

Conditions d'utilisation des contenus du Conservatoire numérique

1- [Le Conservatoire numérique](#) communément appelé [le Cnum](#) constitue une base de données, produite par le Conservatoire national des arts et métiers et protégée au sens des articles L341-1 et suivants du code de la propriété intellectuelle. La conception graphique du présent site a été réalisée par Eclydre (www.eclydre.fr).

2- Les contenus accessibles sur le site du Cnum sont majoritairement des reproductions numériques d'œuvres tombées dans le domaine public, provenant des collections patrimoniales imprimées du Cnam.

Leur réutilisation s'inscrit dans le cadre de la loi n° 78-753 du 17 juillet 1978 :

- la réutilisation non commerciale de ces contenus est libre et gratuite dans le respect de la législation en vigueur ; la mention de source doit être maintenue ([Cnum - Conservatoire numérique des Arts et Métiers - https://cnum.cnam.fr](#))
- la réutilisation commerciale de ces contenus doit faire l'objet d'une licence. Est entendue par réutilisation commerciale la revente de contenus sous forme de produits élaborés ou de fourniture de service.

3- Certains documents sont soumis à un régime de réutilisation particulier :

- les reproductions de documents protégés par le droit d'auteur, uniquement consultables dans l'enceinte de la bibliothèque centrale du Cnam. Ces reproductions ne peuvent être réutilisées, sauf dans le cadre de la copie privée, sans l'autorisation préalable du titulaire des droits.

4- Pour obtenir la reproduction numérique d'un document du Cnum en haute définition, contacter [cnum\(at\)cnam.fr](mailto:cnum(at)cnam.fr)

5- L'utilisateur s'engage à respecter les présentes conditions d'utilisation ainsi que la législation en vigueur. En cas de non respect de ces dispositions, il est notamment passible d'une amende prévue par la loi du 17 juillet 1978.

6- Les présentes conditions d'utilisation des contenus du Cnum sont régies par la loi française. En cas de réutilisation prévue dans un autre pays, il appartient à chaque utilisateur de vérifier la conformité de son projet avec le droit de ce pays.

NOTICE BIBLIOGRAPHIQUE

NOTICE DE LA REVUE	
Auteur(s) ou collectivité(s)	Laboratoire d'essais mécaniques physiques chimiques et de machines du Conservatoire national des Arts et Métiers
Auteur(s)	Laboratoire d'essais mécaniques physiques chimiques et de machines du Conservatoire national des Arts et Métiers
Titre	Publication : Laboratoire d'essais
Adresse	Paris : Conservatoire national des arts et métiers, 193.-195.
Nombre de volumes	125
Cote	CNAM-BIB P 1329-B et P 1329-C
Sujet(s)	Conservatoire national des arts et métiers (France) Génie industriel -- 20e siècle
Note	La collection comporte des lacunes : n°24; n°58; n°63; n°67; n°76-n°77
Notice complète	https://www.sudoc.abes.fr/cbs//DB=2.1/SET=17/TTL=3/REL?PPN=261820893&RELTYPE=NT
Permalien	https://cnum.cnam.fr/redir?P1329-B_P1329-C
LISTE DES VOLUMES	
	N°25 (1936)
	N°26 (1937)
	N°27 (1937)
	N°28 (1937)
	N°29 (1938)
	N°30 (1939)
	N°31 (1936)
	N°32 (1938)
	N°33 (1938)
	N°34 (1938)
	N°35 (1938)
	N°36 (1938)
	N°37 (1938)
	N°38 (1938)
	N°39 (1938)
	N°40 (1939)
	N°41 (1939)
	N°42 (1939)
	N°43 (1939)
	N°44 (1939)
	N°45 (1938)
	N°46 (1940)
	N°47 (1940)
	N°48 (1940)
	N°49 (1940)
	N°50 (1940)
	N°51 (1941)
	N°52 (1941)
	N°53 (1941)
	N°54 (1941)
	N°55 (1942)
	N°56 (1942)
	N°57 (1942)
	N°59 (1942)

	N°60 (1941)
	N°61 (1942)
	N°62 (1943)
	N°64 (1943)
	N°65 (1943)
	N°66 (1943)
	N°68 (1943)
	N°69 (1943)
VOLUME TÉLÉCHARGÉ	N°70 (1943)
	N°71 (1943)
	N°72 (1944)
	N°73 (1943)
	N°74 (1944)
	N°75 (1944)
	N°78 (1944)
	N°79 (1944)
	N°80 (1944)
	N°81 (1944)
	N°82 (1944)
	N°83 (1944)
	N°84 (1944)
	N°85 (1944)
	N°86 (1945)
	N°87 (1945)
	N°88 (1945)
	N°89 (1945)
	N°90 (1945)
	N°91 (1945)
	N°92 (1945)
	N°93 (1945)
	N°94 (1945)
	N°95 (1946)
	N°96 (1946)
	N°97 (1946)
	N°98 (1944)
	N°99 (1945)
	N°100 (1945)
	N°101 (1946)
	N°102 (1946)
	N°103 (1946)
	N°104 (1946)
	N°105 (1946)
	N°106 (1946)
	N°107 (1947)
	N°108 (1947)
	N°109 (1947)
	N°110 et 111 (1947)
	N° 112 (1947)
	N° 113 (1947)
	N° 114 (1947)
	N° 115 (1947)
	N° 116 (1947)
	N° 117 (1947)
	N° 118 (1948)
	N° 119 (1948)
	N° 120 (1948)
	N° 121 (1948)
	N° 122 (1947)

