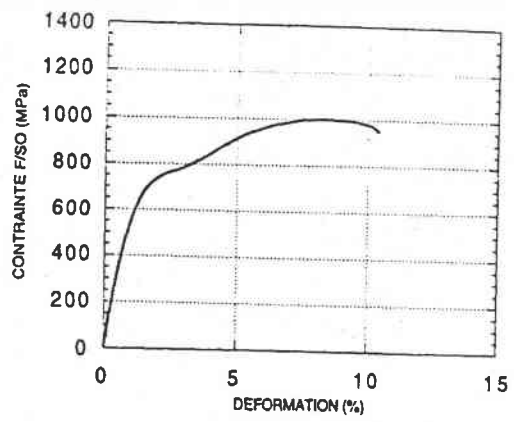
Henri [10], dans ces travaux, compare deux alliages :

- le Ti-10V-2Fe-3Al, pour lequel la martensite d'écrouissage γ est un phénomène courant. Le transus β pour ce matériau étant de 830°C, le traitement de mise en solution s'effectue à 890°C (domaine β) pendant 1 heure, et est suivi d'une trempe à l'eau.
- et le β -Cez, ayant subi un traitement de mise en solution dans le domaine β (920°C) pendant 1 heure, suivi d'une trempe à l'eau.

L'étude des courbes de traction et les examens en diffraction des rayons X mettent en évidence une légère précipitation martensitique dans le β -Cez peu comparable à celle observée dans le Ti-10V-2Fe-3Al.



(a)



(b)

Fig. I.15.: Courbes conventionnelles de traction après une mise en solution à (a) 920°C pendant 15 min, (b) 920°C pendant 60 min d'après [34].

Roubaud [34,35,36] a lui aussi mis en évidence la précipitation de la phase martensitique suite à des essais de traction uniaxiale sur des éprouvettes de β -CEZ ayant subi différents traitements de mise en solution. Deux traitements thermiques ont été mis en œuvre : un traitement à 920°C pendant 15 min suivi d'une trempe à l'eau et un traitement à 920°C pendant 60 min suivi d'une trempe à l'eau. Ces échantillons ont des tailles moyennes de grains de respectivement 130 et 220 μm . Les courbes de traction de ces deux échantillons sont présentées fig. I.15.

L'échantillon mis en solution à 920°C pendant 15 min montre une courbe contrainte-déformation "classique" alors que celle de l'échantillon mis en solution pendant 60 min à cette même température fait apparaître un "double yielding", associé à la transformation martensitique. La mise en solution à 920°C pendant 60 minutes provoque un grossissement des grains (taille moyenne des grains : 220 μm) plus important que dans le cas d'une mise en solution à la même température pendant 15 minutes (taille moyenne des grains : 130 μm). Il semble alors que la formation de martensite est plus aisée lorsque la taille des grains est importante [35]. Roubaud établit alors un parallèle entre la phase martensitique induite sous contrainte et la phase martensitique obtenue par trempe. Pour que la germination et la formation de martensite se produisent, il est nécessaire que la matrice accommode les déformations associées à la formation des variants. Kajiwara [37] montre que la température de début de transformation martensitique M_S diminue lorsque la taille de grain est petite. Cette diminution de M_S associée à la diminution de la taille de grain rend la formation de martensite induite sous contrainte plus difficile. Des niveaux de contrainte plus élevés seraient nécessaires pour obtenir une force motrice suffisante afin d'autoriser la transformation martensitique.

Les résultats présentés par Roubaud ne sont pas en accord avec les résultats présentés dans les travaux de Henri qui ne constate qu'une très faible précipitation de phase α'' .

Les différences de comportement peuvent être, d'après Roubaud, attribuées aux variations de composition chimique entre les différentes coulées.

Mise en solution dans le domaine $\alpha+\beta$

Une mise en solution en $\alpha+\beta$ suivie d'une trempe favorise peu la formation de martensite par déstabilisation de la phase β lors de l'application d'un champ de contrainte extérieur. L'examen par diffraction des RX de tels échantillons n'a pas permis de déceler de pics associés à la phase martensitique α'' . Il existe une double explication à ces résultats :

- la phase α primaire (α_p) retenant les éléments α -stabilisants, provoque une augmentation de la stabilité chimique de la phase β ,
- de plus, comme il a été précisé précédemment, la taille des domaines β susceptibles de se transformer est plus faible et la formation d'un variant de martensite est en conséquence plus difficile à accommoder. La température de début de transformation martensitique M_S est donc diminuée et la contrainte nécessaire à l'activation de la transformation martensitique $\beta \rightarrow \alpha''$ est supérieure à la contrainte seuil du glissement.

La transformation $\beta \rightarrow \alpha''$ induite pendant la déformation provoque un changement de texture, à savoir :

- une modification de la texture de la phase mère β ,
- la naissance d'une texture cristallographique très marquée de la phase martensitique α'' .

Une étude cristallographique de la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$ permettra donc de mieux expliquer les textures α'' issues de la transformation martensitique.

La dernière partie de ce chapitre propose donc une description succincte de la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$, une analyse cristallographique plus complète étant proposée au début du chapitre V, consacré à la simulation de la texture de changement de phases.

I.5- La transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$

I.5.a- Introduction

L'état microstructural du matériau avant tout traitement thermo-mécanique influence la séquence de précipitation des différentes phases. Ainsi, la présence de la phase martensitique α'' au sein de la matrice β semble être le site de précipitation préférentiel de la phase α (phase stable à température ambiante) lors d'un revenu ultérieur. Afin de mieux comprendre les microstructures issues des revenus, une brève étude cristallographique de la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$ est nécessaire.

I.5.b- Etude bibliographique de la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$

Nous rappelons que les phases induites sous contrainte sont de type α' , α'' et ω_S (qui accompagne le maclage $(332)\langle 113 \rangle$). Cependant, seules les caractéristiques de la phase α'' seront étudiées dans ce travail.

La phase α'' , produit de la décomposition de la phase β , peut apparaître suite à différents traitements thermomécaniques :

- Une trempe rapide depuis le domaine haute température (domaine β) induit, dans le cas de la plupart des alliages α/β et dans certains alliages binaires tels que Ti-Mo et Ti-Nb [9] ainsi que dans le cas de certains alliages β métastables comme le T134 (Ti-11.6V-2Al-2Sn-6Zr) et le T129 (Ti-11.5V-2Al-2Sn-11.3Zr) [24] une transformation de type martensitique.
- Certains auteurs ont observé la présence de la martensite α'' après mise en solution dans le domaine β , trempe et revenu. Dans les alliages Ti-10V-2Fe-3Al et β -Cez, la phase α'' a été mise en évidence après une mise en solution dans le domaine β puis revenu respectivement en dessous de 550°C [10] et entre 300 et 500°C [30,38],
- Cette phase est observée dans les alliages de titane β -métastables où la température de début de transformation M_S est abaissée en dessous de la température ambiante. La phase β métastable issue d'une trempe rapide depuis le domaine haute température β peut se transformer, sous l'action d'un champ de contrainte extérieur, en martensite. La phase ω_{ath} , qui précipite également pendant la trempe, influence la transformation sous contrainte $\beta \rightarrow \alpha''$ des alliages β métastables. Deux théories s'opposent :

* Duerig et Terlinde [23] ont suggéré que l'amorçage de la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$ nécessitait d'autant plus d'énergie que le volume de la phase ω_{ath} était important dans la matrice,

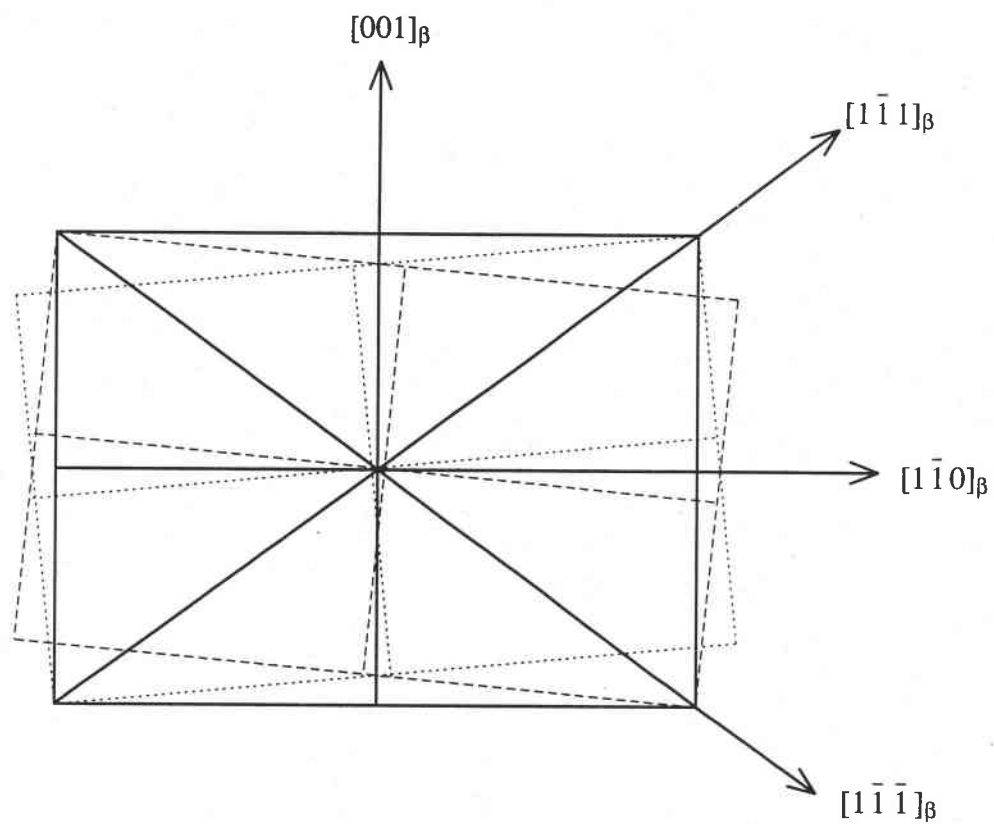


Fig. I.16 : Superposition d'un plan $(110)_\beta$ et de deux plans $(001)_{\alpha'}$ selon les relations d'orientation [9].

- * Flower [39] suppose que la phase ω , qui s'oppose au déplacement des dislocations et défauts générés lors de la déformation de l'alliage, augmente les contraintes internes dans le matériau, facilitant ainsi la transformation.

Les martensites issues de trempe et induites sous contrainte peuvent présenter une structure interne maclée [39,40,41].

I.5.c- La cristallographie de la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$

La transformation martensitique sous contrainte a été mise en évidence dans une large catégorie d'alliages de titane expérimentaux et commerciaux.

Les premières études sur la précipitation de cette phase pendant la déformation ont attribué à cette dernière une structure hexagonale [42,43] voire cubique centrée [44]. Cependant, grâce à l'utilisation de techniques plus précises, la structure cristalline de la phase induite sous contrainte a, plus tard, été identifiée comme une structure orthorhombique [22].

La phase α'' , décrite par une maille orthorhombique, est caractérisée par :

$$\begin{array}{ll} a=3.03 \text{ \AA} & \alpha=\pi/2 \\ b=3.90 \text{ \AA} & \beta=\pi/2 \\ c=4.64 \text{ \AA} & \gamma=\pi/2 \end{array}$$

Comme la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$ est une transformation martensitique où le régime diffusionnel n'est pas prédominant, un vecteur donné dans la phase mère se transforme en un vecteur particulier dans la phase martensitique. Il est alors possible d'établir une correspondance entre les réseaux initiaux et finaux. Cette correspondance est décrite de manière générale par des relations d'orientations mutuelles strictes entre les phases β cubique centrée et α'' orthorhombique [9,21] :

$$\begin{array}{l} (1 \ 1 \ 0)_{\beta} // (0 \ 0 \ 1)_{\alpha''} \\ [1 \ 1 \ \bar{1}]_{\beta} // [1 \ 1 \ 0]_{\alpha''} \end{array}$$

La transformation de phases, obéissant à ces relations, donne 12 variants cristallographiques possibles (fig. I.16). En effet, pour chacun des six plans de type $(110)_{\beta}$, il y a deux possibilités de mettre en coïncidence les directions cristallographiques impliquées dans la relation d'orientation [9].

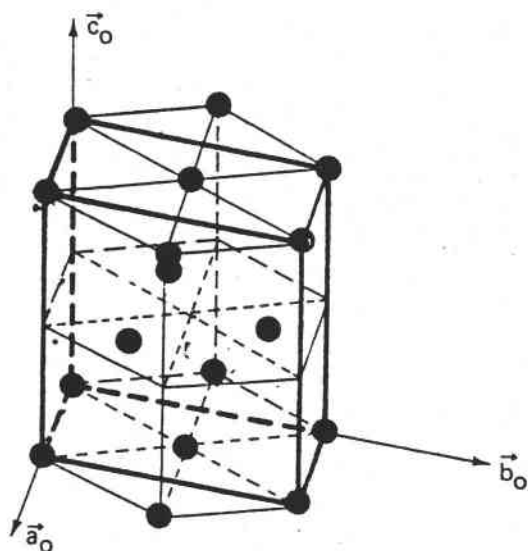


Fig. I.16 : Cristallographie de la maille orthorhombique de la martensite α' .

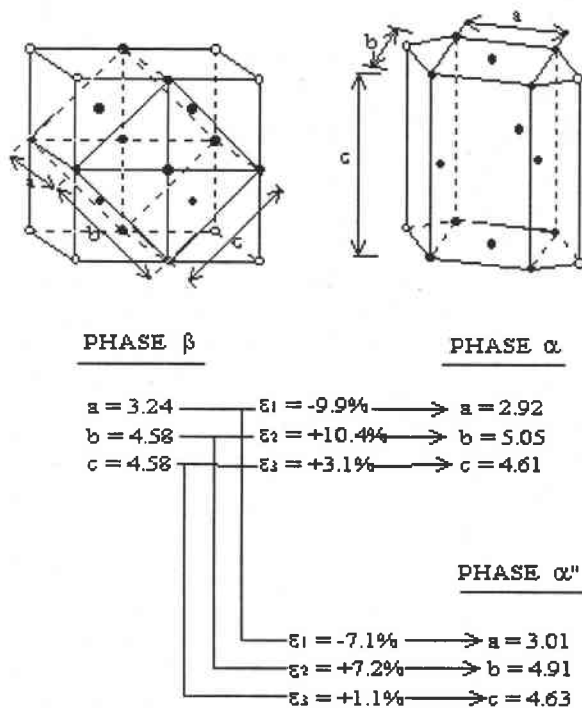


Fig. I.17 : Représentation orthorhombique des phases β et α []. Les paramètres de réseau et de déformation ont été déterminés pour l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al [21].

Ces relations d'orientations peuvent être déduites du modèle de Burgers en décrivant la maille orthorhombique dans une maille hexagonale (fig. I.17)

La figure I.18 présente le réseau cubique centré et le réseau hexagonal par leurs équivalents dans un système orthorhombique. Cette considération permet de déduire les paramètres de la maille de la martensite α'' à partir des paramètres de maille de la phase β , suivi d'une déformation du réseau :

$$\begin{aligned} a_{\beta} &\rightarrow a_{\alpha''} \\ b_{\beta} = \sqrt{2}a_{\beta} &\rightarrow b_{\alpha''} \\ c_{\beta} = \sqrt{2}a_{\beta} &\rightarrow c_{\alpha''} \end{aligned}$$

Les déformations du réseau pour former les phases α' et α'' sont données sur la figure I.18 dans le cas de l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al. On remarque que les déformations ε_1 , ε_2 et ε_3 nécessaires au passage du réseau de la phase β aux réseaux des phases α' et α'' sont de même sens mais d'amplitude différente. Duerig [21] propose alors d'interpréter la phase orthorhombique α'' comme étant une structure intermédiaire entre les phases β cubique centrée et α' hexagonale compacte. Nwobu et col [24] considèrent eux aussi que la martensite α' peut uniquement se former par transformation induite sous contrainte $\beta \Rightarrow \alpha'' \Rightarrow \alpha'$.

I.5.d- Conclusion

L'application d'une contrainte extérieure à certains alliages β -métastables, comme par exemple le β -Cez ou plus couramment le Ti-10V-2Fe-3Al, induit une transformation de phases de type $\beta \rightarrow \alpha''$. La déformation nécessaire à la transformation de la maille cubique centrée de la phase β à la maille orthorhombique de la phase martensitique α'' est un moyen additionnel d'accommoder une partie de la déformation macroscopique imposée. Cette déformation du réseau associée à la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$ sera exploitée plus largement dans le cas particulier de l'alliage β -Cez dans le chapitre V portant sur l'étude de la formation de la texture de la phase α'' pendant la déformation à froid.

Les outils principaux de ce travail de thèse sont les textures cristallographiques. En effet, l'étude des textures cristallographiques, c'est-à-dire de la statistique d'orientation des cristallites au sein du matériau avant et après application de la contrainte extérieure sur les différentes phases présentes à température ambiante doit nous apporter des renseignements supplémentaires sur les caractéristiques de la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$. Après avoir, dans le prochain chapitre, détaillé la méthodologie de l'analyse de texture, les résultats expérimentaux seront exposés au chapitre III.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- 1- B. Champin
Traitements thermiques 1982, n°163, p19
- 2- W.G. Burgers
Metallwirtschaft., 13, 1934, p785
- 3- L. Seraphin
Mémoires scientifiques, Rev. Metall., 62, n°4, 1965, p291
- 4- B. Gelas, M. Armand, L. Seraphin, R. Tricot
Techniques de l'ingénieur, 1976, M557
- 5- R. Molinier, L. Seraphin, R. Tricot, R. Castro
Revue de Métallurgie, Janvier 1974
- 6- B. Champin, B. Gelas
Techniques de l'ingénieur, M1335
- 7- D. Eylon
TMS Publications, Warrendale, PA, 1993, p1
- 8- Y. Combres, B. Champin
Matériaux et Techniques, Mai-Juin 1991, p31
- 9- J.P. Morniroli
Thèse de doctorat de l'université de Nancy I, 1974
- 10- A. Henry
Thèse de doctorat de l'université de Paris VII, 1993
- 11- L. Mora
Thèse de doctorat de l'université de Paris XI - Orsay, 1994
- 12- J.B. Guernsey, V.C. Peterson, E.J. Dulis
Met. Prog., 1969, p121
- 13- Beta Titanium Alloys in the 1980's
TMS AIME, Warrendale, Penn., 1984
- 14- Y. Adda, J.M. Dupouy, J. Philibert, Y. Quere
Éléments de métallurgie physique, Tome V, p1313
- 15- S. Hanada, O. Izumi
Met. Trans. A, vol 17A, 1986, p1409
- 16- R.H. Richman
Deformation Twinning, p238
- 17- S. Ishiyama, S. Hanada, O. Izumi
ISIJ International, vol 31, n°8, 1991, p807
- 18- S. Ishiyama, S. Hanada
Titanium'92 Science and Technology, p721
- 19- D.N. Williams, R.A. Wood, E.S. Bartlett
Metall. Trans., vol 3, Juin 1972, p1529
- 20- H. Ohyama, H. Nakamori, Y. Aschida, T. Maki
ISIJ International, vol 32, n°2, 1992, p222

- 21- T.W. Duerig, J. Albrecht, D. Richter, P. Fischer
Acta Met., vol 30, 1982, p2161
- 22- T.W. Duerig, R.M. Middleton, G.T. Terlinde, J.C. Williams
Titanium'80 Science and Technology, vol 2, p1503
- 23- T.W. Duerig, G.T. Terlinde, J.C. Williams
Metall. Trans. A, vol 11A, Dec. 1980, p1987
- 24- A.I.P. Nwobu, H.M. Flower, D.R.F. West
Journal de Physique
Colloque C4, Supplément au n°12, tome 43, Dec. 1982, p315
- 25- S. Hanada, O. Izumi
Metall. Trans. A, vol 18A, Fev. 1987, p265
- 26- J.P. Guibert, C. Servant
Titanium'95 Science and Technology, vol 2, p972
- 27- Y. Combres, B. Champin
- 28- C. Angelier
Thèse présentée au CNAM, Paris, 1993
- 29- J. Bechet, C. Angelier, B. Cormier, O. Lacagne, M. Lhermitte
Titanium'92 Science and Technology, p643
- 30- M. Lhermitte
Mémoire d'ingénieur CNAM, Paris, 1990
- 31- J.C. Williams, B.S. Hickman, D.H. Leslie
Metall. Trans., Fev. 1971, p477
- 32- A.W. Bowen
Titanium'80 Science and Technology, vol 2, p1317
- 33- Y. Combres, J. Bechet, A. Vassel
Colloque C7, Supplément au Journal de Physique III, vol 3, Nov. 1993, p171
- 34- C. Roubaud
Diplôme d'Ingénieur CNAM, Metz, 1995
- 35- T. Grosdidier, C. Roubaud, M.J. Philippe, Y. Combres
Titanium'95 Science and Technology, p2345
- 36- T. Grosdidier, C. Roubaud, M.J. Philippe, Y. Combres
Scripta Materialia, vol 36, n°1, 1997, p21
- 37- S. Kajiwara
Metall. Trans., vol 17A, Oct. 1986, p1693
- 38- J. Bechet, B. Hocheid
Titanium Science and Technology, vol 3, 1984, p1613
- 39- H.M. Flower
Titanium Science and Technology, vol 3, 1984, p1651
- 40- E.S.K. Menon, J.K. Chakravarty, S.L. Wadekar, S. Banerjee
Journal de Physique, tome 43, Dec. 1982, p321
- 41- M. Ishikawa, O. Kuboyama, M. Niikura, C. Ouchi
Titanium'92 Science and Technology, p141

- 42- Y.C. Liu
Trans. AIME, n°206, 1956, p1036
- 43- M.K. Koul, J.F. Breedis
Acta Metall., n°18, 1970, p579
- 44- M.J. Blackburn, J.C. Williams
Trans. TMS AIME, n°242, 1968, p2461

Chapitre II

**Analyse de texture cristallographique par la
méthode harmonique**

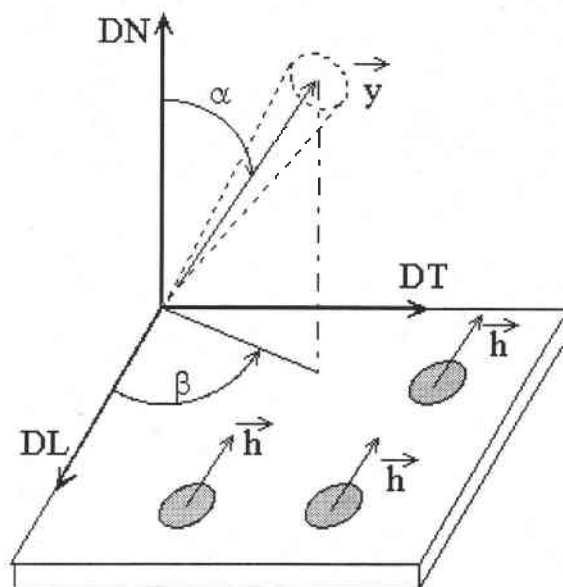


Fig. II-1 : Représentation schématique de la fonction de densité de pôles.

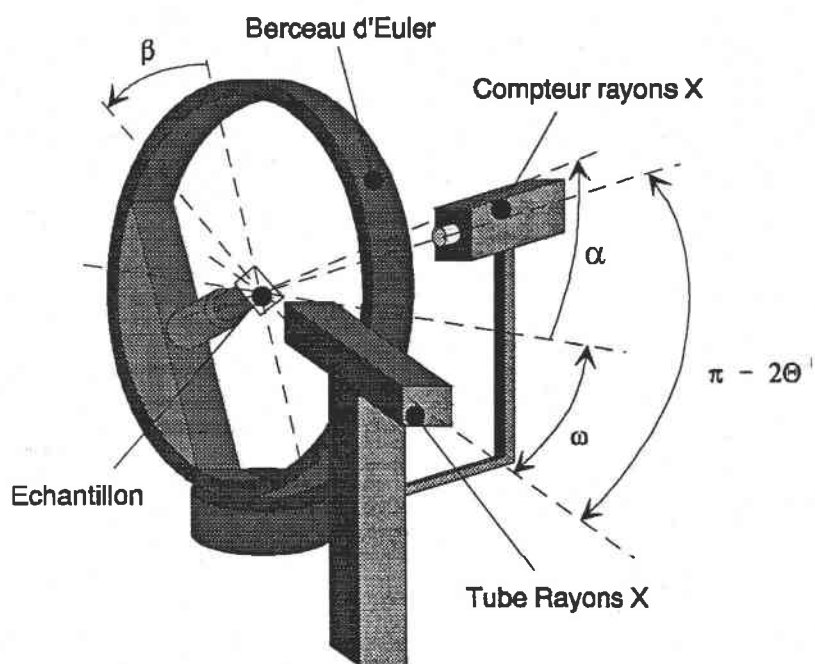


Fig. II-2 : Schéma d'un goniomètre de texture.

II.1- Introduction

Un solide cristallisé peut être considéré comme un ensemble de grains (que l'on assimile en général à des monocristaux) séparés par des joints, chaque grain possédant une orientation propre au sein du matériau. Au cours des traitements thermomécaniques que subissent ces matériaux polycristallins, la déformation des grains est accompagnée d'une rotation de leur réseau cristallin vers un certain nombre d'orientations caractéristiques, la distribution de ces orientations n'étant en général pas aléatoire. Nous sommes alors en présence d'une texture cristallographique. Cette texture est traditionnellement représentée par la Fonction de Densité des Orientations $f(g)$ F.D.O. La détermination de $f(g)$ nécessite la résolution de relations analytiques qui relient $f(g)$ aux données expérimentales qui peuvent être, par exemple, des figures de pôles ou des orientations individuelles. Plusieurs méthodes d'analyse ont alors été développées :

- la méthode vectorielle, méthode discrète développée par Ruer et Baro en 1976 [1],
- Matthies et Schaeben ont fait évoluer les méthodes discrètes [2,3]
- la méthode harmonique introduite par Bunge et Roe [4,5] dans laquelle la fonction de densité des orientations est développée en série sur la base des fonctions harmoniques sphériques généralisées.

Dans ce chapitre, nous nous proposons de décrire succinctement le formalisme d'analyse des textures par la méthode harmonique à partir de figures de pôles expérimentales. Dans un premier temps, nous nous intéresserons aux aspects expérimentaux de mesure des figures de pôles.

II.2- La détermination expérimentale des figures de pôles

II.2.a- Acquisition des figures de pôles

La détermination de la texture cristallographique est souvent obtenue à partir de figures de pôles expérimentales. La figure de pôles représente la densité de plans (hkl) pointant dans une direction donnée \bar{y} dans le repère de l'échantillon. Par utilisation de la diffraction X, l'intensité recueillie est directement proportionnelle au volume du matériau possédant l'orientation $\bar{h}_i // \bar{y}$ (fig. I.1). Pour déterminer cette densité de pôles, on a recourt à la diffraction des rayons X. En effet, l'intensité diffractée dans un petit angle solide $d\bar{y}$ est liée au volume cristallin dont les pôles hkl sont contenus dans cet angle solide, c'est-à-dire à la densité moyenne $\bar{P}_{hkl}(\bar{y})$.

Pour réaliser cette mesure, on utilise un goniomètre (fig. II.2) qui permet d'orienter, au moyen de plusieurs rotations, l'échantillon étudié de sorte que chaque direction macroscopique choisie \bar{y} corresponde au vecteur de diffraction défini par la loi de Bragg. Cette loi relie la longueur d'onde de l'anticathode à rayons X utilisée à la distance interréticulaire d_{hkl} de la famille de plan sélectionnée, pour fournir un angle θ , appelé angle de diffraction ou angle de Bragg :

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta$$

Le faisceau diffracté fait alors un angle de 2θ avec le faisceau de rayons X incident.

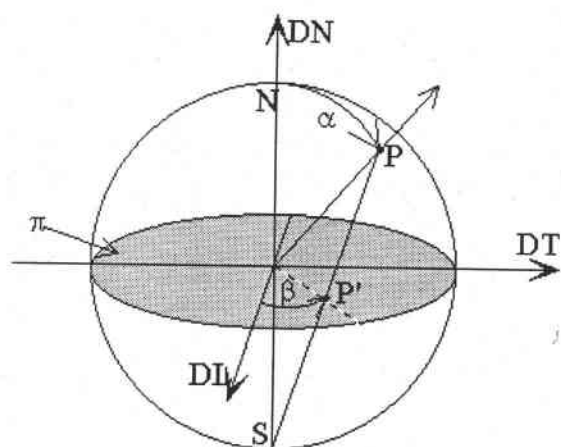


Fig. II.3 : La sphère des pôles et la projection stéréographique.

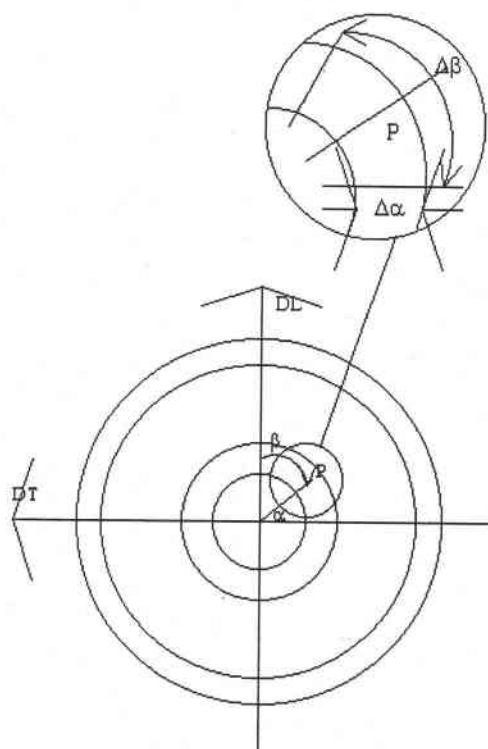


Fig. II.4 : Repère utilisé dans les figures de pôles.

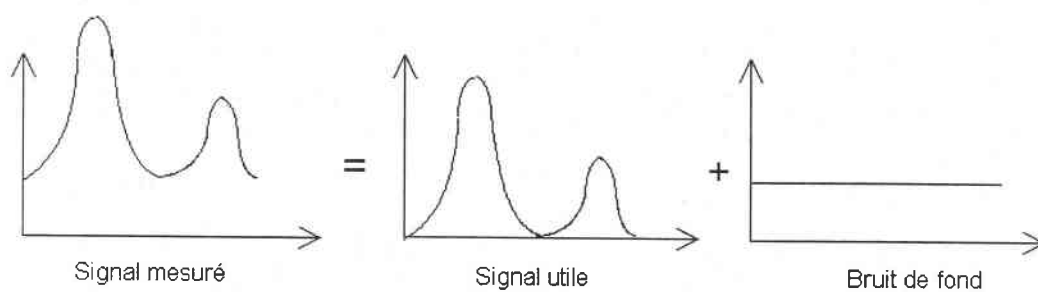


Fig. II.5 : Décomposition du signal enregistré.

Le goniomètre de texture permet de servir de support à l'échantillon et d'animer celui-ci des mouvements nécessaires d'une part à la sélection du couple $\theta-2\theta$ qui permet la diffraction du plan réticulaire (hkl) et d'autre part des mouvements de déclinaison (rotation d'angle α) et d'azimut (rotation d'angle β) permettant de faire diffracter les pôles (hkl) parallèles à la direction macroscopique \bar{y} . Au départ de la mesure, l'échantillon est placé en position verticale, un faisceau de rayons X incident, contenu dans le plan horizontal, arrive sur l'échantillon avec un angle d'incidence θ . Le compteur, placé horizontalement dans une direction faisant un angle 2θ par rapport au faisceau de rayons X incident, recueille le faisceau de RX diffracté par les plans réticulaires verticaux en position de Bragg. Pour chaque couple (α, β) , le compteur détecte une intensité $I_{hi}(\bar{y})$ (nombre de coups par unité de temps) proportionnelle à la densité de pôles $P_{hi}(\bar{y})$. Les intensités diffractées correspondant aux pôles (hkl) peuvent être représentées par des lignes d'isodensités sur la sphère des pôles ou sur le cercle équatorial par projection stéréographique. La figure correspondante s'appelle figure de pôles (fig II.3). Sur une figure de pôles, chaque direction est alors décrite par les deux angles α et β . Les figures de pôles sont en fait discrétisées en secteurs limités par des intervalles sur la déclinaison $\Delta\alpha$ et l'azimut $\Delta\beta$ (fig. II.4) en accord avec les incréments de rotations imposés du goniomètre.

Cependant, lors de la mesure de figures de pôles, l'intensité des rayons X diffractés mesurée par le détecteur est altérée par différents phénomènes et doit être corrigée.

II.2.b- La qualité des mesures

La détermination de la texture cristallographique à partir des résultats issus des mesures de figures de pôles par diffraction X doit être précédée d'une correction des données brutes. En effet, l'intensité recueillie par le détecteur peut s'écrire de la façon suivante :

$$I_{mes}(\alpha, \beta) = I_{hkl}(\alpha, \beta) + I_{GB}(\alpha, \beta)$$

$$\text{avec : } I_{hkl}(\alpha, \beta) = M \cdot k(\alpha, \beta) \cdot I_0 \cdot r_{hkl} \cdot P_{hkl}(\alpha, \beta)$$

avec :

- M, paramètre lié au réglage du discriminateur,
- $k(\alpha, \beta)$, fonction liée à la géométrie de l'installation (problème de défocalisation, divergence du faisceau),
- I_0 , intensité du faisceau incident,
- r_{hkl} , coefficient de réflexion,
- $I_{GB}(\alpha, \beta)$, bruit de fond.

Nous allons brièvement décrire les principales altérations et les méthodes pour les corriger.

Le fond continu

L'intensité enregistrée lors de la mesure de figure de pôles par diffraction des rayons X peut être décomposée en deux parties distinctes (fig. II-5) :

- une intensité directement proportionnelle à la densité de pôles $P_{hi}(\alpha, \beta)$,
- un signal parasite, appelé fond continu, provenant des réflexions parasites dues, par exemple, à une source de RX non parfaitement monochromatique, à la fluorescence du matériau, ou encore au mauvais état de surface de l'échantillon.

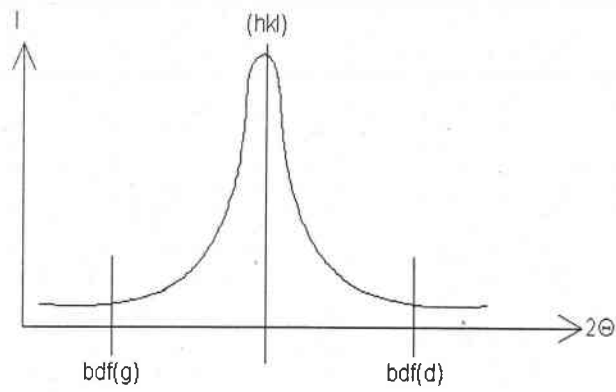


Fig. II-6 : Estimation du fond continu.

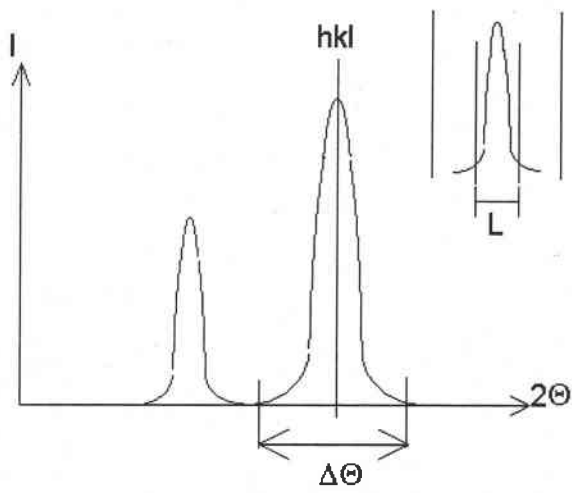


Fig. II.7 : Rôle des fentes verticales.

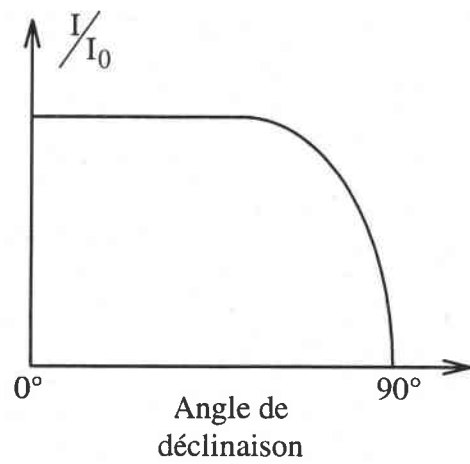


Fig. II.8 : Effet de la défocalisation sur l'intensité relative.

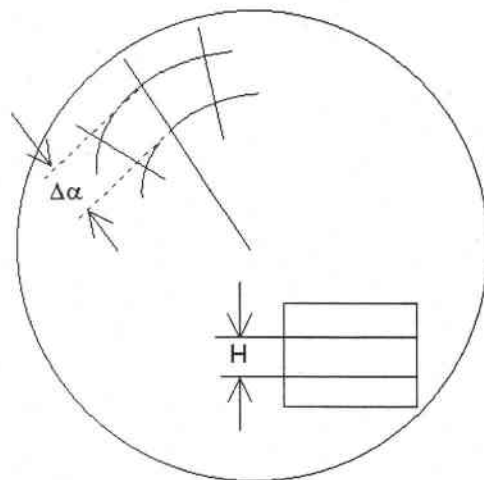


Fig. II.9 : Rôle des fentes horizontales.

Le fond continu est estimé par une mesure de l'intensité diffractée, dans les mêmes conditions opératoires (tension, intensité, diamètre du collimateur) de part et d'autre du pic de diffraction considéré (fig. II-6), puis retranché à l'intensité totale diffractée.

La défocalisation

Elle correspond à l'atténuation de l'intensité recueillie par le détecteur en fonction de l'élargissement du pic de diffraction au cours de la déclinaison.

Les fentes verticales permettent, dans le cas de matériaux de basse symétrie, de séparer les raies de diffraction proches (fig. II.7). Leur largeur est déterminée grâce à la relation suivante :

$$L = 2D \tan \frac{\Delta 2\theta}{2}$$

avec $\Delta 2\theta$: résolution angulaire
D : distance échantillon-compteur
L : largeur de fente à régler

Pour des angles de déclinaison importants, le faisceau diffracté s'élargissant, il n'est plus contenu entre les fentes placées devant le compteur et par conséquent, l'intensité mesurée n'est plus qu'une partie de l'intensité réelle diffractée. La défocalisation est alors l'atténuation du signal atteignant le compteur (fig. II-8).

Dans la pratique, la mesure des figures de pôles s'effectue donc jusqu'à un angle de déclinaison maximum de 80°.

Une première solution pour corriger cet effet est de mesurer sur un échantillon non texturé (une poudre) la courbe de défocalisation. Des formules de correction analytique sont également utilisées [6].

Des corrections supplémentaires sont également nécessaires dans le cas de matériaux biphasés lorsque le volume irradié par le faisceau ne présente pas une répartition homogène des deux phases [7,8,9].

De plus, un jeu de fentes horizontales permet de limiter l'information en provenance de la figure de pôle en accord avec le pas de déclinaison choisi (fig. II.9). La hauteur de fente est calculée à l'aide de la formule suivante :

$$H = 2D \sin \theta \Delta \alpha$$

avec H : hauteur de fente
 θ : angle de diffraction
 $\Delta \alpha$: pas de déclinaison
D : distance échantillon-compteur

En effet, il ne faut prendre en compte que l'intensité provenant de la case en cours de mesure en évitant le chevauchement avec les couronnes environnantes.

Les figures de pôles expérimentales corrigées de ces différents effets sont alors proportionnelles aux densités de pôles $P_{hi}(\alpha, \beta)$ qui servent de base au calcul de la fonction de texture notamment par la méthode harmonique.

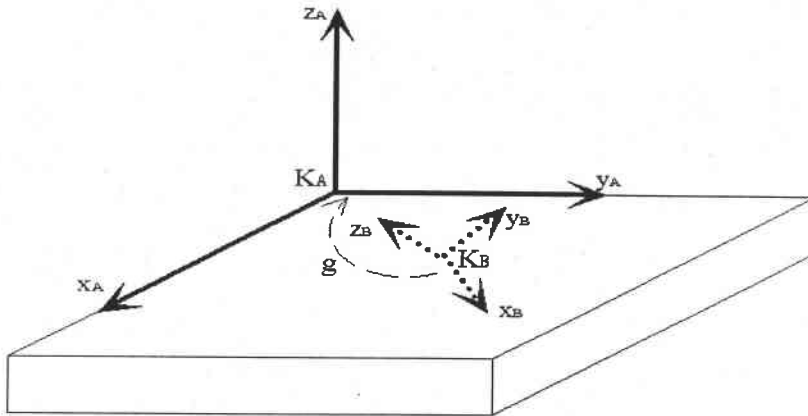


Fig. II.10 : Définition des repères K_A et K_B et de la rotation g .

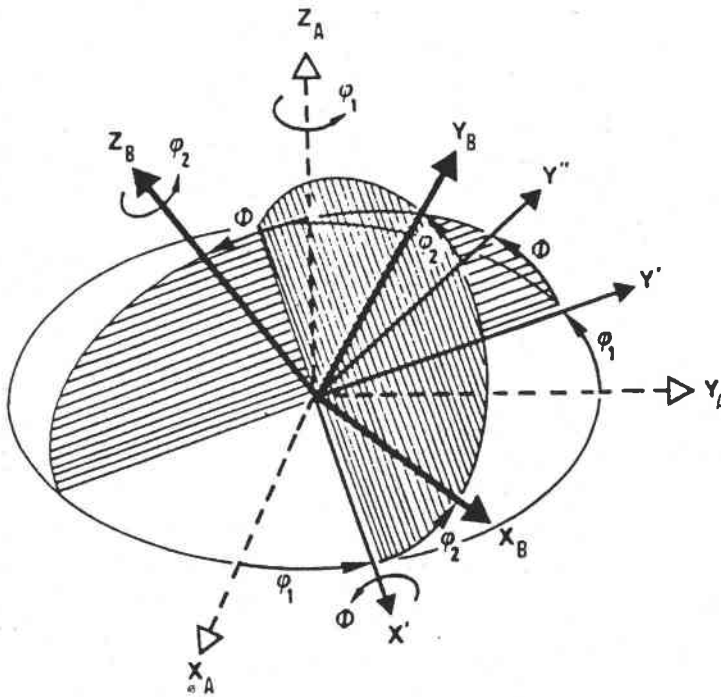


Fig. II.11 : Décomposition de la rotation g en trois rotations élémentaires.

II.3- La méthode de calcul : la méthode harmonique

II.3.a- Notion d'orientation

L'orientation d'un cristal peut être définie comme l'opération qui permet d'amener en coïncidence deux repères cartésiens K_A et K_B , abstraction faite de toute translation. Le repère macroscopique, noté K_A , est lié à la symétrie d'élaboration de l'échantillon. Dans le cas d'une tôle laminée par exemple, x_A est choisi parallèle à la direction de laminage, y_A parallèle à la direction transverse, et z_A dans la direction normale au plan de la tôle. Le repère microscopique, noté K_B , est lié au réseau cristallin. Le choix de ce repère n'est pas unique et dépend de la symétrie cristalline considérée, les axes étant en règle générale choisis parallèlement aux directions cristallographiques caractéristiques de la symétrie cristalline.

Cette opération se réduit à une opération de rotation, noté g , qui mène le repère macroscopique K_A sur le repère microscopique K_B (fig. II.10) :

$$K_A \xrightarrow{g} K_B$$

La rotation g peut être caractérisée par trois angles, les angles d'Euler, qui sont définis comme trois angles de rotation élémentaire autour d'axes privilégiés (fig. II.11).

Ces trois angles sont définis comme suit :

- une première rotation φ_1 autour de l'axe Z_A du repère macroscopique ; cette rotation mène $K_A(\bar{X}_A, \bar{Y}_A, \bar{Z}_A)$ en $K'(\bar{X}', \bar{Y}', \bar{Z}')$,
- une seconde rotation d'angle ϕ autour de l'axe \bar{X}' du premier repère intermédiaire K' ; cette rotation mène $K'(\bar{X}', \bar{Y}', \bar{Z}')$ en $K''(\bar{X}'', \bar{Y}'', \bar{Z}'')$,
- une troisième et dernière rotation d'angle φ_2 autour de l'axe \bar{Z}'' du deuxième repère intermédiaire K'' ; cette rotation mène $K''(\bar{X}'', \bar{Y}'', \bar{Z}'')$ en $K_B(\bar{X}_B, \bar{Y}_B, \bar{Z}_B)$.

L'orientation g peut alors être représentée :

$$0^\circ \leq \varphi_1 \leq 360^\circ$$

- par le triplet d'Euler $\{\varphi_1, \phi, \varphi_2\}$, avec $0^\circ \leq \phi \leq 360^\circ$

$$0^\circ \leq \varphi_2 \leq 360^\circ$$

- sous forme matricielle ; la matrice de changement de base $M(g)$ permettant de passer du repère K_B au repère K_A est définie par :

$$M(g) = \begin{bmatrix} c_1 c_2 - s_1 s_2 c & -s_2 c_1 - c_2 s_1 c & s_1 s \\ s_1 c_2 + s_2 c_1 c & -s_1 s_2 + c_1 c_2 c & -c_1 s \\ s_2 s & c_2 s & c \end{bmatrix}$$

$$c = \cos \phi \quad s = \sin \phi$$

$$\text{avec : } c_1 = \cos \varphi_1 \quad s_1 = \sin \varphi_1$$

$$c_2 = \cos \varphi_2 \quad s_2 = \sin \varphi_2$$

- par la notation des métallurgistes qui précisent le plan cristallographique parallèle au plan de la tôle et la direction parallèle à la direction de laminage : $(hkl)\langle uvw \rangle$.

II.3.b- L'équation fondamentale

La fonction de densité des orientations est une fonction qui décrit la statistique d'orientation des grains ou cristallites dans le matériau indépendamment de leur localisation dans celui-ci. Si l'orientation est symbolisée par g , alors chaque cristallite est caractérisée par un volume V_i et une orientation g_i . Une première approximation consiste à considérer les cristallites orientées suivant l'orientation g à Δg près comme étant un seul et même volume de matériau. Si $\Delta V(g)$ est ce volume et V le volume total de l'échantillon, la fonction de densité des orientations est définie par :

$$\frac{\Delta V(g)}{V} = f(g)dg \quad 2.1$$

$f(g)$ est le volume relatif des cristallites d'orientation g à dg près.

Par définition, c'est une fonction toujours positive normée à l'unité sur l'ensemble des orientations :

$$\oint f(g)dg = 1 \quad \text{avec : } dg = \frac{\sin\phi}{8\pi^2} d\varphi_1 d\phi d\varphi_2$$

et $f(g) \geq 0$

où $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ sont les angles d'Euler servant à décrire une orientation particulière.

Un échantillon dans lequel les grains sont orientés de manière aléatoire, c'est à dire où la texture est isotrope, est caractérisé par :

$$f(g) = 1$$

Il est important de noter que la fonction de texture n'est pas directement déterminable à partir des figures de pôles en raison de la centro-symétrie de la diffraction (loi de Friedel) qui ne permet pas de distinguer les plans d'indices hkl et $-h-k-l$ par diffraction.

La FDO peut alors se décomposer en deux parties : la partie paire $\tilde{f}(g)$ déterminée à partir des figures de pôles et la partie impaire $\tilde{\tilde{f}}(g)$ estimée indirectement en utilisant la relation suivante :

$$f(g) = \tilde{f}(g) + \tilde{\tilde{f}}(g) \geq 0 \quad 2.2$$

Pour chaque les couples (α, β) , α et β étant les angles de déclinaison et d'azimut définis précédemment, les figures de pôles expérimentales nous fournissent la grandeur $I_{hi}(y)$, à partir de laquelle nous calculerons la densité de pôles $P_{hi}(y)$:

$$P_{hi}(\alpha, \beta) = N_i I_{hi}(\alpha, \beta) \quad 2.3$$

où N_i est un coefficient de normalisation

Avec
$$\int_0^\pi \int_0^{2\pi} P_{hi}(\alpha, \beta) \sin\alpha d\alpha d\beta = 4\pi$$

et
$$N_i = \frac{4\pi}{\int_0^\pi \int_0^{2\pi} I_{hi}(\alpha, \beta) \sin\alpha d\alpha d\beta}$$

L'indice i représente le numéro de la figure de pôles, étant entendu que le calcul de la fonction de densité des orientations nécessite la mesure d'un jeu de figures de pôles.

Une relation fondamentale relie les fonctions de densité de pôles $P_{hi}(y)$ à la partie paire de la fonction de densité des orientations $\tilde{f}(g)$:

$$P_{hi}(\alpha, \beta) = \frac{1}{2\pi} \int_{hi//y} \tilde{f}(g) dg \quad 2.4$$

où $\bar{h}_i//\bar{y}$ indique que la sommation doit se faire sur toutes les orientations g telles que la direction \bar{h}_i soit parallèle à la direction \bar{y} dans l'échantillon (fig.II.1).

II.3.c- Développement en série de la fonction de densité de pôles

Lors du calcul de la fonction de texture $f(g)$ par la méthode harmonique, la fonction de densité de pôles est développée en série sur la base d'harmoniques sphériques de surface k_l^n :

$$P_{hi}(\alpha, \beta) = \sum_{l=0(2)}^{l_{\max}} \sum_{n=1}^{N(l)} F_l^n(hi) k_l^n(\alpha, \beta) \quad 2.5$$

avec : $k_l^n(y) = k_l^n(\alpha, \beta) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} e^{in\beta} \bar{P}_l^n(\cos\alpha)$

et : $l \in \mathbf{N}, n \in \mathbf{Z}, -1 \leq n \leq 1, \bar{P}_l^n(\cos\alpha)$: polynôme de Legendre

La centro-symétrie de la diffraction impose une progression au pas de deux dans cette formule. De plus, le développement est limité à un certain rang l_{\max} compatible avec l'acuité de la texture.

II.3.d- Développement de la fonction de densité des orientations sur la base des fonctions harmoniques sphériques généralisées

De même que la fonction de densité de pôles peut être développée sur des séries harmoniques, la F.D.O. peut être développée sur la base de séries harmoniques : T_l^{mn} [10,11,12]. Nous obtenons la formule suivante :

$$f(g) = f(\varphi_1, \phi, \varphi_2) = \sum_{l=0}^{l_{\max}} \sum_{m=1}^{M(l)} \sum_{n=1}^{N(l)} C_l^{mn} T_l^{mn}(\varphi_1, \phi, \varphi_2) \quad 2.6$$

où les coefficients C_l^{mn} sont les coefficients de texture que nous cherchons à déterminer dans l'analyse et qui caractérisent la texture cristallographique.

Les fonctions harmoniques sphériques sont définies de la manière suivante :

$$T_l^{mn}(g) = T_l^{mn}(\varphi_1, \phi, \varphi_2) = e^{in\varphi_1} P_l^{mn}(\phi) e^{im\varphi_2}$$

avec : $l \in \mathbf{N}, n \in \mathbf{Z}, -1 \leq m \leq 1, -1 \leq n \leq 1, P_l^{mn}(\cos\phi)$: polynôme de Jacobi modifié.

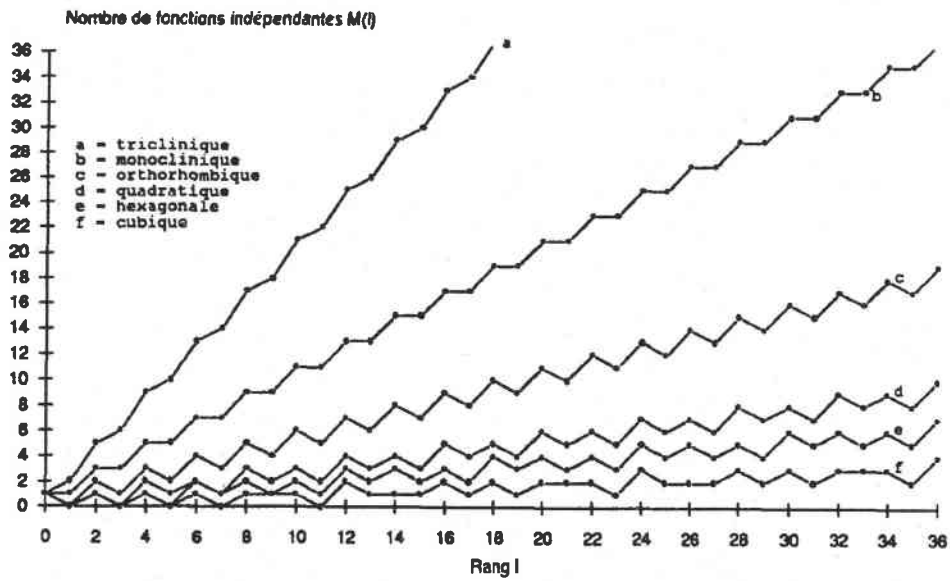


Fig. II-12 : Nombre de figures de pôles nécessaires, $M(l)$, en fonction de l_{max} et de la symétrie cristalline.

La symétrie cristalline joue un rôle important sur la structure des coefficients C_l^{mn} . Si on appelle :

$G_B = \{g_B^1, \dots, g_B^i, \dots, g_B^k\}$ l'ensemble des éléments de symétrie rotationnelle du cristal,

la fonction de texture $f(g)$ doit alors satisfaire à la relation d'invariance :

$$f(g) = f(g_B^i \cdot g)$$

Il n'est donc plus nécessaire de définir la fonction de texture dans tout l'espace d'Euler, mais seulement sur l'espace dit fondamental.

Certains coefficients C ne sont donc plus tous indépendants. On peut en tenir compte en utilisant des fonctions harmoniques sphériques symétrisées, $\overset{\cdot}{T}_l^{\mu n}(g)$, pour le développement en série de $f(g)$. L'équation (2.6) s'écrit alors :

$$f(g) = \sum_{l=0}^{l_{\max}} \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{n=1}^{N(l)} C_l^{\mu n} \overset{\cdot}{T}_l^{\mu n}(g) \quad 2.7$$

$$\text{avec : } \overset{\cdot}{T}_l^{\mu n}(g) = \sum_{\mu=-l}^{+l} A_l^{\mu n} T_l^{mn}(g)$$

le coefficient A dépendant de la symétrie du cristal.

En reportant dans l'équation fondamentale (Eq. 2.4) les développements en série pour $\tilde{f}(g)$ (Eq. 2.7) et $P_{hi}(y)$ (Eq. 2.5), nous écrivons un système linéaire d'équations entre les coefficients correspondants :

$$F_l^n(hi) = \frac{4\pi}{2l+1} \sum_{\mu=1}^{\mu=M(l)} C_l^{\mu n} \overset{\cdot}{k}_l^{\mu}(hi) \quad 2.8$$

où $\overset{\cdot}{k}_l^{\mu}(hi)$ est une fonction harmonique simple, symétrisée pour la symétrie cristalline.

Pour chaque couple (l,n) fixé, l'équation (Eq. 2.8) contient $M(l)$ inconnues, les coefficients $C_l^{\mu n}$. Il faut donc $M(l)$ équations pour déterminer ces inconnues, soit $M(l)$ figures de pôles.

La figure II-12 indique, pour une analyse jusqu'à un rang l_{\max} donné, le nombre de figures de pôles $M(l)$ à mesurer en fonction de la symétrie cristalline.

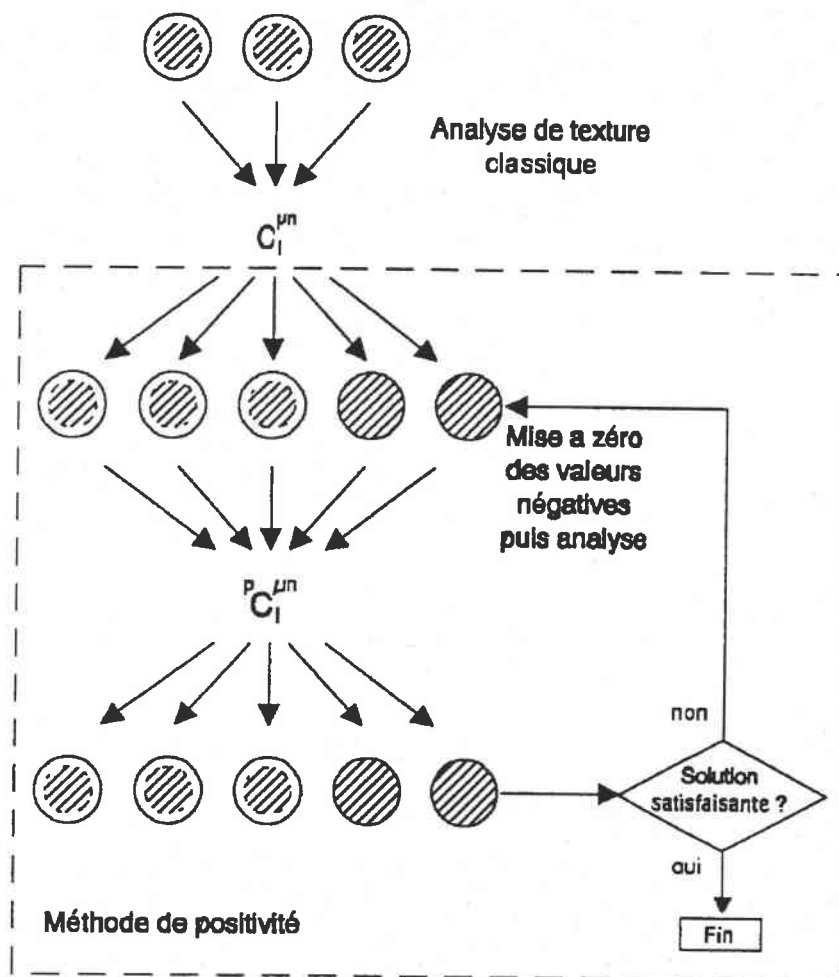


Fig. II-13 : Méthode de positivité dans les figures de pôles.

