

## 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](http://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](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 possible 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	<a href="https://www.sudoc.abes.fr/cbs//DB=2.1/SET=17/TTL=3/REL?PPN=261820893&amp;RELTYPE=NT">https://www.sudoc.abes.fr/cbs//DB=2.1/SET=17/TTL=3/REL ?PPN=261820893&amp;RELTYPE=NT</a>
Permalien	<a href="https://cnum.cnam.fr/redir?P1329-B_P1329-C">https://cnum.cnam.fr/redir?P1329-B_P1329-C</a>
LISTE DES VOLUMES	
	<a href="#">N°25 (1936)</a>
	<a href="#">N°26 (1937)</a>
	<a href="#">N°27 (1937)</a>
	<a href="#">N°28 (1937)</a>
	<a href="#">N°29 (1938)</a>
	<a href="#">N°30 (1939)</a>
	<a href="#">N°31 (1936)</a>
	<a href="#">N°32 (1938)</a>
	<a href="#">N°33 (1938)</a>
	<a href="#">N°34 (1938)</a>
	<a href="#">N°35 (1938)</a>
	<a href="#">N°36 (1938)</a>
	<a href="#">N°37 (1938)</a>
	<a href="#">N°38 ( 1938)</a>
	<a href="#">N°39 (1938)</a>
	<a href="#">N°40 (1939)</a>
	<a href="#">N°41 (1939)</a>
	<a href="#">N°42 (1939)</a>
	<a href="#">N°43 (1939)</a>
	<a href="#">N°44 (1939)</a>
	<a href="#">N°45 (1938)</a>
	<a href="#">N°46 (1940)</a>
	<a href="#">N°47 (1940)</a>
	<a href="#">N°48 (1940)</a>
	<a href="#">N°49 (1940)</a>
	<a href="#">N°50 (1940)</a>
	<a href="#">N°51 (1941)</a>
	<a href="#">N°52 (1941)</a>
	<a href="#">N°53 (1941)</a>
	<a href="#">N°54 (1941)</a>
	<a href="#">N°55 (1942)</a>
	<a href="#">N°56 (1942)</a>
	<a href="#">N°57 (1942)</a>
	<a href="#">N°59 (1942)</a>

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

	<a href="#">N° 123 (1948)</a>
	<a href="#">N° 124 (1948)</a>
	<a href="#">N° 125 (1948)</a>
	<a href="#">N° 126 (1948)</a>
<b>VOLUME TÉLÉCHARGÉ</b>	<a href="#">N° 127 (1948)</a>
	<a href="#">N° 128 (1948)</a>
	<a href="#">N° 129 (1948)</a>
	<a href="#">N° 130 (1949)</a>
	<a href="#">N° 131 (1949)</a>
	<a href="#">N° 132 (1949)</a>
	<a href="#">N° 133 (1948)</a>
	<a href="#">N° 134 (1949)</a>
	<a href="#">N° 135 (1948)</a>
	<a href="#">N° 136 (1949)</a>
	<a href="#">N° 137 (1950)</a>
	<a href="#">N° 138 (1950)</a>
	<a href="#">N° 139 (1950)</a>
	<a href="#">N° 140 (1950)</a>
	<a href="#">N° 141 (1950)</a>
	<a href="#">N° 142 (1948)</a>
	<a href="#">N° 143 (1950)</a>
	<a href="#">N° 144 (1950)</a>
	<a href="#">N° 145 (1951)</a>
	<a href="#">N° 146 (1951)</a>
	<a href="#">N° 147 (1951)</a>
	<a href="#">N° 148 (1951)</a>
	<a href="#">N° 149 (1951)</a>
	<a href="#">N° 150 (1951)</a>
	<a href="#">N° 151 (1951)</a>
	<a href="#">N° 152 (1951)</a>
	<a href="#">N° 153 (1952)</a>
	<a href="#">N° 154 (1952)</a>
	<a href="#">N° 155 (1952)</a>

<b>NOTICE DU VOLUME TÉLÉCHARGÉ</b>	
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	<a href="#">N° 127 (1948)</a>
Adresse	Paris : Conservatoire national des arts et métiers, 1948
Collation	1 vol. (p. [277-286]) : ill. ; 28 cm
Nombre de vues	16
Cote	CNAM-BIB P 1329-B (68)
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	<a href="https://www.sudoc.fr/039014541">https://www.sudoc.fr/039014541</a>
Permalien	<a href="https://cnum.cnam.fr/redir?P1329-B.68">https://cnum.cnam.fr/redir?P1329-B.68</a>

## **Note de présentation du ....**

---

...

8° Km. 107 (68)

P1329-B

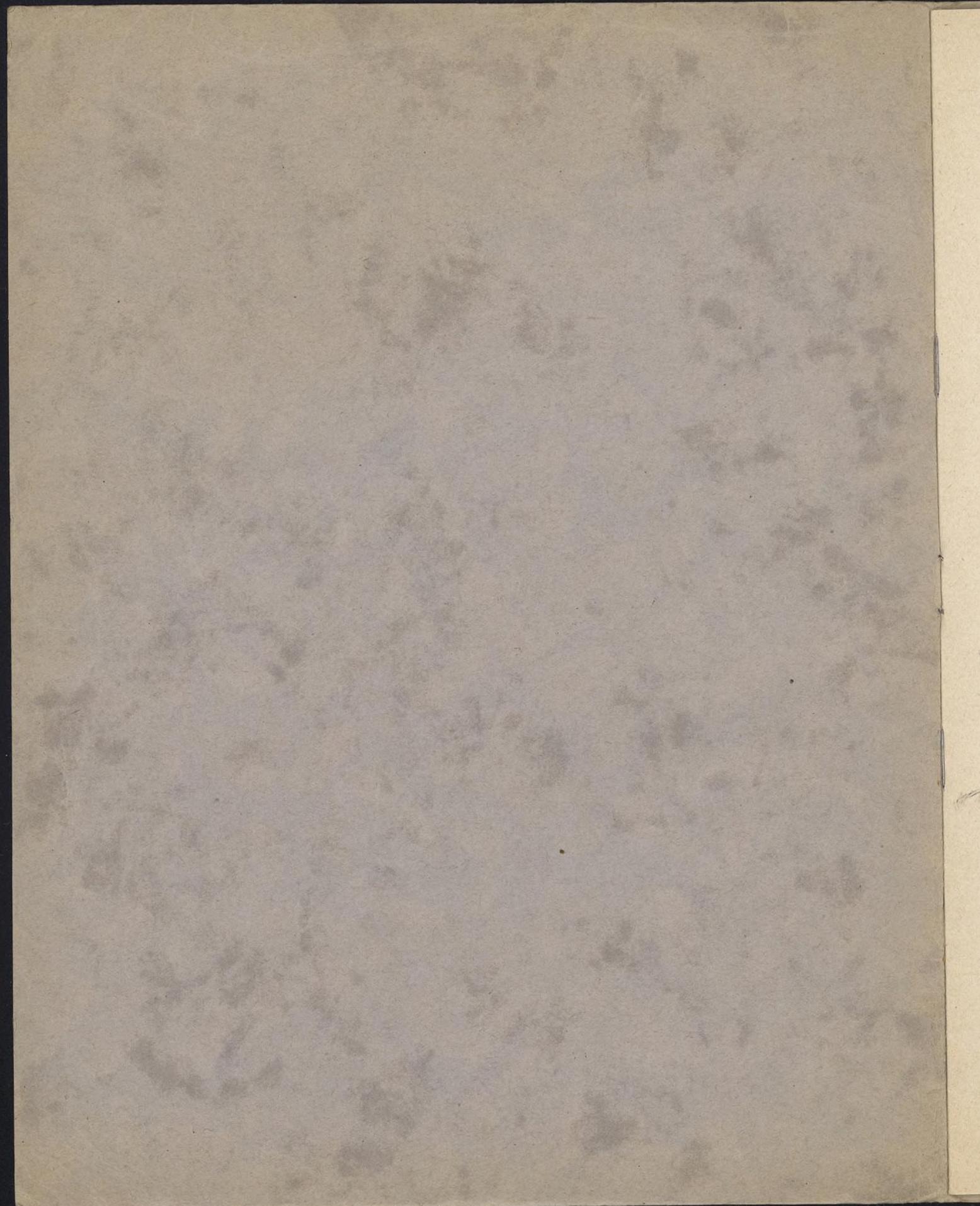
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
LABORATOIRE D'ESSAIS