	N° 123 (1948)
	N° 124 (1948)
	N° 125 (1948)
	N° 126 (1948)
	N° 127 (1948)
	N° 128 (1948)
	N° 129 (1948)
	N° 130 (1949)
	N° 131 (1949)
	N° 132 (1949)
	N° 133 (1948)
	N° 134 (1949)
	N° 135 (1948)
	N° 136 (1949)
	N° 137 (1950)
	N° 138 (1950)
	N° 139 (1950)
	N° 140 (1950)
	N° 141 (1950)
	N° 142 (1948)
	N° 143 (1950)
	N° 144 (1950)
	N° 145 (1951)
	N° 146 (1951)
	N° 147 (1951)
	N° 148 (1951)
	N° 149 (1951)
	N° 150 (1951)
	N° 151 (1951)
	N° 152 (1951)
	N° 153 (1952)
	N° 154 (1952)
	N° 155 (1952)

NOTICE DU VOLUME TÉLÉCHARGÉ	
Auteur(s) volume	Laboratoire d'essais mécaniques physiques chimiques et de machines du Conservatoire national des Arts et Métiers
Titre	Publication : Laboratoire d'essais
Volume	N°70 (1943)
Adresse	Paris : Conservatoire national des arts et métiers, 1943
Collation	1 vol. (15 p.) ; 22 cm
Nombre de vues	20
Cote	CNAM-BIB P 1329-B (43)
Sujet(s)	Conservatoire national des arts et métiers (France) Génie industriel -- 20e siècle
Thématique(s)	Histoire du Cnam
Typologie	Revue
Langue	Anglais Français
Date de mise en ligne	10/04/2025
Date de génération du PDF	07/02/2026
Recherche plein texte	Disponible
Notice complète	https://www.sudoc.fr/039014541
Permalien	https://cnum.cnam.fr/redir?P1329-B.43

...

P1329-B

8° Ku. 107 (46)

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
LABORATOIRE D'ESSAIS



LA RADIOLOGIE INDUSTRIELLE
AU LABORATOIRE D'ESSAIS
DU CONSERVATOIRE NATIONAL
DES ARTS ET MÉTIERS

par A. Guinier

PUBLICATION N° 70

(Extrait de la R. G. E.)

T. LII - P. 361-365 - décembre 1943)



**La radiologie industrielle
au Laboratoire d'Essais
du Conservatoire national
des Arts et Métiers**

par

M. A. GUINIER

THE UNIVERSITY OF CHICAGO
LIBRARY
1100 EAST 58TH STREET
CHICAGO, ILL. 60637

1964



La radiologie industrielle au Laboratoire d'Essais du Conservatoire national des Arts et Métiers

M. A. GUINIER, après avoir rappelé le rôle joué par le Laboratoire d'Essais du Conservatoire national des Arts et Métiers dans le domaine de la radiologie industrielle, expose quelques travaux exécutés récemment par cet organisme tant en radiographie qu'en radio-cristallographie; il souligne l'intérêt que présentent les techniques nouvelles mises en œuvre non seulement du point de vue de la valeur pratique des résultats obtenus, mais aussi de la contribution qu'apportent ces derniers aux études de caractère purement scientifique. Les cas concrets examinés au cours de l'article relativement à la radiographie dite fine, à la radiographie quantitative, à l'étude des diagrammes de diffraction comme procédé d'analyse chimique font ressortir les ressources que ces puissants moyens d'investigation et de contrôle mettent à la disposition de l'industrie.

Il est bien banal de parler de la collaboration qui doit s'établir entre les laboratoires scientifiques et l'industrie. Mais, pour revenir sur ce sujet, nous invoquons l'excuse d'exposer, non pas de vastes projets ou des résolutions hardies, mais tout simplement ce qui a été réalisé dans un domaine précis. Notre but est de faire connaître quelques-uns des travaux de radiologie industrielle effectués dernièrement au Laboratoire d'Essais du Conservatoire national des Arts et Métiers à la demande d'industriels, et de montrer, d'une part, comment, grâce à des techniques récentes, des résultats d'intérêt pratique ont été obtenus et, d'autre part, comment des études à caractère exclusivement scientifique ont tout naturellement prolongé en quelque sorte certains de ces

essais industriels. Si nous avons personnellement ressenti tout le profit que l'homme de science peut tirer du contact de problèmes techniques, nous avons aussi constaté que les techniciens accueillent les résultats de ces méthodes de rayons X avec beaucoup d'intérêt, voire même avec enthousiasme. A deux reprises, en un an, les résultats des essais effectués au Laboratoire ont décidé l'industriel à acquérir un poste de rayons X personnel ; et précisément cette diffusion des méthodes scientifiques dans l'industrie est un des rôles du Laboratoire d'Essais du Conservatoire national des Arts et Métiers.