Cependant, les calculs précédents ne sont valables que si l'on dispose de figures de pôles mesurées complètes pour réaliser l'analyse.

Lorsque les figures de pôles sont incomplètes, il n'est plus possible d'établir un système d'équations linéaire aussi simple que (Eq. 2.8) et cela pour deux raisons :

- les facteurs de normalisation N_i des figures de pôles ne sont plus connus,
- les propriétés d'orthogonalité des fonctions harmoniques ne peuvent plus être utilisées.

Soit alors ${}^r P_{hi}(\alpha, \beta)$, la densité de pôles que l'on peut calculer en connaissant les coefficients $C_1^{\mu n}$ issus de la résolution du système d'équations (Eq. 2.8). La méthode consiste alors à minimiser l'expression par rapport aux coefficients $C_1^{\mu n}$ et aux N_i :

$$\sum_{i=1}^{i=k} \int \left[(N_i I_{hi}(\alpha, \beta) - {}^r P_{hi}(\alpha, \beta)) \right]^2 \sin \alpha d\alpha d\beta = \text{Min} \quad 2.9$$

En introduisant le développement en séries de ${}^r P_{hi}(y)$ dans l'équation (Eq. 2.9), nous obtenons :

$$\sum_{i=1}^{i=k} \int \left[N_i I_{hi}(\alpha, \beta) - \sum_{l=0}^{l=\text{max}} \sum_{m=1}^{M(l)} \sum_{n=1}^{N(l)} \frac{4\pi}{2l+1} C_1^{\mu n} k_1^{\mu} (hi) k_1^n(\alpha, \beta) \right]^2 \sin \alpha d\alpha d\beta = \text{Min} \quad 2.10$$

Les dérivées partielles de l'équation (Eq. 2.10) par rapport à N_i et par rapport aux coefficients du développement [13,14,15] permettent le calcul des coefficients de normalisation N_i et les coefficients $C_1^{\mu n}$.

II.3.e- La méthode de positivité

La méthode de positivité est constituée de deux phases successives qui permettent dans certains cas d'améliorer la qualité de l'analyse de texture.

Positivité dans les figures de pôles

La première étape permet d'améliorer la qualité de la restitution des figures de pôles complètes.

La détermination des coefficients $C_1^{\mu n}$ à partir de l'équation (Eq. 2.10) nous permet de recalculer plusieurs figures de pôles : les figures de pôles mesurées ainsi que des figures de pôles non mesurées (fig. II.13). Les intensités de celles-ci sont par définition toujours positives. Or, des erreurs systématiques génèrent parfois lors du recalcul des intensités négatives. La méthode de calcul est alors la suivante : pour chaque figure de pôles, les valeurs négatives, qui n'ont aucune signification physique, sont remises à zéro. Les figures de pôles ainsi obtenues servent au recalcul de nouveaux coefficients ${}^P C_1^{\mu n}$ à partir desquels un nouveau jeu de figures de pôles va être calculé. Si la part de densité négative est encore trop importante, une nouvelle boucle de calcul est effectuée.

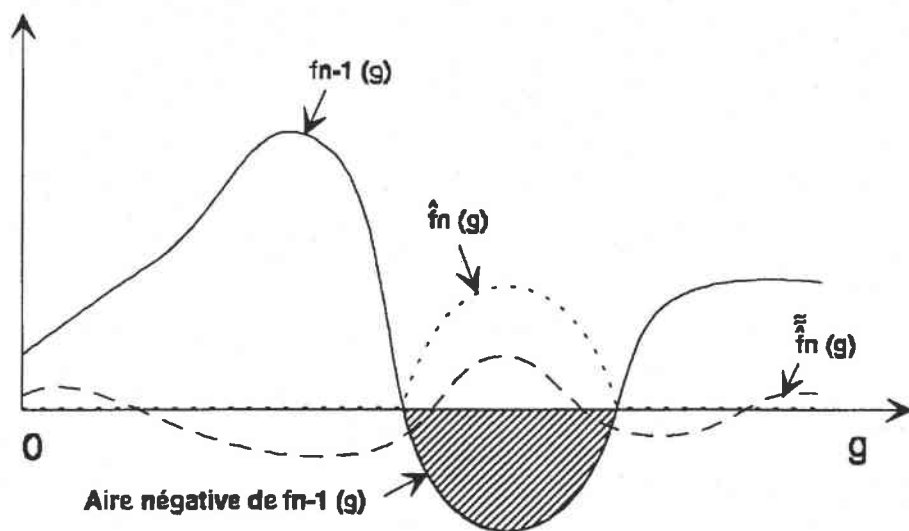


Fig. II.14 : Représentation graphique des fonctions impliquées dans l'équation 2.11.

Positivité dans le calcul de la fonction de densité des orientations [16]

Comme il a été dit précédemment, la fonction de texture $f(g)$ se décompose en réalité en deux fonctions distinctes (Eq. 2.2).

La technique de positivité utilise une procédure itérative pour déterminer la partie impaire $\tilde{f}(g)$ compatible avec les figures de pôles qui, en addition avec la partie connue, donne $f(g)$.

A la $n^{\text{ième}}$ itération, la fonction de densité complète $f_n(g)$ est calculée en utilisant la

relation :

$$f_n(g) = f_{n-1}(g) + \hat{f}_n(g) \tag{2.11}$$

où $f_{n-1}(g)$ est l'approximation à la $(n-1)^{\text{ième}}$ itération et $\hat{f}_n(g)$ est définie par :

$$\hat{f}_n(g) = \begin{cases} -f_{n-1}(g) & \text{si } f_{n-1}(g) < 0 \\ 0 & \text{si } f_{n-1}(g) > 0 \end{cases}$$

A la première approximation, $f_0(g)$ est prise comme la partie paire $\tilde{f}(g)$. On notera que dans l'équation (Eq. 2.11), la partie impaire $\hat{f}_n(g)$ est, seule, additionnée à la solution précédente et ainsi dans cette procédure, la partie paire connue de la fonction de densité des orientations n'est jamais modifiée : seulement les fonctions impaires sont additionnées durant les itérations pour obtenir la fonction de densité des orientations complète.

II.3.f- Les coefficients de qualité de l'analyse

La qualité de l'analyse de la méthode numérique est testée par le calcul de certains coefficients d'erreur. Ceux-ci traduisent la capacité de l'analyse à reproduire les données expérimentales. Ils se calculent à partir de l'écart entre les données mesurées et les données recalculées lors de l'analyse de texture. Les coefficients les plus généralement utilisés sont :

$$\begin{aligned} \text{Norme1} &= \frac{1}{N_T} \sum_{\alpha=0}^{\alpha_{\max}} \sum_{\beta=0}^{2\pi} |P_{hi}^{\text{exp}}(\alpha, \beta) - P_{hi}^{\text{rec}}(\alpha, \beta)| \\ \text{Norme2} &= \frac{1}{N_T} \sum_{\alpha=0}^{\alpha_{\max}} \sum_{\beta=0}^{2\pi} |P_{hi}^{\text{exp}}(\alpha, \beta) - P_{hi}^{\text{rec}}(\alpha, \beta)|^2 \\ \text{RP} &= \frac{100}{N_{RP}} \sum_{\alpha=0(\Delta\alpha)}^{\alpha_{\max}} \sum_{\beta=0(\Delta\beta)}^{2\pi} \frac{|P_{hi}^{\text{exp}}(\alpha, \beta) - P_{hi}^{\text{rec}}(\alpha, \beta)|}{P_{hi}^{\text{exp}}(\alpha, \beta)} & \forall P_{hi}^{\text{exp}}(\alpha, \beta) \geq \epsilon \\ \text{RP}_1 &= \frac{100}{N_{RP1}} \sum_{\alpha=0(\Delta\phi)}^{\alpha_{\max}} \sum_{\beta=0(\Delta\beta)}^{2\pi} \frac{|P_{hi}^{\text{exp}}(\alpha, \beta) - P_{hi}^{\text{rec}}(\alpha, \beta)|}{P_{hi}^{\text{exp}}(\alpha, \beta)} & \forall P_{hi}^{\text{exp}}(\alpha, \beta) \geq 1 \end{aligned}$$

avec :

$$P_{hi}^{exp}(\alpha, \beta) = N_i I_{hi}(\alpha, \beta) \quad \text{Figures de pôles expérimentales}$$

$$P_{hi}^{rec}(\alpha, \beta) = \sum_{l=0(2)}^{l=1 \max n=N(l)} \sum_{n=1} F_l^n(hi) k_l^n(\alpha, \beta) \quad \text{Figures de pôles recalculées}$$

N_T : nombre de mesures total

N_{RP} : nombre de points de mesures dont la valeur expérimentale est supérieure ou égale à ϵ

N_{RP1} : nombre de points de mesures dont la valeur expérimentale est supérieure ou égale à 1

Les résultats expérimentaux montrent que les coefficients Norme1 et RP sont très sévères et que le coefficient RP_1 est plus commode pour juger de la qualité du résultat.

On décrit l'acuité de la texture par un indice J appelé *indice de texture* :

$$J = \oint f(g)^2 dg = \sum_{l, \mu, n} \frac{1}{2l+1} \|C_l^{\mu n}\|^2$$

II.4- Conclusion

Au cours de ce travail, la fonction de texture est décrite à l'aide du formalisme mathématique proposé par Bunge [4] où cette fonction est développée en série sur une base de fonctions harmoniques sphériques.

La détermination de la texture cristallographique d'un matériau consiste alors à calculer, à partir des données expérimentales, les coefficients $C_l^{\mu n}$ du développement.

La précision dans la détermination de la fonction de texture dépend fortement de l'état métallurgique du matériau. Le prochain chapitre est donc consacré à l'étude des états microstructuraux et présente, pour chaque état, les conditions de mesure des figures de pôles (données expérimentales) et les résultats de l'analyse des différentes textures cristallographiques.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- 1- D. Ruer
Thèse de l'université de Metz, 1976
- 2- S. Matthies
ICOTOM 8, the Metallurgical Society, 1988
- 3- H. Schaeben
Phys. Stat. Sol. (b), 123, 1984, p425
- 4- H.J. Bunge
Z. Metallkunde, vol 56, 1965, p872
- 5- R.J. Roe
J. of Appl. Phys., vol 36, 1965, p2024
- 6- M. Humbert
Experimentals Techniques of Texture Analysis, p29
- 7- H.J. Bunge
Textures and Microstructures, vol 6, 1986, p265
- 8- Y.S. Liu, H.J. Bunge
Textures and Microsturctures, vol 12, 1990, p199
- 9- H.J. Bunge
Experimentals Techniques of Texture Analysisn 1986, p395
- 10- H.J. Bunge
Theoriticals Methods of Texture Analysis, 1987
- 11- H.J. Bunge, C. Esling
Quantitative Texture Analysis, 1982
- 12- H.J. Bunge
Texture Analysis in Materials Science, 1982
- 13- M. Humbert, H.W. bergman
J. of Appl. Crist., vol 13, 1980, p500
- 14- Z. Liang, J ; Zu, F. Wang
Mat. Sci. Eng., vol 60, 1983, p59
- 15- F. Wagner, M. Humbert
Textures and Microstructures, vol 7, 1987, p115
- 16- F. Wagner, M. Humbert, J. Muller, C. Esling
Europhysics Letters, n°11, 1990, p479

Chapitre III

**Essais expérimentaux mis en œuvre
et analyse des résultats**

<i>Situation dans le lingot</i>	<i>Al</i> %	<i>Sn</i> %	<i>Zr</i> %	<i>Mo</i> %	<i>Cr</i> %	<i>Fe</i> %	<i>O</i> ppm	<i>C</i> ppm	<i>N</i> ppm
Tête	4.89	2.02	4.13	4.11	1.87	0.82	1055	52	59
Milieu T	4.87	1.99	4.3	4.01	1.94	0.90	990	55	55
Milieu P	4.89	1.99	4.47	3.95	2.03	0.97	985	55	53
Pied	4.93	1.99	4.56	3.90	2.16	1.04	915	61	48
Moyenne T	4.88	2.01	4.22	4.06	1.91	0.86	1023	54	57
Moyenne P	4.91	1.99	4.52	3.93	2.10	1.01	950	58	51
<u>Moyenne</u>	4.895	2	4.37	3.995	2.005	0.935	986.5	56	54

Tab. III.1 : Composition chimique moyenne du lingot issu de la coulée n°201111.

III.1- Introduction

Toutes les études réalisées jusqu'à maintenant sur l'alliage de titane β -CEZ, résumées dans le premier chapitre de ce travail, portent essentiellement sur l'évolution des microstructures et des propriétés mécaniques en fonction des différents traitements thermiques et thermomécaniques. Ces travaux ont montré notamment que lors d'un processus de mise en forme d'alliages de titane β , différents mécanismes de déformation comme le glissement cristallographique, le maclage ou la transformation de phase sous contrainte pouvaient être activés selon la composition chimique du matériau [1,2]. Cependant, une prise en compte des textures cristallographiques des principaux constituants de la microstructure permettant une meilleure compréhension des propriétés mécaniques n'a encore pas été réalisée, notamment dans le cas de la transformation de phase induite sous contrainte.

Nous nous sommes donc proposés, en collaboration avec la société CEZUS, d'étudier les phénomènes de transformation de texture dans les tôles de β -CEZ déformées à température ambiante. Dans ce but, il a été nécessaire d'obtenir un état microstructural initial capable d'accommoder la déformation totale à la fois par une déformation associée à une transformation de phases et par une déformation plastique. Nous avons demandé à la société CEZUS de tester sur cet état métallurgique différentes techniques de mise en forme afin d'étudier l'influence du processus de déformation sur l'évolution texturale et microstructurale du matériau. Par différents essais mécaniques (traction, laminage), nous avons donc cherché à étudier les mécanismes de la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$.

Nous présentons dans ce chapitre l'ensemble des résultats expérimentaux portant sur les microstructures et plus principalement sur les textures. Avant d'exposer les différents résultats, nous commençons par décrire la gamme de fabrication, à argumenter sur le choix du traitement de mise en solution utilisé et par détailler les caractéristiques de l'état initial précédant la mise en forme à température ambiante.

III.2- Matériaux et techniques expérimentales

III.2.a- Les différents états de livraison

La gamme de fabrication

L'alliage fourni par la société CEZUS a été élaboré selon le procédé de triple fusion sous vide dans un four à électrode consommable et a subi une séquence de traitements thermomécaniques comprenant un premier corroyage dans le domaine monophasé β (1150°C), et deux corroyages dans le domaine biphasé α/β (850°C). Sa composition chimique est donnée dans le tableau III.1.

Le traitement thermique

Pour ce type d'alliage, la pratique industrielle habituelle est d'effectuer une trempe dans le domaine α/β où la proportion de phase α primaire va notamment conditionner la tenue au fluage. Cependant, pour notre travail dont l'objectif est d'étudier la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$ induite lors d'un processus de déformation à froid, nous avons choisi une séquence de traitement thermique différente.

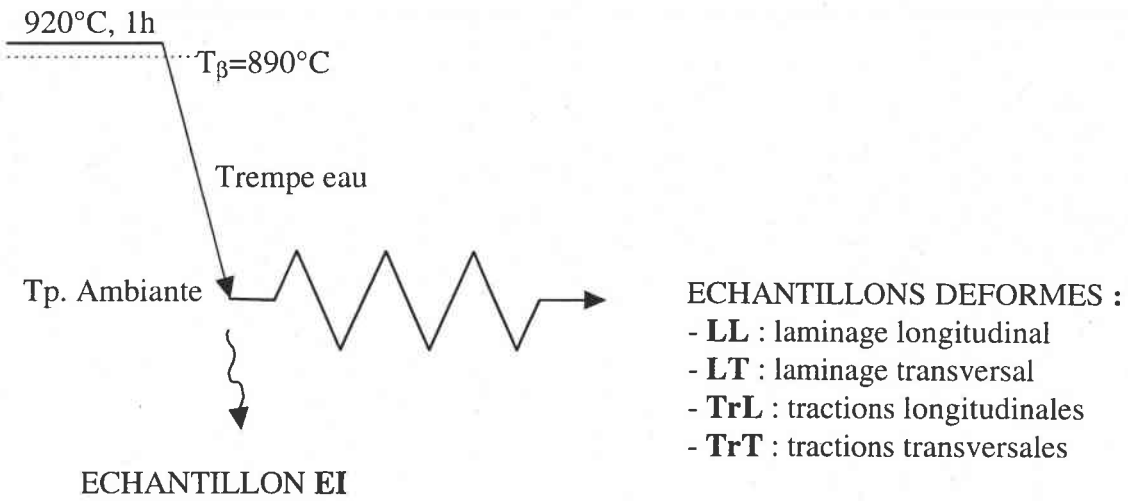


Fig. III.1 : Traitements thermomécaniques ultérieurs subis par les échantillons étudiés.

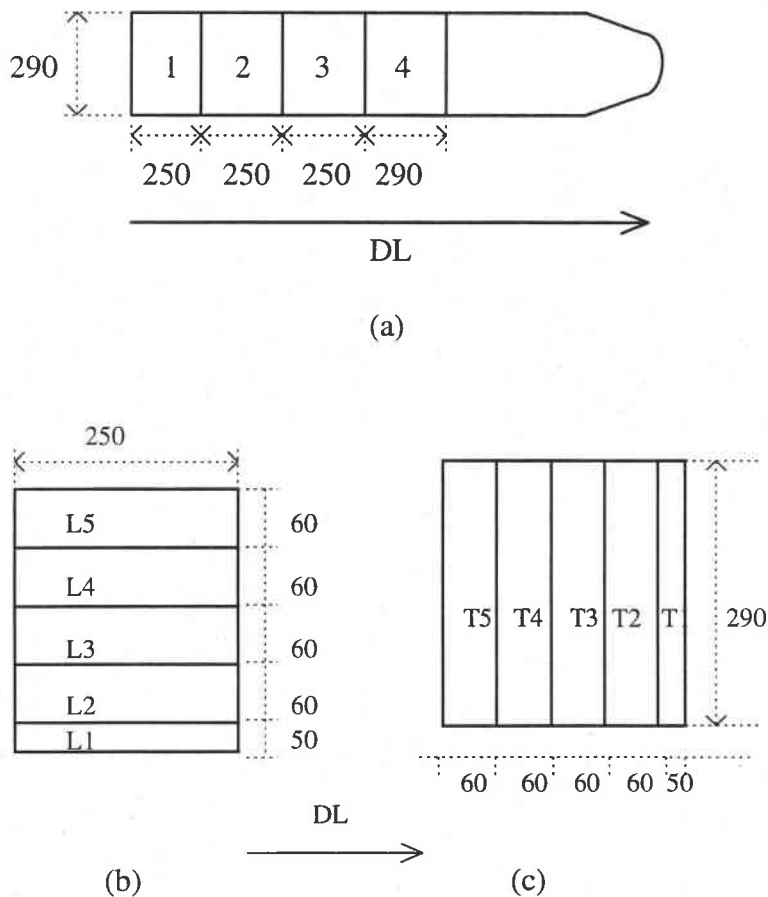


Fig. III.2 : Schéma de découpe (a) des quatre coupons dans la tôle initiale, (b) des échantillons pour laminage longitudinal dans le coupon n°3, (c) des échantillons pour laminage transversal dans le coupon n°4.

Le lingot issu de la coulée n°201111 doit subir un traitement de mise en solution tel que les domaines β susceptibles de se transformer sous l'effet de l'application d'une contrainte extérieure soient suffisamment étendus. Roubaud [3] a montré qu'un traitement à 920°C (transus $\beta + 30^\circ\text{C}$) pendant 1 heure suivi d'une trempe à l'eau suffit à maintenir à température ambiante une structure métastable constituée de grains β équiaxes d'environ 220 μm . Cet état métallurgique est propice à une transformation de phase sous contrainte à température ambiante. Nous avons utilisé ce même traitement thermique (fig. III.1) pour cette étude. L'échantillon brut de trempe est référencé EI dans la suite de ce travail.

La tôle initiale de la coulée 201111 de β -CEZ de dimensions approximatives 1600*290*5 mm a été découpée par la société CEZUS selon le schéma représenté fig.III.2. Les quatre coupons sont affectés aux utilisations suivantes :

- le coupon n°1 : étude de l'état brut de trempe EI,
- le coupon n°2 : prélèvement des éprouvettes de traction,
- le coupon n°3 : prélèvement de 5 échantillons pour laminage suivant la direction longitudinale notés L1 (de dimensions 50*250*5 mm) et L2, L3, L4, L5 (60*250*5 mm),
- le coupon n°4 : prélèvement de 5 échantillons pour laminage suivant la direction transverse notés T1 (de dimensions 50*290*5 mm) et T2, T3, T4, T5 (60*290*5 mm).

III.2.b- Les techniques de caractérisation

Les différents échantillons, mis en forme par traction uniaxiale ou par laminage, ont été caractérisés à l'aide de plusieurs techniques expérimentales :

- la microscopie optique,
- la radiocristallographie,
- la mesure de figures de pôles.

Essais de traction

En général, l'essai de traction permet de déterminer un grand nombre de caractéristiques comme la limite apparente d'élasticité (R_e), la résistance maximum à rupture (R_m) et l'allongement à rupture ($A\%$). A l'image des travaux réalisés par Duerig [4], l'analyse de la forme des différentes courbes de traction doit permettre de déterminer à partir de quels seuils de contrainte la déformation est accommodée par transformation de phases et/ou par glissement cristallographique.

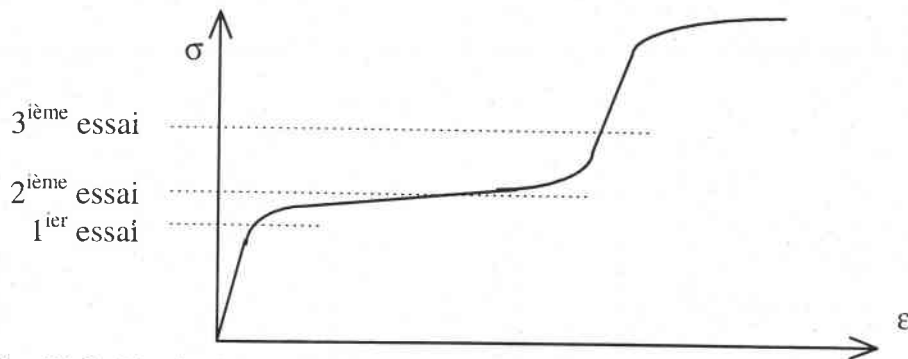


Fig. III.3 : Essais de traction interrompus à différents stades de la déformation.

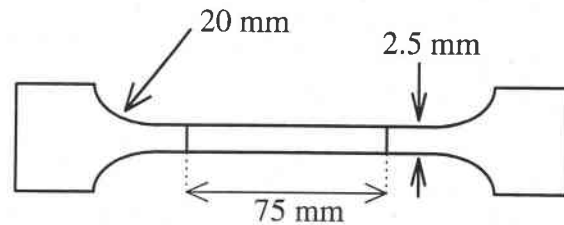


Fig. III.4 : Dimensions des éprouvettes de traction.

Sens de la sollicitation	Caractéristiques de l'essai	Désignation	Vitesse de déformation n (mm/s)	Allongement %	Observations
Traction longitudinale	Essais interrompus	TrL650	2	1.25	interruption à 650Mpa
		TrL750	2	2.93	interruption à 750Mpa
		TrL950	2	4.30	interruption à 950Mpa, éprouvette cassée
	Jusqu'à rupture	TrL2	2	9.00	état juste avant rupture
			2	10.00	état juste avant rupture
		TrL200	200	9.56	éprouvette cassée
Traction transversale	Essais interrompus	TrT700	2	-0.37	interruption à 700Mpa
		TrT800	2	1.36	interruption à 800Mpa, éprouvette cassée
		TrT920	2	1.46	interruption à 920Mpa, éprouvette cassée
	Jusqu'à rupture	TrT2	2	7.90	éprouvette cassée
			2	9.00	état juste avant rupture
		TrL200	200	5.00	éprouvette cassée
			200	9.70	éprouvette cassée

Tab. III.2 : Tableau récapitulatif des échantillons tractionnés.

Sens de la sollicitation	Désignation	Classification des échantillons selon Cezus	Epaisseur initiale e_i (mm)	Epaisseur finale e_f (mm)	e_i/e_f	$\Delta\%$
Laminage longitudinal	LL	L2	5.56	4.20	1.32	24.46
		L3	5.56	4.25	1.31	23.56
Laminage transversal	LT	T2	5.45	3.85	1.42	29.36
		T3	5.45	3.85	1.42	29.36

Tab. III.3 : Tableau récapitulatif des échantillons laminés.

Sur notre demande, la société CEZUS a réalisé différents essais de traction :

- ⇒ des essais poursuivis jusqu'à la rupture, avec des vitesses de traverse de 2 et 200 mm/s,
- ⇒ des essais de traction interrompus (vitesse de traverse de 2 mm/s) à trois différents stades de la déformation pour suivre la précipitation de la phase α'' et l'évolution des textures des phases β et α'' au cours de la déformation (fig. III.3) :
 - le premier essai est stoppé aussitôt la limite d'élasticité franchie,
 - le second est interrompu au milieu du plateau (cf. I.3.c),
 - le dernier est stoppé à la sortie de ce plateau, dès le second changement de pente franchi.

Les différents essais de traction ont été réalisés sur des éprouvettes normalisées (fig. III.4) au centre de recherche de la société CEZUS pour des vitesses de traverse de 2 et 200 mm/s. Le tableau III.2 répertorie les différents échantillons tractionnés.

Essais de laminage à froid

Les opérations de corroyage effectuées à température ambiante ont été réalisées par CEZUS jusqu'à un taux de corroyage d'environ 30%. Les échantillons laminés et les conditions de leur laminage sont répertoriés dans le tableau III.3.

Examen métallographique

Après les différents traitements thermiques et mécaniques, une étude des échantillons au microscope optique permet de mettre en évidence les caractéristiques de la microstructure. Ces échantillons sont d'abord polis mécaniquement au papier abrasif (carbure de silicium, graduations de 80 à 2400). Le polissage se poursuit sur un drap feutré imbibé d'une solution de silice en suspension mélangée à 30% d'eau oxygénée, jusqu'à l'obtention d'une surface "miroir". L'attaque chimique nécessaire pour révéler la microstructure est réalisée à l'aide d'un réactif composé de 2% HF, 5% HNO₃, 43% H₂O₂ et 50% H₂O. Les échantillons sont ensuite observés au microscope optique (Axiophot-Zeiss).

Radiocristallographie

La diffraction des rayons X a été employée dans le but d'effectuer une recherche de phases.

La nature des différentes phases induites lors du processus de déformation à température ambiante varie selon les alliages. Les phases martensitiques induites sous contrainte ont été identifiées par de nombreux auteurs comme hexagonale compacte (α') ou orthorhombique (α'') (cf. chapitre I). Il est donc essentiel pour la suite du travail de savoir identifier avec certitude la symétrie et les caractéristiques cristallines de la phase induite sous contrainte pour ce qui concerne les échantillons que nous avons étudiés.

Phase β - β -CEZ - $a=3.26\text{\AA}$							
Plans (hkl)	d_{hkl}	Angles de diffraction $\lambda_{Cu}=1.54$	Intensités	Plans (hkl)	d_{hkl}	Angles de diffraction $\lambda_{Cu}=1.54$	Intensités
110	2.305	39.03	147.09	310	1.031	96.66	19.05
200	1.630	56.39	22.47	222	0.941	109.83	5.86
211	1.331	70.71	41.93	321	0.871	124.23	38.99
220	1.153	83.85	12.67	400	0.815	141.79	6.80

Phase α'' - β -CEZ - $a=3.03\text{\AA}$, $b=4.90\text{\AA}$, $c=4.64\text{\AA}$							
Plans (hkl)	d_{hkl}	Angles de diffraction $\lambda_{Cu}=1.54$	Intensités	Plans (hkl)	d_{hkl}	Angles de diffraction $\lambda_{Cu}=1.54$	Intensités
110	2.577	34.77	17.44	004	1.160	83.19	2.18
020	2.450	36.64	7.48	222	1.126	86.26	1.99
002	2.320	38.77	25.30	042	1.083	90.62	0.89
111	2.253	39.98	69.14	114	1.058	93.44	1.70
021	2.167	41.64	30.53	024	1.048	94.54	0.83
112	1.724	53.06	9.31	223	0.990	102.13	4.48
022	1.685	54.41	4.28	310	0.989	102.25	0.75
200	1.515	61.10	5.77	311	0.967	105.50	4.43
130	1.438	64.77	9.47	043	0.960	106.63	2.21
113	1.326	71.00	10.47	240	0.953	107.89	0.74
023	1.308	72.15	4.95	241	0.933	111.24	4.46
220	1.289	73.40	1.57	150	0.932	111.36	0.74
202	1.268	74.76	5.92	204	0.921	113.47	3.01
221	1.242	76.67	8.20	151	0.914	114.79	4.55
040	1.225	77.90	0.65	312	0.910	115.63	1.52
132	1.222	78.12	10.36	134	0.903	117.08	6.04
041	1.184	81.11	3.49				

Tab III.4 : Angles de diffraction des principaux plans réticulaires des phases β cubique centrée et α'' orthorhombique pour le rayonnement K_{α} du Cuivre.

La martensite α'' orthorhombique est de groupe spatial Cmmm. Dans ce groupe, les atomes sont en positions particulières :

$$4\text{cmm} \quad \begin{matrix} + \\ - \end{matrix} 0 \quad y \quad \frac{1}{4} \quad \text{avec} \quad y = \frac{1}{6} = 0.166 \quad [5]$$

- le mode de bravais C entraîne de extinctions spécifiques des intensités diffractées sur les plans (hkl) dont la somme h+k est impaire,
- le plan de glissement c impose une condition d'extinction sur les plans (h0l) d'indice l pair,
- la valeur particulière du paramètre de position atomique y entraîne une extinction supplémentaire, car le facteur de structure de la maille orthorhombique :

$$F_{hkl} = [1 + \cos \pi(h+k)] 2f \cos 2\pi \left(\frac{k}{6} + \frac{l}{4} \right)$$

s'annule pour les plans de type (h3l).

Les principaux plans diffractants de la phase α'' classés par distances interréticulaires décroissantes sont : (110), (020), (002), (111), (021), (112), (022), (200), ...

Pour la phase hexagonale α' , les premiers plans qui diffractent sont les suivants : (10.0), (00.2), (10.1), (10.2), (11.0), (10.3), (11.2), ...

Sur un diagramme $\theta-2\theta$, la structure hexagonale se différencie de la structure orthorhombique par le dédoublement de certaines raies. En effet, les pics (10.0) et (10.1) de la phase HC se décomposent respectivement en (110)-(020) et (111)-(021) pour la structure orthorhombique. L'identification de la symétrie orthorhombique de la phase induite sous contrainte nécessite donc la mise en évidence d'un des pics caractéristiques $(020)_{\alpha'}$ ou $(021)_{\alpha''}$.

Les angles de diffraction des principaux plans des structures cubique centrée et orthorhombique sont reportés dans le tableau III.4 pour le rayonnement K_{α} du cuivre.

Pour ces analyses en diffraction X, les diagrammes $\theta-2\theta$ sont mesurés sur un large domaine en 2θ afin de pouvoir faire apparaître une grande quantité de pics et d'indexer ces derniers en tenant compte des symétries des phases en présence.

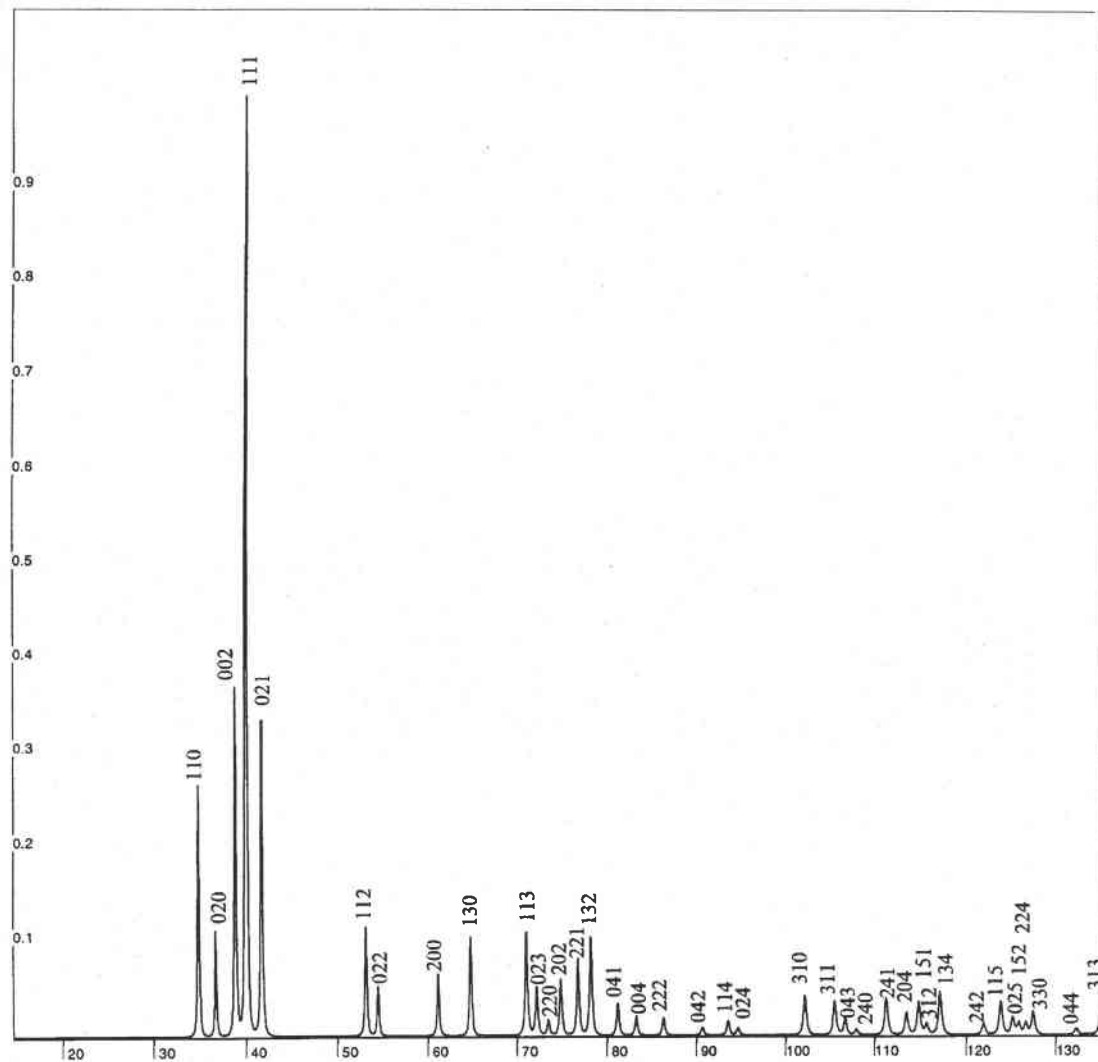


Fig. III.5 : Position et intensité théoriques des pics de la phase α'' orthorhombique.

Acquisition des figures de pôles

La détermination de la texture des différents échantillons étudiés est réalisée par diffraction des rayons X. Les figures de pôles sont mesurées à l'aide d'un goniomètre de texture Siemens muni d'une anticathode de Cuivre et d'un filtre de Nickel. Les densités de pôles ainsi obtenues nous permettent de calculer la fonction de texture en utilisant la méthode harmonique (cf. chapitre II).

L'analyse de texture de la phase β de l'échantillon brut de trempe EI et des phases en présence dans les différents échantillons déformés (phase mère β et phase induite sous contrainte α'') est réalisée.

Pour déterminer la texture de la phase cubique centrée β , les figures de pôles $(110)_\beta$, $(200)_\beta$ et $(211)_\beta$ ont été mesurées dans le cas des échantillons mis en solution dans le domaine β puis trempés à l'eau (échantillon EI).

La coexistence de la phase β cubique centrée et la phase orthorhombique induite sous contrainte α'' , qui entraîne la superposition de certains plans cristallographiques du fait des relations d'orientation existant entre ces deux phases, ne nous permet pas d'utiliser la figure $(110)_\beta$. Aussi nous avons mesuré les figures de pôles $(200)_\beta$, $(211)_\beta$ et $(310)_\beta$ sur les échantillons déformés.

De plus, afin de palier au problème statistique lié à la taille importante des grains β aussi bien dans le cas de l'échantillon brut de trempe que les échantillons déformés, il a été nécessaire de cumuler plusieurs figures de pôles mesurées en des localisations différentes sur l'échantillon, mais correspondant au même plan (hkl).

La détermination de la texture de la phase α'' est plus délicate en raison de la basse symétrie de cette phase. En effet, le diffractogramme théorique présenté fig. III.5 nous révèle des massifs de pics caractéristiques de telles structures cristallines. La difficulté était alors de savoir séparer les pics les plus intenses afin d'effectuer une mesure de figure de pôles précise. De plus, afin de limiter le rayonnement de fluorescence, un monochromateur plan arrière au graphite a été installé sur le goniomètre de texture et les figures de pôles $(110)_{\alpha''}$, $(020)_{\alpha''}$, $(111)_{\alpha''}$, $(021)_{\alpha''}$, $(200)_{\alpha''}$, $(130)_{\alpha''}$, $(202)_{\alpha''}$, $(132)_{\alpha''}$ ont été mesurées. La fonction de texture a été calculée à l'aide de la méthode harmonique en utilisant ces huit figures de pôles.

Une difficulté supplémentaire est la faible proportion de phase orthorhombique induite par le processus de mis en forme à température ambiante. En effet, si la quantité de cette phase semble être suffisante pour permettre une intensité diffractée assez importante pour la mesure de figures de pôles dans le cas des échantillons laminés (sens long ou sens travers), en revanche, cette quantité de phase α'' est plus faible dans le cas des échantillons tractionnés. De ce fait, l'intensité diffractée est très faible et l'analyse de texture est beaucoup plus difficile.

Une méthode permettant l'estimation de la proportion de phase α'' induite pendant l'essai a été développée et appliquée à tous les échantillons dont les diagrammes $\theta-2\theta$ mettent en évidence une structure biphasée $\beta+\alpha''$.

On suppose que l'intégrale de l'intensité diffractée par les plans (hkl) de la phase β est proportionnelle à la quantité de cette phase dans le matériau. Pour l'échantillon de référence EI, l'intensité intégrée sur la sphère des pôles est de 100%. Pour un échantillon présentant N% de phase α'' , l'intensité intégrée de la phase β correspond alors à 100% - N%. Il est alors possible de déterminer la proportion de phase α'' .

En effet, on estime qu'en tout point d'une figure de pôles, l'intensité diffractée peut s'écrire :

$$\bar{I}_{hkl}(\alpha, \beta) = I_0 \cdot k(\alpha, \beta) \cdot r_{hkl} \cdot P_{hi}(\alpha, \beta) \cdot v + I_{bdf}$$

où : I_{bdf} est la composante du bruit de fond,
 I_0 est l'intensité du faisceau incident,
 $k(\alpha, \beta)$ est une fonction liée à la géométrie de l'installation et aux caractéristiques du faisceau incident,
 r_{hkl} est le coefficient de réflexion des plans (hkl) considérés,
 $P_{hi}(\alpha, \beta)$ est la densité de pôles,
 et v est le volume diffractant.

La somme des intensités diffractées (corrigées du bruit de fond) dans chaque case de la figure de pôles est donc directement liée au volume diffractant.

Soit alors : - I_1 l'intégrale des intensités corrigées du bruit de fond calculée sur une figure de pôles de la phase β de l'échantillon monophasé EI,
 - et I_2 l'intégrale des intensités (corrigées du bruit de fond) calculée sur la même figure de pôles de la phase β d'un échantillon biphasé $\beta+\alpha''$.

On peut alors écrire que :
$$\frac{I_1 - I_2}{I_1} \approx \frac{v_1 - v_2}{v_1} \approx 1 - \frac{v_2}{v_1}$$

où : v_1 est la somme des volumes diffractants de l'échantillon brut de trempe, l'échantillon EI étant monophasé β , $v_1=1$.

v_2 est la somme des volumes β diffractants de l'échantillon biphasé.

On obtient alors :
$$\text{Proportion de phase } \alpha'' = 1 - v_2 = \frac{I_1 - I_2}{I_1}$$

Reste à choisir la famille de plans réticulaires de la phase β la mieux adaptée à ce type de détermination. Cette méthode étant basée sur des données expérimentales (figures de pôles incomplètes corrigées du bruit de fond), la famille de plans $(211)_\beta$ a été choisie car la majeure partie de l'information est contenue dans les 32 couronnes effectivement mesurées (la périphérie de la figure de pôles -de 80 à 90°- ne contient que très peu d'informations).

Toutes ces techniques nous ont permis de caractériser précisément l'état microstructural et textural de chaque échantillon étudié. La suite de ce chapitre est consacré à la présentation des différents résultats expérimentaux, à commencer par la caractérisation de l'échantillon brut de trempe EI, servant de référence.

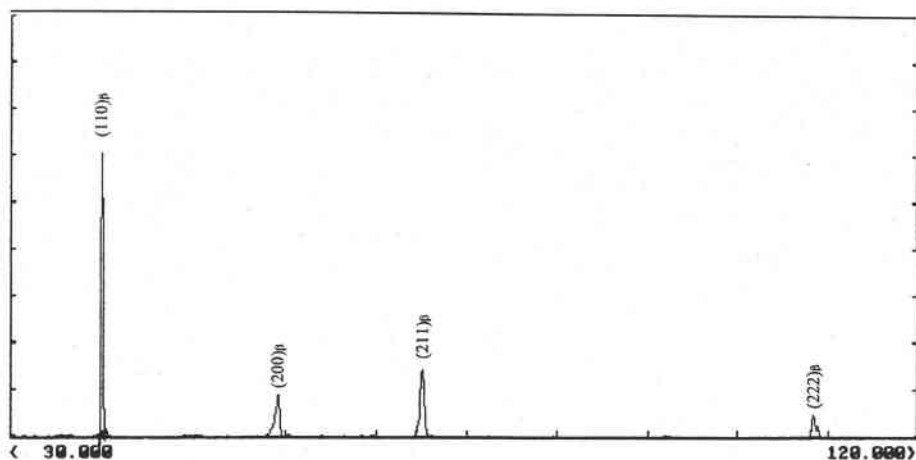


Fig. III.7 : Diagramme θ - 2θ de l'échantillon brut de trempe EI.

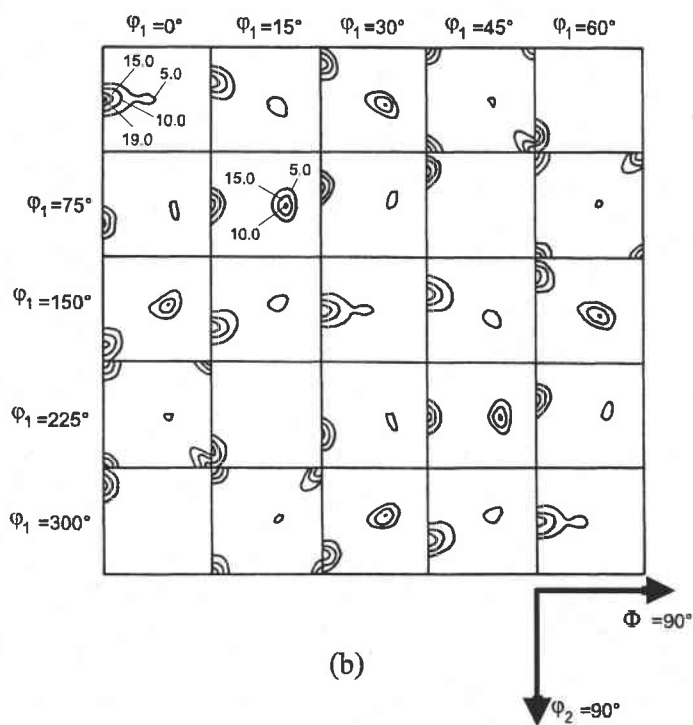
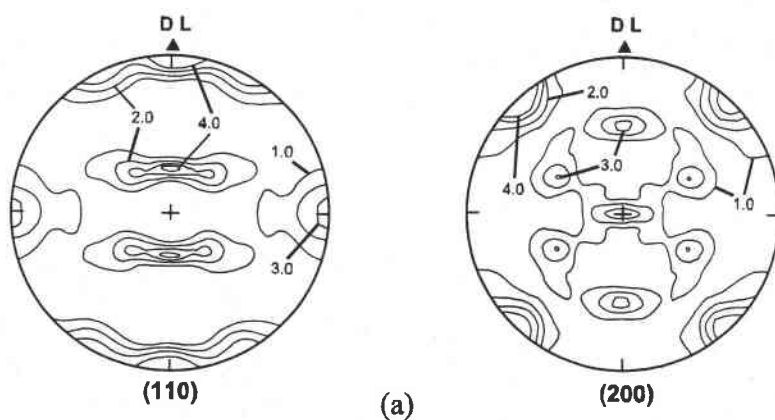


Fig. III.8 : Texture de la phase β de l'échantillon EI représentée par (a) les figures de pôles $(110)_\beta$ et $(200)_\beta$ et (b) les sections à ϕ_1 constant de l'ODF.

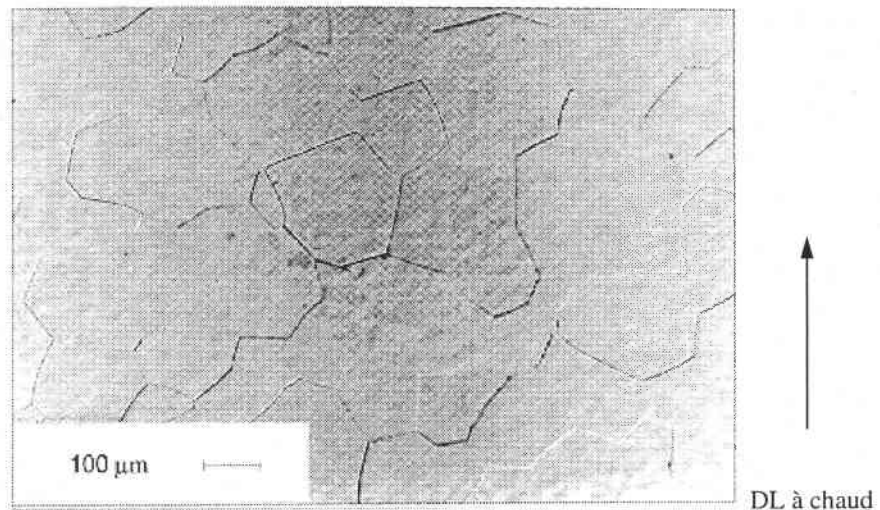


Fig. III.6 : Micrographie de l'échantillon EI mis en solution dans le domaine β pendant 1h et trempé à l'eau.

III.2.c- Analyse de l'état initial avant déformation à froid

Des échantillons de dimension 20*20*5 mm ont été prélevés par micro-tronçonnage sur le coupon n°1 de la tôle initiale puis découpés dans l'épaisseur afin de caractériser la fibre neutre de la tôle. Ils ont ensuite été polis puis observés au microscope optique.

L'OBSERVATION AU MICROSCOPE OPTIQUE pratiqué sur cet échantillon brut de trempe révèle une structure β entièrement équiaxe comme en témoigne le cliché de la figure III.6. La taille de grain après un maintien de 1 heure à 920°C est de environ 220 μm .

Les résultats de l'ANALYSE RADIOCRISTALLOGRAPHIQUE sont représentés fig. III.7. Ils ne laissent apparaître que les pics de diffraction associés à la phase β . Cependant, ce type d'analyse ne permet pas de déceler les phases dont la quantité est inférieure à quelques pourcents. Dans ces travaux, Roubaud [3], par une analyse en microscopie électronique à transmission, montre que suite à une mise en solution de 1 heure à 920°C suivie d'une trempe à l'eau, la présence en faible proportion de la phase oméga athermique dans la matrice β pouvait être décelée.

Les résultats de l'ANALYSE DE TEXTURE sont présentés figure III.8 à l'aide des figures de pôles $(110)_\beta$ et $(200)_\beta$ recalculées et des sections à ϕ_1 constant de l'ODF. Il apparaît que la texture β de l'échantillon EI (échantillon brut de trempe) peut être caractérisée par trois fortes composantes qui présentent cependant une dispersion importante. Ces trois composantes principales peuvent être caractérisées par les angles d'Euler :

$$\begin{aligned} &(45,0,0), \\ &(90,60,45), \\ &(270,60,45). \end{aligned}$$

La composante de texture la plus marquée correspond à l'orientation (45,0,0). Cette texture est très marquée, l'indice de texture J est de 7.99.

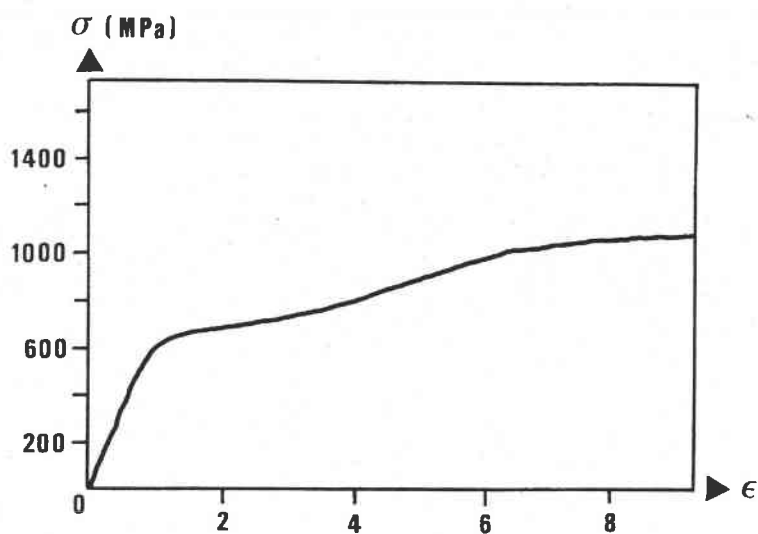


Fig. III.9 : Courbe de traction longitudinale pour une vitesse de traverse de 2 mm/s (échantillon **TrL2**).

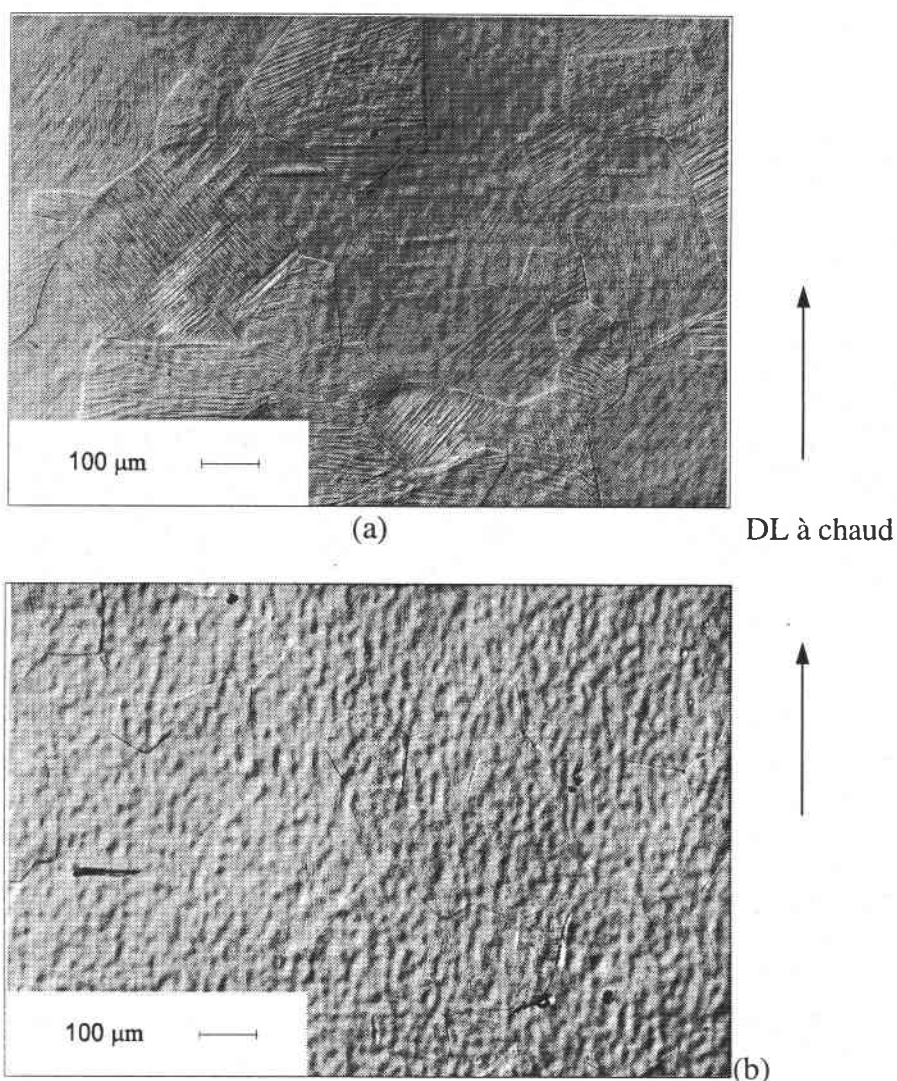


Fig. III.10 : Micrographies des échantillons tractionnés dans une direction parallèle à la direction de laminage à chaud (a) pour une vitesse de traverse de 2 mm/s (échantillon **TRL2**) et (b) pour une vitesse de traverse de 200 mm/s (échantillon **TRL200**).

Sur cette tôle initiale sont prélevés les différents échantillons de traction et de laminage qui vont nous permettre d'étudier les mécanismes de la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$. Avant de commenter les textures de la phase α'' induite par transformation pendant les essais mécaniques, nous présentons l'évolution de la texture β obtenue par traction ou par laminage.

III.3- Etude de l'évolution de la texture β pendant la déformation à froid

Pour aboutir à une meilleure compréhension des mécanismes de formation et de sélection des plaquettes de martensite α'' , deux processus de mise en forme ont été testés dans ce travail : la traction et le laminage.

