



HAL
open science

Contribution à l'étude des textures de déformation des alliages hexagonaux

Fateh-Eddine Mellab

► **To cite this version:**

Fateh-Eddine Mellab. Contribution à l'étude des textures de déformation des alliages hexagonaux. Matière Condensée [cond-mat]. Université Paul Verlaine - Metz, 1992. Français. NNT : 1992METZ007S . tel-01775965

HAL Id: tel-01775965

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01775965>

Submitted on 24 Apr 2018

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

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



AVERTISSEMENT

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

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

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

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

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

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

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

**CONTRIBUTION A L'ETUDE DES TEXTURES
DE DEFORMATION DES ALLIAGES
HEXAGONAUX**

PAR

Fateh - Eddine MELLAB

THESE

soutenue le 13 février 1992 à l'U.F.R. MIM-Sciences de
l'université de Metz, en vue de l'obtention du grade de

Docteur d'université - mention : sciences physiques

JURY

| | | | |
|-----------------|----------------|--|--------------------|
| MM | F. WAGNER | Professeur à l'université de Metz | directeur de thèse |
| | M. ARMINJON | Docteur habilité en sciences physiques, Institut de Mécanique - 3S - Grenoble | }rapporteurs |
| M ^{me} | M. J. PHILIPPE | Professeur à l'université de Metz | |
| MM | H. J. BUNGE | Professeur à l'univ. de Clausthal (Allemagne) | }examineurs |
| | C. ESLING | Professeur à l'université de Metz | |
| | J. WEGRIA | Directeur de recherche à la Sté Vieille-Montagne | |

**CONTRIBUTION A L'ETUDE DES TEXTURES
DE DEFORMATION DES ALLIAGES
HEXAGONAUX**

PAR

Fateh - Eddine MELLAB

THESE

soutenu le 13 février 1992 à l'U.F.R. MIM-Sciences de
l'université de Metz, en vue de l'obtention du grade de

| | |
|--------------------------------------|-----------|
| BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ | |
| N° inv. | 19920485 |
| Cote | S/M3 92/7 |
| Loc | Magasin |

Docteur d'université - mention : sciences physiques

JURY

| | | | |
|-----------------|----------------|--|--------------------|
| MM | F. WAGNER | Professeur à l'université de Metzdirecteur de thèse | }rapporteurs |
| | M. ARMINJON | Docteur habilité en sciences physiques, Institut de Mécanique - 3S - Grenoble | |
| M ^{me} | M. J. PHILIPPE | Professeur à l'université de Metz | |
| MM | H. J. BUNGE | Professeur à l'univ. de Clausthal (Allemagne) | }examineurs |
| | C. ESLING | Professeur à l'université de Metz | |
| | J. WEGRIA | Directeur de recherche à la Sté Vieille-Montagne | |

PREFACE

Le présent travail a été effectué au laboratoire de métallurgie des matériaux polycristallins (LM2P), sous la direction de Monsieur le Professeur F. WAGNER. Pour la rigueur et la clarté qu'il m'a imposées, pour l'aide, le soutien et la confiance qu'il m'a prodigués ; qu'il reçoive ici mes plus vifs remerciements.

J'exprime ma sincère gratitude à Monsieur le Professeur C. ESLING, directeur du LM2P, pour l'accueil qu'il m'y a réservé, pour la confiance amicale qu'il m'a toujours témoignée et pour avoir bien voulu se joindre au jury.

Je tiens tout particulièrement à remercier Madame le Professeur M. J. PHILIPPE de m'avoir fait bénéficier de son expérience par les nombreuses et fructueuses discussions que nous avons eues. Ses compétences et sa disponibilité m'ont beaucoup aidé dans la réalisation de ce travail.

Que Monsieur le Professeur H.J. BUNGE, spécialiste de renom international dans le domaine de l'analyse des textures, trouve ici l'expression de toute ma reconnaissance pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant de participer au jury de thèse.

En acceptant d'être rapporteur de ma thèse et membre du jury, le Docteur M. ARMINJON de l'institut de mécanique de Grenoble, me fait un grand honneur. Je lui exprime ici toute ma gratitude. Il en va de même pour le Docteur J. WEGRIA, directeur de recherche à la société Vielle-Montagne, qui a bien voulu participer au jury.

Mes remerciements s'adressent aussi à tous mes collègues du laboratoire pour l'aide et les encouragements qu'ils m'ont apportés tout au long de ce travail.

Enfin mes remerciements vont à Madame M. WAGNER pour son amabilité et le soin apporté au travail de dactylographie.

- TABLE DES MATIERES -

| | |
|--|----|
| I- INTRODUCTION..... | 1 |
| II - SPECIFICITES DE L'ANALYSE DE TEXTURE DES MATERIAUX HEXAGONAUX..... | 4 |
| 1- Rappels sur la méthode harmonique..... | 4 |
| 1-1 Fonction de densité des orientations (F.D.O.)..... | 4 |
| 1-2 Les figures de pôles..... | 5 |
| 1-3 La relation fondamentale..... | 6 |
| 1-4 Cas de figures de pôles incomplètes..... | 7 |
| 1-4-a Facteur de normalisation N_i | 8 |
| 1-4-b Les coefficients $\tilde{C}_l^{\mu\nu}$ de la fonction de texture..... | 11 |
| 2- Cas des matériaux hexagonaux..... | 12 |
| 2-1 Choix du repère K_B et limitation du domaine fondamental de l'espace d'Euler..... | 13 |
| 2-1-a La symétrie cristalline..... | 13 |
| 2-1-b La symétrie d'échantillon..... | 14 |
| 2-2 Intérêts de la symétrie..... | 17 |
| 2-3 Conditions d'analyse..... | 22 |
| 2-4 Critères d'erreur et qualité..... | 24 |
| III - LA POSITIVITE DANS L'ANALYSE DE TEXTURE..... | 26 |
| 1- Introduction..... | 26 |
| 2- La positivité dans la détermination de $\tilde{f}(g)$ | 27 |
| 2-1 Exemple théorique..... | 31 |
| 2-2 Exemple pratique..... | 37 |

| | |
|--|-----------|
| 3- La positivité de la fonction de texture..... | 42 |
| 3-1 Technique de positivité généralisée pour la détermination de $\tilde{f}(g)$ | 46 |
| 3-2 Exemple pratique..... | 47 |
| BIBLIOGRAPHIE CHAPITRES (I, II ET III)..... | 49 |
| IV - CLASSIFICATION DES TEXTURES DE DEFORMATION DES MATERIAUX HEXAGONAUX..... | 53 |
| 1- Matériaux hexagonaux - Propriétés et applications..... | 53 |
| 2- Formabilité et mise en oeuvre..... | 55 |
| 3- Classification des différents types de texture..... | 56 |
| 4- Influence des modes de déformation sur la texture..... | 63 |
| 4-1 Déformation axysymétrique..... | 65 |
| 4-2 Traction..... | 65 |
| 4-3 Expansion biaxiale..... | 65 |
| 4-4 Laminage..... | 67 |
| 5- Influence des éléments d'addition sur la texture..... | 69 |
| 6- Effet de la recristallisation sur la texture..... | 70 |
| 7- Conclusion..... | 72 |
| V- MODELISATION DU LAMINAGE A FROID DES HEXAGONAUX..... | 73 |
| 1- Intérêt de la modélisation..... | 73 |
| 2- Choix du modèle..... | 73 |
| 2-1 Modèle de SACHS..... | 73 |
| 2-2 Modèles autocohérents..... | 74 |
| 2-3 Modèle de TAYLOR..... | 74 |
| 2-3-a Rappels sur le modèle de TAYLOR..... | 76 |
| 2-3-b Sélection des systèmes de glissement par le modèle de TAYLOR..... | 76 |
| 2-3-c Calcul du changement d'orientation d'un grain..... | 77 |

| | |
|---|------------|
| 3- Conditions de simulation..... | 78 |
| 4- Mécanismes de déformation..... | 79 |
| 4-1 Le glissement..... | 80 |
| 4-1-a Observations dans le titane..... | 83 |
| 4-1-b Observations dans le zirconium..... | 84 |
| 4-1-c Observations dans le zinc..... | 84 |
| 4-2 Le maclage..... | 84 |
| 5- Alliages de zinc..... | 86 |
| 5-1 Laminage à froid..... | 86 |
| 5-2 Evolution de la microstructure et mécanismes de déformation..... | 86 |
| 5-3 Simulation de l'évolution de texture lors du laminage..... | 91 |
| 6- Alliages de titane et de zirconium..... | 98 |
| 6-1 Laminage à froid..... | 98 |
| 6-2 Evolution de la microstructure et mécanismes de déformation..... | 104 |
| 6-3 Simulation de l'évolution de texture lors du laminage..... | 104 |
| CONCLUSION GENERALE..... | 115 |
| BIBLIOGRAPHIE CHAPITRES (IV ET V)..... | 119 |

I - INTRODUCTION

Au cours des vingt dernières années, les applications industrielles des matériaux à structure hexagonale ont connu un développement très important en raison d'un ensemble de qualités spécifiques de ces métaux (ou alliages) adaptées aux besoins de certains domaines techniques de pointe.

On retrouve ainsi le titane dans l'industrie aéronautique et spatiale pour ses caractéristiques mécaniques élevées et sa masse volumique relativement faible ($4,5 \text{ g/cm}^3$), le zirconium dans l'industrie nucléaire pour sa faible section de capture des neutrons thermiques (0,18 barns), le zinc dans l'industrie de l'automobile et du bâtiment pour sa résistance à la corrosion. Une bonne résistance mécanique à chaud ainsi qu'une tenue à l'oxydation satisfaisante contribuent encore à augmenter l'intérêt de cette catégorie de matériaux.

Cependant ces applications comportent un revers : pour exploiter ces matériaux il faut en effet les mettre en forme au prix de déformations parfois très sévères. Force est de reconnaître que les matériaux hexagonaux en général s'adaptent différemment à la déformation et qu'ils se déforment plus difficilement comparativement aux matériaux cubiques.

Un problème essentiel se pose alors : quels sont les paramètres qui régissent la mise en forme des matériaux hexagonaux ?

Deux types de grandeurs sont en tout cas déterminants :

- les mécanismes élémentaires de déformation (dans le grain)
- l'arrangement des grains (texture cristallographique)

Les connaissances sur ces deux aspects sont loin d'être complètes. D'une part l'analyse des différents résultats obtenus sur les modes de glissement montrent que chaque métal de structure hexagonale glisse sur un système principal ou facile (en général bien connu) et sur divers systèmes secondaires (en général beaucoup moins bien connus) ; en outre le maillage mécanique vient très souvent contribuer à la déformation plastique. D'autre part les informations concernant les textures sont, sauf dans quelques cas, souvent très partielles (1 ou 2 figures de pôles par exemple).

Notre but dans le présent travail est de faire une étude quelque peu systématique sur les textures de déformation (et leur évolution) des matériaux hexagonaux.

Pour cela il est primordial tout d'abord de pouvoir déterminer la texture de la façon la plus précise possible.

La texture cristallographique, par définition, est la statistique d'orientation des grains; elle est traditionnellement décrite par la fonction de densité des orientations (F.D.O.) ou fonction de texture $f(g)$.

Une des principales caractéristiques de la texture est que celle-ci n'est pas directement mesurable: elle fait appel à un appareil mathématique considérable pour sa détermination à partir des données expérimentales que constituent les figures de pôles. Cette complexité implique notamment :

-l'obtention de figures de pôles précises et leur normalisation

-l'exploitation optimale de ces données pour le calcul de la F.D.O. complète.

Les principes de mesure des figures de pôles et la théorie de l'analyse des textures sont maintenant bien établis. De nombreux travaux ont donné naissance à plusieurs méthodes d'analyse. Parmi celles-ci, la méthode tridimensionnelle qui représente la texture sous forme d'un développement en série sur la base des fonctions harmoniques sphériques généralisées, due à Bunge [1] Roe [2] , jouit d'une grande faveur en raison de sa rigueur mathématique.

Les spécificités de cette méthode font l'objet du chapitre II dans lequel nous avons notamment rassemblé les formules analytiques relatives à la symétrie hexagonale.

Tout récemment des techniques itératives de positivité ont été proposées [29] . Elles permettent de "guider" vers une solution correspondant à des figures de pôles recalculées positives d'une part et d'obtenir une fonction de texture complète d'autre part.

Le chapitre III a pour but d'évaluer l'intérêt de ces techniques pour les matériaux hexagonaux grâce notamment à une série de tests originaux.

Au chapitre IV nous avons tenté de faire une synthèse des textures de déformation rencontrées dans divers matériaux hexagonaux. En classifiant ces textures, nous espérons rendre plus compréhensible la littérature.

La texture est considérée comme un moyen de comprendre les mécanismes de déformation des matériaux polycristallins. En effet, une réorientation des grains est usuellement observée au cours d'une déformation plastique, conduisant généralement à une nouvelle orientation que l'on peut tenter de

relier à la texture initiale en vue de préciser le mécanisme de passage de l'état non déformé à l'état déformé. Après une discussion sur l'adaptation des critères et des modèles existants (notamment le modèle de TAYLOR) au problème de la mise en forme (principalement par laminage), le chapitre V apporte une contribution à la compréhension de certains mécanismes de déformation dans les matériaux de symétrie hexagonale à partir de l'étude de leurs textures cristallographiques en procédant par confrontation des prévisions théoriques (modélisation) avec les résultats observés lors de déformations réelles (expérience).

Notre étude est illustrée par des applications à quelques exemples concernant les matériaux hexagonaux les plus utilisés : le zinc, le titane et le zirconium.

II - SPECIFICITES DE L'ANALYSE DE TEXTURE DES MATERIAUX HEXAGONAUX

La détermination de la fonction de texture $f(g)$ à partir de fonctions de densité de pôles $P_{hi}(y)$, quelle que soit la méthode particulière employée, nécessite la résolution de l'équation intégrale fondamentale suivante :

$$P_{hi}(y) = \int_{hi//y} f(g) dg \quad (2-1)$$

Plusieurs méthodes ont été proposées au cours de ces dernières années : H.J. Bunge [1] et R.J. Roe [2] en 1965, R.O. Williams [3] en 1968, D. Ruer et R. Baro [4] en 1976.

Bunge et Roe ont, indépendamment, l'un de l'autre proposé un formalisme basé sur le développement des fonctions $f(g)$ et $P_{hi}(y)$ en série d'harmoniques sphériques. C'est dans le cadre de cette méthode d'analyse que se situe le présent travail.

1 - RAPPELS SUR LA METHODE HARMONIQUE :

1-1- La fonction de densité des orientations (F.D.O.) :

Dans la méthode harmonique la texture cristallographique est représentée par une fonction $f(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ appelée fonction de densité des orientations (F.D.O.). Les paramètres φ_1 , ϕ et φ_2 sont les angles d'Euler qui définissent l'orientation d'un repère orthonormal K_B associé au réseau cristallin d'un grain par rapport au repère fixe K_A associé à l'échantillon. Cette fonction est généralement notée $f(g)$ où la variable g représente symboliquement le triplet $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$.

Les notations utilisées dans ce chapitre ainsi que dans les suivants sont conformes à celles proposées par H.J. Bunge dans l'édition allemande de son livre "Mathematische Methoden der Texturanalyse" [5].

La fonction de texture $f(g)$, développée en série sur la base des harmoniques sphériques, se présente sous la forme suivante :

$$f(g) = \sum_{l=0}^{\infty} M(l) \sum_{\mu=1}^{n=l} \sum_{n=-l}^{\mu n} C_l^{\mu n} T_l^{\mu n}(g) \quad (2-2)$$

Les fonctions symétrisées $T_l^{\mu n}(g)$ sont les combinaisons linéaires des harmoniques sphériques généralisées $T_l^{m n}(g)$ [5,6,7] :

$$T_l^{\mu n}(g) = \sum_{m=-1}^{m=l} A_l^{m \mu} T_l^{m n}(g) \quad (2-3)$$

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

En pratique, la série (2-2) est calculée jusqu'à une valeur limite $l=l_{\max}$.

1-2- Les figures de pôles

Le calcul de la fonction $f(g)$ s'opère à partir de données expérimentales qui se présentent généralement sous la forme de plusieurs figures de pôles. A chaque figure de pôles notée $I_{hi}(y)$ est associée une fonction densité de pôles $P_{hi}(y)$ telle que :

$$P_{hi}(y) = N_i I_{hi}(y) \quad (2-4)$$

avec $y = (\phi, \beta)$: position angulaire d'un point sur la figure de pôles.

N_i est le facteur de normalisation donné par la relation :

$$\frac{1}{N_i} = \frac{1}{2\pi} \int_{\beta=0}^{\beta=2\pi} \int_{\phi=0}^{\phi=\pi/2} I_{hi}(\phi, \beta) \sin \phi \, d\phi \, d\beta \quad (2-5)$$

La fonction de densité de pôles $P_{hi}(y)$ se développe en série sur la base des harmoniques simples $k_l^n(y)$. Si h_i dénote la normale à un plan $(hkl)_i$ la fonction de densité de pôles $P_{hi}(y)$ se présente sous la forme suivante [5,6,7] :

$$P_{hi}(y) = \sum_{l=0}^{l=\max} \sum_{n=-1}^{n=1} F_l^n(h_i) k_l^n(y) \quad (2-6)$$

où les $F_l^n(h_i)$ sont les coefficients du développement en série.

La fonction $P_{hi}(y)$ doit satisfaire les critères ci-dessous :

- être réelle,
- être normée,
- être positive ou nulle.

La positivité est en principe assurée puisque $P_{hi}(y)$ est proportionnelle à l'intensité mesurée pour la figure de pôles $I_{hi}(y)$.

1-3- La relation fondamentale :

En utilisant la relation (2-1) ainsi que les expressions (2-2) et (2-6) on peut alors déduire une relation entre les coefficients $C_l^{\mu n}$ du développement de $f(g)$ et les coefficients $F_l^n(h_i)$ du développement de $\Phi(y)$ qui se présentera sous la forme suivante [5-6-7] :

$$F_1^n(h_i) = \frac{4\pi}{2l+1} \sum_{\mu=1}^{M(l)} C_l^{\mu n} k_l^{\mu*}(h_i) \quad (2-7)$$

La relation (2-7) montre que pour un couple (l,n) fixé on a M(l) coefficients $C_l^{\mu n}$ à déterminer. Pour résoudre un tel système d'équations il faut au moins M(l) équations indépendantes ; cela signifie qu'il faudra réaliser au minimum M(l) figures de pôles différentes. Ce nombre M(l) est étroitement lié à la symétrie cristalline. C'est ainsi que dans le cas de la symétrie cubique, pour un développement jusqu'au rang lmax = 22, on utilise 2 f.p et dans le cas de la symétrie hexagonale, (dont on parlera en détail dans le prochain chapitre) , pour le même rang de développement, il faut réaliser 4 f.p expérimentales. Il faut également remarquer que, à cause de la centrosymétrie due au cristal ou à la diffraction, seuls les coefficients $F_1^n(h_i)$ avec l pair sont connus, par conséquent, seuls les coefficients $C_l^{\mu n}$ avec l pair sont calculables directement.

Nous reviendrons, plus tard, sur ce problème d'interminabilité quand nous traiterons de la partie paire et partie impaire de la fonction de texture f(g). Mais nous introduisons dès maintenant la nouvelle notation avec le signe " ~ " pour les coefficients de développement afin d'illustrer la limitation aux rangs l pairs.

1-4- Cas de figures de pôles incomplètes :

Aux inconnues $C_l^{\mu n}$ s'ajoutent, dans le cas des figures de pôles incomplètes, de nouvelles inconnues : les facteurs de normalisation N_i ; qui ne peuvent plus être déterminées par la relation (2.5).

Plusieurs méthodes ont été proposées pour le calcul de la fonction de texture à partir des figures de pôles incomplètes en utilisant le formalisme du développement en série : Bunge [5], Pospiech et Jura [8], Morris [9], Kern et

Bergmann [10], Van Houtte [11-12-13], Humbert et Bergmann [14], Liang et co-auteurs [15-16], Dahms et Bunge [17-18]. Beaucoup de résultats ont été obtenus pour le cas de la symétrie cubique contrairement au cas de la symétrie hexagonale dont les résultats sont peu nombreux. Les deux dernières méthodes [17-18] sont applicables aux cas des basses symétries, par contre la méthode itérative de Van Houtte [11] n'est pas très bien adaptée à ce type de symétries car, à la première approximation, on utilise une pseudo-norme. Cette approximation peut être très mauvaise dans le cas des figures de pôles à basses symétries. En outre, comme il n'y a aucun critère mathématique de convergence, il est difficile d'arrêter le nombre d'itérations nécessaire pour cette procédure.

La méthode proposée par Liang, Xu et Wang [15], reprise et améliorée par Wagner et Humbert [19], semble être la plus convenable. Cette méthode comporte deux étapes :

- 1ère étape : Détermination des facteurs de normalisation N_i
- 2ème étape : Détermination des coefficients $\tilde{C}_l^{\mu n}$ de la fonction de texture.

1-4-a- Facteurs de normalisation N_i :

En considérant que les mesures d'une figure de pôles correspondent aux valeurs des intensités dans des petites cases le long d'une couronne, la somme des densités de pôles dans cette couronne s'écrit sous la formule suivante :

$$e x C_{h\bar{l}}^k = N_i \sum_j I_{h_i}(j,k) (\cos \phi_k - \cos \phi_{k+1}) \Delta\beta \quad (2-8)$$

où j et k sont, respectivement, le numéro de la case et de la couronne considérée, $I_{h_i}(j,k)$ indique la valeur de l'intensité dans cette case, ϕ_k et ϕ_{k+1} sont les angles qui délimitent la couronne en déclinaison et $\Delta\beta$ est la largeur angulaire de la case en azimut.

La relation (2-8) peut être abrégée sous la forme suivante :

$$\text{ex } C_{hi}^k = N_i \text{ex } \tilde{C}_{hi}^k \quad (2-9)$$

Les $\text{ex } C_{hi}^k$ sont donc des quantités liées aux mesures expérimentales.

D'autre part, si on suppose donné une F.D.O. et les densités de pôles $P_{hi}(y)$ correspondants la quantité $\text{th } C_{hi}^k$ s'écrit [19] :

$$\text{th } C_{hi}^k = \int_{\phi=\phi_k}^{\phi_{k+1}} \int_{\beta=0}^{\beta=2\pi} P_{hi}(y) \sin \phi \, d\phi \, d\beta \quad (2-10)$$

Comme dans la méthode harmonique, la fonction de densité des pôles $P_{hi}(y)$ peut être exprimée en fonction des coefficients \tilde{C}_l^{un} on aboutit à une expression de $\text{th } C_{hi}^k$ qui se présente sous la forme suivante :

$$\text{th } C_{hi}^k = 2\pi (\cos \phi_k - \cos \phi_{k+1}) + \sum_{l=2}^{l_{\max}} (8\pi)^{1/2} G_l^k \sum_{\mu=1}^{M(l)} R \tilde{C}_l^{\mu 0} ; \mu \quad (2)$$

(2-11)

où $R \tilde{C}_l^{\mu_0}$ sont les parties réelles des coefficients $\tilde{C}_l^{\mu_0}$ et G_l^k sont des quantités mathématiques :

$$G_l^k = \int_{\phi_k}^{\phi_{k+1}} P_l^{-0}(\phi) \sin \phi d\phi \quad (2-12)$$

où $P_l^{-0}(\phi)$ sont des polynômes associés aux polynômes de Legendre.

Le facteur de normalisation N_i est finalement obtenu en utilisant la méthode des moindres carrés :

$$\sum_{i=1}^{I} \sum_{k=1}^{K} (th C_{hi}^k - N_i \text{ex} \tilde{C}_{hi}^k)^2 = \min \quad (2-13)$$

où I est le nombre de figures de pôles mesurées et K le nombre de couronnes dans chaque figure de pôles.

Les dérivées partielles de l'expression (2-13) par rapport aux inconnues qui sont, dans notre cas, les $R \tilde{C}_l^{\mu_0}$ et les N_i , nous permet d'aboutir à un système d'équations qu'on peut facilement résoudre par inversion.

1-4-b- Les coefficients $\tilde{C}_l^{\mu n}$ de la fonction de texture $f(g)$:

Une fois les facteurs de normalisation N_i déterminés, la fonction de densité de pôles "expérimentale" peut s'exprimer sous la forme suivante :

$$P_{hi}^{ex}(y) = N_i I_{hi}(y) \quad (2-14)$$

d'autre part, la fonction de densité de pôles développée en série se présente sous la forme [19, 20] :

$$P_{hi}^{th}(y) = 1 + \sum_{l=2}^{l=l_{max}} \sum_{n=0}^{n=l} \frac{4\pi}{2l+1} \varepsilon(n) \bar{P}_l^{-n}(\phi) \sum_{\mu=1}^{M(l)} \quad (2)$$

$$:_{k_l}^{\mu} (hi) (R \tilde{C}_l^{\mu n} \cos n\beta - I \tilde{C}_l^{\mu n} \sin n\beta) \quad (2-15)$$

$$\text{avec } \varepsilon(n) = \begin{cases} \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \sin = 0 \\ (-1)^n \sqrt{\frac{2}{\pi}} \sin \neq 0 \end{cases}$$

La détermination des coefficients $\tilde{C}_l^{\mu n}$ s'effectue en résolvant le système d'équations obtenu à partir de la condition de minimisation :

$$\sum_{i=1}^{i=I} \int_{\phi=0}^{\phi_{\max}} \int_{\beta=0}^{\beta=2\pi} (P_{hi}^{th}(y) - P_{hi}^{ex}(y))^2 dy = \min \quad (2-16)$$

où ϕ_{\max} représente l'angle limite en déclinaison (il est supposé le même pour toutes les figures de pôles).

2- CAS DES MATERIAUX HEXAGONAUX

De manière générale, la symétrie du cristal impose à la fonction de texture $f(g)$ les conditions d'invariance :

$$f(g_j^B \cdot g) = f(g) \quad \forall g \text{ avec } g_j^B \in G_B \quad (2-17)$$

où G_B représente le sous groupe des rotations du groupe de symétrie ponctuel O_B associé au cristal [21,22] et g_j^B le $j^{\text{ème}}$ élément de G_B .

L'existence de la symétrie cristalline a plusieurs conséquences :

- une orientation est représentée par plusieurs rotations équivalentes dans l'espace d'Euler où il est alors possible de définir un domaine

fondamental où une orientation est représentée par un seul point (sauf cas de dégénérescence sur les bords de ce domaine).

- le nombre de coefficients du développement en série de l'O.D.F. est réduit par rapport au cas d'une symétrie de cristal triclinique, ce que l'on prend

en compte en établissant des relations entre coefficients C_l^{mn} ou en

définissant, comme nous l'avons noté depuis le début, une nouvelle base

de fonctions harmoniques sphériques généralisées $T_l^{\mu n}(g)$ avec $1 \leq \mu \leq M(l)$

$M(l)$ dépendant de la symétrie considérée.

Nous allons examiner ces différents points pour le cas de symétrie hexagonale, ou plus exactement pour la classe de $6/m \text{ mm}$ ($G_B = 622$) avec comme éléments générateurs la rotation de $2\pi/6$ autour de l'axe d'ordre 6 et une rotation π autour de l'un des axes binaires orthogonaux. [23]

2-1- Choix du repère K_B et limitation du domaine fondamental de l'espace d'Euler :

2-1-a- La symétrie cristalline :

Dans ce travail le repère $K_B = (X_B, Y_B, Z_B)$ est choisi de telle sorte que Z_B coïncide avec l'axe d'ordre 6 et y_B avec un axe d'ordre 2 (fig. II-1).

L'axe d'ordre 6 du cristal, impose à la fonction de texture une invariance aux points :

$$(\varphi_1, \phi, \varphi_2) = (\varphi_1, \phi, \varphi_2 + k \frac{2\pi}{6}) \text{ avec } k \in Z \quad (2-18)$$

La variation de φ_2 peut donc être limitée à l'intervalle $[0, 2\pi/6]$

L'axe binaire du cristal impose une invariance aux points :

$$(\varphi_1, \phi, \varphi_2) \equiv (\pi + \varphi_1, \pi - \phi, 2\pi - \varphi_2) \equiv (\pi + \varphi_1, \pi - \phi, \frac{\pi}{3} - \varphi_2) \quad (2-19)$$

ce qui permet de diviser le domaine en limitant φ_1 à $[0, \pi]$ ou ϕ à $[0, \pi/2]$ (fig II-2a).

Nous travaillerons par la suite dans le domaine fondamental :

$$0 \leq \varphi_1 \leq 2\pi$$

$$0 \leq \phi \leq \pi/2$$

$$0 \leq \varphi_2 \leq 2\pi/6$$

2-1-b - La symétrie d'échantillon

Le procédé d'élaboration ou de mise en forme d'un matériau peut induire une symétrie dite symétrie d'échantillon. Il existe alors plusieurs possibilités de choix pour le repère d'échantillon. Quel que soit ce choix, la fonction de densité de pôles $P_{hi}(y)$ sera la même et les repères peuvent donc être considérés comme équivalents. Il faut cependant noter que la symétrie d'échantillon a seulement un sens statistique et n'a pas la rigueur imposée par la symétrie cristalline.

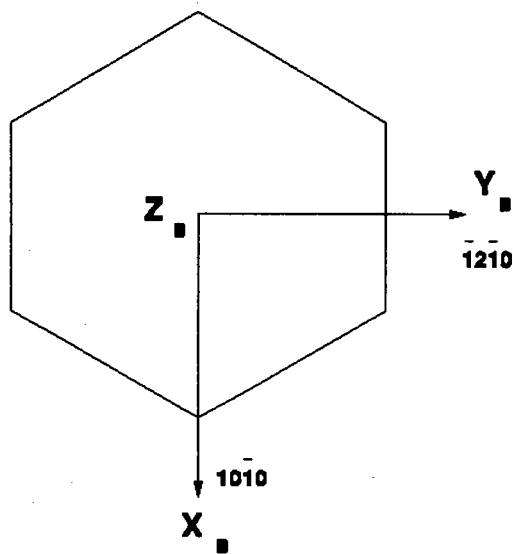


Fig.II-1-a : Choix des axes d'un cristallite de structure hexagonale.

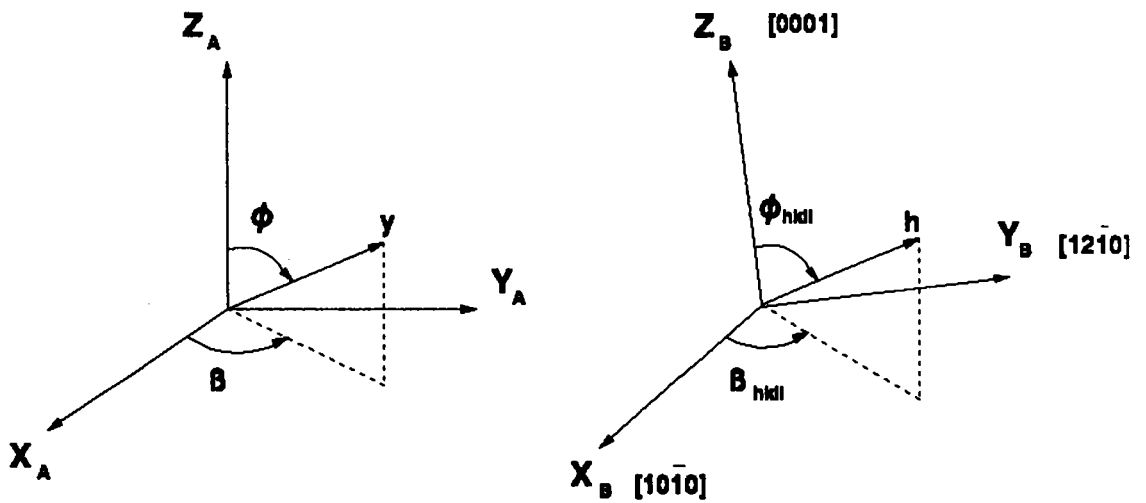


Fig. II-1-b :- Coordonnées polaires d'un vecteur y dans le repère d'échantillon
 - Coordonnées polaires d'un vecteur h dans le repère du cristal K_B .

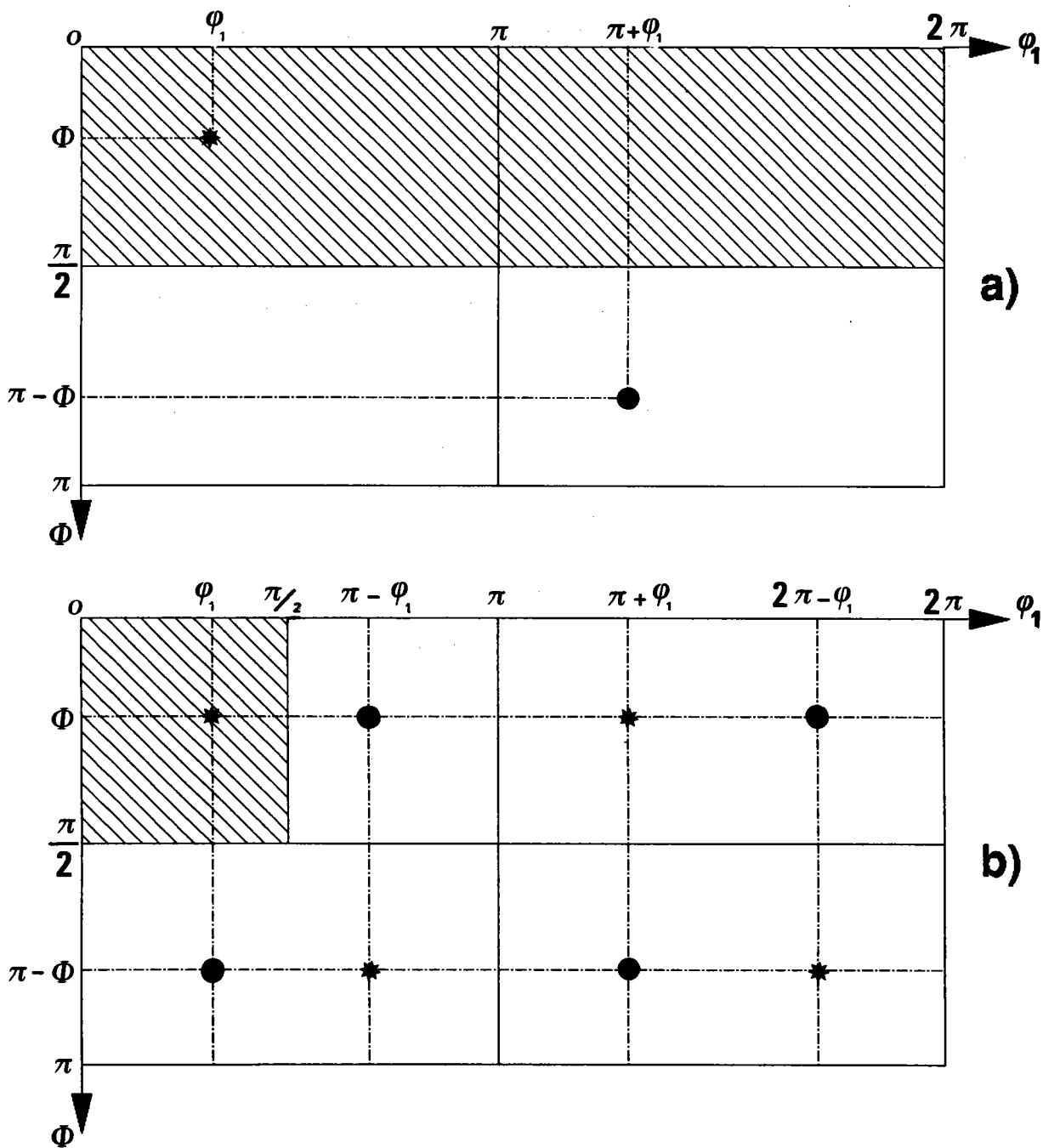


Fig. II-2 : points équivalents dans l'espace d'Euler pour la symétrie hexa-triclinique (triclinique (a), quadratique (b))

$*$ cote φ_2 \bullet cote $\frac{2\pi}{6} - \varphi_2$ \square Domaine fondamental

En considérant le groupe de symétrie orthorhombique 222, symétrie induite par une déformation plane approximativement réalisée lors du laminage, on aura une invariance aux points :

$$\begin{aligned}
 (\varphi_1, \phi, \varphi_2) &\equiv (\pi + \varphi_1, \phi, \varphi_2) \equiv (2\pi - \varphi_1, \pi - \phi, \varphi_2) \\
 &\equiv (\pi - \varphi_1, \pi - \phi, \varphi_2)
 \end{aligned}
 \tag{2-20}$$

La figure (II-2-b) illustre, en projection dans le plan $\varphi_2 = 0$ les points équivalents pour les deux symétries (on ne considère ici que la partie d'espace comprise entre $0 \leq \varphi_2 \leq 2\pi/6$ car les autres points équivalents se déduisent par des translations $k \cdot 2\pi/6$ le long de φ_2).