Dans un article publié récemment dans ces colonnes [1] ⁽¹⁾, les principes des applications industrielles des rayons X ont été développés en détail ainsi que les méthodes expérimentales. Nous considérerons donc ces questions comme connues et, ce que le lecteur trouvera ici, ce sont des exemples concrets destinés à illustrer les généralités précédemment exposées. Nous allons successivement examiner les deux domaines d'applications des rayons X : la radiographie et la radiocristallographie.

I. Radiographie. — Depuis longtemps, dès le début de l'introduction des rayons X dans la technique, le Laboratoire d'Essais du Conservatoire national des Arts et Métiers a possédé un poste de radiographie. Rappelons, par exemple, que c'est avec cette installation que furent, en collaboration avec le Musée du Louvre, effectuées en France les premières études radiographiques de tableaux anciens. Actuellement, cette installation a été modernisée et la gamme des tubes producteurs de rayons X sera complète quand sera mis en service le tube à 500 kV dont la construction a été retardée par les circonstances ; déjà le générateur électrique qui l'alimentera est en ordre de marche. Rappelons d'ailleurs que cet appareil qui utilise des redresseurs à cuivre-oxyde de cuivre a été décrit dans cette Revue [2].

Les essais radiographiques que le Laboratoire effectue ont en général un caractère spécial. Les contrôles courants de pièces de fonderie, de soudures, etc., destinés à suivre une fabrication, ne sont, en effet, utiles que s'ils sont effectués à l'usine même, de façon à éviter toute perte de temps. Comme, d'autre part, la mise en œuvre de ces procédés est simple et que les postes modernes de rayons X sont à la fois très com-

(1) Ce nombre entre crochets, ainsi que ceux qui suivent, correspondent aux numéros des notes figurant dans la bibliographie annexée à cet article.

modes et d'un fonctionnement très sûr, les industriels n'ont pas, en général, pour ce genre d'essais, intérêt à s'adresser à un laboratoire spécialisé; ce qui revient donc à un Laboratoire comme le nôtre, ce sont essentiellement les études particulières, ou par leur objet, ou par les méthodes qu'il est nécessaire d'employer. La radiographie dans son état actuel n'a plus seulement comme but, en effet, de faire apparaître les formes plus ou moins floues d'objets cachés à la vue par des parois opaques comme au temps où Röntgen montrait un sou dans un porte-monnaie; de récents perfectionnements ont élargi les possibilités de cette technique et nous insisterons en particulier sur deux points: d'une part, la recherche de la finesse de détails dans l'image et, d'autre part, l'utilisation quantitative de la radiographie, car ces deux questions ont été récemment l'objet de progrès particulièrement intéressants.

A. La radiographie fine. — On sait qu'une radiographie est l'ombre d'un objet projetée sur la pellicule photographique par la source de rayons X. Cette ombre est donc entourée d'une zone de pénombre d'autant plus grande que la source est plus large et que le rapport des distances respectives de l'objet à la plaque et à la source est plus grand. La netteté de l'image augmentera donc, d'une part, si l'on diminue l'étendue de la source et, d'autre part, si l'on rapproche le plus possible la plaque de l'objet étudié. Bien que divers types de tubes à rayons X industriels à foyer fin aient déjà été construits, nous avons repris cette question au Laboratoire, avec la collaboration de M. Devaux, en ayant d'ailleurs plus spécialement en vue les applications à la cristallographie, mais nos résultats sont aussi utilisables pour la radiographie. Le problème consiste à focaliser les électrons issus du filament cathodique sur la plus petite surface possible de l'anticathode; en adaptant à un tube ordinaire un système analogue au canon à électrons des oscillographes à rayons cathodiques, nous avons réussi à obtenir des taches cathodiques de l'ordre de quelques dixièmes de millimètre de diamètre, et à améliorer ainsi grandement la finesse de l'image.

Mais l'utilisation de tels foyers ponctuels ne suffit pas à obtenir des radiographies très claires de détails infimes; il est nécessaire, en outre, que *l'objet à radiographier soit mince* et ceci d'autant plus que le détail cherché est plus petit. Cela tient à plusieurs raisons différentes: d'abord, la radiographie d'un objet épais est la superposition des ombres produites par les couches successives que rencontrent les rayons. Plus les détails cherchés sont petits, plus la préparation devra



être mince pour que les images ne soient pas complètement brouillées : son épaisseur devra être de l'ordre du millimètre pour les clichés destinés à être regardés à l'œil nu, de l'ordre de 0,1 mm pour ceux que l'on regarde à la loupe [3], enfin de l'ordre de 0,01 mm pour les « microradiographies » qui peuvent supporter des agrandissements considérables allant de 100 à 600 [4]. Parallèlement, la couche sensible photographique devra avoir un grain de plus en plus fin pour n'être pas gênant.