NOUVELLE MÉTHODE D'ÉTUDE AUX  
RAYONS X DES TEXTURES CRISTALLINES

par A. Guinier et J. Tennevin

PUBLICATION N° 127  
(Extrait de la Revue Métallurgie, XLV, n° 8, 1948)





# Nouvelle méthode d'étude aux rayons X des textures cristallines

par A. GUINIER et J. TENNEVIN



# Nouvelle méthode d'étude aux rayons X des textures cristallines

par A. GUINIER et J. TENNEVIN (\*)

Déterminer la texture d'un échantillon cristallisé, c'est trouver la taille et l'orientation des grains qui le composent. Pour les échantillons métalliques, c'est une donnée d'une importance considérable car l'on sait quelle est la diversité des textures que l'on rencontre. Aussi bien les

dimensions que l'orientation des grains varient avec le traitement subi par le métal, et ces deux paramètres ont une influence notable sur ses propriétés mécaniques et physiques. Ceci montre tout l'intérêt de la détermination de la texture cristalline des métaux.

## REPRÉSENTATION D'UNE TEXTURE

Comment représente-t-on la texture d'un échantillon?

Soit une parcelle du métal à examiner. Théoriquement, nous devons arriver à connaître le nombre de grains qui le constituent, le volume et l'orientation des axes de chacun d'eux. Il est bien évident que la présentation des données sous cette forme n'est possible que si les cristaux élémentaires sont très peu nombreux. Dans le cas contraire, on se sert de la représentation par la « sphère de pôles » : par le centre  $S_0$  d'une sphère, on mène les parallèles aux axes cristallins d'une certaine famille, par exemple pour un cristal cubique aux trois axes [100] ou aux quatre axes [111]. A chaque cristal correspond donc respectivement un système de 6 ou 8 points, intersections de ces droites avec la surface de la sphère. Convenons de marquer ces points par des segments normaux à la sphère et d'une longueur proportionnelle au volume total des cristaux ayant cette orientation.

Si les cristaux sont très nombreux dans l'échantillon, on obtient sur la sphère une sorte d'écorce dont l'épaisseur est proportionnelle en chaque point à la densité des axes dans une direction donnée. Pratiquement, on peut, plus commodément, dessiner sur la sphère des points ou des zones, de noircissement proportionnel à l'épaisseur de l'écorce.

Examinons les propriétés géométriques de ces sphères de pôles.

(\*) Communication présentée aux Journées métallurgiques de la Société française de Métallurgie, le 9 octobre 1947.

D'abord, par construction, elles ont un centre de symétrie, puisque chaque axe coupe la sphère en deux points diamétralement opposés. Il suffira donc d'en connaître une hémisphère. Par ailleurs, entre les points de la sphère qui correspondent aux axes d'un même cristal, il existe des relations angulaires précises. Prenons, en effet, l'exemple de la sphère de pôles [111] pour un réseau cubique. L'orientation d'un cristal est parfaitement déterminée lorsque sont fixées deux directions — ou deux pôles — [111], les deux autres pôles [111] se déduisant de la position des deux premiers. Lorsqu'on se trouve en présence d'une figure de pôles, il est donc tout d'abord nécessaire de grouper les points représentatifs des quatre axes [111] d'un même cristal; la distance entre ces quatre axes est  $110^\circ$  ou  $70^\circ$ , et les pôles doivent être affectés de la même intensité puisqu'ils représentent un seul et même cristal.

La figure 1 représente, en projection stéréographique, une figure de pôles [111] comprenant huit points. En mesurant les angles entre ces points, on arrive à les grouper en deux séries de quatre qui présentent chacune les relations des quatre axes [111] d'un cristal cubique.

Mais nous avons dit que la connaissance des quatre taches était surabondante pour définir l'orientation d'un cristal. Deux d'entre elles seulement étant nécessaires, nous conviendrons de représenter un cristal par une ligne réunissant ces deux taches, marquant bien ainsi qu'elles sont liées, et nous supprimerons les autres points de la sphère.

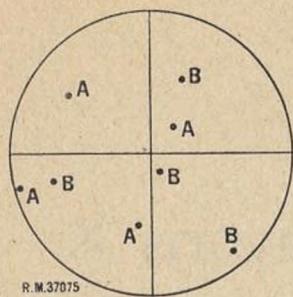


Fig. 1.

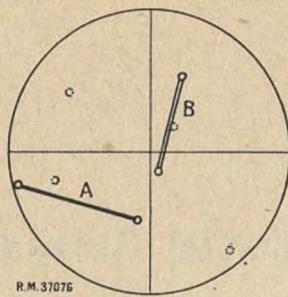


Fig. 2.

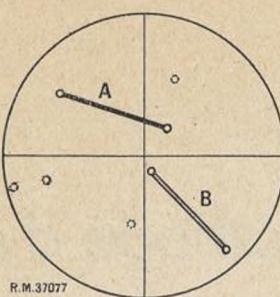


Fig. 3.

La figure 2 donne une représentation sans équivoque des deux cristaux précédents. Remarquons que ces deux cristaux peuvent être aussi bien représentés par la figure 3, entièrement différente, car l'on a choisi d'autres

couples d'axes [111]. Ce regroupement des taches est d'autant plus délicat qu'il y a plus de cristaux, et peut devenir difficile quand on a affaire à un échantillon micro-cristallisé où les points de la figure de pôles sont remplacés par des zones très floues.