Le domaine fondamental peut être alors choisi tel que :

$$0 \leq \varphi_1 \leq \pi/2$$

$$0 \leq \phi \leq \pi/2$$

$$0 \leq \varphi_2 \leq 2\pi/6$$

2-2- Intérêts de la symétrie :

Le nombre de figures de pôles minimal nécessaire pour résoudre le système d'équations (2-7) est donné, dans le cas de la symétrie hexagonale, par la relation suivante :

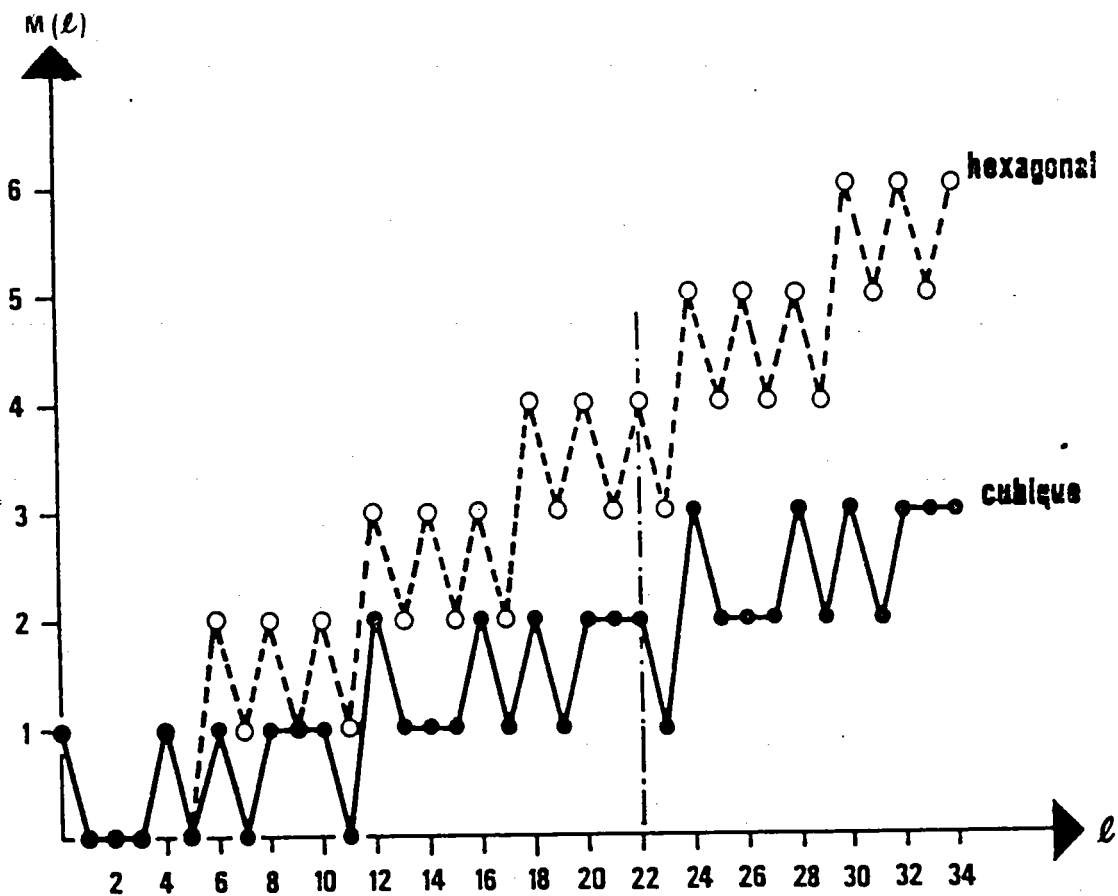


Fig. II-3 : Nombre de figures de pôles nécessaire, $M(l)$ pour une analyse de texture en fonction du rang du développement l .

$$M(l) = \begin{cases} \left[\frac{l}{6} \right] + 1 & \text{pour } l \text{ pair} \\ \left[\frac{l}{6} \right] & \text{pour } l \text{ impair} \end{cases} \quad (2-21)$$

([] indique la partie entière).

La figure (II-3) montre l'évolution du nombre de figures de pôles $M(l)$ en fonction du rang du développement en séries, pour la symétrie considérée. Quatre figures de pôles sont nécessaires pour effectuer l'analyse jusqu'au rang $l = 22$.

L'absence de symétrie d'échantillon (symétrie triclinique) ne modifie pas le nombre de figures de pôles nécessaires pour résoudre le système d'équations (2-7) car à l et n fixés un tel système d'équations contient $M(l)$ inconnues où $M(l)$ est déterminé par la seule symétrie du cristal.

Une fonction harmonique sphérique généralisée s'écrit, dans le cas de la symétrie hexagonale, sous la forme :

$$\dot{T}_l^{\mu n}(g) = \varepsilon(\mu) \{ T_l^{m'n}(g) + (-1)^{l+m'} T_l^{-m'n}(g) \} \quad (2-22)$$

$$\text{avec } m' = 6(\mu - 1) \text{ et } \varepsilon(\mu) = \begin{cases} 1/2 & \text{si } \mu = 1 \\ 1/\sqrt{2} & \text{si } \mu \neq 1 \end{cases}$$

D'autre part, les fonctions harmoniques $\dot{T}_l^{\mu n}(g)$ sont des fonctions à valeurs complexes, elles peuvent donc être scindées en parties réelles et parties imaginaires qui se présenteront sous les formes respectives suivantes :

- si n est pair :

$$\overset{\cdot}{\text{RT}}_1^{\mu n}(g) = \varepsilon(\mu) \left[\cos(n\varphi_1 + m'\varphi_2) P_1^{m'n}(\phi) + (-1)^n \cos(n\varphi_1 - m'\varphi_2) P_1^{m'n}(\pi - \phi) \right]$$

(2-23)

$$\overset{\cdot}{\text{IT}}_1^{\mu n}(g) = \varepsilon(\mu) \left[\sin(n\varphi_1 + m'\varphi_2) P_1^{m'n}(\phi) + (-1)^n \sin(n\varphi_1 - m'\varphi_2) P_1^{m'n}(\pi - \phi) \right]$$

(2-24)

- si n est impair :

$$\overset{\cdot}{\text{RT}}_1^{\mu n}(g) = -\varepsilon(\mu) \left[\sin(n\varphi_1 + m'\varphi_2) \frac{P_1^{m'n}(\phi)}{i} + (-1)^n \sin(n\varphi_1 - m'\varphi_2) \frac{P_1^{m'n}(\pi - \phi)}{i} \right]$$

(2-25)

$$\overset{\cdot}{\text{IT}}_1^{\mu n}(g) = \varepsilon(\mu) \left[\cos(n\varphi_1 + m'\varphi_2) \frac{P_1^{m'n}(\phi)}{i} + (-1)^n \cos(n\varphi_1 - m'\varphi_2) \frac{P_1^{m'n}(\pi - \phi)}{i} \right]$$

(2-26)

où les $P_1^{m'n}(\phi)$ sont les polynômes de Jacobi tels qu'ils sont définis par Bunge [5-20].

En tenant compte du fait que les coefficients $C_l^{\mu n}$ sont aussi des valeurs complexes, l'expression (2-2) de la fonction de texture se présentera alors comme suit :

- si n est pair :

$$\begin{aligned}
 f(g) = 1 + \sum_{l=1}^{l=\text{max}} \sum_{\mu=1}^{\mu=M(l)} \sum_{\substack{n=1 \\ n \equiv 0 \\ (2)}}^{n=l} \varepsilon(n) \left\{ 2 RC_l^{\mu n} \varepsilon(\mu) \left[\cos n \varphi_1 \cos m' \varphi_2 \left(\sum_{\substack{s=0 \\ (2)}}^{s=l} a_l^{m'ns} \cos s \phi \right) \right. \right. \\
 \left. \left. - \sin n \varphi_1 \sin m' \varphi_2 \left(\sum_{\substack{s=1 \\ (2)}}^{s=l} a_l^{m'ns} \cos s \phi \right) \right] \right. \\
 (2-27) \quad \left. - 2 IC_l^{\mu n} \varepsilon(\mu) \left[\sin n \varphi_1 \cos m' \varphi_2 \left(\sum_{\substack{s=0 \\ (2)}}^{s=l} a_l^{m'ns} \cos s \phi \right) \right. \right. \\
 \left. \left. + \cos n \varphi_1 \sin m' \varphi_2 \left(\sum_{\substack{s=1 \\ (2)}}^{s=l} a_l^{m'ns} \cos s \phi \right) \right] \right\}
 \end{aligned}$$

- si n est impair :

$$\begin{aligned}
 f(g) = 1 + \sum_{l=1}^{l=\text{max}} \sum_{\mu=1}^{\mu=M(l)} \sum_{\substack{n=1 \\ n \equiv 1 \\ (2)}}^{n=l} \varepsilon(n) \left\{ -2 RC_l^{\mu n} \varepsilon(\mu) \left[\sin n \varphi_1 \cos m' \varphi_2 \left(\sum_{\substack{s=0 \\ (2)}}^{s=l} \frac{a_l^{m'ns}}{i} \sin s \phi \right) \right. \right. \\
 \left. \left. + \cos n \varphi_1 \sin m' \varphi_2 \left(\sum_{\substack{s=1 \\ (2)}}^{s=l} \frac{a_l^{m'ns}}{i} \sin s \phi \right) \right] \right. \\
 (2-28) \quad \left. - 2 IC_l^{\mu n} \varepsilon(\mu) \left[\cos n \varphi_1 \cos m' \varphi_2 \left(\sum_{\substack{s=0 \\ (2)}}^{s=l} \frac{a_l^{m'ns}}{i} \sin s \phi \right) \right. \right. \\
 \left. \left. - \sin n \varphi_1 \sin m' \varphi_2 \left(\sum_{\substack{s=1 \\ (2)}}^{s=l} \frac{a_l^{m'ns}}{i} \sin s \phi \right) \right] \right\}
 \end{aligned}$$

$$\text{avec } \varepsilon(n) = \begin{cases} 1 & \text{si } n=0 \\ 2 & \text{si } n \neq 0 \end{cases} \quad \text{et } \varepsilon(\mu) = \begin{cases} 1/2 & \text{si } \mu=1 \\ 1/\sqrt{2} & \text{si } \mu > 1 \end{cases}$$

Les coefficients $a_l^{m'ns}$ sont les coefficients de développement en somme de Fourier des polynômes associés aux polynômes de Jacobi $P_l^{mn}(\phi)$ qui interviennent dans la définition des harmoniques sphériques généralisées $T_l^{mn}(g)$ [5-20]

Ce sont les formules (2-27) et (2-28) qui serviront de base au programme, dit de synthèse, qui calculera l'ensemble des valeurs d'une fonction de texture $f(g)$ connaissant ses coefficients $C_l^{\mu n}$.

2-3- Conditions d'analyse :

Le signal recueilli lors de l'enregistrement des intensités diffractées par un échantillon placé dans un goniomètre de texture est affecté par des paramètres liés aux conditions expérimentales [24] .

- la portion de l'espace exploré,
- la défocalisation du faisceau diffracté,
- le fond continu
- la distance entre deux raies de diffraction voisine
- la porosité et la rugosité de surface de l'échantillon, sont, parmi tant d'autre, des facteurs qui influent sur l'intensité du faisceau diffracté détecté en réflexion. La réflexion à elle seule ne permet pas d'atteindre la périphérie des figures de pôles en raison du phénomène de défocalisation inhérent au montage expérimental [25]. Les figures de pôles complètes nécessitent donc des mesures en transmission. Cependant, la préparation d'un échantillon suffisamment mince se révèle très délicate car le coefficient d'absorption de certains matériaux étudiés par les rayons X est très élevé. A cela s'ajoute le problème de raccordement des intensités diffractées recueillies par le compteur quand on travaille successivement en réflexion puis en transmission.

Toutes ces difficultés nous ont poussé à nous limiter à des mesures en réflexion et à utiliser le formalisme exposé au paragraphe (II-1-4).

Une chaîne de programmes écrits en fortran a été conçue pour exploiter les figures de pôles incomplètes et effectuer des analyses de texture ainsi que le tracé des figures de pôles et des sections de la fonction de texture.

Les différents programmes qui interviennent dans l'analyse des textures sont élaborés à partir des relations mathématiques citées précédemment avec le souci d'effectuer les calculs avec une précision suffisante pour que les erreurs numériques soient négligeables par rapport aux erreurs expérimentales qui entachent les données.

Les figures de pôles expérimentales (00.2), (10.0), (10.1) et (10.2) serviront de données aux programmes d'analyse pour la détermination des coefficients $C_1^{\mu n}$ de la fonction de texture. Ces figures de pôles sont mesurées, en pratique, jusqu'au voisinage de 80° en déclinaison. Pour les figures de pôles (10.0) les corrections de bruit de fond et de défocalisation sont particulièrement importantes car beaucoup de textures sont telles que les pics d'intensité sont situés à la périphérie de cette figure (10.0).

Pour la mesure, on utilise les tubes cathodiques de cuivre ou de molybdène suivant le matériau étudié en tenant compte de l'effet de fluorescence et de la distance angulaire entre les raies de diffraction. Pour notre cas où les matériaux étudiés sont surtout le titane et le zirconium, nous avons employé un tube cathodique au cuivre qui permet une meilleure séparation angulaire des raies de diffraction par rapport au cas du molybdène.

L'ensemble des données nécessaires à une analyse de texture représente environ 5000 valeurs, qui bien sûr, sont entachées d'erreurs plus ou moins importantes selon les conditions expérimentales et aussi selon la texture elle-même. Il est donc très important d'estimer la qualité d'une analyse de texture avant de vouloir en exploiter les résultats.

2-4- Critère d'erreur et qualité :

La qualité d'une analyse de texture est contrôlée par un certain nombre de paramètres qu'on nomme ici, "coefficients d'erreur". Ces coefficients d'erreur sont basés sur la comparaison des figures de pôles expérimentales normées et des figures de pôles recalculées à partir des coefficients $C_1^{\mu n}$ obtenus par l'analyse.

On voit que le terme erreur est quelque peu abusif puisque, faute de mieux, on se réfère aux données expérimentales entachées d'erreurs.

Ils se présentent comme suit :

$$ERN1(hi) = \frac{1}{N_t} \sum_{k=1}^{k=N_t} \left| P_{hi}^{exp}(y_k) - P_{hi}^{rec}(y_k) \right|$$

$$ERN2(hi) = \frac{1}{N_t} \sum_{k=1}^{k=N_t} \left| P_{hi}^{exp}(y_k) - P_{hi}^{rec}(y_k) \right|^2$$

$$RP(hi) = \frac{100}{N_t} \sum_{k=1}^{k=N_t} \frac{\left| P_{hi}^{exp}(y_k) - P_{hi}^{rec}(y_k) \right|}{P_{hi}^{exp}(y_k)} \quad \text{pour } P_{hi}^{exp}(y_k) > \epsilon \quad (\epsilon = 0,01)$$

$$RP1(hi) = \frac{100}{N_t} \sum_{k=1}^{k=N_t} \frac{\left| P_{hi}^{exp}(y_k) - P_{hi}^{rec}(y_k) \right|}{P_{hi}^{exp}(y_k)} \quad \text{pour } P_{hi}^{exp}(y_k) > 1$$

ERN1(hi) représente l'écart absolu moyen entre les valeurs expérimentales et les valeurs recalculées pour une figure de pôles hi. N_t est le nombre total de points mesurés dans une figure de pôles.

ERN2(hi) : représente l'écart absolu moyen au carré. Ce coefficient d'erreur prend particulièrement en compte l'ajustement des pics.

RP(hi) : représente l'erreur relative moyenne pour la figure de pôles hi. Ce coefficient d'erreur est particulièrement sensible à la reproduction des petites valeurs de la figure de pôles.

RP1(hi) : représente l'erreur relative moyenne sur les valeurs supérieurs à 1 de la figure de pôles.

L'exploitation des valeurs numériques obtenues pour ces coefficients à l'issue d'une analyse de texture nécessite une certaine expérience : des références telles que valeurs obtenues pour des analyses effectuées à partir de mesures aux neutrons, étude de cas théoriques, résultats obtenus pour d'autre matériaux étudiés aux rayons X sont utilisés pour attribuer en définitive un "label de qualité" à l'analyse effectuée.

III - LA POSITIVITE DANS L'ANALYSE DE TEXTURE

1- INTRODUCTION

Les figures de pôles expérimentales $I_{h_i}(y)$ sont, en réalité, la superposition de $I_{h_i}(y)$ et $I_{-h_i}(y)$ que le compteur ne peut séparer, soit en raison de la centrosymétrie des cristaux [6], soit en raison de la loi de Friedel (égalité des facteurs de structure $|F_{\vec{h}}| = |F_{-\vec{h}}|$)

De ce fait, les figures de pôles expérimentales ne rendent compte que d'une partie de la fonction de texture. En effet, l'inversion de l'équation intégrale (2-1) ne détermine de façon univoque qu'une partie de $f(g)$ appelée partie directement déterminable $\tilde{f}(g)$ [26,27,28]. La partie qui échappe à la détermination univoque sera notée $\tilde{\tilde{f}}(g)$. La fonction de texture pourra donc se présenter sous la forme suivante :

$$f(g) = \tilde{f}(g) + \tilde{\tilde{f}}(g) \quad (3-1)$$

Dans le cas des cristaux centro-symétriques, la partie déterminable $\tilde{f}(g)$ a un développement en série qui ne contient que des termes d'indices l pairs, alors que $\tilde{\tilde{f}}(g)$ regroupe les termes d'indices l impairs [28].

Dans la méthode harmonique on calcule successivement $\tilde{f}(g)$ puis $\tilde{\tilde{f}}(g)$. Nous allons indiquer au paragraphe suivant la méthode développée pour obtenir de façon optimale, à partir de figures de pôles incomplètes, la partie paire $\tilde{f}(g)$.

Nous montrerons à partir de tests originaux quelle est l'amélioration apportée dans l'analyse de texture. La fin de ce chapitre sera consacrée à la détermination de $\tilde{\tilde{f}}(g)$ par une technique de positivité généralisée.

2 - LA POSITIVITE DANS LA DETERMINATION DE $\tilde{f}(g)$:

L'apparition des valeurs négatives dans les figures de pôles recalculées est due aux erreurs de mesures dans les figures de pôles expérimentales.

Une analyse de texture nécessite environ 5000 points de mesures ; si ces valeurs ne sont pas entachées d'erreurs, on aboutit à une solution parfaitement compatible qui se traduit par des figures de pôles recalculées totalement positives ; mais en général ce n'est pas le cas, la compatibilité n'est plus tout à fait assurée. Une solution moyenne au sens des moindres carrés peut conduire à $P_{hi}(y) < 0$ en certains points. Ceci nous amène à rechercher une solution avec la condition :

$$P_{hi}(y) \geq 0 \quad (3-2)$$

Dahms et Bunge [29,30] ont proposé une procédure itérative que nous avons modifiée au niveau du calcul de la première approximation des coefficients de normalisation N_i .

Cette procédure se présente comme suit :

a- Calcul de la première approximation du facteur de normalisation N_i et des

coefficients $\tilde{C}_l^{\mu n}$, à partir des figures de pôles incomplètes, ainsi que nous

l'avons décrit au précédent chapitre.

b- Les coefficients $\tilde{C}_l^{\mu n}$ ainsi obtenus nous permettent de recalculer les

figures de pôles d'une façon complète et de calculer autant de figures de pôles supplémentaires désirées (expression 2-15).

c- Application de la condition de positivité en mettant égales à zéro toutes les valeurs négatives, ceci dans toute la figure de pôles dans le cas où celle ci est supplémentaire et seulement dans la partie périphérique dans le cas où celle ci est recalculée tout en maintenant fixe la partie centrale mesurée.

d- Recalculer le facteur de normalisation puis normalisation des figures de pôles obtenues à l'étape précédente.

e- Calculer une nouvelle approximation des coefficients $\tilde{C}_l^{\mu n}$ (expression 2-16) à partir de ce nouvel ensemble de figures de pôles complètes. La boucle itérative est ainsi obtenue.

La figure (III-1 a et b) illustre les étapes de cette procédure itérative.

Le critère de qualité utilisé est la somme des valeurs négatives dans chaque figure de pôles, la procédure itérative s'arrête quand la somme des valeurs négatives est nulle ou réduite à un certain seuil faible arbitraire.

Pour tester la validité et l'efficacité de cette méthode, nous l'avons appliquée à deux exemples de texture : le premier étant une texture théorique composée d'une seule orientation idéale (composante gaussienne), le deuxième est une texture réelle d'un échantillon de titane de symétrie hexagonale.

Il s'agit notamment de répondre aux deux questions suivantes :

- l'utilisation de la positivité et des figures de pôles supplémentaires permet-elle d'améliorer la solution (augmentation du pouvoir de résolution) ?
- face à des données entachées d'erreurs, la technique de positivité conduit-elle à une solution plus correcte que l'analyse traditionnelle ?

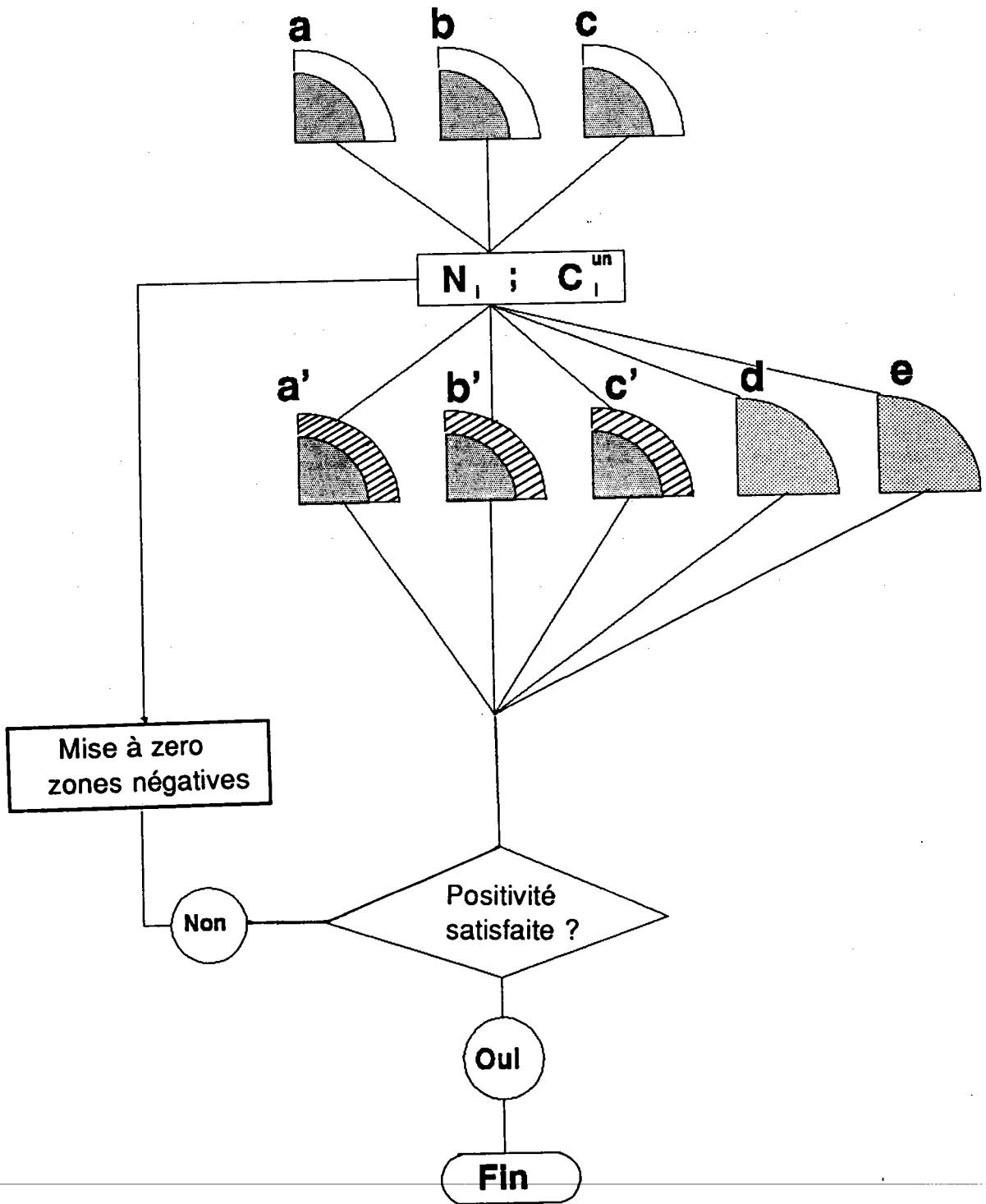


Fig.III-1-a : Schéma de la procédure itérative avec la condition de positivité dans le calcul de $f(g)$ à partir des F.P. incomplètes.

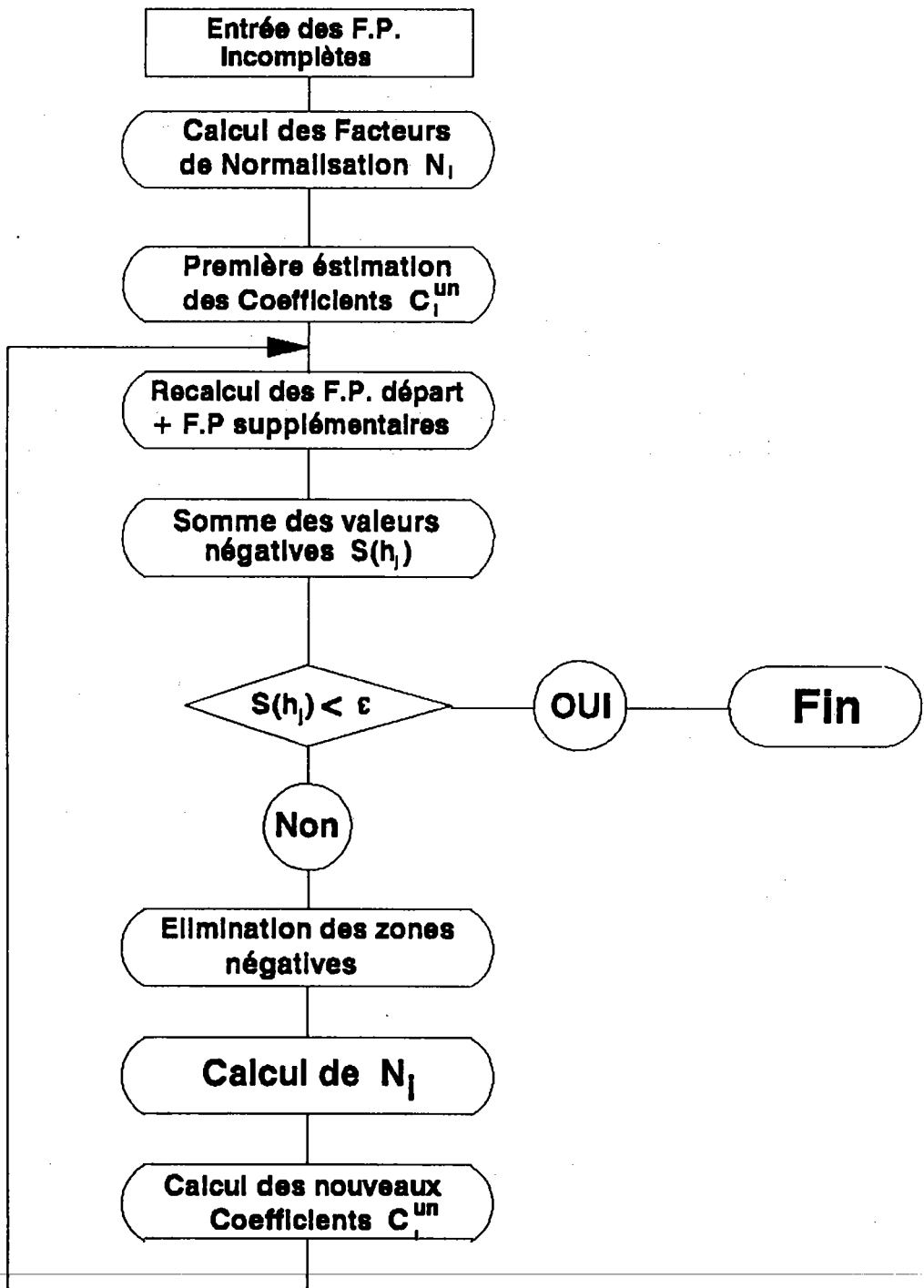


Fig. III-1-b : Organigramme de la procédure itérative avec la condition de positivité dans le calcul de $\tilde{f}(g)$ à partir des figures de pôles incomplètes.

2-1- Exemple théorique :

Pour une gaussienne centrée en ($\varphi_1 = 10$, $\phi = 40$, $\varphi_2 = 20$) d'ouverture $\phi_0 = 13^\circ$, nous avons calculé, à l'aide d'un programme d'analyse, les coefficients $\tilde{C}_l^{\mu n}$ et la fonction de texture $f^{th}(g)$ correspondante (fig.III-2).

D'autre part, les coefficients $\tilde{C}_l^{\mu n}$ obtenus nous ont permis de calculer les figures de pôles complètes des plans (00.2) ; (10.0) ; (10.1), (10.2) et (20.1) sur une grille de 4° en azimuth et 3° en déclinaison ce qui fait 30 couronnes de 90 cases pour chaque figure de pôles.

En omettant volontairement les cinq dernières couronnes de chaque figure de pôles, nous disposons d'un ensemble de figures de pôles incomplètes qui constitue donc les données "expérimentales" avec $\phi_{max} = 75^\circ$.

Pour répondre à la première question, nous avons procédé de la façon suivante :

a- Nous avons effectué une analyse de texture sans appliquer la positivité en utilisant un nombre suffisant de figures de pôles incomplètes. En effectuant le développement en série jusqu'au rang $l_{max} = 22$, nous avons utilisé 5 figures de pôles (fig.III-3).

Les résultats obtenus, tableau (3-1), serviront de référence pour les cas où la positivité sera appliquée.

b- Nous avons effectué une analyse de texture en utilisant, au départ, un nombre réduit de figure de pôles.

Deux figures de pôles "expérimentales", (00.2) et (10.0) incomplètes, ont été utilisées dans notre cas. Ainsi, le développement en série est limité, au départ, avec ces deux figures de pôles, à $l_{max} = 10$ puis au passage à la deuxième itération, on dispose de cinq figures de pôles complètes, les deux figures de pôles "expérimentales" (00.2) et (10.0) et trois autres supplémentaires, (10.1), (10.2) et (20.1), ce qui nous permet de passer à $l_{max}=22$.

Les résultats obtenus au bout d'une quarantaine d'itérations, tableau (3-2) sont très satisfaisants comparativement au cas sans positivité.

F (6) PAIRE. O.I. (10 40 20) PHI0=13 5 F.P. LMAX=22 PHI1=0, 360, 15

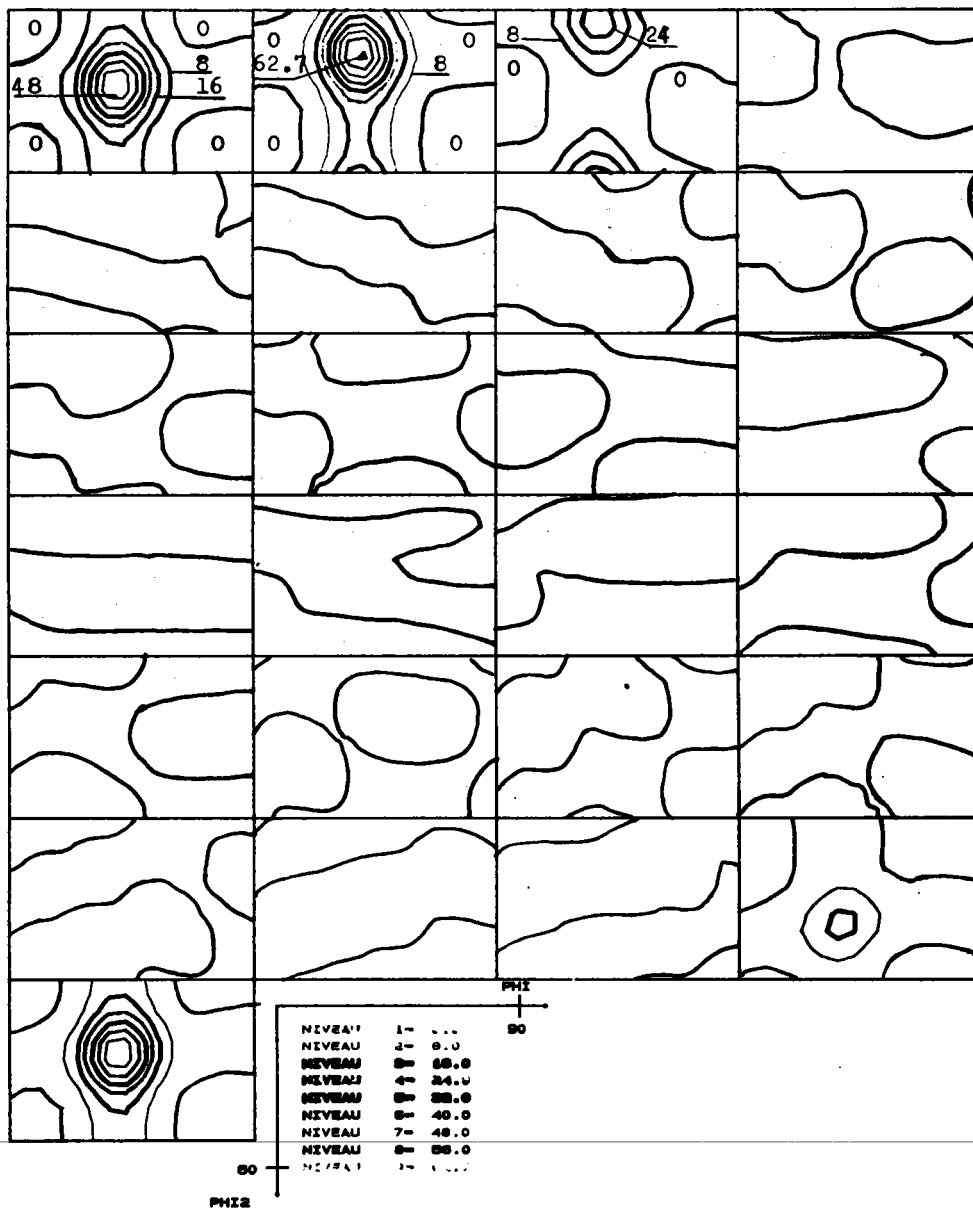


Fig. III-2 : O.D.F. de l'orientation centrée en ($\phi_1 = 10$, $\phi = 40$, $\phi_2 = 20$)

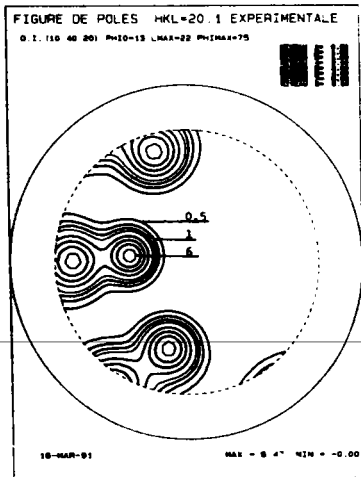
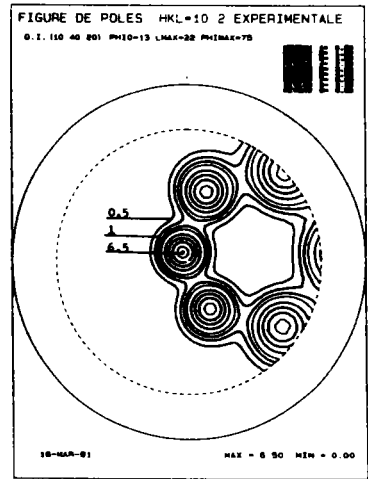
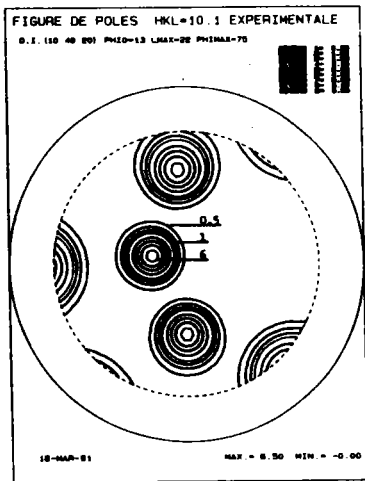
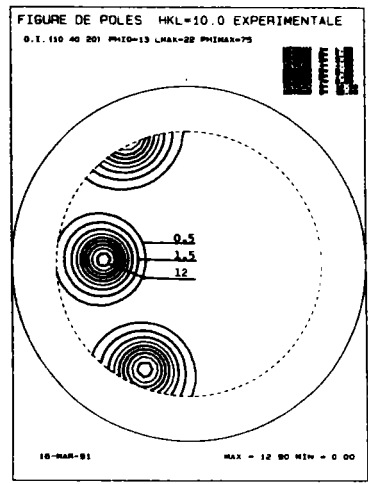
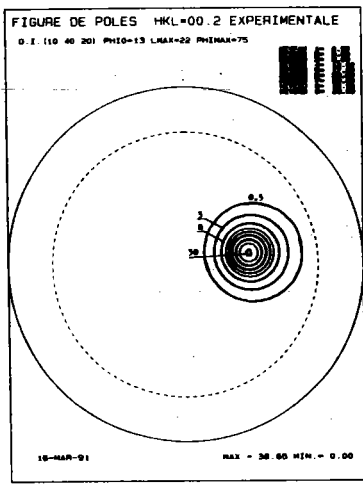


Fig. III-3 : Figures de pôles de l'orientation centrée en ($\varphi_1 = 10, \phi = 40, \varphi_2 = 20$)

Pour répondre à la deuxième question, nous avons falsifié volontairement les données de départ en induisant une erreur statistique et une erreur systématique.

L'erreur statistique, représentative des fluctuations statistiques des mesures est obtenue en perturbant aléatoirement toutes les données des figures de pôles dans un intervalle de 20%. L'erreur systématique, représentative de l'erreur de correction du fond continu, est obtenue en ajoutant une valeur constante à chaque figure de pôles.

Nous réalisons ainsi un "jeu de données expérimentales" entachées d'erreurs.

$$\tilde{P}_{hi}^{\text{fals}}(y) = \tilde{P}_{hi}(y) + (0,5 - \text{rdm}) \varepsilon \tilde{P}_{hi}(y) + \text{Err.sys.} \quad (3-3)$$

rdm représente un nombre aléatoire compris entre 0 et 1. ε est un paramètre qui fixe le taux de falsification, nous l'avons mis à $2 \times 20\%$ dans notre cas.

Ainsi, si $\text{rdm} = 0$ ou $\text{rdm} = 1$ et sans erreur systématique, l'erreur relative s'écrit :

$$\frac{\Delta P_{hi}}{P_{hi}} = \frac{\varepsilon}{2} \quad (3-4)$$

Le résultat obtenu au bout d'une vingtaine d'itérations à partir de ces données falsifiées avec la méthode de positivité se révèle très satisfaisant.