III.3.a- Cas d'une déformation uniaxiale

Traction longitudinale :

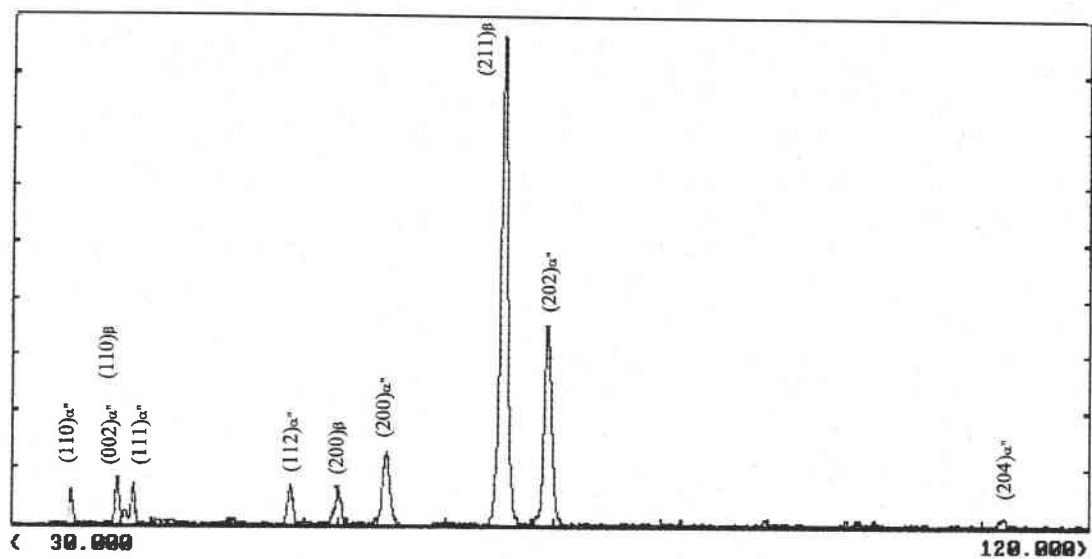
** Essais jusqu'à rupture*

La courbe de traction dans le cas d'une vitesse de traverses de 2 mm/s est présentée fig. III.9. Elle peut se décomposer en plusieurs domaines :

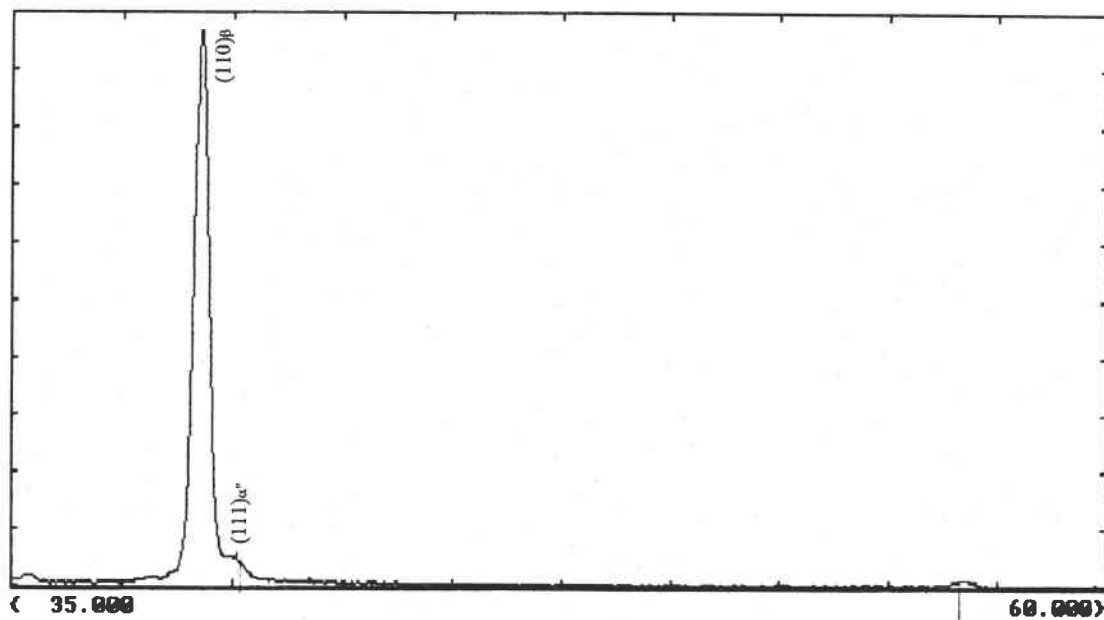
- Un domaine linéaire où la déformation est élastique. La limite d'élasticité est $R_{p0,2\%} = 610$ MPa. En dessous de cette contrainte, une décharge ramène l'éprouvette dans son état initial.
- Après un premier changement de pente, la courbe montre une partie quasi plate liée à la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$ sous l'action de la contrainte extérieure [6]. On peut estimer que 2% de la déformation macroscopique est accommodée par le changement de phase $\beta \rightarrow \alpha''$.
- Après le 2^{ème} changement de pente, la courbe correspond à un plus fort coefficient d'écroutissage, la formation de plaquettes de martensite étant plus difficile.
- Dans la dernière partie de la courbe, la déformation se fait par glissement cristallographique. La valeur maximale de la contrainte est $R_m = 1077$ MPa et l'allongement juste avant rupture est de 9%.

La courbe décrite ci-dessus présente, comme l'ont remarqué certains auteurs [3,4,6,7], un "double yielding" caractéristique de la transformation de phases induite sous contrainte. La contrainte σ_{tr} nécessaire à l'initiation du plateau, donc à la transformation de phases, est dans le cas de la traction longitudinale de 650 MPa. L'allure générale de cette courbe de traction laisse supposer que la matrice β est le siège d'une transformation de phases sous contrainte.

Une OBSERVATION AU MICROSCOPE OPTIQUE sur des échantillons prélevés sur les éprouvettes de traction nous révèle que, pour une vitesse de traverse de 2 mm/s, les grains β sont le site d'une précipitation de plaquettes morphologiquement très marquées (fig. III.10.a). En revanche, les essais réalisés avec une vitesse de traverse de 200 mm/s (fig. III.10.b) présentent une microstructure peu différente de la microstructure initiale, à savoir des



(a)



(b)

Fig. III.11 : Diagrammes θ - 2θ mesurés sur les échantillons tractionnés dans le sens long avec une vitesse de traverse de (a) 2 mm/s (TrT2) et (b) 200 mm/s (TrT200)

grains équiaxes β ne présentant que très rarement des platelets α'' . Il semble donc que la vitesse de déformation influence directement l'activation des différents modes de déformation (déformation par transformation de phases ou par glissement cristallographique) en modifiant très vraisemblablement les champs de contrainte locaux. La modélisation des textures de déformation présentée dans le chapitre suivant nécessite donc l'utilisation d'un modèle de déformation plastique capable de tenir compte de cette sensibilité à la vitesse de déformation.

Les résultats de l'ANALYSE RADIOCRISTALLOGRAPHIQUE (fig. III.11) nous révèlent que, pour une vitesse de traverse de 2 mm/s, l'intensité des pics associés initialement à la phase cubique centré β a changée et met en évidence la présence de nouveaux pics de diffraction indexables dans le système orthorhombique. Cette modification de l'allure générale du diffractogramme révèle que :

- la traction uniaxiale a induit un changement de texture de la phase β cubique centrée,
- une fraction de la phase β a subi une transformation de type $\beta \rightarrow \alpha''$.

Comme dans le cas des observations au microscope optique, les diagrammes θ - 2θ relatifs aux essais à une vitesse de traverse de 200 mm/s montrent que la part de phase β transformée est extrêmement faible, les pics associés à la phase martensitique émergeant à peine du bruit de fond.

Les résultats de l'ANALYSE DE TEXTURE des échantillons tractionnés sont exposés figure III.12 pour une vitesse de traverse de 2 mm/s et figure III.13 pour une vitesse de traverse de 200mm/s.

Pour un vitesse de traverse de 2 mm/s :

La précipitation de la phase martensitique α'' au sein des grains, mise en évidence par microscopie optique, divise les larges domaines β et diminue ainsi l'effet de gros grain, ce qui permet d'améliorer la mesure des figures de pôles. Si la texture de l'échantillon EI est très marquée, en revanche, on constate une diminution de l'acuité de la texture de la phase β pour l'échantillon TrL2. En effet, l'indice de texture J passe de 7.99 dans le cas de l'échantillon EI à 2 dans le cas de l'échantillon TrL2. La composante (45,0,0), très prononcée pour l'état brut de trempe, devient très faible. De plus, la déformation imposée induit un étalement des deux autres composantes de la texture initiale (90,60,45) et (270,60,45).

Pour une vitesse de traverses de 200 mm/s :

La texture de l'échantillon tractionné avec une vitesse de traverse de 200 mm/s peut être décrite principalement par une composante (45,0,0) toutefois moins marquée que dans la texture β de état brut de trempe. La texture β de TrL200 est très différente de celle mesurée sur les échantillons tractionnés avec une vitesse de 2 mm/s. L'acuité de la texture, caractérisée par l'indice J, est plus marquée. En effet, pour des critères d'analyse identiques, J était de 2 pour l'échantillon TrL2 et vaut 3.8 pour l'échantillon TrL200. L'évolution des trois composantes principales de la texture initiale varie selon la vitesse à laquelle est réalisé l'essai de traction. Contrairement à l'échantillon TrL2, ce sont les composantes (90,60,45) et (270,60,45) qui sont fortement atténuées par rapport à l'orientation (45,0,0).

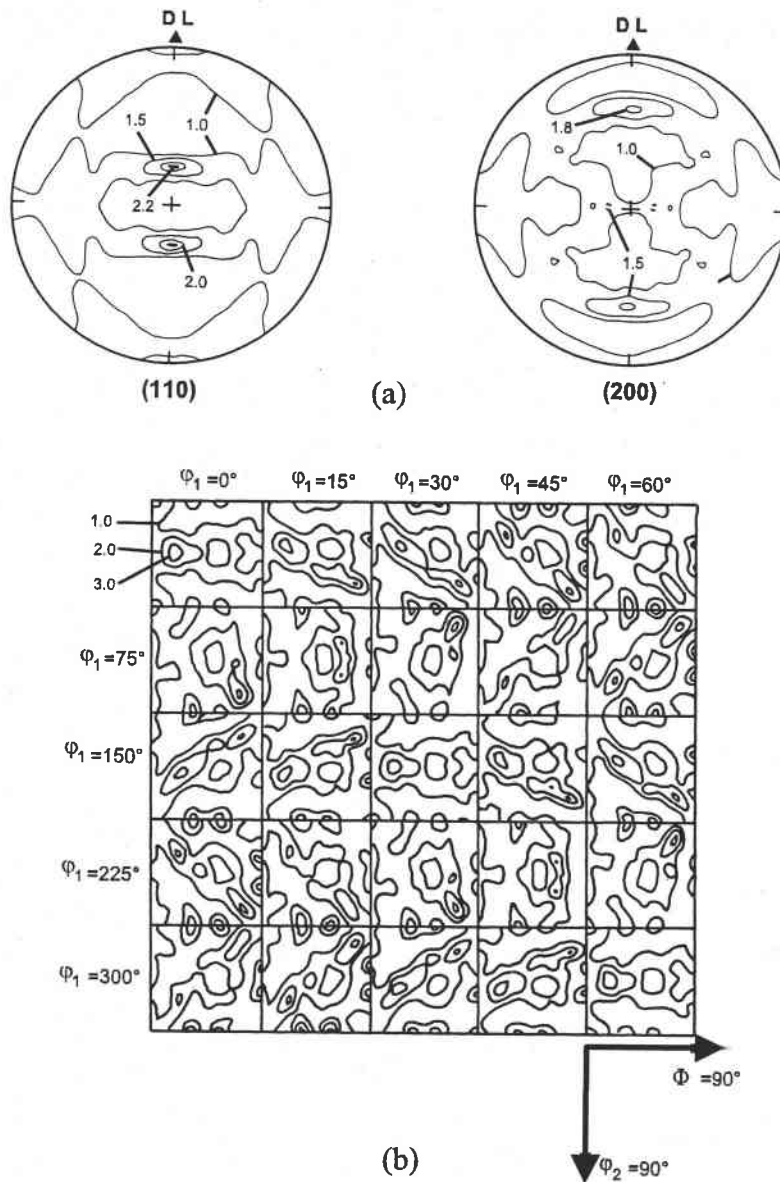


Fig. III.12 : Texture de la phase β de l'échantillon **TrL2** (traction longitudinale - vitesse de traverse=2 mm/s) représentée par (a) les figures de pôles $(110)_\beta$ et $(200)_\beta$ et (b) les sections à φ_1 constant de l'ODF.

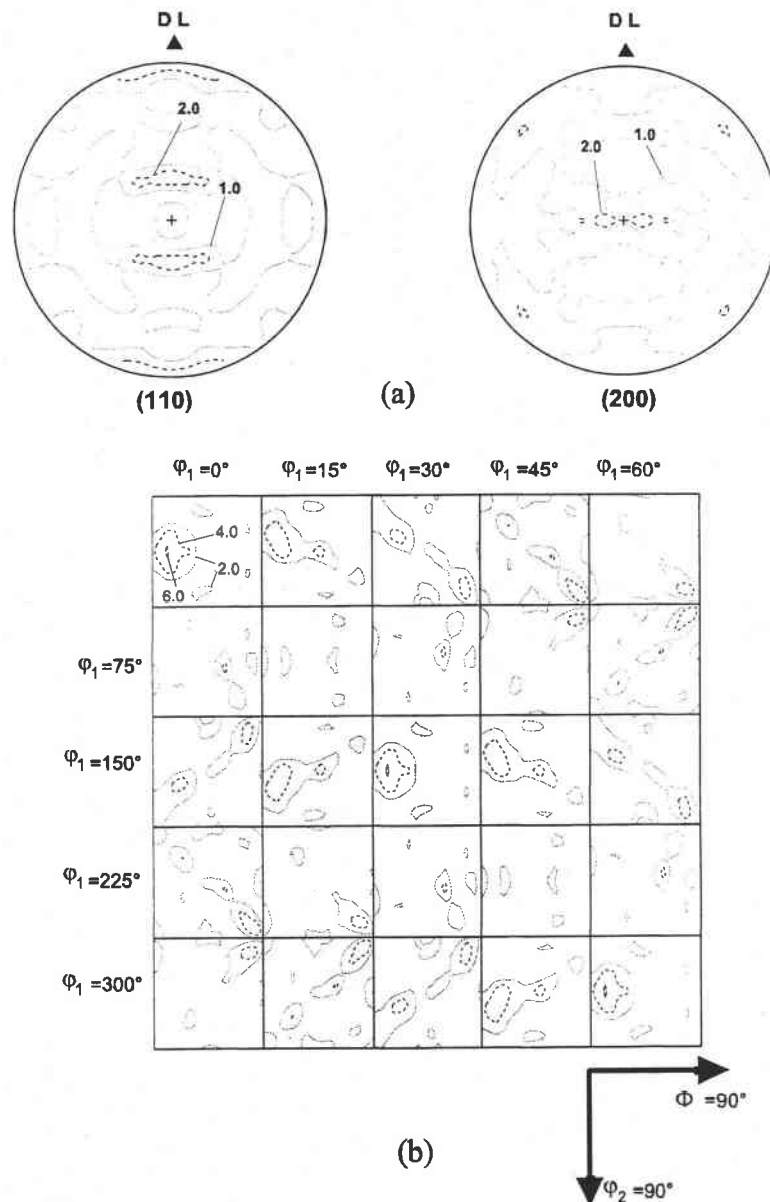


Fig. III.13 : Texture de la phase β de l'échantillon TrL200 (traction longitudinale - vitesse de traverse=200 mm/s) représentée par (a) les figures de pôles $(110)_\beta$ et $(200)_\beta$ et (b) les sections à ϕ_1 constant de l'ODF.

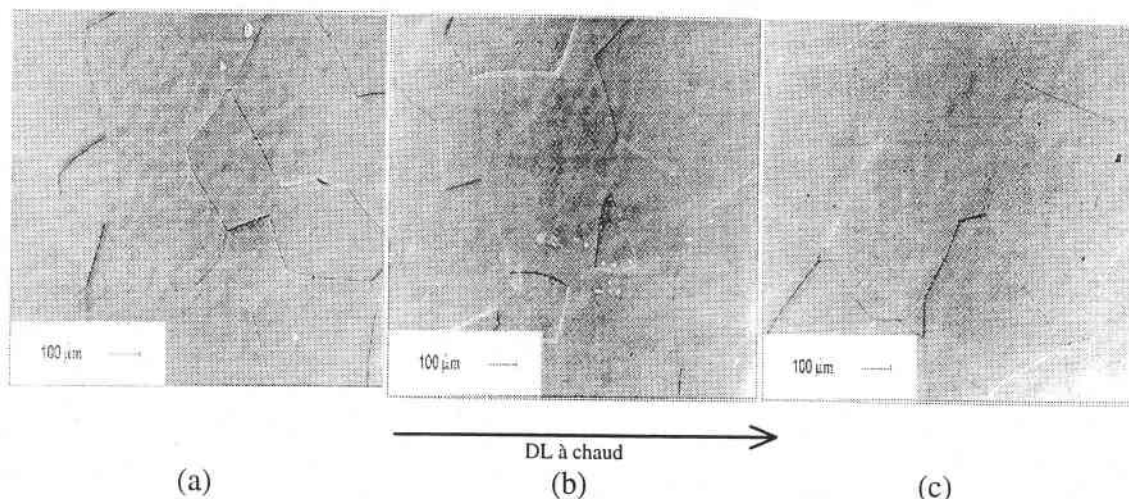


Fig. III.14 : Micrographies des échantillons (a) **TrL650**, (b) **TrL750** et (c) **TrL950**.

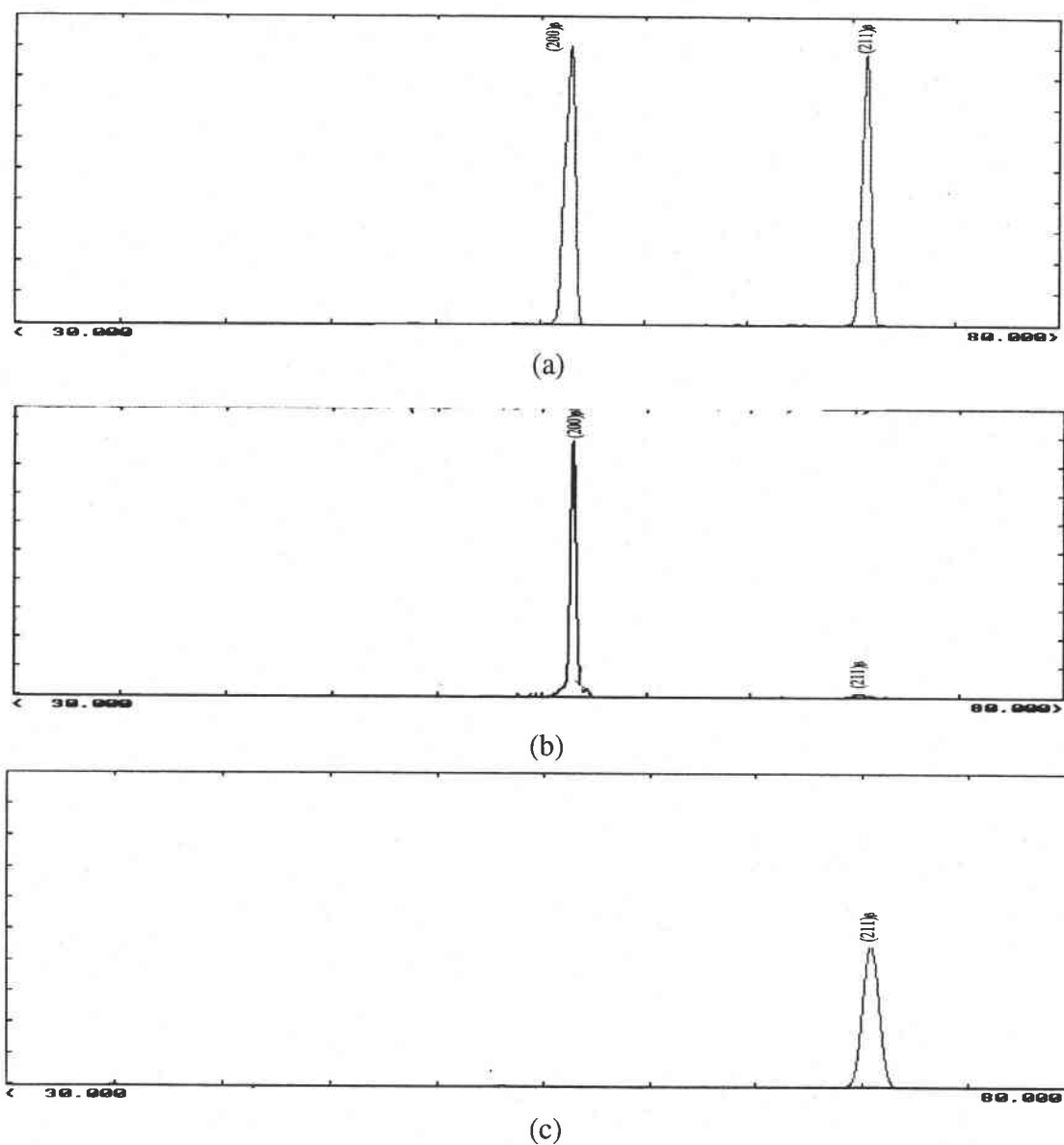


Fig. III.15 : Diagrammes θ - 2θ mesurés sur les échantillons (a) **TrL650** (b) **TrL750** et (c) **TrL950**.

* *Essais de traction interrompus avant la rupture :*

La réalisation d'essais de traction interrompus avant la rupture a été demandée à CEZUS dans le but de suivre l'évolution de la texture de la phase β pendant la déformation par traction. Comme les essais réalisés avec une vitesse de déformation faible semblent plus favorables à une transformation de phases sous contrainte, ces essais interrompus sont réalisés avec une vitesse de traverse de 2 mm/s. Les valeurs d'arrêt sont définies après observation de la courbe de traction (fig. III.9) et sont fixées à :

- 650 MPa : sortie du domaine élastique, au début de la précipitation de la phase induite sous contrainte,
- 750 MPa : au centre du plateau défini au chapitre I,
- 950 MPa : à la fin de la précipitation de la phase α'' .

Il faut cependant signaler que le dernier essai n'a pu être effectivement réalisé jusqu'à une contrainte de 950 MPa, l'éprouvette ayant cassée à 830MPa.

L'OBSERVATION AU MICROSCOPE OPTIQUE (fig. III.14) révèle que seul l'échantillon TrL950 présente de faibles traces d'une transformation de phases de type martensitique, on observe dans certains grains seulement quelques plaquettes α'' . Ce résultat est confirmé par l'ANALYSE RADIOCRISTALLOGRAPHIQUE (fig. III.15) où les pics de plus forte intensité sont indexables uniquement dans le système cubique de la phase β .

Les résultats de l'ANALYSE DE TEXTURE sont représentées par les figures de pôles $(110)_\beta$ et $(200)_\beta$ (fig. III.16) et les sections à φ_1 constant de l'ODF (fig. III.17).

Bien que l'indice de texture J calculé lors de cette analyse ($J=8.13$) soit légèrement supérieur à celui de l'échantillon EI, on constate que la déformation imposée par une traction jusqu'à 650 MPa induit une faible évolution de la texture de la phase β . En effet, bien que celle-ci soit très proche de la texture de la phase β de l'échantillon brut de trempe, présentant une composante (45,0,0) majoritaire et deux autres orientations symétriques (90,60,45) et (270,60,45), on remarque un faible renforcement de la première composante et une légère diminution des deux dernières. La traction jusqu'à une contrainte juste supérieure à la limite élastique n'engendre pas, semble-t-il, de transformation de phases de type $\beta \rightarrow \alpha''$ mais une très faible déformation plastique.

Les éprouvettes tractionnées jusqu'à une contrainte de 750 MPa présente en revanche une évolution importante de la texture de la phase β . On constate tout d'abord une baisse de l'indice de texture ($J=5.6$). L'examen de la figure de pôles $(200)_\beta$ et des sections de l'ODF révèle que les deux composantes (90,60,45) et (270,60,45) de la texture s'affaiblissent très fortement et que la composante (45,0,0) est plus dispersée.

La texture β mesurée sur l'éprouvette TrL950 est peu différente de la texture β mesurée sur l'échantillon TrL750. On remarque cependant une légère baisse de l'indice de texture J qui passe de 5.6 à 4.96. L'accommodation de la déformation macroscopique imposée entraîne une faible baisse de la densité de la composante (45,0,0), la densité des deux autres composantes de la texture de la phase β initiale restant stable. On note cependant le renforcement d'une nouvelle orientation, initiée dès les premiers stades de la traction, et caractérisée par les angles d'Euler (0,35,45).

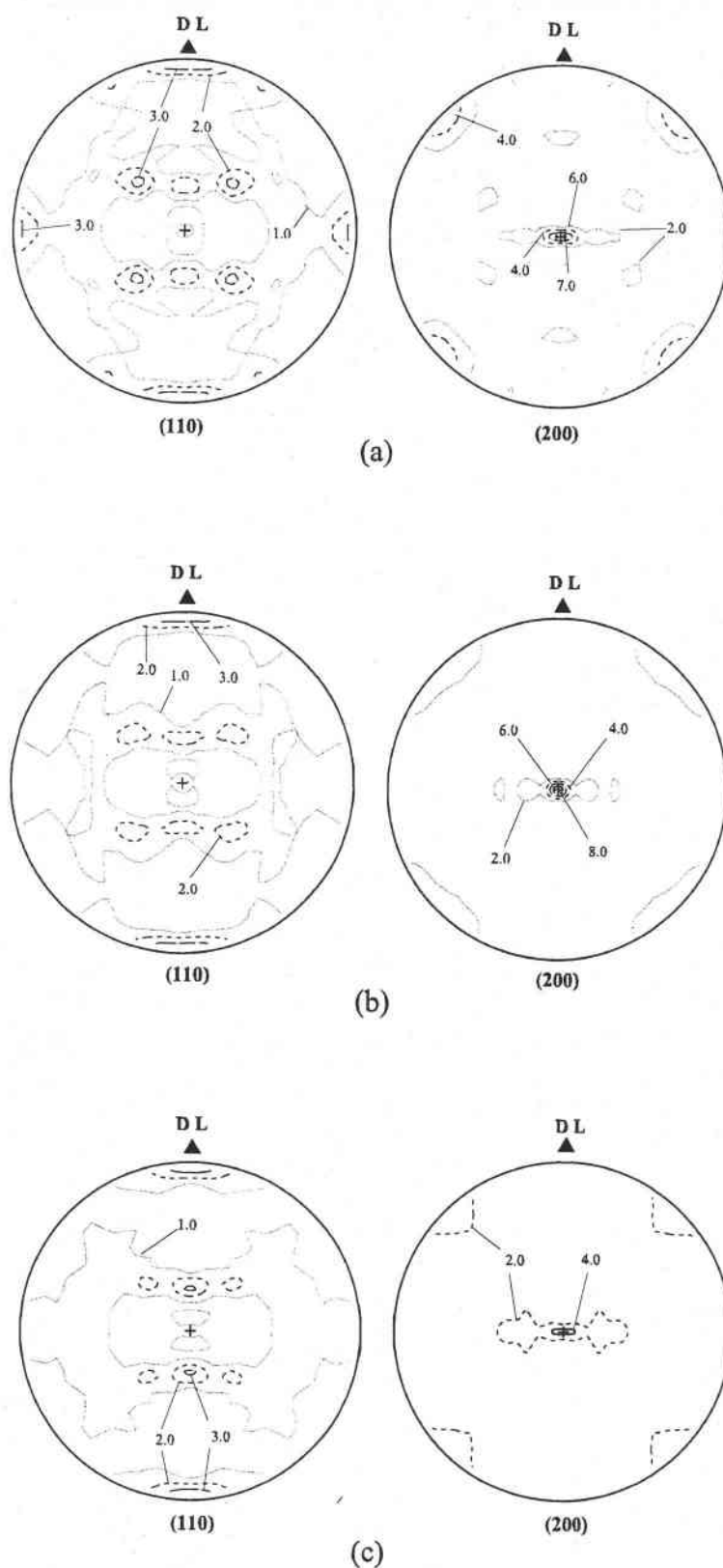


Fig. III.16 : Figures de pôles $(110)_\beta$ et $(200)_\beta$ recalculées des échantillons (a) TrL650, (b) TrL750 et (c) TrL950.

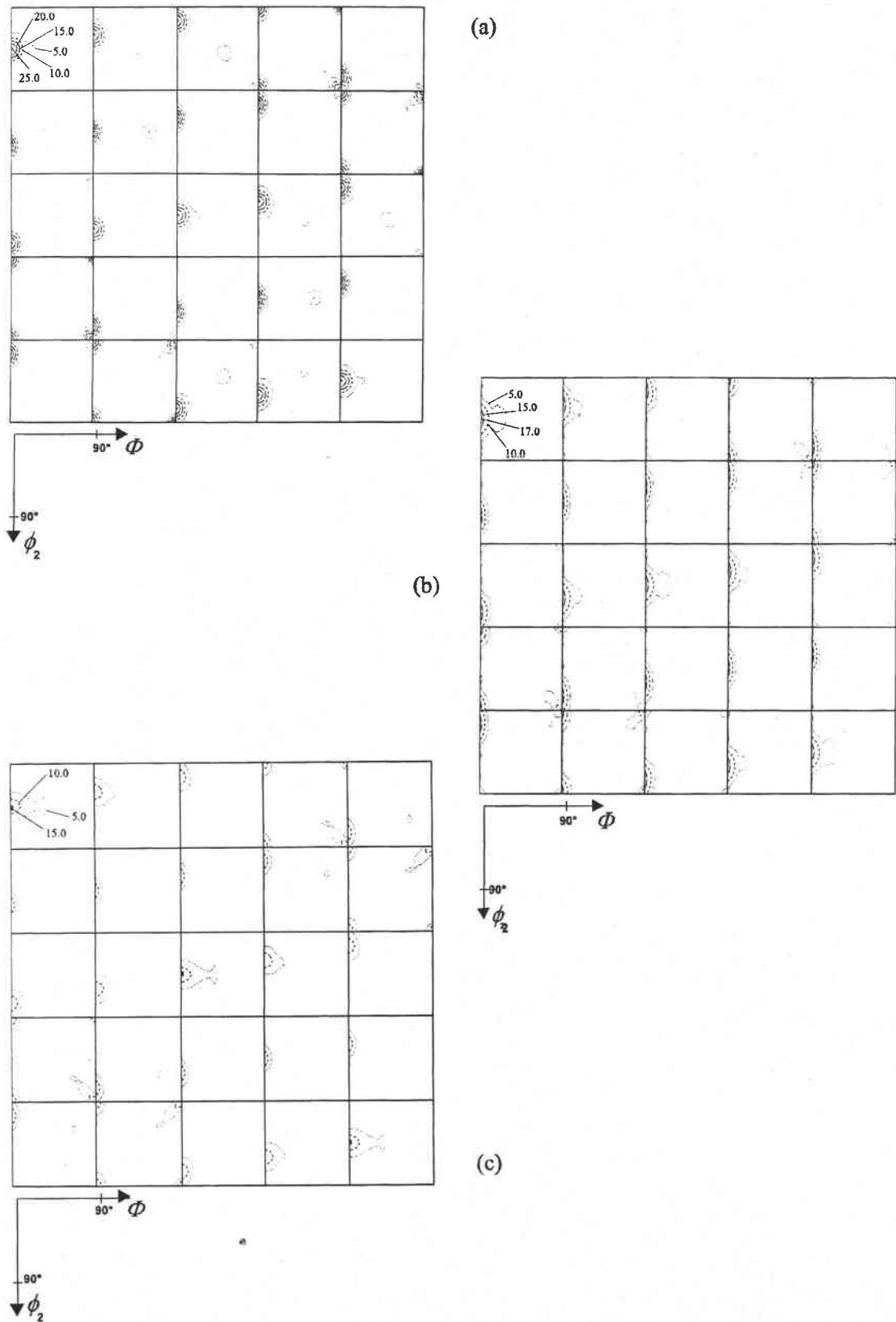


Fig. III.17 : Sections à ϕ_1 constant de l'ODF des échantillons (a) TrL650, (b) TrL750 et (c) TrL950.

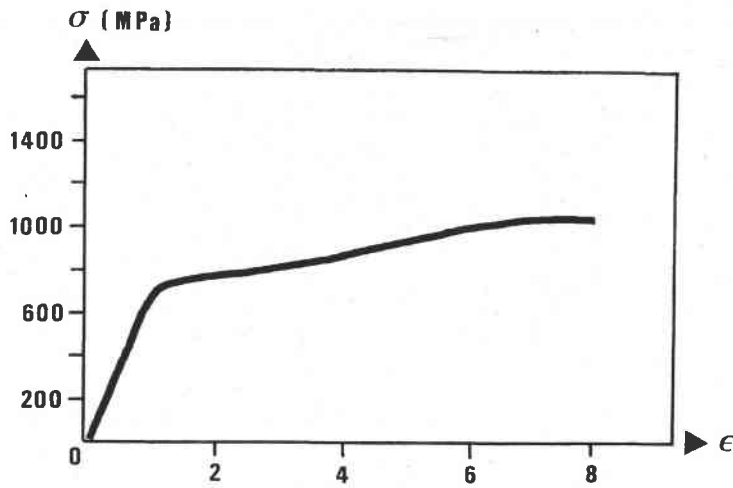
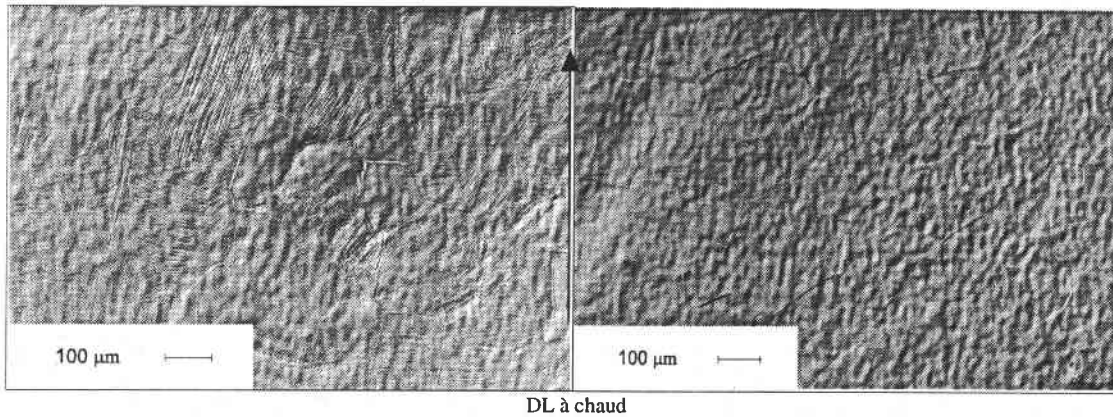
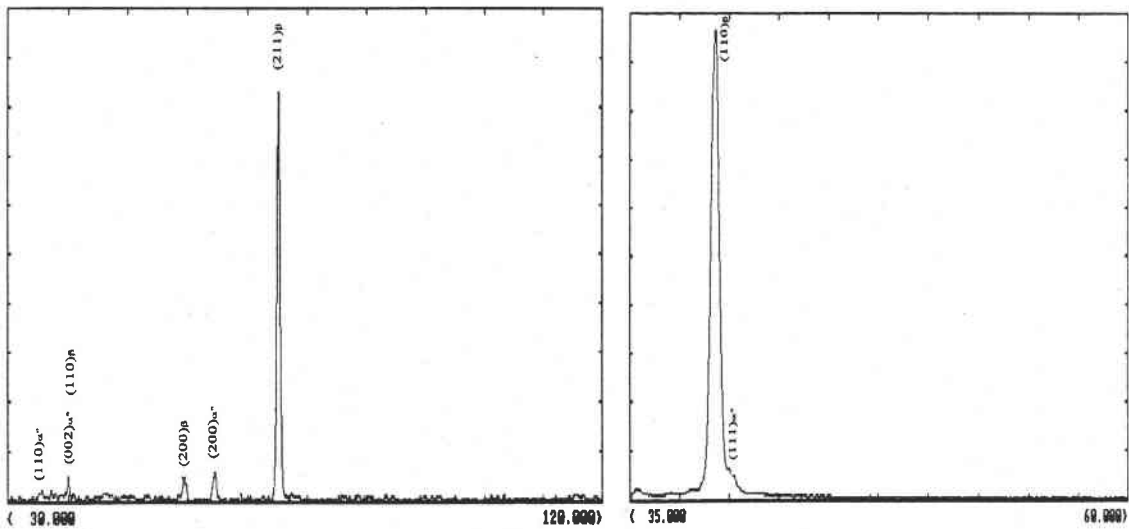


Fig. III.18 : Courbe de traction transversale pour une vitesse de traverse de 2 mm/s (échantillon TrT2).



(a) (b)

Fig. III.19 : Micrographies des échantillons tractionnés dans une direction perpendiculaire à la direction de laminage à chaud (a) pour une vitesse de 2 mm/s (TrT2) et (b) pour une vitesse de 200 mm/s (TrT200).



(a) (b)

Fig. III.20 : Diagrammes θ - 2θ mesurés sur les échantillons tractionnés dans le sens travers avec une vitesse de traverse de (a) 2 mm/s (TrT2) et (b) 200 mm/s (TrT200).

Traction transversale :** Essais jusqu'à rupture*

La courbe de traction pour une vitesse de 2 mm/s est présentée fig. III.18. Après le franchissement de la limite élastique ($R_{p0,2\%} = 689$ MPa) la courbe présente un "Double Yielding" moins prononcé que dans le cas de la traction longitudinale. L'allongement à rupture est de 7.94% et la contrainte maximale atteinte de 1018 MPa. La contrainte seuil à l'initiation de la transformation martensitique est $\sigma_{\alpha''} = 740$ MPa. Si, comme le suppose Duerig, l'amplitude de ce plateau est proportionnelle à la quantité de phase β transformée sous l'action de la contrainte extérieure, on peut présumer qu'une traction dans le sens travers induit une plus faible précipitation de phase martensitique durant l'essai. On estime, d'après cette courbe, que environ 1.4% de la déformation totale est accommodée par transformation de phases. Ce résultat est confirmé par les OBSERVATIONS AU MICROSCOPE OPTIQUE (fig. III.19.a). Pour une vitesse de traverse de 200 mm/s (fig. III.19.b), la quantité de phase induite sous contrainte est beaucoup plus faible, comme dans le cas de la traction longitudinale à cette même vitesse.

L'interprétation des résultats de l'ANALYSE RADIOCRISTALLOGRAPHIQUE est similaire à celle réalisée dans le cas de la traction dans le sens long (fig. III.20). Pour l'échantillon tractionné avec une vitesse de traverse de 2 mm/s, les pics de forte intensité sont indexables dans le système cubique de la phase β . Les quelques pics de faible intensité correspondent à la phase α'' de structure cristalline orthorhombique. Pour une plus forte vitesse de déformation, les diagrammes $\theta-2\theta$ ne révèlent aucun pics de martensite α'' .

L'ANALYSE DE TEXTURE révèle que la texture de la phase β des échantillons tractionnés dans le sens travers est très différente de celle de la traction dans le sens long. Sous l'action de la contrainte extérieure, les composantes de la texture de l'état brut de trempe évoluent de manière différente, les champs de contrainte locaux étant différents de ceux du cas précédent. Les résultats des analyses de texture sont montrés fig. III.21 pour une vitesse de traverse de 2 mm/s et fig. III.22 pour une vitesse de traverse de 200 mm/s.

Pour un vitesse de 2 mm/s :

Comme dans le cas précédent, on constate une chute de l'acuité de la texture ($J=2.4$). La texture de déformation est très différente non seulement de la texture de l'état brut de trempe mais également de la texture des échantillons tractionnés dans le sens long à cette même vitesse de déformation. La magnitude de la composante (45,0,0), bien que plus de deux fois plus forte que dans le cas de la traction sens long, reste très inférieure à celle mesurée dans le cas de l'échantillon brut de trempe. De plus, les orientations (90,60,45) et (270,60,45) s'affaiblissent très fortement et on constate, sur les sections de l'ODF et sur la figure de pôles $(200)_{\beta}$ la naissance d'une nouvelle composante définie par les angles d'Euler (0,35,45).

Pour une vitesse de traverse de 200 mm/s :

La texture cristallographique de l'échantillon tractionné dans le sens travers avec une vitesse de traverse de 200 mm/s présente une composante (45,0,0) très étalée. Les deux autres composantes de la texture initiale, à savoir les orientations (90,60,45) et (270,60,45) ont presque totalement disparues. Pour cet échantillon, l'indice de texture J calculé est de 3.5. Il semble que l'augmentation de la vitesse de déformation conduit à une texture différente de la texture obtenue avec une vitesse de déformation de 2 mm/s.

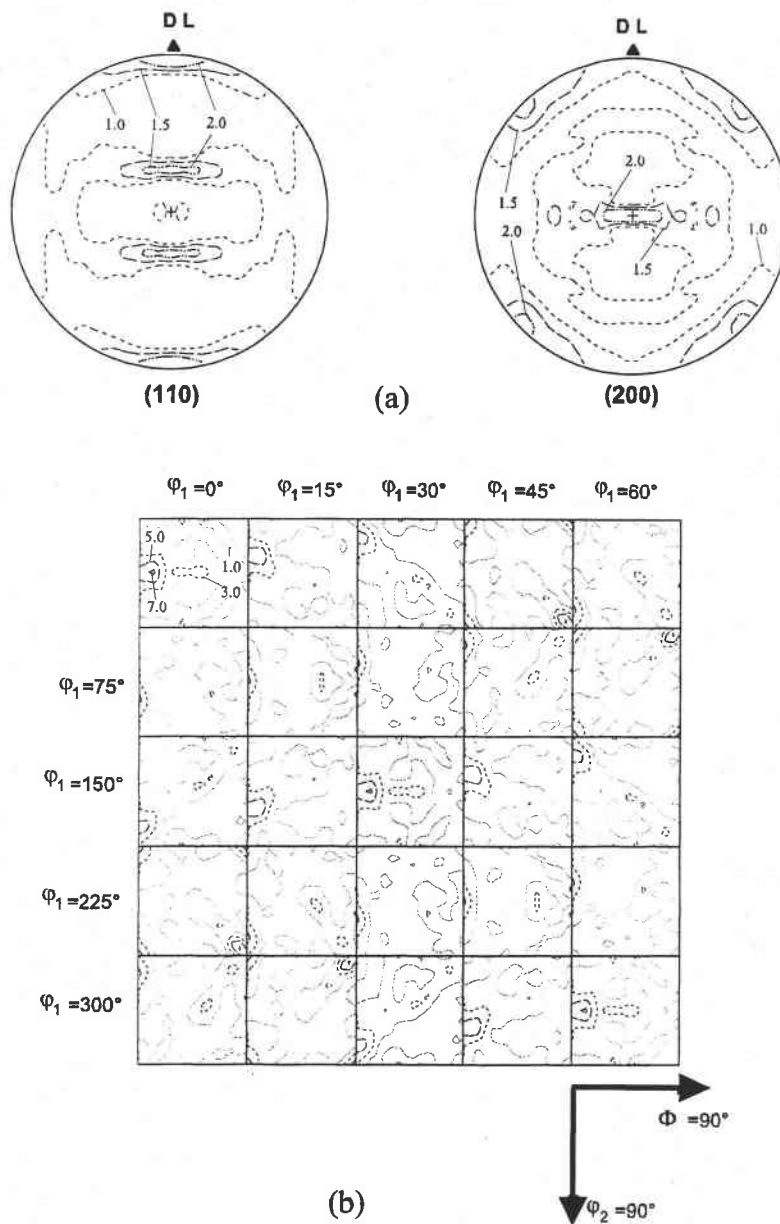


Fig. III.21 : Texture de la phase β de l'échantillon TrT2 (traction transversale - vitesse de traverse=2 mm/s) représentée par (a) les figures de pôles $(110)_\beta$ et $(200)_\beta$ et (b) les sections à φ_1 constant de l'ODF.

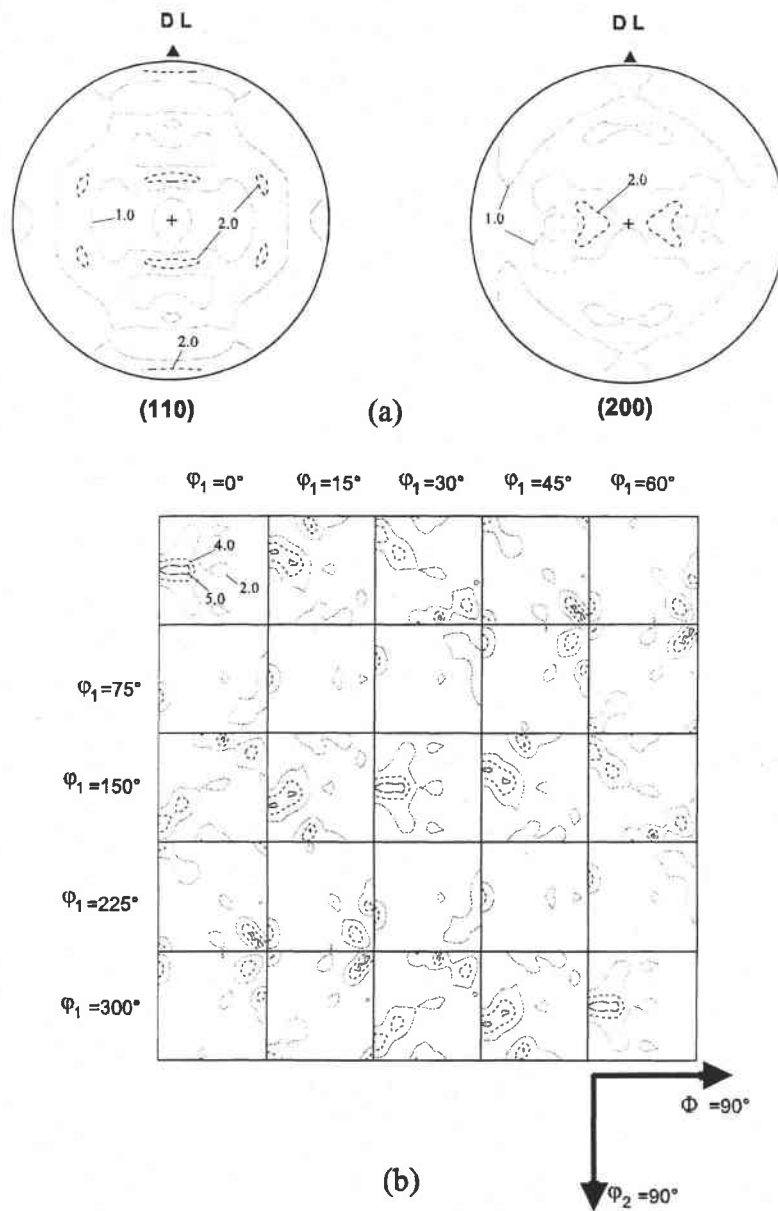


Fig. III.22: Texture de la phase β de l'échantillon TrT200 (traction transversale - vitesse de traverse=200 mm/s) représentée par (a) les figures de pôles $(110)_\beta$ et $(200)_\beta$ et (b) les sections à φ_1 constant de l'ODF.

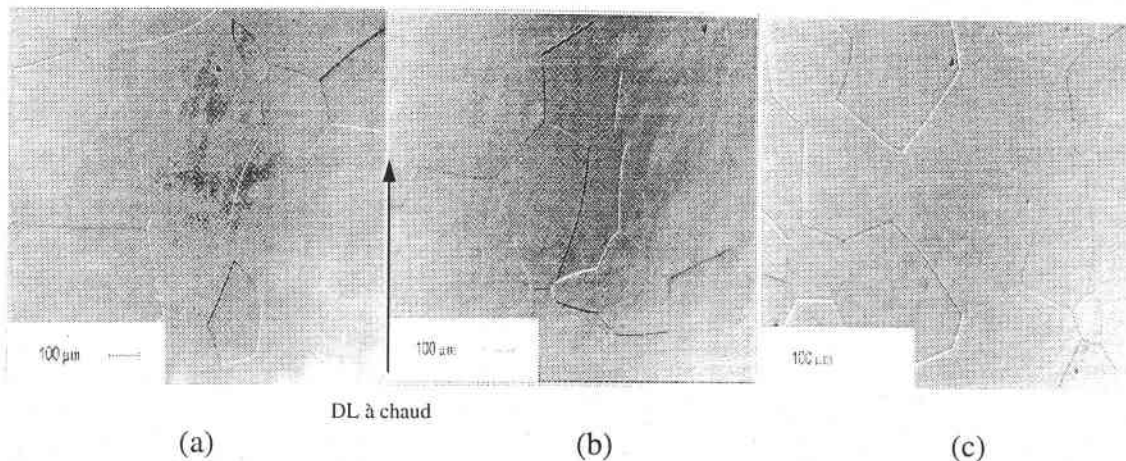
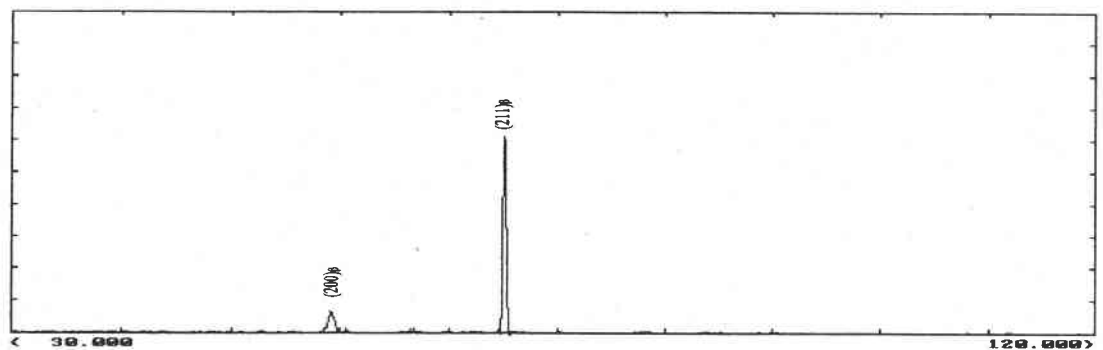
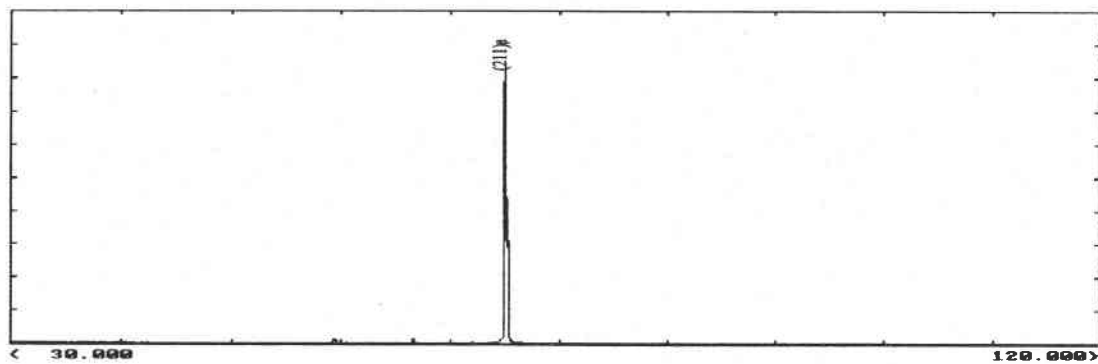


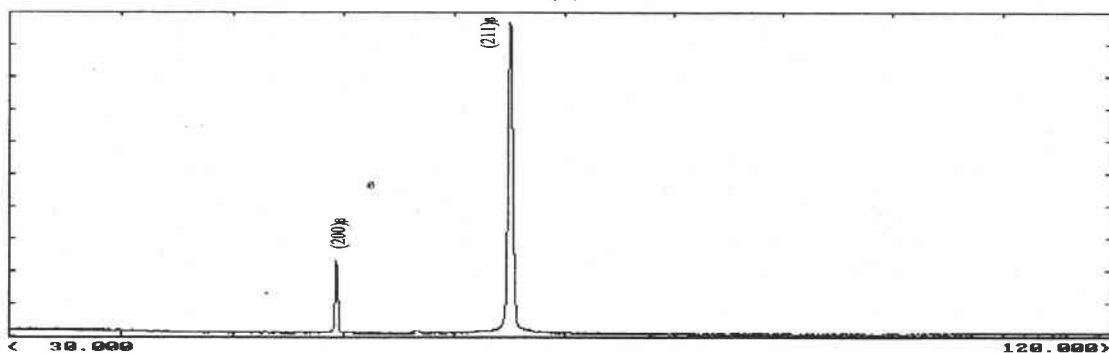
Fig. III.23 : Micrographies des échantillons (a) TrT700, (b) TrT800 et (c) TrT920.



(a)



(b)



(c)

Fig. III.24 : Diagrammes θ - 2θ mesurés sur les échantillons (a) TrT700 (b) TrT800 et (c) TrT920.

* Essais de traction interrompus avant rupture :

Les valeurs des contraintes d'arrêt de l'essai sont fixées à : - 700 MPa,
- 800 MPa,
- et 920 MPa.

Pour l'essai commandé jusqu'à une contrainte seuil de 920 MPa, l'éprouvette s'est en fait rompue à 820 MPa.

On retrouve les mêmes caractéristiques microstructurales que celles constatées sur les échantillons tractionnés dans le sens long. En effet, l'examen des clichés obtenus par MICROSCOPIE OPTIQUE (fig.III.23) met en évidence une microstructure peu différente de celle de l'échantillon brut de trempe EI, présentant des grains équiaxes β . Seule l'éprouvette TrT920 présente dans quelques grains seulement des traces d'une précipitation de plaquettes de martensite.

L'ANALYSE RADIOCRISTALLOGRAPHIQUE, dont les résultats sont présentés figure III.24, vient confirmer les résultats de l'étude des microstructures. Les diagrammes $\theta-2\theta$ des échantillons TrT700, TrT800 et TrT920 ne présentent que des pics de diffraction imputables à la phase β cubique centrée. On note toutefois des différences dans l'intensité des pics entre les diagrammes mesurés sur les trois échantillons. En effet, si le pic des plans de type $(211)_\beta$ reste dans les trois cas le pic de forte intensité, l'intensité du pic associé aux plans de type $(200)_\beta$ évolue selon la déformation imposée : de faible intensité sur le diffractogramme de l'échantillon TrT700, il disparaît totalement du diagramme $\theta-2\theta$ de l'échantillon TrT800, et réapparaît pour l'échantillon TrT920 sous la forme d'un pic très fin d'intensité moyenne. Les différences entre les diffractogrammes sont liées aux différentes textures de la phase β obtenues au cours des essais de traction.

Les résultats de l'ANALYSE DE TEXTURE menée sur les éprouvettes tractionnées jusqu'aux trois différents seuils de contrainte sont représentés par les figures de pôles $(110)_\beta$ et $(200)_\beta$ (fig. III.25) et les sections à φ_1 constant de l'ODF (fig. III.26).

Une traction transversale appliquée à l'échantillon EI jusqu'à un seuil de contrainte juste supérieur à la limite élastique puis un déchargement induit une faible rotation des grains, ce qui se traduit par une petite évolution de la texture cristallographique de la phase β . Si la densité de la composante $(45,0,0)$ conserve sa valeur malgré la déformation, les densités des orientations $(90,60,45)$ et $(270,60,45)$ diminuent très fortement. Cette texture reste cependant très marquée ($J=6.25$).

Dès une contrainte de 800 MPa, l'échantillon présente, comme il a été constaté après examen des diagrammes $\theta-2\theta$, une nouvelle évolution de la texture β . En effet, si les deux orientations $(90,60,45)$ et $(270,60,45)$ restent stables, en revanche, la composante $(45,0,0)$ s'affaiblit. L'indice de texture calculé pour cette analyse est de 7.9.

Le glissement cristallographique, entraînant non seulement une déformation mais aussi une rotation des grains, modifie la texture de l'échantillon TrT920. En effet, on peut constater après l'examen des figures de pôles et des sections de l'ODF, que la densité de la composante $(45,0,0)$ a augmenté pour atteindre de nouveau le même ordre de grandeur que dans le cas de l'échantillon brut de trempe. Les deux autres composantes de la texture initiale restent stables. La traction jusqu'à 820 MPa confirme l'apparition d'une nouvelle composante $(0,35,45)$ dont la présence pouvait déjà être décelée sur les sections de l'ODF de l'éprouvette TrT800. Cette déformation supplémentaire se traduit par une baisse de l'acuité de la texture ($J=6.7$).