En tout cas, le travail est d'autant plus simple qu'il y a moins d'axes surabondants dans le cristal.

À ce point de vue, il serait préférable de déterminer la figure de pôles [100] plutôt que [111], et l'on conçoit qu'une figure de pôles [311] — par exemple — (12 taches par cristal) serait difficilement utilisable.

## DÉTERMINATION EXPÉRIMENTALE DE LA SPHERE DES POLES

La méthode expérimentale d'étude des textures cristallines consiste à construire une figure de pôles à l'aide des diagrammes de rayons X. Nous nous servirons, pour l'exposé de ces méthodes, de la notion de réseau réciproque du cristal et de la construction d'Ewald des rayons diffractés. Rappelons que, pour un cristal cubique, le réseau réciproque est un réseau cubique d'axes parallèles à ceux du réseau cristallin et d'arête élémentaire  $\frac{K^2}{a}$

$a$  étant l'arête du réseau cristallin et  $K$  une longueur arbitraire. Soit  $S_0$  l'origine du réseau réciproque et  $B_{(hkl)}$  un nœud quelconque. La propriété fondamentale du réseau réciproque est la suivante :  $\overrightarrow{S_0 B_{(hkl)}}$  est un vecteur perpendiculaire au plan réticulaire  $(hkl)$  du réseau cristallin, et sa longueur est  $\frac{d_{(hkl)}}{K^2}$ . Ce vecteur est, de plus, dans le cas des cristaux cubiques, parallèle à l'axe  $[hkl]$  du réseau cristallin. Si on prend précisément la valeur  $\frac{K^2}{d_{(hkl)}}$  comme rayon de la sphère de pôles, celle-ci n'est autre que le lieu des nœuds  $hkl$  de tous les cristaux de l'échantillon.

Faisons tomber sur l'échantillon un faisceau de rayons X monochromatiques. Le diagramme de diffraction se composera de taches ou arcs situés sur les anneaux Debye-Scherrer du cristal. Considérons en particulier l'anneau d'indices  $hkl$ . Sur cet anneau apparaîtront toutes les taches données par la construction d'Ewald. Rappelons-en le principe (fig. 4) : de  $S_0$ , placé sur le trajet du faisceau de rayons X, on mène  $S_0 O$  parallèle au rayonnement, en sens inverse de sa propagation, et tel que  $OS_0 = \frac{K^2}{\lambda}$ . La sphère de centre O et de rayon  $OS_0$  s'appelle « sphère de réflexion ». Elle coupe la sphère de

pôles suivant un petit cercle (c). A tous les nœuds M se trouvant sur le cercle (c) correspond un rayon diffracté de direction OM. Si la sphère de pôles contient des nœuds isolés, on enregistre des taches nettes, si ce sont des zones, on obtient des arcs formant des portions d'anneaux Debye-Scherrer. Comme sur la figure 4 l'échelle est arbitraire, on peut choisir K de telle sorte que la distance de l'échantillon au film soit égale à  $\frac{K^2}{\lambda} \cos 2\theta = OH$ .

L'anneau Debye-Scherrer enregistré coïncide alors avec l'intersection du plan du film et de la sphère de pôles ( $\Sigma$ ).

Supposons que nous relevions un second diagramme après avoir fait tourner l'échantillon autour d'un axe vertical (normal au plan de la figure 4). La sphère de pôles étant liée à l'échantillon, tourne du même angle autour d'un axe, qui se projette en  $S_0$ . Ce deuxième cliché donne une secon-

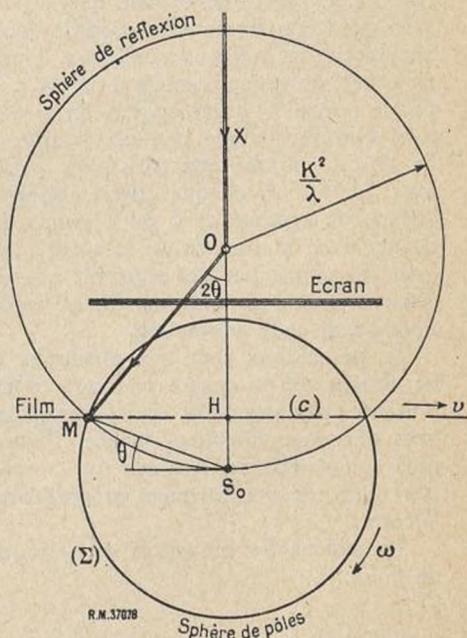


Fig. 4.

de coupe de la sphère de pôles ( $\Sigma$ ). On peut alors imaginer de faire toute une série de diagrammes, de reporter sur une même projection stéréographique tous les petits cercles explorés avec les intensités relatives des taches ou arcs observés. C'est ainsi qu'on peut déterminer la figure de pôles, mais cela exige que tous les clichés soient pris dans des conditions absolument identiques (tension et débit dans le tube, forme du foyer, temps de pose, conditions de développement, etc...). Enfin, la méthode est assez longue.

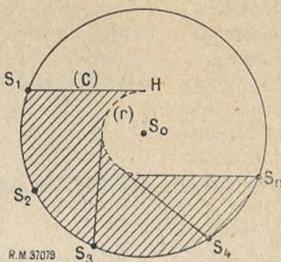


Fig. 5.

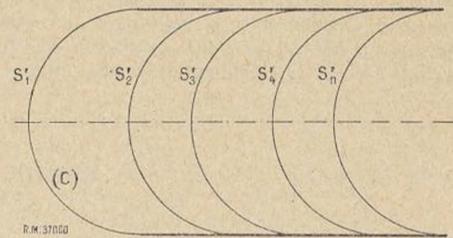


Fig. 6.

### PRINCIPE DE LA CHAMBRE POUR L'ÉTUDE DES TEXTURES

Pour écarter ces difficultés, on a cherché à plusieurs reprises (1) des méthodes plus rapides et plus précises. Le principe adopté est de prendre les différents clichés sur un même film, en déplaçant simultanément l'échantillon et le film. Les différents anneaux Debye-Scherrer sont ainsi enregistrés côté à côté.

Nous avons repris ce principe, en nous proposant d'obtenir directement sur le diagramme une image de la sphère de pôles la moins déformée possible. Pour cela, deux conditions sont nécessaires : tout d'abord, éliminer du diagramme toutes les diffractions autres que celles produites sur le plan  $hkl$  choisi, ensuite lier le déplacement du film au mouvement de l'échantillon de façon convenable.

Le résultat cherché est acquis si on ne laisse parvenir sur le film que la moitié de l'anneau Debye-Scherrer considéré ; à cet effet, on interpose entre l'échantillon et le film un écran percé d'une fente semi-circulaire (fig. 4). En faisant tourner l'échantillon de  $180^\circ$ , on balaye avec le demi-cercle ( $c$ ) l'aire de la sphère de pôles hachurée sur la figure 5. Si l'angle  $\theta$  était nul, le petit cercle limite ( $\Gamma$ ) serait réduit à un point. En fait, les valeurs de  $\theta$  effectivement employées sont faibles et l'aire balayée est très proche de l'aire totale d'une sphère.