En effet, à partir de 3 figures de pôles incomplètes ; (00.2), (10.0) et (10.1) avec un développement jusqu'à $l_{\text{max}} = 16$ pour la première itération et avec un développement jusqu'à $l_{\text{max}} = 22$ à partir de la deuxième itération avec 2 figures supplémentaires, (10.2) et (20.1), nous avons obtenu un résultat, tableau (3-4), nettement amélioré par rapport au cas effectué dans les mêmes conditions mais sans positivité, tableau (3-3). (Les coefficients d'erreur se réfèrent évidemment aux données exactes qui sont connues dans le cas actuel). Ce même résultat est comparable au tout premier cas, tableau (3-1), là où il n'y a ni falsification ni positivité.

La technique de positivité conduit donc à une solution plus correcte que l'analyse traditionnelle.

| F.P | ERN1 | RP(%) | ERN2 | RP1(%) |
|------|-------|-------|--------|--------|
| 00.2 | 0.01 | 7 | 0.0007 | 0.8 |
| 10.0 | 0.01 | 9 | 0.0004 | 0.8 |
| 10.1 | 0.01 | 4 | 0.0002 | 0.6 |
| 10.2 | 0.01 | 5 | 0.0003 | 0.6 |
| 20.1 | 0.009 | 7 | 0.0002 | 0.6 |

Tableau 3-1 : Coefficients d'erreurs d'une analyse de texture sans positivité à partir de 5 f.p incomplètes ($\phi_{\max}=75^\circ$)

| F.P | | ERN1 | RP(%) | ERN2 | RP1(%) |
|------|----|------|-------|------|--------|
| 0.02 | AP | 0.04 | 31 | 0.01 | 1 |
| | SP | 0.8 | 884 | 1.6 | 20 |
| 10.0 | AP | 0.07 | 52 | 0.03 | 5 |
| | SP | 0.4 | 560 | 0.4 | 30 |
| 10.1 | AP | 0.1 | 74 | 0.04 | 10 |
| | SP | 0.5 | 436 | 0.4 | 23 |
| 10.2 | AP | 0.1 | 56 | 0.05 | 9 |
| | SP | 0.6 | 391 | 0.5 | 24 |
| 20.1 | AP | 0.1 | 68 | 0.03 | 8 |
| | SP | 0.4 | 439 | 0.3 | 25 |

Tableau 3-2 : Coefficients d'erreurs d'une analyse de texture à partir de 2 f.p incomplètes avec positivité (AP) et sans positivité (SP)

| F.P | ERN1 | RP(%) | ERN2 | RP1(%) |
|------|------|-------|------|--------|
| 00.2 | 0.21 | 123 | 0.2 | 7 |
| 10.0 | 0.14 | 196 | 0.05 | 7 |
| 10.1 | 0.07 | 49 | 0.02 | 4 |
| 10.2 | 0.20 | 139 | 0.07 | 8 |
| 20.1 | 0.24 | 262 | 0.09 | 12 |

Tableau 3-3 : Coefficients d'erreurs d'une analyse de texture à partir de données falsifiées sans positivité

| F.P | ERN1 | RP(%) | ERN2 | RP1(%) |
|------|------|-------|------|--------|
| 00.2 | 0.14 | 78 | 0.12 | 7 |
| 10.0 | 0.13 | 127 | 0.05 | 7 |
| 10.1 | 0.08 | 52 | 0.02 | 4 |
| 10.2 | 0.16 | 66 | 0.05 | 7 |
| 20.1 | 0.12 | 63 | 0.03 | 7 |

Tableau 3-4 : Coefficients d'erreurs d'une analyse de texture à partir de données falsifiées avec positivité

2-2- Exemple pratique :

Nous avons appliqué la technique de positivité à un cas réel qui est un échantillon de titane nommé Ti 1.

Les données expérimentales sont constituées de quatre figures de pôles (00.2), (10.0), (10.1) et (10.2) incomplètes ($\phi_{\max} = 75^\circ$).

Dans ce cas pratique on ne connaît pas, évidemment, les valeurs exactes des figures de pôles ; les "coefficients d'erreurs" reprennent donc leur sens traditionnel, c'est-à-dire une mesure de "l'écart" entre les figures de pôles expérimentales et les figures de pôles recalculées.

Les tableaux (3-5 et 3-6) montrent ces coefficients pour deux analyses effectuées dans des conditions distinctes :

- dans le premier cas, nous avons effectué une analyse traditionnelle (sans positivité) en utilisant les trois figures de pôles expérimentales [(00.2), (10.1) et (10.2)]. Le développement a été effectué jusqu'à $l_{\max} = 16$.
- dans le deuxième cas, nous avons utilisé les mêmes figures de pôles expérimentales et introduit la technique de positivité.

Nous n'avons pas utilisé la figure de pôles (10.0) car, comme nous l'avons déjà signalé au chapitre (II-2-3), les pics d'intensité de cette figure de pôles sont situés à la périphérie ; les corrections de bruit de fond effectuées sur cette figure de pôles sont alors déterminantes ; par conséquent, les données de cette figure de pôle peuvent être fortement falsifiées, nous avons donc préféré l'utiliser comme figure supplémentaire avec la figure de pôles (20.1). Le rang du développement est passé de $l_{\max} = 16$ à $l_{\max} = 22$ à partir de la deuxième itération (moment d'introduction des figures de pôles supplémentaires).

La première remarque est que les coefficients d'erreurs respectifs, sans et avec positivité, sont très voisins, avec une légère baisse dans le deuxième cas. Alors, nous avons considéré d'autres paramètres tels que l'évolution de la somme des valeurs négatives dans chaque figure de pôles au cours des itérations, ainsi que la reproduction des maxima et des minima.

| F.P | ERN1 | RP(%) | ERN2 | RP1(%) |
|------|------|-------|------|--------|
| 00.2 | 0.31 | 45 | 0.18 | 19 |
| 10.1 | 0.12 | 18 | 0.02 | 9 |
| 10.2 | 0.27 | 33 | 0.11 | 18 |

Tableau 3-5 : Coefficients d'erreurs d'une analyse de texture sans positivité à partir de 3 f.p expérimentales ($\phi_{\max}=75^\circ$)

| F.P | ERN1 | RP(%) | ERN2 | RP1(%) |
|------|------|-------|------|--------|
| 00.2 | 0.30 | 44 | 0.17 | 18 |
| 10.1 | 0.11 | 17 | 0.02 | 9 |
| 10.2 | 0.26 | 32 | 0.10 | 17 |

Tableau 3-6 : Coefficients d'erreurs d'une analyse de texture avec positivité à partir de 3 f.p expérimentales ($\phi_{\max}=75^\circ$)

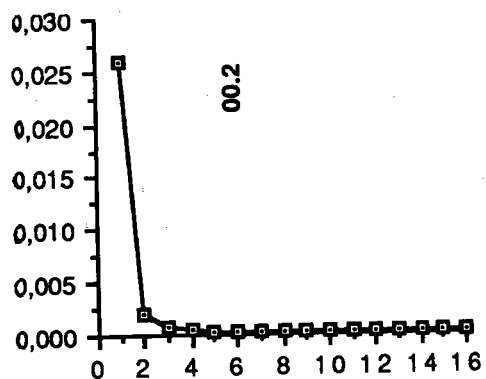
L'évolution de la somme des valeurs négatives dans chaque figure de pôles (exprimée dans les figures (III-4 a-b-c-d) en pourcentage par rapport à la somme totale dans chaque figure de pôles), montre une certaine convergence au cours des itérations. On constate une brusque diminution au début, puis une tendance vers une stabilisation où l'évolution devient de moins en moins importante. On s'est basé sur le taux de cette évolution pour stopper les itérations.

En fonction de la qualité des données, la convergence conduit à une solution plus ou moins proche d'une solution satisfaisante, c'est à dire d'une solution correspondant à des figures de pôles recalculées entièrement positives.

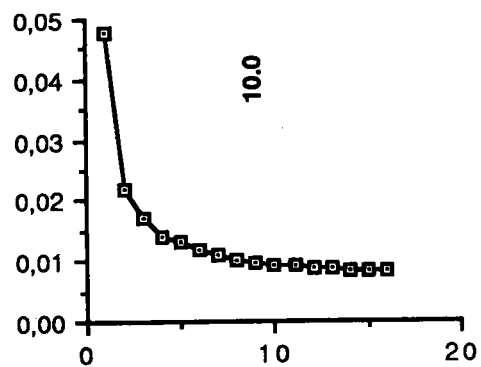
Le tableau 3-7 illustre les valeurs respectives des maxima et des minima relatifs aux figures de pôles expérimentales et recalculées sans et avec positivité. [Les maxima sont reproduits dans les mêmes proportions] ; mais en considérant les minima, on constate, effectivement, que la solution obtenue avec la technique de positivité a plus de sens physique par rapport au cas sans positivité ; en outre, l'exemple théorique a montré l'effet bénéfique vis à vis des "vraies" données.

| F.P | MAXIMA | | | MINIMA | | |
|------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| | EXPERIM. | RECAL SP | RECAL AP | EXPERIM. | RECAL SP | RECAL AP |
| 00.2 | 10.44 | 8.88 | 9.11 | 0. | -2.16 | -0.07 |
| 10.1 | 2.25 | 2.08 | 2.08 | 0.1 | -0.01 | 0. |
| 10.2 | 3.91 | 3.36 | 3.54 | 0.04 | -0.52 | -0.21 |

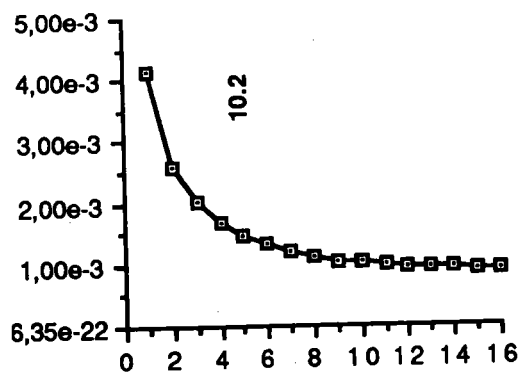
Tableau 3-7 : Maxima et minima des f.p expérimentales et f.p recalculées sans et avec positivité



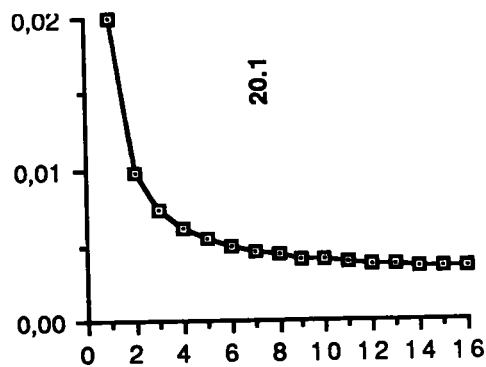
a



b



c



d

Fig. III-4 : Evolution de la somme des valeurs négatives dans les f.p.

Pour mieux illustrer les résultats, nous avons imaginé un schéma interprétatif (fig. III-5) sur lequel on a indiqué les positions relatives des figures de pôles expérimentales et recalculées sans et avec positivité, ainsi que la position hypothétique des figures de pôles "exactes" c'est à dire celles qui devaient, normalement, nous servir de références.

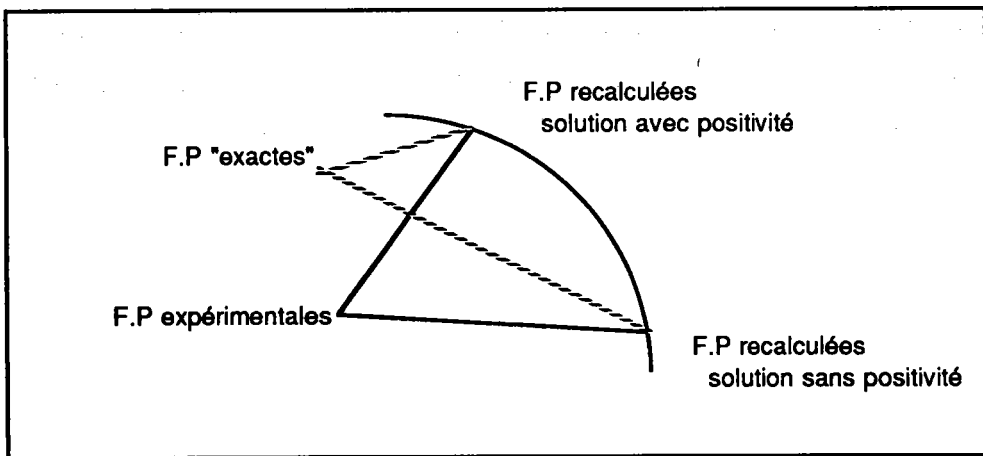


Fig. III-5 : Erreurs en terme de distance entre figures de pôles expérimentales et recalculées sans et avec positivité ainsi que la position des solutions vis à vis des valeurs exactes.

Ces essais nous permettent de tirer une double conclusion :

- la positivité modifie peu la "distance" (c'est à dire les "erreurs") vis à vis des données expérimentales réelles ; par contre elle permet d'aboutir à une solution beaucoup plus satisfaisante physiquement (disparition des valeurs négatives).

- elle rapproche la solution calculée de la solution vraie ; si ceci reste hypothétique pour le cas pratique où les données exactes ne sont pas connues nous l'avons démontré avec l'exemple théorique précédent.

3 - LA POSITIVITE DANS LA FONCTION DE TEXTURE :

Dans la méthode harmonique, le calcul de la fonction de texture, s'il se limite à $\tilde{f}(g)$, présente dans certains cas des pics secondaires qui ne doivent pas leur existence au seul effet de la troncature. Ils étaient observés pour la première fois par Matsuo [31] et Pospiech [32] qui, pour attirer l'attention, leur a attribué le nom de "fantômes".

En 1979, reprenant le problème de l'équation intégrale qui relie figures de pôles et fonction de texture, Matthies indiquait que, dans le formalisme de la méthode harmonique, il fallait écrire le développement en série de $f(g)$ en incluant les termes d'indices l pairs et impairs quelle que soit la symétrie cristalline [33], seul l'opérateur mathématique décrivant la "projection" c'est à dire le passage de la fonction de texture à la figure de pôles, était responsable de la disparition des termes d'indices l impairs du développement de la figure de pôles.

$$\int_{hi//y} \tilde{f}(g) dg = 0 \quad (3-5)$$

donc :

$$\int_{hi//y} f(g) dg = \int_{hi//y} \tilde{f}(g) dg = \tilde{P}_h f(y) \quad (3-6)$$

Ainsi deux fonctions de texture $f_1(g)$ et $f_2(g)$ qui diffèrent seulement par leur partie impaire fourniront, par "projection", les mêmes figures de pôles. $\tilde{f}(g)$ n'apporte aucune contribution à la figure de pôles ou, en termes plus mathématiques, $\tilde{f}(g)$ appartient au noyau de l'application qui à $f(g)$ associe une figure de pôles. Une certaine incertitude règne quant aux dimensions du noyau de cette application. La définition d'une "largeur de variation" du spectre des solutions a été introduite pour décrire l'ensemble des O.D.F. correspondant à un ensemble donné de figures de pôles, fig. (III-6).

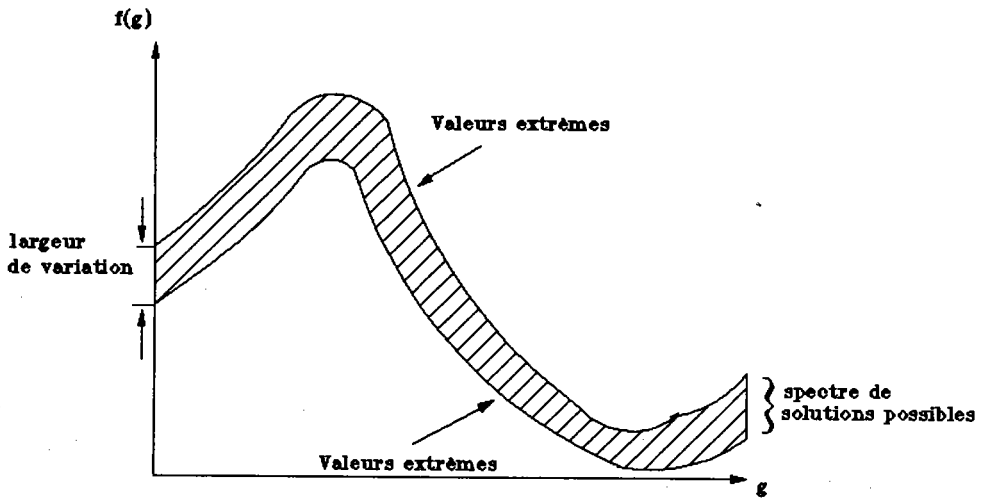


Fig. III-6 : Spectre des solutions de l'O.D.F. correspondant au même jeu de figures de pôles.

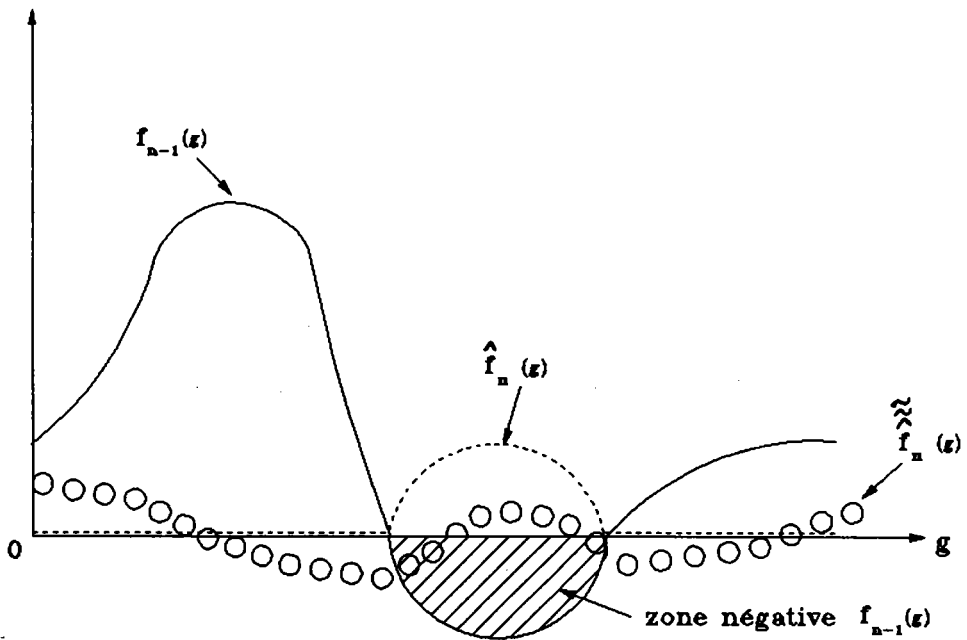


Fig. III-7 : Les différentes fonctions utilisées dans la procédure itérative pour le calcul de la partie impaire de $\tilde{f}(g)$.

Le problème de l'inversion des figures de pôles (la détermination de l'O.D.F. complète) n'a donc pas de solution unique. Des tentatives ont été effectuées pour obtenir une valeur approchée de la partie non déterminable directement, $\tilde{f}(g)$, [34a, 34b, 35]. Toutes les propositions sont pratiquement basées sur le fait que la fonction de texture totale $f(g)$ est par définition positive ou nulle :

$$f(g) = \tilde{f}(g) + \tilde{f}(g) \geq 0 \quad (3-7)$$

Dans le cadre de la méthode harmonique, quatre solutions ont été proposées jusqu'à présent :

i) Modélisation de la fonction de texture [35] :

Les pics que présente la fonction $f(g)$ sont assimilés à des gaussiennes dont les hauteurs et largeurs sont ajustées par moindre carrés. Mais malheureusement les textures ne sont pas toutes compatibles avec cette approximation.

ii) Méthode quadratique [36] :

La fonction de texture $f(g)$ est supposée égale au carré d'une fonction $h(g)$.

$$f(g) = h^2(g) \quad (3-8)$$

La fonction $h(g)$ se développe ainsi sur la base des harmoniques sphériques généralisées.

L'inconvénient est dans la programmation de cette méthode car elle nécessite un espace mémoire et un temps de calcul important.

iii) Méthode du domaine zéro [37,38] :

Le domaine zéro dans l'espace des orientations, qui se déduit de ceux observés dans les figures de pôles, est justement le domaine pour lequel l'inégalité (3-7) devient une égalité. Si ce domaine est suffisamment étendu il est donc possible de déduire $\tilde{f}(g)$ connaissant $\tilde{f}(g)$.

$$\tilde{f}(g) = -\tilde{f}(g) \text{ pour } g \in Z_0 \quad (3-9)$$

avec $Z_0 = \{g / f(g) = 0\}$

L'existence de larges domaines zéro réduit considérablement la "largeur de variation" du spectre des solutions et ouvre alors la possibilité d'obtenir une bonne approximation pour $\tilde{f}(g)$. Les problèmes rencontrés dans cette méthode résident dans la détermination des domaines zéro relatifs aux figures de pôles. En effet, pour beaucoup de matériaux, seulement une fraction des cristallites s'oriente dans les pics, le complément constituant une composante isotrope si bien qu'il n'existe pas du tout de domaine nul.

Cependant, il est possible de généraliser la méthode du domaine zéro en soustrayant une fraction croissante de la composante isotrope dans des itérations successives. Les critères de qualité et de compatibilité des résultats déterminent la valeur optimale du seuil à fixer pour le domaine nul [39].

iv) Méthode de positivité [40] :

Elle est basée sur la condition de positivité de la fonction de texture :

$$f(g) \geq 0 \quad (3-10)$$

Elle est, à présent, la méthode la plus facile à programmer et le moyen le plus rapide pour calculer la partie impaire de la fonction de texture.

C'est dans le cadre de cette méthode que s'effectuera, dans notre cas, le calcul de $\tilde{f}(g)$.

3-1- Technique de positivité généralisée pour la détermination de $\tilde{f}(g)$ [41]

La partie paire de la fonction de texture, $\tilde{f}(g)$, calculée à partir des figures de pôles incomplètes est supposée connue avec une précision satisfaisante.

Le calcul de $\tilde{f}(g)$ s'effectue en se basant sur la relation (3-10) tout en utilisant une procédure itérative qui se présente de la façon suivante :

a- à la première itération la fonction de texture totale qu'on note $f_1(g)$ s'écrit sous la forme suivante :

$$f_1(g) = \tilde{f}(g) + \tilde{\tilde{f}}_1(g) \quad (3-11)$$

où $\tilde{f}(g)$ est la partie paire de la fonction de texture calculée auparavant et $\tilde{\tilde{f}}_1(g)$ est la première approximation de la partie impaire obtenue à partir de la condition de minimisation suivante :

$$\oint \left[\hat{f}_1(g) - \tilde{\tilde{f}}_1(g) \right]^2 dg = \min \quad (3-12)$$

où $\hat{f}_1(g)$ est définie comme suit :

$$\hat{f}_1(g) = \begin{cases} -\tilde{f}(g) & \text{si } \tilde{f}(g) < 0 \\ 0 & \text{si } \tilde{f}(g) \geq 0 \end{cases}$$

b- à la nième itération la fonction de texture aura la forme suivante :

$$f_n(g) = f_{n-1}(g) + \tilde{f}_n(g) \quad (3-13)$$

Dans cette procédure itérative, la partie paire $\tilde{f}(g)$ n'a subit aucune modification, seules les parties impaires de $\hat{f}_n(g)$ sont additionnées aux solutions précédentes au cours des itérations. La figure (III-7) schématise les différentes fonctions utilisées dans cette procédure.

3-2- Exemple pratique :

Le résultat de l'application de cette technique de positivité sur l'échantillon Ti1 s'est révélé très satisfaisant. En effet, après avoir exploité la positivité dans les figures de pôles (paragraphe III-2-2) nous avons calculé à partir du résultat obtenu la contribution de $\tilde{f}(g)$ dans la détermination de la fonction totale $f(g)$.

La comparaison de la partie paire à la fonction totale montre effectivement une très bonne amélioration. Le maxima de la partie paire $\tilde{f}(g)$ qui était à 12,56 (fig. III-8) est passé à 14,93 dans la fonction totale $f(g)$ et le minima qui était à - 4,40 dans $\tilde{f}(g)$ est passé à -1 dans $f(g)$ (fig. III-9).

Contrairement aux exemples théoriques on constate que l'addition de la partie impaire n'assure pas totalement la positivité de $f(g)$. Ceci est lié aux erreurs sur les mesures de figures de pôles qui gènèrent des incompatibilités. La technique itérative de positivité pour $f(g)$ est donc largement tributaire de la qualité des données corrigées et du traitement de la première phase (calcul des coefficients pairs).

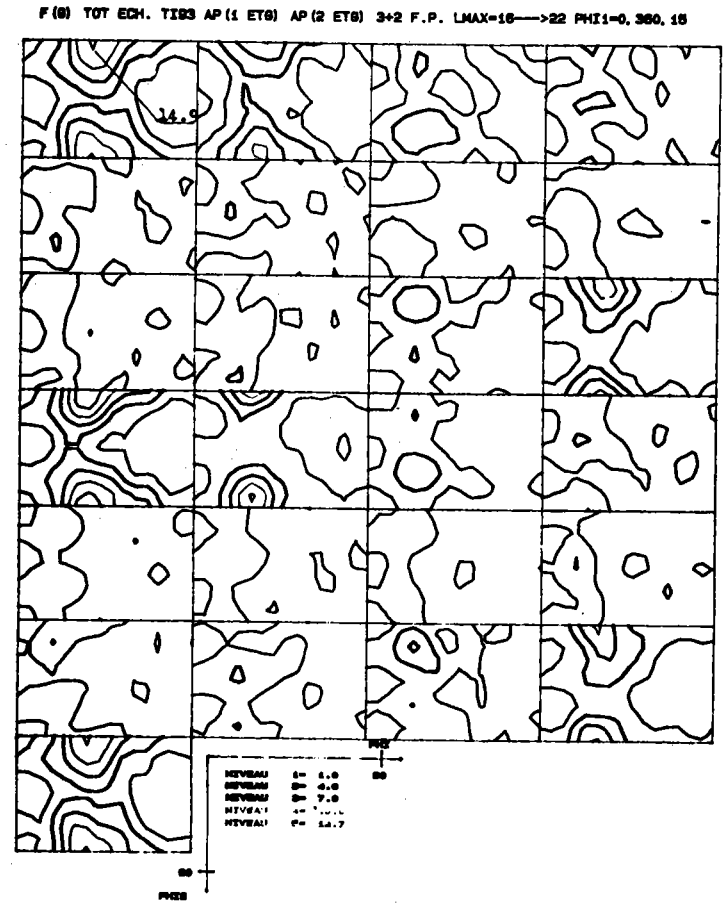
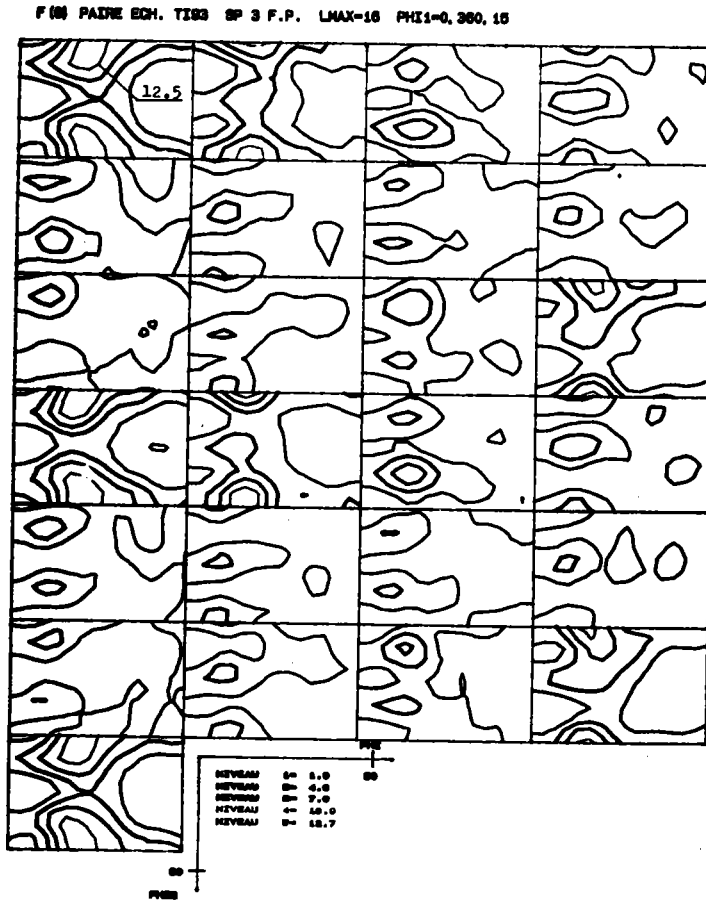


Fig. III-8 : $\tilde{f}(g)$ de la fonction de texture de l'échantillon T1. Fig. III-9 : Fonction texture totale $f(g)$ de l'échantillon T1.

BIBLIOGRAPHIE (Chapitre I, II, III)

- [1] Bunge, H.J., Z. Metallkde 56 (1965) 872.
- [2] Roe, R.J., J. Appl. phys. 36 (1965) 2024.
- [3] Williams, R.O., Transm. Met. Soc. AiME 242 (1968) 105.
- [4] Ruer, D., thèse de doctorat d'état (Université de Metz) 1976.
- [5] Bunge, H.J., Mathematische Methoden der Texturanalyse (Akademie Verlag, Berlin) 1969.
- [6] Esling, C., Effets des symétries des cristaux, des échantillons et de la diffraction sur la définition de la détermination de la fonction de texture. Thèse (Université de Metz) 1981.
- [7] Bunge, H.J. and Esling, C., Quantitative Texture Analysis (D.G.M. Metallurgy Information, New-York, Oberürsel), (1982).
- [8] Pospiech, J. and Jura, J. (1974). Determination of the Orientation Distribution Function from Incomplete Pole Figures. Z. Metallkunde 65, 324-330.
- [9] Morris, P.R. (1975). Crystallite Orientation Analysis from Incomplete Pole Figures. Adv. x-ray Anal. 18, 514-534.
- [10] Kern, R. and Bergmann, H .W. (1978). A simple Way for Calculation O.D.F. from Incomplete Pole Figures. In : Textures of Materials, Proc. ICOTOM5. Edi. : G. Gottstein and K. Lücke, Springer Verlag, Berlin, 139-147.
- [11] Van Houtte, P. (1980). A Method of Orientation Distribution Function Analysis from Incomplete Pole Figures Normalised by an Iterative Method. Mat. sci. Eng. 43, 7-11.
- [12] Van Houtte, P. (1983). The Use of a Quadratic Form for the

Determination of non-Negative Texture Functions. Textures and Microstructures 6, 1-19.

- [13] Van Houtte, P. (1984). A New Method for the Determination of Texture Functions from Incomplete Pole Figures. Comparison with other Methods. Textures and Microstructures 6, 137-161.
- [14] Humbert, M. and Bergmann, H. W. (1980). A Determination of the Normalisation Factor and its Application to the Incomplete Pole Figure Method. J. Appl. Cryst. 13, 500-504.
- [15] Liang, Z., Xu, J. and Wang, F. (1981). Determination of O.D.F. Polycrystalline Materials from Incomplete Pole Figures. Proc. ICOTOM 6, Tokyo, 1259-1264.
- [16] Liang, Z., Xu, J. and Wang, F. (1983). Orientation Distribution Analysis of Hexagonal Materials from Incomplete Pole Figures. Mat. sci. Eng. 60, 59-63.
- [17] Dahms, M. and Bunge, H.J. (1986). Calculation of the Normalisation Factor of Incomplete Pole Figures by Cubic Extrapolation. Textures and Microstructure 6, 167-179.
- [18] Dahms, M. and Bunge, H.J. (1987). Texture Analysis Using Totally and Partially coincident Pole Figures. In : Theoretical Methods of Texture Analysis. Ed : H.J. Bunge. DGM Oberursel.
- [19] Wagner, F. and Humbert, M. (1987). Texture Analysis from Incomplete Pole Figures in Low Symmetry Cases. Textures and Microstructure 7, 115-129.
- [20] Bunge, H.J., (1982). Texture Analysis in Materials Science (Butterworths- London ed.)
- [21] Bunge, H.J., Mber. Dt. Akad. Wis., 7, p. 351 (1965)
- [22a] Esling, C., Bunge, H.J. and Muller, J. , J. Physique Lett., 41, p.L-543 (1980)

- [22b] Esling, C., Bunge, H.J. et Muller, J. C.R. Hebd. Séan. Acad. Sci. 291 B, p. 263 (1980).
- [23] Ouahes, R., "Element de Radiocristallographie" Eds Publisud (1984)
- [24] Couterne, J.C. et Cizero, G., Analyse des Differentes Facteurs Affectant l'Intensité Diffractée par un Echantillon Etudié à la Chambre de Texture de Schulz, 3ème Colloque Européen sur les Textures, p. 49, (1973).
- [25] Couterne, J.C. et Cizeron G. , J. Appl. Cryst. (1971) 4, 461.
- [26] Imhof, J. Textures and microstructures 5 (1982) 73.
- [27] Esling, C., Bechler-Ferry, E. and Bunge, H.J., Textures and Microstructures 5 (1982) 95.
- [28a] Bunge, H.J. and Esling, C. , J. Physique Lett. 40 (1979) L. 627.
- [28b] Bunge, H.J. and Esling, C. , C.R. Hebd. sean. Acad. sci. 289 B (1979) 163.
- [28c] Bunge, H.J., Esling, C. et Muller, J. Acta Cryst. , A37 (1981) 889.
- [29] Dahms, M. and Bunge, H.J., O.D.F. Calculation by Series Expansion from Incompletely Measured Pole Figures Using the Positivity Condition Part. II - All Crystal Symmetries (1988).
- [30] Dahms, M. and Bunge, H.J., The Iterative Series- Expansion Method for Quantitative Texture Analysis I., J. Appl. Cryst. (1989) 22, 439-447.
- [31] Matsuo, M., Tani, S. et Hayami, S. , Acta Cryst., A28, p. 239, (1972)
- [32] Pospiech, J., Institut de Metallurgie, Cracovie, Communication privée.
- [33] Matthies, S., Phys. Status Solidi (b) 92, p. K 135 (1979).

- [34a] Bunge, H.J. and Esling, C., J. Physique lett. 40, P.L. 627 (1979)
- [34b] Bunge, H.J. et Esling, C., C.R. Hebd. séan. Acad. sci., 289 B, p. 163 (1979)
- [35] Lücke, K., Pospiech, J., Virnich, K.H. et Jura, J., Acta Met., 29, p. 167 (1981).
- [36] Van Houtte, P., Textures and Microstructures, 6, p. 1, (1980)
- [37] Bunge, H.J. and Esling, C. , J. Phys. Lett. , 40, P.L. - 627, (1979)
- [38] Lee, H.P., Bunge, H.J. and Esling, C. , Textures and Microstructures, 6, p. 289, (1986)
- [39] Lee, H.P., Esling, C. and Bunge, H.J., the 7th ICOTOM, (1984).
- [40] Dahms, M. and Bunge, H.J., Textures and Microstructures, 10, p. 21, (1988).
- [41] Wagner, F. and Dahms, M., Determination of Complete O.D.F.s With an optimized Positivity Method. Communication personnelle.

IV- CLASSIFICATION DES TEXTURES DE DEFORMATION DES MATERIAUX HEXAGONAUX

1- MATERIAUX HEXAGONAUX - PROPRIETES ET APPLICATIONS

Parmi la vingtaine d'éléments métalliques présentant à température ambiante une structure hexagonale compacte, six d'entre eux seulement font l'objet d'une étude relativement détaillée : le zinc, le magnésium, le zirconium, le titane, le hafnium et le beryllium.

le titane présente une excellente résistance à la corrosion, associée à une bonne aptitude à la mise en forme ; ces propriétés entraînent son utilisation croissante, par exemple, dans l'industrie chimique [1]. Les alliages de titane présentent des caractéristiques mécaniques élevées pour une masse volumique relativement faible ($\approx 4,5 \text{ g/cm}^3$), cela explique le développement de leurs applications dans le domaine aéronautique et aérospatial [2].

le zirconium est essentiellement utilisé dans l'industrie nucléaire, son intérêt pratique découle de sa faible section de capture des neutrons thermiques (0,18 barns). Plus de 80 % de zirconium est utilisé pour le gainage des combustibles nucléaires, ses alliages constituent un compromis acceptable entre les caractéristiques suivantes : perméabilité aux neutrons, tenue à la corrosion par l'eau et la vapeur aux environs de 300°C (condition opérative des réacteurs nucléaires), ductilité à froid, tenue mécanique à chaud, comportement sous irradiation [3]. D'une façon générale, ce compromis n'a été obtenu qu'avec des alliages peu chargés en éléments d'additions (< 3%).

le zinc trouve à terre comme à bord, diverses applications essentiellement fondées sur ses propriétés à l'égard de la corrosion [4] :

- corrosion atmosphérique, à laquelle le zinc résiste en se recouvrant d'une couche de carbonate basique $3 \text{ Zn(OH)}_2, 2 \text{ ZnCO}_3$
- corrosion dans les électrolytes, contre laquelle, par effet dérivant, le zinc tend à protéger les autres métaux avec lesquels il est en contact comme, par exemple, les tôles minces d'acier destinées à la fabrication de la carrosserie automobile. L'industrie de la construction est aussi un domaines d'application du zinc ; pour cet usage, on utilise plutôt les alliages, zinc-

cuivre-titane qui présentent, en plus de la résistance à la corrosion, une résistance au fluage plus élevée.

le hafnium est utilisé dans les réacteurs nucléaires où l'on exploite, contrairement au zirconium, sa forte capacité d'absorption des neutrons pour la fabrication des barres de contrôle [3].

le beryllium trouve aussi son application dans le nucléaire et l'aéronautique [5], quant au magnésium, il est plutôt utilisé dans le domaine de la photographie et de la pyrotechnie [6].