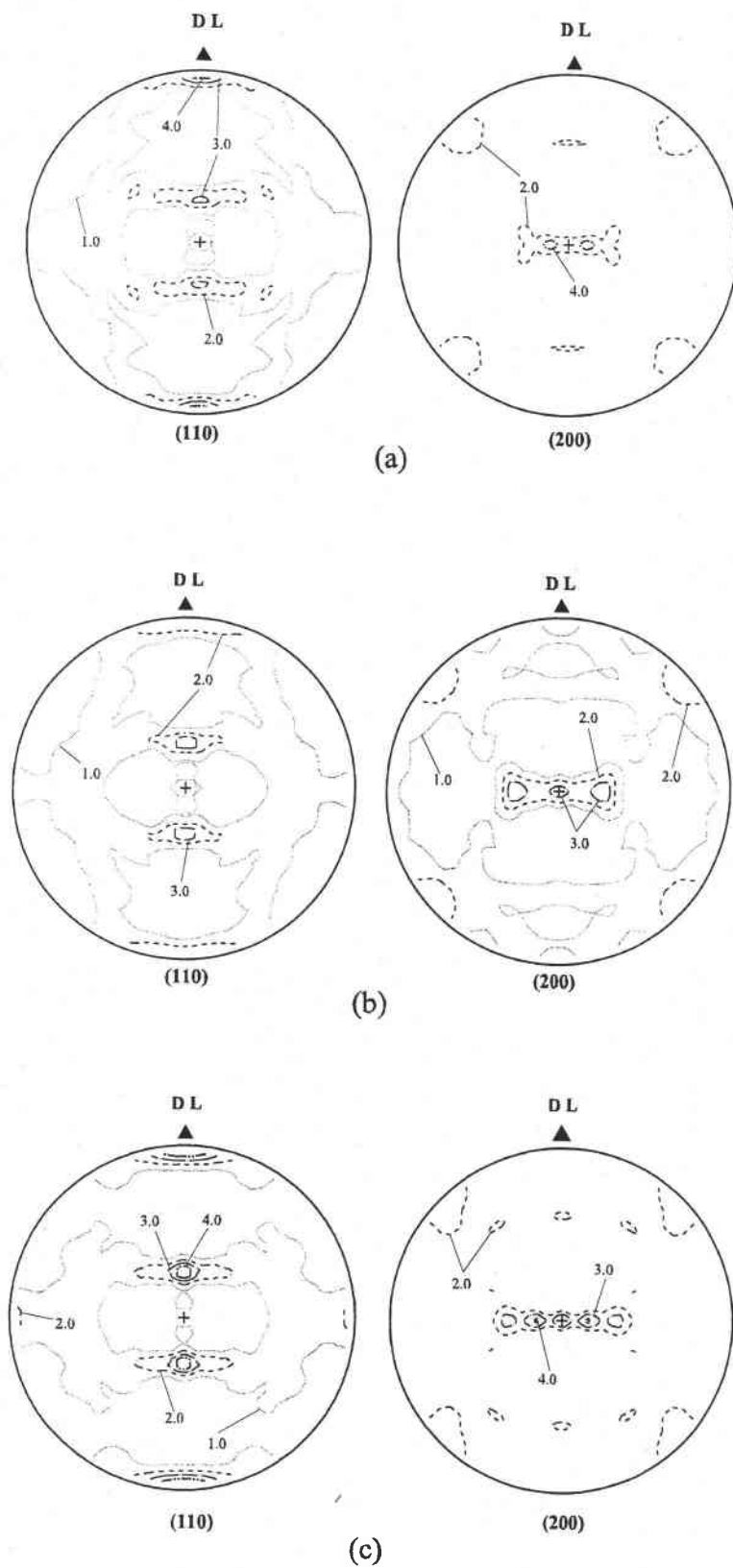


Fig. III.25 : Figures de pôles $(110)_\beta$ et $(200)_\beta$ recalculées des échantillons (a) TrT700, (b) TrT800 et (c) TrT920.

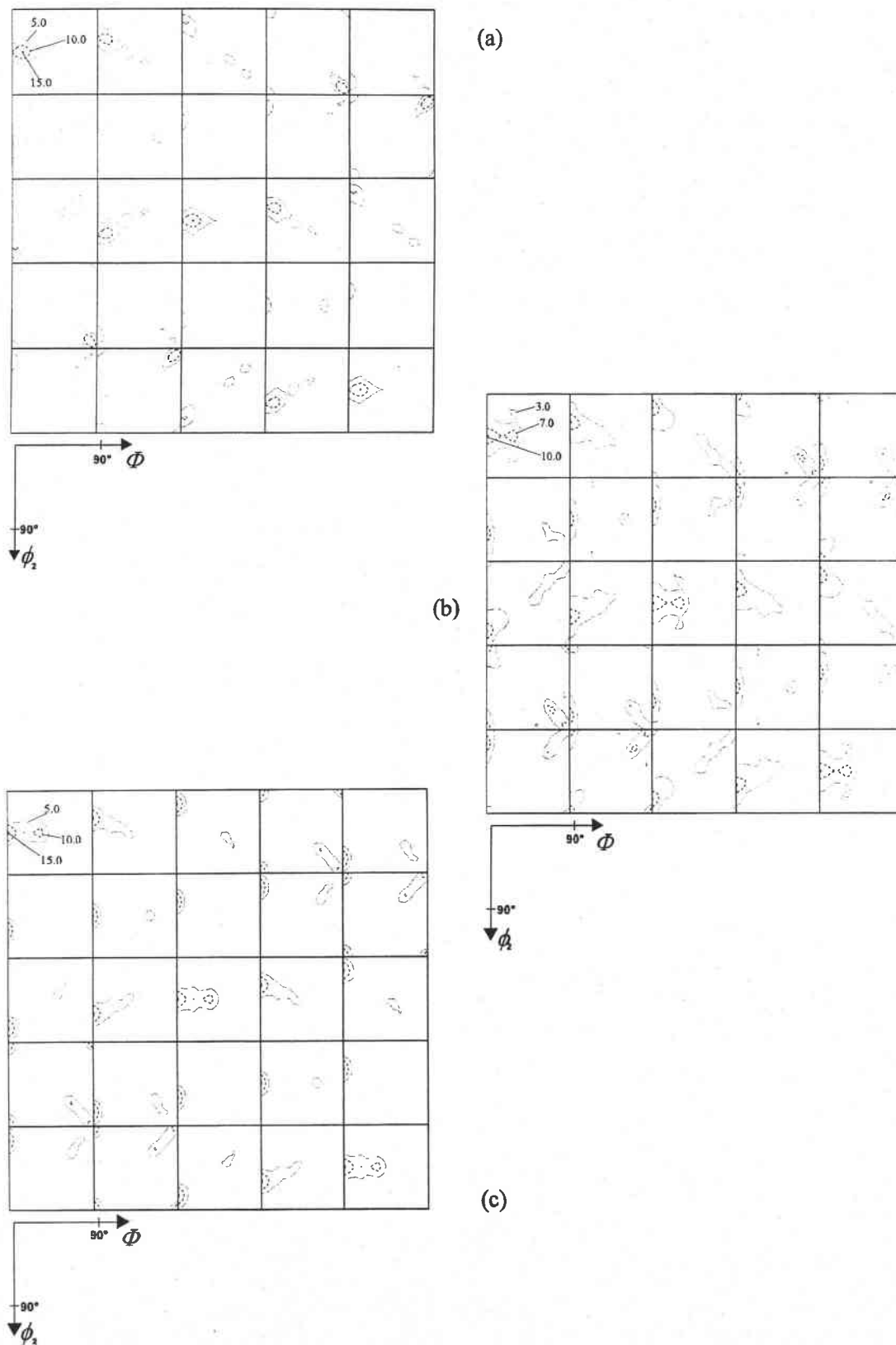


Fig. III.26 : Sections à ϕ_1 constant de l'ODF des échantillons (a) **TrT700**, (b) **TrT800** et (c) **TrT920**.

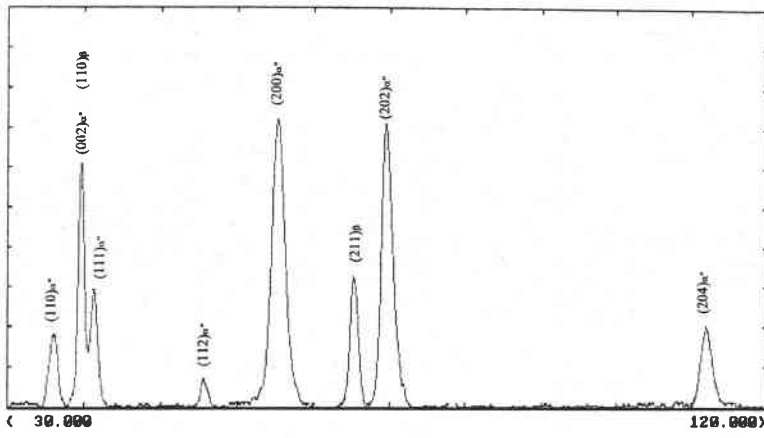


Fig. III.28 : Diagramme θ - 2θ de l'échantillon laminé dans le sens long (LL).

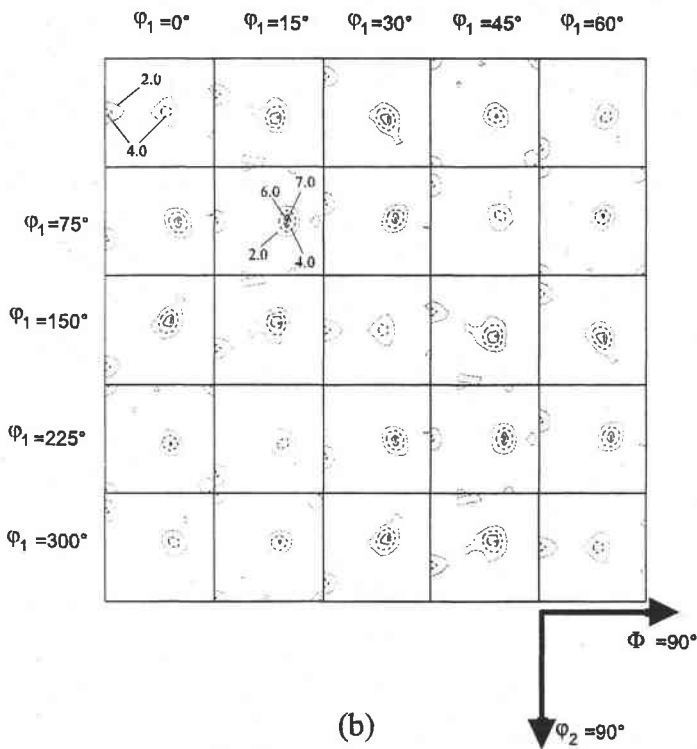
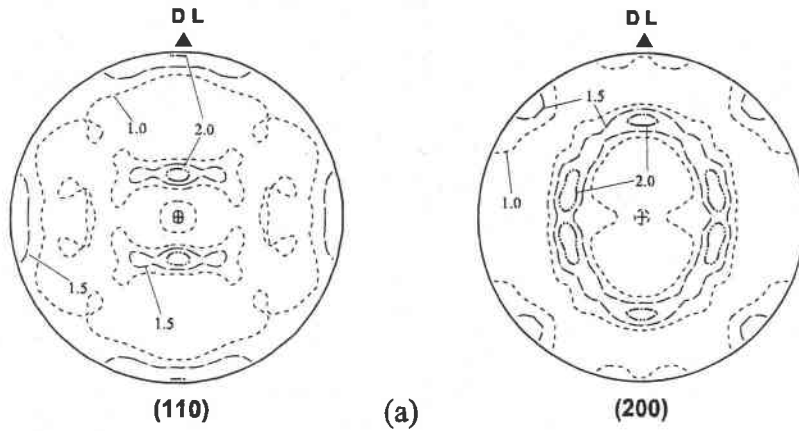


Fig. III.29 : Texture β de l'échantillon LL représentée par (a) les figures de pôles $(110)_\beta$ et $(200)_\beta$ et (b) les sections à φ_1 constant de l'ODF.

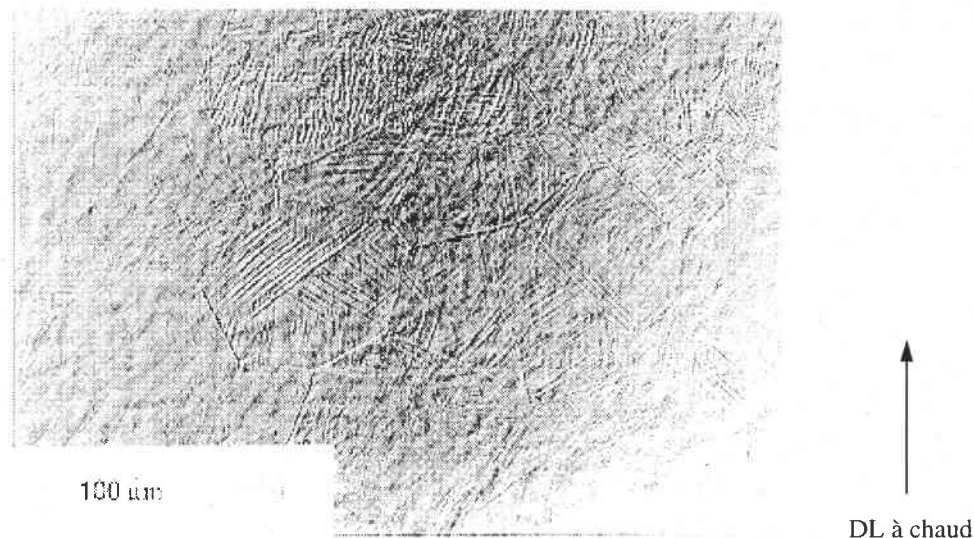


Fig. III.27 : Micrographie de l'échantillon LL (laminé sens long) jusqu'à un taux de réduction de 1.3.

III.3.b- Déformation plane par laminage

Le laminage, utilisé comme second processus de mise en forme, permet d'aboutir à des taux de déformation plus importants avant destruction de nos échantillons.

Laminage longitudinal

Des échantillons prélevés dans le coupon n°3 et laminés dans une direction parallèle à la dernière direction de laminage à chaud jusqu'à un taux de réduction de 1.3 et ont été caractérisés par différentes techniques.

L'OBSERVATION AU MICROSCOPE OPTIQUE (fig. III.27) révèle une microstructure constituée de grains équiaxes β de 200 μm environs, et qui sont le site d'une précipitation des plaquettes α'' . Ces très fines plaquettes de morphologie très marquée induites pendant l'essai mécanique et accommodant une partie de la déformation macroscopique, semblent s'orienter dans une direction parallèle à la direction de sollicitation.

Les résultats de l'ANALYSE RADIOCRISTALLOGRAPHIQUE sont présentés figure III.28 par un diagramme θ - 2θ . Aux pics de diffraction de la phase cubique centrée β viennent s'ajouter de nouvelles raies indexables dans la symétrie orthorhombique. Le laminage appliqué à une structure brut de trempe (dans un état β -métastable) induit donc une transformation de phases de type β (BCC) \rightarrow α'' (Orthorhombique).

L'ANALYSE DE LA TEXTURE cristallographique (fig. III.29) nous permet de conclure que le laminage longitudinal modifie les poids des trois composantes initiales de la phase β . En effet, la composante (45,0,0) est réduite et plus étalée, tandis que la densité des composantes (90,60,45) et (270,60,45) faiblit légèrement ; on remarque de plus une désertion du centre sur la figure de pôles $(200)_\beta$ et l'apparition d'une nouvelle composante aussi marquée que le cube sur face, définie par le triplet d'Euler (0,45,45). Le laminage dans le sens long induit une forte chute de l'acuité de la texture, l'indice J passant de 7.99 pour l'échantillon référence EI à 2.42 pour cette analyse.

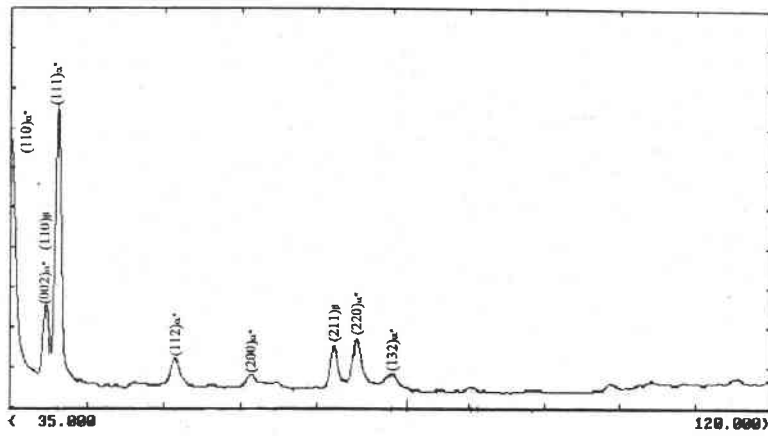


Fig. III.31 : Diagramme θ - 2θ de l'échantillon laminé dans le sens travers (LT)

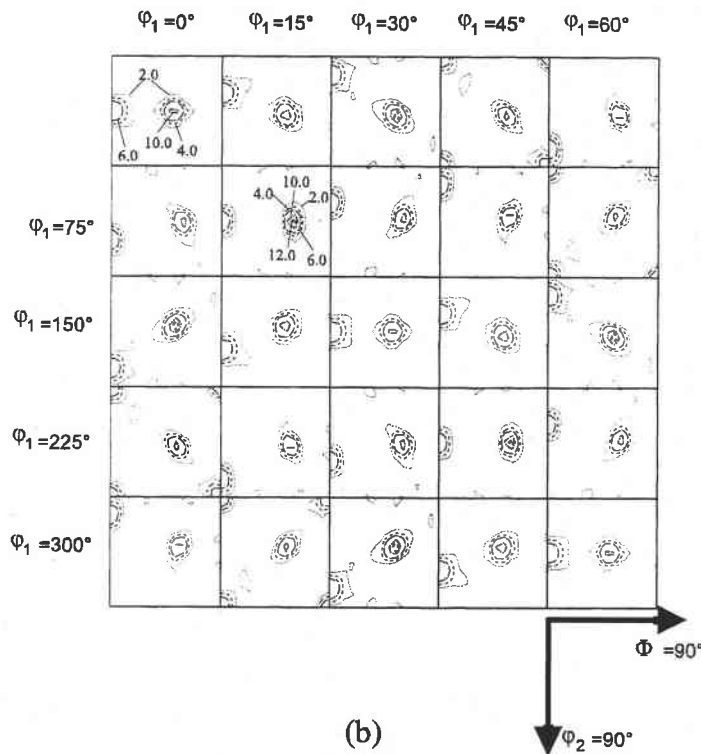
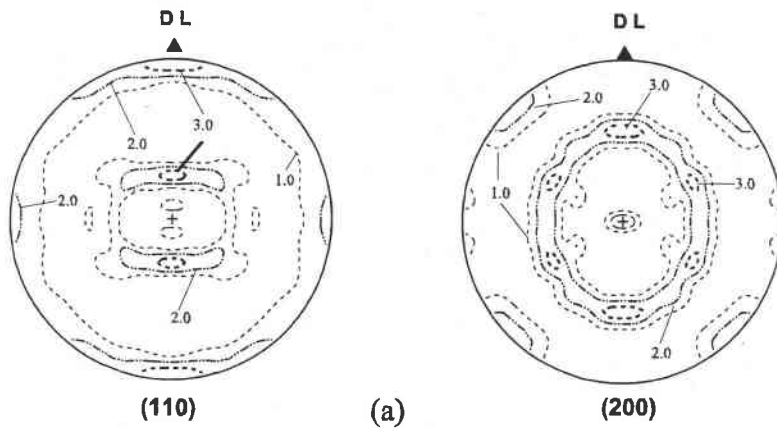


Fig. III.32 : Texture β de l'échantillon LT représentée par (a) les figures de pôles $(110)_\beta$ et $(200)_\beta$ et (b) les sections à ϕ_1 constant de l'ODF.

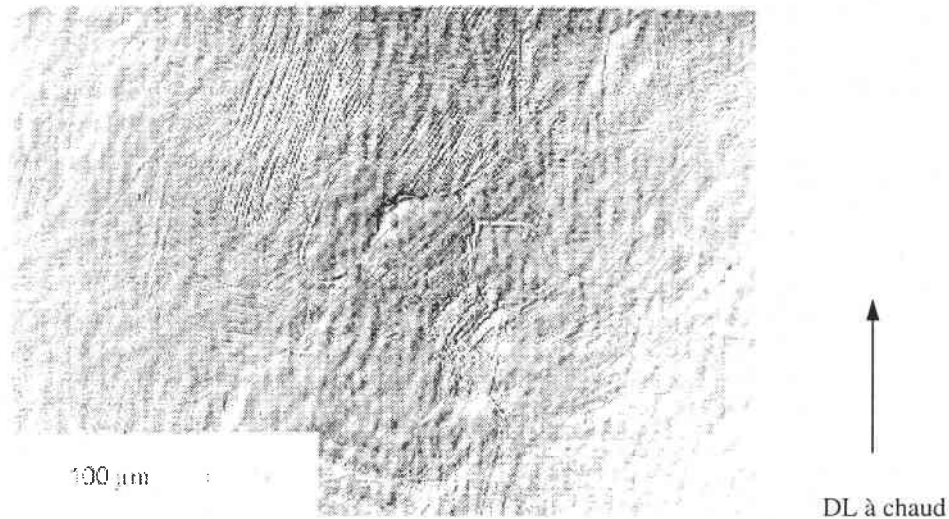


Fig. III.30 : Micrographie de l'échantillon LT (laminé sens travers) jusqu'à un taux de réduction de 1.4.

Laminage transversal

Les échantillons prélevés dans le coupon n°4 sont laminés dans une direction perpendiculaire à la dernière direction de laminage à chaud jusqu'à un taux de réduction de 1.4.

L'OBSERVATION AU MICROSCOPE OPTIQUE montre que la microstructure des échantillons laminés sens travers est similaire à celle observée dans les échantillons laminés sens long, à savoir une structure biphasée mise en évidence par l'ANALYSE RADIOCRISTALLOGRAPHIQUE (fig. III.31) et constituée de grains équiaxes β peu déformés comportant de nombreux platelets de phase α'' , phase martensitique induite sous contrainte (fig. III.30), s'étendant dans la direction de sollicitation.

L'ANALYSE DE TEXTURE (fig. III.32) : les trois composantes de la texture β de l'état initial, sous l'action des contraintes induites pendant le laminage travers, évoluent et la rotation des grains permet ainsi d'accommoder une partie de la déformation macroscopique imposée. Comme dans le cas du laminage long, nous constatons une baisse assez importante de l'intensité de la composante initialement majoritaire de l'état brut de trempe EI. Les deux composantes (90,60,45) et (270,60,45) sont légèrement moins marquées. La nouvelle composante (0,45,45) mise en évidence par un laminage longitudinale, est également induite par le laminage transversal, bien que d'intensité plus forte. La texture cristallographique de cet échantillon reste très marquée : l'indice J vaut 5.64.

Ces textures β de déformation induites soit par traction uniaxiale, soit par un laminage, dépendent des modes de déformation activés pendant les essais de mise en forme à température ambiante. Ces modes de déformation peuvent être, soit du glissement cristallographique, soit une transformation de phases sous contrainte. Pour séparer l'influence du glissement et l'influence du changement de phases sur l'évolution de la texture β , il est intéressant de comparer ces textures à d'autres textures de déformation à froid de matériaux cubiques centrés dont la déformation macroscopique imposée est accommodée par le glissement cristallographique seul. Ensuite, un modèle de déformation plastique, tenant compte de la sensibilité à la vitesse de déformation, est mis en œuvre pour chacun des essais mécaniques réalisés (traction longitudinale et

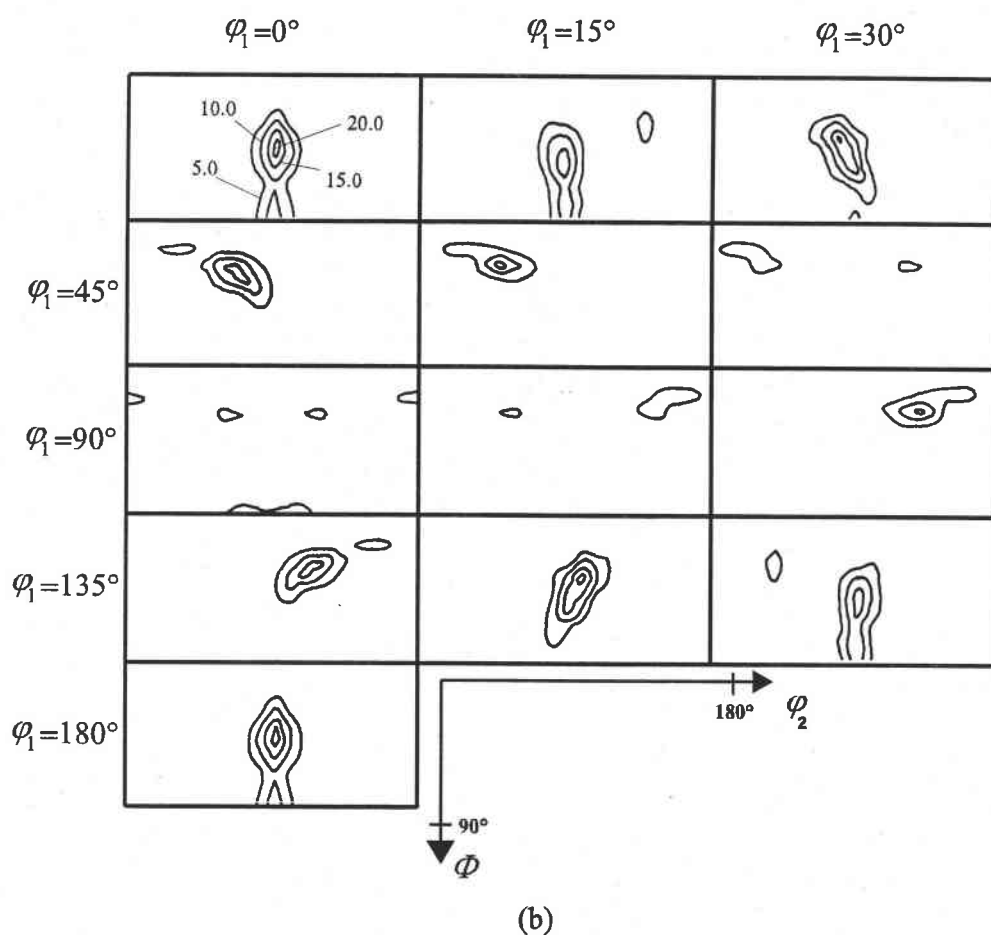
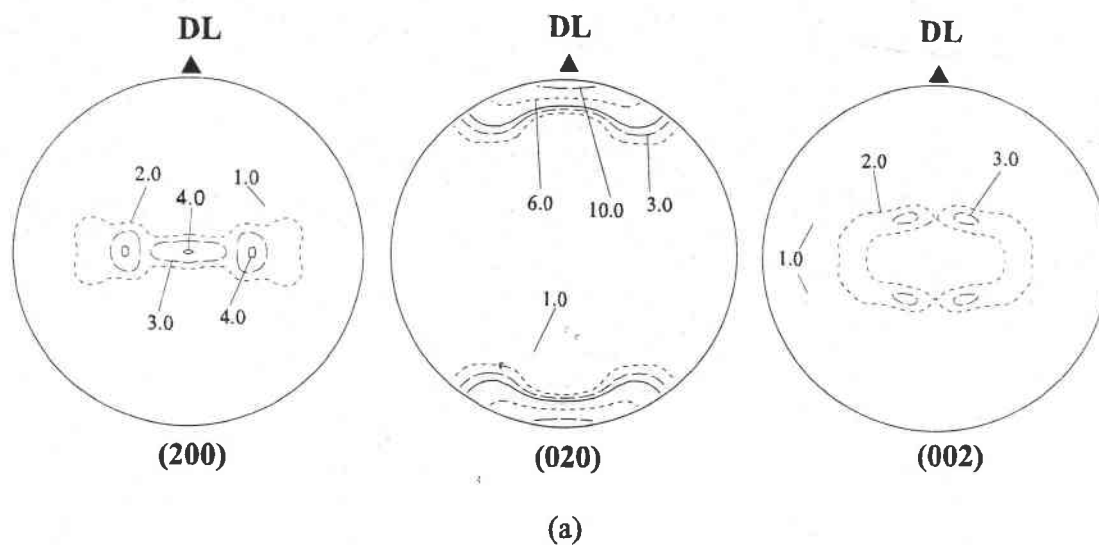


Fig. III.33 : Texture cristallographique de la phase α'' induite pendant la traction longitudinale (échantillon **TrL2**) représentée par (a) les figures de pôles recalculées $(200)_{\alpha''}$, $(020)_{\alpha''}$ et $(002)_{\alpha''}$ et (b) les sections à φ_1 constant de l'ODF

transversale pour les deux différentes vitesses de déformation, et laminage long et travers). Cette étude bibliographique sur les textures de déformation et les simulations, exposés dans le prochain chapitre, doivent nous permettre de mieux comprendre l'évolution des textures β des échantillons étudiés.

La déformation des grains β lors du processus de mise en forme n'est pas, comme déjà précisé plus haut, l'unique mécanisme de déformation intervenant dans l'accommodation de la déformation totale imposée. En effet, les analyses radiocristallographiques révèlent qu'une part plus ou moins importante de la phase β est le siège d'une transformation de phases sous l'action de la contrainte extérieure. Parallèlement à l'analyse des textures cristallographiques de la phases β , il est donc nécessaire d'étudier les textures dites de transformation de phase. Le paragraphe suivant répertorie donc les textures de la phase martensitique α'' en fonction du processus de mise en forme.

III.4- Analyse de la phase α'' induite par la déformation à froid

La phase mère β , de structure cubique centrée et la phase martensitique α'' de structure orthorhombique sont reliées par des relations d'orientation mutuelles strictes déjà citées dans le chapitre I et rappelées ici :

$$\begin{aligned} (1 \ 1 \ 0)_{\beta} // (0 \ 1 \ 1)_{\alpha''} \\ [1 \ \bar{1} \ 1]_{\beta} // [1 \ 1 \ 0]_{\alpha''} \end{aligned}$$

La texture de la phase α'' est alors très dépendante de la texture de la phase β dont elle est issue et de la direction de sollicitation pendant la déformation à froid.

III.4.a- Cas d'une déformation uniaxiale (essai de traction)

La difficulté première dans la détermination des textures cristallographiques de la phase α'' dans le cas de la traction uniaxiale est la faible proportion de phase précipitant pendant l'essai. Une analyse texturale a cependant été menée sur certains échantillons et les résultats sont exposés ci-après.

Traction longitudinale :

* *Essais jusqu'à rupture*

Pour une vitesse de traverse de 2 mm/s :

On estime, par la méthode détaillée précédemment, que la proportion de phase martensitique induite pendant l'essai de traction est de 20% environs.

Les résultats de l'analyse de texture réalisée avec les huit figures de pôles $(110)_{\alpha''}$, $(020)_{\alpha''}$, $(111)_{\alpha''}$, $(021)_{\alpha''}$, $(200)_{\alpha''}$, $(130)_{\alpha''}$, $(202)_{\alpha''}$ et $(132)_{\alpha''}$ sont présentés figure III.33.

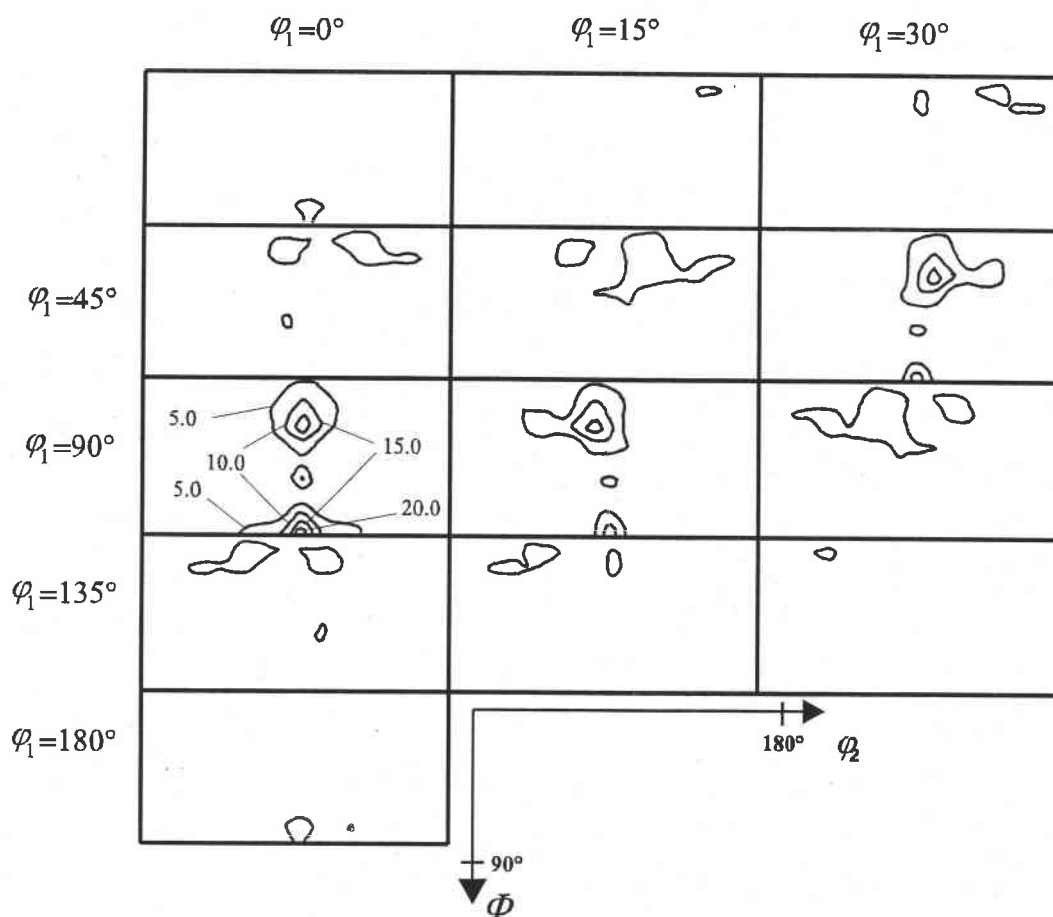
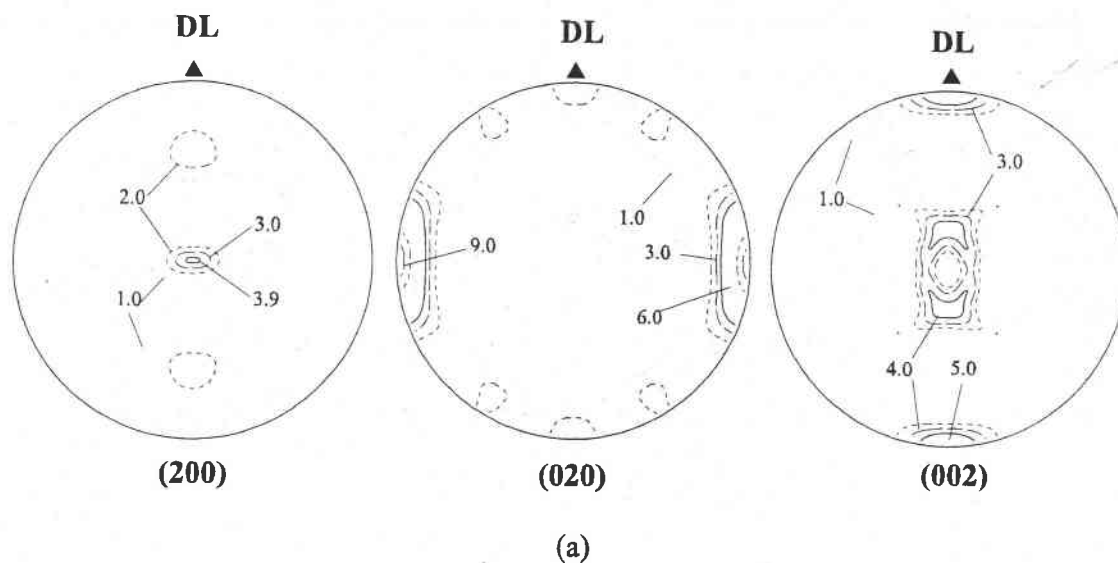


Fig. III.34 : Texture cristallographique de la phase α'' induite pendant la traction transversale (échantillon **TrT2**) représentée par (a) les figures de pôles recalculées $(200)_{\alpha''}$, $(020)_{\alpha''}$ et $(002)_{\alpha''}$ et (b) les sections à φ_1 constant de l'ODF.

L'examen des figures de pôles $(200)_{\alpha''}$ $(020)_{\alpha''}$ $(002)_{\alpha''}$ et des sections de l'ODF révèle que cette texture cristallographique, très marquée ($J=18.0$), peut être décrite par deux composantes définies par les angles d'Euler $(0,90,90)$ et $(0,45,90)$ qui placent respectivement :

- l'axe \bar{a} parallèle à DN, \bar{b} dans la direction de laminage, les axes \bar{c} dans la direction transverse,
- les axes \bar{a} à environ 40° de DN dans le plan (DN,DT).

La combinaison de ces deux orientations induites pendant la traction longitudinale marque un pôle central sur la figure de pôles $(200)_{\alpha''}$ fortement étalé dans DT.

Pour une vitesse de 200 mm/s :

Les résultats cités précédemment (analyse radiocristallographie et examen métallographique) montrent que des essais de traction à une grande vitesse de déformation n'induisent peu ou pas de transformation de phases. La proportion de phase martensitique produite durant l'essai est telle qu'une mesure des figures de pôles par diffraction X reste imprécise voir impossible.

** Essais de traction interrompus avant la rupture :*

L'analyse radiocristallographique et l'examen des microstructures pour les essais interrompus à 650 et 750 MPa montrent que la formation de phase martensitique durant l'essai de traction est inexistante. Pour l'essai interrompu à 950 MPa, la quantité de phase orthorhombique est très faible. Dans les trois cas, la proportion de phase induite sous contrainte ne permet pas la mesure de figures de pôles.

Traction transversale :

** Essais jusqu'à rupture*

Pour une vitesse de traverse de 2 mm/s :

La texture cristallographique de la phase α'' après une traction dans le sens travers a été mesurée et calculée selon le même mode opératoire que pour la texture des échantillons tractionnés dans le sens long. Les résultats sont présentés figure III.34.

Tout comme pour la traction longitudinale, la texture de la phase orthorhombique est difficile à déterminer en raison de la plus faible quantité de phase produite pendant l'essai. En effet, la part de phase β transformée en α'' pendant la traction transversale est estimée, par la méthode décrite précédemment, à 10%. L'analyse de la texture de la phase α'' reste donc difficile et imprécise (les coefficients d'erreur RP1 sont en moyenne de 25%). Nous pouvons cependant en dégager les grandes tendances. Les figures de pôles et les sections de l'ODF présentées ci-contre montrent que la texture α'' de l'échantillon TrT2 peut être décrite par plusieurs composantes :

- une composante $(90,90,90)$ majoritaire qui place les axes \bar{a} dans DN, les axes \bar{b} dans DT et les axes \bar{c} parallèles à la dernière direction de laminage à chaud,
- une seconde orientation définie par les angles d'Euler $(90,30,90)$ qui amène des axes \bar{a} à 60° environ de DN dans le plan (DN,DT).

L'indice de texture J est de 10.3.

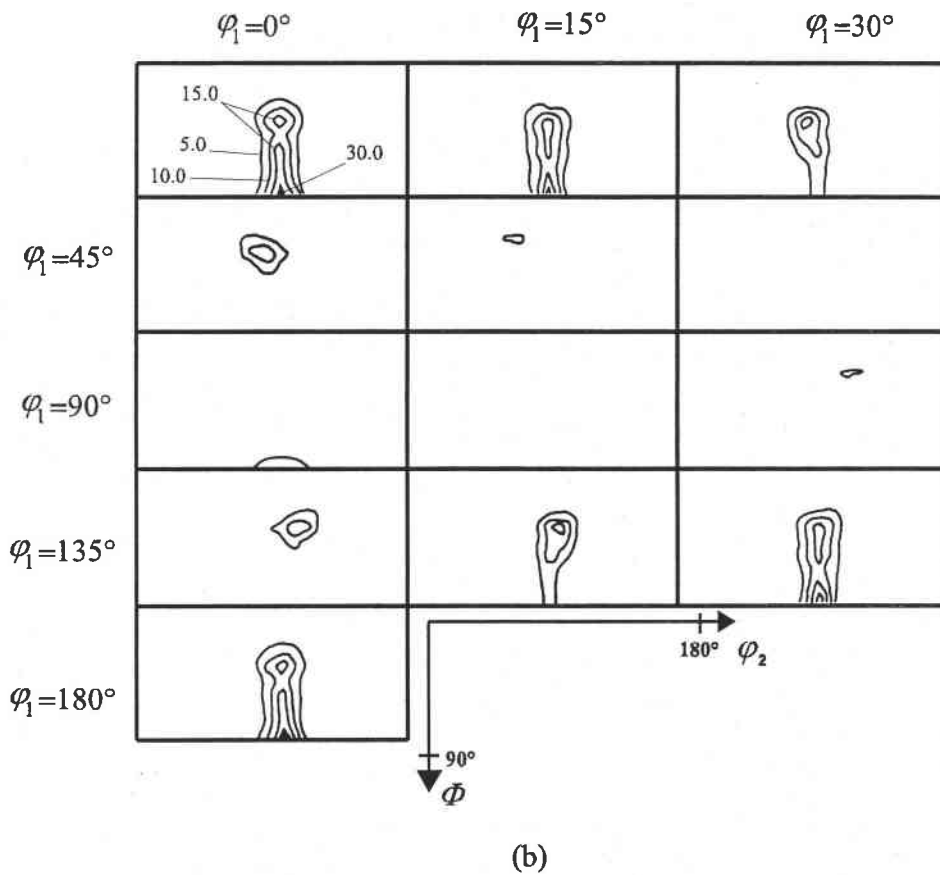
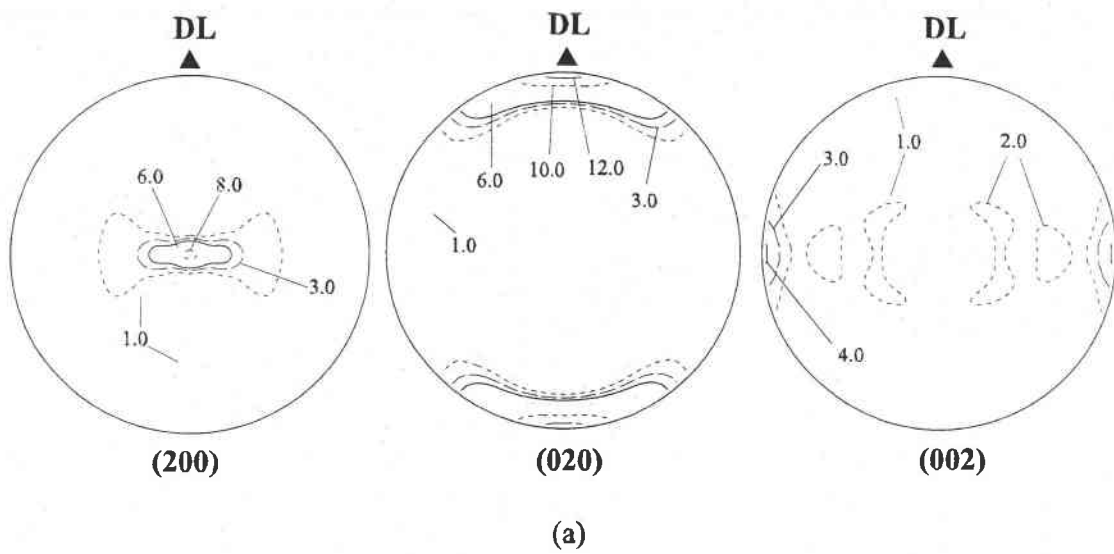


Fig. III.35 : Texture cristallographique de la phase α'' induite pendant le laminage longitudinal (échantillon LL) représentée par (a) les figures de pôles recalculées $(200)_{\alpha''}$, $(020)_{\alpha''}$ et $(002)_{\alpha''}$ et (b) les sections à φ_1 constant de l'ODF.

Pour une vitesse de traverse de 200 mm/s

Comme pour la traction longitudinale, l'essai de traction dans le sens travers avec une grande vitesse de déformation ne produit pas suffisamment de phase orthorhombique pour permettre une mesure précise de figures de pôles.

** Essais de traction interrompus avant la rupture :*

Comme dans le cas d'une traction longitudinale, la faible quantité de phase martensitique induite sous l'effet des contraintes extérieures ne permet pas d'effectuer une mesure de figures de pôles par diffraction des rayons X.

III.4.b- Déformation plane par laminage

Les essais de traction autorisent de faibles taux de déformation. La quantité de phase martensitique induite pendant l'essai reste donc faible. En revanche, le laminage nous a permis d'obtenir des taux de déformation beaucoup plus importants avec une plus grande participation de la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$ dans l'accommodation de la déformation macroscopique imposée.

Laminage longitudinal

La méthode expérimentale exposée au début de ce chapitre nous permet d'estimer la part de phase α'' induite pendant l'essai à presque 30%.

La texture cristallographique des échantillons laminés jusqu'à un taux de réduction de 1.3 dans une direction parallèle à la dernière direction de laminage à chaud est présentée figure III.35 :

- Les axes \bar{a} sont parallèles à la direction normale de la tôle avec un étalement toutefois moins marqué dans le plan (DN,DT), les axes \bar{b} se trouvent dans la direction de laminage. La figure de pôles $(002)_{\alpha''}$ révèle que les axes \bar{c} sont parallèles à DT. Cette orientation peut être identifiée sur les sections à φ_1 constant de l'ODF, elle est définie par le triplet d'Euler (0,90,90).
- Une composante (0,30,90) plus faible apparaît également suite à ce laminage (elle place les axes \bar{a} à environ 60° de DN dans le plan (DN,DL)).

L'indice de texture J est de 13.0.

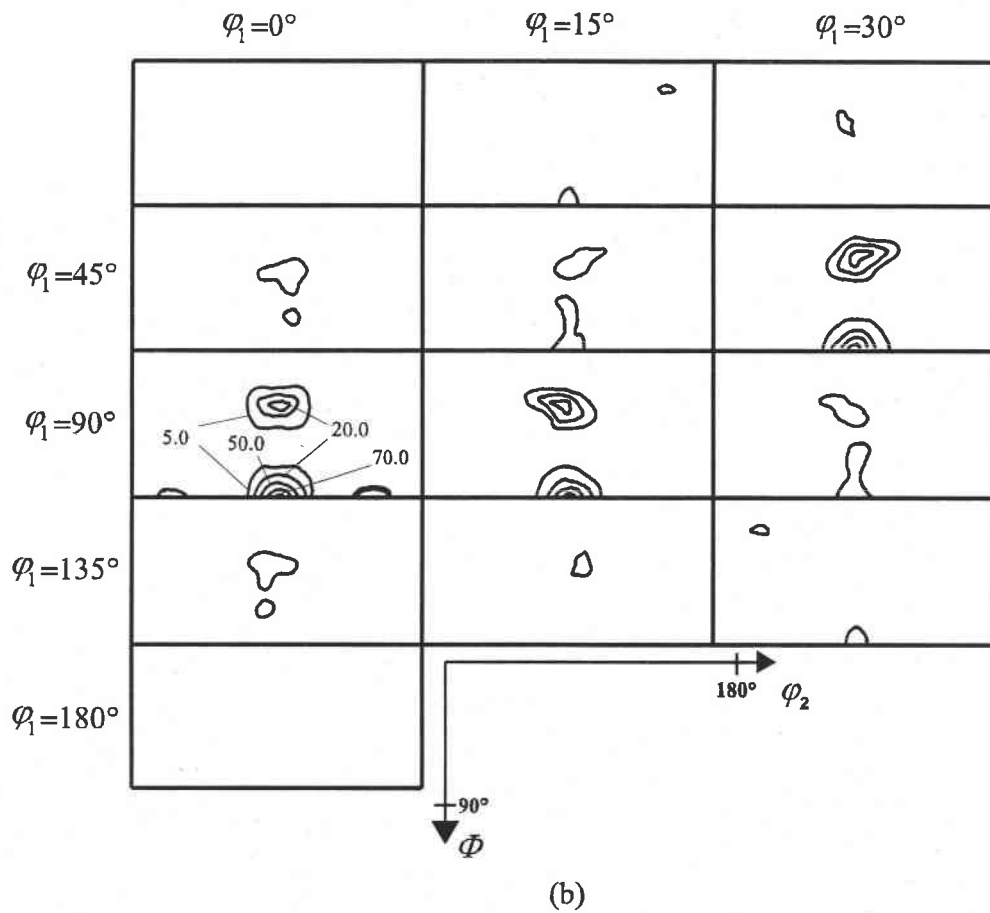
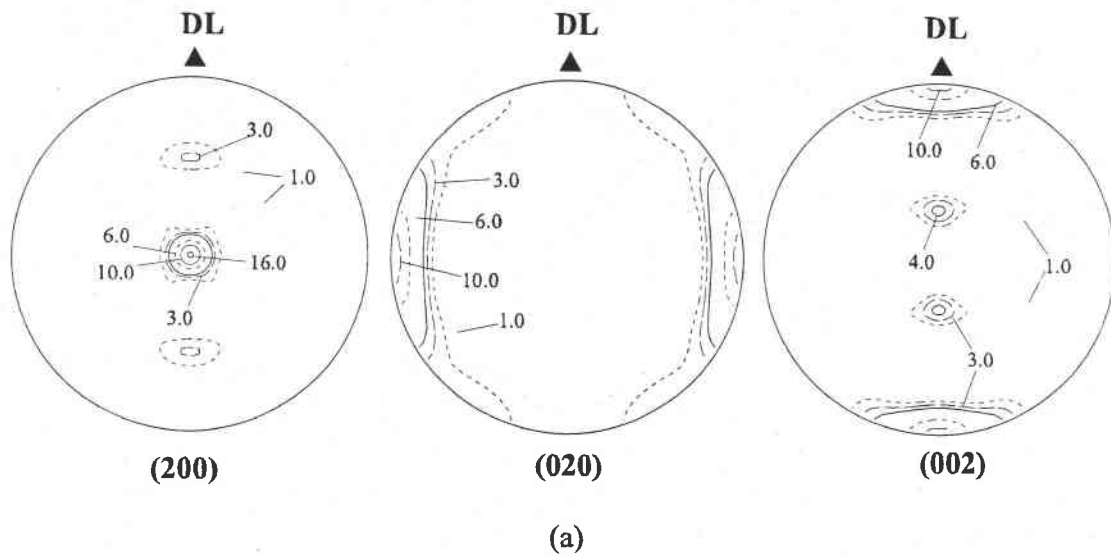


Fig. III.36 : Texture cristallographique de la phase α'' induite pendant le laminage travers (échantillon LT) représentée par (a) les figures de pôles recalculées $(200)_{\alpha''}$, $(020)_{\alpha''}$ et $(002)_{\alpha''}$ et (b) les sections à φ_1 constant de l'ODF.

Laminage transversal

Durant le laminage transversal, 30% de la phase β subit la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha''$. Les résultats de l'analyse de texture d'un échantillon laminé dans le sens travers jusqu'à un taux de réduction de 1.4 sont exposés figure III.36.

Cette texture se caractérise par deux composantes :

- une orientation définie par le triplet d'Euler (90,90,90) qui amène les axes \bar{a} dans la direction normale de la tôle, les axes \bar{b} dans DT. Les axes \bar{c} sont parallèles à la dernière direction de laminage à chaud, soit perpendiculaire à la direction de traction.
- l'orientation (90,30,90) qui place les axes \bar{a} à environ 60° de DN dans le plan (DN,DL).

L'indice de texture J calculé lors de cette analyse est de 16.48.

III.5- Etude comparative des différents résultats d'analyse de texture

Si, en ce qui concerne la position des sites de forte intensité, on ne remarque pas de grandes différences entre les textures de la phase α'' des échantillons tractionnés et laminés, il faut cependant noter que la détermination de la texture de la phase induite sous contrainte sur les échantillons tractionnés reste difficile en raison de la faible quantité de phase produite durant l'essai. Ce paramètre influence directement l'évolution de la texture β . En effet, si la déformation macroscopique n'est pas accommodée par la transformation de phase, les grains β se déformeront alors par glissement cristallographique.

Les essais de traction interrompus réalisés par la société CEZUS devaient permettre de suivre l'évolution, non seulement de la texture β , mais aussi d'étudier la précipitation de la phase orthorhombique α'' . Cependant, pour les différents essais sens long et sens travers menés jusqu'à des valeurs de contraintes qui, d'après les premières expériences réalisées, sont suffisantes pour obtenir une transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$, la quantité de martensite formée pendant la traction reste beaucoup trop faible (voire inexistante) pour réaliser une mesure de figures de pôles et une analyse de texture précise.

Comme il a été dit précédemment, lors d'essais menés jusqu'à la rupture, il y a activation du glissement cristallographique après la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$. L'état métallurgique obtenu après déformation est alors tel que des plaquettes de martensite α'' sont maintenues dans la phase β par la présence de champs de contrainte locaux importants. En revanche, l'interruption de l'essai de traction avant l'activation du glissement et le déchargement de l'éprouvette engendrent, semble-t-il, un changement de phases inverse qui restitue une partie de la microstructure initiale.

III.6- Conclusion

L'analyse des résultats que nous avons obtenus permet de saisir les grandes tendances de l'évolution des différentes textures lors d'une sollicitation à température ambiante.

La texture de l'état brut de trempe présente trois composantes importantes : la composante (45,0,0) majoritaire, et les composantes (90,60,45) et (270,60,45).

Après l'étude que nous avons menée, nous pouvons distinguer parmi les textures de déformation (texture de la phase β après déformation à température ambiante) deux grandes tendances :

- 1- soit la composante (45,0,0) s'affaiblit au profit de la composante (90,60,45) et de sa symétrique,
- 2- soit la composante (45,0,0) est renforcée et les deux autres ont tendance à diminuer fortement.

Ces deux tendances se traduisent par une baisse plus ou moins forte de l'acuité de la texture caractérisée par l'indice J. Nous pouvons remarquer que cette diminution est plus prononcée dans le cas des échantillons accommodant une partie de la déformation macroscopique par une transformation de phases de type $\beta \rightarrow \alpha''$.

L'évolution des textures de la phase β peut être reliée à la formation ou non de phase martensitique α'' durant les essais. On remarque en effet que lorsque la phase orthorhombique est produite en quantité suffisante, c'est la première tendance qui est suivie, à savoir la diminution importante de la composante (45,0,0). En revanche, cette composante reste présente lorsque la déformation n'est pas accommodée par la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$.

Ces résultats sont confirmés par l'étude des textures de la phase α'' . En effet, d'après les relations d'orientation citées auparavant, il est possible d'établir une correspondance entre les principaux plans du système cubique et certains plans du système orthorhombique :

$(200)_\beta$	\Leftrightarrow	$(200)_{\alpha''}$
$(110)_\beta$	\Leftrightarrow	$(020)_{\alpha''}$
$(110)_\beta$	\Leftrightarrow	$(002)_{\alpha''}$

Lorsque la transformation de phases se produit (transformation de phases mise en évidence par l'analyse radiocristallographique et la microscopie optique), l'examen des textures β de déformation montre que la composante (45,0,0) s'affaiblit. Il est donc raisonnable de penser que les grains β se trouvant dans cette orientation sont le siège d'une transformation de phases sous l'action de la contrainte extérieure. L'examen des figures de pôles $(200)_{\alpha''}$ confirme cette théorie. En effet, d'après la table établie précédemment, les plans de la famille $(200)_\beta$ se transforme en $(200)_{\alpha''}$. Ainsi, les pôles centraux de la figure de pôles $(200)_\beta$ (caractéristiques de l'orientation (45,0,0)) doivent se retrouver sur la figure de pôles $(200)_{\alpha''}$ en position centrale, ce qui est en accord avec les résultats expérimentaux. Par ailleurs, on remarque que selon le sens de la sollicitation à température ambiante par rapport à la dernière direction de laminage à

chaud, la texture cristallographique de la phase induite sous contrainte varie. Ce résultat nous pousse à penser que la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$ qui intervient pour accommoder la transformation de phases dépend du champ de contrainte appliqué et donc se fait avec une forte sélection de variantes.

Dans la suite de ce travail, nous nous proposons de mieux comprendre les modifications de la texture de la phase β et les mécanismes de sélection de variantes régissant la formation de la texture de la phase α'' . Dans ce but, nous avons utilisé un modèle de déformation de type Taylor pour simuler la déformation de la phase β et développé un modèle permettant de simuler la formation de la texture de la phase α'' en tenant compte de différentes hypothèses de sélection de variantes.

Cette étude fait l'objet des chapitres suivants.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- 1- S. Ishiyama, S. Hanada, O. Izumi
ISIJ International, vol 31, n°8, 1991, p807
- 2- S. Ishiyama, S. Hanada
Titanium'92 Science and Technology, p1947
- 3- C. Roubaud
Diplôme d'Ingénieur CNAM, Metz, 1995
- 4- T.W. Duerig, J. Albrecht, D. Richter, P. Fischer
Acta Metall., vol 30, 1982, p2161
- 5- J.P. Morniroli
Thèse de doctorat de l'université de Nancy I, 1974
- 6- T.W. Duerig, R.M. Middleton, G.T. Terlinde, J.C. Williams
Titanium'80 Science and Technology, vol 2, p1503
- 7- T. Grosdidier, C. Roubaud, M.J. Philippe, Y. Combres
Scripta Materialia, vol 36, n°1, 1997, p21

Chapitre IV

**Etude de la formation de la texture de la phase β
de déformation à froid**

Fibre	Axe de fibre	Principales composantes de la fibre
α	$\langle 110 \rangle // DL$	$\{001\} \langle 110 \rangle - \{112\} \langle 110 \rangle - \{111\} \langle 110 \rangle$ - Fibre incomplète
γ	$\langle 111 \rangle // DN$	$\{111\} \langle 110 \rangle - \{111\} \langle 112 \rangle$
η	$\langle 001 \rangle // DL$	$\{001\} \langle 100 \rangle - \{011\} \langle 100 \rangle$
ξ	$\langle 011 \rangle // DN$	$\{011\} \langle 100 \rangle - \{011\} \langle 211 \rangle - \{011\} \langle 111 \rangle - \{011\} \langle 011 \rangle$
ε	$\langle 110 \rangle // DT$	$\{001\} \langle 110 \rangle - \{112\} \langle 111 \rangle - \{111\} \langle 112 \rangle - \{011\} \langle 100 \rangle$

Tab. IV.1 : Principales fibres caractéristiques de la texture dans les matériaux cubiques centrés [1].