Si l'on peut employer, pour les examens à l'œil nu, une pellicule radiographique ordinaire sans écran renforceur, il faut choisir des plaques à grain fin (dénommées plaques pour reproduction) pour les agrandissements de dimensions modestes et enfin des émulsions spéciales sans grain pour les microradiographies. L'emploi de préparations minces est nécessaire aussi par la raison suivante : le détail à photographier, par exemple une microcavité, a de petites dimensions non seulement en surface, mais encore en épaisseur : la diminution de l'absorption qu'il provoque est donc faible et, pour que la différence de noircissement correspondante soit perceptible, il faut utiliser des rayons de grande longueur d'onde dont le coefficient d'absorption par unité de longueur soit grand, mais, pour que les temps de pose demeurent dans des limites raisonnables, ceci exige que l'épaisseur totale de l'objet reste assez faible afin qu'une proportion suffisante d'énergie soit transmise.

En résumé, les « radiographies fines » exigent des *préparations minces*, des *tubes à foyer fin* et des *rayons de grande longueur d'onde*. Les tubes de radiographie usuels, conçus pour fonctionner au-dessus de 50 kV, ont des fenêtres en verre assez épais, si bien que les rayons mous que l'on désire utiliser sont absorbés en partie par les fenêtres du tube. Il est donc avantageux de recourir aux tubes à fenêtres très transparentes utilisés dans la pratique de la radiocristallographie.

Cette technique d'examen nécessite, si l'on veut faire l'étude d'un objet de forme quelconque, le découpage de petites lamelles minces, c'est-à-dire que l'on renonce à ne pas détériorer l'objet, ce qui était primitivement considéré comme le principal avantage de l'inspection aux rayons X ; mais les exemples que nous rapportons par la suite montreront que la méthode aboutit à des résultats qu'un simple examen visuel ne peut donner, même après que le découpage de l'objet a permis d'en étudier les parties internes. C'est dire que le résultat justifie amplement les quelques difficultés de l'application du procédé.

B. La radiographie quantitative. — Une autre voie dans laquelle les recherches sont poussées actuellement, c'est l'utilisation de la radiographie, non plus seulement pour découvrir les formes d'hétérogénéités internes, mais pour en tirer des données quantitatives. Le principe de la méthode consiste à comparer le noircissement des différentes parties de la radiographie à celui de plages étalons devant lesquelles sont placés des absorbants de composition et d'épaisseur connues. Mladen Paic [5] utilise simplement le faisceau polychromatique issu d'un tube à rayons X de type courant ; il a montré par exemple comment on pouvait faire des dosages d'un alliage comme le duralumin, en prenant pour étalon des plaques d'aluminium et de cuivre pur. Indépendamment de ce travail, nous avons indiqué [6] une autre méthode d'application plus compliquée, mais plus précise, basée sur l'emploi d'un rayonnement strictement monochromatique ; nous avons fait ainsi des analyses d'alliages binaires (ou même ternaires), point par point, la surface explorée n'excédant pas $0,003 \text{ mm}^2$.

C. Exemples d'essais radiographiques. — Nous allons montrer sur quelques cas précis, choisis parmi les essais récemment effectués au Laboratoire d'Essais du Conservatoire national des Arts et Métiers, quelques résultats pratiques obtenus par ces méthodes.

1. RADIOGRAPHIE DE PIÈCES ARCHÉOLOGIQUES OXYDÉES. — A la demande de deux archéologues, MM. E. Salin et A. France-Lanord, nous avons radiographié des boucles de ceinturon trouvées dans des sarcophages mérovingiens. Ces boucles de fer étaient entourées d'une épaisse gangue d'oxyde qui en masquait complètement la surface. La radiographie a permis de révéler les incrustations qui les ornaient ⁽¹⁾ ; mais ce ne sont pas seulement les dessins des ornements que la radiographie décèle, mais encore leur nature. En raison de la forte différence de noircissement des incrustations et du fond, on peut affirmer qu'il n'est pas possible que ces incrustations soient en cuivre : comme on a, à priori, des raisons de supposer qu'elles sont en argent, on superpose à la plaque des rubans d'argent de différentes épaisseurs, et, en comparant les noircissements des traces de ces rubans, on trouve que les incrustations sont des filaments d'argent d'environ $0,2 \text{ mm}$ d'épaisseur. Sur les bords de la boucle, on voit se détacher très nettement des boutons avec une teinte très noire,

⁽¹⁾ L'une de ces radiographies se trouve reproduite à la page 103 de l'article précité [1].

ce qui révèle la présence de l'étain utilisé pour la soudure.

Cet exemple donne un aperçu des possibilités d'analyse de parties cachées d'un objet qu'on ne peut détruire ; seulement (c'est là un caractère des études aux rayons X), la seule radiographie ne permet pas de déterminer complètement les trop nombreuses inconnues du problème : elle permet de vérifier des hypothèses faites à priori.