Le film se déplaçant dans son propre plan, les différents cercles ( $c$ ) y apparaîtront déduits l'un de l'autre par

une translation (fig. 6). Puisque ces cercles apparaissent en vraie grandeur sur le film, il faut, pour que la figure ne soit pas déformée au voisinage de l'équateur, que les déplacements  $S'_1, S'_2, \dots$  soient égaux aux longueurs des arcs  $S_1, S_2, \dots$ . Cette condition lie la vitesse de translation ( $v$ ) de la plaque à la vitesse de rotation ( $\omega$ ) de l'échantillon. On a pendant le temps  $dt$  :

$$\widehat{S_1 S_2} = \omega dt,$$

$$\widehat{S_1 S_2} = \omega dt \times \frac{K^2}{d_{(hkl)}} = 2 \omega dt \frac{K^2}{\lambda} \sin \theta$$

$$\text{et } \widehat{S'_1 S'_2} = v dt.$$

Si l'on exprime  $K$  en fonction de la distance  $D$  de l'échantillon au film, il vient :

$$v = 2 \omega D \frac{\sin \theta}{\cos 2 \theta}.$$

Pratiquement, le film plan est remplacé par une pellicule enroulée sur un cylindre de grand rayon, ce qui permet de remplacer la translation par une rotation, plus simple à réaliser. Les déformations introduites sont faibles, et il est facile d'en tenir compte.

### LIMITATION DE LA PRÉSENTATION

La sphère de pôles ayant un centre de symétrie, il suffit de faire osciller l'échantillon sur  $180^\circ$ .

Par ailleurs, la condition pour qu'un pôle  $S$  (ou son symétrique) de la sphère soit enregistré sur le diagramme, est qu'il rencontre, au cours de sa rotation, le petit cercle ( $c$ ). Nous venons de voir que cette condition est véri-

fiée pour tous les pôles situés à l'extérieur de la calotte délimitée par le petit cercle ( $\Gamma$ ). Comme on choisit toujours des plans à grand pouvoir réflecteur et de grande distance réticulaire,  $\theta$  est généralement très petit et ( $c$ ) très voisin d'un grand cercle. Pour la radiation  $M_0 K\alpha$  réflechie par les plans  $[111]$  de l'aluminium, par exemple, la région qui échappe au diagramme est une petite calotte de  $8^\circ 44$  de demi-ouverture, dont la surface représente les  $6/1.000^\circ$  de la surface de la sphère.

En fait, la représentation de la sphère de pôles, non

(1) Voir notamment C. S. BARRETT, *Structure of Metals*, McGraw-Hill Book Co, 1943, et HAWORTH, *Review of Sci. Instr.*, 11 (1940), p. 88.

déformée au voisinage immédiat de l'équateur, subit des altérations croissant avec la latitude, ce qui rend pratiquement inexploitables les bords extérieurs du diagramme. Dans le cas de l'aluminium, la limite pratique est  $70^\circ$ .

Au cas où les environs des pôles s'avèrent particulièrement intéressants à connaître, on peut amener l'un des pôles au centre du diagramme en choisissant un axe de rotation de l'échantillon perpendiculaire au premier.

## CHOIX DU PLAN RÉTICULAIRE

Il sera toujours préférable de chercher à construire une sphère de pôles de bas indices; ceci présente de nombreux avantages : l'angle  $\theta$  étant petit, l'aire qui échappe au diagramme est très faible, les pouvoirs réflecteurs de ces plans sont plus élevés, enfin les plans d'indices simples ont des facteurs de multiplicité faibles, ce qui, comme nous l'avons vu, facilite le dépouillement. Pour les métaux cubiques à faces centrées, on a le choix entre [200] et [111]. Nous avons choisi [111] pour la raison suivante :

En réalité, le faisceau incident contient des radiations du spectre continu en plus de la radiation  $K\alpha$  utile, et ce fond continu est relativement assez intense avec l'anode de molybdène que nous avons toujours utilisée. En plus de la radiation  $K\alpha$  réfléchie par le plan choisi sous l'angle  $\theta$ , le film reçoit donc des rayons réfléchis sous le même angle  $\theta$ , mais par d'autres plans réticulaires de constante  $d'$ , les radiations ayant alors comme longueur d'onde  $\lambda'$ , telle que :

$$\lambda' = 2 d' \sin \theta.$$

Supposons que l'on ait choisi le plan [111] pour un cristal cubique à faces centrées. Les taches parasites proviendront principalement des réflexions sur le plan [200] des radiations de longueur d'onde :

$$\lambda'_1 = 2 d_{200} \sin \theta,$$

$$\text{ou } \lambda'_1 = 2 d_{200} \frac{\lambda_{K\alpha}}{2 d_{111}},$$

$$\lambda'_1 = \lambda_{K\alpha} \frac{d_{200}}{d_{111}} = 0,87 \lambda_{K\alpha}.$$

Or, il se trouve que  $\lambda'_1$  est très voisin de  $\lambda_{K\beta}$  et peut être éliminé par un filtre ( $Zr$  pour  $MgK\alpha$ ). Au contraire, si on avait choisi le plan [200], les radiations parasites auraient été réfléchies par le plan [111] et auraient une longueur d'onde légèrement plus grande que  $\lambda_{K\alpha}$  qu'aucun filtre ne permettrait d'éliminer. Ainsi le choix de l'anneau 111 permet d'obtenir des clichés purs, sans qu'il soit besoin de monochromatiser les radiations primaires.

## DÉPOUILLEMENT DES DIAGRAMMES

Le problème consiste à établir la correspondance entre les coordonnées d'un point sur la sphère (longitude et latitude) et celle du point représentatif du film.

Au voisinage de l'équateur, la représentation de la sphère est voisine d'une projection cylindrique, mais elle s'en écarte pour les grandes latitudes. Une propriété très simple et fort utile est qu'une rotation de la sphère de pôles autour de son axe vertical se traduit par une translation sur le film.

Pratiquement, nous avons tracé une grille composée des transformées des méridiens et des parallèles. En superposant cette grille au cliché, on lit directement la longitude et la latitude de chaque tache.