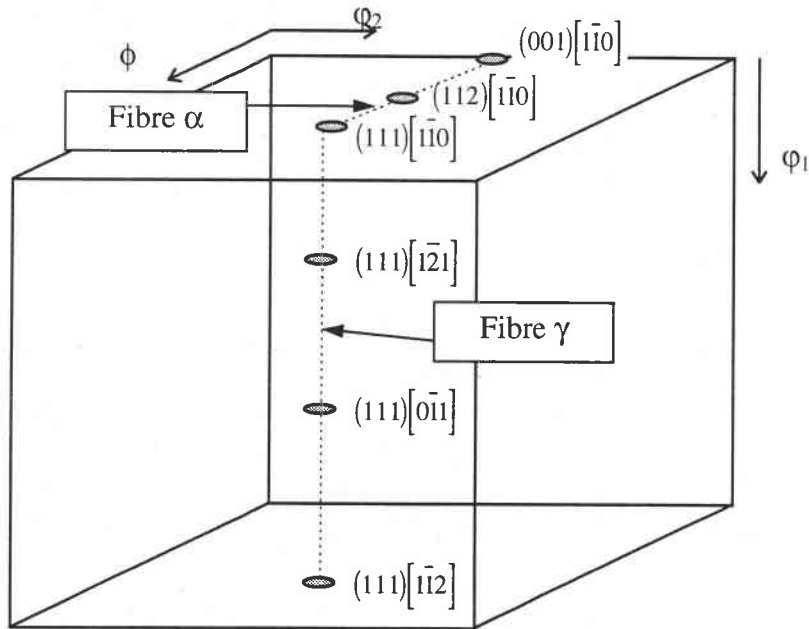


Fig. IV.1 : Description des fibres caractéristiques des textures de matériaux de maille cubique centrée.

{hkl}	$\langle uvw \rangle$	ϕ_1	ϕ	ϕ_2
(0 0 1)	$[1 \bar{1} 0]$	45	0	0
(0 0 1)	$[\bar{1} \bar{1} 0]$	135	0	0
(0 1 0)	$[1 0 1]$	45	90	0
(1 0 0)	$[0 \bar{1} 1]$	45	90	90
(1 1 1)	$[1 \bar{1} 0]$	0	55	45
(1 1 1)	$[0 \bar{1} 1]$	60	55	45
(1 1 1)	$[\bar{1} \bar{1} 2]$	90	55	45
(1 1 1)	$[1 \bar{2} 1]$	30	55	45
(1 1 2)	$[1 \bar{1} 0]$	0	35	45

Tab. IV.2 : Tableau de correspondance entre les indices {hkl}<uvw> et les angles d'Euler de quelques composantes principales présentes dans les BCC [4].

IV.1- Introduction

L'utilisation de la méthode harmonique, dont le principe est exposé dans le chapitre II, nous a permis de déterminer les textures de déformation à froid de la phase β dans l'alliage de titane β -Cez. Les microstructures et les textures obtenues dépendent des différents modes de déformation activés :

- la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$,
- le glissement cristallographique.

La part relative de chacun de ces mécanismes dans l'accommodation de la déformation macroscopique imposée est variable suivant l'état métallurgique initial et le mode de sollicitation.

Après avoir fait, dans une première partie, une étude bibliographique des textures de déformation de la phase β , un modèle de déformation plastique est présenté puis mis en œuvre pour tenter de simuler l'évolution de la texture de la phase β lors d'une mise en forme à température ambiante. La présentation en parallèle des textures simulées et des textures expérimentales de la phase β nous a permis de mettre en évidence les différences des évolutions des textures cristallographiques de la phase β cubique centrée entre le cas où le glissement cristallographique seul intervient et les cas où la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$ rentre en jeu.

IV.2- Etude des textures de déformation dans les cubiques centrés

Pour tenter de comprendre l'évolution des textures de déformation à froid de la phase β (obtenues après traction ou laminage), il est intéressant de les comparer à l'ensemble des textures de déformation des matériaux de symétrie cubique centrée pour lesquels la déformation macroscopique totale est accommodée par le glissement cristallographique uniquement.

Les matériaux BCC tendent à développer pendant une déformation à froid (par laminage) une texture de fibre. Les composantes caractéristiques des textures dans les BCC sont caractérisées par les fibres rappelées tab. IV.1 et dont les principales sont représentées fig.IV.1.

Les textures de déformation à froid montrent essentiellement deux fibres [2,3] :

- très marquée, la fibre α $\{hkl\}\langle 110\rangle$, contenant les orientations $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$ ($\varphi_1=45, \varphi=0, \varphi_2=0$), $(112)[\bar{1}\bar{1}0]$ ($\varphi_1=0, \varphi=35, \varphi_2=45$) et $(111)[\bar{1}\bar{1}0]$ ($\varphi_1=0, \varphi=55, \varphi_2=45$),
- plus faible, la fibre γ $\{111\}\langle uvw\rangle$, contenant les orientations $(111)[\bar{1}\bar{1}0]$ ($\varphi_1=0, \varphi=55, \varphi_2=45$), $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ ($\varphi_1=30, \varphi=55, \varphi_2=45$), $(111)[0\bar{1}1]$ ($\varphi_1=60, \varphi=55, \varphi_2=45$) et $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ ($\varphi_1=90, \varphi=55, \varphi_2=45$).

Le tableau IV.2 fournit quelques correspondances entre la notation $\{hkl\}\langle uvw\rangle$ et la description à l'aide des angles d'Euler d'orientations particulières.

La grande majorité des études effectuées jusqu'à présent sur les textures de déformation à froid ont été réalisées sur des aciers à faible teneur en carbone, des aciers ferritiques inoxydables (Fe-16%Cr), des aciers réputés pour leur propriété magnétique (Fe-3%Si) mais aussi le Molybdène, le Niobium, le Tantale ou le Tungstène.

La fig. IV.2 présente par exemple l'évolution de la texture β d'un acier à faible teneur en carbone et d'un alliage Fe-16%Cr (à cœur et en surface) après un laminage à température ambiante [1]. Ces textures de déformation à froid se caractérisent par la formation d'une fibre α incomplète entre les orientations $\{001\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 110\rangle$ et un renforcement de la fibre γ (fig.IV.2 a et b). En revanche, le texture initiale mesurée en surface sur la tôle de Fe-16%Cr montre une forte composante de Goss $\{011\}\langle 100\rangle$ et $\{112\}\langle 111\rangle$ qui, suite à un laminage de 30% à température ambiante, évolue vers les orientations $\{001\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 112\rangle$.

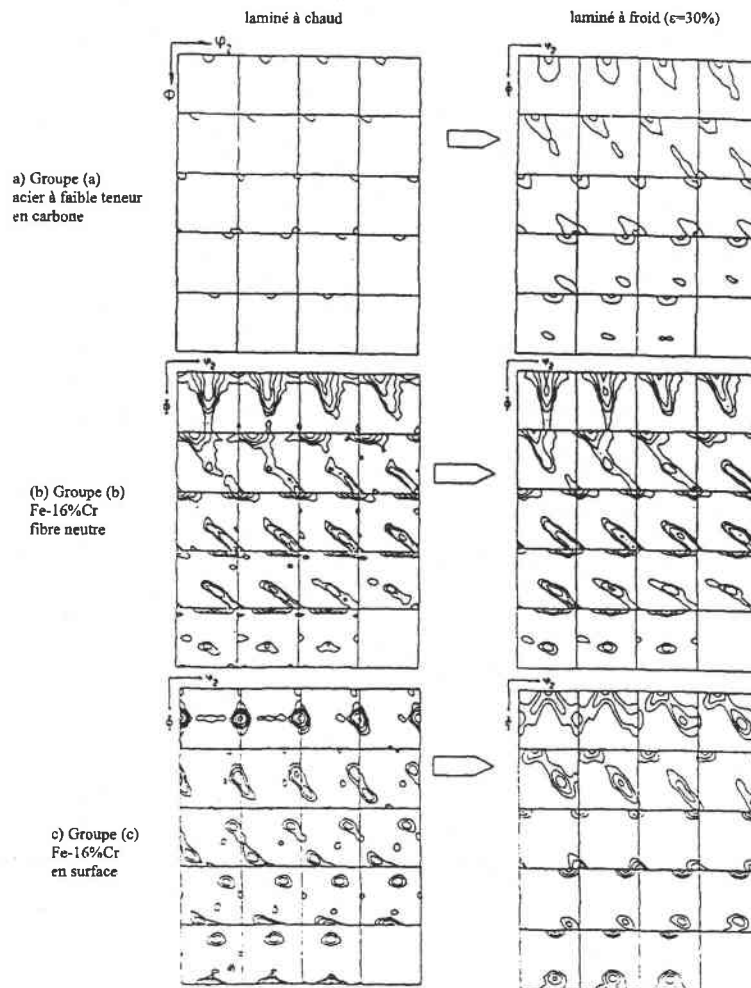


Fig.IV.2 : Texture de laminage à chaud et à froid (a) d'un acier à faible teneur en carbone, (b) d'un acier ferritique inoxydable (Fe-16%Cr) à cœur et (c) d'une acier ferritique inoxydable (Fe-16%Cr) en surface de la tôle [1].

Ces textures de déformation dépendent à la fois de la texture initiale, mais aussi de la microstructure et des mécanismes de déformation activés. Des modèles appropriés permettent, par la mise en œuvre du glissement cristallographique et en émettant un certain nombre d'hypothèses simplificatrices, de prédire avec plus ou moins de succès, ces modifications de texture.

IV.3- Modélisation de la texture de déformation à froid de la phase β

IV.3.a- Introduction

Nous avons vu chapitre I les systèmes de glissement pouvant être activés lors de la déformation de la phase β cubique centrée. Le glissement des dislocations sur ces plans cristallographiques particuliers induit une rotation des grains, qui provoque une modification progressive de la texture de l'échantillon considéré. Cette modification de texture peut être évaluée par des modèles de déformation plastique qui prennent en compte ce glissement cristallographique.

Parmi les principaux modèles qui permettent de prédire l'évolution des textures de déformation d'un polycristal, on peut distinguer :

- le modèle de type Sachs,
- le modèle de type autocohérent,
- le modèle de type Taylor,

qui se différencient les uns des autres par les hypothèses simplificatrices sur l'état de contrainte ou de déformation utilisées.

Le modèle de Sachs suppose que le tenseur de contrainte appliqué à chaque grain est égal au tenseur de contrainte macroscopique. Chaque grain se déforme ainsi indépendamment de ses voisins. Ces hypothèses impliquent que les équations d'équilibre sont vérifiées et qu'il n'y a pas de contraintes internes. Par contre, les relations de compatibilité entre les déformations sont totalement négligées.

Le modèle autocohérent repose sur la modélisation des interactions entre un grain particulier et l'ensemble de tous les autres aux interactions entre ce grain et un milieu homogène équivalent dont le comportement est celui du polycristal [5]. Un traitement statistique sur l'ensemble des grains, tout en respectant les conditions de compatibilité et d'équilibre des contraintes et des déformations, est réalisé. Ce modèle fournit des résultats satisfaisants [6,7,8] dans l'étude des textures de déformation.

Enfin, le modèle de Taylor s'appuie sur l'hypothèse que la déformation est homogène dans le matériau, chaque grain se déforme donc de la même façon que l'échantillon. Ce modèle, utilisé dans le cadre de ce travail, est plus largement détaillé dans la suite de ce chapitre.

IV.3.b- Modèle de déformation de type « Taylor »

Dans cette partie, nous nous proposons, après avoir exposé le modèle de déformation plastique de type Taylor, de prédire l'évolution des textures de déformation induite par la traction uniaxiale ou le laminage. En accord avec la littérature et avec les premiers résultats expérimentaux, les mécanismes de déformation correspondent principalement au glissement cristallographique et à la transformation de phases sous contrainte. La mise en œuvre d'un modèle de déformation plastique doit donc nous permettre d'apprécier l'influence du glissement cristallographique dans l'accommodation de la déformation macroscopique imposée.

La théorie de Taylor [9,10,11]

Connaissant la déformation globale de l'échantillon, il s'agit de savoir comment se distribuent les contraintes et la déformation dans chaque grain du polycristal. Taylor suppose alors que chaque cristallite se déforme de la même manière que l'échantillon, c'est-à-dire que la déformation d'un grain est égale à la déformation macroscopique. Celle-ci sera, pour la programmation, considérée comme une succession de déformations infinitésimales.

Soit E le tenseur gradient de déformation macroscopique. Du fait de la conservation du volume pendant la déformation plastique, ses composantes de_{ij} doivent satisfaire l'équation 4.1 :

$$\sum_{i=1}^3 de_{ii} = 0 \quad 4.1$$

Connu dans le repère du polycristal, il est nécessaire d'exprimer ce tenseur gradient de déformation E dans un repère lié au monocristal :

$$E^c = T.E.T^{-1} \quad 4.2$$

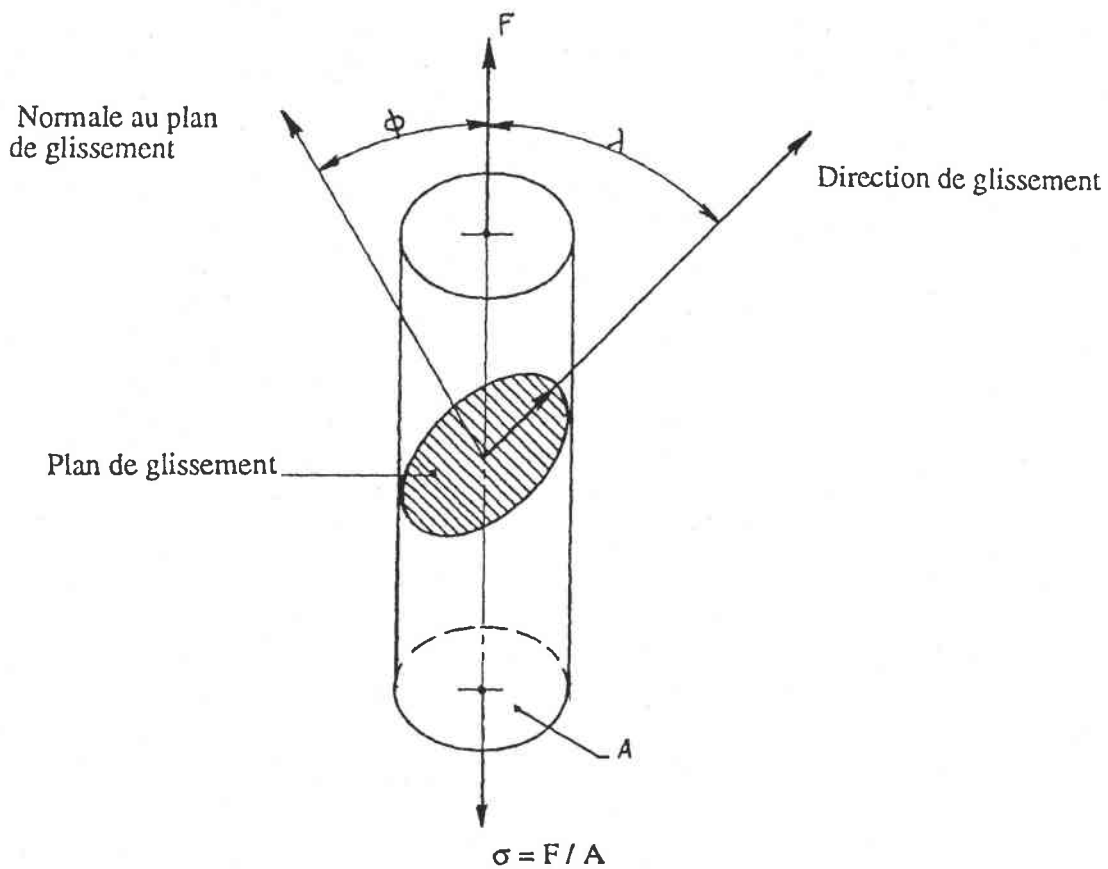
T étant la matrice de passage du repère d'échantillon au repère du grain.

Dans le repère du cristal, E^c peut s'écrire :

$$E^c = \Omega^c + \sum_{g=1}^n E_g \quad 4.3$$

avec :

- E_g le tenseur gradient de déplacement correspondant à l'activation du $g^{\text{ième}}$ système de glissement. Les éléments de ce tenseur sont définis par $de_{ij}^g = r_i^g \cdot v_j^g \cdot d\gamma^g$ où r_i^g et v_j^g sont respectivement les composantes de la direction de glissement et de la normale au plan de glissement du système considéré, $d\gamma^g$ est la quantité de glissement sur le système g .
- Ω^c le tenseur de rotation prenant en compte le changement d'orientation du grain.



$$\sigma = \frac{\tau_c}{\cos\phi \cdot \cos\lambda}$$

avec : - ϕ angle entre la normale au plan de glissement et la direction de la contrainte appliquée,
 - λ angle entre la direction de glissement et la direction de la contrainte appliquée,
 - $\cos\phi \cdot \cos\lambda$: facteur de Schmid.

Fig. IV.3 : Illustration schématique de la loi de Schmid dans le cas d'une contrainte uniaxiale.

L'équation 4.3, limitée à sa partie symétrique, peut s'écrire :

$$\frac{1}{2}(de_{ij} + de_{ji}) = \frac{1}{2} \sum_{g=1}^n (r_i^g v_j^g + r_j^g v_i^g) d\gamma^g \quad 4.4$$

Limitée aux parties antisymétriques des tenseurs, elle s'écrit :

$$\frac{1}{2}(de_{ij} - de_{ji}) = d\omega_{ij} + \frac{1}{2} \sum_{g=1}^n (r_i^g v_j^g - r_j^g v_i^g) d\gamma^g \quad 4.5$$

Taylor propose d'abord de résoudre l'équation 4.4 en prenant les n cisaillements $d\gamma^g$ comme inconnues. Cependant, du fait de la relation de conservation du volume pendant la déformation plastique, le tenseur de déformation possède cinq composantes indépendantes. L'équation 4.4 nous permet donc d'écrire un système de cinq équations avec n inconnues, les cisaillements $d\gamma^g$. Cinq systèmes de glissement indépendants sont alors nécessaires pour accommoder une déformation quelconque dans un grain, tout en assurant la compatibilité. La combinaison des cinq systèmes de glissement effectivement activés est celle qui minimise le travail de déformation plastique :

$$dW = \sum_g \tau_c^g |d\gamma^g| = \text{Min} \quad 4.6$$

où τ_c^g est la contrainte critique de cisaillement sur le système de glissement g .

Calcul de l'activité des systèmes de glissement

Pour activer un système de glissement $\{hkl\}\langle uvw \rangle$, il est nécessaire que la contrainte appliquée soit supérieure à une contrainte minimale appelée contrainte critique de cisaillement résolue (CRSS) τ_c (fig.IV.3). Cette contrainte est proportionnelle à la mobilité des dislocations sur un système de glissement à une température donnée. Expérimentalement, il est difficile de déterminer la valeur des cisaillements critiques dans chaque système. Toutefois, la mise en œuvre du glissement cristallographique dans le modèle de déformation ne requiert pas la connaissance des cisaillements critiques absolues.

Malheureusement, la deuxième hypothèse proposée par Taylor n'est pas toujours suffisante à la détermination d'une unique combinaison de cinq systèmes de glissement. Renouard et Wintenberg [10] ont proposé de prendre en compte un critère de sélection supplémentaire qui consiste à minimiser non seulement le travail de déformation plastique, mais aussi sa vitesse de variation.

D'autres méthodes de calcul de l'activité des différents systèmes de glissement ont été développés : par exemple, les inconnues $d\gamma^g$ de l'équation 4.4 sont remplacées par les cisssions résolues associées τ^g en utilisant par exemple la loi viscoplastique :

$$\tau^g = \tau_0 \cdot \text{sign}(\dot{\gamma}^g) \left| \frac{\dot{\gamma}^g}{\dot{\gamma}_0} \right|^m$$

avec : m le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation,
 τ_0 et $\dot{\gamma}_0$ des quantités de référence.

Soit :

$$\dot{\gamma}^g = \dot{\gamma}_0^g \text{sign}(\tau^g) \left| \frac{\tau^g}{\tau_0^g} \right|^{1/m} \quad 4.7$$

où les valeurs de τ^g sont reliées à l'état de contrainte du monocristal par l'équation suivante :

$$\tau_g = \sum_j r_j^g v_j^g \sigma_{ij} \quad 4.8$$

On peut alors écrire une équation qui relie le taux de déformation imposé ($\dot{\epsilon}$) à la réponse en contrainte d'un grain :

avec $\dot{\epsilon}_{ij} = \sum_g M_{ij}^g \dot{\gamma}^g$ et $\tau^g = \sum_{ij} M_{ij}^g \sigma_{ij}$

on obtient :

$$\dot{\epsilon}_{ij} = \sum_g M_{ij}^g \dot{\gamma}_0^g \text{sign}(\tau^g) \left| \frac{\sum_{kl} M_{kl}^g \sigma_{kl}}{\tau_0^g} \right|^{1/m} \quad 4.9$$

où : $M_{ij} = \left(\frac{m_{ij} + m_{ji}}{2} \right)$ $m_{ij} = r_i v_j$

Les inconnues de l'équation 4.9 sont les composantes du tenseur des contraintes. Toth [12,13] autorise ainsi l'accommodation de la déformation par l'activation de tous les systèmes de glissement, bien que souvent beaucoup d'entre eux soient associés à des taux de cisaillement faibles.

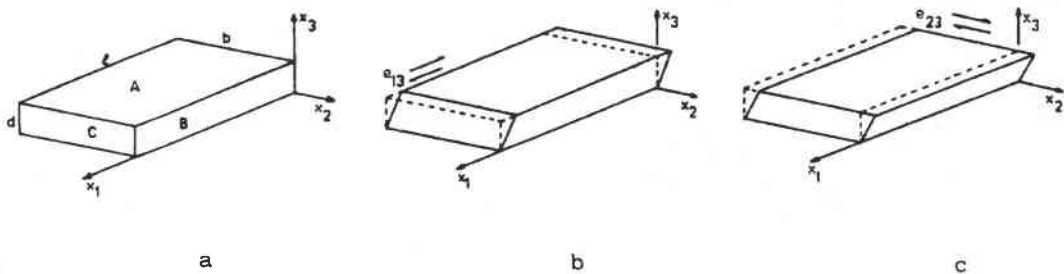
Lorsque le système d'équations 4.4 est résolu, les $d\gamma^g$ sont reportés dans l'équation 4.5. Les inconnues $d\omega_j$ peuvent alors être calculés et la nouvelle orientation du grain après une déformation infinitésimale est déterminée. Reste à exprimer le tenseur de rotation Ω^C dans le repère de l'échantillon :

$$\Omega = T^{-1} \cdot \Omega^c \cdot T$$

Les différentes versions du modèle de Taylor

L'hypothèse de l'uniformité des déformations ou de déformation totalement imposée (DTI) suppose implicitement que les grains ont une forme équiaxe. Honnef et Mecking [14] ont observé que, lorsque les grains sont plats ou allongés, certaines composantes de cisaillement peuvent être différentes de celles imposées. Le modèle de Taylor a alors été modifié : les contraintes de réaction correspondant à ces composantes de déformation sont « relâchées » et les incompatibilités géométriques qui en résultent sont tolérées. Ce type de modèle est dit « modèle de déformation partiellement imposée (DPI) ». Il a pour conséquence de réduire le nombre de systèmes de déformation indépendants nécessaires pour accommoder une déformation donnée : chaque relaxation réduit de un le nombre de systèmes de glissement actifs. Cette approche à déformation partiellement imposée peut être adaptée aux différentes morphologies des grains (fig.IV.4). :

- en forme de latte : relaxation de la composante ϵ_{13} ,
- en forme de crêpe : relaxation des composantes ϵ_{13} et ϵ_{23} .



x_1 : direction de laminage
 x_3 : direction normale à la tôle

Fig.IV.4 : Représentation schématique d'un grain aplati par laminage dans une tôle.

L'accommodation du grain à la déformation imposée est modifiée dans le modèle par l'introduction de ces hypothèses dans le modèle de déformation plastique. Des incompatibilités de déformation peuvent être tolérées au niveau des joints de grains de type B et C, ce qui permet de relâcher les cisaillements ϵ_{13} et ϵ_{23}

IV.3.c- Résultats des simulations de textures de déformation à froid de la phase β

Les essais de traction menés avec différentes vitesses de traverse nous obligent à utiliser un modèle prenant en compte la sensibilité à la vitesse de déformation. Nous nous sommes donc servi d'un programme de simulation développé par Tóth : le programme LSTAYLOR qui tient compte dans les calculs de ce coefficient 'm'.

Paramètres de la modélisation [15]

CHOIX DU PARAMETRE M DE SENSIBILITE A LA VITESSE DE DEFORMATION

Le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation dépend non seulement du mode de déformation, de la morphologie initiale et du taux de déformation, mais aussi de la température à laquelle est réalisé l'essai :

- dans le cas d'une déformation superplastique, $m=0.333, \dots, 1$.
- dans le cas d'une déformation à très haute température, $m=0.125, \dots, 0.333$
- dans le cas d'une déformation à haute température, $m=0.05, \dots, 0.125$
- dans le cas d'une déformation à basse température, $m=0.05, \dots, 0.01$. Plusieurs simulations avec différentes valeurs de m ont été réalisées. La valeur optimale retenue pour simuler les textures de déformation induites par traction uniaxiale ou par laminage à température ambiante est $m=0.05$.

CHOIX DES SYSTEMES DE GLISSEMENT

Une étude au microscope électronique à transmission (MET) permet d'identifier les mécanismes de déformation activés pour accommoder la déformation macroscopique ainsi que leur taux de présence relative. L'étude bibliographique réalisée précédemment montre que les systèmes activés dans les matériaux cubiques centrés contiennent la direction $\langle 111 \rangle$.

Différents tests sur les systèmes de glissement à activer et sur les rapports des cisssions critiques à utiliser, ont été réalisés. L'utilisation du système de glissement $\{123\}\langle 111 \rangle$ n'ayant pas permis d'améliorer de manière significative les résultats, les simulations présentées dans ce travail sont obtenues en incluant les systèmes de glissement $\{110\}\langle 111 \rangle$ et $\{112\}\langle 111 \rangle$ avec un rapport de scission critique $\zeta = \tau_{112}/\tau_{110} = 1$.

CHOIX DES TENSEURS DE DEFORMATION

La déformation macroscopique est réalisée, au cours d'une simulation, par une succession de petites déformations.

Une déformation de x_0 à x se fait en p pas :

$$x = (1 + \Delta\varepsilon)^p \cdot x_0$$

Soit :

$$\ln\left(\frac{x}{x_0}\right) = p \cdot \ln(1 + \Delta\varepsilon) \approx p \cdot \Delta\varepsilon = p \cdot \varepsilon \cdot \Delta t \quad 4.10$$

Dans l'éq. 4.10 : Δt est l'incrément de temps,

ε correspond à une vitesse de déformation,

$\Delta\varepsilon = \varepsilon \cdot \Delta t$ est la déformation correspondant à un incrément réalisé dans le temps Δt ,

p est le nombre d'incréments nécessaire à la reproduction de la déformation macroscopique totale E .

<i>q</i>	<i>Modes de déformation</i>
0.5	Déformations axysymétriques (tréfilage, étirement, traction uniaxiale d'un matériau isotrope et compression etc.)
0	Déformation plane (laminage)
-1	Expansion biaxiale symétrique
$\neq 0.5$	Traction uniaxiale d'un matériau anisotrope ou déformation quelconque

Tab.IV.3 : Valeurs de *q* en fonction des principaux modes de déformation [16].

$$E = p \cdot \varepsilon \cdot \Delta t \cdot dE$$

$$\text{où : } dE = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -q & 0 \\ 0 & 0 & -(1-q) \end{bmatrix}$$

dE est le tenseur gradient de déformation qui prend en compte le mode de déformation. Il traduit le fait que la variation de volume est nulle pendant la déformation plastique. Le tableau IV.3 répertorie, pour les principaux modes de déformation, les valeurs respectives de q .

La valeur de $E = \ln(x/x_0)$ peut être reliée aux variations de dimensions caractéristiques mesurées lors des essais mécaniques :

- essai de traction : $\varepsilon_{\text{tech}} = \frac{L - L_0}{L_0} = \frac{L}{L_0} - 1$ où L_0 est la longueur initiale

de l'éprouvette et L est la longueur après l'essai,

- essai de laminage : $\varepsilon_{\text{tech}} = \frac{h - h_0}{h_0} = \frac{h}{h_0} - 1$ où h_0 est l'épaisseur initiale

de la tôle et h est l'épaisseur après laminage.

$$\text{Soit : } E = \ln\left(\frac{x}{x_0}\right) = \ln(1 + \varepsilon_{\text{tech}}) = p \cdot \varepsilon \cdot \Delta t \cdot dE \quad 4.11$$

En fixant arbitrairement les valeurs de ε et de Δt , le nombre p d'incrémentes à réaliser afin d'atteindre la déformation macroscopique peut être déterminé.

Cas d'un essai de traction :

Traction longitudinale

Le tenseur gradient de déformation choisit après plusieurs essais est :

$$dE = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -0.3 & 0 \\ 0 & 0 & -0.7 \end{bmatrix}, \text{ soit } q=0.3.$$

ε et Δt sont fixés à 0.05 chacun.

Traction transversale

Le tenseur gradient de déformation choisit après plusieurs essais est :

$$dE = \begin{bmatrix} -0.3 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -0.7 \end{bmatrix}, \text{ soit } q=0.3.$$

ε et Δt sont fixés à 0.05 chacun.

Cas du laminage :

Laminage longitudinal

Le tenseur gradient de déformation choisit après plusieurs essais est :

$$dE = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{bmatrix}, \text{ soit } q=0.$$

ε et Δt sont fixés respectivement à 0.05 et 0.5.

Laminage transversal

Le tenseur gradient de déformation choisit après plusieurs essais est :

$$dE = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{bmatrix}, \text{ soit } q=0.$$

ε et Δt sont fixés respectivement à 0.05 et 0.5.

Le nombre p d'incrément de déformation sera précisé ultérieurement au début de la présentation des différentes simulations.

CHOIX DE LA VERSION DU MODELE DE TAYLOR A UTILISER

Du fait de la forme équiaxe des grains β , aucune composante du tenseur de déformation n'a été relâchée : le modèle utilisé est le modèle à déformation totalement imposée (DTI).

DISCRETISATION DE LA TEXTURE INITIALE

Le calcul pratique nécessite de discrétiser la fonction de texture. La discrétisation consiste à décrire la texture initiale par n volumes cristallins différents avec des orientations propres. La fonction de densité des orientations est discrétisée suivant des volumes élémentaires ($\Delta\phi_1, \Delta\phi, \Delta\phi_2$) pavant l'espace d'Euler, le poids correspondant à chaque orientation étant l'intégrale de la FDO sur ce volume. Seules les orientations dont le poids est supérieur à un certain seuil sont prises en compte. Nous avons choisi un seuil de 0.3 après tâtonnement afin de limiter le nombre d'orientations individuelles représentatives de la texture. Le nombre d'orientations individuelles généralement ainsi obtenues est de l'ordre de 1000.

Etude des textures de déformation de la phase β simulées

Après avoir expliqué le modèle utilisé et avoir exposé les différentes conditions de simulation, les résultats de cette modélisation sont présentés en parallèle avec les textures expérimentales de déformation à froid.

Comme il a été dit en conclusion du chapitre précédent, il est possible de distinguer dans l'évolution des différentes textures de déformation de la phase β deux grandes tendances :

- une diminution des composantes (90,60,45) et (270,60,45) associée à une stabilisation ou à un renforcement de l'orientation (45,0,0),
- un affaiblissement de l'orientation définie par le triplet d'Euler (45,0,0) .

A chacune de ces deux évolutions de texture correspond une microstructure particulière. En effet, si dans le premier cas la microstructure se caractérise par des grains équiaxes β , en revanche, la seconde tendance semble être associée à une transformation de phases de type $\beta \rightarrow \alpha''$: la microstructure de tels échantillons montre des grains β équiaxes qui sont le site d'une précipitation de fines plaquettes α'' morphologiquement très marquées.

Les résultats des simulations présentées ci-après sont donc séparés en deux groupes principaux :

- premier groupe : l'étude des textures de déformation des échantillons présentant après déformation une microstructure monophasé β ou une très faible proportion de phase α'' au sein de la matrice,
- deuxième groupe : l'étude des textures de déformation des échantillons présentant une structure biphasée $\beta + \alpha''$ après la déformation à température ambiante.

ETUDE DES TEXTURES DE DEFORMATION DU PREMIER GROUPE

Les échantillons présentant un renforcement ou un maintien de la composante (45,0,0) après déformation sont :

- TrL650 : tractionné sens long jusqu'à une contrainte de 650 MPa
- TrL750 : tractionné sens long jusqu'à une contrainte de 750 MPa
- TrL950 : tractionné sens long jusqu'à une contrainte de 950 MPa
- TrL200 : tractionné sens long avec une vitesse de traverse de 200 mm/s
- TrT700 : tractionné sens travers jusqu'à une contrainte de 700 MPa
- TrT800 : tractionné sens travers jusqu'à une contrainte de 800 MPa
- TrT920 : tractionné sens travers jusqu'à une contrainte de 920 MPa
- TrT200 : tractionné sens travers avec une vitesse de traverse de 200 mm/s

A titre d'exemple, seuls les résultats des simulations relatifs aux essais de traction longitudinale interrompus à différents stades de la déformation sont présentés et interprétés (les conclusions pouvant être tirées de l'étude des textures des autres échantillons étant similaires).

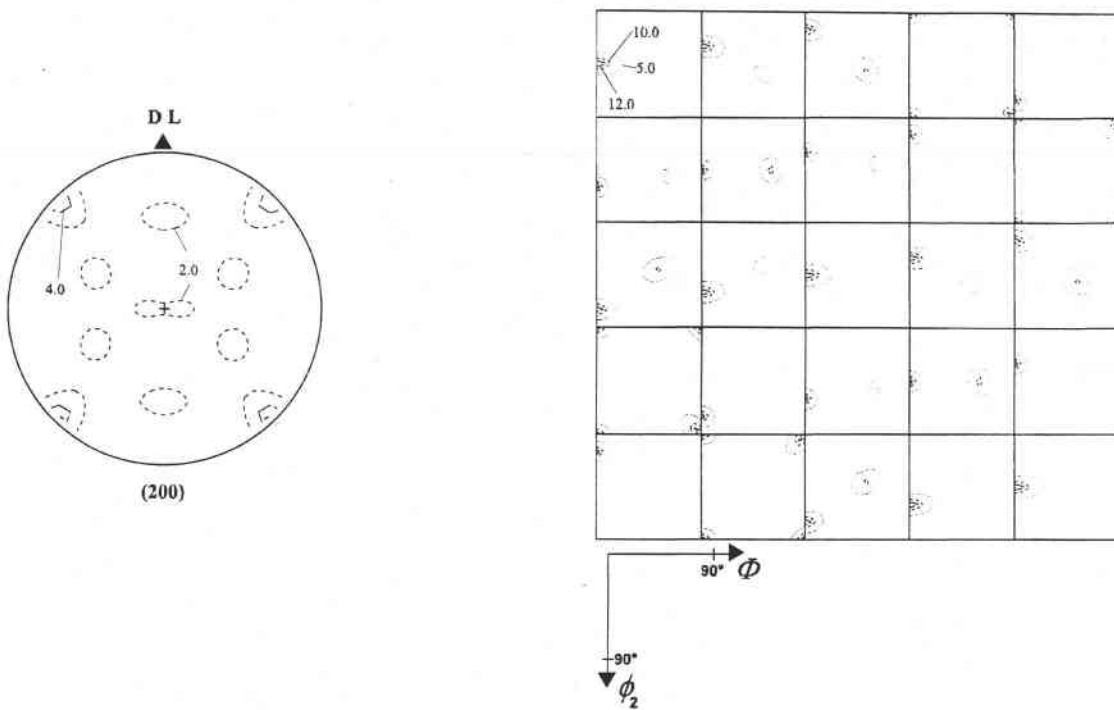


Fig.IV.5 : Texture de déformation à froid simulée correspondant à une traction longitudinale jusqu'à 2.5% d'allongement - Modèle LSTAYLOR, $\{110\}\langle 111\rangle$ et $\{112\}\langle 111\rangle$ avec $\xi=\tau_{112}/\tau_{110}=1$.

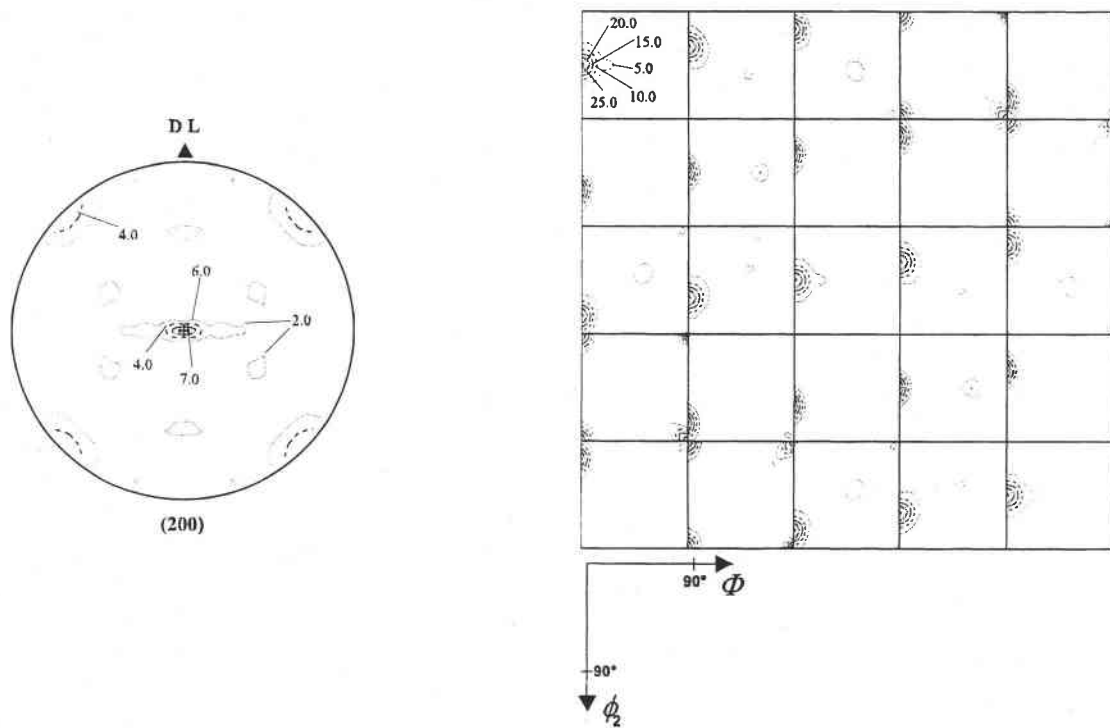


Fig.IV.6 : Texture de déformation à froid expérimentale correspondant à une traction longitudinale interrompue à 650 MPa (allongement = 2.245%) : Echantillon TrL650.

Traction longitudinale interrompue à différents stades de la déformation

Les microstructures des échantillons tractionnés dans le sens long jusqu'à un seuil de contrainte caractéristique (650, 750 et 950 MPa) ne présentent pas ou très peu de plaquettes de martensite α'' . Il est donc intéressant de simuler l'évolution des textures de déformation de la phase β pour voir l'influence du glissement cristallographique dans l'accommodation de la déformation. Les simulations des textures de déformation des trois échantillons TrL650, TrL750, TrL950 sont présentées ci-après. Elles ont été calculées en utilisant le modèle LSTAYLOR et en incluant les glissements cristallographiques $\{110\}\langle 111\rangle$ et $\{112\}\langle 111\rangle$ avec un rapport de scission critique $\xi = \tau_{112}/\tau_{110} = 1$.

Texture de déformation de l'échantillon TrL650

Les résultats de la simulation de la texture de la phase β pour l'échantillon TrL650 sont présentés fig. IV.5, la texture expérimentale correspondante est rappelée fig. IV.6. Afin d'obtenir une déformation comparable à celle de l'échantillon TrL650, 5 incréments de déformation ont été nécessaires.

La texture simulée présente en particulier :

- une orientation (45,0,0) intense,
- deux orientations (90,60,45) et (270,60,45) plus faibles.

La simulation de la traction longitudinale jusqu'à environ 2.5% de déformation ne prévoit pas une évolution de texture très marquée par rapport à l'échantillon de référence EI. On note cependant une légère baisse des densités des différentes composantes.

En comparaison avec la texture de déformation effectivement mesurée sur l'échantillon TrL650, la simulation reproduit assez bien les zones de forte densité. Si les orientations (90,60,45) et (270,60,45) sont bien reproduites, la composante (45,0,0) est moins dense que dans la texture expérimentale.

La traction jusqu'à 650 MPa n'engendre qu'une très faible déformation plastique. La texture de la phase β , du fait du retour élastique de l'éprouvette, reste très proche de la texture initiale.

Texture de déformation de l'échantillon TrL750

Les résultats de la simulation de la texture de la phase β pour l'échantillon TrL750 sont présentés fig. IV.7, la texture expérimentale correspondante est rappelée fig. IV.8. Afin d'obtenir une déformation comparable à celle de l'échantillon TrL750, 12 incréments de déformation ont été nécessaires.

La texture simulée dans le cas d'une traction longitudinale jusqu'à un allongement de 2.9% reste proche de celle simulée dans le cas précédent. La simulation de l'évolution de la texture de la phase β par rapport à l'état initial prévoit une stabilisation des orientations (90,60,45) et (270,60,45) et une faible augmentation de la composante (45,0,0). Le modèle est capable de prédire le renforcement de l'orientation définie par les angles d'Euler (45,0,0). En revanche, l'affaiblissement des deux autres composantes de la texture expérimentale n'est pas prévu.

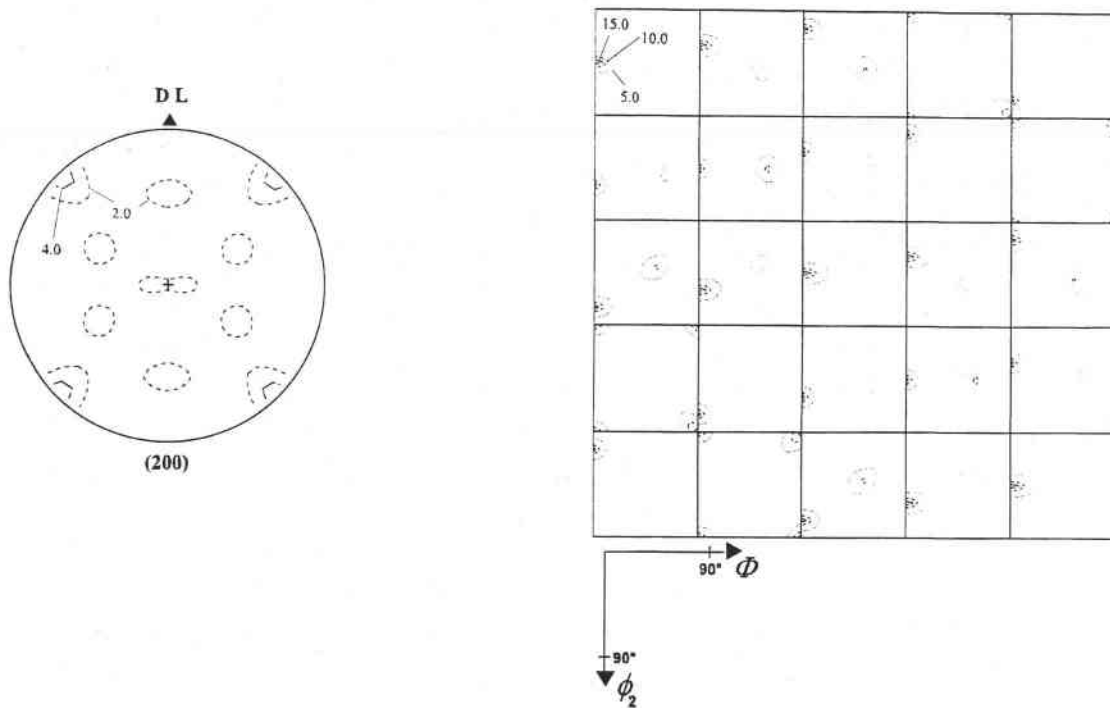


Fig.IV.7: Texture de déformation à froid simulée correspondant à une traction longitudinale jusqu'à 2.9% d'allongement - Modèle LSTAYLOR, $\{110\}\langle 111\rangle$ et $\{112\}\langle 111\rangle$ avec $\xi = \tau_{112}/\tau_{110} = 1$.

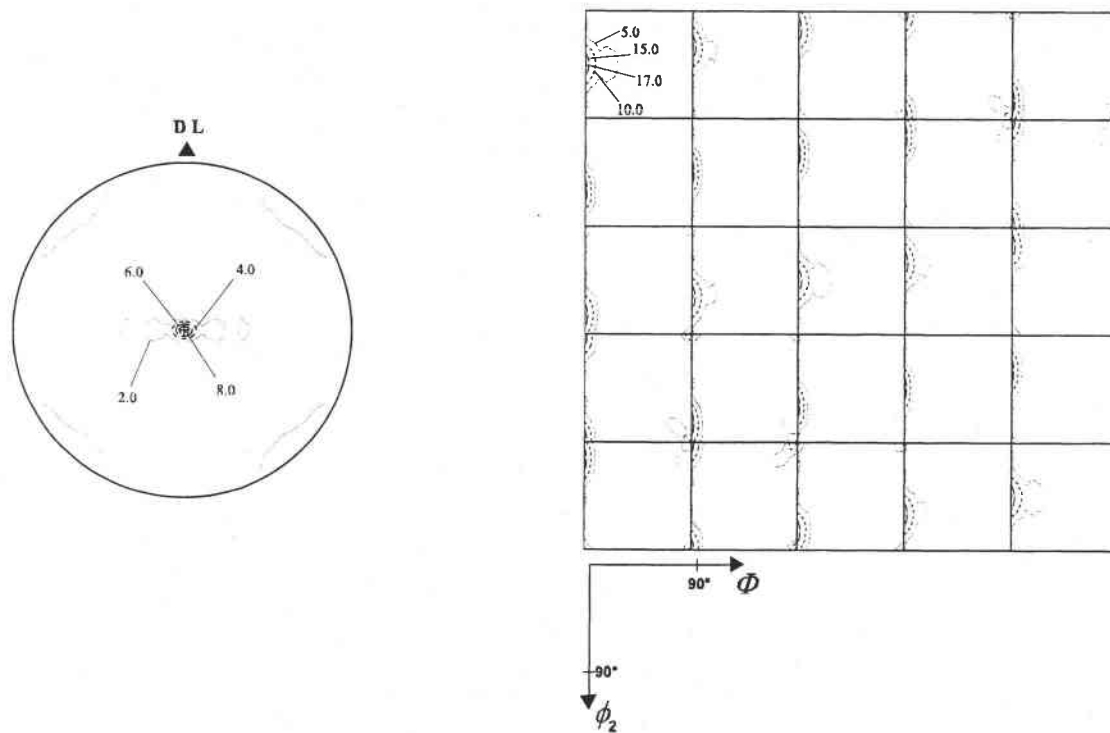


Fig.IV.8: Texture de déformation à froid expérimentale correspondant à une traction longitudinale interrompue à 750 MPa (allongement = 2.931%) : Echantillon TrL750.

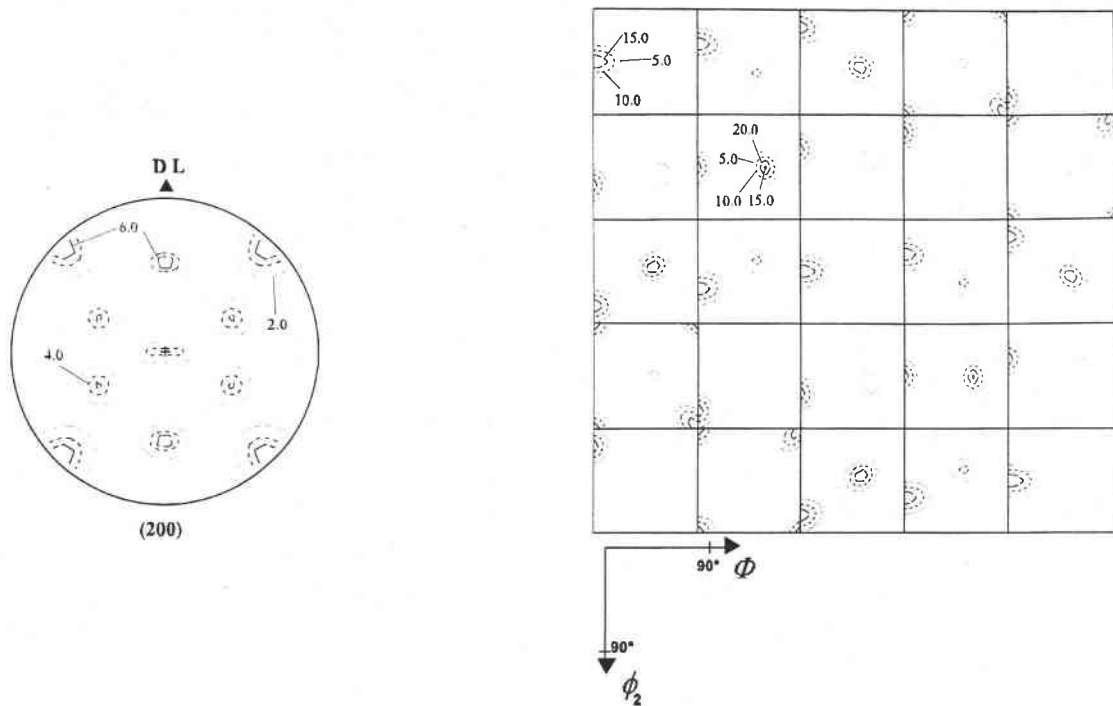


Fig.IV.9: Texture de déformation à froid simulée correspondant à une traction longitudinale jusqu'à 4.3% d'allongement - Modèle LSTAYLOR, $\{110\}\langle 111\rangle$ et $\{112\}\langle 111\rangle$ avec $\xi = \tau_{112}/\tau_{110} = 1$.

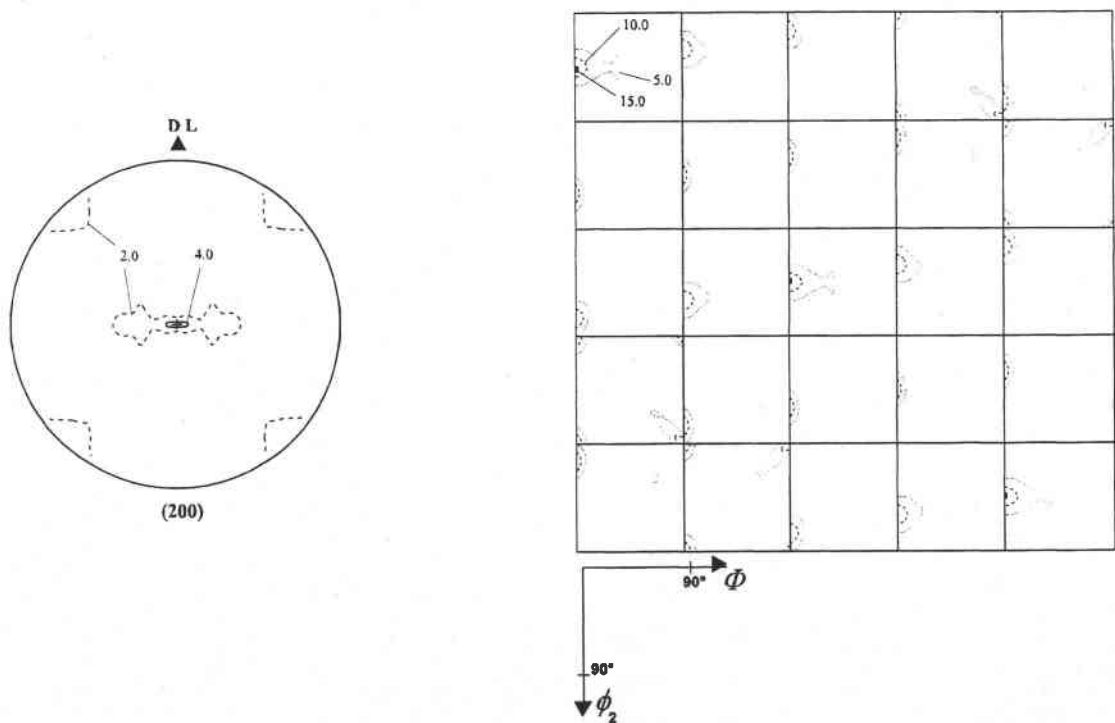


Fig.IV.10: Texture de déformation à froid expérimentale correspondant à une traction longitudinale interrompue à 950 MPa (allongement = 4.297%) : Echantillon **TrL950**.

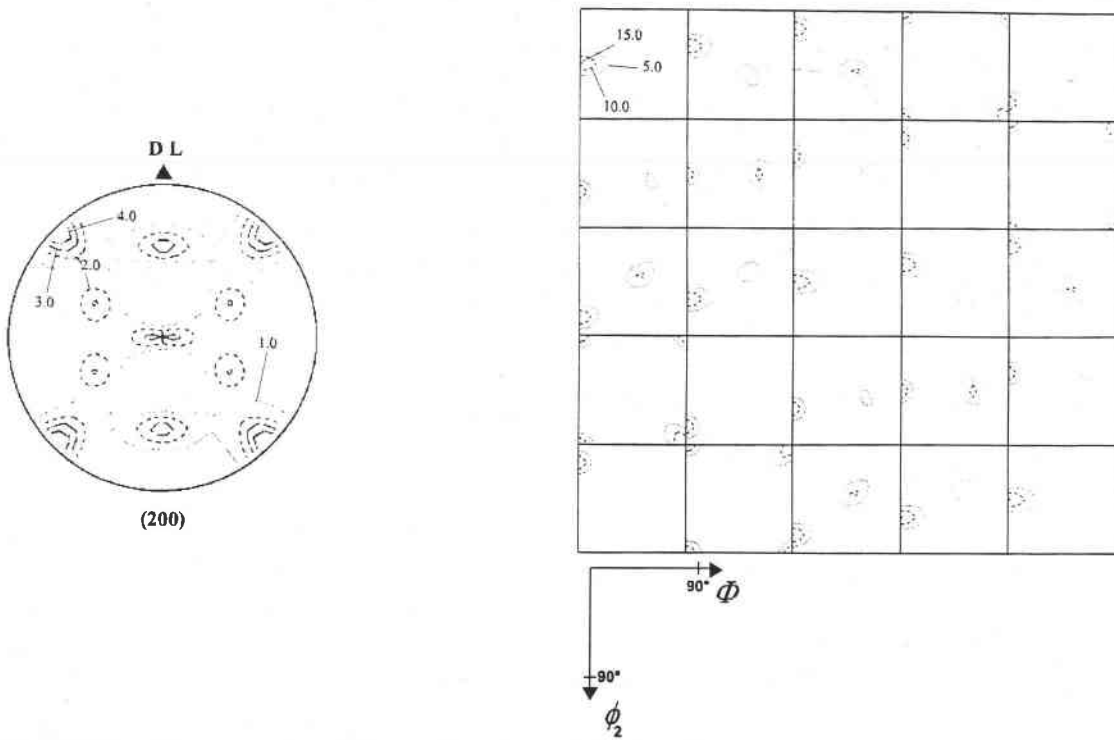


Fig.IV.11 : Texture de déformation à froid simulée correspondant à une traction longitudinale jusqu'à 9% d'allongement avec une faible vitesse de déformation - Modèle LSTAYLOR, $\{110\}\langle 111\rangle$ et $\{112\}\langle 111\rangle$ avec $\xi = \tau_{112}/\tau_{110} = 1$.

