



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>

THESE

présentée

A LA FACULTE DES SCIENCES DE L'UNIVERSITE DE METZ.

pour obtenir le

DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE METZ ES SCIENCES
(option : Physique-Mécanique)

par

Albert TIDU

ANNEXES

de la thèse intitulée

**ANALYSE ET ETUDE DE PROFILS DE RAIES DE DIFFRACTION DES RAYONS X
ENREGISTREES AVEC UN DETECTEUR COURBE.**

**APPLICATION A L'ANALYSE DE PROPRIETES MICROSTRUCTURALES
DE MATERIAUX ET NOTION D'INDICATRICE.**

soutenue le 9 février 1990 devant la Commission d'examen

Monsieur J.J. HEIZMANN, Professeur à l'Université de Metz

Directeur de Thèse

Monsieur J.C. MUFIN, Directeur de Recherche C.N.R.S. Dijon

Rapporteur

Monsieur M. DERVILLER, Professeur à l'Université de Metz

Rapporteur

Monsieur G. MAEDER, Chef du département Matériaux et Modélisation Renault

Examineur

Monsieur R. PEREL

Examineur

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE DE METZ



A. VADO

022 420351 3

Ingénieurs de Metz Examineur

Année 1990
U.F.R. M.I.M.

THESE

présentée

A LA FACULTE DES SCIENCES DE L'UNIVERSITE DE METZ

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE
-METZ

pour obtenir le

DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE METZ ES SCIENCES
(option : Physique-Mécanique)

par

Albert TIDU

ANNEXES

de la thèse intitulée

**ANALYSE ET ETUDE DE PROFILS DE RAIES DE DIFFRACTION DES RAYONS X
ENREGISTREES AVEC UN DETECTEUR COURBE.**

**APPLICATION A L'ANALYSE DE PROPRIETES MICROSTRUCTURALES
DE MATERIAUX ET NOTION D'INDICATRICE.**

soutenue le 9 février 1990 devant la Commission d'examen

Monsieur J.J. HEIZMANN, Professeur à l'Université de Metz

Directeur de Thèse

Monsieur J.C. MUTIN, Directeur de Recherche C.N.R.S. Dijon

Rapporteur

Monsieur M. BERVEILLER, Professeur à l'Université de Metz

Rapporteur

Monsieur G. MAEDER, Chef du département Matériaux et Modélisation Renault

Examineur

Monsieur R. PENELLE, Directeur de Recherche C.N.R.S. Paris

Examineur

Monsieur A. VADON, Maître de Conférences à l'École Nationale d'Ingénieurs de Metz

Examineur

N° inv.	13900605
Cote	S/M ₃ 90/4
Loc	Magasin



RESUME

Cette étude présente les travaux réalisés grâce à un détecteur courbe dans le cadre d'analyses classiques de diffraction des rayons X. L'introduction de critères expérimentaux permet une utilisation rationnelle de ce détecteur.

Nous proposons une expression simplifiée des fonctions de Pearson VII asymétriques pour le lissage et la séparation de profils de raies de diffraction X. Nous introduisons des techniques d'analyse adaptées aux matériaux à gros grains lors de la mesure des contraintes résiduelles (intégration discontinue et filtrage numérique des raies de diffraction).

Nous développons et étendons le principe des figures de pôles aux caractéristiques des raies de diffraction (notion d'indicatrice). Grâce à celles-ci nous obtenons des relations formelles entre la taille des domaines de diffraction cohérente et la micro-déformation. Les distributions de l'intensité diffractée en fonction du facteur de forme du profil de raie de diffraction X montre qu'il représente, combiné avec les variations de la largeur à mi-hauteur, une variable adéquate pour la description des matériaux polycristallins déformés. Dans le cadre d'hypothèses généralement admises, les relations micro-contrainte/taille des domaines de diffraction cohérente rappellent les diverses formes de la relation de Hall-Petch. L'étude des oscillations des graphes relatant les variations de la déformation en fonction de la direction de mesure précise le caractère prédominant des caractéristiques microstructurales.

Ce travail montre d'une façon générale que l'analyse des matériaux polycristallins peut être significativement améliorée par l'utilisation et la construction d'indicatrices qui reflètent l'anisotropie du milieu polycristallin.