Du point de vue métallurgique : le titane, le zirconium et le hafnium présentent deux variétés allotropiques : l'une de structure hexagonale compacte à basse température est appelée phase α , l'autre de structure cubique centrée stable à haute température est appelée phase β . Les rapports c/a (de la phase α) de ces différents matériaux sont données au tableau (4-1).

| Matériaux | Zinc | Magnésium | Zirconium | Titane | Hafnium | Béryllium |
|-----------|-------|-----------|-----------|--------|---------|-----------|
| c/a | 1,857 | 1,623 | 1,592 | 1,587 | 1,569 | 1,568 |

Tableau (4-1) : Rapport c/a de quelques métaux hexagonaux.

2- FORMABILITE ET MISE EN OEUVRE

Les travaux portant sur les problèmes de formabilité de ces différents éléments ont mis en évidence une anisotropie de déformation. Cette anisotropie est principalement due à l'anisotropie du monocristal et à la présence d'une texture cristallographique qui entraîne, à des degrés divers, une anisotropie des propriétés physiques et mécaniques du solide polycristallin ; à ceci s'ajoute d'autres paramètres tels que :

- les précipitations et inclusions (nature, forme, répartition, densité),
- les défauts cristallins : lacunes, dislocations (types, densité, etc).

L'anisotropie des propriétés mécaniques d'une tôle est matérialisée par la variation des caractéristiques mécaniques : module d'élasticité, coefficient d'écroutissage, grandissement sous irradiation, dureté, etc. Pour des conditions d'utilisation données (température et contrainte principalement) il semble que les phénomènes liés à la structure et surtout à la texture soient les plus importants.

Un schéma très classique, tiré de l'étude de Pecklesimer [7] sur les propriétés mécaniques des tôles, illustre l'influence de la texture sur la forme de la striction dans le cas des essais de traction à température ambiante (fig. IV-1).

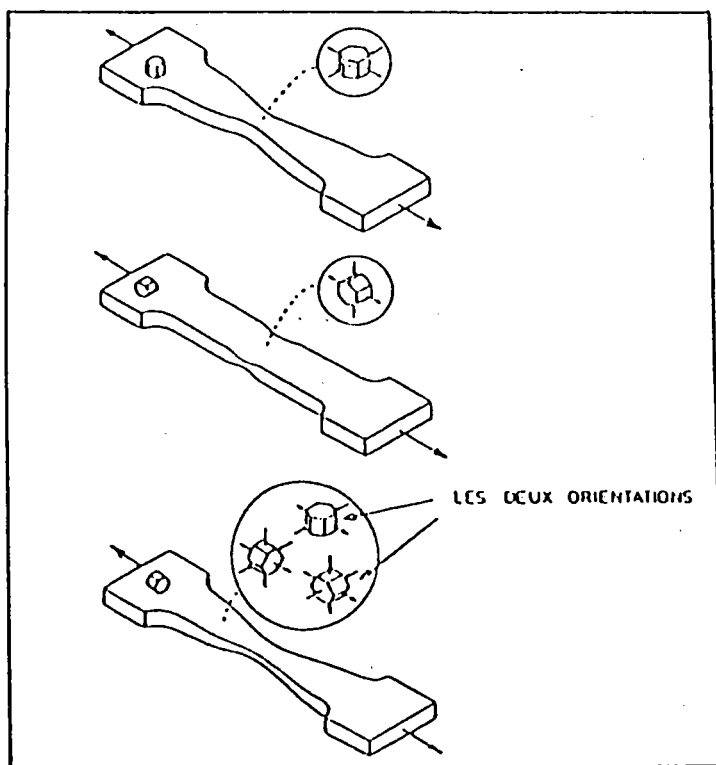


Fig. IV-1 : Effet de l'orientation cristalline sur la forme de la striction

Une autre conséquence majeure de la présence d'une texture est certainement, pour les emboutisseurs, l'anisotropie d'écoulement plastique. Plus la texture sera marquée, plus les différences dans les modes d'écoulement selon le sens de la contrainte seront notables. L'un des désagréments bien connu de ce phénomène est la formation de cornes d'emboutissage : le métal s'écoule mieux suivant certaines directions que d'autres et on voit apparaître des cornes faisant entre elles des angles précis.

L'intérêt pour les textures cristallographiques des matériaux hexagonaux est donc ancien. Toutefois, la description de ces textures est très différente selon les auteurs. Une ou deux figures de pôles chez les uns, $\tilde{f}(g)$ (partie paire de la fonction de texture) et plus rarement $f(g)$ (fonction de texture totale) chez quelques autres.

Parmi les éléments cités précédemment, les plus étudiés du point de vue texture sont : le titane, le zirconium et dans une moindre mesure le zinc. Pour les autres, les études de textures sont très peu développées.

Le but de ce chapitre est de tenter de classifier les différents types de texture de déformation, de discuter les paramètres importants qui influencent ces textures (tels éléments d'alliage, mode de déformation) ceci doit permettre selon nous de modéliser au mieux l'évolution de texture (chapitre suivant) et de faciliter les comparaisons. Comme nous donnerons des exemples complets de texture avec simultanément $f(g)$, $\tilde{f}(g)$ et des figures de pôles, cela devrait également permettre de mieux interpréter la littérature en se référant aux exemples complets présentés ci-après.

3 - CLASSIFICATION DES DIFFERENTS TYPES DE TEXTURE :

En observant globalement les texture de déformation à froid avec ou sans recristallisation des matériaux hexagonaux sans changement de phase, on constate, en tenant compte tout d'abord de la position des axes \vec{c} , qu'elles se présentent généralement sous trois principaux types :

- type I : les axes \vec{c} présentent deux maxima dans le plan (DN-DL)

- type II : les axes \vec{c} présentent deux maxima dans le plan (DN-DT)

- type III : les axes \vec{c} présentent un pic central parallèle à (DN).

En considérant les positions des directions $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ en plus de celles des axes \vec{c} , chaque type cité ci-dessus pourra contenir un ou plusieurs sous-types suivant la déformation et le matériaux considéré.

Dans le cas des déformations axysymétriques (tréfilage, étirage) il se développe une texture de fibre qu'on désignera ici par le type IV (tableau 4-2).

Un exemple tiré de l'étude de Lee [27] illustre le type II sur une tôle de titane type commercial dont la composition chimique est donnée au tableau (4-3).

| Ni | Mn | Fe | C | N | O | Ti |
|-------|-------|-------|--------|-------|------|---------|
| 0,015 | 0,004 | 0,038 | 0,0075 | <0,01 | 0,05 | balance |

Tableau 4-3 : Composition chimique de la tôle de titane.

Cette texture de laminage (80% de réduction) présente deux orientations $\{0001\} \langle 10\bar{1}0 \rangle \pm 40^\circ$ ($\varphi_1 = 0^\circ$; $\phi = 40^\circ$; $\varphi_2 = 0^\circ$) et $\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle \pm 40^\circ$ ($\varphi_1 = 0^\circ$; $\phi = 40^\circ$; $\varphi_2 = 30^\circ$) (fig. IV-3), ce qui se traduit par une inclinaison suivant (DT) de la direction $[0001]$ d'un angle d'environ 40° avec une grande dispersion autour de cet axe (fig. IV-2).

L'O.D.F. complète (fig. IV.3.b) présente, par rapport à sa partie paire (fig. IV-3-a), des pics plus intenses, ($\tilde{f}_{\max}=6,9$, $f_{\max}=7,4$) sans apparition de nouvelles composantes, l'allure de l'O.D.F. reste inchangé.

Un échantillon prélevé sur une tôle de zircaloy 4, provenant de la société FRAGEMA, présente une texture de type (I-1) (fig. IV-4). Les axes \vec{c} sont inclinés d'environ 20° suivant (DL), de même les directions $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ sont parallèles à (DL) avec une dispersion considérable autour de cette direction et

| | | | |
|--|--|--|--|
| Type I : axes c dans le plan (DN, DL) inclinés de 20 à 25° suivant DL | | | Type II axes c dans le plan (DN, DT) inclinés de 20 à 40° suivant DT |
| <u>sous-type I-1 :</u> <1010> // DL | <u>sous-type I-2 :</u> <1010> // DT | <u>sous-type I-3 :</u> <1010> réparti tout au long de la périphérie | <u>sous-type II-1 :</u> <1010> // DL ou tourné d'environ 30° autour de DN |
| Zn, cd | Zn, mg | Zircaloy + Zr fort. chargé en O ₂ | Be, Hf, Zr, Ti, Ti-Al, Ti-Ta, Ti-Zr, Zircaloy |
| laminage à froid | laminage à froid | laminage à froid | laminage à froid recristallisation |
| [8], [9], [10], [11] | | [12] | [13], [14], [15], [16], [17], [27], [18] |

| | | | | | | |
|---|--|--|---|--|---------------|--------------------------------|
| Type III : axes c // DN | | | Type IV : Texture de Fibre | | | |
| <u>sous-type III-1 :</u> <1010> // DL ou présente 6 pics tout au long de la périphérie | | <u>sous-type III-2</u> <1010> réparti tout au long de la péri- phérie | <u>sous-type IV-1 :</u> <1010> //axe du fil | <u>sous-type IV-2 :</u> <2110> // axe du fil | | |
| Ti-Al (>2% Al) Mg | Zircaloy | Ti, Zircaloy, Zr Ti 2502 4Fe, Zr 2502 3Fe | Mg, Be, Hf Ti, Zr Be | Mg, >450°C | Ti, Zr | |
| laminage à froid, traction 10% sens travers | recristal. après la- minage à froid | recristallisation après laminage à froid | Tréfilage | recrist après tréfilage | tréfila ge | recrist. après tréfilage |
| [18], [19], [20] | [12] | [21], [18], [12] | [22], [23], [24] [25] [26] | | | |

Tableau (4-2) : Classification des différents types de texture de déformation

une légère répartition tout au long de la périphérie. Ceci se traduit par une texture de fibre définie par $[0001]//y(\alpha=90, \beta=20)$ (fig. IV-4-c).

Le zinc, quand à lui, est un exemple de type (I-2) avec les axes \vec{c} inclinés d'environ 22° et les directions $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ dans (DT) (fig. IV-5). Cet échantillon présente aussi une texture de fibre définie par $[0001] //y(\alpha = 90, \beta = 20)$ (fig. IV-5-c). La fonction de texture complète (fig. IV-5-d) ne présente aucun changement d'allure par rapport à la partie paire (fig. IV-5-c), seul un léger renforcement de la fibre a été constaté.

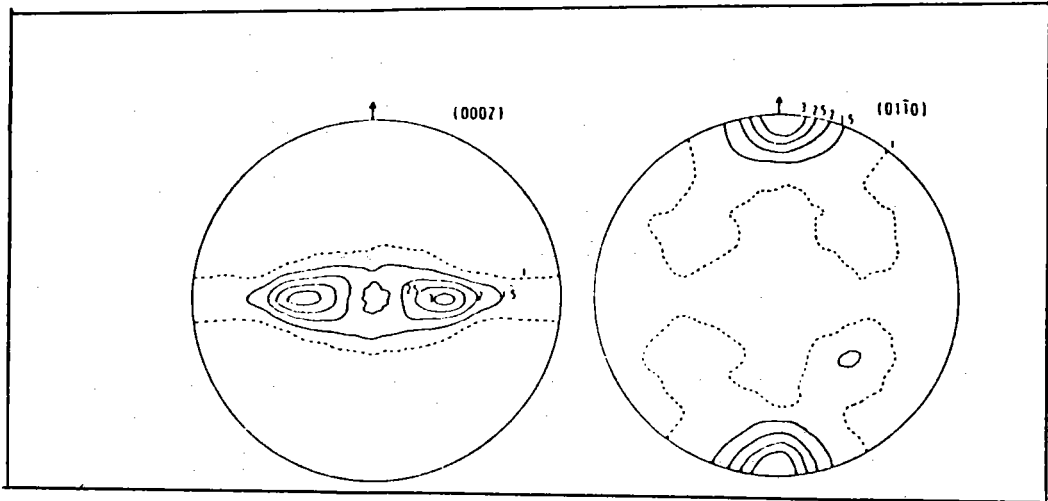


Fig. IV-2 : Figures de pôles (0002) et $(10\bar{1}0)$ de titane laminé à 80% de réduction [27] (sous-type II-1)

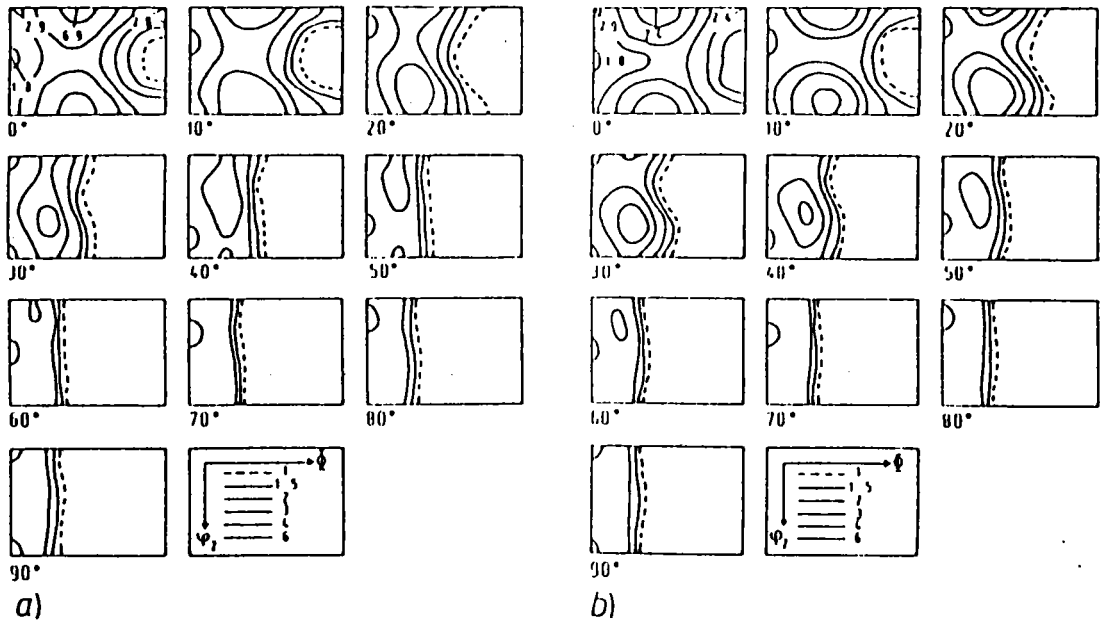
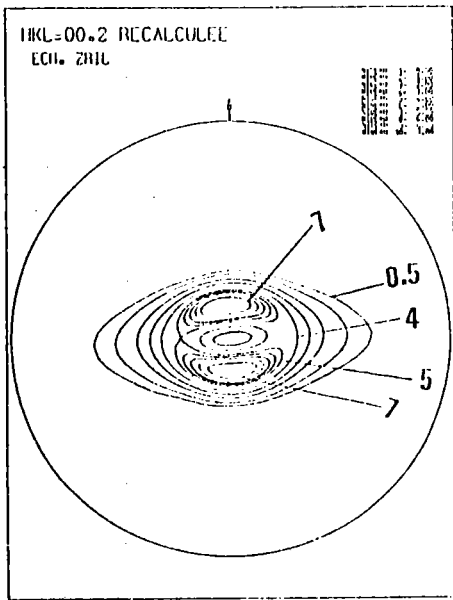
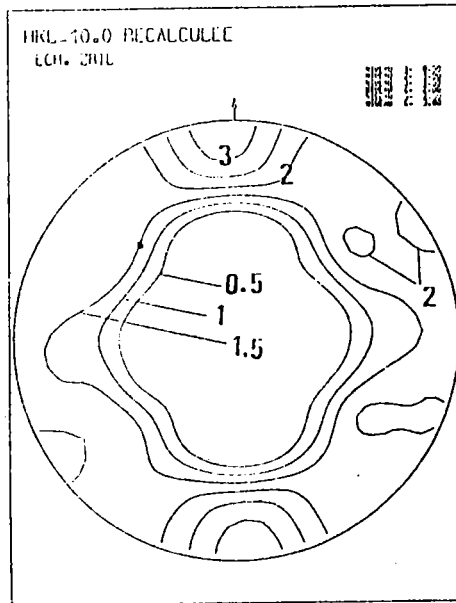


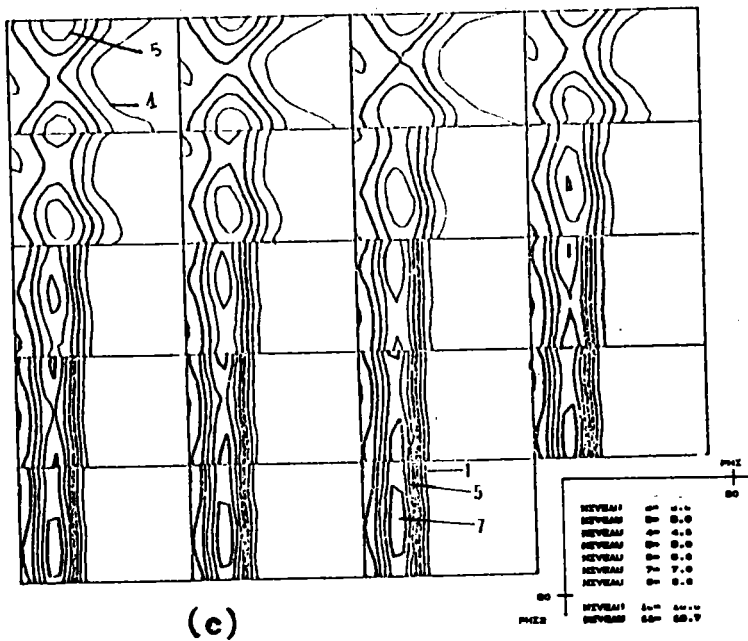
Fig. IV-3 : Fonction de texture paire (a) et fonction complète (b) du titane laminé à 80% de réduction [27].



(a)

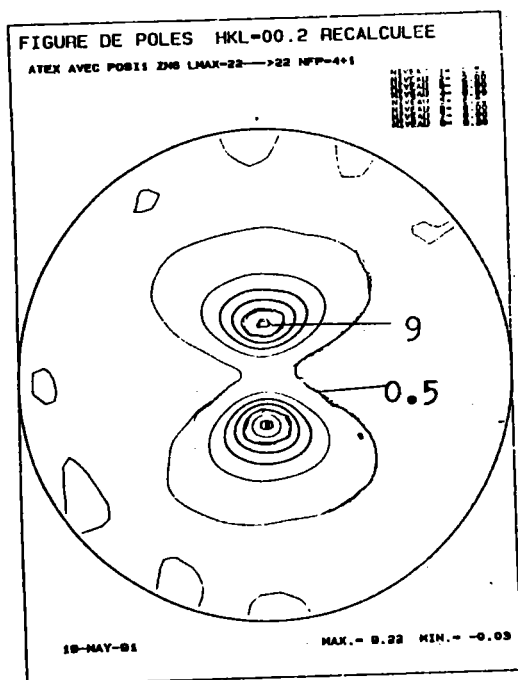


(b)

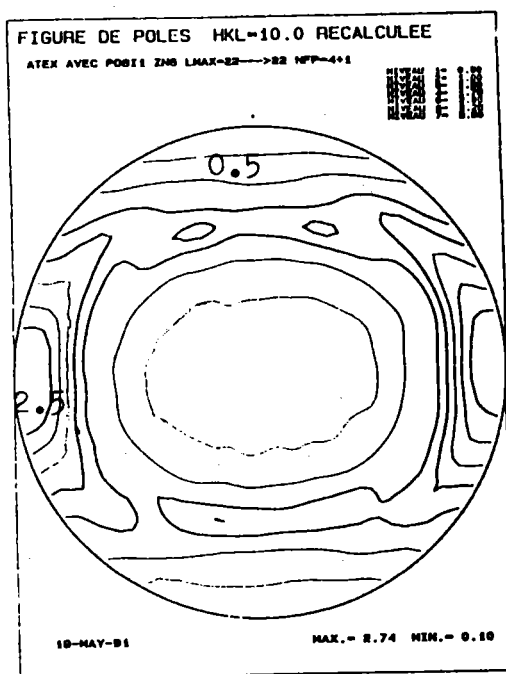


(c)

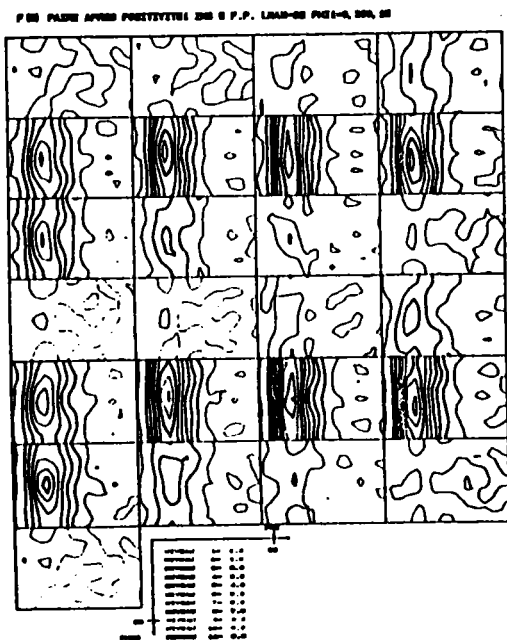
Fig. IV-4 : Figures de pôles (0002) et $(10\bar{1}0)$ (a,b) d'une tôle de zircaloy 4, ainsi que la partie paire de la fonction de texture (c). Les sections sont suivant ϕ_1 de 0° à 90° avec un pas de 5° . (sous type I-1)



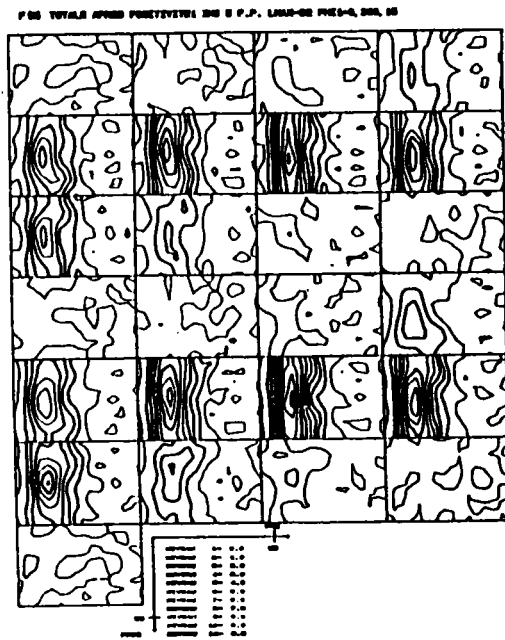
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. IV-5 : Texture (sous-type I-2) dans une tôle de zinc.
Les sections des O.D.F. paire (c) et totale (d) sont de 0° à 360° avec un pas de 15° .

4- INFLUENCE DES MODES DE DEFORMATION SUR LA TEXTURE.

Au cours de la déformation plastique d'un matériau polycristallin, la déformation des divers grains est accompagnée d'une rotation de leur réseau cristallin vers un certain nombre de positions stables. Ces positions stables sont les orientations préférentielles de la texture de déformation. Pour un matériau donné, elles dépendent :

- de la composition chimique
- du type de déformation (laminage, traction, cisaillement, etc).
- des mécanismes de déformation plastique (nature des systèmes de glissement et de maillage).

Généralement pour une déformation d'amplitude donnée, tous les grains n'ont pas atteint une position stable. Il y a donc une certaine dispersion autour des orientations préférentielles. La texture de déformation d'un matériau polycristallin dépend aussi de l'amplitude de la déformation, et aussi des positions initiales des grains (texture avant la déformation).

Quand la déformation est conduite à une température suffisamment élevée, celle-ci peut s'accompagner de phénomènes de recristallisation. C'est le cas, par exemple pour le zinc dont la température de fusion est relativement faible (418°C). Ceci peut provoquer des confusions quant à l'interprétation des textures provoquées par ce genre de déformation.

Dans le trièdre des directions principales, la déformation dE peut être caractérisée par le paramètre q défini par la relation suivante :

$$dE = dE_1 \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -q & 0 \\ 0 & 0 & -(1-q) \end{bmatrix}$$

$$\text{avec } q = \frac{dE_2}{dE_1}$$

E_1, E_2, E_3 déformations suivant les directions principales, $E_3 = -(E_1 + E_2)$.

Le tableau (4-4) résume les principaux modes de déformations suivant les valeurs respectives de q .

| q | Relations entre déformations principales | Modes de déformation |
|------------|--|--|
| 0,5 | $dE_2 = dE_3 = -dE_1/2$ | Déformations axysymétriques (tréfilage, étirement, traction uniaxiale d'un matériau isotropique ($dE_1 > 0$) et compression ($dE_1 < 0$) etc.) |
| 0 | $dE_2 = 0, dE_3 = -dE_1$ | Déformation plane (laminage) |
| -1 | $dE_1 = dE_2, dE_3 = 2dE_1$ | Expansion biaxiale symétrique |
| $\neq 0,5$ | $dE_1 \neq dE_2 \neq dE_3$ | Traction uniaxiale d'un matériau anisotrope ou déformation quelconque |

Tableau (4-4) : Principaux mode de déformation suivant les valeurs respectives de q .

4-1. Déformation axysymétrique

Dans le cas des déformations axysymétriques, il se développe une texture de fibre. Dans les métaux de structure hexagonale, la texture de la fibre dépend surtout du rapport c/a . Pour les métaux tels que $c/a < 1,633$, l'axe de fibre est $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ (tableau 4-2). Pour les métaux tels que $c/a > 1,633$, il n'y a pas de fibre bien définie [22, 23, 24, 25, 26].

4-2. Traction

Dans le cas d'une traction uniaxiale, deux cas sont à considérer :

- une traction dans le sens de laminage qui modifie peu la texture de départ, les axes \vec{c} restent inchangés et la direction $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ a tendance à s'aligner parallèlement à la direction de traction. Quantitativement, la composante majeure s'intensifie en fonction du taux de laminage [20, 28, 36] fig.(IV-6.a-b).

- une traction dans le sens travers qui se traduit par une modification de la texture de départ. Les axes \vec{c} se regroupent tout d'abord au centre de la figure de pôles (0002), puis s'en écartent légèrement dans la direction de laminage. La direction $\langle 10\bar{1}0 \rangle$, originellement parallèle à la direction de laminage, apparaît sous forme de six pics sur la périphérie [20, 28, 36] fig. (IV-6-c-d).

4-3. Expansion biaxiale

Pour les déformations autres que les déformations axysymétriques ou planes, il n'y a pas eu d'études systématiques, la rupture apparaît à des taux de déformation peu élevés, par conséquent les changements de texture sont limités.

Lors d'une déformation en expansion biaxiale symétrique d'une tôle de titane et de zirconium, on constate une légère diminution de l'angle d'inclinaison des axes \vec{c} par rapport à la normale (fig. IV-7). Pour le titane, on observe en outre une dispersion d'une partie des axes \vec{c} dans tout l'espace des orientations (fig. IV-7-b). La direction $\langle 10\bar{1}0 \rangle$, quant à elle, se trouve distribuée de façon aléatoire dans l'espace [28].

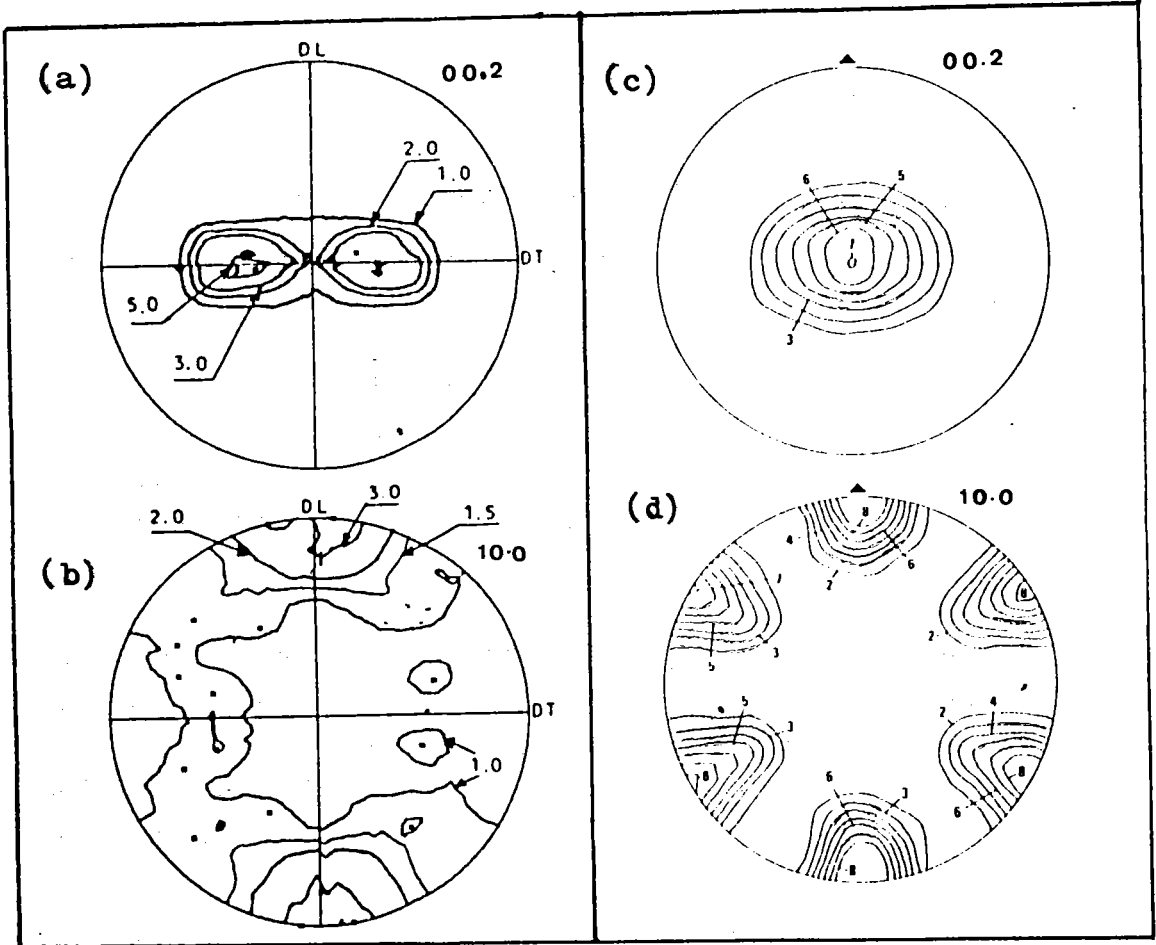


Fig. IV-6 : Déformation par traction dans le sens de laminage (a, b) [36] et dans le sens transverse (c,d) [20]

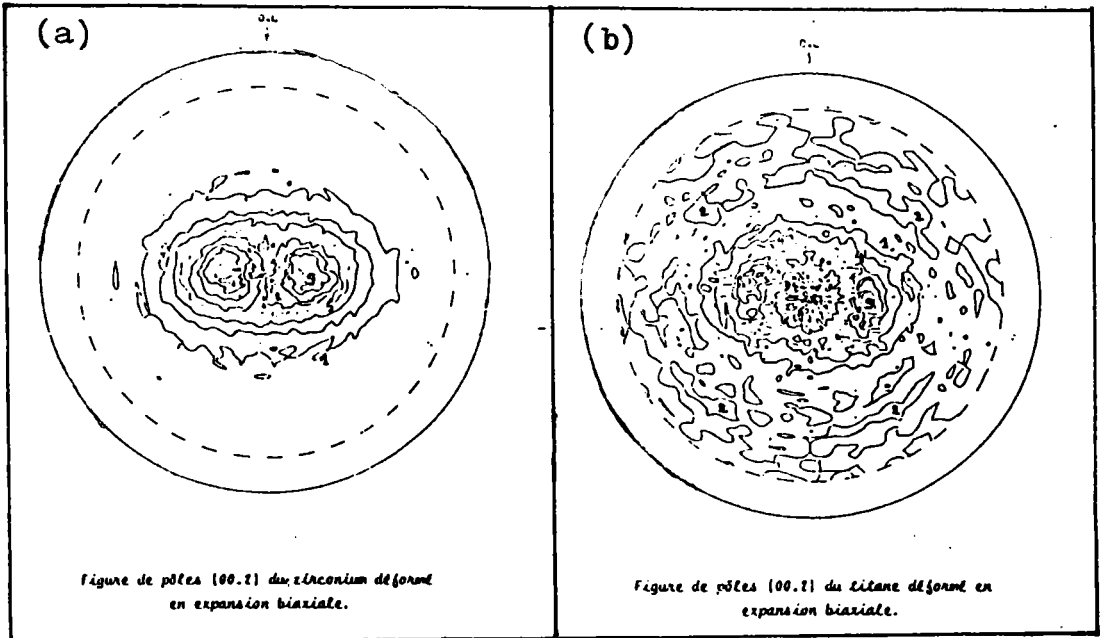


Fig. IV-7 : Déformation en expansion biaxiale d'une tôle de zirconium et de titane [28]

4-4. Laminage

Dans le cas du laminage, la texture subit généralement peu de changement du point de vue qualitatif. A l'exception du zircaloy, l'allure de la texture (existant déjà à chaud) reste inchangée quelque soit le taux de déformation mais par contre, l'acuité de la densité de pôles a tendance à croître avec le taux de réduction [17, 27, 29, 30, 31], fig. (IV-8).

Dans le cas du zircaloy ou du zirconium, avec une teneur élevée en oxygène, la texture à chaud présente des axes \vec{c} dans le plan (DN, DT) et au laminage à froid apparaissent deux composantes dans le plan (DN, DL)

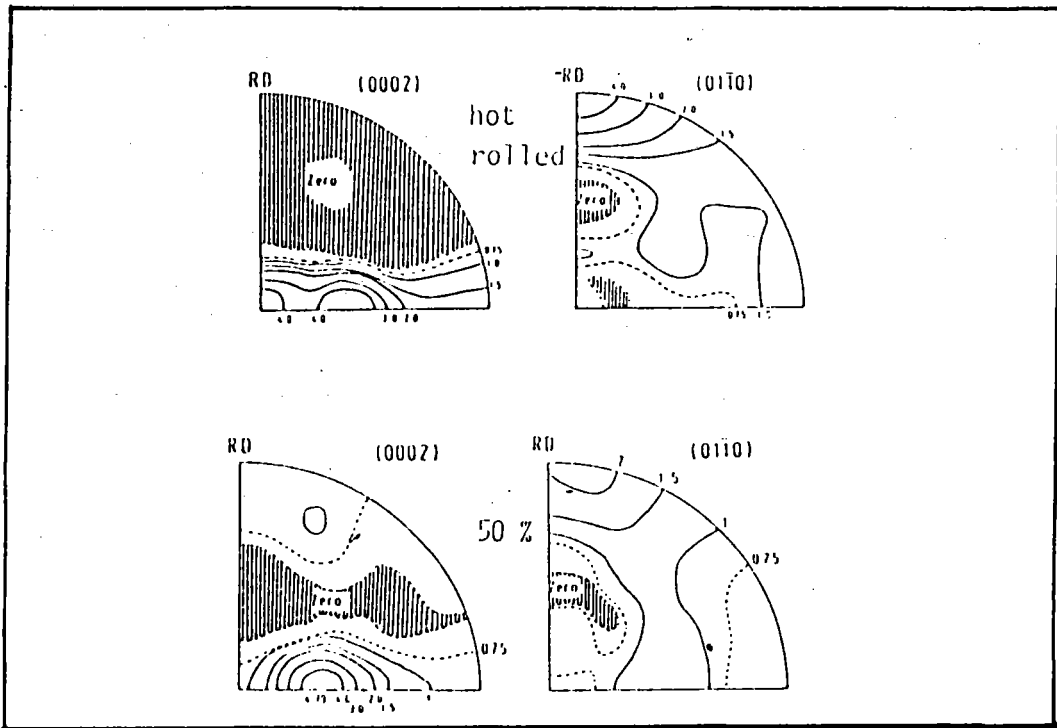


Fig. IV-8 : Influence (qualitative) du laminage sur la texture [27]

Du point de vue quantitatif, le laminage conduit au renforcement des composantes majeures ($\bar{2}115$) $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ correspondant à ($\varphi_1 = 0, \phi = 40, \varphi_2 = 0$) dans le cas du titane et $\{10\bar{1}3\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ correspondant à ($\varphi_1 = 0, \phi = 35, \varphi_2 = 0$) dans le cas du zirconium), [17, 21, 32, 33, 34, 35]. Le rapport par exemple, des valeurs de la F.D.O. de la composante $\bar{2}115$ $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ pour les différents taux de laminage, par rapport à l'état initial varie linéairement jusqu'à 80% de réduction [17] fig. (IV-9). D'autres composantes se développent mais de façon moins importante et plus complexe que dans le cas de la composante majeure [27, 35] fig. (IV-10).