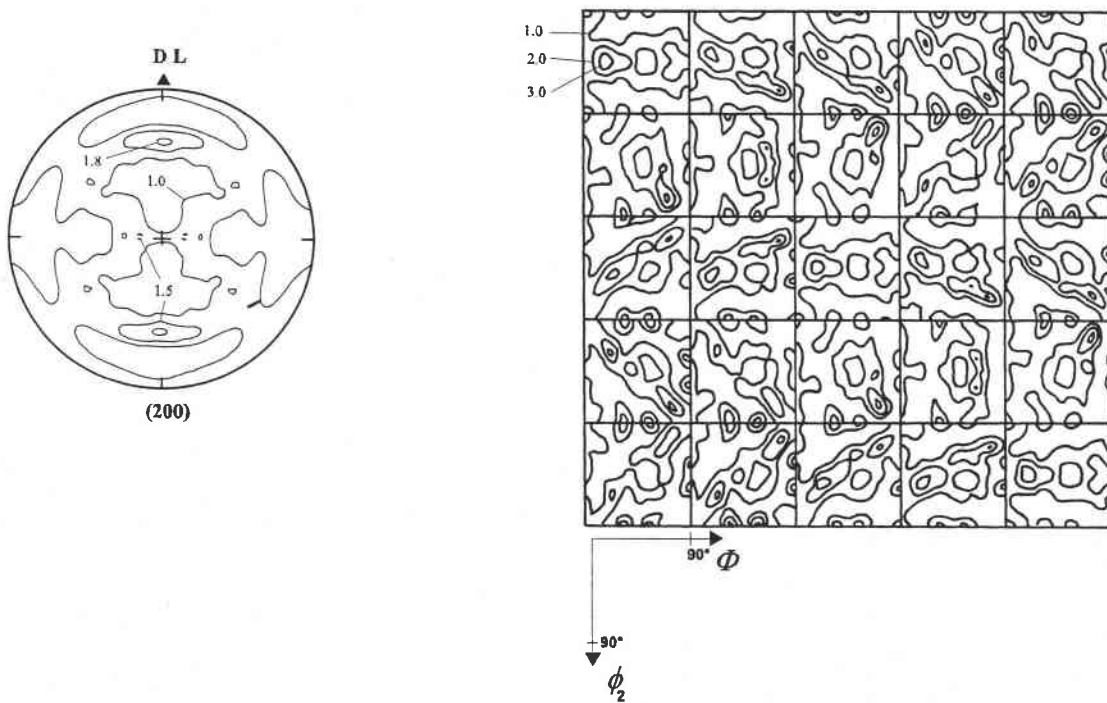


Fig.IV.12 : Texture de déformation à froid expérimentale correspondant à la traction longitudinale avec une vitesse de traverse de 2mm/s : Echantillon TrL2.

Texture de déformation de l'échantillon TrL950

Les résultats de la simulation de la texture de la phase β pour l'échantillon TrL950 sont présentés fig. IV.9, la texture expérimentale correspondante est rappelée fig.IV.10. Afin d'obtenir une déformation comparable à celle de l'échantillon TrL950, 17 incréments de déformation ont été nécessaires.

La simulation prévoit, par rapport à la texture β de l'échantillon EI, une stabilisation de la composante (45,0,0) et un renforcement important des orientations (90,60,45) et (270,60,45). Dans la texture simulée, ces deux orientations semblent être les orientations principales. En revanche, dans la texture expérimentale mesurée sur TrL950, ces composantes sont fortement atténuées. La composante (45,0,0) est la composante majoritaire de la texture. De plus, on note que la nouvelle composante de texture définie par le triplet d'Euler (0,35,45) n'est pas reproduite par la simulation.

Excepté dans le cas de l'échantillon TrL650 où la simulation permet de reproduire la texture de la phase β de manière convaincante, les simulations des textures de déformation des deux autres échantillons restent médiocres. Une traction uniaxiale jusqu'à une contrainte de 650 MPa reste, de toute façon, trop voisine de la limite d'élasticité pour engendrer une déformation plastique importante. La texture simulée dans le cas d'un allongement de 1.3% environ reste donc très proche de la texture initiale. Le modèle de déformation plastique, prenant en compte uniquement le glissement cristallographique, ne parvient pas à reproduire avec précision les textures de déformation des échantillons TrL750 et TrL950.

En comparant les texture simulées et expérimentales, on peut supposer que la déformation par changement de phases peut se substituer partiellement suivant l'état métallurgique à la déformation par glissement plastique ou/et que la présence de platelets α'' modifie les possibilités de glissement plastique.

ETUDE DES TEXTURES DE DEFORMATION DU DEUXIEME GROUPE

Les échantillons qui présente une diminution significative de l'orientation (45,0,0) après déformation à température ambiante sont :

- les échantillons tractionnés jusqu'à la rupture, avec une vitesse de traverse de 2 mm/s : TrL2, TrT2
- les échantillons laminés, sens long ou sens travers : LL et LT.

A titre d'exemple, les simulations des textures de déformation de la phase β des échantillons TrL2 et LL sont présentés ici.

Traction longitudinale jusqu'à rupture

Les résultats de la simulation de la texture de déformation issue d'une traction longitudinale jusqu'à un allongement de 9% sont présentés fig.IV.11 à l'aide de la figure de pôles (200) et des sections à φ_1 constant de l'ODF. Ils ont été obtenus en utilisant le programme LSTAYLOR et en introduisant les systèmes de glissement $\{110\}\langle 111\rangle$ et $\{112\}\langle 111\rangle$ avec un rapport de scission critique $\xi = \tau_{112}/\tau_{110} = 1$. 34 incréments ont été effectués pour atteindre la déformation macroscopique. La fig.IV.12 rappelle

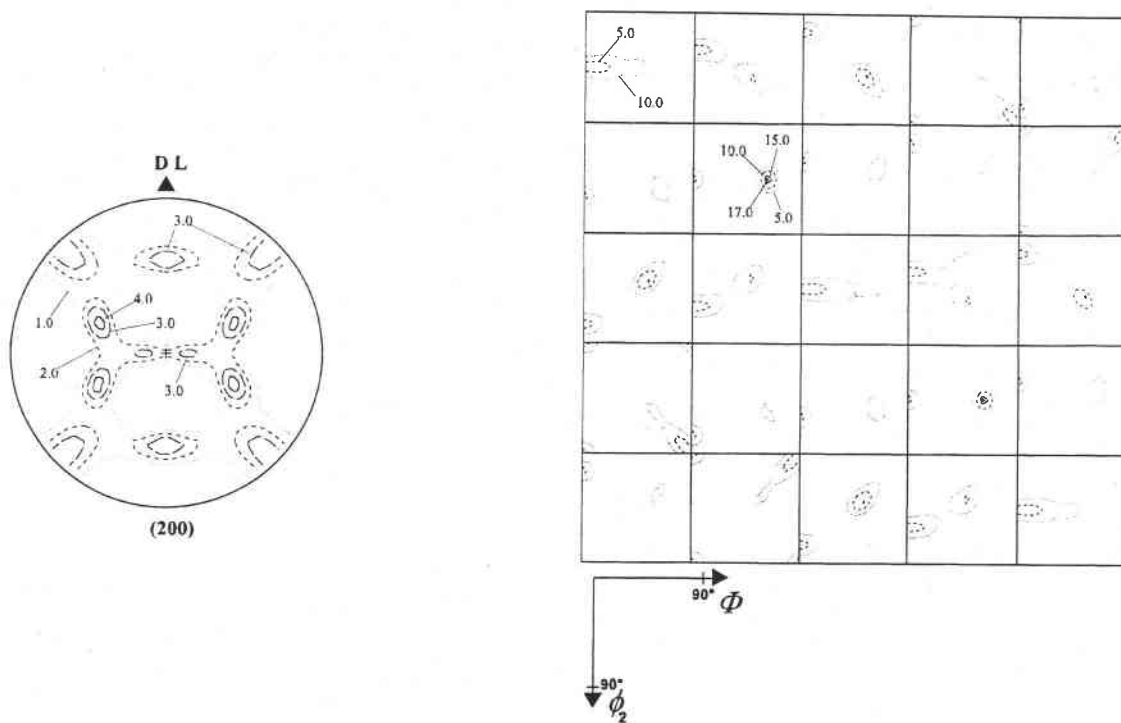


Fig.IV.13 : Texture de déformation à froid simulée correspondant à un laminage longitudinal jusqu'à 25% de déformation - Modèle LSTAYLOR, $\{110\}\langle 111 \rangle$ et $\{112\}\langle 111 \rangle$ avec $\xi = \tau_{112}/\tau_{110} = 1$.

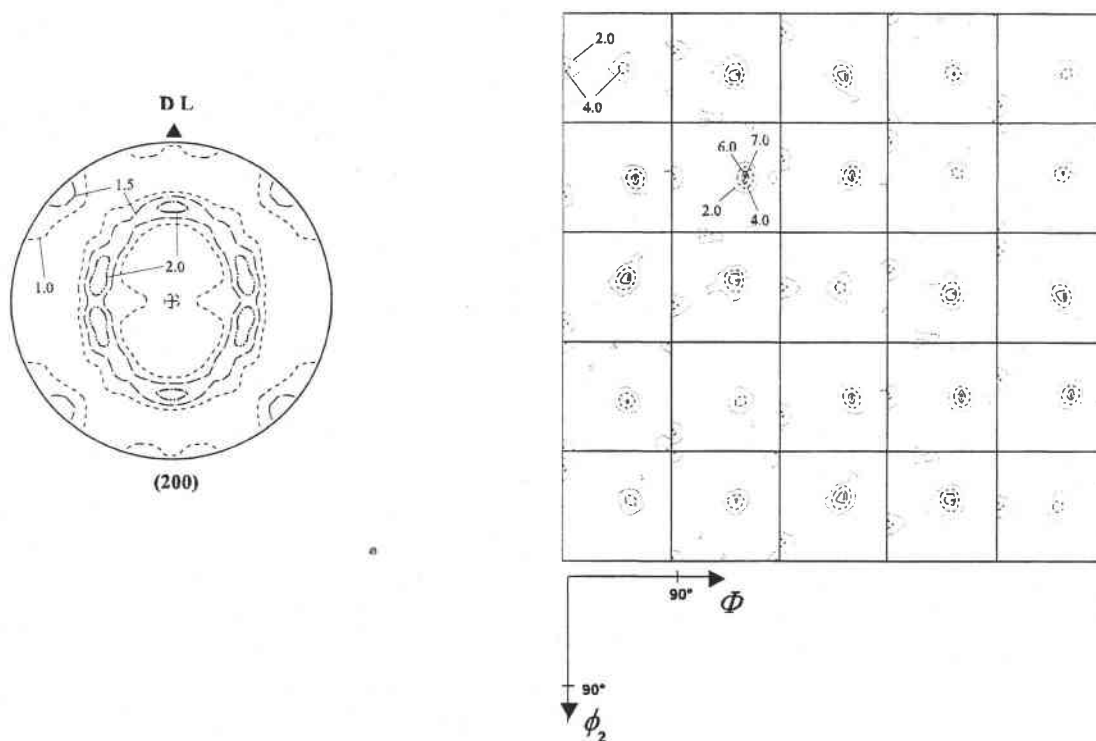


Fig.IV.14 : Texture de déformation à froid expérimentale correspondant à un laminage longitudinal: Echantillon LL.

la texture expérimentale de la phase β mesurée sur l'échantillon TrL2.

La texture de déformation simulée est caractérisée par une forte densité centrée sur l'orientation (45,0,0) et deux composantes, symétriques, définies par les triplets d'Euler (90,60,45) et (270,60,45). La comparaison entre la texture expérimentale de l'échantillon TrL2 et la texture simulée nous permet de tirer plusieurs conclusions :

- l'intensité de la texture simulée est beaucoup plus forte que celle de la texture expérimentale,
- les sites de fortes densités sur les figures de pôles semblent correspondre dans la texture simulée et la texture expérimentale. En revanche, les densités de ces trois composantes dans la texture expérimentale sont plus faibles. En effet :
 - α les composantes (90,60,45) et (270,60,45) sont légèrement moins marquées dans la texture expérimentale,
 - α la densité de l'orientation (45,0,0) est beaucoup plus faible dans le cas de la texture expérimentale.

Le modèle de déformation utilisé ne tenant compte que du glissement cristallographique, la prédiction de la texture de déformation est difficile. En effet, deux modes de déformation sont effectivement activés lors de cet essai :

- la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$,
- le glissement cristallographique.

De plus, l'accommodation d'une partie de la déformation macroscopique par la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$ doit influencer l'état métallurgique de l'échantillon et donc l'activation du glissement cristallographique

On remarque cependant que l'hypothèse proposée dans la conclusion du chapitre précédent se vérifie : la diminution importante de l'orientation (45,0,0) n'est pas prévisible par le modèle de déformation (qui, au contraire, montre un renforcement de cette composante). Les grains β se trouvant dans cette orientation doivent donc se déformer préférentiellement par une transformation de phases de type $\beta \rightarrow \alpha''$ pour la déformation macroscopique que nous avons imposé.

Les différences entre la texture simulée et expérimentale peuvent donc s'expliquer par le fait que le glissement cristallographique est le seul mécanisme de déformation pris en compte dans la simulation et permettent de penser qu'une partie de la déformation totale imposée est accommodée par le transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$.

Laminage long

La texture de déformation à froid simulée dans le cas d'un laminage est présentée fig.IV.13. 15 incréments de déformation ont été nécessaires pour atteindre 25% de déformation. Les systèmes de glissement utilisés sont $\{110\}\langle 111 \rangle$ et $\{112\}\langle 111 \rangle$ (avec

un rapport de scission critique $\xi = \tau_{112}/\tau_{110} = 1$). La texture expérimentale correspondant à l'échantillon référencé LL est rappelée fig.IV.14.

Cette texture simulée peut être caractérisée par trois composantes fortes :

- une composante (45,0,0) marquée sur la fibre α ,
- deux composantes symétriques définies par les triplets d'Euler (90,60,45) et (270,60,45).

L'intensité totale simulée ne se répartie pas équitablement entre ces trois orientations. L'orientation (45,0,0) est ici minoritaire.

La texture simulée ne reproduit pas de manière satisfaisante la texture de déformation expérimentale. Tout d'abord, la texture simulée est plus marquée que dans la réalité. Même si la part relative de chaque orientation est bien reproduite, les intensités restent plus importantes dans la texture simulée. La simulation ne permet pas de prédire l'importante atténuation de l'orientation (45,0,0) (orientation qui place un pôle en position centrale sur la figure (200) $_{\beta}$ expérimentale).

L'atténuation de l'orientation (45,0,0) constatée sur les figures de pôles expérimentales n'est pas prévisible par le modèle de déformation plastique dans lequel le glissement cristallographique est le seul mécanisme de déformation activé. Cette différence entre la simulation et l'expérience est imputable au fait que la déformation de certains grains β , notamment en orientation (45,0,0), est partiellement réalisée par transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$, ce mode de déformation n'étant pas pris en compte dans le modèle de déformation plastique.

IV.4- Conclusion

L'examen des sections de l'ODF des échantillons ne présentant pas ou peu de phase martensitique, montre que les textures de la phase β induites par les contraintes extérieures sont assez caractéristiques des textures de déformation dans les matériaux BCC. En effet, elles peuvent en général se décomposer de la manière suivante :

- une fibre α plus ou moins intense avec une composante $\{001\} \langle 110 \rangle$ (aussi définie par les angles d'Euler (45,0,0)) marquée,
- deux orientations définies par les triplets (90,60,45) et (270,60,45),

la part relative de chacune de ces orientations dépendant de l'essai mécanique mis en œuvre.

Dans le cas des échantillons biphasés $\beta + \alpha''$ après la déformation à température ambiante, les textures de la phase β montrent une diminution de l'orientation (45,0,0) et une stabilisation (ou très léger affaiblissement) des composantes (90,60,45) et (270,60,45).

Les résultats des simulations des textures de déformation sont à séparer en deux principaux groupes :

- les textures de déformation des échantillons ne présentant pas ou peu de martensite α'' induite sous contrainte,
- les textures de déformation des échantillons présentant une microstructure biphasée $\beta+\alpha''$ après déformation à température ambiante.

Les textures de déformation des échantillons présentant une très faible proportion de phase α'' au sein de la matrice β après la mise en forme sont pour les grandes tendances assez bien reproduites par la simulation. En effet, les sites de fortes densités prévus dans la simulation se retrouvent sur la texture expérimentale. En revanche, la répartition relative des densités entre les différentes composantes de la texture ne correspond pas à la réalité. Si les densités des orientations (90,60,45) et (270,60,45) semblent bien reproduites (quoique légèrement plus fortes que sur la texture expérimentale), la prédiction de la densité de l'orientation (45,0,0) reste trop faible. De plus, l'apparition au cours de la déformation de la fibre α est mal reproduite par la simulation où seule la composante $\{001\}\langle 110\rangle$ de cette dernière est marquée.

La simulation des textures de déformation des échantillons biphasés $\beta+\alpha''$ après la mise en forme à température ambiante, bien que reproduisant assez bien les différents sites, ne respecte pas les proportions relatives des densités selon les trois composantes de la texture de la phase β . Les densités simulées des ces orientations sont tout d'abord plus importantes que les intensités expérimentales. De plus, si les orientations (90,60,45) et (270,60,45) de la texture de déformation expérimentale sont légèrement moins marquées que dans la texture simulée, en revanche, la modélisation prévoit une trop forte densité de l'orientation (45,0,0).

Ces résultats nous laissent supposer que l'évolution de la texture β constatée au cours de la déformation n'est pas exactement prévisible par un modèle de déformation plastique de type Taylor où le seul mécanisme de déformation pris en compte est le glissement cristallographique.

La mise en œuvre du modèle LSTAYLOR en incluant les systèmes de glissement $\{110\}\langle 111\rangle$ et $\{112\}\langle 111\rangle$ pour la simulation des textures de déformation des échantillons tractionnés jusqu'à rupture (TrL2) ou laminés (LL et LT) montre un renforcement de la composante (45,0,0) à l'inverse de l'évolution constatée dans les textures expérimentales. La diminution de la densité de cette composante de la texture de la phase β semble confirmer l'hypothèse avancée précédemment, à savoir que les grains se trouvant dans cette orientation se déforment plus facilement par transformation de type $\beta\rightarrow\alpha''$ que par activation du glissement cristallographique.

Dans le chapitre suivant, un modèle de transformation de phases est développé puis mis en œuvre pour étudier la formation des textures de la phase α'' induite sous contrainte en tenant compte du processus de mise en forme.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- 1- D. Raabe, K. Lücke
Material Science Forum, vol 157-162, 1994, p597
- 2- D. Raabe
Material Science and Engineering, A197, 1995, p31
- 3- P. Van Houtte, E. Aernoudt, K. Sekine
ICOTOM 6, p337
- 4- J. Hansen, J. Pospiech, K. Lücke
Tables for Texture Analysis of Cubic Crystals, 1978
- 5- A. Molinari, L.S. Tóth
Acta Metall. Mat., vol 42, n°7, 1994, p665
- 6- S. Mercier, L.S. Tóth, A. Molinari
Textures and microstructures, vol 25, 1995, p45
- 7- F. Wagner, G. Canova, P. Van Houtte, A. Molinari
Textures and Microstructures, vol 14-18, p1135
- 8- D. Dunst, R. Dendievel, H. Mecking
ICOTOM 10, vol 157-162, 1994, p665
- 9- P. Van Houtte
ICOTOM 7, 1984, p7
- 10- P. Van Houtte
Textures and Microstructures, vol 889, 1988, p313
- 11- K.W. Neale, L.S. Tóth, J.J. Jonas
International Journal of Plasticity, vol 6, 1990, p45
- 12- C. Maurice, H.J. Driver, L.S. Tóth
Textures and Microstructures, vol 19, 1992, p211
- 13- L.S. Tóth, P ; Gilormini, J.J. Jonas
Acta Metall., vol 36, n°12, 1988, p3077
- 14- H. Honneff, H. Mecking
Texture of Materials, 1978, p265
- 15- L.S. Tóth
'LSTAYLOR' - Rate sensitivity Taylor Software, Janv. 1994
- 16- F.E. Mellab
Thèse de doctorat de l'université de Metz, 1992

Chapitre V

**Etude de la formation de la texture de la phase α'' induite
pendant la déformation à froid**

V.1- Introduction

Dans le chapitre III ont été présentées les textures de la phase martensitique α'' . Cette phase, induite pendant la mise en forme à température ambiante, est héritée de la phase β selon des relations d'orientation strictes observées entre le réseau cubique centré de la phase β et la maille orthorhombique de la phase α'' . Ainsi, une orientation de la phase β peut se transformer, selon ces relations, en plusieurs orientations α'' , appelées variantes cristallographiques. La présence d'un champ de contrainte interne existant ou appliqué peut favoriser l'apparition d'une variante au détriment d'une autre, on parle alors de sélection de variantes. Comme nous l'avons dit dans le chapitre III, l'application de champs de contrainte extérieurs différents (essais de traction ou de laminage, sens long ou sens travers) influence directement l'évolution des textures et notamment de la texture de transformation de phases des échantillons étudiés. De ce fait, le changement de phases $\beta \rightarrow \alpha''$ se fait avec une forte sélection de variantes.

Ce chapitre, consacré à l'étude de la formation de la texture de la phase α'' , est divisé en deux grandes parties.

Dans une première partie, nous exposons le modèle de transformation de phases que nous avons élaboré et mis en œuvre pour simuler la transformation cubique centré - orthorhombique. La comparaison entre les textures simulées et les textures expérimentales nous a permis de constater et d'évaluer l'importance de la sélection de variantes dans la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$.

Après avoir vérifié avec ce premier modèle les fortes sélections de variantes, nous avons mis en œuvre un modèle de transformation de phases capable de tenir compte de la sélection des variantes. Avec ce modèle, nous nous sommes proposés de rechercher les modes de sélection de variantes capables de décrire les caractéristiques principales des textures de la phase α'' observées. Nous avons procédé par méthode d'erreurs et d'essais en testant différents mécanismes de sélection. L'hypothèse de sélection de variantes la plus apte à reproduire les tendances expérimentales sélectionne les variantes cristallographiques dont le travail de déformation dû au champ de contrainte appliqué est maximal.

V.2- Modélisation de la transformation de textures sans sélection de variantes

V.2.a- Modèle de transformation de phases sans sélection de variantes

Le modèle de transformation de textures sans sélection de variantes mis en œuvre requiert la connaissance des relations d'orientation mutuelles entre la phase mère et le produit, ainsi que les éléments de symétrie des deux phases. Nous commençons par étudier ces différentes caractéristiques.

Les relations d'orientation mutuelles

De nombreux auteurs ont décrit les relations d'orientation observées entre les phases initiale et finale obtenues par transformation de phases. Les relations les plus connues sont celles de Bain [1], de Kurdjumov-Sachs [2], de Nishiyama-Wasserman [3,4] dans le cas de la transformation du réseau cubique à faces centrées au réseau cubique centré et celles de Burgers [5] dans le cas d'une transformation du réseau cubique centré au réseau hexagonal.

Intéressons nous plus particulièrement à la transformation cubique - orthorhombique.

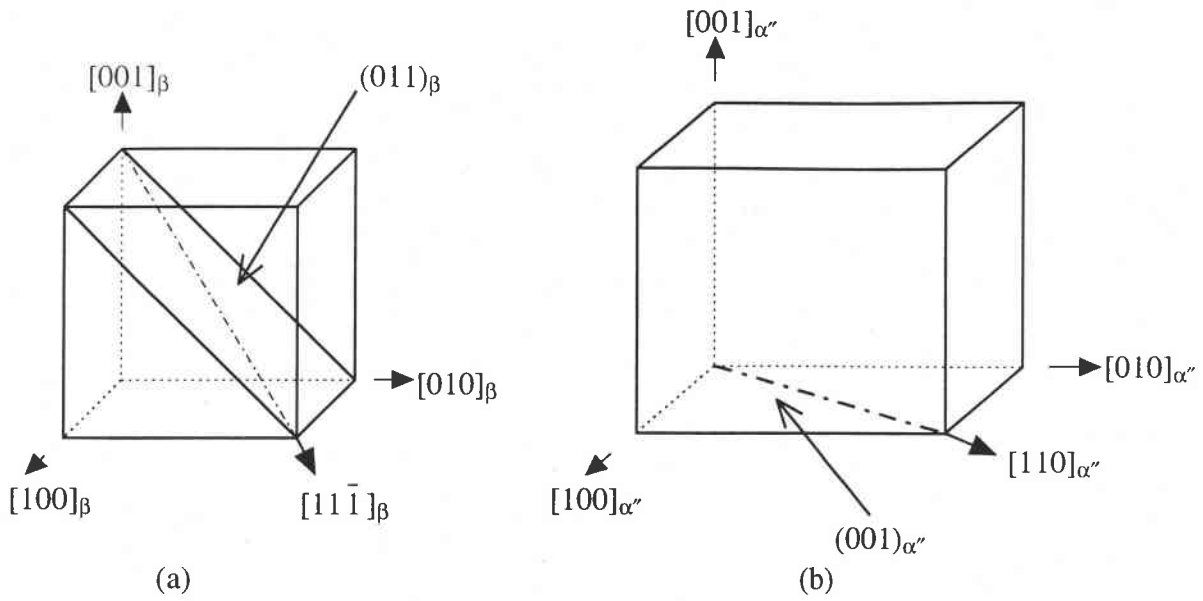


Fig.V.1 : Représentation schématique des plans et directions cristallographiques (a) du réseau CC de la phase β et (b) du réseau orthorhombique de la phase α'' impliqués dans la relation d'orientation.

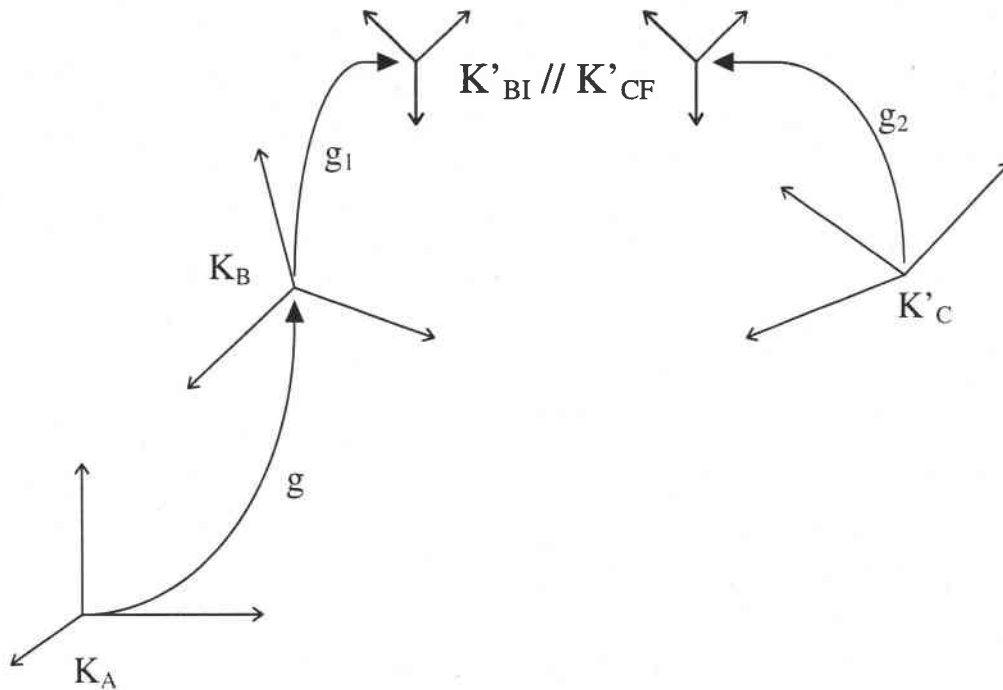


Fig.V.2 : Définition des différents repères.

La transformation martensitique $\beta \rightarrow \alpha''$ apparaît, par exemple, lors d'une déstabilisation par écrouissage d'alliages de titane β métastables [6,7]. Plusieurs auteurs [8,9] ont montré qu'il existait entre le réseau cubique centré et le réseau orthorhombique des relations d'orientation mutuelles du type :

$$\begin{aligned} (0 \ 1 \ 1)_\beta // (0 \ 0 \ 1)_{\alpha''} \\ [1 \ 1 \ \bar{1}]_\beta // [1 \ 1 \ 0]_{\alpha''} \end{aligned} \quad 5.1$$

La relation 5.1 décrit la relation d'orientation entre le cristal parent et une variante cristallographique particulière. Les relations d'orientation mutuelles entre le cristal parent et les autres variantes sont obtenues en faisant agir les symétries du cristal parent. Les différents éléments cristallographiques impliqués dans cette relation sont représentés fig.V.1. Pratiquement, la relation 5.1 peut aussi être décrite par une rotation permettant de passer du repère K_B lié au cristal parent au repère K'_C orthonormé lié à la variante cristallographique considérée (fig.V.2) :

$$\begin{array}{ccc} K_B & \xrightarrow{g_1} & K'_{BI} // K'_{CF} & \xrightarrow{g_2^{-1}} & K'_C \\ & \searrow & \Delta g_0 = g_2^{-1} \cdot g_1 & \nearrow & \end{array} \quad 5.2$$

en utilisant les définitions suivantes :

- K_A : repère macroscopique lié à l'échantillon,
- K_B : repère construit sur les directions principales du cube :

$$K_B = [1 \ 0 \ 0]_\beta [0 \ 1 \ 0]_\beta [0 \ 0 \ 1]_\beta$$

- K_C : repère construit sur les directions principales de la maille orthorhombique :

$$K_C = [1 \ 0 \ 0]_{\alpha''} [0 \ 1 \ 0]_{\alpha''} [0 \ 0 \ 1]_{\alpha''}$$

- K'_C : repère orthonormé parallèle à K_C ,
- K_{BI} : repère construit sur le plan et la direction cristallographique du réseau cubique impliqués dans la relation d'orientation :

$$K_{BI} = [1 \ 1 \ \bar{1}]_\beta [\bar{2} \ 1 \ \bar{1}]_\beta [0 \ 1 \ 1]_\beta$$

- K'_{BI} : repère orthonormé parallèle à K_{BI} ,
- K_{CF} : repère construit sur le plan et la direction cristallographique de la maille orthorhombique impliqués dans la relation 5.1 :

$$K_{CF} = [1 \ 1 \ 0]_{\alpha''} [\bar{1} \ 1 \ 0]_{\alpha''} [0 \ 0 \ 1]_{\alpha''}$$

- K'_{CF} : repère orthonormé parallèle à K_{CF} .

Cette rotation Δg_0 peut être caractérisée par une matrice de changement de base $M(\Delta g_0)$ définie par [10] :

$$M(\Delta g_0) = \begin{pmatrix} \Delta g_{11} & \Delta g_{12} & \Delta g_{13} \\ \Delta g_{21} & \Delta g_{22} & \Delta g_{23} \\ \Delta g_{31} & \Delta g_{32} & \Delta g_{33} \end{pmatrix} \quad 5.3$$

avec :

$$\begin{aligned} \Delta g_{11} &= \cos\Delta\varphi_1 \cos\Delta\varphi_2 - \sin\Delta\varphi_1 \sin\Delta\varphi_2 \cos\Delta\phi & \Delta g_{23} &= -\cos\Delta\varphi_1 \sin\Delta\phi \\ \Delta g_{12} &= -\cos\Delta\varphi_1 \sin\Delta\varphi_2 - \sin\Delta\varphi_1 \cos\Delta\varphi_2 \cos\Delta\phi & \Delta g_{31} &= \sin\Delta\varphi_2 \sin\Delta\phi \\ \Delta g_{13} &= \sin\Delta\varphi_1 \sin\Delta\phi & \Delta g_{32} &= \cos\Delta\varphi_2 \sin\Delta\phi \\ \Delta g_{21} &= \sin\Delta\varphi_1 \cos\Delta\varphi_2 + \cos\Delta\varphi_1 \sin\Delta\varphi_2 \cos\Delta\phi & \Delta g_{33} &= \cos\Delta\phi \\ \Delta g_{22} &= -\sin\Delta\varphi_1 \sin\Delta\varphi_2 + \cos\Delta\varphi_1 \cos\Delta\varphi_2 \cos\Delta\phi \end{aligned}$$

où $\Delta\varphi_1$, $\Delta\phi$, et $\Delta\varphi_2$ sont les angles d'Euler représentant la rotation Δg_0 .

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

Tab.V.1 : Eléments de symétrie rotationnelle du réseau cubique.

La matrice de changement de base $M(\Delta g_0)$ peut, d'après le schéma 5.2, être séparée en deux composantes :

$$M(\Delta g_0) = M(g_1) \cdot M(g_2^{-1})$$

où $M(g_1)$ est la matrice de changement de base permettant le passage du repère K_B au repère K'_{BI} et $M(\Delta g_2^{-1})$ est la matrice de changement de base permettant de passer du repère K'_{CF} au repère K'_C . Dans le cas particulier de la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$, on a :

$$M(\Delta g_1) = \begin{pmatrix} 1/\sqrt{3} & -2/\sqrt{6} & 0 \\ 1/\sqrt{3} & 1/\sqrt{6} & 1/\sqrt{2} \\ -1/\sqrt{3} & -1/\sqrt{6} & 1/\sqrt{2} \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad M(\Delta g_2^{-1}) = \begin{pmatrix} a_{\alpha''} & b_{\alpha''} & 0 \\ -b_{\alpha''} & a_{\alpha''} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

$$\text{avec} \quad a_{\alpha''} = \frac{a_{\alpha''}}{\sqrt{a_{\alpha''}^2 + b_{\alpha''}^2}} \quad \text{et} \quad \begin{aligned} a_{\alpha''} &= 3.03 \text{ \AA} \\ b_{\alpha''} &= 4.90 \text{ \AA} \\ c_{\alpha''} &= 4.64 \text{ \AA} \end{aligned}$$

$$\text{On obtient alors :} \quad M(\Delta g_0) = \begin{pmatrix} \frac{1}{\sqrt{6}}(\sqrt{2}a_{\alpha''} + b_{\alpha''}) & \frac{1}{\sqrt{6}}(\sqrt{2}b_{\alpha''} - a_{\alpha''}) & 0 \\ \frac{1}{\sqrt{6}}(\sqrt{2}a_{\alpha''} - b_{\alpha''}) & \frac{1}{\sqrt{6}}(\sqrt{2}b_{\alpha''} + a_{\alpha''}) & \frac{1}{\sqrt{2}} \\ \frac{1}{\sqrt{6}}(-\sqrt{2}a_{\alpha''} + b_{\alpha''}) & \frac{1}{\sqrt{6}}(-\sqrt{2}b_{\alpha''} - a_{\alpha''}) & \frac{1}{\sqrt{2}} \end{pmatrix}$$

En identifiant les composantes de cette matrice à celles de l'équation 5.3, la matrice de changement de base peut être décomposée suivant les trois rotations élémentaires d'angles $\Delta\phi_1, \Delta\phi, \Delta\phi_2$. Δg_0 peut ainsi être représentée sous la forme d'un triplet d'angle d'Euler :

$$\Delta g_0 = \{180.0^\circ ; 45.0^\circ ; 176.4^\circ\}$$

En choisissant une autre variante cristallographique comme référence, on aboutirait à un autre triplet d'angles d'Euler.

Détermination du nombre de variantes cristallographiques

Le choix du repère K_B , lié au cristal parent, n'est pas unique. En faisant agir les éléments de symétrie S_i^I appartenant au groupe de symétrie rotationnelle de la phase initiale G^I , on peut déduire toute une série de repères équivalents :

$$K_A \xrightarrow{g} K_B \xrightarrow{S_i^I} K_{BI}$$

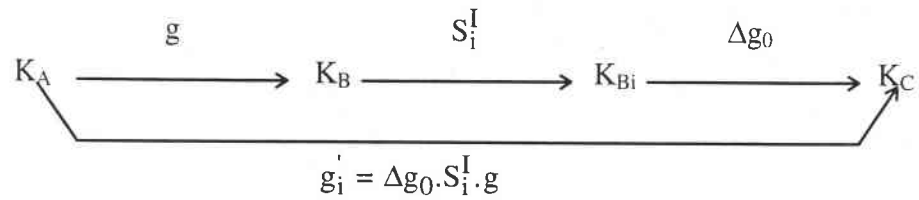
L'orientation d'un grain de la phase initiale est donc décrite par la famille de rotation $\{S_i^I \cdot g\}_{S_i^I \in G^I}$. Dans le cas d'une structure cristalline cubique, le groupe de symétrie rotationnelle contient 24 éléments (tab.V.1) :

$$G^I = G^B = \{S_i^B\}_{i=1,24}$$

Eléments	Rotations	Angles d'Euler des rotations	Matrices de changement de base
E	$x \ y \ z$	$0, 0, 0$	$\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$
O_{2x}	$x \ \bar{y} \ \bar{z}$	$0, \pi, 0$	$\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$
O_{2y}	$\bar{x} \ y \ \bar{z}$	$\pi, \pi, 0$	$\begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$
O_{2z}	$\bar{x} \ \bar{y} \ z$	$\pi, 0, 0$	$\begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$

Tab.V.2 : Eléments de symétrie rotationnelle du réseau orthorhombique.

La variante cristallographique i , héritée de la transformation d'un grain parent d'orientation g , est caractérisée par la rotation g'_i obtenue par la succession des rotations :



Si la rotation Δg_0 ne possède pas de propriétés particulières, le nombre de variantes cristallographiques est alors égal au nombre d'éléments S_i^I du groupe rotationnel de symétrie G^I de la phase initiale. L'orientation de la variante i est caractérisée par la rotation g'_i ou ses équivalents par symétrie formant la famille de rotation $\{S_j^F \cdot g'_i\}$, où S_j^F sont les éléments du groupe de symétrie rotationnelle G^F de la phase héritée.

Dans le cas d'une symétrie cristalline orthorhombique, le groupe de symétrie rotationnelle contient quatre éléments (tab.V.2) : $G^F = G^{\alpha''} = \{S_j^{\alpha''}\}_{j=1,4}$

Dans la pratique, des particularités de la rotation Δg_0 peuvent provoquer la superposition de certaines variantes cristallographiques [10,11], le nombre total de ces dernières est alors réduit. Dans le cas de la transformation de réseau cubique centré au réseau orthorhombique et pour les relations d'orientation citées précédemment, la rotation Δg_0 vérifie la relation de commutation :

$$O_{2z} \cdot \Delta g_0 = \Delta g_0 \cdot C_{2d}$$

où : $C_{2d} \in G^\beta = \{S_i^\beta\}_{i=1, \dots, 24}$
 et $O_{2z} \in G^{\alpha''} = \{S_j^{\alpha''}\}_{j=1, \dots, 4}$

Cette relation de commutation montre la superposition des variantes cristallographiques par deux.

En effet, l'élément de symétrie C_{2d} , impliqué dans la relation de commutation, génère un sous-groupe d'ordre 2 : $\{C_{2d}, C_{2d} \cdot C_{2d} = I\}$. Ce sous-groupe définit une partition du groupe de symétrie formé par les éléments respectifs :

$$\{S_i^\beta\}_{i=1,12} = \{E, C_{4z}^+, C_{2z}, C_{4z}^-, C_{34}^-, C_{2f}, C_{32}^-, C_{34}^+, C_{4y}^+, C_{4x}^-, C_{33}^-, C_{32}^+\}$$

et :

$$\{S_{i+12}^\beta\}_{i=1,12} = \left\{ \begin{array}{l} C_{2d} \cdot E = C_{2d}, C_{2d} \cdot C_{4z}^+ = C_{33}^+, C_{2d} \cdot C_{2z} = C_{4x}^+, C_{2d} \cdot C_{4z}^- = C_{31}^+, \\ C_{2d} \cdot C_{34}^- = C_{2e}, C_{2d} \cdot C_{2f} = C_{2x}, C_{2d} \cdot C_{32}^- = C_{2c}, C_{2d} \cdot C_{34}^+ = C_{2a}, \\ C_{2d} \cdot C_{4y}^+ = C_{31}^-, C_{2d} \cdot C_{4x}^- = C_{2y}, C_{2d} \cdot C_{33}^- = C_{4y}^-, C_{2d} \cdot C_{32}^+ = C_{2b} \end{array} \right\}$$

N° de la variante	Angles d'Euler de la variante α''	Eléments de symétrie S_I^β
1	180°,45°,176°	E
2	45°,90°,176°	C_{4Z}^+
3	180°,45°,176°	C_{2Z}
4	90°,45°,176°	C_{4Z}^-
5	315°,90°,86°	C_{34}^-
6	0°,135°,176°	C_{2f}
7	45°,90°,266°	C_{32}^-
8	90°,135°,176°	C_{34}^+
9	135°,90°,266°	C_{4y}^-
10	180°,135°,176°	C_{4x}^-
11	225°,90°,266°	C_{33}^-
12	270°,135°,170°	C_{32}^+

Tab.V.3 : Variantes cristallographiques de la phase α'' décrites par les triplets d'angles d'Euler.

Pour une valeur de i , il est alors possible de montrer que les opérateurs S_i^β et S_{i+12}^β produisent la même variante cristallographique.

Ainsi, le nombre de variantes cristallographiques induites pendant le changement de phases $\beta \rightarrow \alpha''$ est réduit de moitié et est égal à 12. Le tableau V.3 répertorie pour chaque variante cristallographique de la phase α'' les angles d'Euler des variantes et l'élément de symétrie de G^β qui lui a donné naissance.

La rotation Δg_0 , qui permet de passer d'un repère lié à la structure de la phase mère à un repère lié à la structure de la phase héritée, est utilisée dans le modèle de transformation de textures.

La transformation de textures

Dans cette partie, nous nous plaçons dans le cas le plus simple où la transformation se fait sans sélection de variantes selon la relation d'orientation Δg_0 . Ce modèle attribue à chaque variante cristallographique la même probabilité d'apparition. Ainsi, chaque grain de la phase mère d'orientation g et de volume V^I donne naissance à N_v variantes cristallographiques, d'orientation g' et de volume $V^F = \frac{V^I}{N_v}$.

Selon Bunge [12,13], les fonctions de texture de la phase initiale et de la phase finale sont liées par la relation intégrale suivante :

$$f_F(g') = \int W(\Delta g_0) \cdot f_I(\Delta g_0^{-1} \cdot g') \cdot d\Delta g_0 \quad 5.4$$

- où :
- f_I est la fonction de texture de la phase mère,
 - f_F est la fonction de texture de la phase héritée,
 - $W(\Delta g_0)$ est la fonction de transformation des orientations qui prend en compte les relations d'orientation entre les deux réseaux.

La fonction $W(\Delta g_0)$ peut être développée sur la base des fonctions harmoniques sphériques symétrisées :

$$W(\Delta g_0) = \sum_l \sum_{\mu=1}^{M_I(l)} \sum_{\mu'}^{M_F(l)} W_l^{\mu\mu'} \cdot \overset{\mu\mu'}{\underset{\mu\mu'}{T}}_l(\Delta g_0) \quad 5.5$$

où $\overset{\mu\mu'}{\underset{\mu\mu'}{T}}_l(\Delta g_0)$ sont doublement symétrisées : elles sont invariantes sous l'action des opérateurs de symétrie rotationnelle de la phase initiale et de la phase finale.

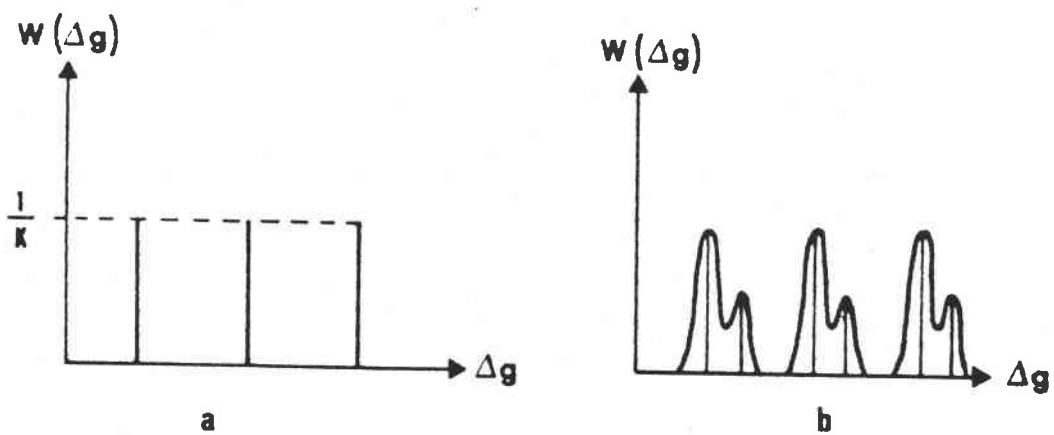


Fig.V.3 : Représentation schématique de la fonction de transformation des orientations (a) dans le cas d'une relation d'orientation stricte et (b) dans le cas d'une relation multiple avec dispersion.

Les fonctions $f_I(g)$ et $f_F(g')$ peuvent être également développées sur la base d'harmoniques sphériques :

$$f_I(g) = \sum_l \sum_{\mu=1}^{M_I(l)} \sum_{n=-1}^{+1} I C_l^{\mu n} \cdot T_l^{\mu n}(g) \quad 5.6$$

et $f_F(g') = \sum_{l'} \sum_{\mu'=1}^{M_F(l')} \sum_{n'=-1}^{+1} I C_{l'}^{\mu' n'} \cdot T_{l'}^{\mu' n'}(g')$

Ainsi, en remplaçant chaque fonction par son développement dans l'équation 5.4, on obtient une relation entre les coefficients C de la phase initiale et de la phase héritée, pour l et n fixés :

$$F C_l^{\mu' n'} = \frac{1}{2l+1} \sum_{\mu=1}^{M_I(l)} W_l^{\mu' \mu} \cdot I C_l^{\mu n'} \quad 5.7$$

La relation 5.7 permet de déterminer les coefficients $F C$ du développement de la fonction de texture de la phase héritée à partir :

- des coefficients $I C$ du développement de la fonction de texture de la phase mère qui, par exemple, peuvent être déterminés expérimentalement à partir des figures de pôles,
- des coefficients du développement de la fonction de transformation des orientations W.

L'expression des coefficients W est différente selon le type de relations d'orientation considéré (fig.V.3) :

- dans le cas de relations d'orientation mutuelles strictes, la rotation Δg_0 peut être considérée comme une orientation idéale. Les coefficients de la fonction de transformation des orientations $W(\Delta g_0)$ sont donnés par la relation [12,13] :

$$W_l^{\mu' \mu} = (2l+1) T_l^{\mu \mu'}(\Delta g_0) \quad 5.8$$

La fonction $W(\Delta g_0)$ peut alors être considérée comme une fonction Dirac centrée sur l'orientation Δg_0 (fig.V.3.a).

- dans le cas où la relation d'orientation mutuelle entre réseaux n'est pas stricte mais est au contraire dispersée autour de Δg_0 , la fonction de transformation des orientations $W(\Delta g_0)$ est souvent considérée comme une gaussienne centrée sur l'orientation idéale Δg_0 .

Les coefficients du développement de W s'écrivent alors [14,15] :

$$W_1^{\mu\mu'} = K(l) \cdot T_1^{\mu\mu'}(\Delta g_0) \quad \text{avec : } K(l) = \frac{\exp\left(\frac{-l^2\phi_0^2}{4}\right) - \exp\left(\frac{-(1+l)^2\phi_0^2}{4}\right)}{1 - \exp\left(\frac{-\phi_0^2}{4}\right)}$$

5.9

où ϕ_0 est lié à la largeur à mi-hauteur b de la gaussienne, par la relation :

$$\phi_0 = \frac{b}{2\sqrt{\ln 2}}$$

Certaines transformations de phases peuvent donner lieu à plusieurs relations d'orientation. La fonction de transformation des orientations $W(\Delta g_0)$ est alors considérée comme la superposition de gaussiennes chacune centrée sur une orientation idéale Δg_i et pondérée par un facteur poids M_i . Ce dernier caractérise la probabilité de transformation selon la relation d'orientation n°i (fig.V.3.b).

Ce modèle de transformation sans sélection de variantes, adapté au cas particulier de la transformation de phases cubique centré - orthorhombique (reliées par des relations d'orientation mutuelles strictes) permet de simuler la texture de la phase α'' obtenue sans sélection de variantes à partir de la texture de la phase β . La texture simulée est comparée aux textures de la phase α'' expérimentales.

V.2.b- Résultats de la simulation sans sélection de variantes des textures de la phase α'' induites lors de la déformation à froid

L'interprétation d'une courbe de traction présentant un « double yielding » a été réalisée dans le chapitre I : la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$ est le premier mécanisme de déformation activé, puis intervient ensuite le glissement plastique. Les platelets de phase α'' naissent alors dans les grains β non déformés plastiquement. En première approximation, les orientations des plaquettes de martensite α'' , contenues dans ces grains β semblent n'être que très faiblement affectées par le glissement des grains β . La texture initiale $f_1(g)$ nous servant de référence pour les différentes simulations des textures de transformation de phases est donc la texture de la phase β de l'échantillon brut de trempe EI.

Les textures de la phase α'' des échantillons TrL2 et TrT2 (tractionnés sens long et sens travers jusqu'à rupture avec une vitesse de traverse de 2 mm/s) ainsi que les textures des échantillons LL et LT (laminés sens long et sens travers) ont été présentées dans le chapitre III. La texture simulée par le modèle de transformation sans sélection de variantes (avec $\phi_0=8^\circ$) est présentée fig.V.4 par les figures de pôles $(200)_{\alpha''}$ $(020)_{\alpha''}$ et $(002)_{\alpha''}$ et V.7 par les sections à $\phi_1=\text{constant}$ de l'ODF

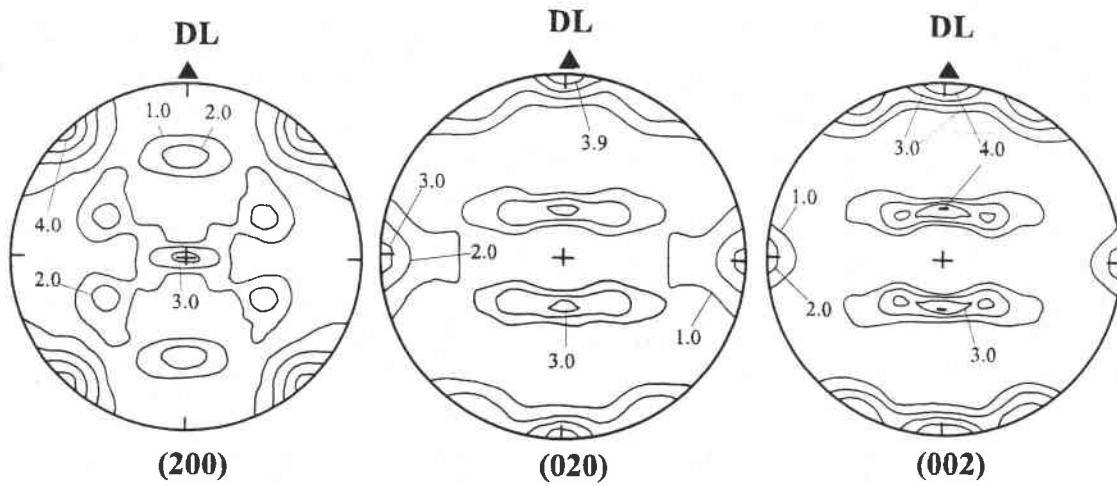


Fig.V.4 : Texture de transformation simulée sans sélection de variantes représentée par les figures de pôles (200), (020) et (002).

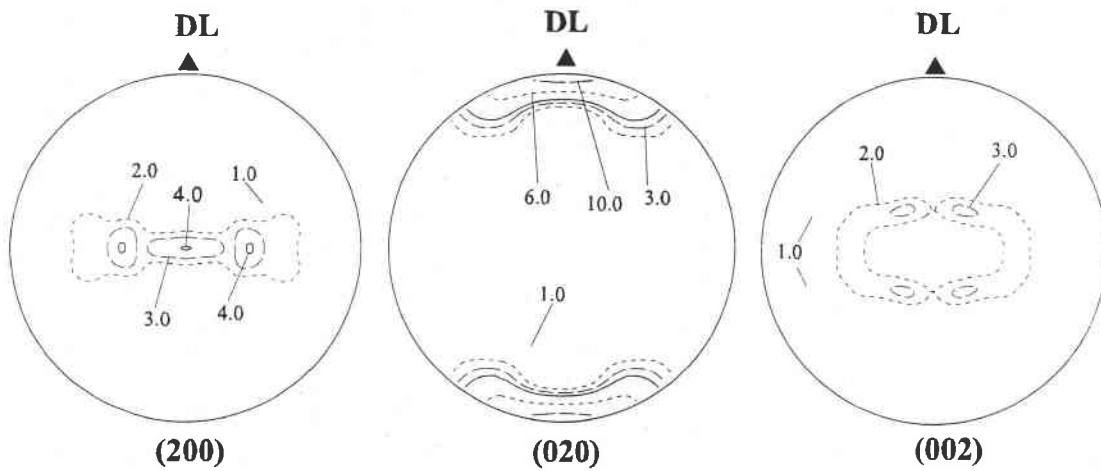


Fig.V.5 : Texture de transformation induite par une traction longitudinale : texture de la phase α'' de l'échantillon TrL2 représentée par les figures de pôles (200), (020) et (002).

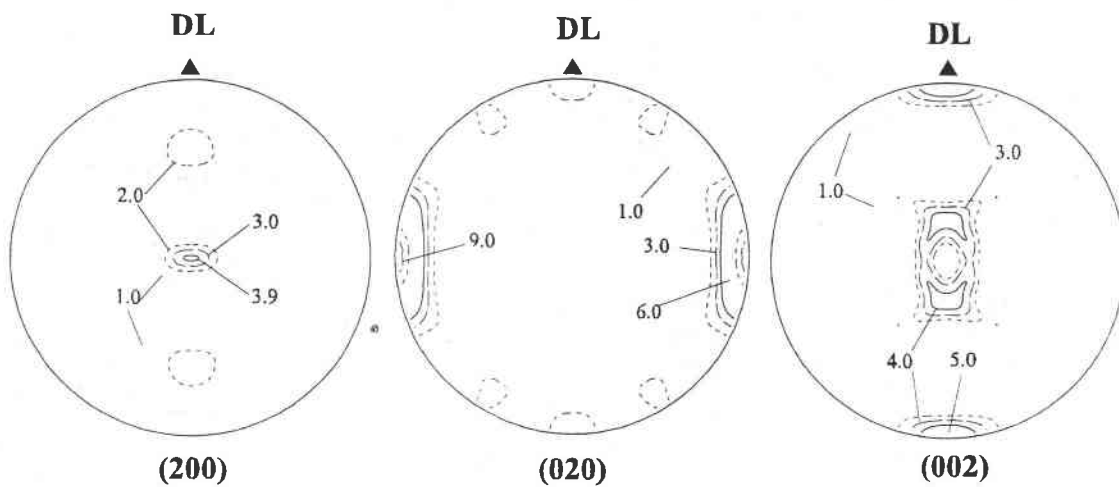


Fig.V.6 : Texture de transformation induite par une traction transversale : texture de la phase α'' de l'échantillon TrT2 représentée par les figures de pôles (200), (020) et (002).

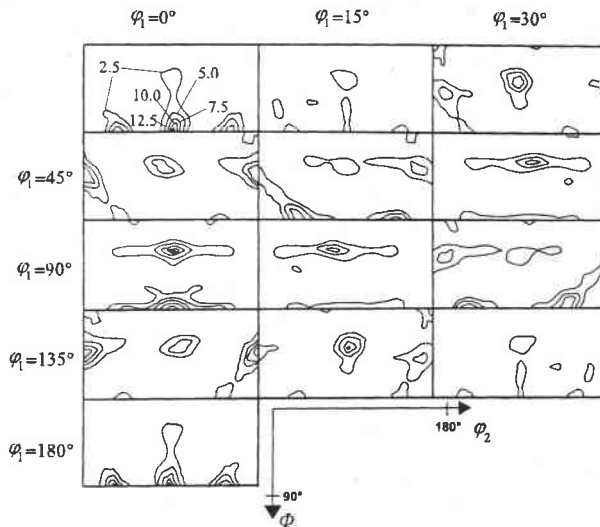


Fig.V.7 : Texture de transformation simulée sans sélection de variantes représentée par les sections à ϕ_1 constant de l'ODF.

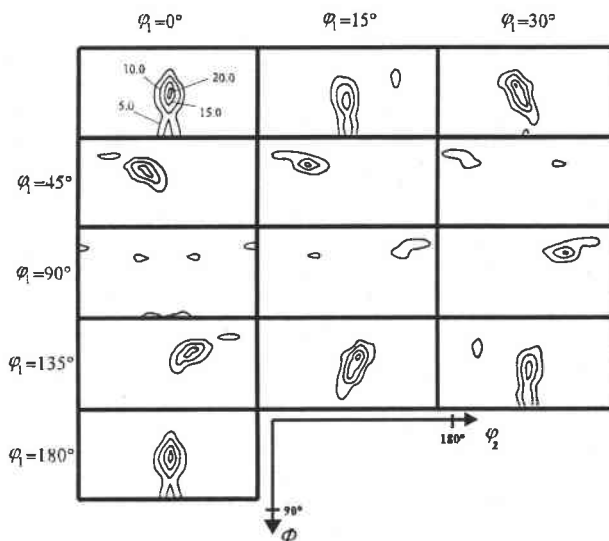


Fig.V.8 : Texture de transformation induite par une traction longitudinale : texture de la phase α'' de l'échantillon TrL2 représentée par les sections à ϕ_1 constant de l'ODF.