Cette grille n'est évidemment utilisable que pour un angle  $\theta$  donné, c'est-à-dire pour un diagramme fait avec une longueur d'onde donnée sur un métal donné. On l'établit à l'aide des relations suivantes entre les coor-

données  $L$  et  $L'$  d'un point  $P$  de la sphère des pôles et des coordonnées cartésiennes  $x$  et  $y$  du point  $P'$  qui y correspond sur le diagramme :

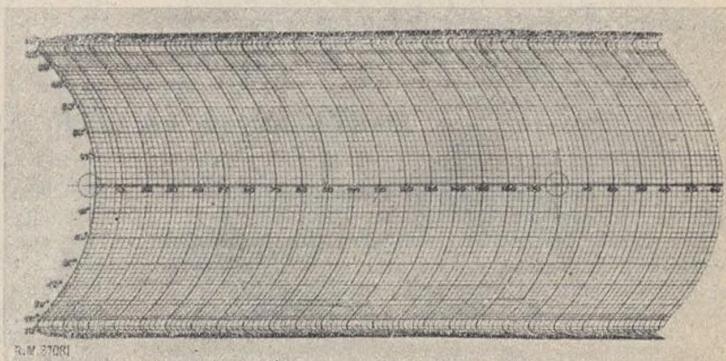


Fig. 7. — Grille de dépouillement des diagrammes.

$$x = L + \frac{K^2}{d} \left[ \operatorname{arc} \operatorname{tg} \frac{\cos \theta - \sqrt{\cos^2 \theta - \sin^2 L'}}{\sin \theta + \frac{1}{\operatorname{tg} \theta} \sqrt{\cos^2 \theta - \sin^2 L'}} - \cos \theta + \sqrt{\cos^2 \theta - \sin^2 L'} \right] \quad (1)$$

$$y = \frac{K^2}{d} \sin L' \quad (2)$$

O étant l'origine du diagramme qui correspond à l'origine

des méridiens sur l'équateur, et l'axe *ox* la droite horizontale transformée de l'équateur.

En fait, le film n'étant pas plan, mais enroulé sur un cylindre de grand rayon, il s'introduit par là une légère déformation de la figure, que nous compenserons par une correction à apporter aux formules (1) et (2). On remarquera tout de suite que le film, cylindrique pendant l'enregistrement, est ensuite développé dans un plan, et que, par conséquent, la figure finale est plane.

Cette correction ne dépend que de la latitude *L'* du point P. Décomposée en une correction sur les abscisses et une correction sur les ordonnées, celles-ci ont respectivement pour valeur :

$$Cx = F(L') = R \operatorname{arc} \sin \left[ \frac{\frac{K^2 \cos 2\theta}{2d \sin \theta} + R}{R \sqrt{1 + \frac{\cos^2 2\theta}{\sin^2 2\theta - 4 \sin^2 L' \sin^2 \theta}}} \right] - R \operatorname{arc} \operatorname{tg} \left( \frac{2 \sin \theta}{\cos 2\theta} \sqrt{\cos^2 \theta - \sin^2 L'} \right) - \frac{K^2}{d} \sqrt{\cos^2 \theta - \sin^2 L'}$$

$$Cy = F(L') = \frac{\sin^2 L' \sin^2 \theta}{\cos^2 \theta} \left[ 1 - \cos \left\{ \operatorname{arc} \sin \frac{\frac{K^2 \cos 2\theta}{2d \sin \theta} + R}{R \sqrt{1 + \frac{\cos^2 2\theta}{\sin^2 2\theta - 4 \sin^2 L' \sin^2 \theta}}} \right\} \right. - \left. \operatorname{arc} \operatorname{tg} \left( \frac{2 \sin \theta}{\cos 2\theta} \sqrt{\cos^2 \theta - \sin^2 L'} \right) \right]$$

En définitive, les coordonnées du point P'' du diagramme s'expriment en fonction de la longitude *L* et de la latitude *L'* du point P de la sphère qui lui a donné naissance par :

$$P'' \left\{ \begin{array}{l} x'' = x + Cx \\ y'' = y + Cy. \end{array} \right.$$

Une telle grille est représentée sur la figure 7.

## RÉALISATION DE LA CHAMBRE

Une chambre prototype réalisant le principe que nous venons de décrire a été construite dans les laboratoires de rayons X de l'O.N.E.R.A.

La distance entre le film et l'échantillon est de 80 mm. La partie utile du film ayant 62 mm de hauteur sur 135 mm de largeur, elle permet d'enregistrer des cônes de diffraction de 42° d'ouverture, soit des angles de Bragg de 10°5.

Le rayon du porte-film cylindrique est de 160 mm, compte tenu de la demi-épaisseur du film, et la distance moyenne de l'écran à l'axe de rotation de l'échantillon est de 50 mm.

Cette chambre est reproduite ci-contre sur la fig. 8.

Placée devant un tube à rayons X, l'étroit faisceau parallèle délimité par le foyer fin du tube et le diaphragme (dont on ne voit que le support en avant du

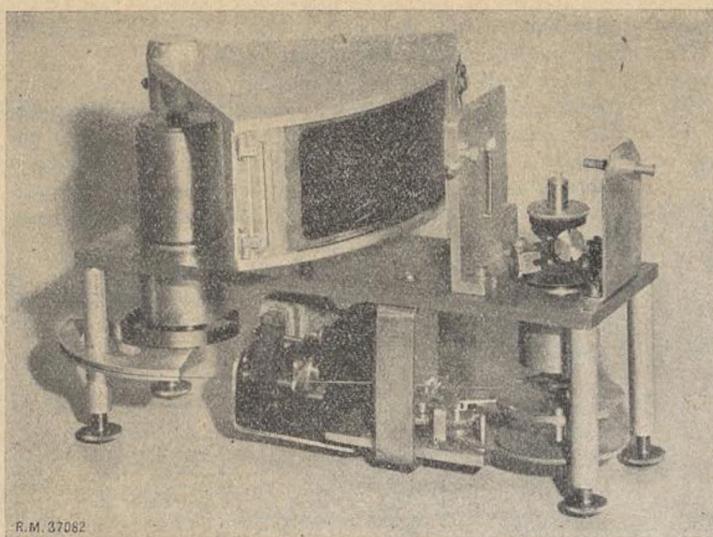


Fig. 8. — Chambre de texture construite au laboratoire.

porte-film) vient frapper l'échantillon. Seuls les rayons diffractés sous l'angle choisi  $\theta$  ne sont pas arrêtés par l'écran métallique fixé derrière l'échantillon (fente semi-

circulaire), et viennent impressionner le film. Celui-ci est appliquée contre le cylindre porte-film, et est protégé de la lumière par une mince feuille de cellophane noire.

Le mouvement d'oscillation du porte-film est lié à celui de l'échantillon par un câble s'enroulant d'un côté autour d'une poulie montée sur l'axe du porte-échantillon, et de l'autre côté autour d'un secteur fixé sur l'axe du porte-film. Le rayon de ce secteur et celui de la poulie sont calculés de telle sorte que la vitesse circonférentielle du film soit conforme à la relation :

$$v = \frac{K^2}{d} \omega = 2 \omega d \frac{\sin \theta}{\cos 2\theta}$$

Un repère, constitué par un réticule tracé sur un petit écran luminescent, matérialise avec le trou du diaphragme l'alignement des deux axes de rotation, et permet de régler le foyer du tube sur cet alignement.

Enfin, une petite barrette sert de piége au faisceau direct, et permet de démasquer brièvement celui-ci aux deux extrémités de la course du film. Ces deux impacts serviront à repérer sur le diagramme, donc sur la sphère de pôles, deux directions fixes de l'échantillon.

## PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

Pour que l'on puisse valablement comparer les intensités des taches d'un même diagramme, il est nécessaire que, durant toute la rotation de l'échantillon, le volume de matière efficace reste constant.

Si la substance est très peu absorbante, cela revient à ce que le bâtonnet baigne dans le faisceau, de façon à ce que la masse irradiée soit constante. Si la substance est très absorbante, seule la surface jouera : il faut donc que la préparation soit de révolution pour que la forme de la surface ne varie pas pendant la rotation.

Dans l'étude des textures, nous n'avons rencontré

jusqu'à présent que des métaux dont les grains étaient suffisamment fins pour que le volume efficace en contienne un très grand nombre, et que la sphère de pôles ait une valeur moyenne parfaitement définie.

Dans le cas, au contraire, où les grains de l'échantillon seraient du même ordre de grandeur que le volume efficace, le nombre des cristaux intéressés à la diffraction serait alors insuffisant pour déterminer avec certitude la figure de pôles et il faudrait employer une méthode analogue à celle de balayage ou d'intégration utilisée notamment par P. Coheur (1).

## EXEMPLES D'APPLICATION

### a) Diagramme d'un monocristal d'aluminium.

Le diagramme ci-contre (fig. 9) est celui d'un fil monocristallin d'aluminium, non déformé.

Outre les deux taches à  $180^\circ$  marquées sur l'équateur du diagramme pour repérer une direction fixe et connue de l'échantillon, on reconnaît les quatre taches données par les quatre plans  $[111]$  du cristal. En superposant à ce diagramme la grille de dépouillement, on

peut transposer directement ces quatre taches sur un canva stéréographique et déterminer, par exemple, l'orientation des trois axes  $[100]$  du monocristal dans l'échantillon.

Comme nous l'avons indiqué plus haut, nous pouvons représenter ce cristal par un segment tracé sur le diagramme et réunissant deux des taches.

(1) *Revue de Métallurgie*, XLI (1944), n° 2, p. 60.

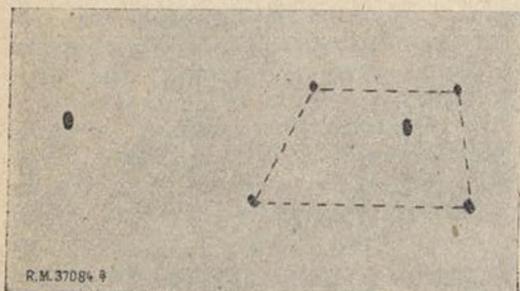
b) Diagramme donné par quelques gros cristaux.

Lorsque l'échantillon se compose de quelques gros cristaux, il apparaît en général sur le diagramme autant de fois quatre taches qu'il y a de cristaux intéressés à la diffraction.

Toutefois, lorsqu'un plan  $[111]$  est presque normal à l'axe de rotation de l'échantillon (angle



Fig. 9. — Diagramme d'un monocristal d'aluminium.

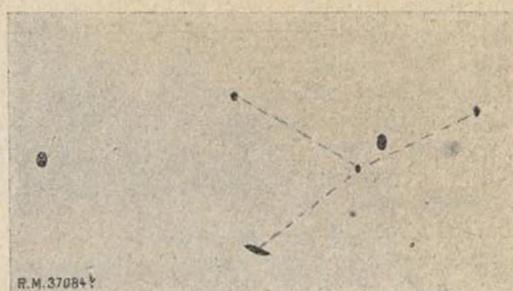


A gauche :

Fig. 10 a.

A droite :

Fig. 10 b.



supérieur à  $81^{\circ}16'$ ), il ne se trouve en aucun moment dans les conditions d'incidence favorable, et ne donne pas de tache. Dans ce cas, relativement exceptionnel, le cristal ne donne que trois taches sur le diagramme.

Avant de déterminer l'orientation propre de chacun des cristaux, le problème qui se pose est de grouper les quatre taches données par le même cristal.

Pour cela, on remarque que les taches données par un même cristal peuvent être disposées sur le diagramme de deux façons : en quadrilatère convexe (diagramme 10-a) ou non convexe (diagramme 10-b). Dans le premier cas, toutes les quatre sont situées sur le même petit cercle de la sphère de pôles. Ce petit cercle est la limite d'un secteur sphérique dont l'ouverture au centre de la sphère est de  $109^{\circ}28'$ . En disposant donc d'un

extérieures sont sur un même petit cercle délimitant un secteur sphérique dont l'ouverture est de  $141^{\circ}04'$  et dont l'axe perce par conséquent la sphère en un point situé à  $70^{\circ}32'$  de tous les points du cercle. A partir de cette remarque, on peut vérifier le groupement des taches à l'aide de l'abaque figure 12 en disposant simplement la tache centrale sur le méridien des centres; on doit retrouver les trois autres taches sur le petit cercle correspondant.

Une propriété très intéressante dans ce second cas est que l'on peut pointer directement sur le diagramme, à l'aide de l'abaque (fig. 11), les trois pôles  $[100]$  du cristal sans passer par la projection stéréographique. En effet, l'axe du secteur sphérique ouvrant à  $109^{\circ}28'$  coïncide avec la direction  $[100]$  du cristal lorsque trois directions  $[111]$  sont sur la nappe de ce

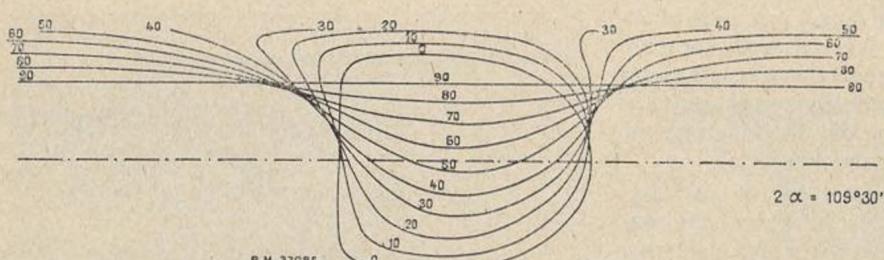


Fig. 11.

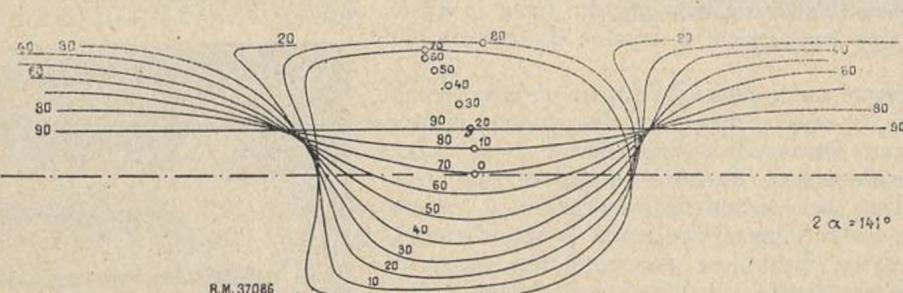


Fig. 12.