2. ÉTUDE DE LINGOTS DE CUIVRE. — Nous avons eu l'occasion de faire une étude de cuivre électrolytique fondu ; le métal avait été coulé dans des lingotières, l'une verticale et cylindrique, l'autre horizontale et de section trapézoïdale. Les échantillons prélevés étaient des tranches de 5 mm d'épaisseur découpées à la scie ; sur ces sections apparaissaient seulement quelques petites soufflures à la partie supérieure des lingots. Une première radiographie a été faite avec une tension de 90 kV, une deuxième, avec une tension de 40 kV, après amincissement de l'échantillon, à une épaisseur de 2 mm. On constate sur les clichés qu'il apparaît, en plus des traces des soufflures visibles à l'œil nu, des traînées blanches dont la direction varie d'un point à l'autre du lingot ; dans le cas du lingot cylindrique, ces stries, très approximativement radiales, correspondent à des portions moins absorbantes de l'échantillon, par conséquent, puisque le métal est pur, à des zones moins denses. Les plaques de cuivre ont été alors polies et attaquées par des réactifs métallographiques qui ont mis en évidence une structure cristalline identique à celle qu'avait révélée la radiographie ⁽¹⁾. Il semble qu'il y ait des zones poreuses aux joints des cristaux et de très petites cavités alignées suivant un axe cristallographique.

L'intérêt de cet essai dont nous ne donnons que les premiers résultats est le suivant : il est évident que cet état de porosité du métal après coulée a une grande importance technique et qu'il importe de le relier aux conditions de la coulée ; or, l'examen de ses surfaces à l'œil ou au microscope ne révèle pas la présence de ces zones poreuses. En effet, le sciage et le polissage ont pour résultat d'obturer les trous superficiels de dimensions microscopiques et de donner un aspect absolument continu à la surface. Si, d'autre part, on fait une attaque chimique ou électrolytique, il peut se produire une dissolution plus rapide du métal au voisinage des trous et l'importance de ces derniers s'en trouverait exagérée. Les indications qu'apporte la radiographie sont donc originales.

⁽¹⁾ Les difficultés actuelles de l'édition nous empêchent malheureusement de reproduire ici les deux clichés tout en demi-teintes et en détails fins, dont le rapprochement eut été pour le lecteur singulièrement suggestif (N.d.I.R.).

3. ÉTUDE D'UN LINGOT DE DURALUMIN. — Si nous considérons des alliages au lieu de corps purs, l'intérêt de l'examen aux rayons X est accru, car, à cause de l'absorption différente des constituants, les variations de composition de l'alliage sont susceptibles d'apparaître sur le cliché; à titre d'exemple nous prendrons l'étude d'un lingot de duralumin coulé.

Notre examen a porté sur une tranche de lingot ayant une épaisseur de 9 mm. Le cliché radiographique montre des bandes alternativement blanches et noires, qui, à la partie inférieure, se rejoignent et forment des poches emboîtées les unes dans les autres. Comment faut-il interpréter ces inégalités d'absorption? Les bandes absorbantes sont-elles produites par un enrichissement local de cuivre ou bien les bandes claires sont-elles dues à une plus grande porosité du métal? C'est grâce à une radiographie de coupes minces qu'il a été possible d'élucider cette question (1). Nous avons découpé une lamelle de 0,5 mm d'épaisseur et l'avons radiographiée avec une tension de 20 kV seulement sur une plaque à grain fin de façon à ce qu'on puisse agrandir utilement le cliché. La radiographie agrandie présente un aspect bien différent de celle de la totalité du lingot; au lieu de bandes floues dont le noircissement varie, on voit distinctement l'une à côté de l'autre des taches blanches qui correspondent donc à des cavités et des taches noires qui sont produites par des ségrégations de composé riche en cuivre. Ces deux types de taches ont des formes très différentes: en particulier, on voit le cuivre former des filaments qui dépendent de la structure cristalline de l'alliage. Donc, d'une part, la répartition du cuivre n'est pas homogène et, d'autre part, les cavités ne sont pas non plus distribuées également: il existe des bandes successives parallèles aux faces latérales du lingot où le cuivre est plus abondant et d'autres où les trous ont de plus grandes dimensions et il est curieux de constater qu'il semble y avoir une relation entre ces deux sortes d'hétérogénéités. Les bandes alternées visibles sur la radiographie de la plaque épaisse sont le résultat de la superposition des deux effets, mais le cliché avec la lamelle mince permet d'analyser le phénomène. Comme nous l'avons signalé on peut, par des mesures photométriques, évaluer le noircissement en différents points du cliché et suivre ainsi les variations de la composition du lingot. C'est d'ailleurs à la suite de cet essai technique que nous avons cherché à mettre au point la méthode d'analyse quantitative à laquelle nous

(1) Il s'agit de la « semimicroradiographie », procédé dû à Mladen Paic [3].

avons fait allusion plus haut : et nous l'avons d'abord appliquée à des problèmes à caractère exclusivement scientifique.