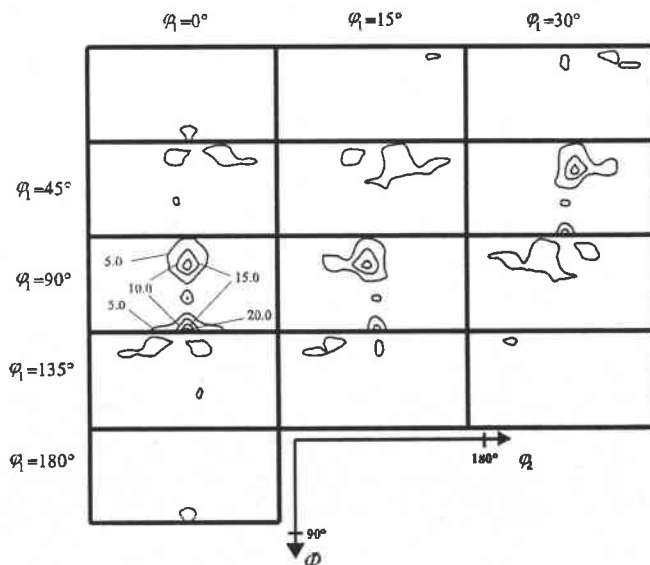


Fig.V.9 : Texture de transformation induite par une traction transversale : texture de la phase α'' de l'échantillon TrT2 représentée par les sections à ϕ_1 constant de l'ODF.

Textures de transformation induites par une traction uniaxiale

Les textures de la phase α'' des échantillons TrL2 et TrT2 sont rappelées fig.V.5-8 et V.6-9.

La comparaison entre les textures expérimentales et la texture simulée sans sélection de variantes montre certaines similitudes mais aussi des différences.

Toutes les orientations de fortes densités des textures expérimentales sont prédites, par exemple les orientations (0,45,90) et (0,90,90) pour l'échantillon TrL2, et (90,90,90) et (90,30,90) pour l'échantillon TrT2, comme on peut le voir sur les sections à ϕ_1 constant des deux ODF. Toutefois dans les deux cas un grand nombre d'orientations prédites sont absentes dans la réalité. De plus, les textures expérimentales sont plus marquées que la texture simulée.

La comparaison entre les figures de pôles expérimentales et simulées montre aussi ces différences.

Par exemple, les figures de pôles $(200)_{\alpha''}$ des textures expérimentales des échantillons tractionnés présentent un pôle central marqué. La simulation reproduit effectivement cette intensité, mais prévoit également des pôles sur la périphérie de la figure.

Les figures de pôles $(020)_{\alpha''}$ expérimentales se caractérisent pour les échantillons TrL2 et TrT2 respectivement par une très forte densité selon la direction de laminage et selon la direction travers. Ces pôles sont bien reproduits par la simulation sans sélection de variantes. Toutefois, celle-ci prédit également d'autres zones de forte densité qui n'apparaissent pas sur les figures de pôles expérimentales.

Les mêmes remarques peuvent être faites après comparaison entre les figures de pôles $(002)_{\alpha''}$ expérimentales et simulées. Les zones de forte densité selon DT pour l'échantillon TrL2 et selon DL pour l'échantillon TrT2 sont bien reproduites par la simulation mais celle-ci prévoit également des pôles qui n'apparaissent pas dans la réalité.

Si la simulation reproduit les zones de forte densité des textures expérimentales, elle prédit également d'autres composantes qui n'apparaissent pas dans l'expérience. Ce modèle de transformation de phases sans sélection de variantes ne permet donc pas de décrire les principales caractéristiques des textures de la phase α'' induites par une traction uniaxiale à température ambiante.

Textures de transformation induites par un laminage

Les textures de la phase α'' des échantillons LL et LT sont rappelées fig.V.10-12 et V.11-13.

La comparaison de ces textures expérimentales avec la texture simulée sans sélection de variantes nous amène à faire des remarques analogues à celles proposées pour la traction uniaxiale. En effet, si la simulation permet de reproduire certaines caractéristiques des textures expérimentales, on constate également un certain nombre de différences.

Les sections à φ_1 constant de l'ODF nous ont permis d'identifier les composantes principales des textures de la phase α'' des échantillons laminés sens long et sens travers. Ces orientations sont :

- (0,90,90) et (0,30,90) pour LL,
- (90,90,90) et (90,30,90) pour LT.

Les sections de l'ODF de la texture simulée sans sélection de variantes montrent, en plus de ces composantes principales, d'autres zones de forte densité. La texture simulée sans sélection de variantes reste beaucoup moins marquée et plus dispersée que les textures de la phase α'' mesurées.

Ces différences se traduisent au niveau des figures de pôles expérimentales et théoriques.

Les pôles centraux observables sur les figures $(200)_{\alpha''}$ expérimentales apparaissent dans la simulation mais qui de plus prévoit d'autres zones de forte densité sur le bord des figures de pôles.

Les pôles observables sur les figures de pôles $(020)_{\alpha''}$ expérimentales selon DL pour l'échantillon LL et selon DT pour l'échantillon LT sont bien reproduits par la simulation sans sélection de variantes. Toutefois, les zones de forte densité sont plus nombreuses sur la figure de pôles (020) simulée sans sélection de variantes.

De même, les pôles $(002)_{\alpha''}$ selon DT pour l'échantillon LL et selon DL pour l'échantillon LT se retrouvent dans la simulation. Mais celle-ci reproduit en plus des zones de forte densité n'apparaissant pas sur les figures de pôles $(002)_{\alpha''}$ expérimentales.

Le modèle de transformation de textures sans sélection de variantes fournit les orientations de forte densité des textures expérimentales comme on peut le voir sur les sections de l'ODF et les figures de pôles. Ceci quel que soit le mode de déformation imposé au matériau. Ces résultats justifient à fortiori le fait que l'on utilise comme texture de départ la texture de la phase β de l'échantillon brut de trempe EI.

Toutefois la texture simulée à partir de l'état initial montre plus d'orientations de forte densité que les textures héritées. En fonction du mode de déformation, les orientations de forte densité sont différentes mais toujours incluses dans la texture simulée.

Le modèle de transformation de textures sans sélection de variantes ne permet pas de prédire de manière totalement satisfaisante les textures de la phase α'' obtenues pour différentes sollicitations. On peut conclure que l'hypothèse selon laquelle chaque orientation β donne naissance à douze variantes cristallographiques équiprobables n'est pas vérifiée. La transformation de phases se produit avec de fortes sélections de variantes. Aussi les déformations imposées aux échantillons pendant les essais mécaniques modifient la fréquence d'apparition des variantes cristallographiques.

Dans la suite de ce travail, nous nous proposons de modéliser la texture de transformation en tenant compte de la sélection de variantes. Après avoir exposé de manière générale le modèle de transformation de textures avec sélection de variantes, quelques hypothèses sur les modes de sélection sont proposées. La validité de ces hypothèses est testée en comparant les textures simulées aux textures expérimentales.

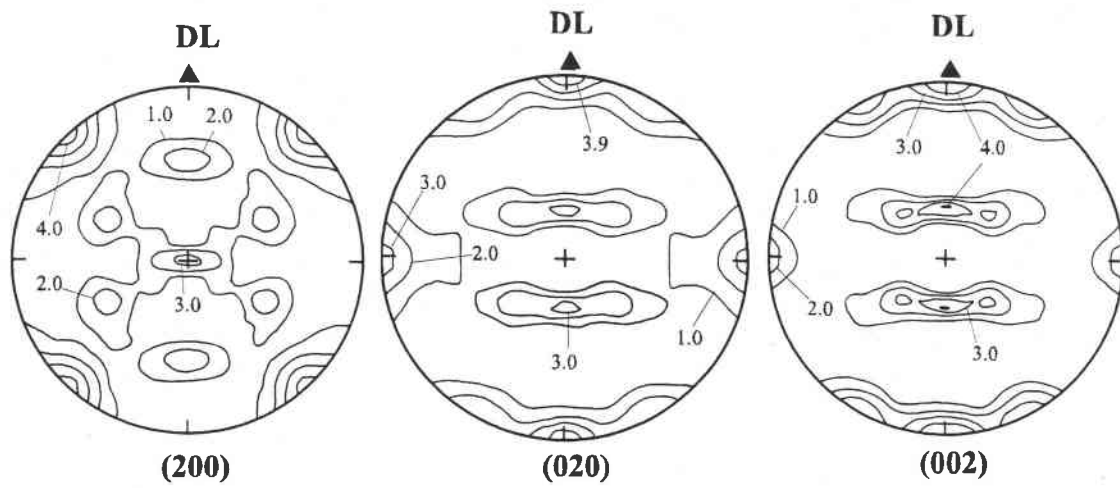


Fig.V.4 : Texture de transformation simulée sans sélection de variantes représentée par les figures de pôles (200), (020) et (002).

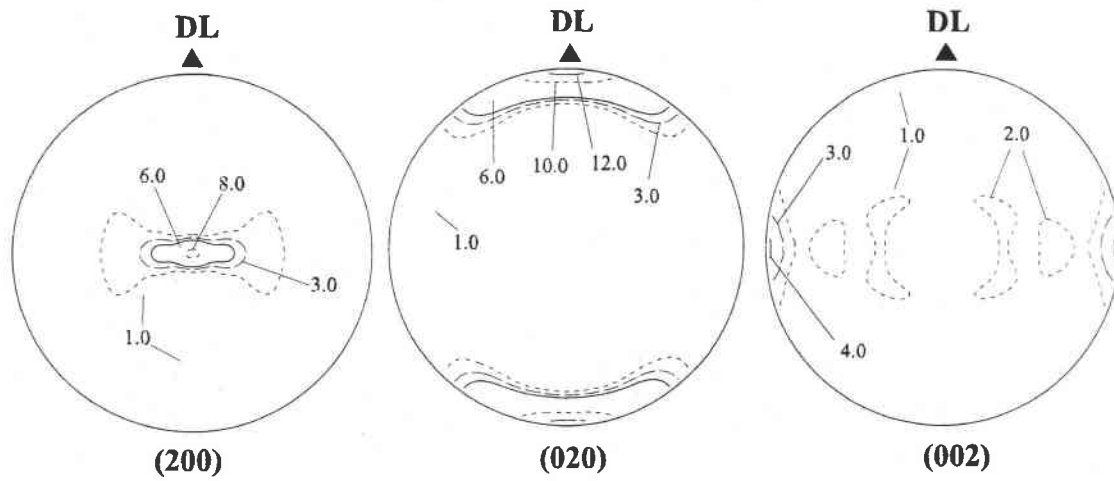


Fig.V.10 : Texture de transformation induite par un laminage longitudinal : texture de la phase α'' de l'échantillon LL représentée par les figures de pôles (200), (020) et (002).

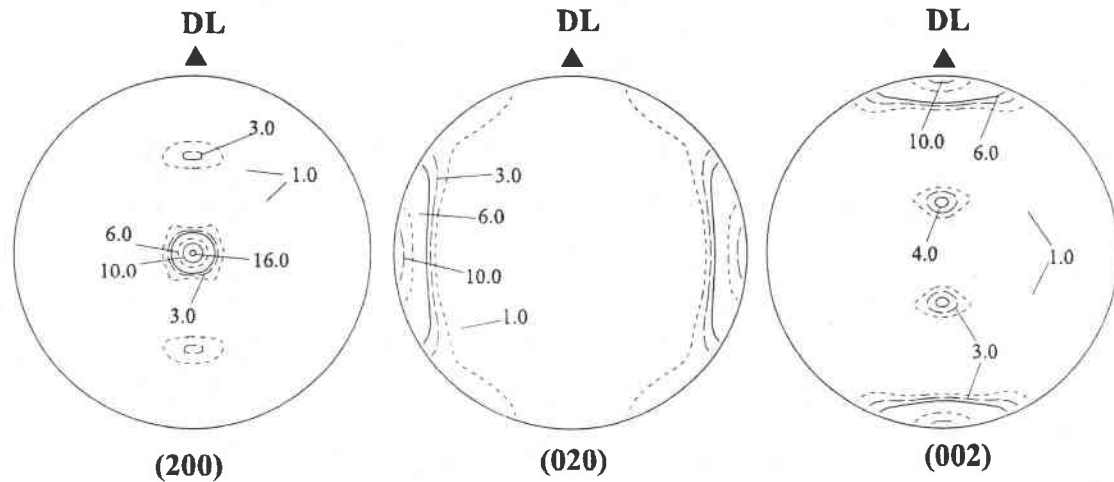


Fig.V.11 : Texture de transformation induite par un laminage transversal : texture de la phase α'' de l'échantillon LT représentée par les figures de pôles (200), (020) et (002).

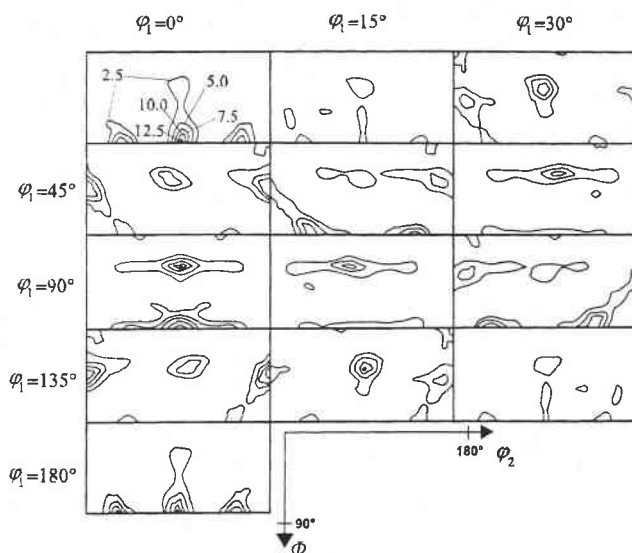


Fig.V.7 : Texture de transformation simulée sans sélection de variantes représentée par les sections à φ_1 constant de l'ODF.

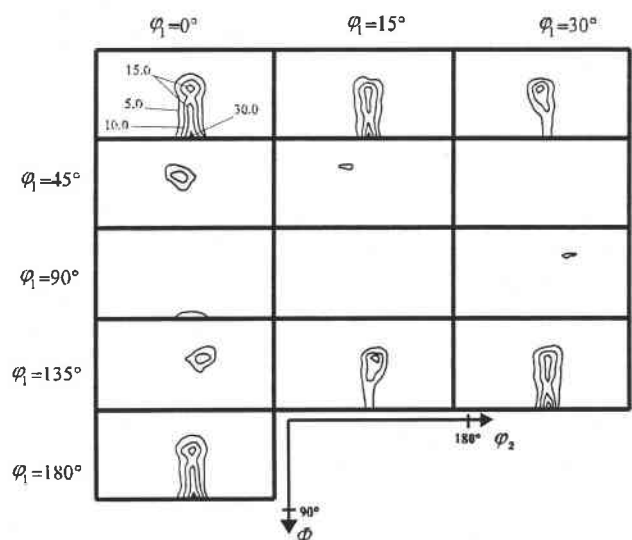


Fig.V.12 : Texture de transformation induite par un laminage longitudinal : texture de la phase α'' de l'échantillon LL représentée par les sections à φ_1 constant de l'ODF.

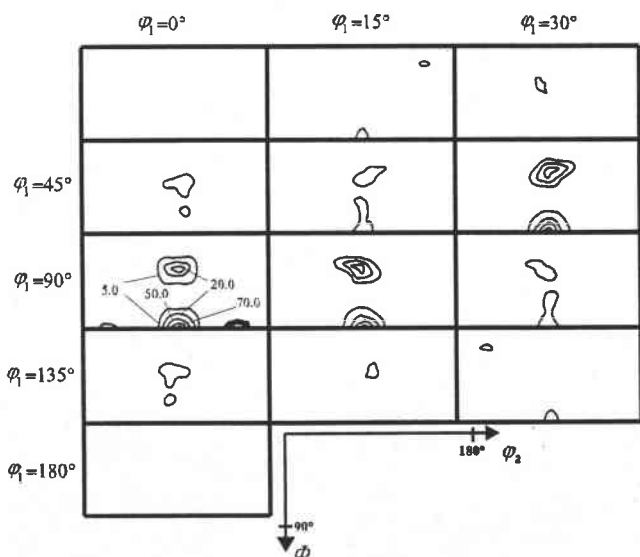


Fig.V.13 : Texture de transformation induite par un laminage transversal : texture de la phase α'' de l'échantillon LT représentée par les sections à φ_1 constant de l'ODF.

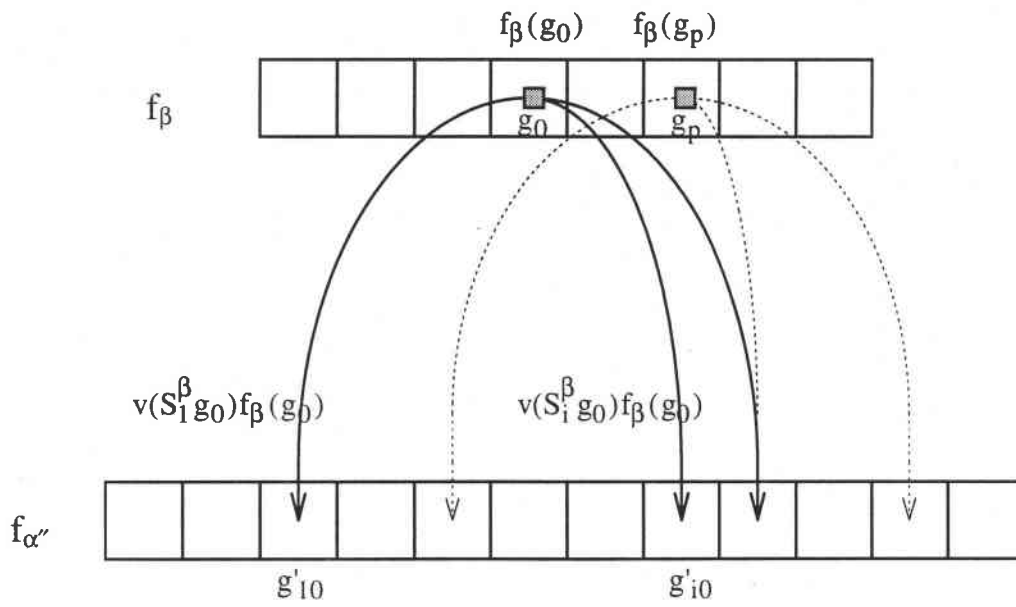


Fig.V.14 : Schématisation de la transformation de phases.

V.3- Modélisation de la transformation de textures avec sélection de variantes

Dans la première partie de ce chapitre, nous avons montré qu'un modèle de transformation de phases sans sélection de variantes ne permettait pas de prédire fidèlement les textures de la phase α'' des échantillons étudiés.

Nous exposons maintenant la manière de tenir compte de la sélection des variantes dans le modèle de transformation de phases. Puis nous appliquons ce modèle pour tester des hypothèses sur les mécanismes de sélection de variantes

V.3.a- Modèle de transformation de textures avec sélection de variantes

En intégrant dans le modèle exposé précédemment une fonction de sélection de variantes, nous pouvons ainsi rompre la symétrie de la transformation de phases. La texture de la phase héritée peut être reliée à la texture de la phase mère en faisant agir la relation d'orientation mutuelle, les différents éléments de symétrie, et une fonction de sélection de variantes qui permet d'attribuer à chaque orientation d'arrivée un poids relatif.

L'introduction de la fonction de sélection de variantes v dans l'équation 5.4 donne [10,16,17] :

$$f_F(g') = \int W(\Delta g_0) \cdot v(\Delta g_0 \cdot g') \cdot f_I(\Delta g_0 \cdot g') \cdot d\Delta g_0 \quad 5.10$$

- où :
- f_I est la fonction de texture de la phase initiale déterminée, dans le cadre de cette étude, par la mesure de figures de pôles de la phase β sur l'échantillon EI (état brut de trempe),
 - W est la fonction de transformation des orientations qui prend en compte les relations d'orientation (cette fonction est ici symétrisée uniquement pour le groupe de symétrie d'arrivée),
 - f_F est la texture héritée : texture de la phase α'' induite par la déformation à froid,
 - v est la fonction de sélection de variantes : si les règles de sélection sont telles que la $i^{\text{ème}}$ variante n'apparaît pas, alors $v_i=0$.

En toute généralité, l'équation 5.10 nous permet, en émettant des hypothèses sur la sélection de variantes, de simuler la fonction texture de la phase héritée.

D'un point de vue pratique, l'ODF de la phase mère est discrétisée. Le volume cristallin parent $f_I(g)$ d'orientation g est transformé en douze volumes cristallins d'orientation $g'_i = \Delta g_0 \cdot S_i^I \cdot g$, définissant les variantes cristallographiques. Le poids relatif de la variante g'_i est alors égal à $v(S_i^I \cdot g) f_I(g)$. La valeur numérique de $v(S_i^I \cdot g)$ dépend du mécanisme de sélection de variantes. Ce calcul est réalisé pour chaque volume cristallin parent correspondant à la discrétisation et peut être schématiquement représenté par la fig.V.14. La texture discrétisée est obtenue après renormalisation

La comparaison entre les textures simulées et expérimentales doit nous permettre de valider le mécanisme de sélection de variantes utilisé dans le modèle de transformation de phases.

V.3.b- Mécanismes de sélection de variantes

Les mécanismes physiques de sélection de variantes sont très divers en fonction des caractéristiques et des conditions de transformation. Certains auteurs [18,19] indiquent que les variantes présentes après transformation sont celles qui correspondent aux systèmes de glissement activés dans la dernière phase de mise en forme de l'échantillon. D'autres mettent en évidence des critères énergétiques qui consistent à faciliter la formation des variantes présentant des conditions favorables à l'accommodation de la déformation induite par la transformation [20]. Humbert [10], lors de l'étude des textures de transformation d'un alliage de Fe₃₀-Ni, montre que les variantes formées sont celles qui assurent la déformation minimale dans le plan de la tôle.

Dans le cadre de ce travail, la recherche des mécanismes potentiels de sélection de variantes (d'un point de vue statistique) a été réalisée par méthode d'erreurs et d'essais. Les critères énergétiques nous ont semblé les plus réalistes par analogie avec les transformations de phases des alliages à mémoire de forme monocristallins. Après avoir testé différentes hypothèses de sélection de variantes, nous avons supposé que les variantes sélectionnées étaient celles qui avaient bénéficié d'un apport énergétique conséquent fourni par les forces extérieures. Le calcul du travail apporté par des forces extérieures pour le développement de variantes requiert la connaissance de la déformation liée à la transformation de phases. Nous ne disposions pas des outils permettant une détermination directe de ces déformations. Aussi, nous avons utilisé les déformations calculées dans une approche phénoménologique de la transformation de phases. Dans une première étape, nous décrivons la manière d'estimer ces déformations.

Théorie phénoménologique appliquée à la transformation martensitique $\beta \rightarrow \alpha''$

Principe de base de la théorie phénoménologique

La théorie phénoménologique de la cristallographie de la transformation martensitique a été développée indépendamment par Bowles et Mackenzie [24,25] et Wechsler, Lieberman et Read [26,27] dans les années 50. Christian [28] démontre que, bien que les formulations mathématiques soient différentes, les deux théories sont en fait équivalentes.

La théorie phénoménologique tente de faire le lien entre les caractéristiques macroscopiques et microscopiques de la transformation de phases. Nous suivons ici l'exposé de Guenin [29].

La déformation homogène de réseau B permettant de passer de la phase mère à la phase produite (hormis les déplacements additionnels de certains atomes : Shuffles) ne rend en général pas compte de la déformation macroscopique homogène observée (caractérisée par la matrice P_1) conservant un plan invariant (plan d'habitat). Il est donc nécessaire d'introduire une déformation additionnelle ne modifiant pas le réseau produit. Cette déformation additionnelle (représentée par la matrice P) peut être réalisée par glissement et/ou maillage. En outre, pour obtenir la déformation observée macroscopiquement qui conserve un plan invariant non tourné (plan d'habitat), il faut ajouter une rotation rigide R.

La transformation est alors caractérisée par la relation :

$$P_1 = RPB$$

La structure et les paramètres de maille des deux phases permettent de déduire B. Le type de glissement ou de maclage est fourni par l'observation microscopique, l'hypothèse de plan non déformé et non tourné permet de déduire l'amplitude de P, l'axe et l'angle de rotation de R.

Les relations d'orientation déduites doivent être évidemment comparées avec les relations d'orientation déterminées par diffraction des rayons X.

Dans le cas où une des composantes principales de la déformation de Bain est nulle et les deux autres de signes opposés, la relation se simplifie en :

$$P_1 = RB$$

Comme nous le verrons ci-après, l'examen des paramètres de mailles de la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$ du β -Cez permet de faire cette approximation, la détermination de R est alors grandement simplifiée. Dans ce cas, le plan non déformé contient l'axe invariant [30].

Cas particulier de la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$

Dans le cadre de ce travail, nous avons calculé les différents éléments de R et B spécifiques à la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$ en suivant la méthode de calcul développée par Kelly and Groves [30].

La comparaison entre la maille cubique centrée de la phase β et de la maille orthorhombique de la phase α'' nous permet de déterminer une correspondance entre les deux réseaux. Cette correspondance doit être telle que la déformation nécessaire à la transformation du cube en une maille orthorhombique soit très petite. La figure V.15 représente la correspondance établie entre les deux réseaux. Le plan $(011)_\beta$ forme le plan de base $(002)_{\alpha''}$ de la maille orthorhombique, la direction dense $[11\bar{1}]_\beta$ est parallèle à la direction $[110]_{\alpha''}$.

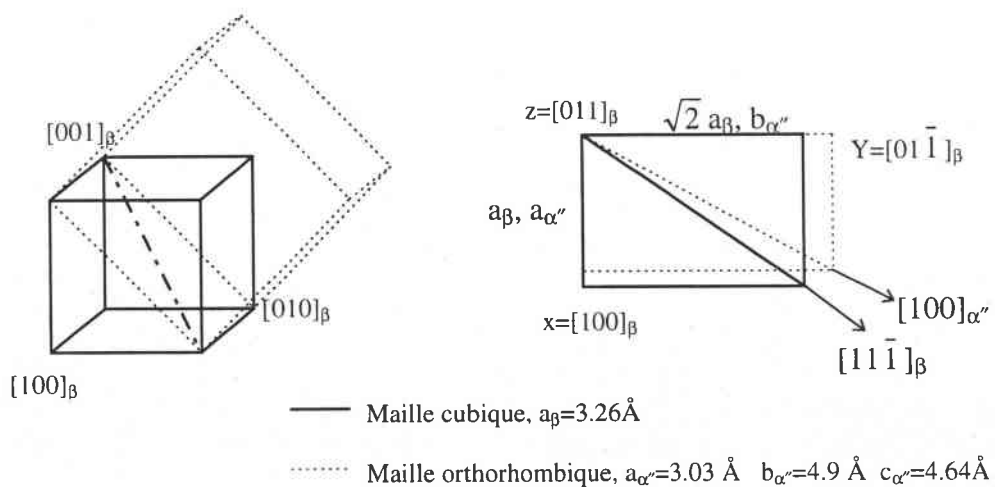


Fig.V.15 : Correspondance entre les réseaux cubique et orthorhombique.

Dans le cas particulier du β -Cez, la maille orthorhombique peut être déduite de la maille cubique centrée en réalisant :

- une contraction de 7.1% de l'axe $[100]_{\beta}$ qui devient la direction $[200]_{\alpha''}$,
- une dilatation de 6.3% de $[01\bar{1}]_{\beta}$, qui est parallèle à $[020]_{\alpha''}$,
- une très faible dilatation de $[011]_{\beta}$ (de l'ordre de 0.6%), qui est parallèle à $[002]_{\alpha''}$.

Cette déformation, dite déformation pure ou déformation de Bain B, est décrite, dans le repère $[100]_{\beta} [01\bar{1}]_{\beta} [011]_{\beta}$, par la matrice :

$$\tilde{B} = \begin{pmatrix} -0.071 & 0 & 0 \\ 0 & +0.063 & 0 \\ 0 & 0 & +0.006 \end{pmatrix} \quad B = I + \tilde{B} = \begin{pmatrix} 0.929 & 0 & 0 \\ 0 & 1.063 & 0 \\ 0 & 0 & 1.006 \end{pmatrix}$$

La déformation de la maille cubique, exprimée dans les axes $[100]_{\beta} [01\bar{1}]_{\beta} [011]_{\beta}$, selon ce tenseur conduit à la maille orthorhombique.

La déformation principale selon $[011]_{\beta}$ pouvant être considérée comme nulle et les déformations selon $[100]_{\beta}$ et $[01\bar{1}]_{\beta}$ étant de signes opposés, la quantité de déformation à réseau invariant (comme par exemple le glissement et/ou le maclage) à ajouter pour conserver un plan non distordu au cours de la transformation est nulle. On suppose alors que la déformation pure B produit un plan invariant mais tourné. Ce plan invariant (plan d'habitat) contient l'axe invariant $[011]_{\beta}$. Cette transformation est alors caractérisée par :

$$P_1 = RB$$

La rotation rigide R, nécessaire à la conservation d'un plan non tordu et non tourné au cours de la transformation, est défini par :

- un axe de rotation $[011]_{\beta}$,
- un angle de rotation $\alpha=3^{\circ}50'$

Soit :

$$R = \begin{pmatrix} \cos\alpha & -\sin\alpha & 0 \\ \sin\alpha & \cos\alpha & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

La déformation de la phase β nécessaire à la formation d'une orientation cristallographique de la phase α'' , ou déformation de transformation, exprimée dans le repère défini par les axes principaux de la symétrie cubique, s'écrit alors :

$$\varepsilon = \frac{RB + {}^tRB}{2} - I$$

Soit :

$$\varepsilon_{[100][010][001]} = \begin{pmatrix} -0.0773 & -0.0032 & -0.0032 \\ -0.0032 & 0.0333 & 0.0273 \\ -0.0032 & 0.0273 & 0.0333 \end{pmatrix}$$

La relation d'orientation déduite de la matrice de rotation R correspond à 0.4° près à la relation d'orientation connue. Cette comparaison valide la déformation de transformation ε précédemment calculée.

Les calculs détaillés correspondant à cette partie sont reportés en annexe.

Critère énergétique de la transformation de phases

Dans le cadre de cette étude, il a été clairement mis en évidence dans les paragraphes précédents que la sélection de variantes était liée aux champs de contraintes macroscopiques imposés à la tôle. En effet, pour une microstructure et une texture de la phase β initiale semblables, les textures de transformation de phases mesurées sur les échantillons laminés ou tractionnés, sens long ou sens travers, sont différentes.

Nous supposons que les contraintes appliquées pendant la mise en forme à température ambiante des échantillons étudiés induisent, à l'échelle du grain, des contraintes locales qui favorisent ou au contraire inhibent la naissance de certaines variantes cristallographiques.

En première approximation, nous supposons dans ce travail que la contrainte microscopique (à l'échelle d'un grain) est égale à la contrainte macroscopique (à l'échelle de l'échantillon) car nous n'avons pas de moyen pour déterminer les contraintes locales. Nous sommes bien conscients que cette hypothèse est forte car les champs locaux peuvent être très différents du champ de contrainte macroscopique. De ce fait, seules les grandes tendances de la transformation de phases pourront être analysées.

Parmi les différents mécanismes que nous avons testés, nous présentons les résultats correspondant à l'hypothèse qui conduit aux meilleures simulations.

Cette hypothèse de sélection de variantes est la suivante : parmi les douze variantes cristallographiques potentielles, seules celles pour lesquelles le travail apporté par le champ de contrainte extérieur est positif et supérieur à un certain seuil, apparaissent.

Le fait que tous les grains ne soient pas totalement transformés n'est pas pris en compte dans la modélisation. La modélisation ne peut donner, dans ces conditions, qu'une information qualitative sur la transformation.

Le travail extérieur apporté est calculé pour chaque variante cristallographique potentielle, il est égal au produit de la déformation de transformation par la contrainte appliquée. Le travail extérieur fourni pour la variante cristallographique i , héritée du grain β d'orientation g , correspond à :

$$W^i(g) = \varepsilon^i(g) \cdot \Sigma \quad 5.15$$

où : Σ est le tenseur de contrainte macroscopique,
 $\varepsilon^i(g)$ est la déformation de transformation liée à la création de la variante i issue d'un grain β d'orientation g . Il est nécessaire d'exprimer pour chaque variante le tenseur de déformation de transformation dans le repère de l'échantillon.

Ce calcul est effectué pour chaque variante potentielle ($i=1,12$) issue d'un grain parent β d'orientation g .

Pour que la variante i soit retenue, il faut que :

$$W^i(g) > W_S$$

où W_S est le travail de déformation seuil qui sera évalué selon une méthode d'erreurs et d'essais. Si N_V variantes répondent à ce critère énergétique dans un même grain β de volume V^β , alors chaque orientation α'' se verra attribuer un volume $V_i^{\alpha''} = V^\beta / N_V$. Ceci signifie que les variantes alors sélectionnées sont équiprobables.

Ce calcul étant réalisé pour les orientations discrétisées représentatives de la texture β initiale, il nous est ainsi possible de simuler la texture de transformation : texture de la phase α'' induite pendant la déformation à température ambiante.

Ce modèle de transformation de textures avec sélection de variantes a été utilisé afin de prévoir les textures de la phase α'' des échantillons tractionnés et laminés, sens long et sens travers. La suite de ce chapitre est consacrée à la présentation et à l'interprétation des différentes simulations.

V.3.c- Résultats des simulations avec sélection de variantes des textures α'' induites lors de la déformation à froid

Les différentes simulations ont été réalisées à l'aide de fonctions de textures discrétisées. L'espace d'Euler est divisé en cases de volume constant correspondant à :

$$\Delta\phi_1 = \frac{\pi}{36} \approx \frac{1}{12} \quad , \quad \Delta\phi_2 = \frac{\pi}{36} \approx \frac{1}{12} \quad , \quad \cos\phi - \cos(\phi + \Delta\phi) \approx \frac{1}{12}$$

L'espace d'Euler de la texture de la phase β correspond ainsi à $72 \times 12 \times 18$ cases, celui de la texture orthorhombique à 31104 cases.

Les coefficients C des ODF de la phase α'' sont calculés et permettent de déterminer les coupes des ODF de façon classique.

Déformation par traction uniaxiale

Hypothèses de la simulation

Le modèle de transformation de textures mis en œuvre est celui détaillé auparavant. Le tenseur des contraintes macroscopiques est assimilé à :

- dans le cas d'une traction longitudinale : une composante unique $\sigma_{11} > 0$

$$\Sigma = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

- dans le cas d'une traction transversale : une composante unique $\sigma_{22} > 0$

$$\Sigma = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{22} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

Dans la réalité, les courbes de traction nous indiquent un ordre de grandeur de la contrainte seuil nécessaire à l'initiation de la transformation de phases. σ_{tr} est de 650 MPa dans le cas de la traction longitudinale et de 740 MPa dans le cas de la traction transversale. Cependant, le modèle mis en œuvre dans ce travail ne requiert pas l'utilisation de valeur absolue des contraintes. Les valeurs de σ_{11} et σ_{22} sont donc fixées à 100 dans une unité arbitraire. Compte tenu de la forme du tenseur de déformation de transformation, le travail de déformation apporté maximum est de l'ordre de 7. Les différents essais ont montré que les textures simulées reproduisent le mieux les caractéristiques importantes des textures expérimentales pour un seuil $W_S = 3$. Le nombre d'orientations de la phase α'' ainsi sélectionnées est en général de l'ordre de 6000.

Etude des textures simulées

- Textures de transformation induites par traction longitudinale

Dans cette partie, nous appliquons la règle de sélection de variantes présentée. La texture de la phase α'' est rappelée fig.V.16. La texture simulée avec sélection de variantes est présentée fig.V.17.

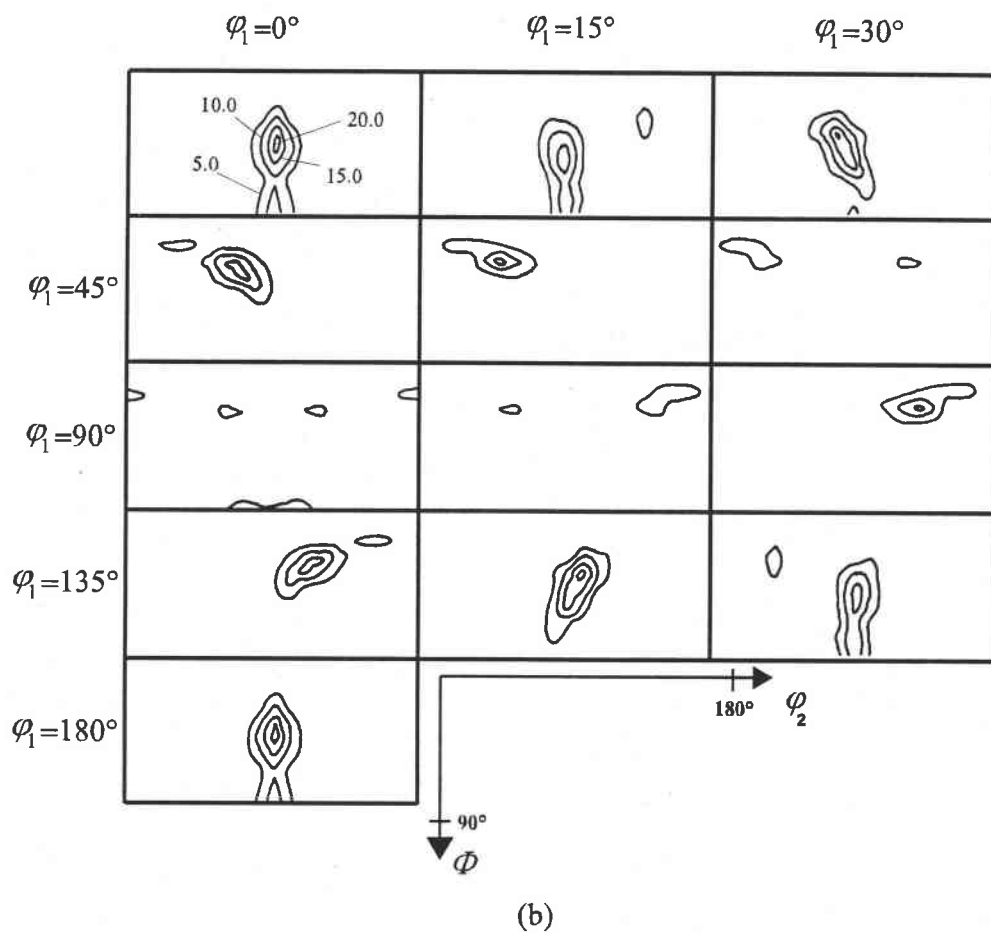
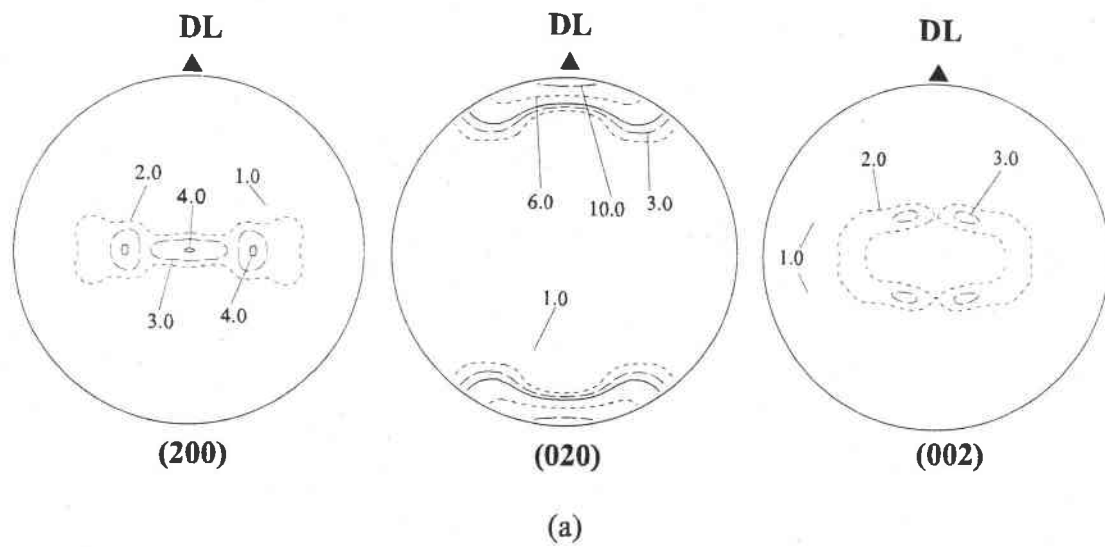


Fig.V.16 : Texture de la phase α'' mesurée sur l'échantillon **TrL2** représentée par (a) les figures de pôles (200), (020) et (002) et (b) les sections à φ_1 constant de l'ODF.

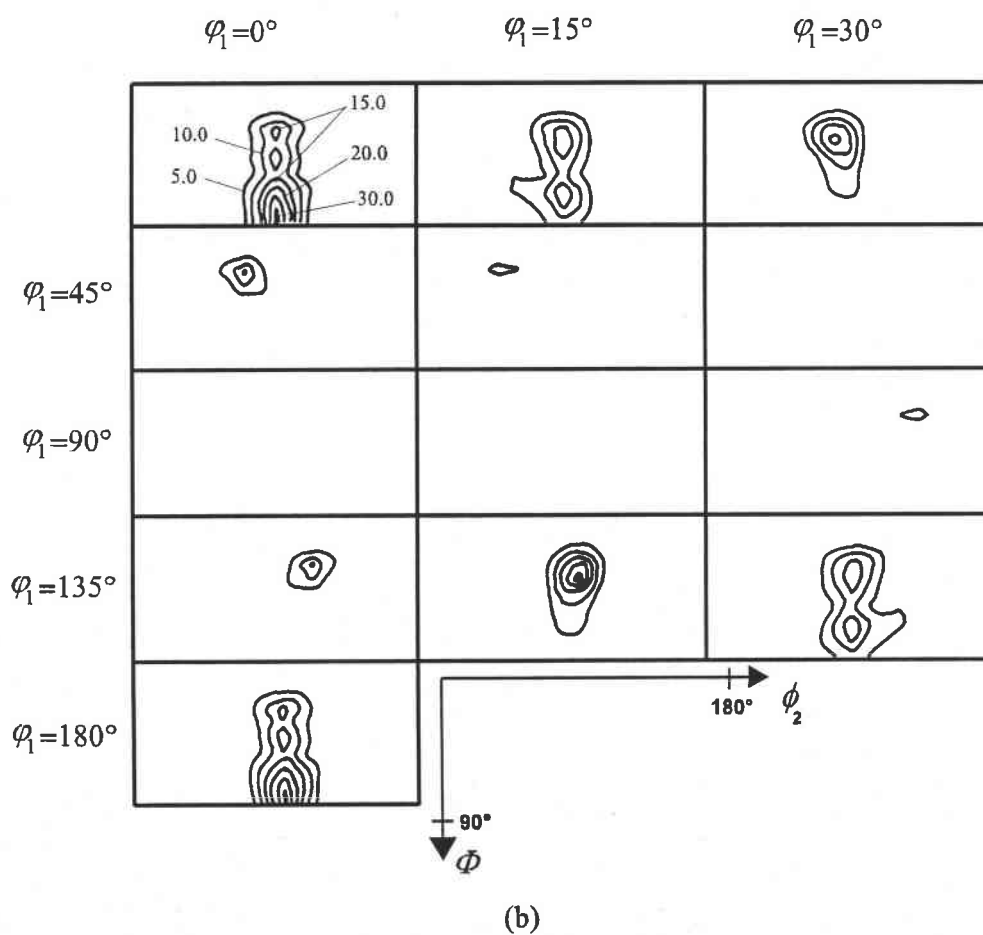
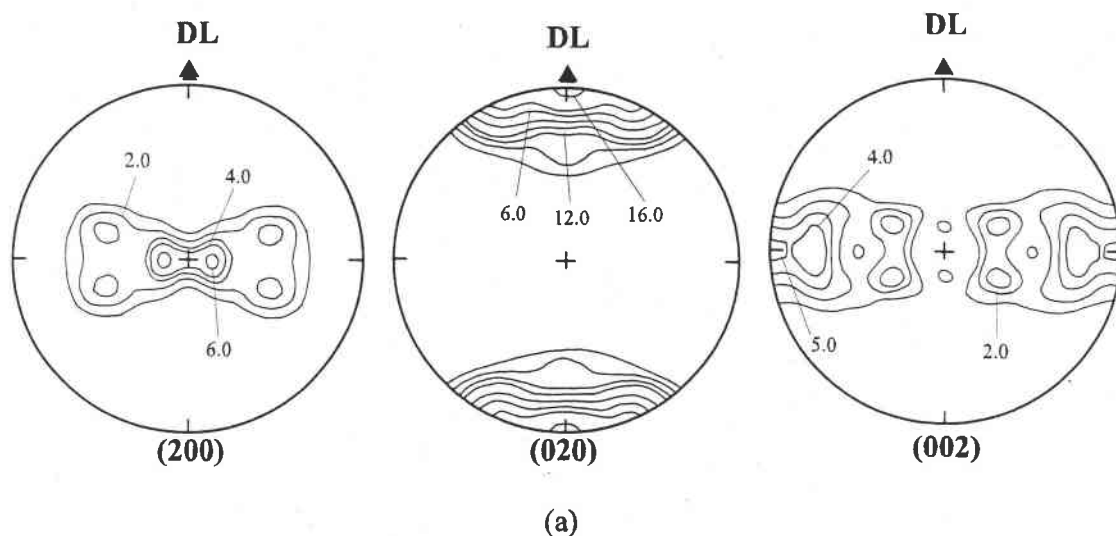


Fig.V.17: Texture de la phase α'' simulée dans le cas d'une traction longitudinale représentée par (a) les figures de pôles (200), (020) et (002) et (b) les sections à ϕ_1 constant de l'ODF.

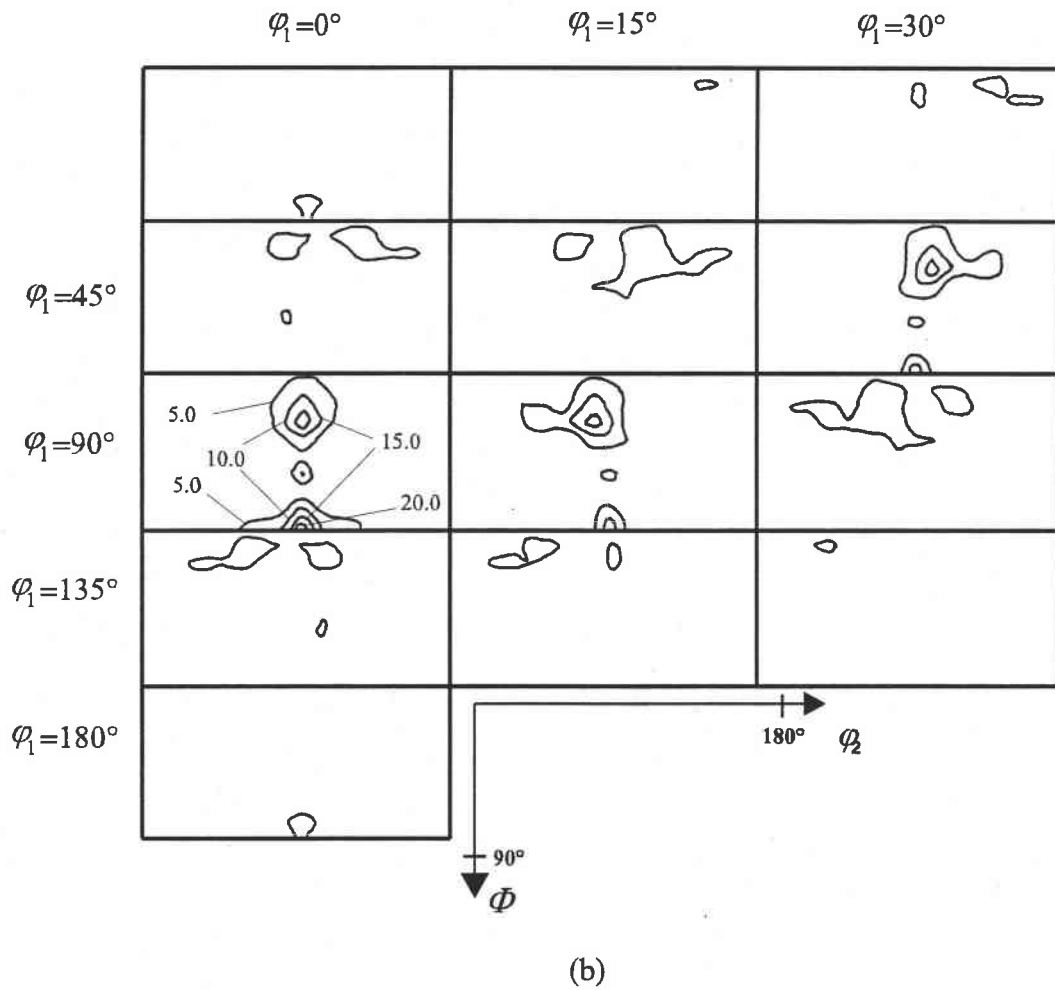
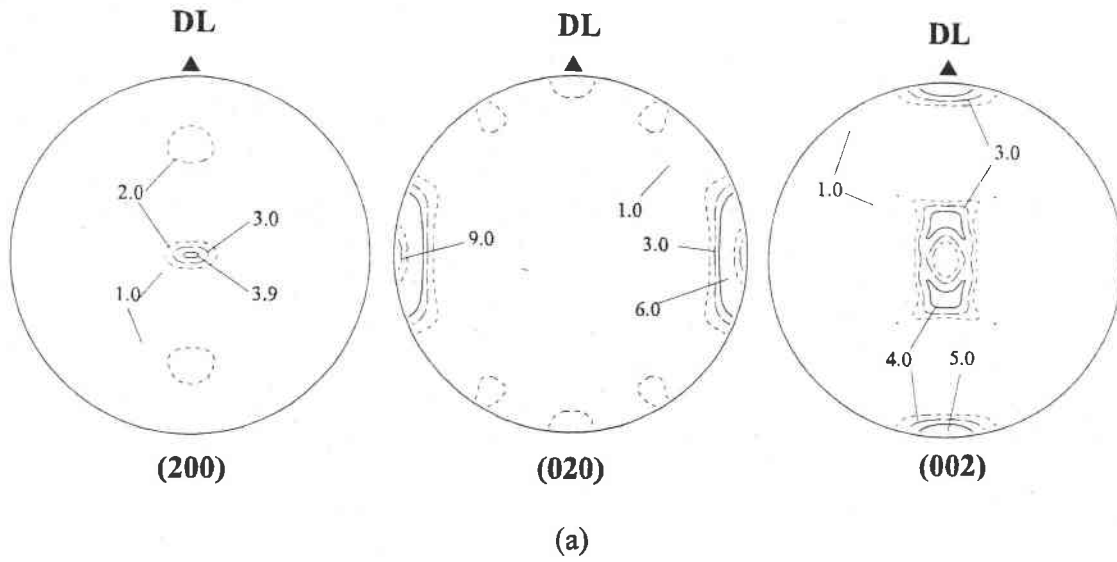


Fig.V.18 : Texture de la phase α'' mesurée sur l'échantillon **TrT2** représentée par (a) les figures de pôles (200), (020) et (002) et (b) les sections à φ_1 constant de l'ODF.

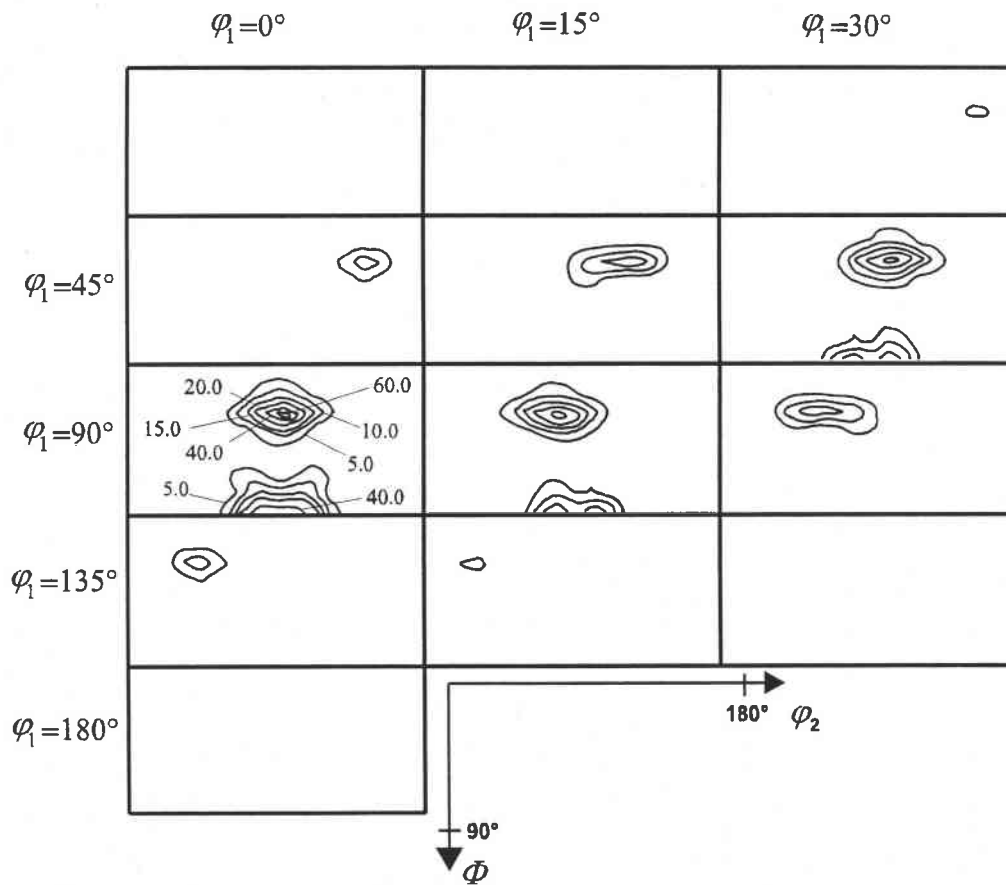
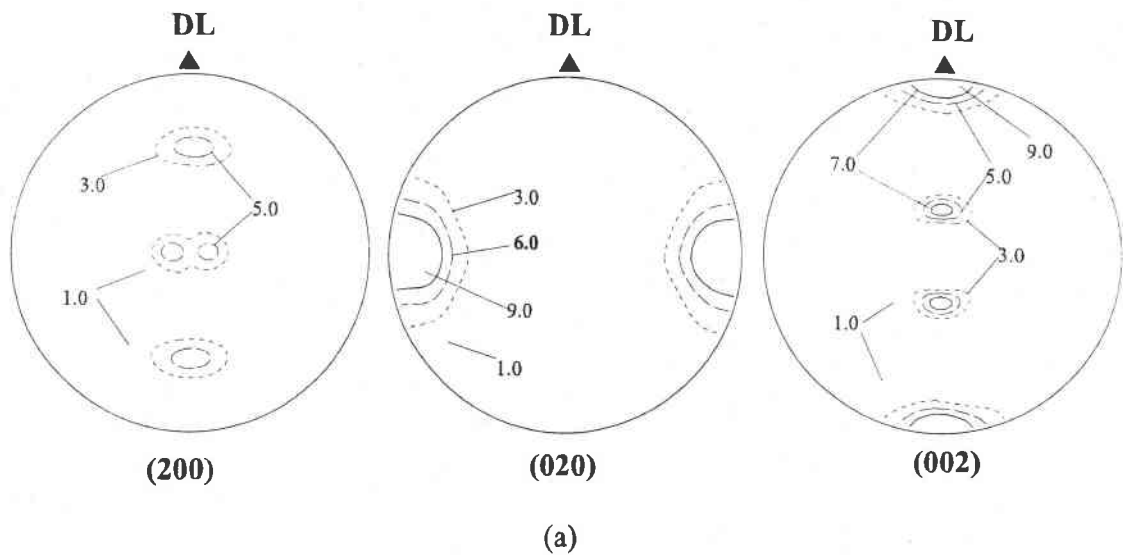


Fig.V.19 : Texture de la phase α'' simulée dans le cas d'une traction transversale représentée par (a) les figures de pôles (200), (020) et (002) et (b) les sections à φ_1 constant de l'ODF.

La comparaison entre les figures V.16 et V.17 montre que la simulation permet de reproduire convenablement les zones de forte densité observées dans la texture expérimentale. En effet, bien que la simulation ait tendance à intensifier la texture, elle reproduit bien les zones de forte densité.