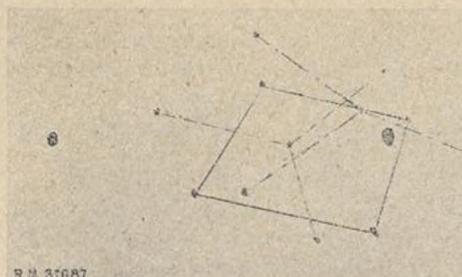


Fig. 13.

secteur. Chaque fois donc qu'un petit cercle de cet abaque passe par trois taches  $[111]$  du diagramme, le centre de ce petit cercle est situé sur le pôle  $[100]$ .

A titre d'exemple, le diagramme représenté sur la figure 13 montre que la partie irradiée de l'échantillon contient trois cristaux (12 taches), l'orientation de chacun d'eux étant déterminée après classification des taches par cette méthode.

### c) Diagramme d'échantillons polycristallins.

Lorsque le métal examiné est à grains très fin, on ne cherche généralement plus à orienter chaque grain pris individuellement, mais plutôt à juger d'après une image d'ensemble de la répartition plus ou moins uniforme de ces orientations, de la grosseur moyenne des grains et de leur homogénéité de structure et de dimension.

Lorsque l'échantillon est un très petit bâtonnet de métal léger, toute la matière contenue dans le volume efficace ( $v$ ) participe à la diffraction et une idée très précise de la dimension des grains peut alors être donnée en dénombrant les taches, dont le quotient par  $4v$  (pour la figure de pôles  $111$ ) donne très sensiblement le nombre de cristaux par unité de volume.

Le diagramme représenté sur la figure 14 montre un métal recuit à grains fins, homogène, et sans aucune trace d'orientation ni persistance d'ancienne texture écrouie. Le diagramme (fig. 15), par contre, est un exemple de texture de métal cristallisé, mais avec une répartition irrégulière des orientations des grains. C'est un échantillon d'aluminium raffiné, laminé et recuit industriellement. Par la ressemblance de ce diagramme avec celui que donne le même aluminium seulement laminé, on voit que l'orientation des cristaux formés pendant la recristallisation est fortement influencée par les orientations initiales du métal écroui.

Dans le cas des diagrammes représentés sur la figure 16-b, cette persistance des orientations après recristallisation est encore plus nette. Il s'agit d'un aluminium assez impur (aluminium de fusibles) étiré en fil.

Le diagramme 16-a n'est constitué que de bandes parallèles à l'équateur : la texture est donc fibreuse (orientations à un degré de liberté), l'axe de fibre étant vertical. Les deux bandes les plus intenses de part et d'autre de l'équateur correspondent à deux zones de nœuds  $[111]$  de cristaux ayant une direction  $[111]$  comme axe de fibre; cette orientation n'est pas parfaite puisque les bandes s'étendent sur une largeur de  $8^\circ$  à  $10^\circ$  de la sphère de pôles. A l'extérieur de ces deux bandes apparaissent deux autres bandes bien moins intenses qui sont formées par les nœuds  $[111]$  de cristaux ayant une direction  $[100]$  dans l'axe de fibre.

On retrouve donc dans cet échantillon la double orientation classique des métaux cubiques à faces centrées étirés en fil, et le rapport des noircissements des deux systèmes de bandes donne la proportion des cristallites appartenant à l'un et l'autre système.

Le diagramme 16-b est relatif au même échantillon recuit à  $570^\circ$  pendant 1 heure. Son aspect est très voisin du 16-a, mais les bandes sont « granulées », ce qui indique que le métal a recristallisé en grains très fins, mais que chaque grain a conservé l'orientation des cristallites primitifs.

### d) Etude d'une texture de métal écroui.

Quand il s'agit d'une texture simple comme celle d'un fil étiré, il est évident qu'un diagramme Debye-Scherrer ordi-

naire peut suffire à la déterminer, et donc que la construction de la figure de pôles est un luxe inutile. C'est dans le cas de textures complexes que la méthode que nous avons décrite ici est surtout intéressante.



Fig. 14.



Fig. 15.

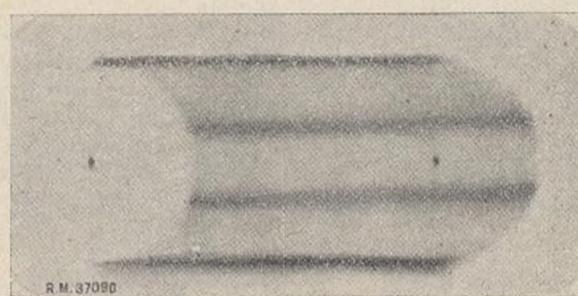


Fig. 16 a.

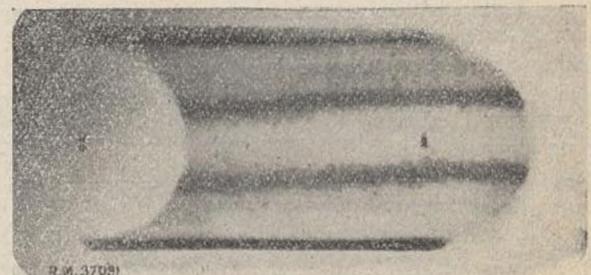


Fig. 16 b.