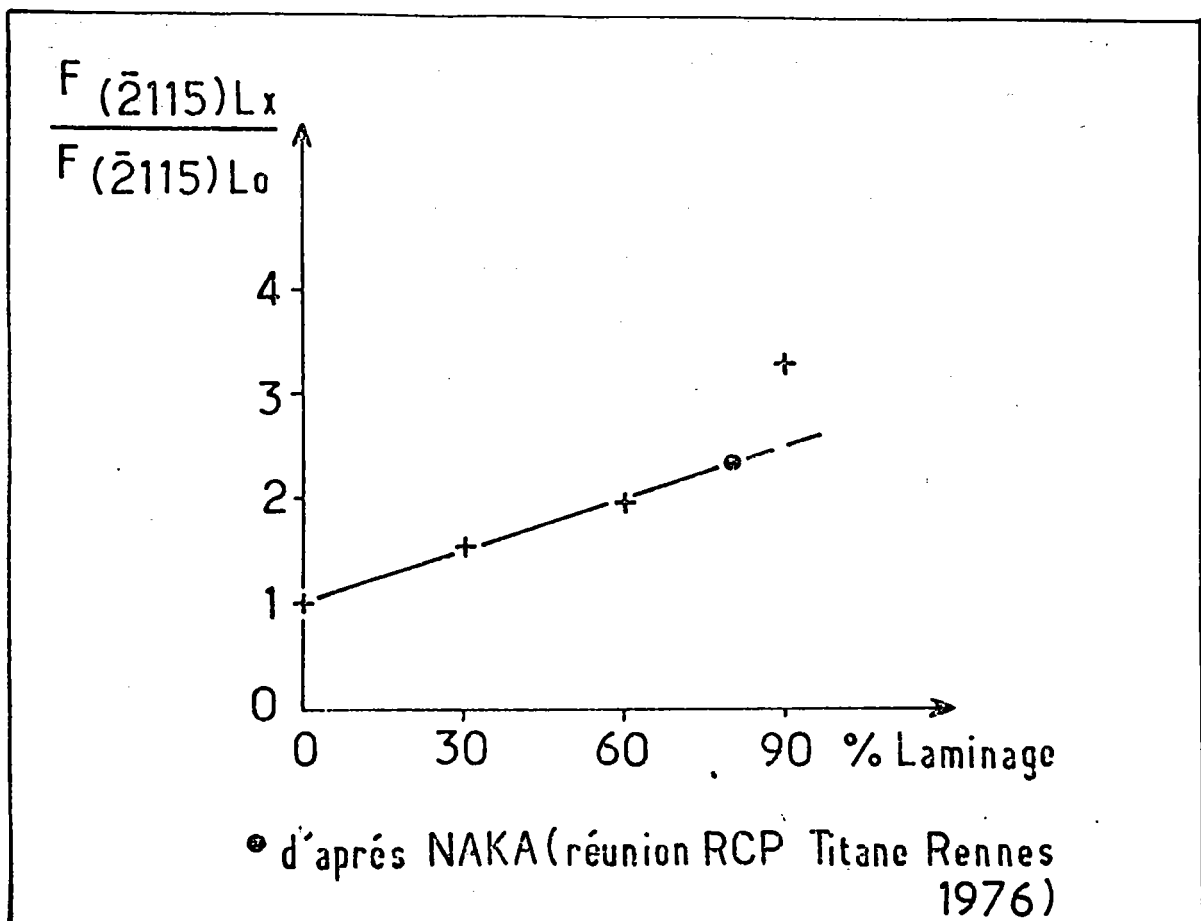


Fig. IV-9 : Rapport des valeurs de la F.D.O. de la composante $\bar{2}115$ $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ par rapport à l'état initial, en fonction du taux de laminage [17].

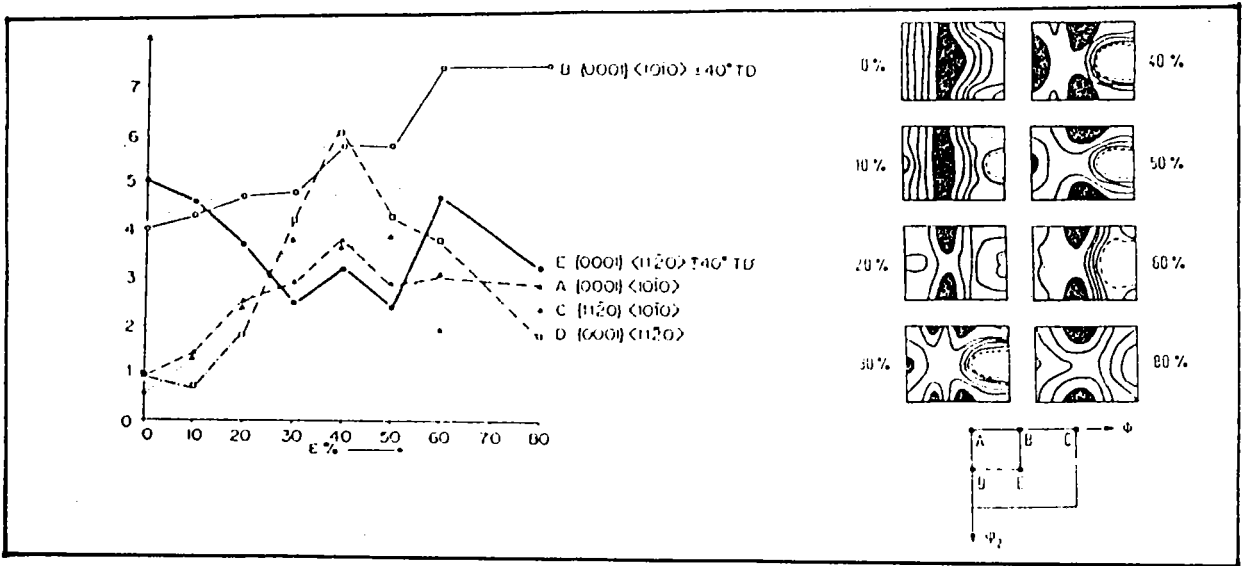


Fig. IV-10 : Développement et évolution des composantes principales dans le titane en fonction du taux de laminage [27, 35].

5- INFLUENCE DES ELEMENTS D'ADDITION SUR LA TEXTURE

Les éléments d'addition, principalement les éléments métalliques (Al, Cu, V... etc) induisent indirectement des modifications de texture considérables. En effet, Sparks et al. [37] ont montré dans le cas du titane que l'addition de l'aluminium (au delà de 1%) fait basculer la texture du type II au type III et accentue la concentration des axes \vec{c} dans DN en fonction du taux d'addition fig. (IV-11).

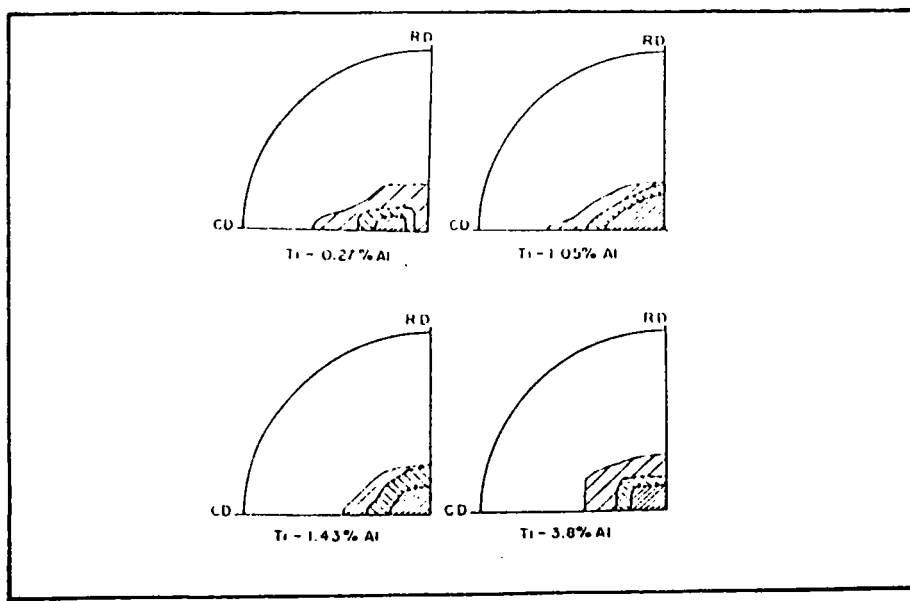


Fig. IV-11 : Effet de l'addition de l'aluminium sur la texture du titane.

LARSON [38] a montré que l'addition du vanadium conduit, dans le titane, à une transition des pôles (0002) de la position caractéristique du titane, situés dans le plan (DN-DT) pour les faibles pourcentages à la position finale (plan (DN-DL)) pour 5,7% d'addition fig. (IV-12-a-b) et l'addition du cuivre à faible pourcentage conduit à une texture proche du type III, par contre, lorsque le pourcentage de cuivre augmente, la texture revient au type II fig.(IV-12-c-d). Ces modifications de texture sont étroitement liées à la compétition des systèmes de déformation, c'est-à-dire aux rapports des cisssions critiques qu'influencent les teneurs en éléments d'alliage. La prédiction de ces systèmes de déformation ainsi que leur fréquence d'apparition est un problème très ardu, d'ailleurs non encore résolu à l'heure actuelle. Il n'y a pas de critère à la fois simple et universel permettant de comprendre la préférence des métaux hexagonaux pour tel ou tel système de glissement ou de maclage. Ce problème a été abordé théoriquement de différentes manières. Pour notre part, nous utiliserons plutôt les résultats expérimentaux obtenus notamment par microscopie électronique à transmission. Ceux-ci sont en général assez peu précis pour ce qui concerne les contraintes critiques associées aux systèmes de glissement ou de maclage et conduisent donc pour la modélisation, comme on le verra au chapitre suivant, à opérer par "essai et erreur".

6- EFFET DE LA RECRISTALISATION SUR LA TEXTURE

Bien que la recristallisation ne soit pas l'objet du présent travail, on peut cependant noter qu'elle n'affecte pas de façon sensible les positions des pôles (0002) de la texture de laminage, quand il s'agit du type II. Par contre, la direction $[10\bar{1}0]$, initialement parallèle à DL, subit une rotation d'environ 30° autour de DN [12, 17, 39, 40] (fig. IV-13-a-b).

Quand il s'agit de la texture de laminage de type I la recristallisation concentre les pôles (0002) au centre de la figure de pôle et répartit la direction $[10\bar{1}0]$ tout au long de la périphérie (type III) [12, 40] (fig. IV-13-c-d).

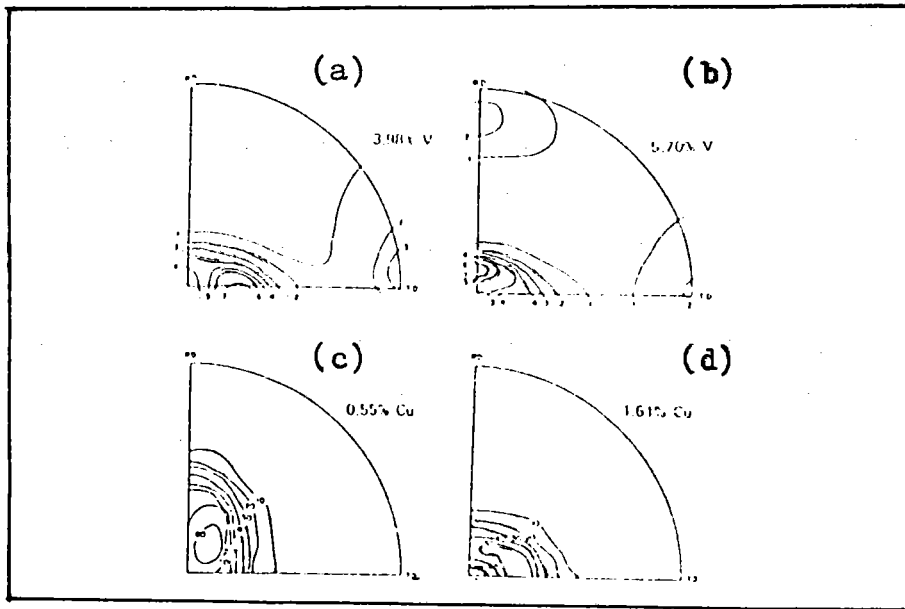
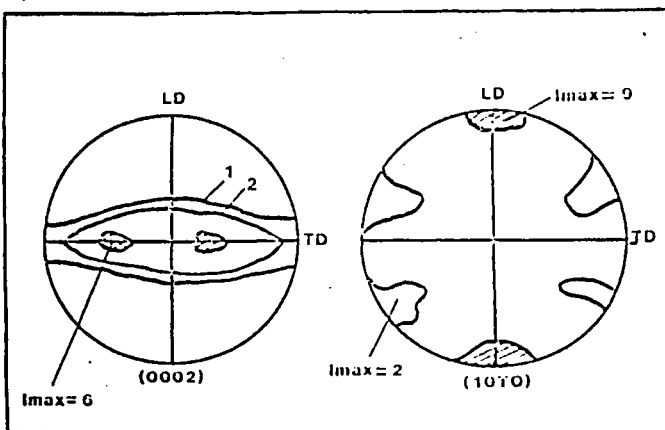
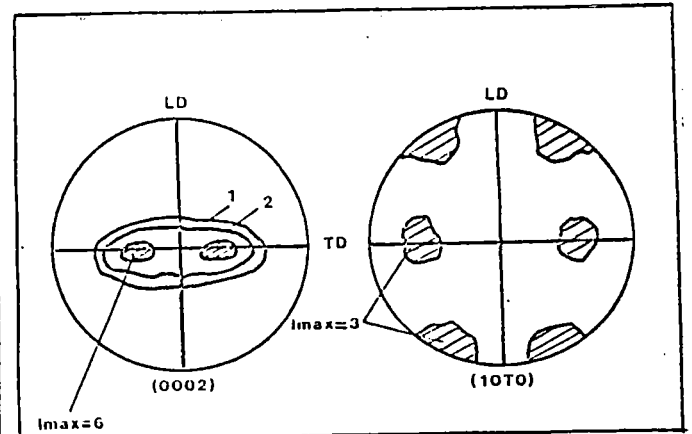


Fig. IV-12 : Effet de l'addition du Vanadium (a,b) et du cuivre (c,d) sur la texture du titane.

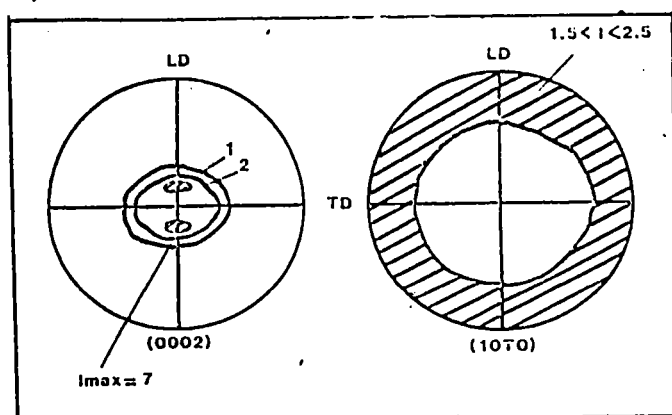
a) Texture de laminage type II



b) Texture de recristallisation



c) Texture de laminage type I



d) Texture de recristallisation

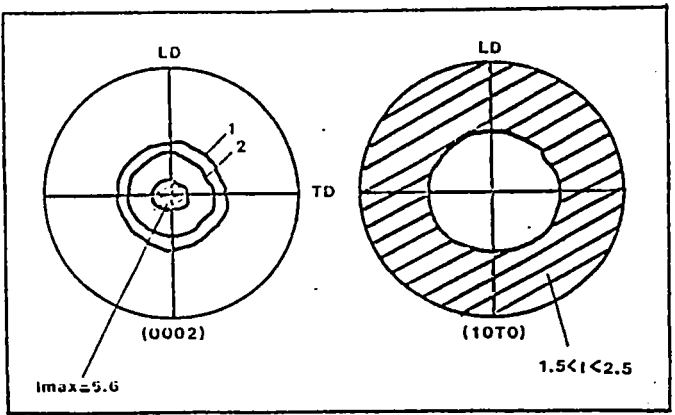


Fig. IV-13 : Effet de la recristallisation sur la texture type II (a,b) et type I (c,d) dans les zircaloy [12]

7- CONCLUSION

La combinaison du laminage et de la recristallisation permet, à partir de la texture de type II (axes \vec{c} dans (DN, DT)), d'aboutir aux textures de type I (axes \vec{c} dans (DN, DL)) et de type III (axes \vec{c} suivant DN) mais le chemin inverse n'a jamais été observé [12].

Il n'y a pas de règles simples permettant de prédire la texture dans un mode de déformation donné. Un moyen particulièrement intéressant de mieux comprendre ces textures de déformation est fourni par la modélisation. La texture est, comme on l'a vu, un paramètre complexe mais sensible aux conditions métallurgiques et de déformation. L'analyse critique des résultats de modélisation devrait donc permettre de cerner le comportement de tels matériaux.

V- MODELISATION DU LAMINAGE A FROID DES HEXAGONAUX

1- INTERET DE LA MODELISATION

Les mécanismes élémentaires intra cristallins et les interactions entre grains lors de la déformation plastique conduisent à une évolution de texture. Comprendre cette évolution conduit donc à formuler des lois concernant ces mécanismes et ces interactions. Bien entendu ces lois doivent intégrer au mieux les résultats expérimentaux disponibles. Or les mécanismes élémentaires (glissements, maclages et contraintes critiques associées) sont encore mal connus dans les métaux et alliages hexagonaux. Ils peuvent en outre varier sensiblement avec la composition de ces alliages ou les conditions de température. Avec la microscopie électronique à transmission, il est possible d'obtenir quelques résultats concernant les mécanismes de déformation et de définir leurs taux de présence relative en fonction du taux de déformation. Par contre, il est impossible de suivre expérimentalement tous les paramètres mis en jeu lors de la déformation plastique et l'utilisation d'un modèle est donc indispensable.

C'est l'aptitude du modèle à prédire correctement l'évolution de texture qui permettra de le valider. Un modèle comporte deux aspects :

- d'une part des règles générales (nature et nombre des mécanismes élémentaires et déformation et rotation associées, etc...)
- d'autre part des conditions particulières de mise en oeuvre (contraintes critiques, texture initiale par exemple).

Nous allons tout d'abord examiner les modèles utilisés afin d'effectuer un choix qui correspondrait le mieux au comportement du matériau pendant la déformation à froid.

2- CHOIX DU MODELE

2-1- MODELE DE SACHS [41] :

Le modèle de SACHS suppose que chaque grain se déforme indépendamment de ses voisins et que la scission résolue dans le système de glissement principal est la même pour tous les grains et égale à la scission

critique τ_c . Cette hypothèse implique que le tenseur des contraintes dans chaque grain est proportionnel au tenseur des contraintes macroscopiques. Ceci signifie que les équations d'équilibres sont vérifiées et qu'il n'y a pas de contraintes internes. Par contre les relations de compatibilité sont totalement négligées, on peut s'attendre donc à ne pas trouver une bonne prévision du comportement plastique.

2-2- MODELES AUTOCOHERENTS (OU SELF-CONSISTANTS)

Cette méthode repose sur l'assimilation des interactions mécaniques entre un grain particulier et l'ensemble de tous les autres à celle entre ce grain et un milieu homogène équivalent (MHE) dont le comportement est celui du polycristal.

La mise en oeuvre de ce schéma nécessite la résolution du problème d'interaction entre une inclusion et la matrice, puis un traitement statistique sur l'ensemble des grains tout en respectant les conditions de compatibilité et d'équilibre des contraintes et des déformations [42, 43, 44]. Le modèle autocohérent mis en oeuvre sur des métaux de symétrie cubique [45, 46, 47, 48] tient compte de l'interaction entre les différents systèmes de glissement introduisant dans la modélisation du comportement du monocristal, une matrice H qui traduit l'écrouissage du monocristal.

Dans le cas des matériaux hexagonaux, les mécanismes de déformation sont le glissement et le maclage. Les phénomènes à prendre en compte sont beaucoup plus complexes que dans les métaux cubiques où seul intervient le glissement.

2-3. MODELE DE TAYLOR [49]:

Le modèle de TAYLOR suppose que chaque grain se déforme de la même façon que l'échantillon. Il s'agit en fait de l'uniformité de la déformation plastique : la déformation plastique microscopique ϵ^p est égale à la déformation plastique macroscopique E^p .

$$\epsilon_{ij}^p = E_{ij}^p \quad (5-1)$$

Le comportement du monocristal dans le cadre de ce modèle est régi par les hypothèses suivantes :

- la déformation est homogène à l'échelle du grain,

- la déformation a lieu par glissement cristallographique,
- le glissement sur un système suit une loi de scission résolue critique (loi de Schmid), c'est à dire qu'il ne peut se déclencher que si la scission résolue τ sur ce système atteint une valeur critique τ_c ,
- possibilité de prendre en compte la déformation par maillage.

L'hypothèse de l'uniformité des déformations ou de déformation totalement imposée (DTI) suppose implicitement que les grains ont une forme pratiquement équiaxe, Honnef et Mecking [50] ont observé, lorsque les grains sont plats (grains laminés), que certaines composantes de cisaillement peuvent être très différentes de celles imposées à la matrice. Les contraintes internes induites par ces différences de déformation seront négligeables. Honnef et Mecking ont modifié l'approche de TAYLOR en imposant des contraintes de réactions nulles correspondants à ces composantes de déformation. Ce dernier type de modèle est dit "théorie de déformation partiellement imposée (DPI)" ou "TAYLOR relaxé". Il a pour conséquence de réduire le nombre de systèmes de déformation indépendants nécessaires pour accomoder une déformation donnée en laissant une (lath) ou deux (pancake) composantes de cisaillement librement ajustables, alors que, dans le modèle de TAYLOR original, toutes les composantes de la déformation sont fixées.

Parmi ces modèles, nous avons choisi de mettre en oeuvre celui de TAYLOR pour les raisons suivantes :

- le modèle de SACHS néglige les relations de compatibilité,
- le modèle autocohérent n'est pas tout à fait adapté car il ne prend pas en compte les déformations par maillage.
- le modèle de TAYLOR, malgré ses limites -négligence des relations d'équilibre -, a donné des résultats assez satisfaisants pour les matériaux cubiques surtout en déformation partiellement imposé (DPI). On peut donc espérer avec une bonne connaissance des mécanismes élémentaires, d'aboutir à des résultats aussi satisfaisants pour les matériaux hexagonaux. De plus, le modèle de TAYLOR permet, à partir d'hypothèses simplificatrices de prendre en compte le maillage.

Malgré ses nombreuses insuffisances, le modèle de TAYLOR nous permet une bonne prévision, au moins qualitative, des textures de déformation des polycristaux (texture de laminage en particulier). Il permet d'analyser la formation de ces textures, il peut donc être utilisé pour étudier l'influence

d'une texture initiale sur la texture après déformation, ou pour analyser l'importance du mode et de l'amplitude de la déformation sur la texture.

2-3-a- RAPPELS SUR LE MODELE DE TAYLOR :

Dans le cas d'une déformation totalement imposée (DTI), cinq systèmes de glissement indépendants sont nécessaires pour accommoder une déformation quelconque tout en assurant la compatibilité. Les combinaisons de cinq systèmes de glissement permettant de réaliser une déformation imposée pouvant être très nombreuses, celle qui est effectivement réalisée est celle qui minimise l'énergie interne de déformation. Si τ_c est la scission critique nécessaire pour produire un cisaillement $d\gamma_k$ sur le système de glissement actif numéro k, cette condition s'écrit :

$$dw = \sum_k \tau_{ck} |d\gamma_k| = \text{minimum} \quad (5-2)$$

Chin, Hosford et Mendorf [53] ont proposé de traiter le maclage comme un pseudo-glissement. On constate en effet que dans le cas des micro-macles le cisaillement est approximativement homogène à l'échelle du grain ce qui permet de traiter le maclage formellement comme un glissement, avec cette fois un seul sens de glissement possible.

L'équation (5-2) peut alors être généralisée à :

$$dw = \sum_k \tau_{ck} |d\gamma_k| + \sum_p \tau_{cp} dS_p = \text{minimum} \quad (5-3)$$

τ_{cp} est la scission critique de maclage du système de maclage numéro p et ds_p ($ds_p = \tan \phi_0 df_p$) le produit du cisaillement correspondant par la fraction volumique maclée (df_p).

2-3-b- SELECTION DES SYSTEMES DE GLISSEMENT PAR LE MODELE DE TAYLOR

Soit dE le tenseur gradient de déformation imposé au polycristal, celui-ci se traduit au niveau du monocristal par un tenseur dE^C tel que :

$$dE^c = T dE T^{-1} = T dE T^t$$

avec T matrice de passage du repère d'échantillon au repère de grain ; elle nous indique l'orientation initiale du grain (avant la déformation).

Le grain en question subit des glissement sur k systèmes actifs et une rotation $d\Omega^c$ due à la déformation imposée, l'expression précédente devient :

$$dE^c = d\Omega^c + \sum_k d\gamma_k s_{ki} n_{kj} \quad (5-4)$$

s_k et n_k sont respectivement les cosinus directeurs de la direction et du plan de glissement du système numéro k et $d\gamma_k$ l'amplitude de cisaillement de ce système.

En identifiant les parties symétriques et antisymétriques de l'expression (5-4), on aura :

$$\frac{1}{2} (de_{ij}^c + de_{ji}^c) = \frac{1}{2} \sum_k (s_{ki} n_{kj} + s_{kj} n_{ki}) d\gamma_k \quad (5-5)$$

$$\frac{1}{2} (de_{ij}^c - de_{ji}^c) = dW_{ij}^c + \frac{1}{2} \sum_k (s_{ki} n_{kj} - s_{kj} n_{ki}) d\gamma_k \quad (5-6)$$

L'équation (5-5) permet de déterminer les combinaisons de k systèmes de glissement permettant de réaliser la déformation et les cisaillements $d\gamma_k$ correspondants.

S'il y a plus de cinq systèmes de glissement possibles (DTI), l'application de la condition de minimisation de l'énergie de déformation, (expression (5-2)), nous détermine la combinaison qui est réellement active.

2-3-c- CALCUL DU CHANGEMENT D'ORIENTATION D'UN GRAIN

La connaissance des systèmes de glissement actifs et la détermination des inconnues $d\gamma_k$ à partir de l'expression (5-5) nous permet, avec l'expression

(5-6) de calculer les 3 inconnues dW_{ij}^c exprimées dans le repère du grain.

Pour déterminer la nouvelle orientation du grain dans le repère macroscopique de l'échantillon, il suffit d'appliquer la formule de passage suivante :

$$T' = (I - d\Omega^c) T \quad (5-7)$$

avec T : matrice de rotation décrivant la position initiale du grain

$d\Omega^c$: matrice de rotation due à la déformation imposée

I : matrice unité

T' : matrice de rotation décrivant la position finale du grain.

3 - CONDITIONS DE SIMULATION :

Une déformation finie sera considérée (notamment pour la programmation) comme une succession de P petites déformations). Une déformation macroscopique finie est réalisée au cours d'une simulation en fixant comme données, d'une part un tenseur gradient de déformation dE (dans le repère d'échantillon) et d'autre part le nombre P de pas de déformations.

En faisant abstraction d'un éventuel (très faible) élargissement, la déformation par laminage peut être considérée comme une déformation plane. Dans notre cas, le tenseur de déformation est le suivant :

$$dE = \begin{pmatrix} 0,05 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -0,05 \end{pmatrix}$$

La déformation équivalente \bar{dE} est définie par :

$$\bar{dE} = \sqrt{\frac{2}{3} dE_{ij} dE_{ij}} \quad (5-8)$$

Un pas de déformation correspond donc à :

$$\bar{dE} \approx 0.058$$

Le taux de réduction en épaisseur se calcule comme suit :

$$\frac{\Delta h}{h_0} = \frac{h - h_0}{h_0} = 1 - (1 - d\bar{\epsilon})^P \quad (5-9)$$

Le choix du taux de déformation nous fixe le nombre de pas à effectuer pour réaliser la déformation en question.

Du point de vue texture, les simulations sont réalisées soit à partir d'une texture isotrope soit à partir d'une texture anisotrope suivant la situation.

La texture isotrope est décrite par un ensemble de 1008 orientations de même poids P réparties de façon aléatoire dans l'espace d'Euler. On utilise cette texture pour observer, dans un premier temps, les tendances de son évolution en fonction des systèmes de déformation activés ou dans le cas d'absence d'informations sur les textures initiales généralement très peu marquées.

Pour une meilleure adéquation au problème, on utilise une texture initiale réelle (généralement anisotrope) qui est aussi sous forme d'un ensemble d'orientations idéales provenant de la discrétisation de la fonction continue de la texture en question. Cette opération de discrétisation s'effectue dans l'espace d'Euler que nous subdivisons en un ensemble de petites "boîtes" suivant des pas angulaires ($\Delta\phi_1, \Delta\phi$ et $\Delta\phi_2$) bien fixés. Nous calculons ensuite la somme de $f(g)$ pour chaque "boîte" ; la valeur ainsi obtenue est assimilée au poids de l'orientation décrite par le triplet (ϕ_1, ϕ, ϕ_2) relative à la "boîte" en question.

Seules les valeurs supérieures à un certain seuil, fixé au préalable, sont prises en considération. Ainsi le nombre d'orientations idéales, avec leurs poids respectifs, obtenues dans notre cas est de l'ordre de 350 à 550.

Après l'opération de déformation "simulée", nous obtenons de nouvelles orientations provenant de l'évolution des précédentes. A partir de ces dernières nous calculons la fonction continue $f(g)$ de la texture finale.

4 - MECANISMES DE DEFORMATION :

Les métaux de structure hexagonale compacte constituent, du point de vue de la déformation plastique, une catégorie très particulière. On observe, dans le cas de ces métaux, une riche variété de modes de déformation : ils peuvent, en effet, glisser sur des plans de base, prismatiques ou pyramidaux et macler mécaniquement sur de nombreux systèmes.

4-1 - LE GLISSEMENT :

On observe généralement dans les métaux de structure hexagonale cinq modes de glissement (Tableau 5-1 et fig. V-1). Cependant la fréquence de ces modes de glissement n'est pas la même pour un métal particulier. Chaque métal a un mode de glissement principal ou facile (soit basal soit prismatique) et quelques modes secondaires [54] (Tableau 5-2). Ce problème de facilité relative des différents modes de glissement a été abordé théoriquement de différentes manières. Deux théories très différentes ont été proposées pour expliquer ce fait. Certains pensent que le glissement ne s'observe que sur le plan de bas indices parce que ces plans plus espacés que les autres correspondent à une force de Peierls-Nabarro plus faible. La force de Peierls-Nabarro [55 a-b] qui est celle nécessaire pour déplacer une dislocation contre la résistance du réseau varie exponentiellement avec la distance interréticulaire du plan de glissement :

$$\tau = \frac{2\mu}{K} \exp\left(-\frac{2\pi d}{Kb}\right) \quad (5-10)$$

où K est 1 ou $1-\nu$ selon que la dislocation est vis ou coin. Le glissement est facile quand la distance d est grande. La facilité de glissement se joue donc entre basal et prismatique : si $c/a > 1,633$, le glissement basal est facile, tandis que si $c/a < 1,633$ le glissement prismatique est facile.

Ce critère est cependant trop simpliste et laisse beaucoup d'exceptions : le magnésium, le cobalt, le rhénium et surtout le beryllium.

D'autres pensent que ces plans de bas indices sont des plans de faute de basse énergie sur lesquels les dislocations se dissocient.

Ni la force de Peierls-Nabarro [55 a-b] ni les dissociations sur le plan de base [56,57] ni les théories de l'anisotropie élastique [58, 59, 60, 61, 62] ne permettent de rendre compte de la facilité relative des divers modes observés. D'après Poirier et Le Hazif [63], la lumière ne pourra venir que de progrès dans les calculs de la structure électronique et de la poursuite des observations en microscopie électronique sur des monocristaux déformés.

Dans la suite, nous ne considérerons que les cas du titane, du zirconium et du zinc ou de leurs alliages pour lesquels nous disposons de diverses données expérimentales.

| Plans de glissement | | Directions de glissement | |
|-------------------------------------|------------------|------------------------------|---------------------|
| Nom | Indice | Indice | Symbole |
| basal | (0001) | $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ | \vec{a} |
| prismatique | $\{10\bar{1}0\}$ | $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ | \vec{a} |
| pyramidal de 1 ^{re} espèce | $\{10\bar{1}1\}$ | $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ | \vec{a} |
| pyramidal de 1 ^{re} espèce | $\{10\bar{1}1\}$ | $\langle 11\bar{2}3 \rangle$ | $\vec{c} + \vec{a}$ |
| pyramidal de 2 ^e espèce | $\{11\bar{2}2\}$ | $\langle 11\bar{2}3 \rangle$ | $\vec{c} + \vec{a}$ |

Tableau 5-1

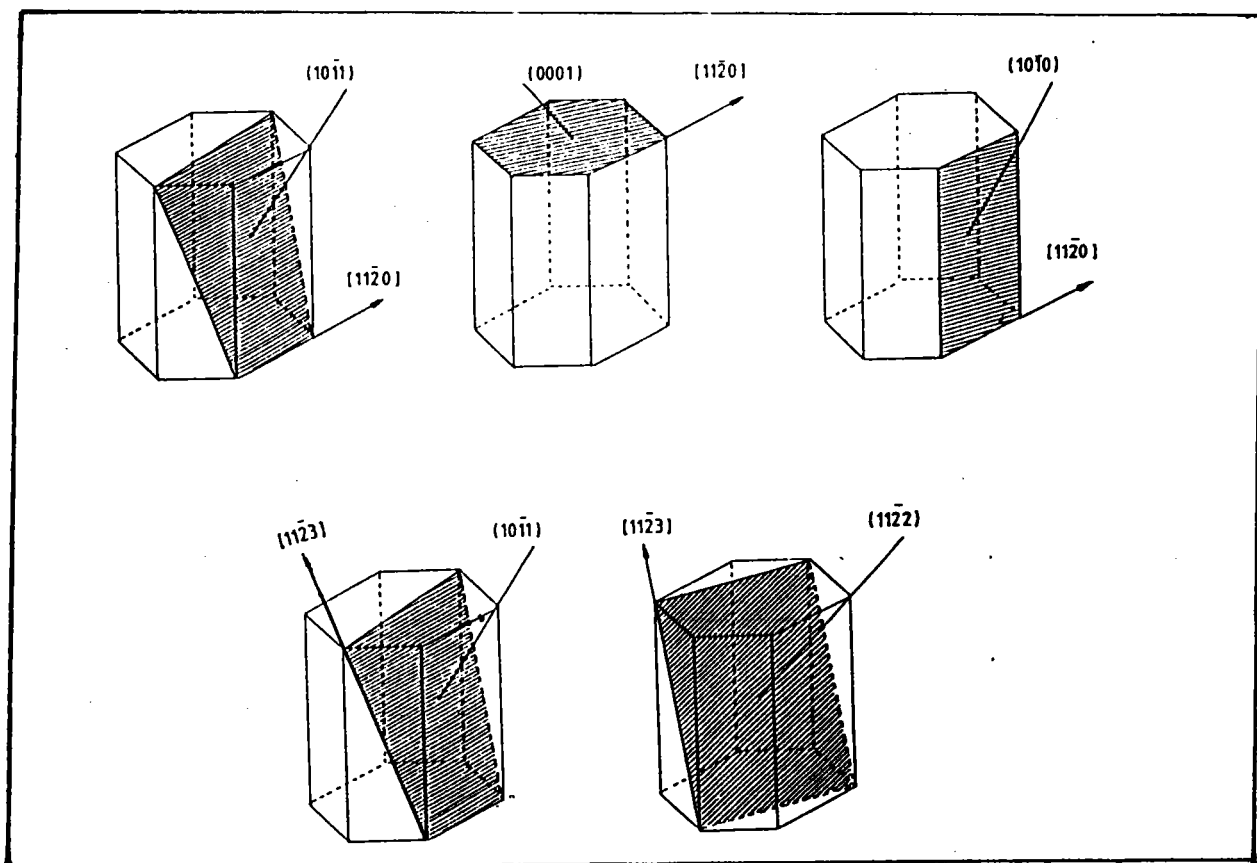


Fig. V-1 : Principaux modes de glissements dans les matériaux hexagonaux

| | Mode principal | Modes secondaires | c/a |
|----|----------------|-------------------|-------|
| Cd | B | π_1, π_2, P | 1,886 |
| Zn | B | π_2, P | 1,856 |
| Mg | B | π_2, P | 1,624 |
| Co | B | π_2 | 1,624 |
| Re | B, P | | 1,615 |
| Tl | P, B | | 1,598 |
| Zr | P | π_1, B, π_2 | 1,593 |
| Gd | P | | 1,590 |
| Ti | P | π_1, B, π_2 | 1,588 |
| Ru | P | | 1,582 |
| Tb | P | B | 1,581 |
| Hf | P | B, π_2 | 1,581 |
| Dy | P | B | 1,578 |
| Er | P | B | 1,572 |
| Y | P | B | 1,571 |
| Be | B | P, π_2 | 1,568 |

B : basal - P : prismatique - π_1 : pyramidal de 1^{re} espèce
 π_2 : pyramidal de 2^e espèce -

Tableau 5-2 : Modes de glissement principaux et secondaires dans les métaux hexagonaux

4-1-a- OBSERVATIONS DANS LE TITANE :

Dans le titane, il est bien établi que le mode le plus facile est le glissement prismatique, mais les connaissances sur les autres modes secondaires sont beaucoup plus incertaines. ROSSI et ses Collaborateurs [64] ont rapporté l'existence du glissement pyramidal de première espèce dans le titane en signalant que le glissement prismatique était bien prédominant mais qu'ils n'ont pas observé le glissement basal contre leur attente. ANDERSON et ses Collaborateurs [65] ont, en revanche, indiqué l'absence du glissement pyramidal de première espèce et la présence du glissement basal. CHURCHMAN [66] a observé les trois modes de glissement (prismatique, pyramidal première espèce et basal) pour le titane presque monocristallin renfermant 3000 ppm at. d'interstitiels et donné les valeurs des scissions critiques résolues :

| type de glissement | scission critique résolue |
|-----------------------|---------------------------|
| prismatique | 90 MN / m ² |
| pyramidal 1ère espèce | 97 MN / m ² |
| basal | 107 MN / m ² |

D'après ces valeurs, le glissement pyramidal de première espèce est le premier mode secondaire avant le glissement basal. Ce qui est intéressant à noter dans son étude est l'absence du glissement pyramidal de première espèce lorsque la teneur en oxygène est plus faible (300 ppm d'interstitiels).

D'après CHURCHMAN, le glissement pyramidal de 1ère espèce serait, en fait, plus difficile que les glissements prismatique et basal dans le titane pur ; il serait par contre moins sensible au durcissement par les interstitiels, si bien qu'il deviendrait plus facile que le glissement basal au delà d'une certaine teneur en oxygène. On voit donc ici qu'une faible modification d'un "élément d'alliage" peut avoir des conséquences très importantes.

Un point important a été signalé par SHECHTMAN et BRANDON [67] durant leur étude sur les modes de glissement dans le titane polycristallin. Ils indiquent que le glissement pyramidal de 1ère espèce de type \vec{a} peut se produire seulement comme mode de glissement dévié des plans prismatiques.