Les orientations principales de la texture de l'échantillon TrL2 ont été identifiées dans le chapitre III sur les sections à ϕ_1 constant de l'ODF ; les maxima correspondant aux orientations (0,90,90) et (0,45,90). Ces composantes de la texture sont bien reproduites par la simulation avec sélection de variantes. Toutefois, on note certaines différences entre les textures expérimentale et simulée, notamment dans l'importance relative des deux composantes de la texture. La composante (0,45,90) majoritaire dans la texture expérimentale, est minoritaire dans la texture simulée avec sélection de variantes. A l'inverse, l'orientation (0,90,90), composante secondaire dans la texture α'' de l'échantillon TrL2, est la composante principale de la texture simulée. Les mêmes résultats peuvent être tirés de la comparaison entre les figures de pôles expérimentales et simulées :

- sur la figure de pôles $(200)_{\alpha''}$, les pôles selon DN, avec un fort étalement dans le plan (DN,DT) sont bien simulés,
- la figure de pôles $(020)_{\alpha''}$ est, qualitativement, bien reproduite. Bien que plus marqués, les pôles selon DT sont prévus par la simulation,
- la figure de pôles $(002)_{\alpha''}$ simulée présente des pôles dans DT et à 30° de DN, pôles que l'on retrouve également dans la texture expérimentale. Cependant, l'importance relative de ces densités n'est pas respectée.

On peut donner une interprétation qualitative simple de ce résultat. La traction longitudinale favorise les variants de phase α'' dont l'axe $[020]_{\alpha''}$ est parallèle à la direction de sollicitation, direction correspondant au cours de la transformation, à un allongement d'environ 6% d'une direction de type $\langle 110 \rangle_{\beta}$. D'un point de vue énergétique, les composantes de la texture initiale (45,0,0) marquée et (0,45,45) faible sont donc plus favorables à une transformation martensitique car elles placent les directions $\langle 110 \rangle_{\beta}$ dans la direction de traction. Ces orientations accommodent la déformation par transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$ et donnent naissance respectivement à des orientations de phase α'' définies par les triplets d'angles d'Euler (0,90,90) et (0,45,90).

Les différences toutefois observables entre les textures mesurée et simulée peuvent provenir de plusieurs origines :

- dans le modèle, la totalité de la phase β se transforme ; il est donc vraisemblable que la texture simulée soit alors plus intense,
- le modèle développé ne tient pas compte de l'état de contrainte local réel et de l'éventuelle rotation des grains β liée à la déformation additionnelle par glissement cristallographique et réorientant les platelets de phase α'' .

- Textures de transformation induites par traction transversale

L'analyse de texture de la phase α'' de l'échantillon TrT2 a été réalisée au chapitre III et est rappelée fig.V.18. La texture simulée est présentée fig.V.19. Les conditions de simulation avec sélection de variantes sont celles citées précédemment.

On remarque d'emblée une bonne concordance entre les résultats. La texture de la phase α'' de l'échantillon TrT2 se caractérise par deux composantes principales décrites par les triplets d'Euler (90,90,90) et (90,30,90). Ces deux orientations apparaissent sur les sections à φ_1 constant de l'ODF simulée, qui montre une texture plus marquée que la texture expérimentale. La composante (90,30,90) est cependant trop forte par rapport à la réalité. Ces compatibilités se retrouvent sur les figures de pôles :

- les pôles $(200)_{\alpha''}$ dans DN, $(020)_{\alpha''}$ dans DT et $(002)_{\alpha''}$ dans DL, sont bien reproduits, quoique plus marqués que dans la réalité,
- les pôles $(200)_{\alpha''}$ à 60° de DN dans le plan (DN,DL) sont également reproduits, ils restent toutefois beaucoup plus intenses que sur la figure de pôles expérimentale.

Encore une fois, si le modèle prédit bien, de manière qualitative, la texture expérimentale, en revanche, les intensités des différents pôles ne sont pas toujours respectées, le modèle ne prenant pas en compte les effets locaux.

Comme dans le cas précédent, les variantes de phase α'' sélectionnées sont telles que les axes $[020]_{\alpha''}$ sont parallèles à la direction de traction (ici, la direction de traction est perpendiculaire à la direction de laminage à chaud DL prise comme référence dans la représentation des figures de pôles).

Déformation plane : le laminage

Hypothèses de la simulation

Le laminage est un processus complexe dans lequel les déformations et les contraintes locales varient d'un site à l'autre. Nous avons considéré en première approximation que le laminage correspondait à un processus de traction dans la direction de laminage et de compression dans la direction normale au plan de la tôle. Différents essais ont montré que la variation du rapport des intensités de compression et de traction, lorsqu'elle restait raisonnable ne modifiait pas de manière importante les tendances dans les simulations. Aussi, nous avons choisi de modéliser le laminage par un tenseur de contrainte du type :

- dans le cas d'un laminage longitudinal : $\Sigma = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -\sigma_{11} \end{pmatrix} \quad \sigma_{11} > 0$
- dans le cas d'un laminage transversale : $\Sigma = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{11} & 0 \\ 0 & 0 & -\sigma_{11} \end{pmatrix} \quad \sigma_{11} > 0$

La valeur de σ_{11} est, pour les deux simulations, fixée à 100 dans une unité arbitraire. Le travail de déformation maximum apporté est de l'ordre de 13.5. Les différents essais ont montré que les textures simulées reproduisent le mieux les caractéristiques importantes des textures expérimentales pour :

- un seuil $W_S=9$ dans le cas du laminage longitudinal,
- un seuil $W_S=7$ dans le cas du laminage travers.

Le nombre d'orientations de la phase α'' ainsi sélectionnées est en général de l'ordre de 6000.

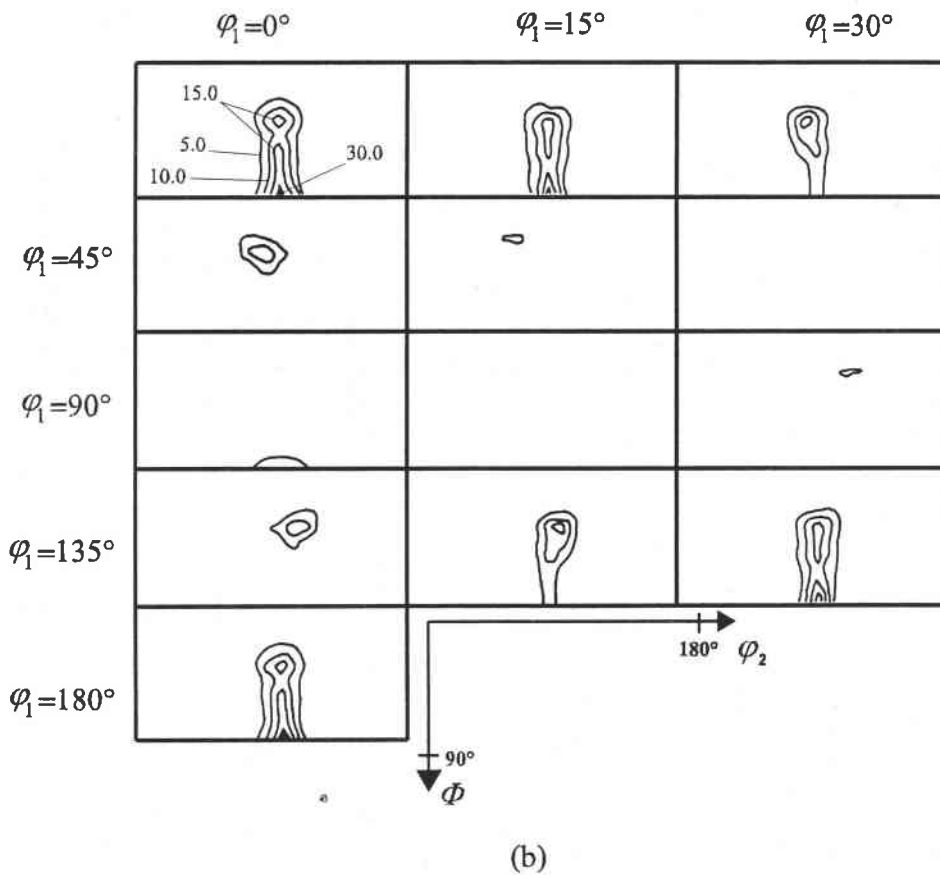
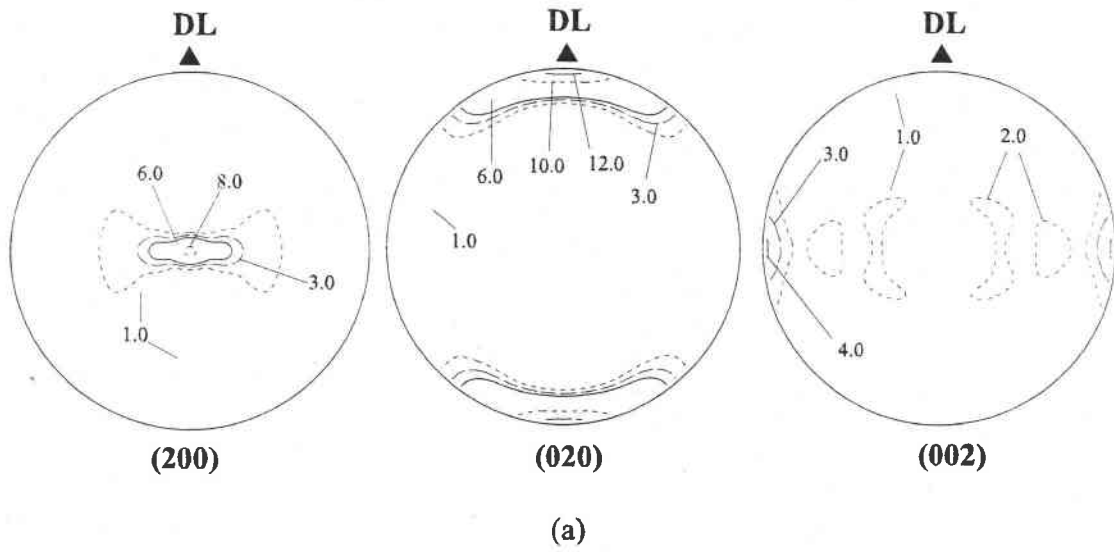


Fig.V.20 : Texture de la phase α'' mesurée sur l'échantillon **LL** représentée par (a) les figures de pôles (200), (020) et (002) et (b) les sections à φ_1 constant de l'ODF.

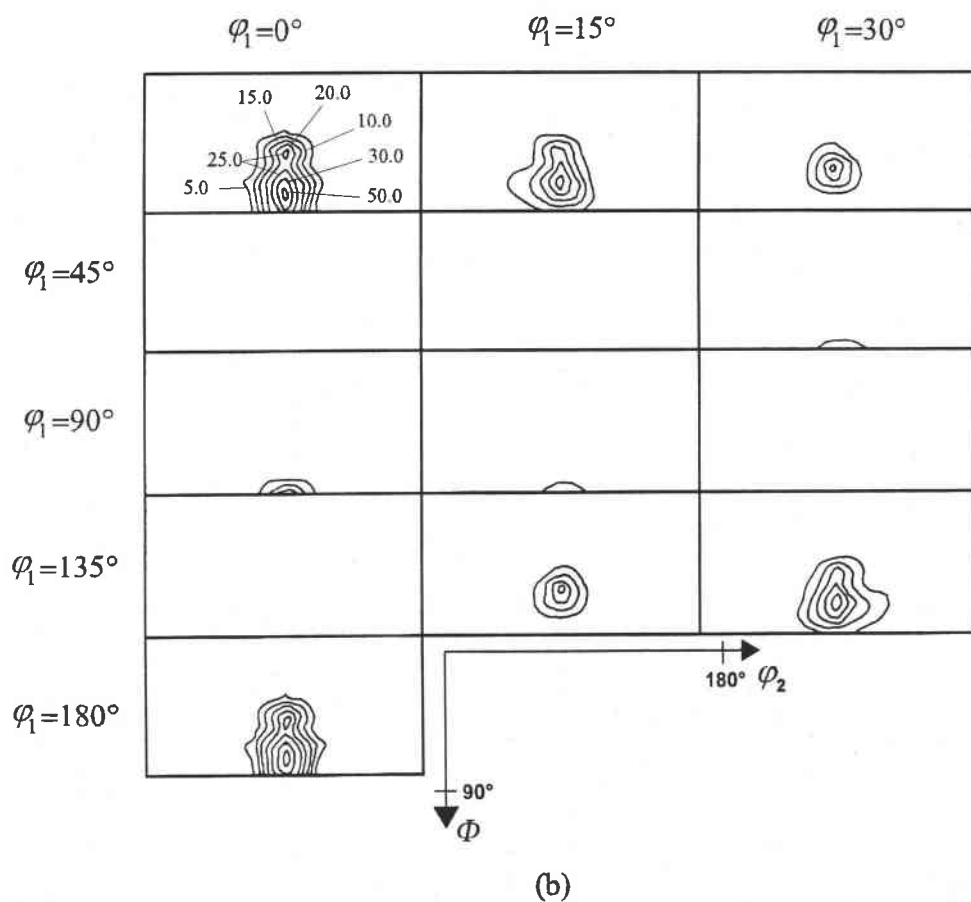
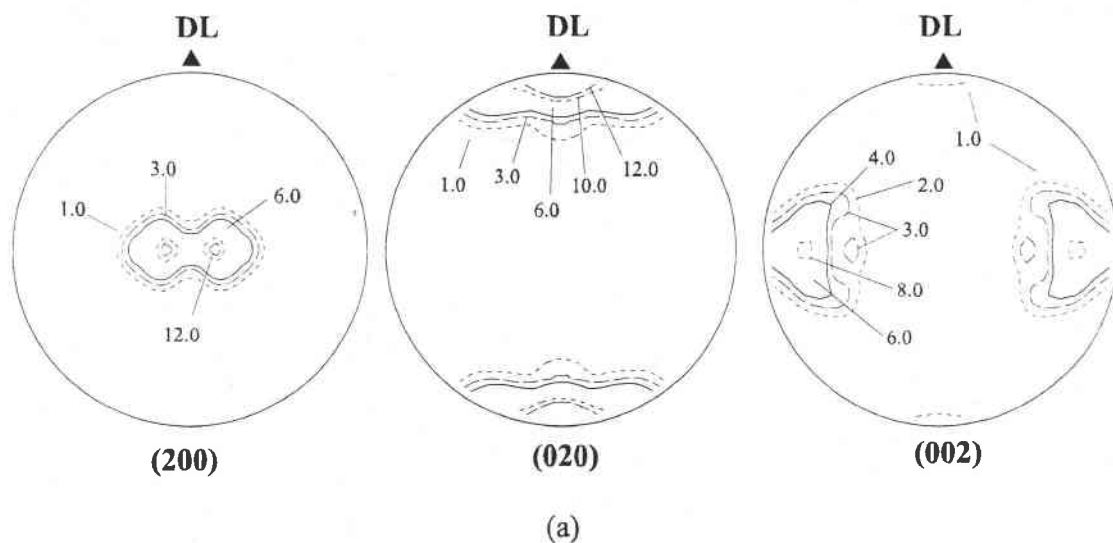


Fig.V.21 : Texture de la phase α'' simulée dans le cas d'un laminage longitudinal représentée par (a) les figures de pôles (200), (020) et (002) et (b) les sections à φ_1 constant de l'ODF.

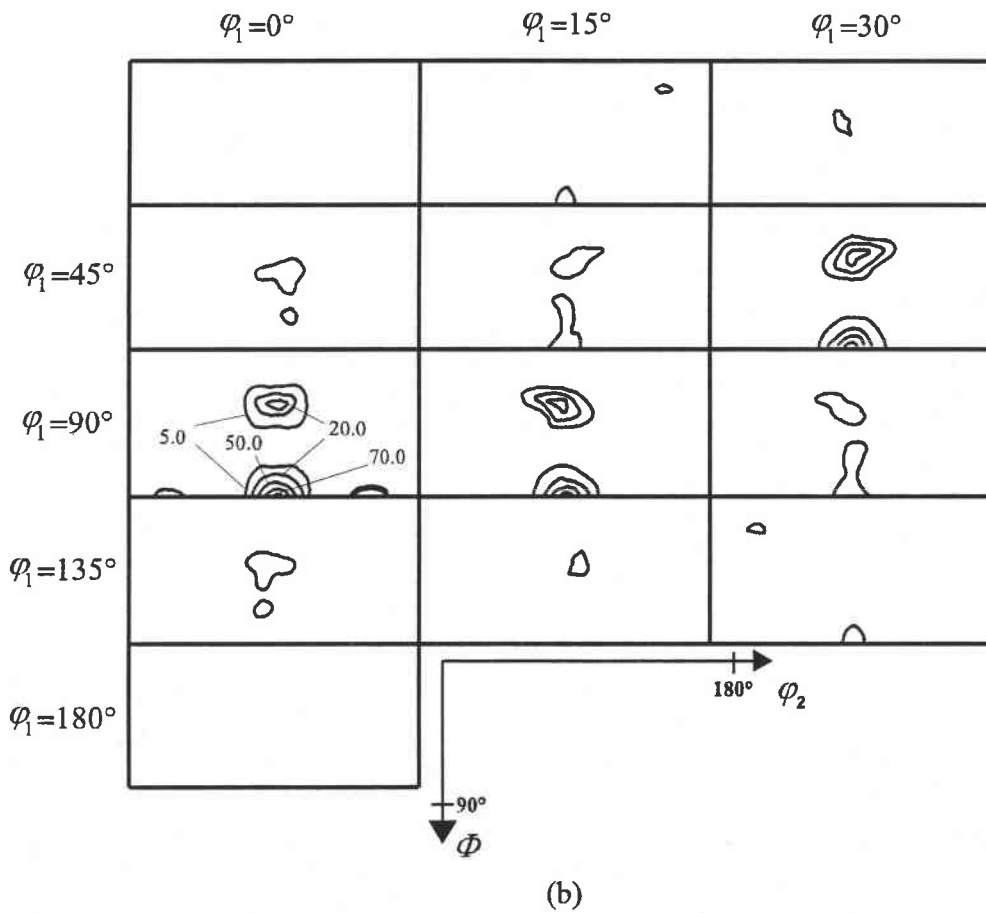
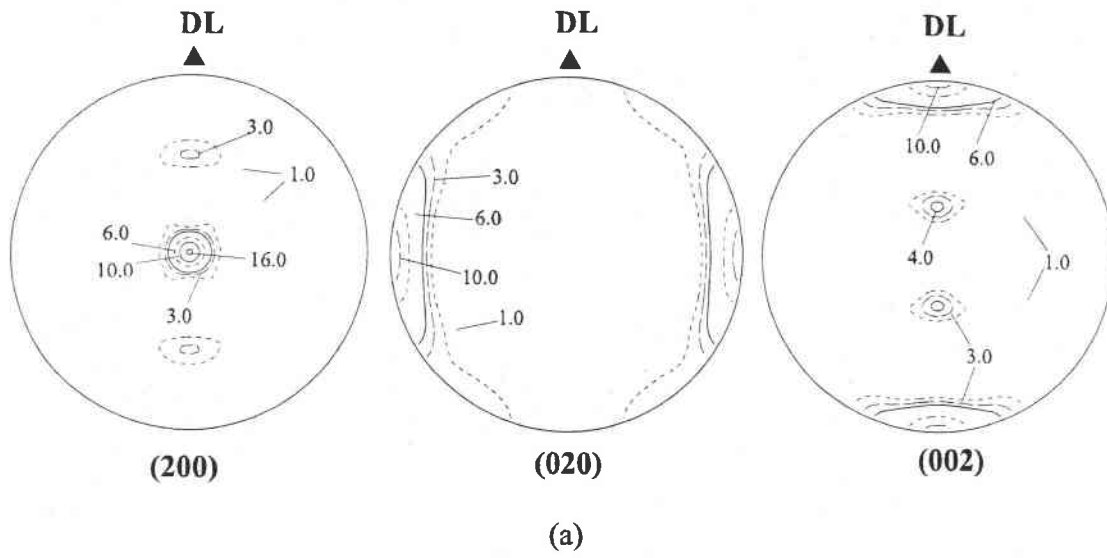


Fig.V.22 : Texture de la phase α'' mesurée sur l'échantillon LT représentée par (a) les figures de pôles (200), (020) et (002) et (b) les sections à φ_1 constant de l'ODF.

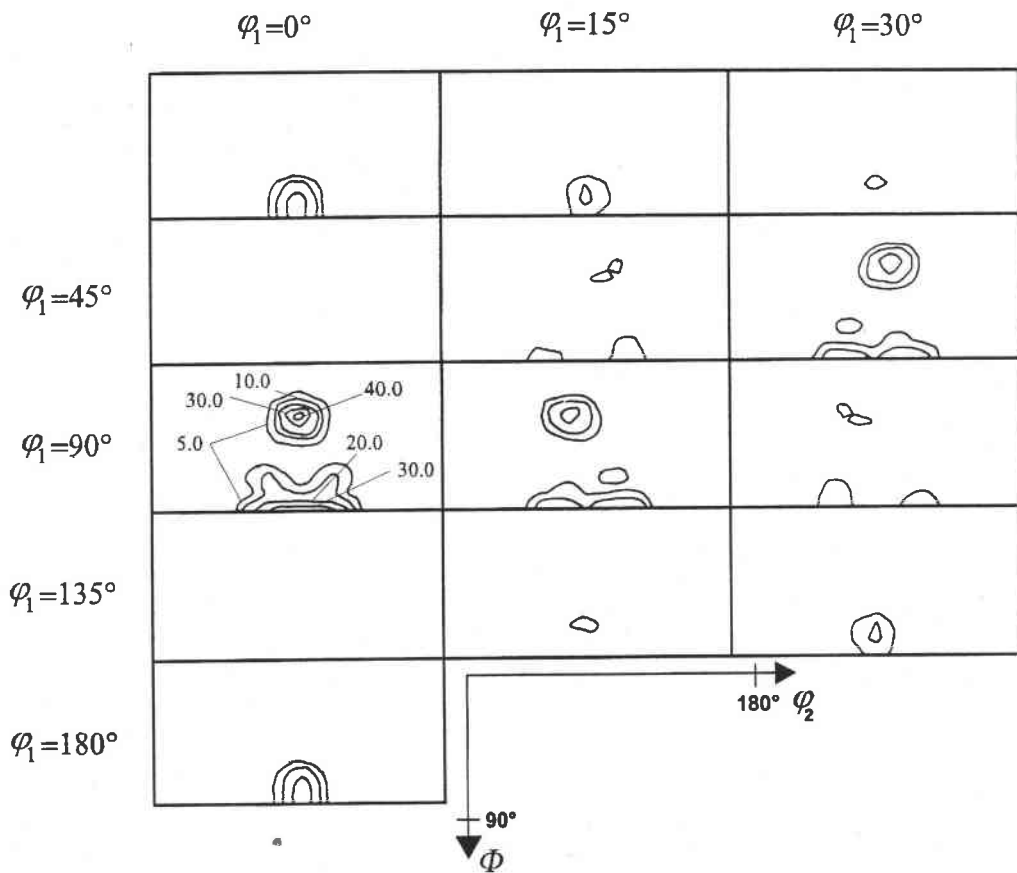
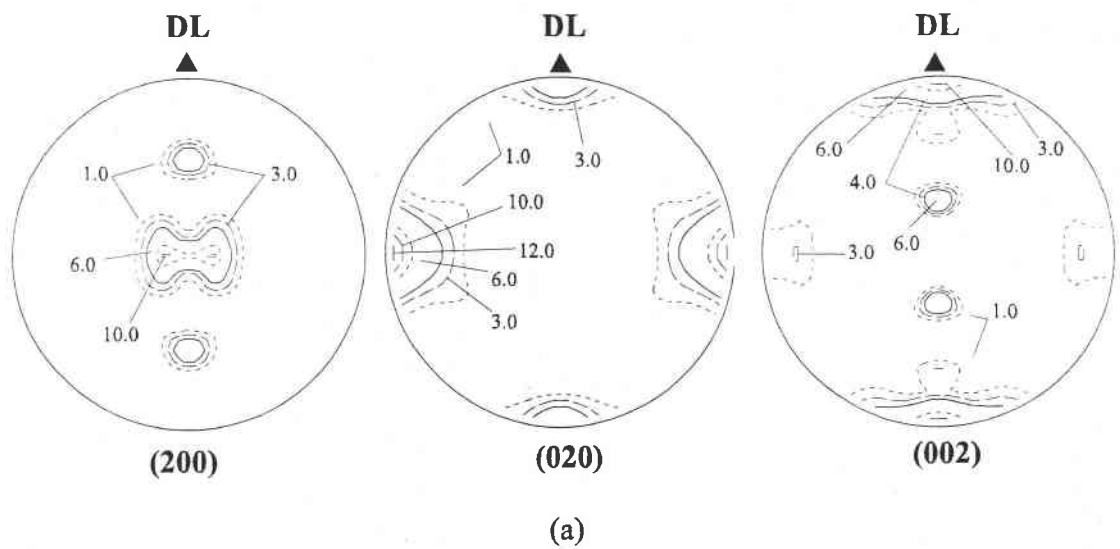


Fig.V.23 : Texture de la phase α'' simulée dans le cas d'un laminage transversal représentée par (a) les figures de pôles (200), (020) et (002) et (b) les sections à φ_1 constant de l'ODF.

Etude des textures simulées

- Textures de transformation induites par laminage dans le sens long

La texture de la phase α'' expérimentale de l'échantillon LL a été déterminée dans le chapitre III et est rappelée fig.V.20. La texture simulée par le modèle de transformation de textures avec sélection de variantes est présentée fig.V.21.

La composante principale de la texture expérimentale de la phase α'' de l'échantillon LL, décrite par le triplet d'Euler (0,90,90), est bien reproduite par la simulation avec une faible dispersion. Celle-ci est toutefois plus intense que dans la réalité. Cette composante se traduit sur la figure de pôles (200) $_{\alpha''}$ par des pôles centraux. Les pôles dans DL sur la figure (020) $_{\alpha''}$ sont très bien reproduits par la simulation, ainsi que la forte densité selon DT sur la figure (002) $_{\alpha''}$. En revanche, la composante minoritaire de la texture expérimentale définie par les angles d'Euler (0,30,90) n'apparaît pas dans la simulation. De ce fait, la faible densité présente à 60° de DN dans le plan (DN,DL) n'apparaît pas sur la figure de pôles (200) $_{\alpha''}$ simulée.

Le laminage sens long, tout comme la traction, favorise la naissance des plaquettes de martensite qui ont leur axe $\bar{b}=[020]_{\alpha''}$ parallèle à la direction de la sollicitation. Cette orientation provient de la transformation de la composante (45,0,0) de la texture de la phase β de l'état initial (état brut de trempe).

- Textures de transformation induites par laminage dans le sens travers

La texture de la phase α'' de l'échantillon LT exposée dans un précédent chapitre, est rappelée ici (fig.V.22). La texture simulée par le modèle avec sélection de variantes est présentée fig.V.23.

La comparaison entre les figures V.22 et V.23 nous permet de tirer les mêmes conclusions que précédemment, à savoir que le modèle de transformation de textures développé reproduit bien la texture de la phase α'' mesurée sur l'échantillon LT. En effet, la composante principale de la texture expérimentale définie par le triplet d'Euler (90,90,90) est prévue par la simulation. De même, l'orientation (90,30,90) (composante secondaire de la texture de la phase α'' expérimentale) apparaît sur les section à φ_1 constant de l'ODF simulée avec sélection de variantes. Ainsi, les pôles centraux sur la figure (200) $_{\alpha''}$, les pôles dans DT sur la figure (020) $_{\alpha''}$, les pôles dans DL sur la figure (002) $_{\alpha''}$ sont prévus par la simulation, de même que le pôle à 60° de DN dans le plan (DN,DL) sur la figure (200) $_{\alpha''}$ couplé à la zone de forte densité à 30° de DN dans le plan (DN,DL) sur la figure de pôles (002) $_{\alpha''}$. La simulation prévoit cependant une autre orientation assez marquée que l'on ne retrouve pas ou de manière très faible dans la texture expérimentale : il s'agit de l'orientation définie par le triplet d'angles d'Euler (0,90,90).

Le laminage travers favorise donc aussi la naissance des plaquettes de phase α'' telles que la direction $[020]_{\alpha''}$ soit parallèle à la direction de la sollicitation à température ambiante (dans le cas de l'échantillon LT, cette direction est perpendiculaire à la direction de laminage à chaud, prise ici comme référence).

Notre vision simpliste du tenseur des contraintes extérieur dans le cas d'un laminage peut expliquer ces différences entre les textures de la phase α'' expérimentales et simulées avec sélection de variantes.

V.4- Conclusion

La texture de la phase α'' , induite pendant la déformation à température ambiante, varie de façon significative avec le type d'essai mécanique mis en œuvre (traction ou laminage, sens long ou sens travers).

Le modèle de transformation de texture sans sélection de variantes n'a pas permis de reproduire les textures de transformation de phases expérimentales de manière totalement satisfaisante. Mais il a permis de montrer que la transformation de phases opère avec une forte sélection de variantes caractéristique du mode de déformation imposé. Ainsi, les textures héritées α'' sont très sensibles au type d'essai réalisé.

Nous avons mis en œuvre un modèle de transformation permettant de prendre en compte la sélection de variantes. Ce modèle nous a permis de tester différentes hypothèses sur les mécanismes de sélection de variantes.

L'hypothèse selon laquelle seules se développent les variantes activées par un travail des forces extérieur supérieur à un certain seuil, nous a permis de réaliser des simulations qui reproduisent qualitativement les caractéristiques essentielles des textures expérimentales. Et ceci pour chacun des modes de déformation imposés différents.

Toutefois, des différences entre les textures simulées et expérimentales existent. Ces différences peuvent être dues au fait que :

- le modèle ne tient pas compte des effets locaux : à l'échelle d'un grain, le champ de contraintes local peut être très différent du champ de contrainte macroscopique utilisé dans le modèle de transformation de phases avec sélection de variantes et peut donc favoriser la naissance d'autres plaquettes de phase α'' ,
- le modèle ne prend pas en considération la rotation des grains β liée au glissement cristallographique dans le deuxième stade de la déformation.

Néanmoins les caractéristiques essentielles des textures de la phase α'' expérimentales sont bien reproduites par le modèle. Cette étude nous permet de conclure que le mécanisme de sélection de variantes simulé dans ce modèle est sans doute un des mécanismes de sélection prépondérant dans la réalité.

Références bibliographiques

- 1- E.C. Bain
Trans. Am. Inst. Min. Metall. Pet. Eng. , Vol. 70, 1924, pp25-33
- 2- G. Kurdjumov and G. Sachs
H. Z. Phys., Vol. 64, 1930, pp325-343
- 3- Z. Nishiyama
Sci. Rep. Tohoku Imp. Uni., Vol. 23, 1934, pp637-644
- 4- G. Wasserman
H. Arch. Eisenhüttenwes., Vol. 16, 1933, pp149-155
- 5- W.G. Burgers
Physica, Vol. 1, 1934, pp561-569
- 6- T.W. Duerig, R.M. Middleton, G.T. Terlinde, J.C. Williams
Titanium'80, Science and Technologie, Vol. 2, 1980, pp1503-1512
- 7- M. Hida, E. Sakedai, C. Henmi, K. Sakaue, H. Terauchi
N. Acta Metall., Vol. 30, 1982, pp1471-1479
- 8- J.P. Morniroli
Thèse de l'Univer. De Nancy I, 1974
- 9- T.W. Duerig, J. Albrecht, D. Richter, P. Fischer
Acta Metall., Vol. 30, 1982, pp2161-2172
- 10- M. Humbert
Thèse de Doctorat d'état, Université de Metz, 1987
- 11- M. Humbert, F. Wagner, C. Esling
J. Appl. Cryst. 25, 1992, p724
- 12- H.J. Bunge
Mathematische Methoden der Texturanalyse, Akademie-Verlag, Berlin, 1969
- 13- H.J. Bunge
Texture Analysis in Materials Science, Butterworth, London, 1982
- 14- F. Wagner
Thèse de Doctorat d'état, Université de Metz, 1983
- 15- C. Esling, E. Bechler-Ferry
Quantitative Texture Analysis, DGM-SFM, Oberürsel, 1982, p427
- 16- M. Humbert, P.I. Welch, H.J. Bunge
Theoretical Methods of Texture Analysis, ed. By H.J. Bunge,
Informationsgesellschaft-Verlag
- 17- H.J. Bunge
Theoretical Methods of Texture Analysis, ed. DGM, 1987
- 18- K. Haslam, T. Coleman, D. Dulien, I.L. Dilamore
L. Société Française de Métallurgie, Nancy, 1979, p369
- 19- H. Abe, K. Ito, R.J. Fukumoto
J. Japan. Inst. Metal., Vol. 31, 1967, p37
- 20- J.R. Patel, M. Cohen
Acta Met., Vol.1, 1953, p531

- 21 C.M. Wayman
Introduction to the Crystallography of Martensitic Transformation
MacMillan, New-York, 1964
- 22- C.M. Wayman
Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 25A, 1994, pp1787-1795
- 23- R.W. Cahn, P. Haasen, E.J. Kramer
Material Science and Technologie, Vol. 5
- 24- J.S. Bowles, J.K. Mackensie
Acta. Metall., Vol.2, 1954, p129
- 25- J.K. Mackensie, J.S Bowles
Acta. Metall., Vol. 5, 1957, p137
- 26- M.S. Wechsler, D.S. Lieberman, T.A. Read
Trans. AIME, Vol. 197, 1953, p1503
- 27- D.S. Lieberman, M.S. Wechsler, T.A. Read
Appl. Phys. , Vol. 26, 1955, p473
- 28- J.W. Christian
J. Inst. Metals., Vol. 84, 1955-6, p386
- 29- V. Gabis, M. Lagache
Les transformation de phases dans les solides minéraux, Vol. 2, p535
- 30- A. Kelly and G.W. Groves
Crystallography and Crystal Defect
1970

Conclusion générale

Une mise en solution dans le domaine β suivie d'une trempe à l'eau nous a permis de maintenir l'alliage de titane β -CEZ dans un état β -métastable. Lorsque nous soumettons cette structure à différents processus de mise en forme (traction uniaxiale et laminage, sens long et sens travers), nous pouvons constater que la déformation imposée est accommodée par :

- une transformation de phases : lorsque celle-ci intervient dans l'accommodation de la déformation totale, c'est le premier mécanisme activé,

et/ou

- du glissement cristallographique : il intervient soit seul dans l'accommodation de la déformation, soit dans un second temps après la transformation de phases sous contrainte.

Nous avons montré que le rôle de chacun de ces deux mécanismes dans l'accommodation de la déformation dépend du processus de mise en forme testé :

- durant les essais de traction poursuivis jusqu'à la rupture et les essais de laminage, la déformation totale est en partie accommodée par la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$. Après la déformation, le matériau présente alors une structure biphasée : certains grains β sont le site d'une fine précipitation de plaquettes de martensite α'' (de symétrie cristalline orthorhombique) plus ou moins orientées dans la direction de la sollicitation. La quantité de phase α'' induite durant l'essai dépend du taux de déformation imposé au matériau.

- en revanche, nous avons pu mettre en évidence que la quantité de phase martensitique observée après déchargement était très faible lorsque les essais de traction étaient interrompus avant la déformation plastique. Des volumes de martensite α'' après déchargement n'ont été observés que lorsque la déformation par glissement cristallographique est importante et conduit à un état microstructural tel que des contraintes internes importantes permettent le maintien des plaquettes de martensite α'' .

Dans ce travail, nous avons montré que l'évolution de la texture de la phase β au cours de la déformation est directement influencée par le ou les modes de déformation activés au cours du processus de mise en forme.

Les textures de déformation des échantillons présentant une structure monophasée β après la déformation sont assez bien reproduites par les simulations de type Taylor. Le modèle prévoit effectivement la présence de la composante majoritaire des textures expérimentales, composante caractéristique des textures de déformation à froid des matériaux cubiques centrés. Cette orientation est définie par le triplet d'angles d'Euler (45,0,0) (composante (001)[1 $\bar{1}$ 0] marquée sur la fibre α). Cependant, la très forte atténuation des composantes minoritaires de la texture initiale (texture de l'échantillon brut de trempe) est mal reproduite. La transformation de phases sous contrainte ne joue donc qu'un rôle mineur dans l'accommodation de la déformation totale.

Les textures de la phase β des échantillons présentant une structure biphasée $\beta+\alpha''$ sont mal reproduites par les simulations de type Taylor. Ce modèle de déformation, ne tenant compte que du glissement cristallographique de la phase β , ne permet pas de reconstituer fidèlement les textures de déformation (et notamment l'atténuation de la composante (45,0,0)). En effet, la transformation de phases $\beta\rightarrow\alpha''$ joue un rôle important dans le premier stade de la déformation totale imposée.

Les textures de la phase α'' , héritée de la texture de la phase β avant la déformation, sont très fortement marquées et dépendent de l'essai réalisé. Elles se caractérisent principalement par une très forte densité de pôles $(020)_{\alpha''}$ dans la direction de la sollicitation.

Le modèle de transformation de phases sans sélection de variantes que nous avons développé puis mis en œuvre au cours de ce travail ne permet pas de reproduire les caractéristiques essentielles des textures expérimentales. Toutes les orientations expérimentales sont prédites. En revanche, certaines orientations prédites ne sont pas présentes dans la réalité. De ce fait, nous avons pu conclure que la transformation de phases $\beta\rightarrow\alpha''$ se produit avec une très forte sélection de variantes.

Pour expliquer les différentes textures de la phase α'' expérimentales, nous avons alors développé un modèle de transformation de phases tenant compte de la sélection de variantes. Plusieurs hypothèses concernant le mécanisme de sélection des variantes cristallographiques activé au cours de la transformation ont pu être testées. En raison du caractère particulier de cette transformation (transformation induite sous l'action d'un champ de contrainte extérieur) les critères énergétiques de sélection nous ont semblé les plus adaptés. L'hypothèse de sélection testée permettant de reproduire le plus fidèlement les caractéristiques principales des textures expérimentales est telle que les variantes sélectionnées sont celles pour lesquelles le travail fourni par les forces extérieures est supérieur à un seuil évalué par une méthode d'erreur et d'essais. Ce travail est calculé à l'aide :

- du tenseur de déformation macroscopique,
 - de la déformation associée à la formation d'une variante cristallographique.
- Ne pouvant accéder de manière directe à cette valeur, nous la calculons en adaptant la formulation générale de la théorie phénoménologique de la cristallographie de la transformation martensitique au cas particulier de la transformation de phase β (cubique centrée) $\rightarrow \alpha''$ (orthorhombique).

Ce modèle de transformation de phases avec sélection de variantes nous permet de reproduire les grandes tendances des textures de la phase α'' mesurées. La bonne reproductibilité des principales composantes des textures de la phase α'' simulées à partir de la texture de la phase β de l'échantillon brut de trempe nous confirme que la transformation de phases est le premier mécanisme de déformation activé pendant les processus de mise en forme.

Les variantes cristallographiques sélectionnées dans ce modèle sont telles que les pôles $(020)_{\alpha''}$ sont parallèles à la direction de sollicitation à froid. D'après les relations d'orientation connues, ces variantes cristallographiques proviennent de la transformation de la composante définie par le triplet d'angles d'Euler (45,0,0) de la texture de la phase β initiale. Cette orientation est effectivement fortement atténuée dans les textures de déformation de la phase β des échantillons présentant une structure biphasée après la mise en forme.

Les composantes secondaires des textures de la phase α'' restent difficilement prévisibles par le modèle de transformation de phases avec sélection de variantes. Comme nous l'avons pressenti par l'intermédiaire des résultats relatifs aux essais de traction réalisés à forte vitesse de déformation, l'état de contrainte local peut favoriser ou au contraire inhiber la formation de certaines variantes cristallographiques. Nous pourrions alors améliorer la simulation des textures de la phase α'' en tenant compte des champs de contrainte locaux dans le modèle de transformation de phases avec sélection de variantes que nous avons développé au cours de ce travail.

ANNEXE

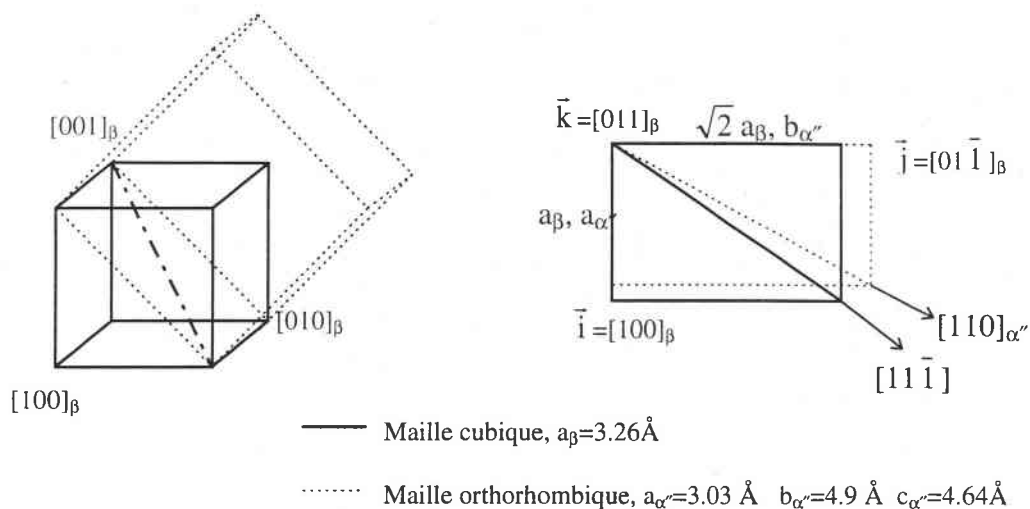


Fig.A.1 : Correspondance entre les réseaux cubique et orthorhombique.

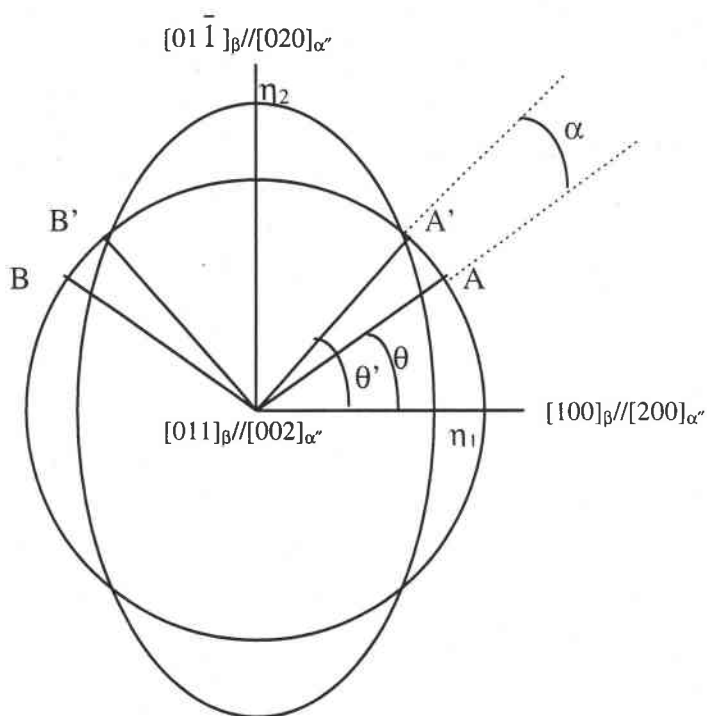


Fig.A.2 : Représentation schématique de la déformation et de la rotation impliquées dans la transformation martensitique.

THÉORIE PHÉNOMÉNOLOGIQUE APPLIQUÉE A LA TRANSFORMATION DE PHASES β (CUBIQUE CENTRÉE) $\rightarrow \alpha''$ (ORTHORHOMBIQUE)

Calcul des éléments R et B spécifiques à la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$

Dans le cadre de ce travail, nous avons calculé les différents éléments R (rotation rigide de réseau) et B (déformation pure du réseau ou déformation de Bain) spécifiques à la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$ en suivant la méthode de calcul développée par Kelly and Groves.

La comparaison entre la maille cubique centrée de la phase β et de la maille orthorhombique de la phase α'' nous permet de déterminer une correspondance entre les deux réseaux. Cette correspondance est telle que la déformation nécessaire à la transformation du cube en une maille orthorhombique est très faible. La figure A.1 représente la correspondance établie entre les deux réseaux.

Cette correspondance entre réseaux et la connaissance des différents paramètres de maille nous permet de calculer la déformation pure B définie, dans le repère $[\bar{i}, \bar{j}, \bar{k}] = [100]_{\beta} [01\bar{1}]_{\beta} [011]_{\beta}$ par la matrice :

$$B = \begin{pmatrix} \eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_2 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_3 \end{pmatrix} \quad \text{avec} \quad \begin{aligned} \eta_1 &= \frac{a_{\alpha''}}{a_{\beta}} = 0.929 \\ \eta_2 &= \frac{b_{\alpha''}}{a_{\beta}\sqrt{2}} = 1.063 \\ \eta_3 &= \frac{c_{\alpha''}}{a_{\beta}\sqrt{2}} \approx 1.0 \end{aligned}$$

L'effet de cette déformation pure est illustrée fig.A.2. Elle déforme une sphère de rayon unité, représentant la phase mère β , et d'équation :

$$x^2 + y^2 + z^2 = 1$$

en une ellipsoïde, caractérisant la phase martensitique α'' , et d'équation :

$$\left(\frac{x'}{\eta_1}\right)^2 + \left(\frac{y'}{\eta_2}\right)^2 + \left(\frac{z'}{\eta_3}\right)^2 = 1$$

Soit OA la trace du plan d'habitat recherché dans le plan (\vec{i}, \vec{j}) ($\|OA\| = 1$). Non distordu mais tourné, elle se retrouve en OA' après l'application de B. Si A a pour coordonnées (x, y) , alors A' a pour coordonnées $(x' = \eta_1 x, y' = \eta_2 y)$ après la déformation. Ce plan étant non distordu, la longueur de la trace est invariante :

$$\|OA\| = \|OA'\|$$

et de ce fait :

$$x^2 + y^2 = (\eta_1 x)^2 + (\eta_2 y)^2$$

On en déduit alors que :

$$\frac{y}{x} = \sqrt{\frac{1 - \eta_1^2}{\eta_2^2 - 1}} = 1.026$$

L'angle formé par (\vec{i}, \vec{OA}) est alors égal à :

$$\theta = \text{tg}^{-1}\left(\frac{y}{x}\right) = 45^\circ 44$$

Pour déterminer la trace du plan d'habitat après application de la déformation de Bain, il faut rechercher un vecteur \vec{OA}' de module 1 et dont l'extrémité A' appartient à l'ellipse :

$$x'^2 + y'^2 = \left(\frac{x'}{\eta_1}\right)^2 + \left(\frac{y'}{\eta_2}\right)^2 = 1$$

On en déduit alors que :

$$\frac{y'}{x'} = \sqrt{\frac{\frac{1}{\eta_1^2} - 1}{1 - \frac{1}{\eta_2^2}}} = 1.174$$

L'angle formé par (\vec{i}, \vec{OA}') est alors égal à :

$$\theta' = \text{tg}^{-1}\left(\frac{y'}{x'}\right) = 49^\circ 35$$

La rotation rigide R, nécessaire à la conservation d'un plan non distordu et non tourné au cours de la transformation, est définie par :

$$R = \begin{pmatrix} \cos\alpha & -\sin\alpha & 0 \\ \sin\alpha & \cos\alpha & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad \text{avec} \quad \alpha = \theta' - \theta = 3^\circ 50$$

La matrice $P_1 = RB$ qui caractérise la déformation macroscopique due au changement de phases cubique - orthorhombique, est exprimée dans le repère des déformations principales par :

$$RB_{[110][01\bar{1}][011]_\beta} = \begin{pmatrix} \eta_1 \cos \alpha & -\eta_2 \sin \alpha & 0 \\ \eta_1 \sin \alpha & \eta_2 \cos \alpha & 0 \\ 0 & 0 & \eta_3 \end{pmatrix}$$

peut être exprimée dans le repère défini par les axes principaux de la symétrie cubique :

$$RB_{[100][010][001]_\beta} = MRBM^{-1} = \begin{pmatrix} \eta_1 \cos \alpha & \frac{-\eta_2}{\sqrt{2}} \sin \alpha & \frac{-\eta_2}{\sqrt{2}} \sin \alpha \\ \frac{\eta_1}{\sqrt{2}} \sin \alpha & \frac{\eta_2}{2} \cos \alpha + \frac{\eta_3}{2} & \frac{\eta_2}{2} \cos \alpha - \frac{\eta_3}{2} \\ \frac{\eta_1}{\sqrt{2}} \sin \alpha & \frac{\eta_2}{2} \cos \alpha - \frac{\eta_3}{2} & \frac{\eta_2}{2} \cos \alpha + \frac{\eta_3}{2} \end{pmatrix}$$

où M est la matrice de changement de base qui permet de passer du repère K' au repère K_B :

$$M = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1/\sqrt{2} & -1/\sqrt{2} \\ 0 & 1/\sqrt{2} & 1/\sqrt{2} \end{pmatrix}$$

$$K' = [100]_\beta [01\bar{1}]_\beta [011]_\beta \longrightarrow K_B = [100]_\beta [010]_\beta [001]_\beta$$

La déformation de la phase β nécessaire à la formation d'une orientation cristallographique de la phase α'' définie par la relation d'orientation 5.1, ou déformation de transformation, s'écrit alors :

$$\varepsilon = \frac{RB + {}^t(RB)}{2} - I$$

Soit, en remplaçant chaque symbole par sa valeur numérique :

$$\varepsilon_{[100][010][001]} = \begin{pmatrix} -0.0773 & -0.0032 & -0.0032 \\ -0.0032 & 0.0333 & 0.0273 \\ -0.0032 & 0.0273 & 0.0333 \end{pmatrix}$$

Cette déformation permet de produire, à partir d'une maille cubique, une maille orthorhombique tout en conservant, au cours de la transformation, un plan non distordu.

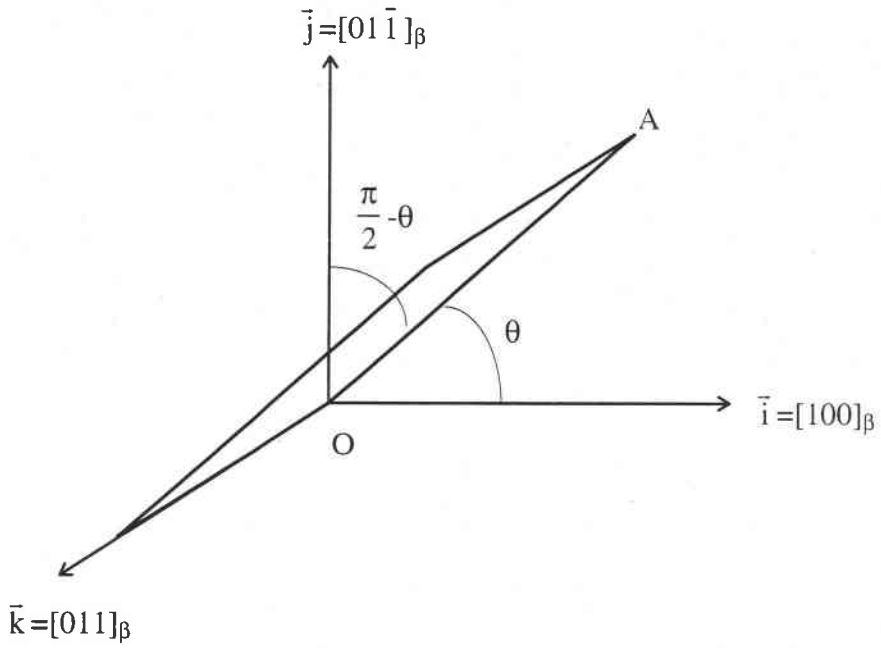


Fig.A.3 : Représentation de la trace OA du plan d'accolement dans le repère $[100]_{\beta} [011]_{\beta} [011]_{\beta}$.

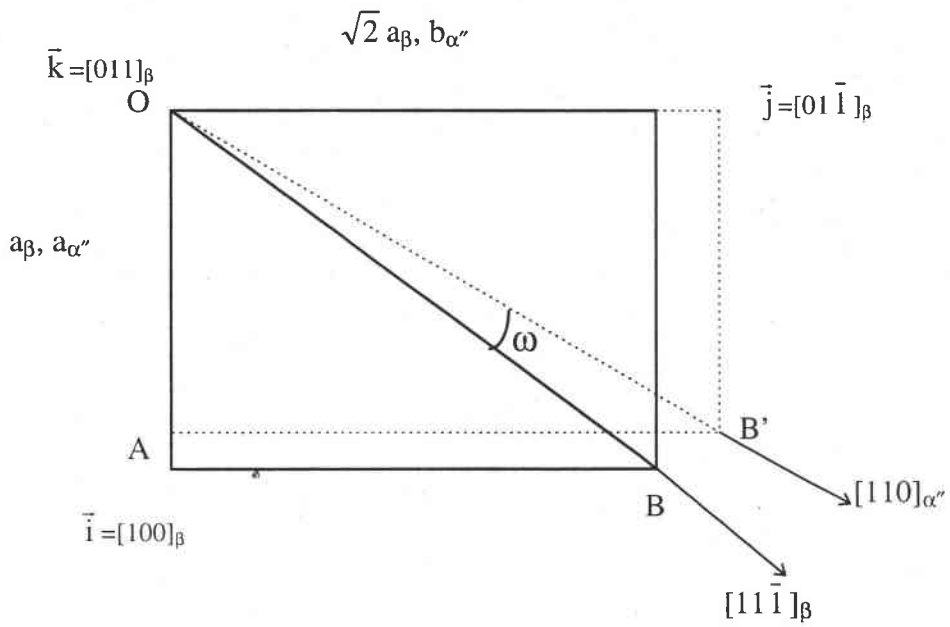


Fig.A.4 : Vérification des relations d'orientation mutuelles.

Détermination du plan d'habitat

Le plan d'habitat fait donc un angle θ de $45^\circ 44'$ avec la direction $[100]_\beta$ et contient la direction $[011]_\beta$ (fig.A.3).

Le produit vectoriel entre \vec{k} et le vecteur \vec{OA} , défini dans le repère $[\vec{i}, \vec{j}, \vec{k}] = [100]_\beta [01\bar{1}]_\beta [011]_\beta$ par :

$$\vec{OA} \left\{ \begin{array}{l} a = \cos\theta \\ b = \sin\theta \\ 0 \end{array} \right.$$

fournit les composantes de la normale \vec{n} au plan d'habitat dans le repère précédemment cité :

$$\vec{n}_{[100]_\beta [01\bar{1}]_\beta [011]_\beta} = \vec{k} \wedge \vec{OA} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix} \wedge \begin{pmatrix} a \\ b \\ 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -b \\ a \\ 0 \end{pmatrix}$$

Dans le repère défini par les directions principales de la symétrie cristalline cubique, les composantes de la normale au plan d'habitat sont :

$$\vec{n}_{[100]_\beta [010]_\beta [001]_\beta} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1/\sqrt{2} & -1/\sqrt{2} \\ 0 & 1/\sqrt{2} & 1/\sqrt{2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} -b \\ a \\ 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -b \\ a/\sqrt{2} \\ a/\sqrt{2} \end{pmatrix}$$

Soit :

$$\vec{n}_{[100]_\beta [010]_\beta [001]_\beta} = \begin{pmatrix} -0.7161 \\ 0.4936 \\ 0.4936 \end{pmatrix}$$

A 1° près, le plan d'habitat (plan non distordu et non tourné pendant la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha''$) peut être identifié à un plan de type $(\bar{3}22)_\beta$.

La relation d'orientation mutuelle

La correspondance précédemment établie nous a permis de calculer la déformation B nécessaire à la transformation de la maille cubique de la phase β en une maille orthorhombique de la phase α'' .

D'après cette correspondance (fig.A.4), une rotation d'angle ω autour de $[011]_\beta$ permettrait d'amener en coïncidence les directions $[11\bar{1}]_\beta$ et $[110]_{\alpha''}$, directions

crystallographiques impliquées dans les relations d'orientation mutuelles connues. Cette rotation est définie, dans le plan (\vec{i}, \vec{j}) , par :

$$\cos\omega = \frac{\vec{OB} \cdot \vec{OB'}}{\|\vec{OB}\| \|\vec{OB'}\|}$$

$$\text{avec : } \vec{OB} \begin{matrix} a_\beta \\ a_\beta\sqrt{2} \end{matrix} \text{ et } \vec{OB'} \begin{matrix} \eta_1 a_\beta \\ \eta_2 a_\beta\sqrt{2} \end{matrix}$$

Soit : $\omega = 3^\circ 32'$

Afin de conserver un plan non distordu et non tourné au cours de la transformation, une rotation rigide de réseau R est ajoutée à cette déformation homogène de réseau B. Cette rotation d'angle $\alpha = 3^\circ 50'$ s'effectue autour de la direction $[011]_\beta$. Elle permet donc d'amener la direction $[11\bar{1}]_\beta$ à moins de un degré de la directions $[110]_{\alpha''}$.

La relation d'orientation déduite de la matrice de rotation R correspond donc à moins de 0.2° près à celle trouvée dans la littérature, à savoir :

$$\begin{matrix} (0 & 1 & 1)_\beta & // & (0 & 0 & 1)_{\alpha''} \\ [1 & 1 & \bar{1}]_\beta & // & [1 & 1 & 0]_{\alpha''} \end{matrix}$$