La radiographie apporte donc au métallurgiste une image détaillée et, pour ainsi dire, cotée du métal. Mais, pour arriver à ce résultat, il a fallu s'écarter de la simplicité des méthodes radiographiques courantes destinées à l'examen des pièces finies. L'échantillon doit avoir subi une préparation longue et délicate et l'expérience exige de nombreuses précautions, mais les résultats acquis justifient par leur originalité les efforts que ces perfectionnements de la technique nécessitent.

II. La radiocristallographie. — L'autre domaine d'applications des rayons X est l'étude des cristaux grâce aux phénomènes de diffraction. On sait qu'un pinceau de rayons parallèles rencontrant une parcelle de matière cristallisée donne naissance à des rayons diffractés dans des directions particulières, que déterminent la structure et l'orientation du ou des cristaux. On enregistre l'ensemble de ces rayons sur un film photographique ; le *diagramme* ainsi obtenu comprend, suivant le cas, des taches distinctes ou une succession de raies caractéristiques de la structure des cristaux et de leur état (taille, orientation, etc.). Nous renvoyons le lecteur à l'article déjà cité [1] pour tout ce qui concerne les principes théoriques de cette expérience et la description des méthodes expérimentales.

Il est un fait essentiel que l'on doit avoir constamment présent à l'esprit : ce que l'on atteint par l'analyse aux rayons X est le cristal ; par conséquent, cette méthode est spécialement adaptée à l'étude des substances à l'état solide ; c'est ce qui lui confère son originalité en comparaison des autres méthodes physiques ou chimiques. L'analyse chimique, par exemple, généralement effectuée en milieu liquide décèle les ions. Dans l'analyse spectrographique, ce sont les atomes qui sont mis en évidence. Supposons par exemple un mélange de deux sels : NaCl et KBr. L'analyse chimique déterminera dans la solution la présence des ions Na^+ , K^+ , Cl^- et Br^- , mais cette détermination exige la destruction préalable de la poudre et il n'est pas possible, par des moyens simples, de distinguer la poudre donnée du mélange suivant : NaBr et KCl. Au contraire, le diagramme de rayons X de cet échantillon décèle immédiatement la présence des deux espèces cristallines NaCl et KBr. On peut aussi distinguer les formes allotropiques d'une même espèce chimique : or, la forme cristalline peut, dans certains cas, avoir une répercussion sur certaines propriétés techniques (entartrage de chaudières et forme du calcaire déposé).

Mais si l'analyse aux rayons X donne ainsi des résultats très directs, il y a une contre-partie à ces avantages. Alors que le nombre des ions ou d'atomes est restreint, le nombre de cristaux différents, tant en chimie minérale qu'en chimie organique, est quasi infini : d'où la difficulté fondamentale de l'analyse cristalline aux rayons X. Étant donné le diagramme d'un corps pur, il n'est pas possible en général de déterminer ce corps en l'absence de toute autre donnée ; à fortiori, le diagramme du mélange de plusieurs espèces cristallines est-il inextricable. Récemment pourtant, une intéressante tentative a été faite pour résoudre ce problème : Hanawalt, Rinn et Frevel [7] ont d'abord relevé, dans des conditions bien déterminées, les diagrammes d'un millier de corps environ. Pour chacun, ils ont publié la liste des raies avec l'indication de leurs intensités ; ensuite, ils ont tenté de faire un classement méthodique qui permettrait de remonter du diagramme à l'échantillon, de même que l'on arrive par le classement des empreintes digitales toutes différentes à identifier un individu parmi plusieurs milliers. Ce travail considérable est certainement très utile, mais le nombre d'espèces examinées est encore insuffisant et le classement deviendra de plus en plus délicat à mesure que croîtra le nombre des corps y figurant. Nous nous sommes souvent servis de l'atlas de diagrammes d'Hanawalt ; par contre, leur méthode d'analyse n'est pas d'un usage très répandu.

Pratiquement, la radiocristallographie ne doit pas être considérée comme une méthode d'analyse universelle qui se suffit à elle-même ; elle n'est utile que si l'on possède des données sur la substance, soit parce qu'on en connaît la provenance, soit par des études préliminaires utilisant d'autres méthodes. Ainsi, on arrive à restreindre le domaine des recherches systématiques. Nous allons montrer sur des exemples concrets comment l'analyse aux rayons X peut aboutir à des résultats que les autres méthodes ne pourraient pas donner ou seulement au prix d'un travail difficile.