Selon eux, le glissement pyramidal de 1ère espèce de type \bar{a} serait assez difficile à déclencher seul, le glissement dévié serait assez facile à cause de la forte énergie de faute d'empilement.

4-1-b- OBSERVATIONS DANS LE ZIRCONIUM

Toutes les études sur les mécanismes de déformation du zirconium et ses alliages ont mis en évidence la prépondérance du glissement prismatique $\{10\bar{1}0\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ à température ambiante [68, 69, 70, 71]. Le glissement dans les directions $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ a aussi été observé sur le plan basal (0001) à des températures élevées [72] et sur le plan pyramidal $\{10\bar{1}1\}$ dans des régions de forte concentration de contraintes [68].

Il a été montré que l'activation des systèmes de glissement dans le zirconium était également fonction de la pureté du matériau ; par exemple, la quantité globale de glissement basal est fonction de la teneur en oxygène et en azote [72].

4-1-c- OBSERVATIONS DANS LE ZINC :

Les études sur les mécanismes de déformation dans le zinc [73- 74- 75] rapportent que le glissement basal $\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ est le plus fréquemment rencontré. Les autres modes de déformation dits secondaires, exigent, pour être activés, des scissions plus importantes. Les types de glissement secondaires observés sont le glissement pyramidal de seconde espèce [76, 77, 78] et dans le cas des monocristaux, le glissement prismatique [79].

4-2- LE MACLAGE

Le maclage est un phénomène très complexe qui procède par nucléation et croissance en créant un nouveau réarrangement d'atomes au sein du cristal pour adapter la déformation là où le glissement ne suffit pas. C'est un mécanisme de déformation rapide et brusque dans son intervention, contrairement au glissement qui s'effectue progressivement par cisaillement.

La notion de contrainte critique résolue n'est pas adaptée au maclage mais nous adoptons pour celui-ci cette image simplificatrice pour pouvoir le modéliser.

Le système le plus couramment observé dans les matériaux hexagonaux est

$\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$ [68, 71, 80]. Dans le zinc ou le cadmium où $c/a > \sqrt{3}$, ce système est activé par une compression suivant l'axe \vec{c} ou par tension perpendiculairement à cet axe. Dans les autres métaux où $c/a < \sqrt{3}$, (entre autres : le titane et le zirconium), c'est une tension suivant l'axe \vec{c} ou une compression perpendiculaire à cet axe qui peuvent activer le maillage. Ce système est le seul rencontré pour Zn, Cd, Be et Co, c'est le premier mécanisme de maillage pour Ti, Zr et Mg ; les systèmes secondaires sont : $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$, $\{11\bar{2}1\} \langle 11\bar{2}6 \rangle$, $\{10\bar{1}1\} \langle 10\bar{1}2 \rangle$ [81, 82, 83].

Si les auteurs sont à peu près d'accord sur les mécanismes principaux, la question sur les mécanismes secondaires ainsi que les valeurs de leurs contraintes critiques résolues restent encore ambiguës. Pour notre part, comme nous l'avons signalé au paragraphe (IV-5), nous opérons par "essai et erreur" c'est à dire, une fois repéré par M.E.T. les systèmes actifs, on leur accorde respectivement une valeur relative de contrainte critique résolue (CCR) suivant leur fréquence d'apparition.

La comparaison entre les textures simulées et les textures expérimentales nous permet d'évaluer la pertinence de notre choix. Si le résultat n'est pas très satisfaisant, on effectue un nouveau choix de valeurs relatives de contraintes critiques résolues et modifier si doute il y a, les mécanismes de déformation.

Nous pouvons schématiser ce fait par l'écriture tout à fait symbolique suivante :

$$[TF] = [MD] [TI]$$

où [Ti] et [TF] indiquent respectivement la texture initiale et la texture finale du matériau et [MD] les mécanismes impliqués dans la déformation considérée.

La détermination de [MD] se fait d'une manière indirecte. La procédure utilisée consiste à comparer la texture finale ainsi prévue [TF calc.] avec celle réellement déterminée de manière expérimentale [TF exp]. Compte tenu de l'étude intensive en microscopie et des conditions strictes sur l'utilisation du modèle, nous montrerons les résultats obtenus dans le cas des alliages de zinc, de zirconium et de titane.

5- ALLIAGES DE ZINC :

Nous avons travaillé sur un alliage zinc-cuivre-titane contenant 0,16 % de cuivre et 0,076 % de titane. Après la coulée l'alliage a subi une séquence de laminage à chaud -recuit- et un ultime laminage à chaud jusqu'à l'épaisseur de 1 mm. Les tôles brutes de livraison sont, en fait, compte tenu du schéma de transformation, totalement recristallisées. L'alliage zinc-cuivre-titane est biphasé. La seconde phase $TiZn_{15}$ qui est une phase plus dure que la matrice se trouve sous forme de filets assez régulièrement espacés. Les grains de la matrice (zinc contenant du cuivre) ont une taille et une forme homogène de diamètre moyen 10 μm (fig. V-2). La texture de cet alliage est d'autant plus marquée que les filets sont réguliers. On note, sur les figures de pôles, deux composantes symétriques dont les axes \vec{c} sont à 20° de DN dans le plan (DN-DL) et la direction $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ dans DT (texture de type I-2) (fig. V-3a). La figure (V-3b) représente l'ODF de cet échantillon.

5-1 LAMINAGE A FROID :

La laminage à froid réalisé en laboratoire a été effectué de 0 à 80° de réduction sous refroidissement permanent dans de l'azote liquide. Cette précaution a été prise afin d'éviter toute recristallisation probable. En effet, pour les alliages de zinc-cuivre-titane, la recristallisation débute à des températures très peu élevées de l'ordre de 60 à 80° , températures facilement atteintes lors d'un laminage si aucune précaution n'est prise, ainsi pour 10 mn seulement sous une température de $80^\circ C$ un alliage de zinc-cuivre-titane présente un début de recristallisation (fig. V-4).

La texture à 80° de déformation est de type (I-2) avec une forte dispersion (fig. V-5-a). Pour l'essentiel, il y a eu renforcement de texture préexistante. Il existe une composante secondaire à $\phi_1 = 90$, $\phi = 90$ et $\phi_2 = 30$ qui disparaît si la recristallisation intervient (fig. V-5-b).

5-2 EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE ET MECANISMES DE DEFORMATION

Les grains de l'alliage zinc-cuivre-titane se déforment de façon homogène et uniforme. Ceci est dû à la présence de filets de seconde phase $TiZn_{15}$ plus dure que la matrice et qui ne déforme pas. Le maillage $\{10\bar{1}2\}$ intervient peu pendant la déformation. Celle-ci est essentiellement assurée par glissement.

Les principaux systèmes de glissement mis en évidence sont :

- le glissement basal $\{0002\} \langle \bar{1}1\bar{2}0 \rangle$
- le glissement pyramidal de deuxième espèce $\{11\bar{2}2\} \langle \bar{1}1\bar{2}3 \rangle$
- le glissement dévié sur le plan prismatique ou pyramidal suivant la direction $\langle \bar{1}1\bar{2}0 \rangle$

Le glissement basal est le glissement facile. Le glissement dévié (prismatique ou pyramidal \vec{a}) intervient avec un rapport moindre mais est présent comme dans de nombreux alliages de symétrie hexagonale [84].

Le glissement pyramidal $\langle \vec{c} + \vec{a} \rangle$ est le seul mécanisme qui permette l'adaptation de la déformation le long de l'axe \vec{c} .

L'évolution de la microstructure pendant la déformation rend valide l'hypothèse du modèle de TAYLOR définissant la déformation du grain comme étant similaire à celle de l'échantillon, ceci justifie l'utilisation de la version (DTI) pour décrire la déformation de 0 à 80% de réduction.



Fig. V-2 : Alliage de zinc-cuivre-titane (diamètre des grains de l'ordre de 10 μm)

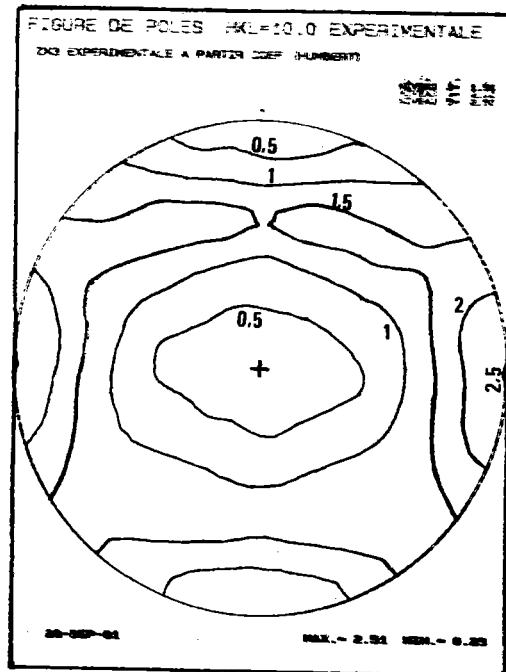
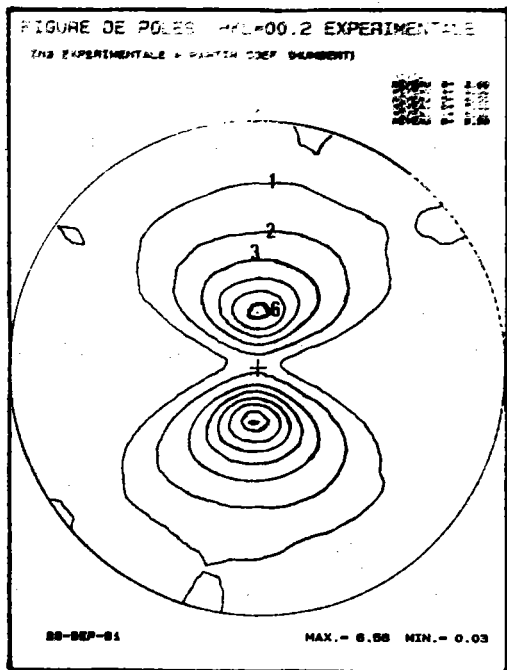


Fig. V-3-a : Figures de pôles (00.2) et (10.0) de l'alliage Zn-Cu-Ti avant déformation à froid

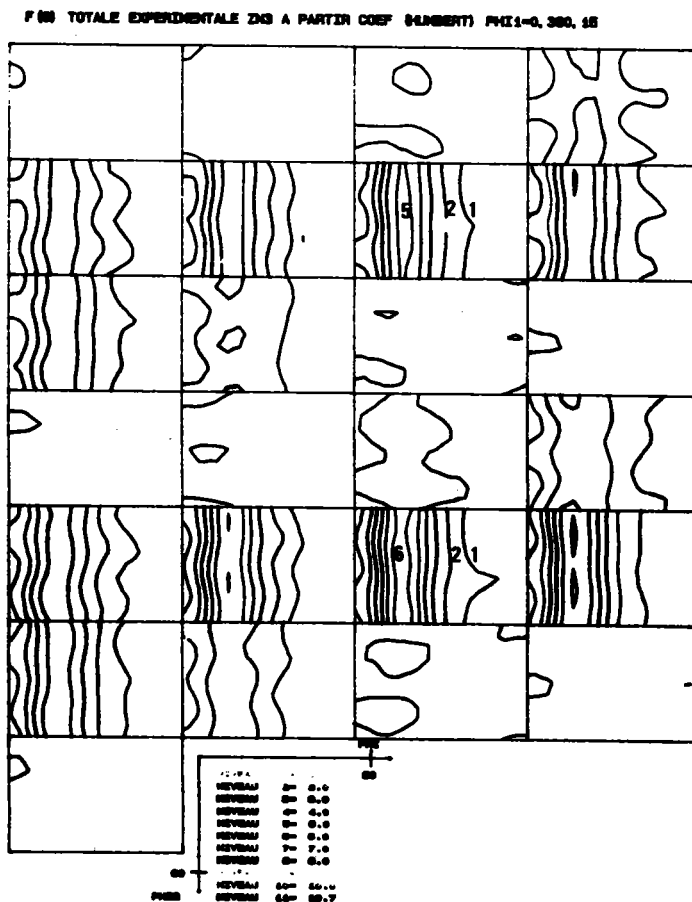


Fig. V-3-b : ODF Zn-Cu-Ti avant déformation à froid



Fig. V-4 : Début de recristallisation dans l'échantillon Zn-Cu-Ti après 10 mn à 80°C.

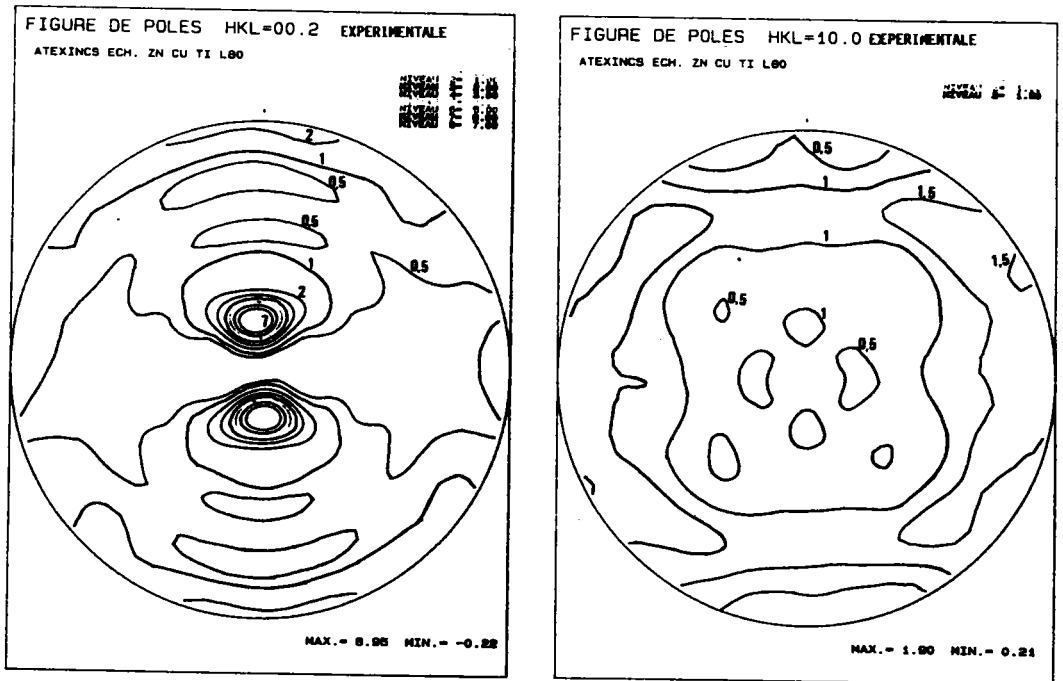


Fig. V-5-a : figures de pôles expérimentales (00.2) et (10.0) de Zn-Cu-Ti laminé à 80% de réduction

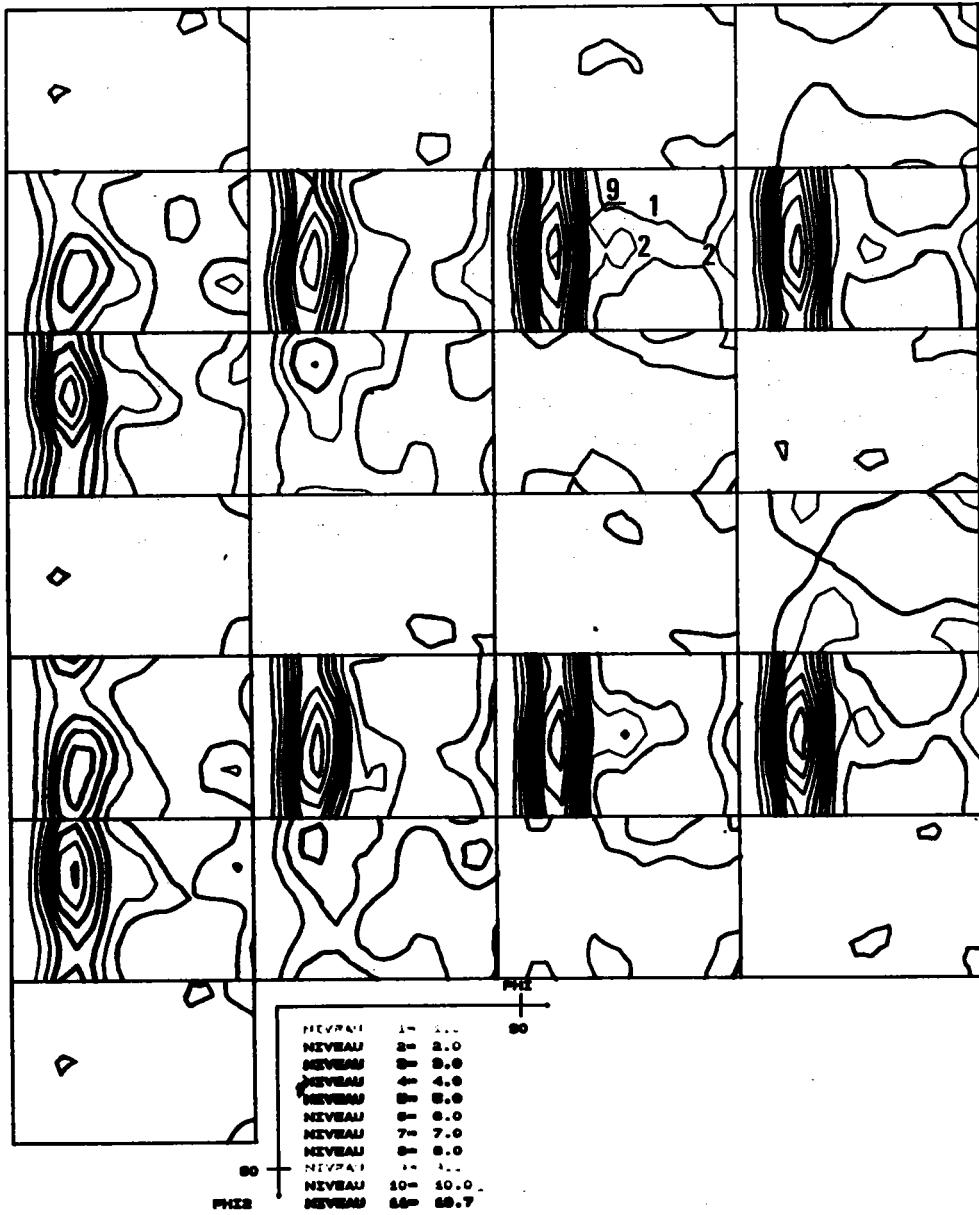


Fig. V-5-b : O.D.F. expérimental de Zn-Cu-Ti laminé à froid à 80% de réduction

5-3 SIMULATION DE L'EVOLUTION DE TEXTURE LORS DU LAMINAGE

L'évolution de texture dépend seulement des rapports des scissions critiques résolues (τ_c) et non pas de leur valeur absolue. Nous fixons donc à 1 la valeur de τ_c pour le système le plus facile et exprimons les autres τ_c par rapport à cette référence. Nous allons tout d'abord évoquer quelques simulations peu satisfaisantes du point de vue des textures générées mais instructives quand à l'effet des mécanismes. Ces cas sont illustrés seulement par la figure de pôles (0002).

Nous avons à notre disposition le glissement basal comme glissement facile auquel nous affectons la valeur de 1 et des glissements secondaires à scissions critiques plus élevées : glissement dévié prismatique $\{10\bar{1}0\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$; glissement pyramidal $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$ et maclage $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$. Ce dernier n'est que peu présent dans le cas expérimental que nous avons choisi mais nous regarderons théoriquement son effet.

Les glissements basal et prismatique adaptent la déformation dans le plan de base. Le glissement pyramidal $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$ et le maclage $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$ qui est un maclage de compression (le long de l'axe \vec{c}), adaptent la déformation le long de l'axe \vec{c} . Il est donc nécessaire d'avoir au moins un des deux derniers mécanismes.

En utilisant seulement du glissement basal et du glissement pyramidal $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$, on obtient sur la figure (0002) quatre composantes : deux composantes dont les axes \vec{c} sont à 20° de DN dans le plan (DN-DL) et deux composantes dont les axes \vec{c} sont parallèles à DL. Cette dernière composante existe quel que soient les rapports des scissions critiques.

Pour tous les rapports suivants : $\frac{\tau_{\text{Pyr } 2}}{\tau_{\text{basal}}} = \frac{30}{1}$, $\frac{\tau_{\text{Pyr } 2}}{\tau_{\text{basal}}} = \frac{7}{1}$, $\frac{\tau_{\text{Pyr } 2}}{\tau_{\text{basal}}} = \frac{3}{1}$

la composante existe et est d'autant plus importante que le rapport des scissions critiques diminue (simu Zn 80-1) (fig V-6). Le maclage $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$ a pour effet d'augmenter davantage cette composante (simu Zn 80-2) (fig. V-7) ; son intensité ne peut être diminuée que par l'intervention du glissement dévié (prismatique ou pyramidal de direction $\langle 11\bar{2}0 \rangle$). Nous n'avons pas déterminé le plan de déviation mais bien que dans la littérature

on ne fasse référence qu'à du glissement prismatique, nous testerons l'effet des deux plans (prismatique et pyramidal) comme glissement dévié.

Que l'on utilise pour "simuler le glissement dévié" dans les mêmes rapports le glissement pyramidal de type $\langle \vec{a} \rangle$ ou le glissement prismatique ou les deux à la fois, les évolutions des textures sont proches. Mais une participation trop grande du glissement dévié (prismatique ou pyramidal) entraîne l'apparition d'une composante inexistante sur les figures de pôles expérimentales : axes \vec{c} dans DT (si mu Zn 80-3) (fig. V-8).

La meilleure simulation à 80% de déformation ainsi obtenue (simu Zn 80-4) (fig. V-9) est celle qui correspond aux rapports de scissions critiques suivantes :

$$\frac{\tau_{\text{prim}}}{\tau_{\text{basal}}} = 15 ; \quad \frac{\tau_{\text{pyram}} \langle \vec{a} \rangle}{\tau_{\text{basal}}} = 30 ; \quad \frac{\tau_{\text{pyram}} \langle \vec{c} + \vec{a} \rangle}{\tau_{\text{basal}}} = 10$$

Si l'allure générale des figures de pôles est correcte, l'ODF présente des pics à $(\varphi_1 = 0, \phi = 90, \varphi_2 = 0)$ et à $(\varphi_1 = 45, \phi = 40, \varphi_2 = 40)$ qui n'existent pas de façon aussi intense dans le cas expérimental (fig. V-5-b). La première composante correspond aux axes \vec{c} dans DL et la deuxième composante correspond à l'étalement des axes \vec{c} qui se trouvent à 25° de DN dans le plan (DN-DL) de la figure de pôles (0002).

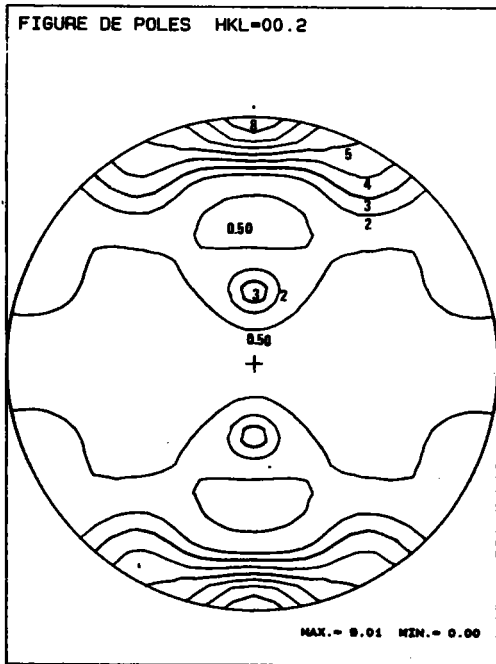


Fig. V-6 : simu Zn 80-1

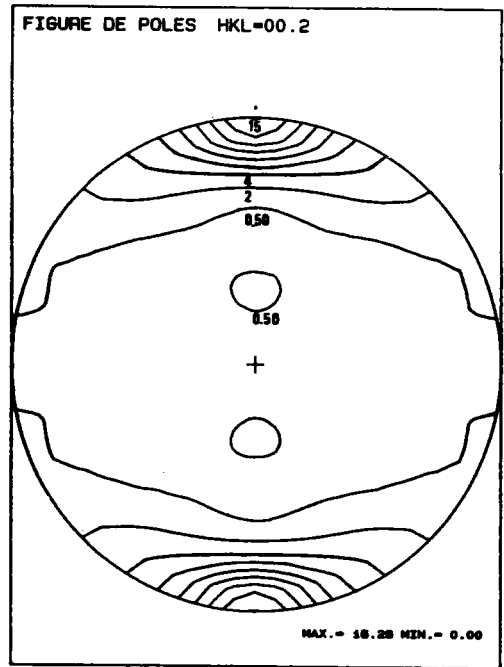


Fig. V-7 : simu Zn 80-2

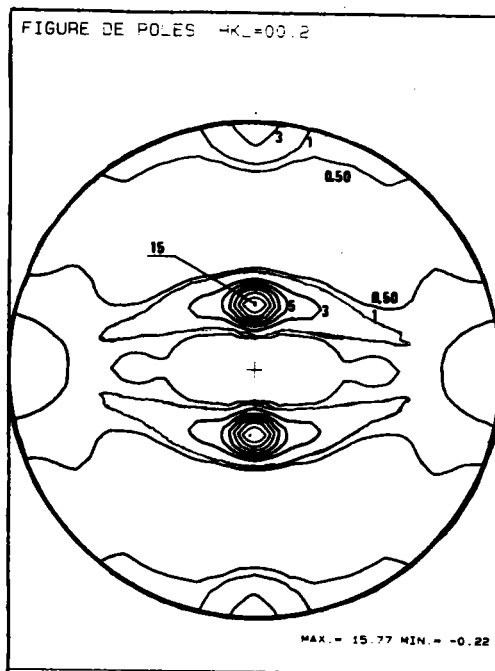


Fig. V-8 : simu Zn 80-3

Noter l'existence d'une composante $\vec{c} // DT$

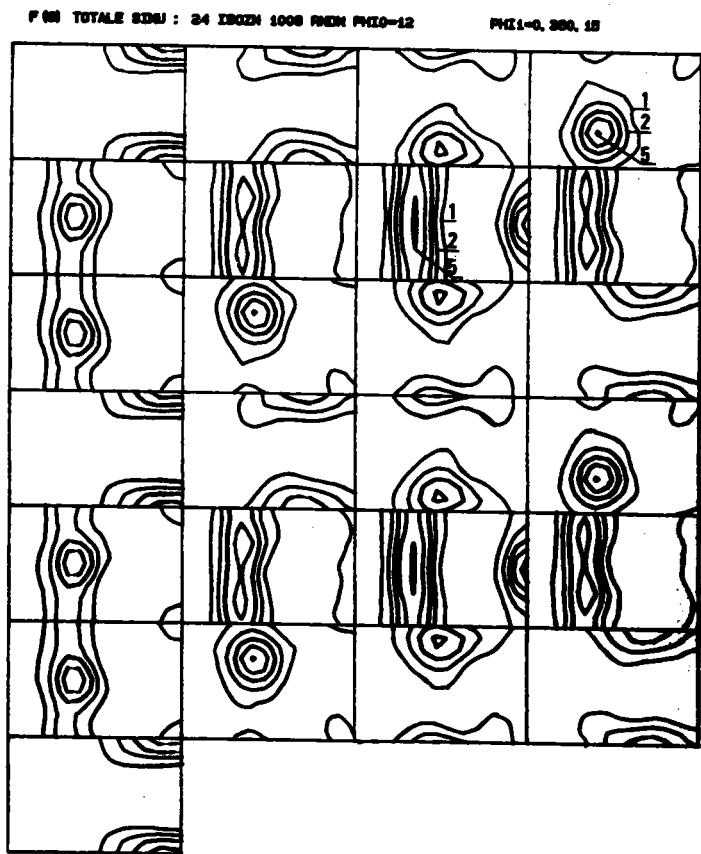
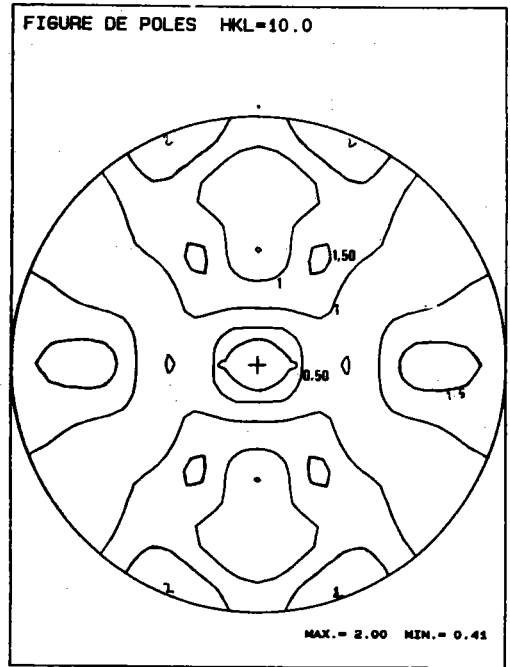
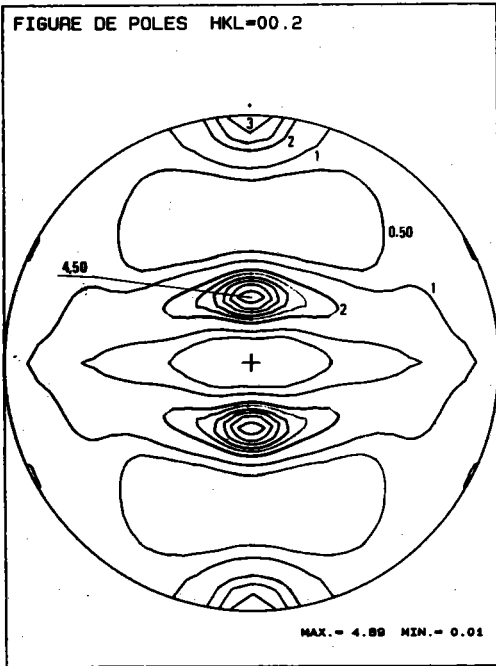


Fig. V-9 : simulation ZN 80-4

Nous avons jusqu'à présent utilisé une texture de départ isotrope, toutes les zones de l'ODF présente donc une même densité d'orientations. Si on se réfère à la notion de champ de rotation associé à la déformation plastique on pourra lier l'apparition de composantes à l'existence d'attracteurs. En effet, la présence d'orientations à proximité d'un attracteur donne automatiquement naissance à une composante ; ceci est très probable, partout là où les attracteurs existent, dans le cas d'une texture isotrope. Par contre, dans le cas d'une texture initiale anisotrope, seuls agissent les attracteurs existant dans les zones non vides. Nous avons donc repris les simulations en partant cette fois-ci d'une texture initiale anisotrope (fig. V-3-b) discrétisée en 352 orientations idéales.

Le résultat obtenu dans le meilleur des cas est celui effectué avec les rapports de contraintes critiques suivants (simu Anis 80-5) (fig. V-10 a-b) :

$$\frac{\tau_{\text{prim}}}{\tau_{\text{basal}}} = 15 ; \quad \frac{\tau_{\text{pyram}} \langle \vec{a} \rangle}{\tau_{\text{basal}}} = 30 ; \quad \frac{\tau_{\text{pyram}} \langle \vec{c} + \vec{a} \rangle}{\tau_{\text{basal}}} = 10$$

On constate en effet que les composantes ($\phi_1 = 0, \phi = 90, \phi_2 = 0$) et ($\phi_1 = 45, \phi = 40, \phi_2 = 40$) précédemment intenses se sont beaucoup atténuées et la comparaison avec les résultats expérimentaux est très satisfaisante au niveau de toutes les composantes aussi bien en position qu'en intensité.

On voit donc que la non prise en considération de la texture initiale peut amener injustement à mettre en cause le modèle. On note aussi que dans le cas particulier du zinc et ses alliages il existe un risque énorme de confusion entre la texture de laminage et la texture de recristallisation. Le seul moyen d'éviter ce risque est de prêter une attention particulière aux températures de déformation.

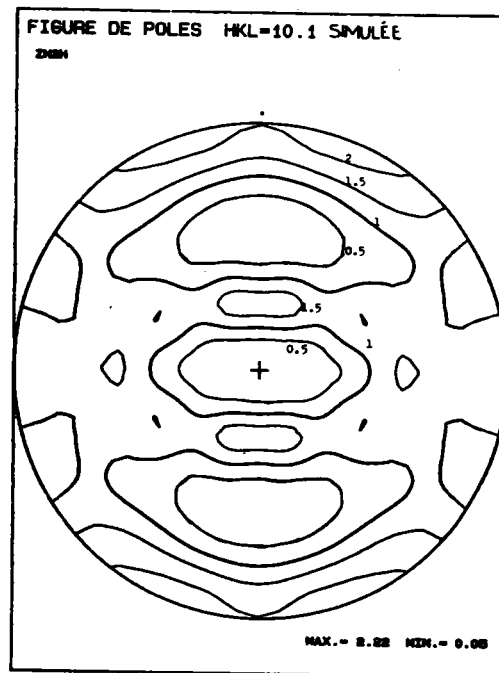
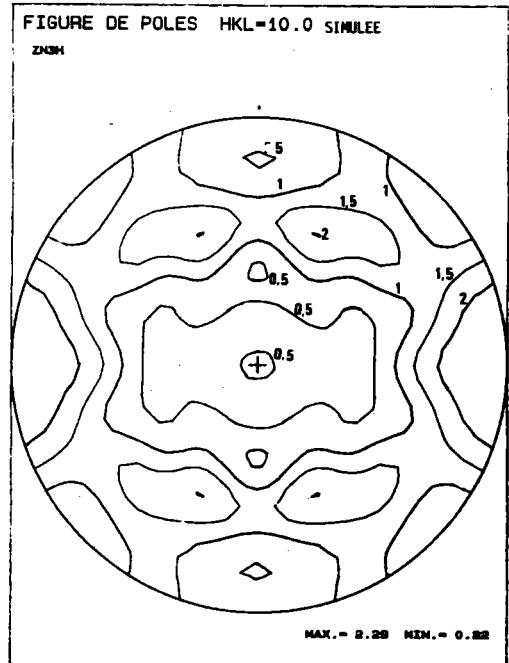
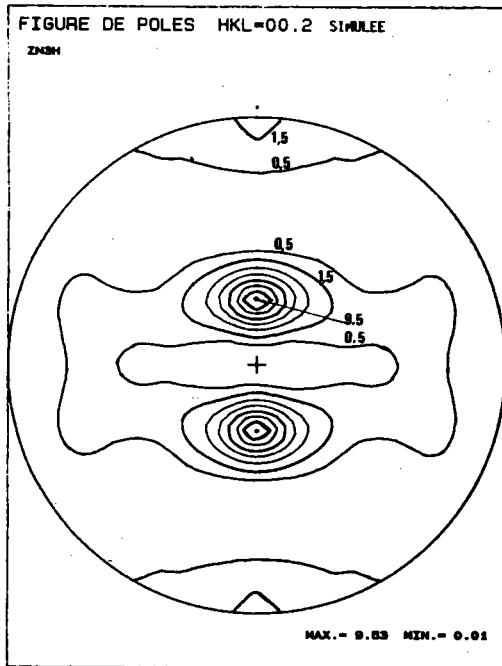


Fig. V-10 a : Figures de pôles - simu Anis 80-5

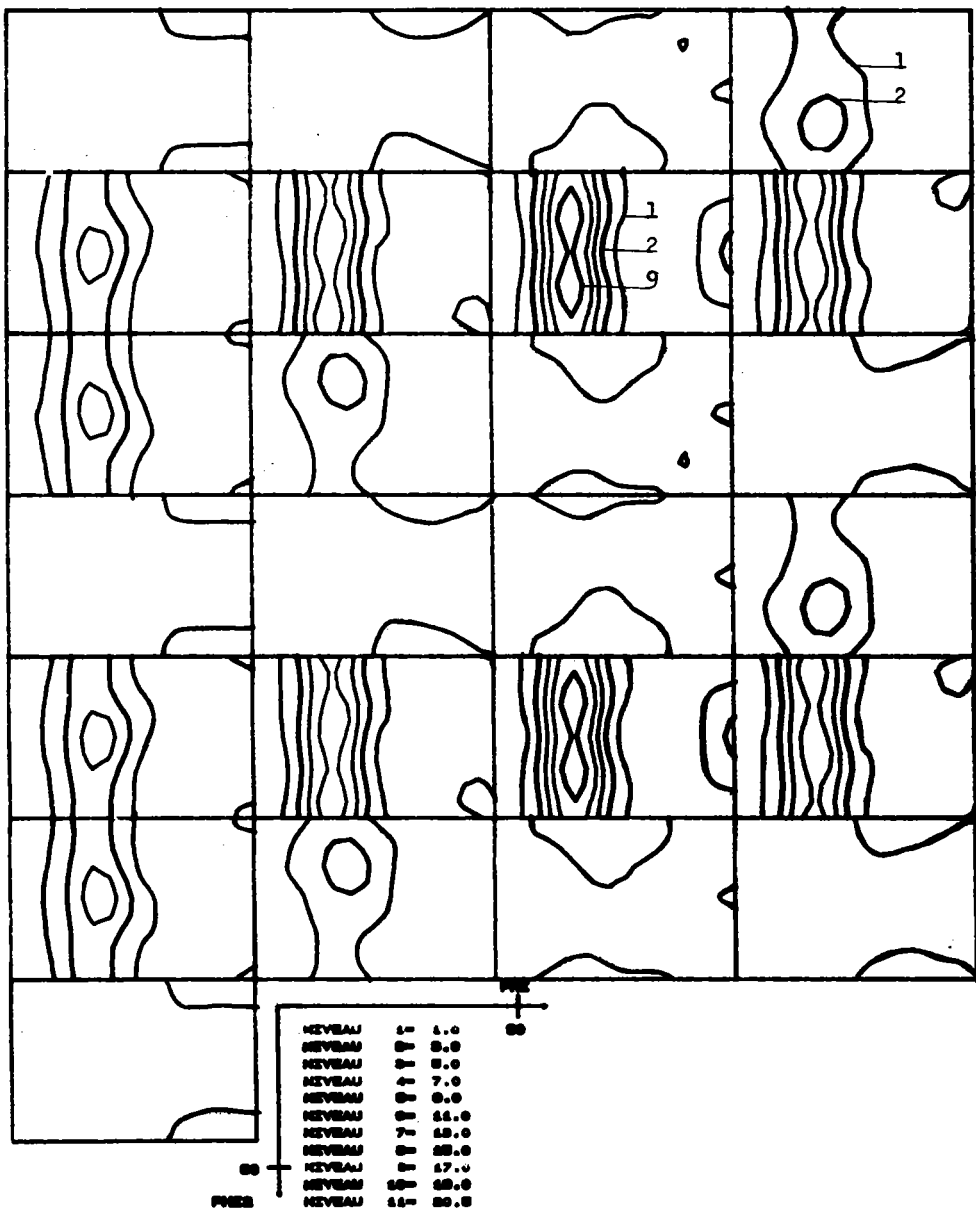


Fig. V-10-b : O.D.F. - simu Anis 80-5

6 - ALLIAGES DE TITANE ET DE ZIRCONIUM

L'étude porte sur du titane (T35) et du zirconium de qualité dite nucléaire (QN) dont les teneurs en oxygène sont similaires. Les alliages ont été laminés à chaud jusqu'à 6 mm d'épaisseur puis ils ont subi une recristallisation et un laminage à froid jusqu'à 4 mm d'épaisseur. Après recristallisation les microstructures des alliages sont homogènes. Les tailles de grains sont de 30 à 35 μm pour l'alliage T35 et de 20 à 25 μm pour l'alliage de zirconium (QN)

6-1 LAMINAGE A FROID

Le laminage à froid a été effectué, pour les deux alliages, jusqu'à 93% de réduction sans recristallisation intermédiaire. Des échantillons ont été prélevés à 30, 40, 50, 70% de déformation pour déterminer l'évolution de texture et de microstructure durant la déformation.