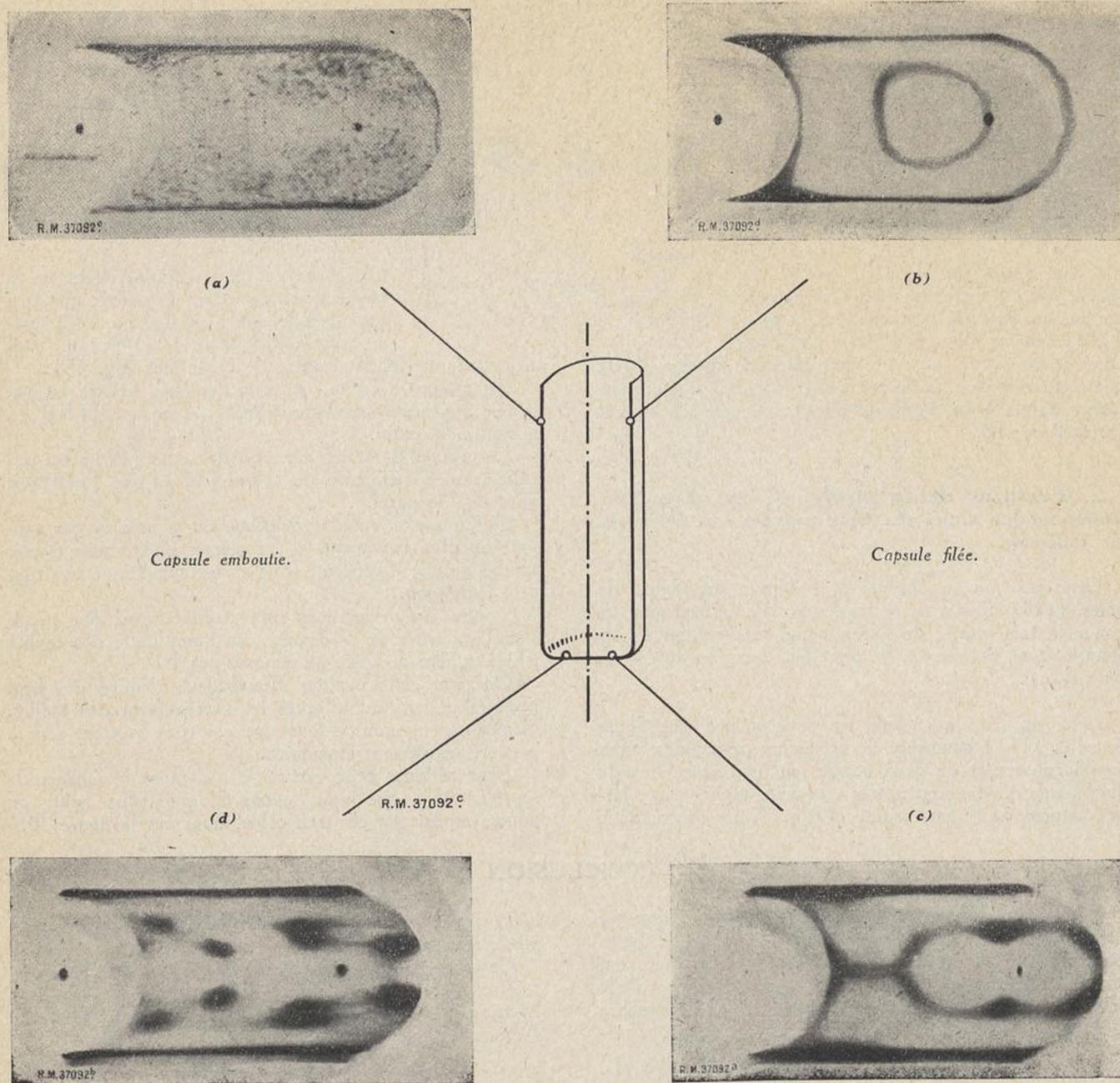


Fig. 17.

Nous en donnerons comme exemple des diagrammes pris sur deux capsules cylindriques à fond plat en aluminium.

Ces deux capsules, de forme et dimensions identiques, ont été formées à froid industriellement, l'une par filage, l'autre par emboutissage.

Bien que le produit fini soit apparemment le même, les diagrammes reproduits ci-dessus montrent combien la texture du métal est différente dans les deux cas (fig. 17).

**1. Textures du rond.** — Alors que le fond de la capsule emboutie n'est pratiquement pas altéré par la déformation (diagramme de taches isolées, 17a), celui de la capsule filée, au contraire, soumis par la presse à un écrasement très violent, présente une orientation très marquée (17b). On voit que les pôles (111) sont répartis sur un petit cercle et sur un grand cercle (méridien à l'extrémité de la figure) de la sphère de pôles; leurs cen-

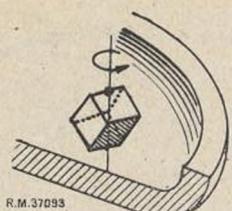


Fig. 18. — Orientation des cristallites dans le fond de la capsule filée.

tres sont situés sur le même axe de la sphère qui est l'axe de fibre. Cet axe est normal au fond de la capsule. Des axes [111] font un angle de  $90^\circ$  ou  $35^\circ$  avec l'axe de fibre: tous les cristallites ont donc un axe [110] dans cette direction. Nous sommes en présence d'une orientation unique à un degré de liberté; elle est schématisée par la figure 18.

**2. Textures de la virole.** — Les diagrammes relevés sur les viroles des deux capsules sont également très différents.

Celui pris sur la capsule filée montre une figure de pôles [111] identique à celle que l'on obtient par un laminage très poussé de l'aluminium, la direction de la laminage étant parallèle à la direction des génératrices du tube (17c).

Celui pris sur la capsule emboutie montre une figure de pôles [111] composée de 10 taches principales, assez bien localisées, et de deux bandes en haut et en bas du diagramme qui ne sont autres que deux taches assez larges, situées aux deux pôles (17d). Nous avons donc

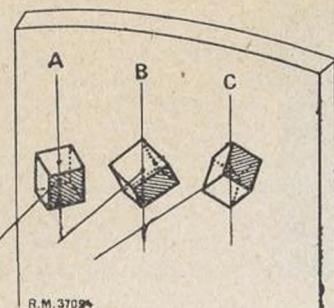


Fig. 19. — Orientation des cristallites dans la virole de la capsule emboutie.

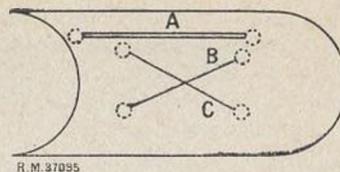


Fig. 20. — Schématisation des 3 orientations de la figure 19.

12 taches au total. En procédant de la même façon que dans le cas de quelques gros cristaux, on a groupé quatre à quatre ces douze taches, distinguant ainsi trois groupes fondamentaux de cristallites (fig. 19).

Le groupe A est tel que l'un des axes [100] est parallèle aux génératrices de cylindre, et un axe [110] est normal à la paroi.

Le groupe B est tel que l'un des axes [111] est parallèle aux génératrices du cylindre et un axe [110] est normal à la paroi.

Le groupe C enfin, symétrique du groupe B par rapport au plan équatorial, a les mêmes orientations d'axes que le groupe précédent, mais en est symétrique par rapport à ce plan.

Toutes ces orientations sont réalisées avec une précision de l'ordre de 5 degrés, car l'amplitude des taches sur la sphère de pôles ne dépasse pas  $10^\circ$ .

On peut enfin évaluer l'importance relative des trois groupes de cristaux d'après le noircissement des taches. Grossièrement, nous dirons que ces trois groupes sont à peu près également abondants.

Pour résumer cette texture en adoptant le schéma de représentation que nous avons indiqué plus haut, on pourra représenter ces trois orientations par la figure 20.

## CONCLUSION

Nous avons décrit ici une méthode de détermination par les rayons X des textures cristallines, et nous en avons donné les quelques exemples d'applications qui nous ont servi à la mettre au point. On imagine aisément qu'elle offre des possibilités nouvelles dans un grand nombre d'études, aussi bien théoriques sur la déformation des mé-

taux, que pratiques pour le contrôle de l'état cristallin de pièces métalliques.

Ce travail a été exécuté en collaboration par le Laboratoire d'essais du Conservatoire National des Arts et Métiers et l'Office National des Recherches et d'Etudes Aéronautiques.