A. Analyse d'un carbure de tungstène. — Il s'agit là d'une substance dont on connaît la composition élémentaire qualitative. Ce corps est utilisé à cause de sa grande dureté comme grain d'outils à coupe rapide ; il existe plusieurs combinaisons du carbone et du tungstène, notamment le mono- et le dicarbure et l'on a constaté, dans des recherches systématiques, que les qualités pratiques du produit dépendaient de la nature du carbure présent. Pour être utile dans ce cas, une analyse chimique devrait être quantitative et présenterait des difficultés ; or, il se trouve que les deux

carbures ont des diagrammes de rayons X très différents, que l'on connaît, l'un et l'autre ; par conséquent, un simple diagramme de la substance à analyser permet de déterminer le carbure présent et même, s'il y a mélange des deux, d'en trouver tout au moins d'une façon approximative, la proportion. Cette analyse peut se faire sur la pièce elle-même sans la détruire ; elle est rapide puisque les temps de pose sont de l'ordre d'une heure. En ce cas précis, l'analyse radiocristallographique peut servir à un contrôle direct d'une fabrication industrielle.

B. Analyse de poudres métalliques. — Un cas plus général est celui où l'on possède seulement des renseignements partiels sur la composition du produit étudié, par exemple, grâce à une analyse chimique préalable. Dans cet ordre d'idées, nous avons eu à étudier divers échantillons de fer entre lesquels l'analyse chimique n'avait révélé aucune différence, mais dont une propriété physique était très variable suivant l'échantillon. Le diagramme de rayons X a fait apparaître immédiatement la cause des divergences. Sur les diagrammes de certains échantillons on voit, outre les raies du métal, une série de raies de faible intensité ; d'après les indications de l'analyse chimique, il était à présumer que le deuxième constituant était un composé du métal, de sorte que c'était aux diagrammes de tels corps qu'il fallait chercher à identifier des raies supplémentaires. La table d'Hanawalt nous a permis immédiatement de déterminer qu'il s'agissait d'un des oxydes du fer et nous avons pu même faire une analyse quantitative en comparant ces diagrammes à ceux de mélanges de métal pur et d'oxyde pur en proportion connue. Nous sommes ainsi parvenus à estimer la proportion d'oxyde, à 1 pour 100 près environ. Quand on demande à un chimiste l'analyse d'un métal, sans indications spéciales, il ne recherche pas la présence d'oxygène ; aussi bien qu'il puisse être en proportion très notable, l'oxyde risque d'échapper. Remarquons, au contraire, que, dans le cas d'un métal contenant comme impuretés divers autres métaux à l'état de solution solide, l'analyse chimique révélerait ces métaux alors que les diagrammes de rayons X donneraient à cet égard des résultats négatifs, aucune raie supplémentaire n'apparaissant alors ; seule, la dimension de la maille du cristal principal subirait une légère variation dont toutefois on ne saurait tirer aucune conclusion.

Au cours de la même étude, nous avons eu aussi à examiner divers échantillons d'oxydes ; les diagrammes de rayons X permettaient alors d'en trouver la formule, ce que l'analyse

chimique ne serait pas capable de faire aisément ; les divers oxydes cristallisent en effet sous des formes très différentes. Du point de vue technique, la question est importante, car la nature de l'oxyde dont on part pour préparer le métal influe sur les propriétés finales de l'échantillon. Cet exemple montre donc comment l'analyse radiocristallographique peut constituer un auxiliaire direct du technicien, en lui permettant d'atténuer l'empirisme de certaines fabrications et, partant, d'obtenir des matériaux de qualité accrue.

Un exemple analogue s'est présenté dans l'analyse d'un laiton demandée par une industrie, en raison des propriétés singulières que présentait cet alliage. L'analyse chimique n'avait rien révélé d'anormal et, par l'examen macrographique, on avait trouvé que le métal contenait des inclusions. Or, ce sont les rayons X qui ont déterminé la nature de celles-ci (oxyde de zinc). Là encore, cette impureté avait échappé au chimiste qui dosait le zinc total, celui combiné à l'oxygène avec celui qui est allié au cuivre.

C. Applications de la mesure précise des mailles. —

Il peut arriver qu'un élément étranger ne forme pas des cristaux distincts des cristaux principaux, mais qu'il entre en solution solide, c'est-à-dire que les deux sortes d'atomes se remplacent mutuellement au sein des mêmes cristaux. Dans ce cas, la présence du nouvel élément n'engendre pas de raies nouvelles ; toutefois en général, les dimensions du cristal sont légèrement modifiées, cette variation étant fonction de la teneur en corps dissous. Or, il est possible de mesurer les mailles cristallines avec une très grande précision et c'est ainsi qu'on peut déterminer la composition quantitative d'une solution solide dont on connaît la nature des composants. Comme le diagramme aux rayons X nécessite seulement la mise en œuvre d'une quantité infime de matière et que celle-ci reste intacte, cette méthode peut fournir des solutions élégantes à maints problèmes délicats. A titre d'exemple, nous citerons le dosage des alliages or-cuivre, même s'il s'agit d'un revêtement très mince qu'on ne peut détériorer, d'un fil fin, etc.