Après 50 % de réduction, les grains ont une forme très anisotrope. Dans le cas du titane T35, le maclage a été très actif jusqu'à 50% de déformation, la fraction volumique maclée à ce stade est d'environ 50% (fig. V-11), au delà de ce taux de déformation, le maclage n'intervient plus que très faiblement.

Pour l'alliage de zirconium, on note la même évolution avec une fraction volumique maclée moindre. A 50% de déformation la fraction volumique maclée pour cet alliage n'est que de 30% (fig. V-12).

Du point de vue texture, l'alliage T35 présente, à 50% de déformation, des axes \vec{c} à environ 40° de DN dans le plan (DN-DT) et des directions $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ parallèles à DL (fig. V-13), l'ODF de cet alliage présente une composante principale à ($\varphi_1 = 0, \phi = 40$ et $\varphi_2 = 0$) avec une importante dispersion (fig. V-14).

A ce niveau de déformation, on note pour l'alliage de zirconium à peu près la même allure de texture ; la seule différence est l'inclinaison des axes \vec{c} qui est ici d'environ 25° de DN (fig. V-15). L'ODF de cet alliage est à l'image de celle de T35 avec une composante principale à ($\varphi_1 = 0, \phi = 25$ et $\varphi_2 = 0$) et une plus forte dispersion selon φ_2 (Fig. V-16).

A 93% de déformation, l'évolution de texture se traduit par la diminution de l'angle d'inclinaison des axes \vec{c} (fig. V-17) et par le renforcement des composantes dans les ODF (fig. V-18). La texture devient très marquée.



Fig. V-11 : Titane T35 après 50% de déformation (la fraction volumique maclée est de l'ordre de 50%)

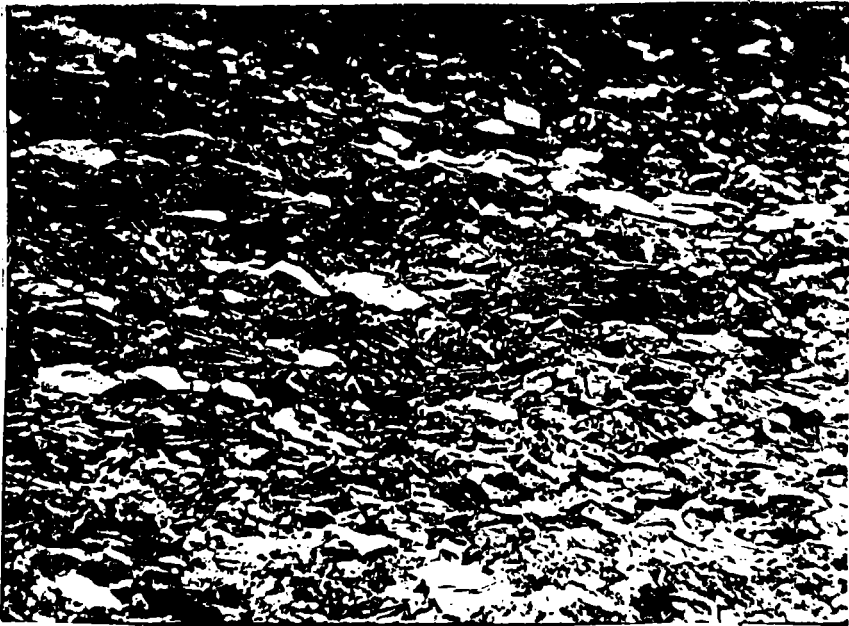


Fig. V-12 : Zirconium QN après 50% de déformation (la fraction volumique maclée est de l'ordre de 30%).

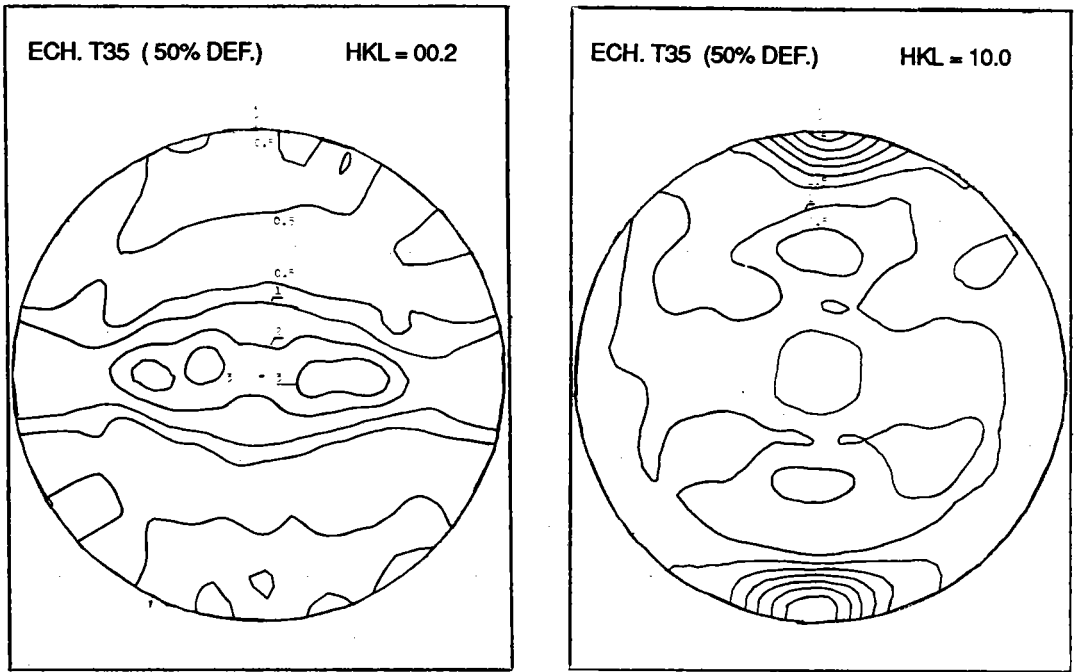


Fig. V-13 : figure de pôles (0002) et $(10\bar{1}0)$ du titane T35 après 50% de déformation.

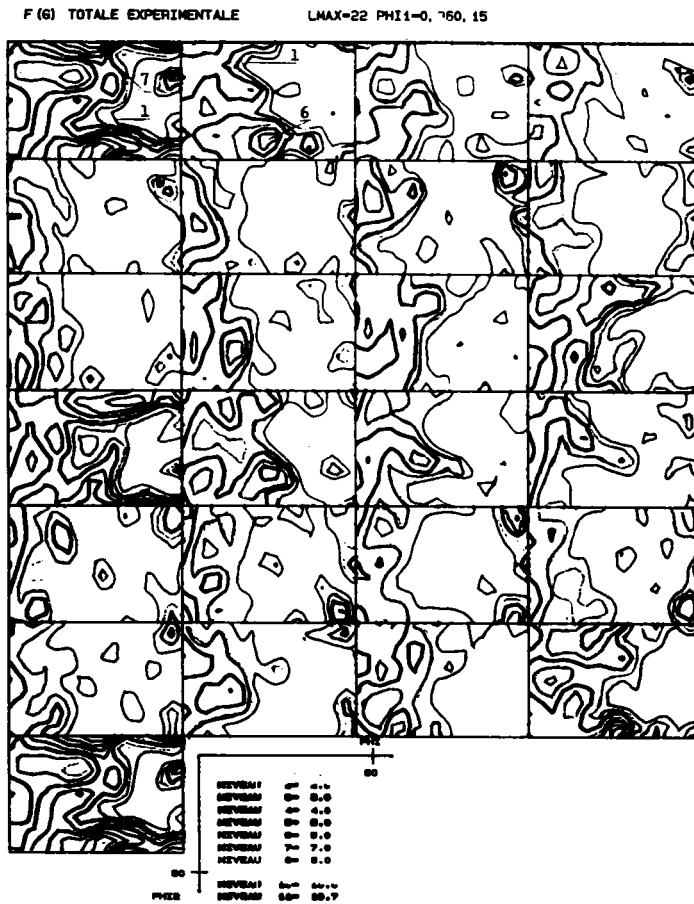


Fig. V-14 : O.D.F. du titane T35 après 50% de déformation.

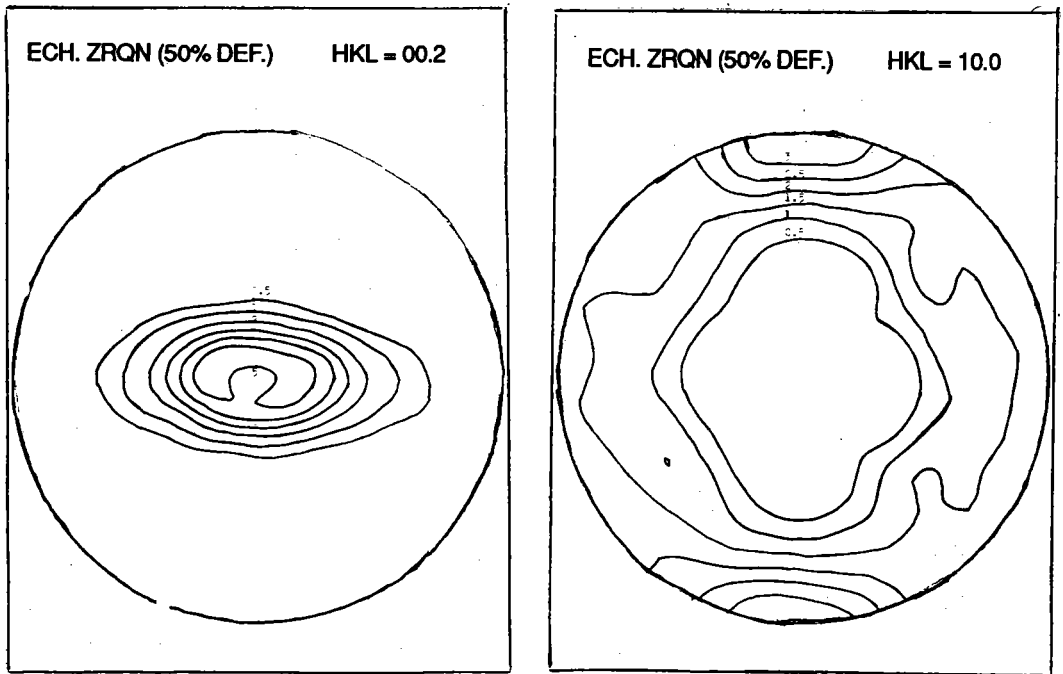


Fig. V-15 : Figures de pôles (0002) et (1010) du zirconium QN après 50% de déformation

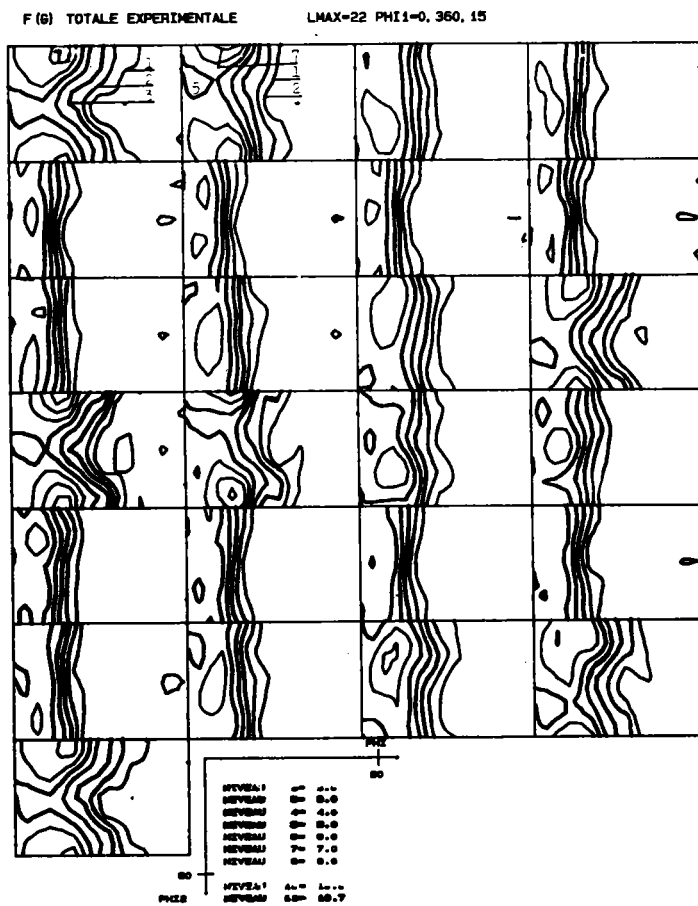


Fig. V-16 : O.D.F. du zirconium QN après 50% de déformation

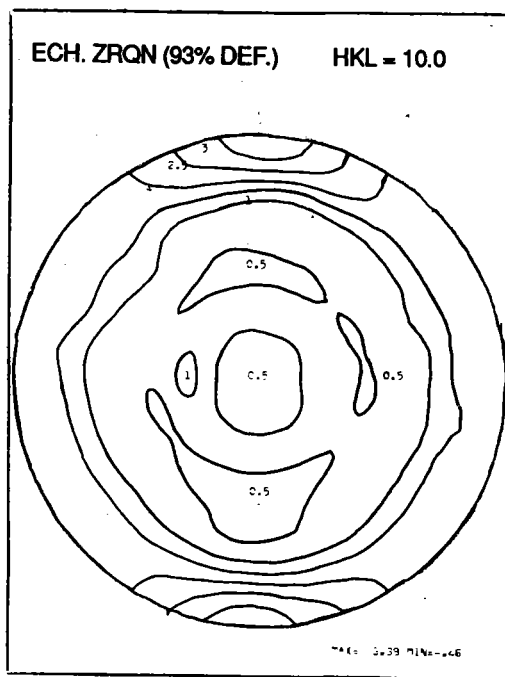
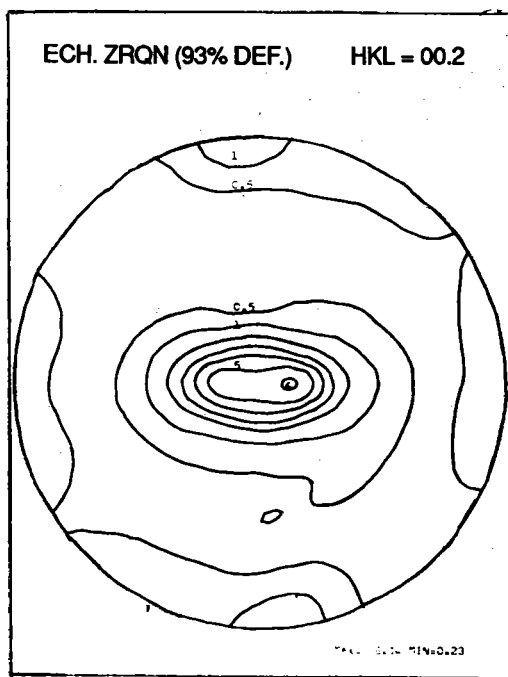
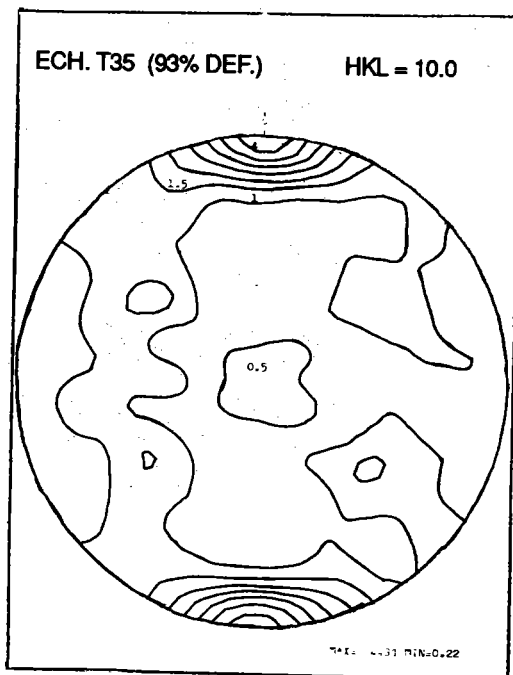
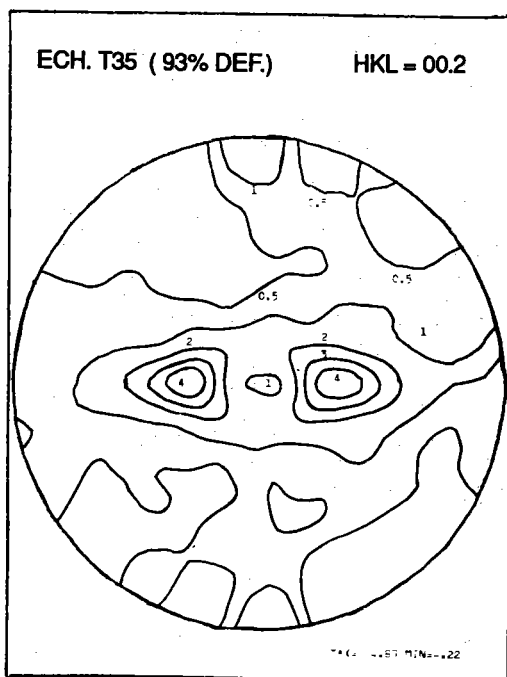
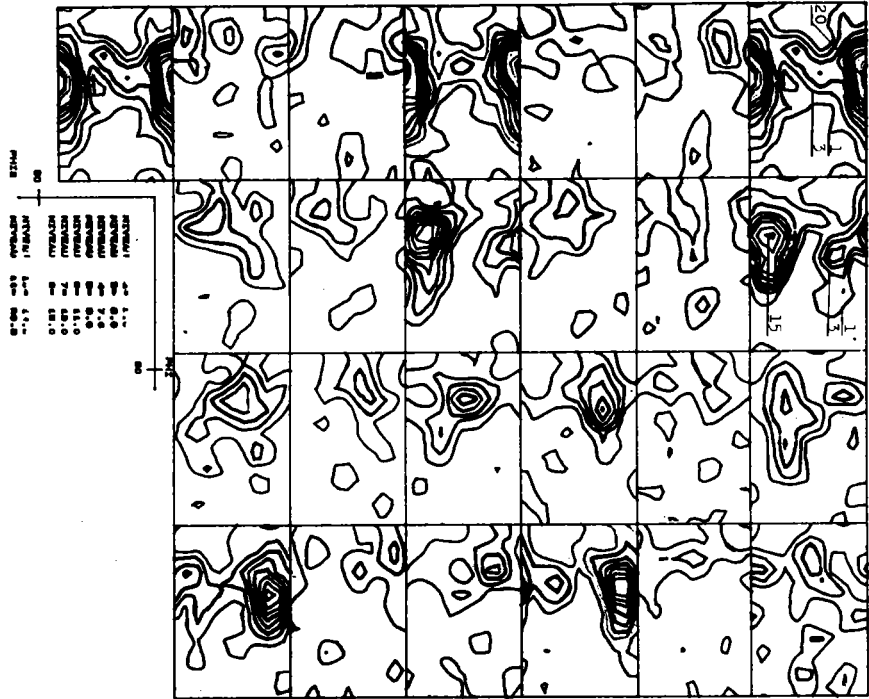
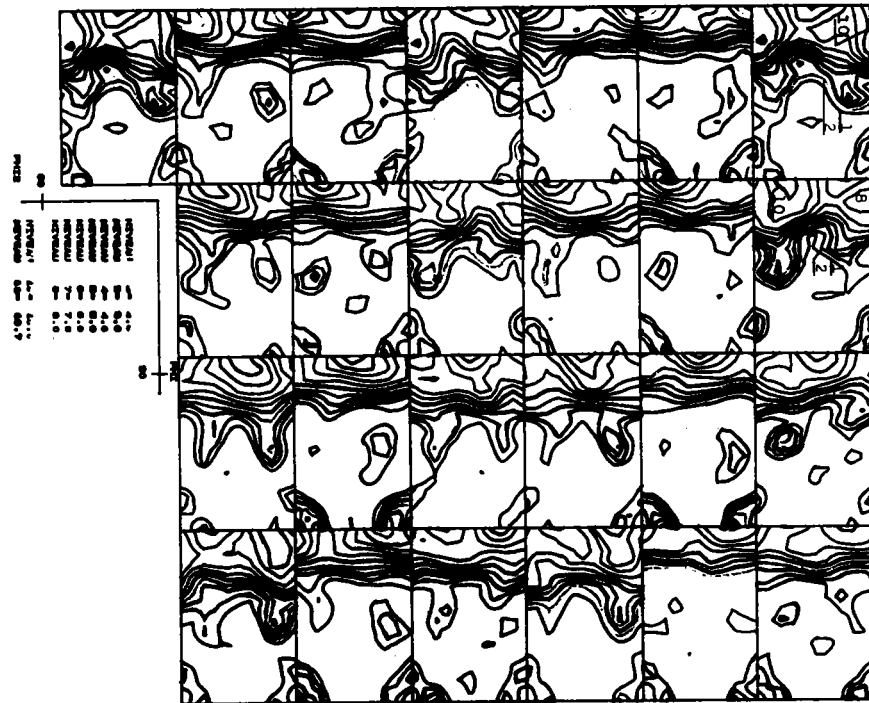


Fig. V-17 : figures de pôles (0002) et $(10\bar{1}0)$ du titane T35 et du zirconium QN après 93% de déformation



F (6) TOTALE EXPERIMENTALE TI 93% DEF LMAX=22 PHI=0, 360, 15

a/



F (6) TOTALE EXPERIMENTALE ZR LMAX=22 PHI=0, 360, 15

b/

Fig. V-18 : ODF du titane T35 et du zirconium QN après 93% de déformation

6-2 EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE ET MECANISMES DE DEFORMATION :

Là encore, si les systèmes de glissement ou de maclage principaux sont connus, les glissements ou maclages secondaires sont différents selon le type d'alliage et les scissions critiques de glissement et de maclage varient beaucoup avec la teneur en élément d'addition.

L'étude en microscopie électronique, à différents stades de la déformation des deux alliages en question (T35 et Zr QN) révèle deux étapes principales :

- une étape de 0 à 50% de déformation où les grains sont à peu près équiaxes du moins tout au début de la déformation, durant laquelle la déformation s'effectue par glissement prismatique $\{10\bar{1}0\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$, par maclage $\{10\bar{1}2\} \langle \bar{1}011 \rangle$ et par glissement dévié dans la direction $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ sur le plan basal ou pyramidal. On observe aussi quelques macles $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$.

- une étape de 50 à 93% de déformation où les grains sont pratiquement plats, (pancake) ; durant cette étape la déformation s'effectue sans maclage mais avec un glissement supplémentaire qui est le glissement pyramidal de direction $\langle \vec{c} + \vec{a} \rangle$.

L'évolution de la microstructure pendant la déformation nous conduit donc, dans le cadre des simulations, à appliquer le modèle de TAYLOR dans ses deux versions :

- déformation totalement imposée (DTI) durant la première étape (0 à 50 % de déformation),
- déformation partiellement imposée (DPI ou relaxée "pancake") durant la deuxième étape (50 à 93% de déformation).

6-3- SIMULATION DE L'EVOLUTION DE TEXTURE LORS DU LAMINAGE :

Durant la première étape (0 à 50% de déformation), la texture initiale utilisée est isotrope car nous ne disposons pas d'une texture expérimentale de départ. Ceci n'a sans doute pas une trop grande influence étant donné que la texture avant la déformation est peu marquée pour les alliages considérés.

Les mécanismes de déformation utilisés sont :

- le glissement prismatique $\{10\bar{1}0\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$
- le maclage $\{10\bar{1}2\} \langle \bar{1}011 \rangle$
- le glissement pyramidal $\{10\bar{1}1\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ comme "glissement dévié"
- le maclage $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$

Les valeurs de scissions critiques relatives accordées à ces mécanismes sont respectivement : 1 ; 4.5 ; 4.5 et 10.

Le résultat de cet essai présente les axes \vec{c} de la figure de pôles (0002) à environ 80° de DN dans le plan (DN-DT) (fig. V-19). Cette inclinaison excessive ne correspond pas à la réalité. Il a été prouvé par la suite avec d'autres essais que ceci est l'effet du maillage $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$ qui a tendance à "vider" le centre de la figure de pôles (0002).

Nous avons alors effectué un nouvel essai durant lequel nous avons négligé le maillage $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$ tout en introduisant un glissement susceptible de rapprocher les axes \vec{c} de DN à savoir le glissement pyramidal $\langle \vec{c} + \vec{a} \rangle$ (malgré l'absence d'évidence expérimentale durant cette phase de déformation). Là aussi le résultat n'est pas satisfaisant. En favorisant davantage le pyramidal $\langle \vec{c} + \vec{a} \rangle$ les axes \vec{c} basculent carrément dans le plan (DN-DL) fig. (V-20).

Tous les essais effectués durant la première étape avec la version (DTI) se sont avérés assez décevants. Deux questions se posent alors à ce niveau :

- le modèle de TAYLOR est-il applicable dans sa version (DTI) à toute cette phase de déformation ?

Car bien que les grains soient approximativement équiaxes tout au début de la déformation, leur forme évolue rapidement avec la déformation. En effet, comme le montre la micrographie (fig. V-21), les grains présentent déjà un aplatissement considérable à 50% de déformation.

- la deuxième question concerne le nombre de systèmes de glissement qui sont réellement activés, il en faut peut-être moins que l'on pensait. Ceci a déjà été constaté dans le cas des aciers [85] ; tout laisse à supposer que ça pourrait être la même chose pour les matériaux hexagonaux.

Ces deux questions nous ont conduit à appliquer le modèle de TAYLOR dans sa version relaxée "pancake". Les mécanismes utilisés sont ceux qui ont été observés durant cette étape de déformation auxquels nous avons ajouté le glissement pyramidal $\langle \vec{c} + \vec{a} \rangle$ pour pondérer l'effet du maillage $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$. En effet, comme on le constate dans le Zircaloy 4 où le maillage est très peu actif, ce glissement est nécessaire pour adapter la déformation.

Les valeurs relatives de scission critique utilisées sont respectivement :

1 pour le prismatique $\{10\bar{1}0\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$

2 pour le pyramidal $\{10\bar{1}1\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$

4.5 pour le maillage $\{10\bar{1}2\} \langle \bar{1}011 \rangle$

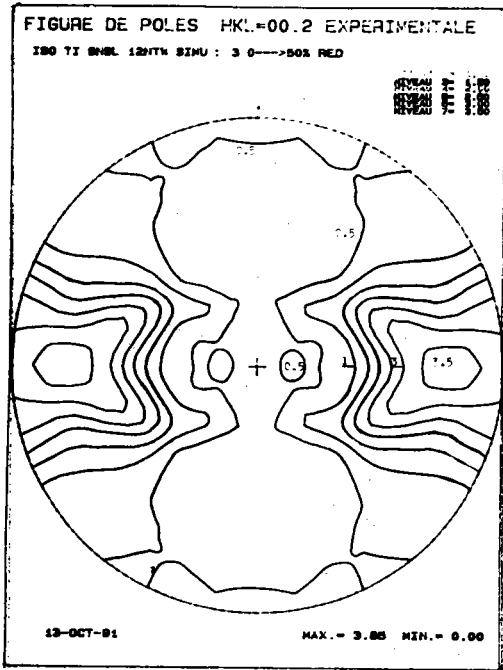


Fig. V-19 : Effet du maillage $\{11\bar{2}2\}$

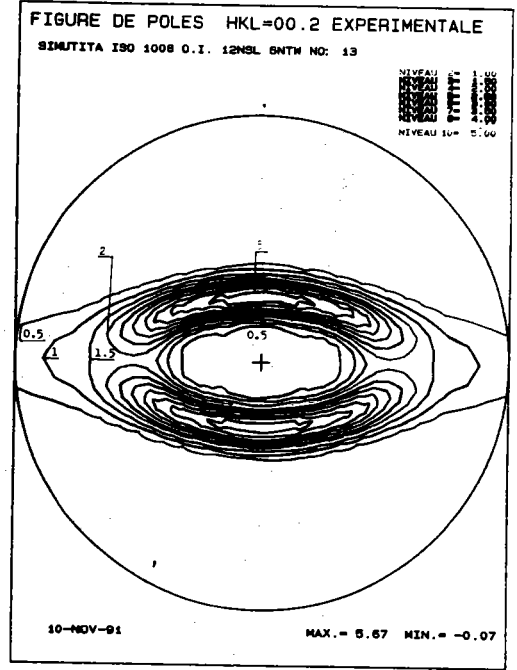


Fig. V-20 : Effet du pyramidal $\langle C+a \rangle$



Fig.V-21 : Forme des grains dans TI35 après 50% de déformation

10 pour le pyramidal $\langle \vec{c} + \vec{a} \rangle$

25 pour le maillage $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$

Les résultats obtenus avec cet essai sont satisfaisants pour l'alliage (Zr QN) mais moins satisfaisants pour l'alliage (T35). En comparant, en effet, la texture expérimentale (fig. V-14) à la texture simulée (simu - isoTi) (Fig. V-22-d) dans le titane, on constate que la texture expérimentale présente plutôt des composantes plus intenses avec beaucoup de dispersion et de fluctuation qu'on ne retrouve pas dans la texture simulée. Par contre dans le cas du zirconium, la texture expérimentale (fig. V-16) a été bien reconstituée théoriquement (simu - isoZr) (fig. V-23-d) avec peut-être des fibres un peu moins intenses. Mais la comparaison du point de vue positions est très correcte. Cette différence entre le résultat expérimental et le résultat théorique, surtout dans le cas du titane, est due pour l'essentiel selon nous à la non prise en compte de la texture initiale. On constate en effet, contrairement à l'habitude, que la texture simulée est moins intense que la texture expérimentale ce qui est très probablement lié à l'hypothèse d'une texture initiale isotrope.

A un moindre degré, la technique de prise en compte du maillage et les incertitudes concernant les rapports des contraintes critiques expliquent les différences observées.

Néanmoins l'accord observé est du même ordre que celui obtenu dans les matériaux cubiques avec le modèle de TAYLOR.

Durant la deuxième étape (50 à 93% de déformation) le maillage n'intervient pratiquement plus et les grains sont tellement aplatis que la version du modèle de TAYLOR utilisé est à fortiori la version relaxée "Pancake". La texture de départ est cette fois connue (fig. V-14) pour le titane et (fig. V-16) pour le zirconium. La texture est discrétisée dans les deux cas en environ 550 orientations.

Les mécanismes utilisés pour cette phase de déformation sont, conformément aux observations, seulement des glissements :

- prismatique $\{10\bar{1}0\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$

- pyramidal $\{10\bar{1}1\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$

- pyramidal $\langle \vec{c} + \vec{a} \rangle$

En utilisant des valeurs relatives de scissions critiques de 1. , 1.5 et 30. le résultat obtenu pour le zirconium est relativement satisfaisant (simu-anisZr) (fig.V-24-d) .

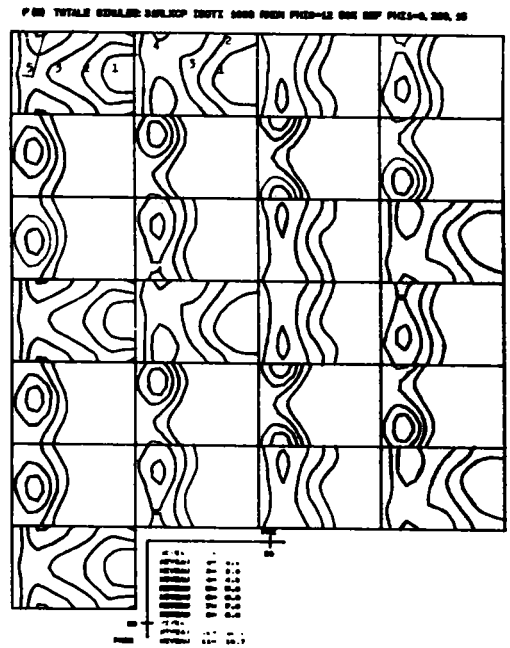
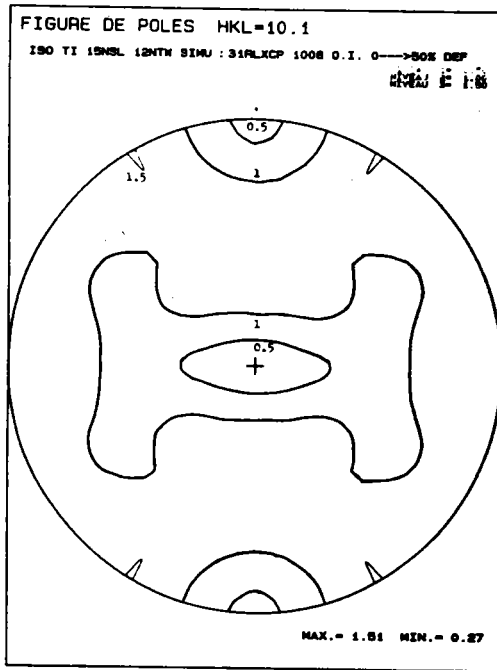
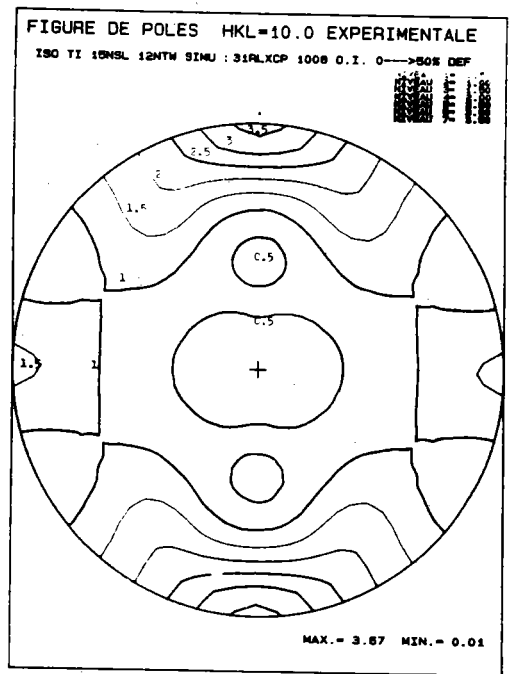
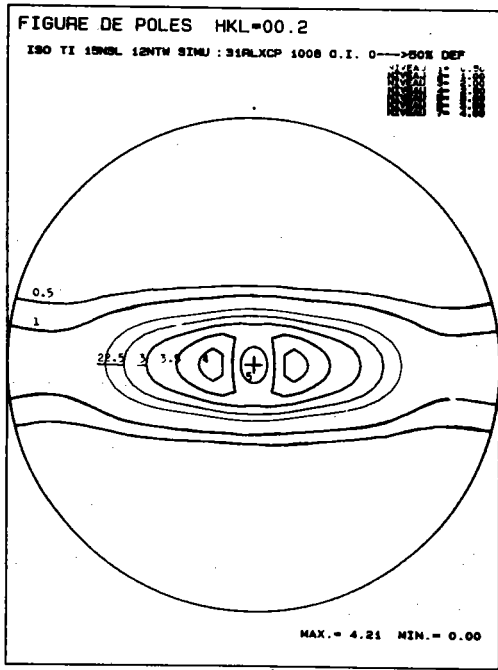


Fig. V-22 : Simu - IsoTi

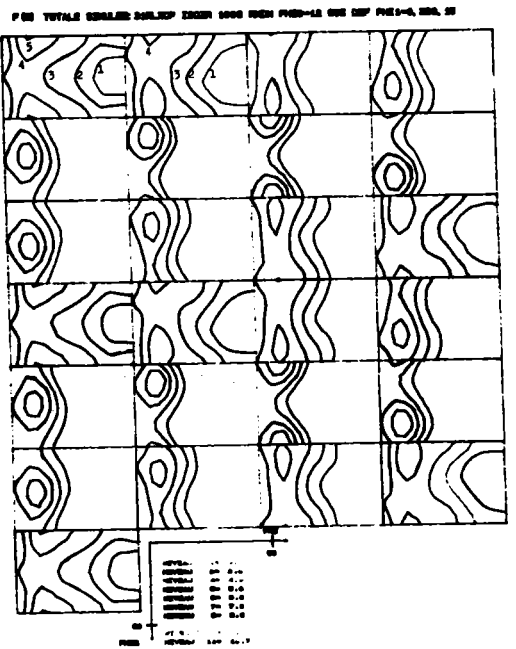
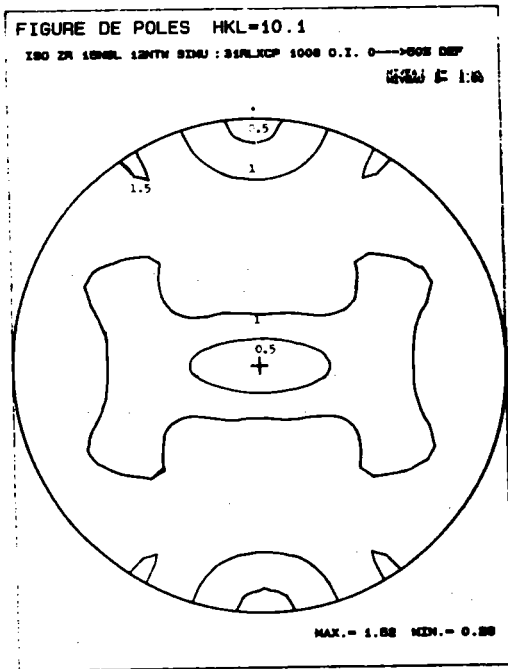
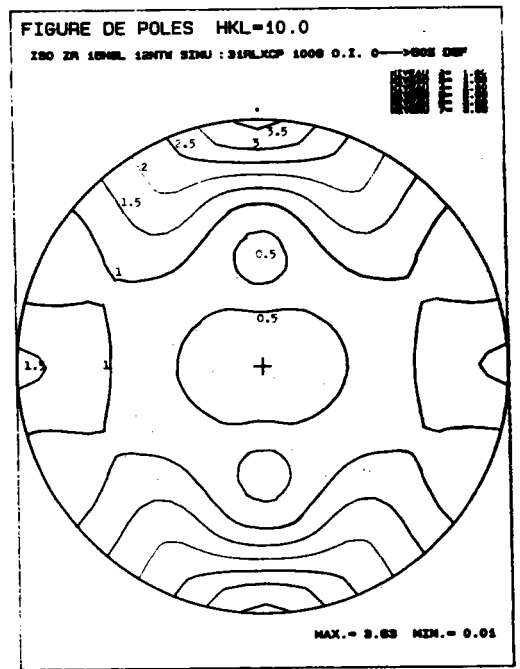
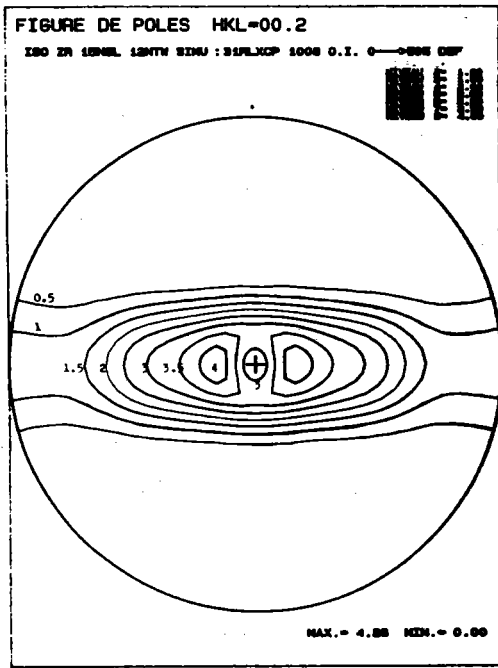


Fig. V-23 : Simu - isoZr

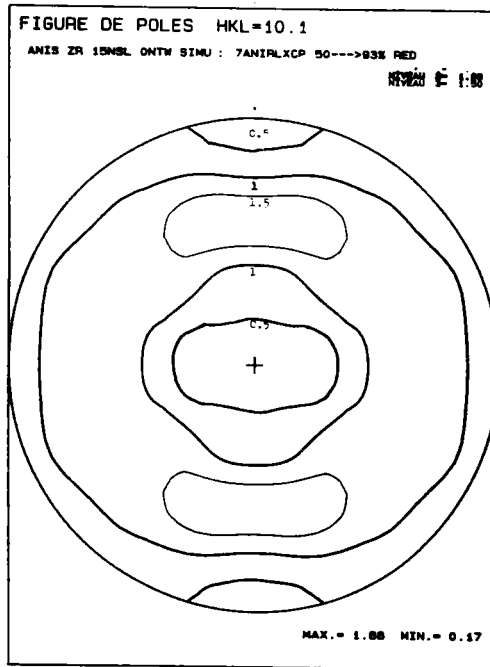
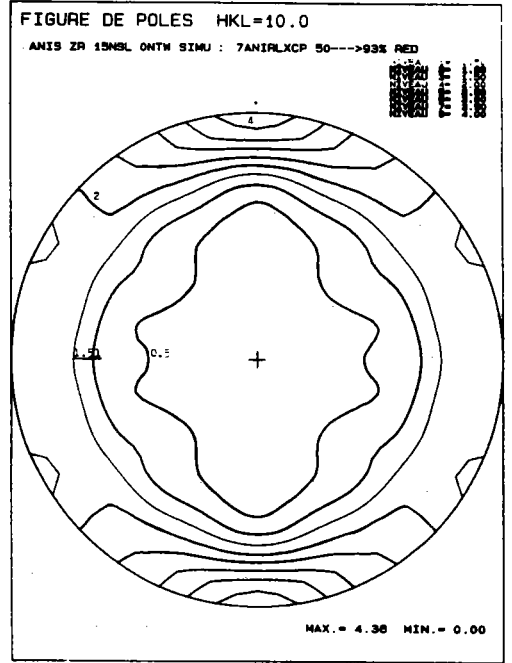
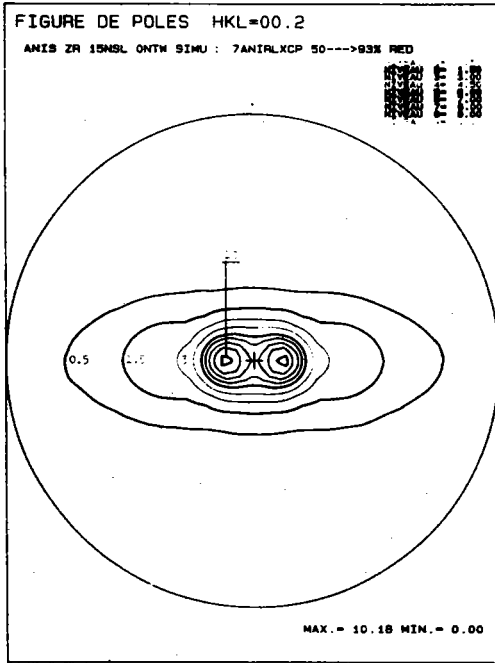


Fig. V-24-a-b-c : Figures de pôles Simu - anisZr

F (6) TOTALE SIMUZR

PHI0=12 50→93% DEF PHI1=0.360.15

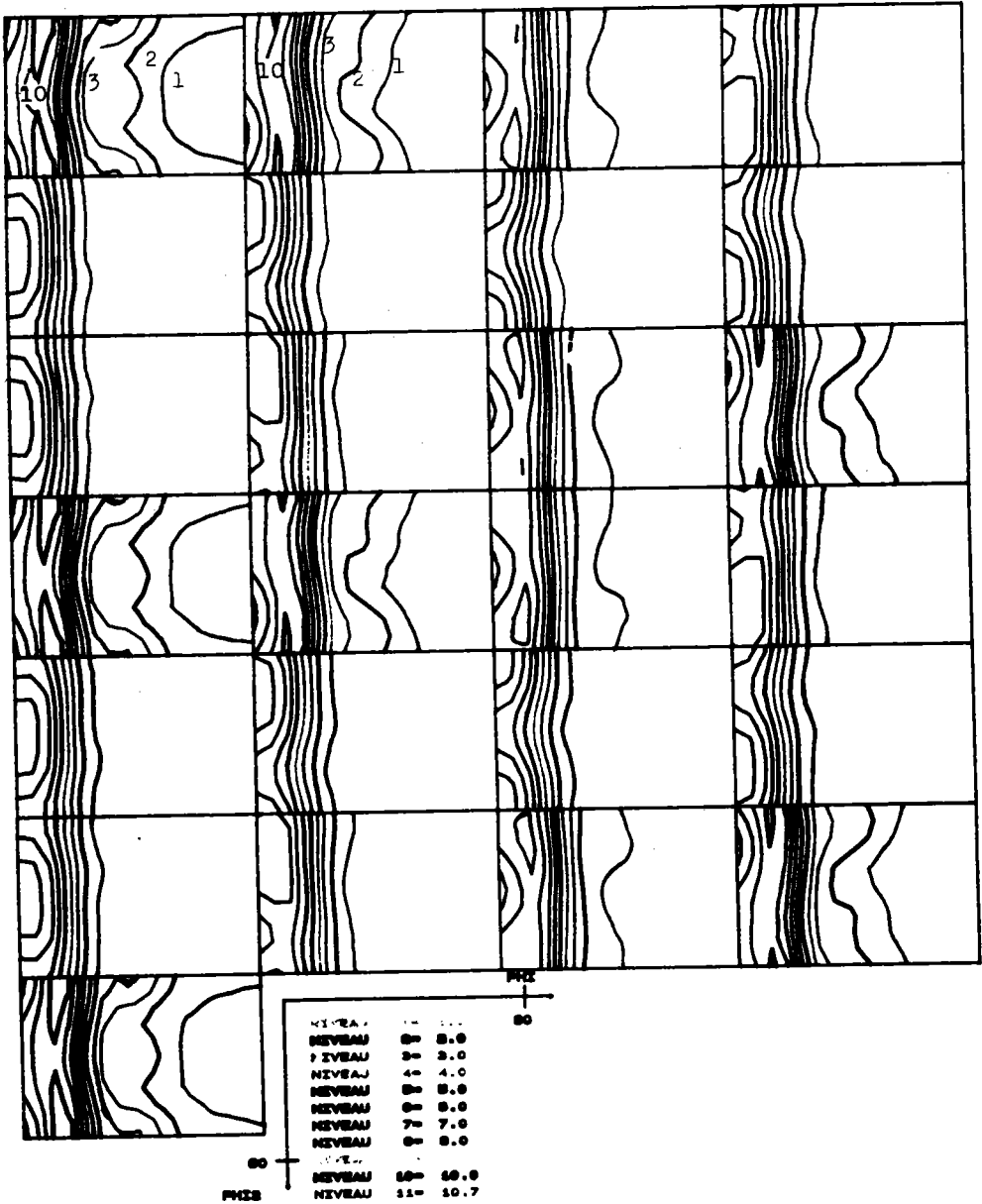


Fig. V-24-d : O. D. F. Simu - anisZr

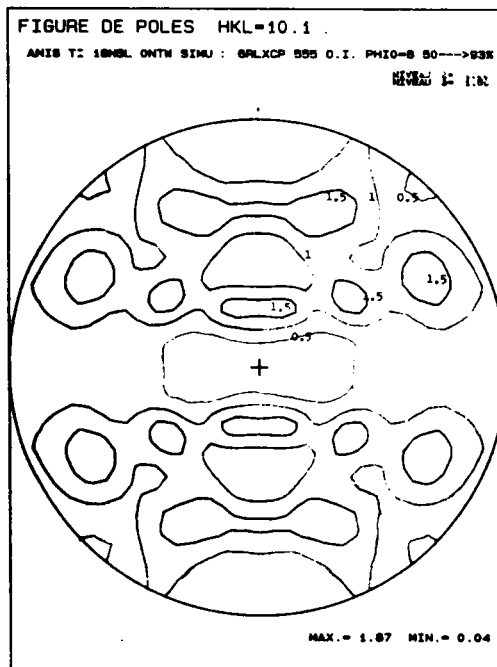
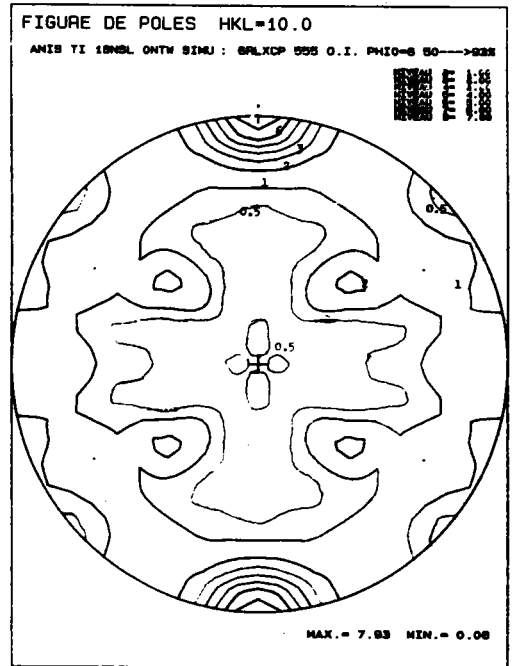
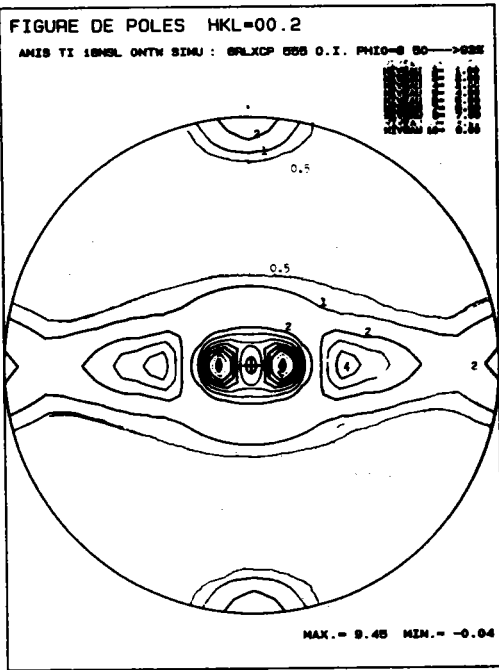


Fig. V-25-a-b-c : Figures de pôles Simu - anisTi

F(6) TOTALE SIMULEE:

ANISTI 055 O.I. PH10=8 93% DEF PH11=0,380,15

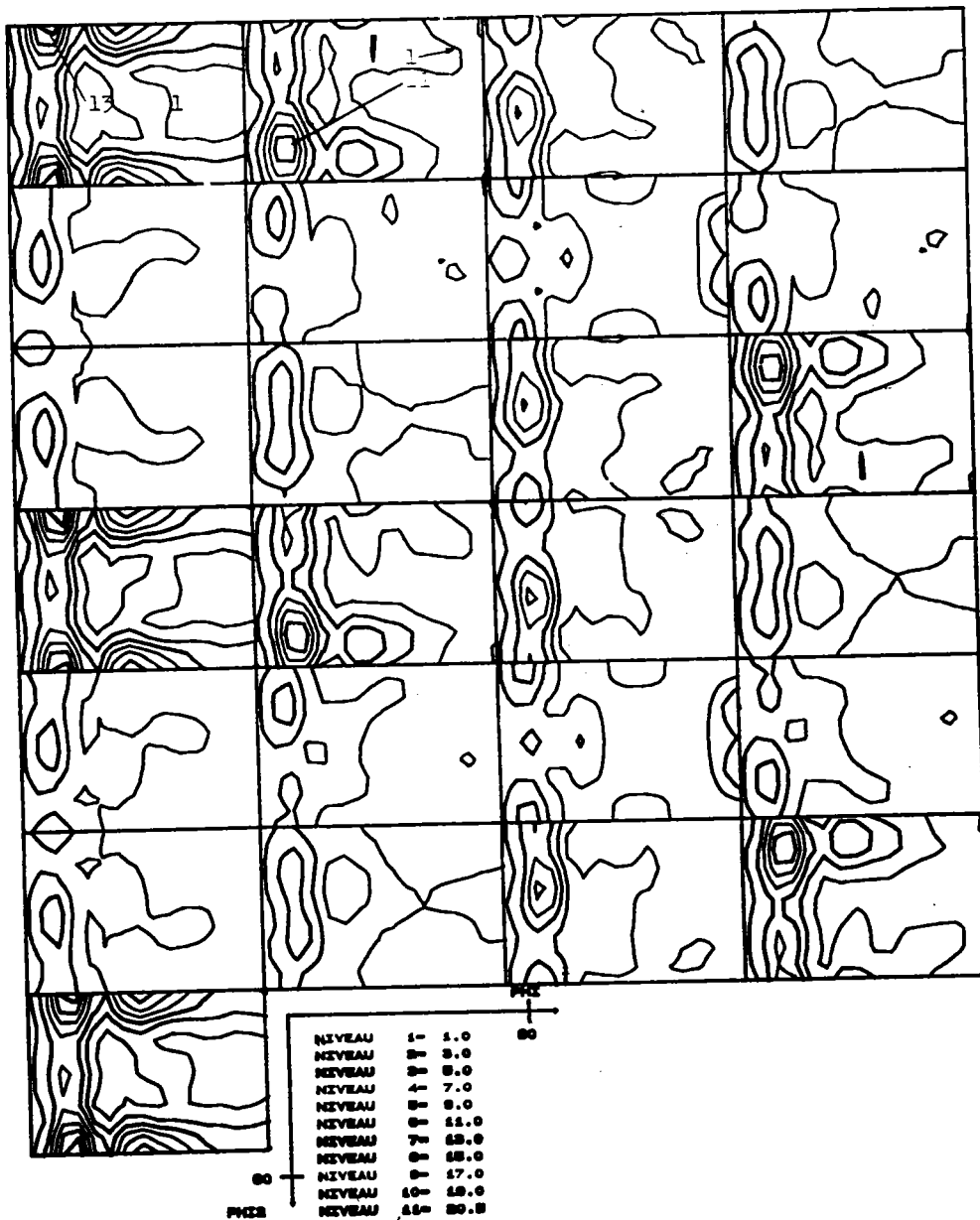


Fig. V-25-d : O. D. F. Simu - anisTi

On constate en effet que les zones de concentration dans les deux cas avec des niveaux sensiblement identiques avec toutefois un peu plus de dispersion selon ϕ dans la F. D. O. expérimentale. A l'intérieur de ces "bandes denses" la structure de la F. D. O. est quelque peu différente dans la section $\phi_1 = 60^\circ$. L'accord global est tout à fait comparable à celui qu'on peut observer dans les matériaux cubiques.

Dans le cas du titane ce même jeu de mécanismes et de scissions critiques conduit à une texture quelque peu différente de la texture expérimentale. On obtient une légère amélioration en considérant que le glissement dévié peut se faire également sur le système pyramidal $\{10\bar{1}1\} \langle 1\bar{1}20 \rangle$ et sur le système basal $\{0001\} \langle 1\bar{1}20 \rangle$. La figure (V-25-d) (simu - anis Ti) présente la F. D. O. obtenue avec les scission critiques relatives : 1. pour le prismatique, 10. et 10. (pour les deux systèmes de déviation) et 30. pour le pyramidal $\langle \vec{c} + \vec{a} \rangle$. Les différences les plus notables avec la texture expérimentale de la figure (V-18-a) résident d'une part dans le fait que le pic autour de ($\phi_1 = 0, \phi = 40, \phi_2 = 0$) est séparé en deux dans la texture calculée et d'autre part dans le fait que les niveaux de la F. D. O. calculée sont sensiblement plus faibles. Une part de cette différence est très certainement due à la technique d'échantillonnage de la texture initiale puis à l'opération inverse (fonctions gaussiennes) après simulation qui tend à "affaiblir" la texture calculée. L'accord global nous semble toutefois suffisant pour valider les mécanismes mis en jeu dans cette simulation. Néanmoins on est forcé de reconnaître qu'on est mieux satisfait des résultats du zinc et du zirconium que de ceux du titane. Vu l'inhomogénéité de la déformation spécifique aux alliages de titane, on peut toutefois se poser la question sur l'adaptation du modèle de TAYLOR à ce type de matériaux.

CONCLUSION GENERALE

Les mesures expérimentales des figures de pôles sont généralement entachées d'erreurs plus ou moins importantes selon les conditions expérimentales. La correction de ces mesures présente, dans le cas des matériaux hexagonaux certaines difficultés spécifiques ; en particulier pour les figures de pôles (10.0) qui, pour beaucoup de textures ne présentent pas de pics dans la partie mesurée en réflexion. Les corrections du bruit de fond et de la défocalisation s'avèrent donc très délicates. Ceci peut conduire à des imprécisions et à des incompatibilités dans les figures de pôles expérimentales qui provoquent à leur tour l'apparition de valeurs négatives dans les figures de pôles recalculées.

L'introduction de la condition de positivité dans les figures de pôles ("positivité 1er étage") engendre une solution beaucoup plus satisfaisante physiquement à savoir la disparition des valeurs négatives dans les figures de pôles recalculées. Ceci conduit à l'amélioration des valeurs des coefficients

$\tilde{C}_l^{\mu n}$ de la partie paire de la fonction de texture. Cet effet "correcteur" de la positivité a été très clairement mis en évidence sur des exemples théoriques. En effet, en générant à partir d'une texture synthétique des figures de pôles correspondantes "exactes" et des figures de pôles falsifiées, nous avons créé un excellent modèle pour étudier les conditions d'analyse. La comparaison entre les figures de pôles "exactes" et les figures de pôles recalculées conduit aux constatations suivantes :

- la solution avec positivité est beaucoup plus proche de la réalité. Les coefficients d'erreur "vraies" montrent par leurs faibles valeurs que la positivité rend les figures de pôles plus compatibles entre elles et corrige par ce fait les valeurs "falsifiées" et incompatibles de départ,
- la positivité permet l'augmentation du pouvoir de résolution. Il est effectivement possible de calculer à partir de deux figures de pôles des figures de pôles supplémentaires et augmenter par la suite le rang du développement en série pour un calcul plus précis de la fonction de texture.

Le critère de qualité basé sur les valeurs des coefficients d'erreurs n'a pas dans le cas pratique tout à fait le même sens que dans le cas théorique car les

valeurs "exactes" des figures de pôles ne sont pas connues. Mais les coefficients d'erreur entre les figures de pôles de départ et les figures de pôles recalculées montrent une certaine incompatibilité. Néanmoins, l'effet de la positivité est bien visible quand on considère l'évolution de la somme des valeurs négatives dans les figures de pôles recalculées ainsi que les maxima et les minima relatifs à chaque figure.

La détermination de la partie impaire $\tilde{f}(g)$ est à son tour basée sur la condition de positivité, mais cette fois-ci de $f(g)$, ("positivité 2ème étage").

L'addition de la partie impaire $\tilde{f}(g)$ ainsi calculée n'assure pas systématiquement la positivité de $f(g)$. Le résultat de cette deuxième phase de calcul est basé sur les coefficients $\tilde{C}_l^{\mu n}$ qui proviennent de la première phase. Notre expérience montre que la qualité de la détermination de $f(g)$ est largement tributaire de la qualité de la détermination de la partie paire $\tilde{f}(g)$.

La classification des textures au chapitre IV nous permet d'élaborer un lien entre les informations souvent partielles recueillies dans la littérature. Nous pouvons désormais dire que tel et tel type de figures de pôles correspondent à tel type d'O.D.F.

D'autre part nous constatons que la texture dans les matériaux hexagonaux se résume en fait à quatre principaux types :

- type I : axes \vec{c} dans le plan (DN-DL) (pôles longs)
- type II : axes \vec{c} dans le plan (DN-DT) (pôles travers)
- type III : axes $\vec{c} // DN$ (pôles centraux)
- type IV : textures de fibre.

La modélisation de la texture de déformation est l'un des moyens de comprendre la déformation. Nous avons visé par ce moyen à mieux comprendre les mécanismes mis en jeu lors de déformations dans les matériaux hexagonaux. Cette étude est conduite en trois étapes :

- détermination de la texture initiale (si celle-ci est connue),
- modélisation de la déformation,
- comparaison des textures réelles (expérimentales) et calculées (simulées).

L'application de cette étude à trois exemples d'alliages (zinc, titane et

zirconium) conduit à plusieurs conclusions :

- le choix du modèle et son application doit être adapté le mieux possible aux réalités expérimentales. Etant donné que les matériaux hexagonaux se déforment par glissement et maclage, le modèle choisi doit tenir compte de ces deux types de déformation,

- adapter le modèle aux différentes phases de la déformation. En effet, l'évolution de la microstructure observée en microscopie électronique montrent que les grains, principalement dans le cas des alliages de titane et de zirconium, ne sont équiaxes qu'au début de la déformation. Ils présentent "vite" une forme aplatie pour un taux de déformation pas trop élevé. Le modèle de TAYLOR ne peut donc être utilisé dans sa version (DTI) que durant la toute première phase de déformation (< 30% de réduction). au-delà de ce taux de déformation, la version (DPI) s'avère la mieux adaptée. Vu la forme des grains, la déformation ne nécessite plus cinq mécanismes pour se réaliser. Ceci nous a permis durant les simulations d'utiliser les mécanismes élémentaires appropriés à chaque phase de déformation. Nous avons ainsi défini (conformément aux observation en MET) une phase de déformation avec maclage et une phase de déformation sans maclage suivant les cas. Par contre dans le cas du zinc la version (DTI) est maintenue pour toute les phase de déformations car la présence des filets durs de $TiZn_{15}$ fait que les grains se déforment de façon assez homogène ce qui n'est pas le cas pour les matériaux monophasés.

Nous avons également mis en évidence l'importance de la texture initiale : l'exemple du zinc nous a parfaitement révélé combien il est important de prendre en considération la texture initiale car une texture de départ isotrope donne l'occasion aux "attracteurs" de faire apparaître des composantes là où elles n'ont pas lieu d'être dans une réalité expérimentale.

Il est aussi important, pour éviter un risque de confusion entre la texture de déformation et la texture de recristallisation, d'être très attentif à la température de déformation surtout dans le cas des matériaux qui possèdent une température de recristallisation relativement basse comme c'est le cas pour les alliages de zinc. Sauf en cas de prise de précautions particulières nous constatons effectivement, l'apparition de composantes liées à la recristallisation et non à la déformation.

Il est donc très nécessaire de prendre en compte le maximum d'aspects microstructuraux pour se rapprocher le mieux possible de la réalité expérimentale. C'est ce que nous avons tenté de faire en allant dans le sens de

LEFFERS (ICOTOM9) qui préconise cette initiative.

Les résultats des simulations obtenus sont souvent assez satisfaisants et l'accord avec l'expérience est pratiquement du même ordre de qualité que les matériaux cubiques surtout dans le cas du zinc et du zirconium. En effet, les O. D. F. simulées présentent dans le cas du zinc et du zirconium un accord avec les O. D. F. expérimentales aussi bien en position qu'en intensité. Pour le titane, le résultat est un petit peu moins satisfaisant. La texture expérimentale présente des composantes plus marquées et dispersées mais l'allure reste tout de même comparable au résultat de la simulation.

Les résultats du titane, zirconium et zinc, confirment que l'évolution de la texture de déformation est étroitement corrélée à l'évolution de la microstructure qui à son tour peut être influencé par des traitements thermiques. Par conséquent, la conjugaison de la déformation et du traitement thermique devrait permettre de "fabriquer" des textures plus favorables pour la formabilité. Nous espérons que notre travail contribuera à avancer dans cette voie.

BIBLIOGRAPHIE (CHAPITRES IV ET V)

- [1] De GELAS, B., SERAPHIN, L., TRICOT, R. et CASTRO, R. - Propriétés mécaniques résistance à la corrosion et emplois du titane dans l'industrie chimique. Rev. Métallurgie (F) n° 1 janv. 1974 p. 75-85.
- [2] MOLINIER, R., SERAPHIN, L. , TRICOT, R. et CASTRO, R. -Développements récents et critères d'emploi des alliages de titane pour l'industrie aéronautique. Rev. Métallurgie (F) n° 1 janv.1974 p. 1-17.
- [3] CHARQUET, D., "Propriétés du zirconium et du hafnium" T.D.I. M560
- [4] DE LEIRIS, H., "Métaux et alliages" Tome III, p. 106, Edition Masson et Cie, 1971
- [5] SYRE, R., "Beryllium", T.D.I., M551
- [6] DE LEIRIS, H., "Métaux et alliages" Tome III, p. 74, Edition Masson et Cie, 1971
- [7] PECKLESIMER, M.L., Electrochemical technology, 4, 1966, p. 289
- [8] BARETT, C.S., "The structure of Metals" Znd. Edu. 1952 New-York (Mac Grax-Hill)
- [9] GONDI, P., Met. Ital. 1960, 52, 601
- [10] WILSON, D.V., CHAPMAN, J.A., Phil. mag. (1963) 8, 1543
- [11] PEARSALL, G.W., Trans. Amer. sco. Metals (1958) 50, 881
- [12] CHARQUET, D. et BLANC, G. , "Texture d'écroissage et de recristallisation de tôles de zircaloy-4", Colloque sur les textures cristallines dans les métaux SFM Sud-Est ALBERVILLE 7-8 Novembre 1985
- [13] DILLAMORE, I.L., ROBERT, W.T., "Prefered orientation in Wrought and annealed metals", Metallurgical Reviews (1965), vol. 10 n° 39.

- [14] KEELER, J.H., GEISLER, A.H., Trans. Am Inst. Min Met Ing. (1955) 203, 395
- [15] KEELER, J.H., GEISLER, A.H.; 1 bid (1956) 206, 80
- [16] KEELER, J.H., Trans. Met. Soc. AIME (1958) 212, 781
- [17] MARDON, J.P., Thèse 3ème cycle, Orsay
- [18] THORNBURG, D.R. et PIEHLER, H.R., "Cold-Rolling texture development Titanium Sci and Tech. Plenum Press, New-York, London, 1973, vol. 2, 187.
- [19] OMORI, G., "Effect of lanthanum and cerium on cold workability of polycrystalline magnesium", National Research Institute for Metals (Tokyo) 1976
- [20] PHILIPPE, M.J., ESLING, C. and HOCHEID, B. "Role of Twinning in Texture Development and in Plastic Deformation of Hexagonal Materials", Textures and Microstructures, 1988, vol. 7, p. 265-301.
- [21] CARRE, C., Thèse 3ème cycle, Orsay, 1984
- [22] Mc HARGUE, C.J. and HAMMOND, J.P., Trans; Amer. Inst. Min. Met. E.g. 1953, 19
- [23] SAGEL, K. and ZWICKER, u., Z. Metallkunde, 1955, 46, 835.
- [24] GOKYU, I., SUZUKI, H. and HORIUCHI, R., Nippon Kinzoku Gokkai-si, 1958, 201
- [25] ROBERTS, W.T., J. less- common Metals, 1962, 4, 345.
- [26] HILL, N.A., Atomic Energy Research Estab. Rep. (R3701), 1961.
- [27] LEE, H.P., "Texturanalyse unter Anwendung der Nullbereichsmethode" Thesis, Clausthal (1985)
- [28] PHILIPPE, M.J., "Contribution à l'étude de la déformation des matériaux hexagonaux" Thèse d'état à l'université de Metz 1983

- [29] INOUE, H. and INAKAZU, N., "Deformation and recrystallization textures in cold rolled titanium", ICOTOM 8, Edited by J.S. Kallen S. and G. Gottstein, The Metallurgical Society, 1988
- [30] DE GELAS, B., TRICOT, R. et CASTRO, R. 3ème Colloque Européen sur les textures de déformation et de recristallisation des métaux et leurs applications industrielles, Pont à Mousson, France, 19-21 Juin 1973.
- [31] LOWDEN, M.A.W., Thèse Birmingham, Octobre 1973.
- [32] MORRIS, P.R. et HECKLER; A.J., Trans. Met. Soc. AIME, 245, 1969, 1877
- [33] HU, H. et CLINE, R.S., Trans. AIME 242, 1968, 1013
- [34] THORNBURG, D.R. et PIEHLER, H.R., "Cold Rolling texture development" Titanium Sci and Tech. Plenum Press. New-York, London, 1973, vol. 2, 118
- [35] LEE, H.P., ESLING, C. and BUNGE, H.J., "Development of the Rolling Texture in Titanium", Textures and Microstructures, 1988, vol. 7, pp 317-337
- [36] DA COSTA, A.R., "Caractérisation de l'endommagement par déformation plastique à froid en traction et en étirage du zirconium alpha", Thèse de doctorat de l'université Paris XI (Orsay) 1986.
- [37] SPARKS, C.J., Mc HARGUE, C.J. and HAMMOND, J.P., Trans. Met. Soc. AIME, 209 49 (1957)
- [38] LARSON, F.R., Ph. D. Thesis, Brown University, June 1970.
- [39] HASEGAWA, A. NISHIMURA, T. et OHTANU, S., "The Texture Hardening of Titanium and its Alloy Sheets" Titanium Sci and Techni. Vol. 2, Plenum P New-York, London, 1973, 1349
- [40] GIVORD, J.P., La Métallurgie du Zirconium. Rev. Metallurgie (F). Janvier 1962, p. 23-33.

- [41] SACHS, G., VEREIN, Z., DEUT. Ing., vol. 72, p.734., (1924).
- [42] HERSHEY, A.V., J. Appl. Mech., vol. 21, p.241., (1954).
- [43] KRONER, E., Acta. Met., vol.9, p.155.,(1961).
- [44] BUDIANSKY, B. et WU, T.t., Proc. 4th Compr. Appl., Rech., 1175, (1963).
- [45] BERVEILLER, M. et ZAOUI, A., Proc.Rth int. Conf. on Texture of Materials 1, 319, (1978).
- [46] CANADILLE, C., PENELLE et ENGEL, J.J., "Inelastic Analysis and Life Prediction in Elevated Temperature Design", The American Society of Mechanical Engineers, 67., (1982).
- [47] MACHETO, P., Thèse de Docteur Ingénieur, Université Paris-Sud, (1982).
- [48] ENGEL, J.J., Thèse de Docteur Ingénieur, E.N.S.M.P., Paris, (1978).
- [49] TAYLOR, G.I., J. Inst. Metals, vol. 62, p. 143., (1938).
- [50] HONNEFF, H. and MECKING, H., "Textures of Materials", G. GOTTSTEIN and K. LUCKE eds, p.265., (1978).
- [51] KOCKS, H.F. et CANOVA, G.R., Riso National Laboratory, Roskilde, Denmark, 35, (1986).
- [52] TIEM, S., BERVEILLER, M. et CANOVA, G.R., Acta Metall. vol. 34, p.2139- 2149, (1986).
- [53] CHIN, G.Y., HOSFORD, W.F. et MENDORF, D.R., Proc. Roy. Soc., A 309, p.433, (1966).
- [54] POIRIER, J.P. et LEHAZIF, R., J. Microsc. Spectrosc. Electron., 1, 595, (1976)
- [55a] PEIERLS, R.E., Proc. Phys. soc., 52 (1940) 23.
- [55b] NABARRO, F.R.N., Proc. Phys. soc., 59 (1947) 256.
- [56] ROSENBAUM, H.S., "Deformation twinning", Gordon and Breach (1964).

- [57] TYSON, W., Acta Met., 15, 574, (1967).
- [58] FOREMAN, A.J.E., Acta Met., 3, 322, (1965).
- [59] CHOU, J.T., J. Appl. Phys. 33(9), 322, (1955).
- [60] ESHELBY, J.D., READ, W.T. et SCHOCKLEY, W., Acta Met., 1, 251, (1953).
- [61] ROY, R.B., Phil. Mag., 15, 477, (1967).
- [62] YOO, M.H. et WEI, C.T., J. Appl. Phys. 38(11), 4317, (1967).
- [63] POIRIER, J.P. et LEHAZIF, R., Congrès de la S.F.M.E.-Clermont-Ferrand (1976).
- [64] ROSSI, F.D., DUBE, C.A. et ALEXANDER, B.H., Trans. AIME, 197 (1953) 257.
- [65] ANDERSON, E.A., JILLSON, D.C. et DUNBAR, S.R., Trans. AIME, 197, (1953) 1191.
- [66] CHURCHMAN, A.T., Proc. Roy. Soc. A, 226 (1954) 216.
- [67] SHECHTMAN, D. et BRANDON, D.G., J. Mater. Sci, 8, (1973) 1233.
- [68] TENCKHOFF, E., "Operable deformation systems and mechanical behavior of textural zircaloy tubing", Zirconium in Nuclear Applications, ASTM. STP 551, American Society of testing and Materials, 179.
- [69] AKHTAR, A., Journal of Nuclear Materials, 47 (1973), 79.
- [70] BALLINGER, R.G. et PELLOUX, R.M., Journal of Nuclear Materials 97 (1981), 231.
- [71] RAPPERPORT, E.J., Acta Met., vol. 7, Avril 1959, p. 254.
- [72] BAILEY, J.E., Journal of Nuclear Materials, vol. 7, (1962), 300.
- [73] FARENHORST, W. et SCHMID, E., Z; Phys. 64, 845 (1930).

- [74] BOCEK, M. et HOTZSCH, L., Phys. stat. sol. 6, 777, (1964).
- [75] GILMAN, J.J., J. Met. 8, 1326, (1956).
- [76] BELL, R.L. et CAHN, R.W., Proc. Roy. soc. A329, 494 (1957).
- [77] PRICE, P.B., Phil. Mag. 5, 873, (1960).
- [78] PRICE, P.B., Phil. Mag. 6, 449, (1961).
- [79] GILMAN, J.J, Trans. AIME 206, 1326 (1956).
- [80] REED-HILL, R.E., "Role of determination twinning in the plastic deformation of a polycrystalline anisotropic metal", ed. par REED-HILL HIRTH, J.P. et ROGERS, H.C., Metallurgical Soc. Conf., vol.23 (1964).
- [81] RAPPERPORT, E.J. et HARTLEY, C.S., Trans. Met. soc. AIME, 218 (1960).
- [82] DICKSON, J.I., DEDO, A. et GRAIG, G.B., J; Nucl. Mat. 38 (1971) 116, 117.
- [83] AKHTAR, A., J. Nucl. Mat. 47 (1973) 79, 86.
- [84] CONRAD, H., Progress in Material Sciences, 26, No. 24,199.
- [85] WAGNER, F., CANOVA, G., VANHOUTTE, P., and MOLINARI, A., ICOTOM9 (AVIGNON) sous presse.