D. Détermination de la texture cristalline d'un corps.

— Signalons enfin une dernière application des diagrammes de rayons X qui donne lieu à des essais rapides et faciles : c'est la *détermination de la texture cristalline d'un corps*. Les cristaux dont il est constitué sont connus, par conséquent la place des raies est prévue ; ce que l'on cherche, c'est la taille et l'orientation des cristaux élémentaires et c'est l'aspect des

raies qui l'indiquera. C'est ainsi que l'on peut juger si le métal d'un objet à une place donnée est à l'état écroui ou recuit; il suffit de faire tomber le faisceau au point choisi de la surface et de recueillir les rayons diffractés : l'essai peut donc être fait sur une pièce quelconque.

III. Conclusions. — Ces quelques exemples d'applications techniques des rayons X choisis parmi les essais effectivement réalisés au Laboratoire d'Essais du Conservatoire national des Arts et Métiers montrent à combien de problèmes variés peuvent être appliquées ces méthodes, mais cette variété même entraîne dans chaque cas particulier la nécessité d'employer une méthode expérimentale bien adaptée; d'où la délicatesse d'emploi des méthodes de rayons X et la nécessité de faire appel au concours d'un personnel spécialisé; cette remarque vaut non seulement pour la radiocristallographie, mais aussi pour la radiographie si l'on veut exploiter toutes ses ressources, dont les exemples que nous avons donnés montrent l'étendue.

Répétons que c'est l'absence de personnel qualifié qui explique la faible extension qu'ont encore les méthodes de la radiologie dans les laboratoires purement industriels. Beaucoup de ceux-ci comportent une installation très perfectionnée, mais combien de postes de rayons X sont peu utilisés ou mal utilisés, en raison de la pénurie de personnel nécessaire!

Quant aux laboratoires spécialisés, ils ne peuvent évidemment rendre de services aux techniciens que dans la mesure où ceux-ci font appel à eux. Nous avons eu le plaisir de constater, au Laboratoire d'Essais du Conservatoire national des Arts et Métiers, que ces demandes devenaient de plus en plus fréquentes, mais il n'en reste pas moins vrai que la solution de nombreux problèmes serait facilitée aux industriels, si ceux-ci avaient l'idée d'utiliser les méthodes radiologiques et c'est précisément un des buts de cet article en présentant quelques cas concrets d'applications, d'appeler l'attention des ingénieurs sur les possibilités des rayons X généralement encore trop peu connues. Les détails des méthodes ne sont utiles à connaître qu'aux seuls spécialistes, mais il faut que les ingénieurs sachent distinguer, parmi les problèmes qui se posent à eux, ceux pour lesquels ils peuvent faire appel à bon escient au laboratoire spécialisé, qui est tout disposé à les aider dans toute la mesure de ses moyens.

André GUINIER,

Docteur ès-sciences,

Chef du Service de Physique du Laboratoire d'Essais
du Conservatoire national des Arts et Métiers.

Bibliographie

[1] L. VELLARD ; La radiologie industrielle. *Revue générale de l'Electricité*, avril 1943, t. LII, p. 99-111.

[2] J. REYVAL ; Générateurs de courant continu à haute tension utilisant des redresseurs à cuivre-oxyde de cuivre. *Revue générale de l'Electricité*, novembre 1941, t. L, p. 294-299.

[3] Mladen PAIC ; Semi-microradiographie, moyen d'investigation en métallographie. *Comptes rendus des Séances de l'Académie des Sciences*, 27 octobre 1941, t. CCXIII, p. 572-574.

[4] J.-J. TRILLAT ; La microradiométallographie. *Revue scientifique*, avril 1940, t. LXXVIII, p. 212.

[5] Mladen PAIC ; Radioanalyse. *Comptes rendus des Séances de l'Académie des Sciences*, 23 novembre 1942, t. CLXV, p. 483-485.

[6] A. GUINIER ; Méthode d'analyse quantitative de constituants micrographiques par des mesures d'absorption de rayons X. *Comptes rendus des Séances de l'Académie des Sciences*, 4 janvier 1943, t. CCXVI, p. 48-50.

[7] J.-D. HANAWALT, H.-W. RINN et L.-K. FREVEL. Chemical analysis by X-ray-diffraction. Classification and use of X-ray-diffraction patterns. *Industrial and Engineering Chemistry*, 15 septembre 1938, t. x, p. 457-512.

Extrait de la REVUE GÉNÉRALE DE L'ÉLECTRICITÉ
de décembre 1943, t. LII, p. 364-365



1871

THE UNIVERSITY OF CHICAGO

LIBRARY

1871

THE UNIVERSITY OF CHICAGO

LIBRARY

1871

THE UNIVERSITY OF CHICAGO

LIBRARY

1871

THE UNIVERSITY OF CHICAGO

LIBRARY

1871

THE UNIVERSITY OF CHICAGO

LIBRARY

1871

THE UNIVERSITY OF CHICAGO

LIBRARY

1871

THE UNIVERSITY OF CHICAGO

LIBRARY

1871

THE UNIVERSITY OF CHICAGO

LIBRARY

1871

THE UNIVERSITY OF CHICAGO

LIBRARY

1871