ABSTRACT

This study presents works done by using a curved position sensitive detector in the field of X-ray diffraction analysis. The introduction of experimental technics allow us to use this detector with a very high accuracy.

We propose a simplified expression of asymmetric Pearson VII distribution for the fitting and deconvolution of mixed X-ray line profiles. We introduce useful technics for the measurement of residual stresses analysis for large grain materials (discontinuous integration and diffraction lines smoothing).

We develop and extended the pole figure concept to the other X-ray line characteristics (named indicatrix). Using them, formal relation between size of the coherently diffracting domains and micro-strain are obtained. The distribution of integrated intensity versus form factor of X-ray line profile show us, in conjunction with x-ray line breadth, that it is one of the best descriptive parameter for polycrystalline materials analysis. Using well-known relationships, the relation between size and micro-stress present some analogy with the Hall-Petch relationship. The study of oscillation in graph giving the deformation versus the measurement direction present predominant effect of microstructural parameter such as domain size or micro-strain.

This work allow us to say that the indicatrices, which reflect structural anisotropy, are useful tools for polycrystalline materials analysis.

MOTS-CLES :

détecteur courbe, analyse de profil de raie, lissage de raie, séparation de raie, microdéformation, contraintes résiduelles, indicatrice

ANNEXES

Sommaire :

1. Calcul de l'erreur dans la mesure des contraintes résiduelles	3
2. Fonctions de Voigt	13
3. Méthode de Warren-Averbach	23
4. Principe du filtrage par filtre de Fourier	41
5. Analyse de la non-linéarité des distributions des déformations en fonction de $\sin^2\psi$	51
Résultats issus du logiciel	79

ANNEXE 1 : CALCUL DE L'ERREUR DANS LA MESURE DES CONTRAINTES RESIDUELLES

Plan :

1. Variance dans la mesure des positions
 - 1.1. Introduction
 - 1.2. Variance sur le maximum lissé
 - 1.3. Variance sur le centroïde approché

2. Variance dans le calcul des contraintes
 - 2.1. Introduction
 - 2.2. Méthode des $\sin^2\psi$
 - 2.3. Méthode de Dölle et Hauk
 - 2.3.1. Calcul théorique des variances
 - 2.3.2. Application à la méthode de Dölle et Cohen

Bibliographie Annexe 1

CALCUL DE L'ERREUR DANS LA MESURE DES CONTRAINTES

1 VARIANCE DANS LA MESURE DES POSITIONS :

1.1. Introduction :

Dans les calculs qui vont suivre seules les erreurs statistiques de comptage sont prises en compte. Les erreurs systématiques de type géométrique, et instrumentales ne sont pas incluses dans les calculs. Ces dernières peuvent être estimées grâce à des relations analytiques simples⁽¹⁾⁽²⁾.

Pour une fonction $f(x_1, \dots, x_n)$, où les x_i sont des variables indépendantes, la variance $V(f)$ de la fonction f est donnée par la relation⁽³⁾ :

$$V(f) = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\delta f}{\delta x_i} \right)^2 V(x_i) \quad \text{où } V(x_i) \text{ représente la variance de la variable } x_i \quad (1)$$

La variance, en temps de comptage fixe, sur l'intensité du pic de diffraction, est donnée par la relation :

$$V(I_k) = \frac{I_k}{t} \quad \text{où } t \text{ représente le temps de comptage.} \quad (2)$$

1.2. Variance sur le maximum lissé.

Comme le montrent M.R. James et J.B. Cohen⁽⁴⁾ la variance sur la position du pic de diffraction obtenue par le lissage parabolique du sommet du profil, est donnée par la relation suivante :

$$V(2\theta_p) = K \sum_{k=-n}^{k=n} (n_0 \delta^3 M_1 k^2 + (n_2 \delta^2 M_0 - n_0 M_2) \delta^2 k - n_2 \delta^3 M_1)^2 V(I_k) \quad (3)$$

avec :

$$K = \frac{\delta^4 (n_2^2 - n_0 n_4)^2}{4n_2^2 (n_2 \delta^2 M_0 - n_0 M_2)^4}$$

$$n_i = \sum_{k=-n}^{+n} k^i \quad \text{et} \quad M_i = \delta^{i+1} \sum_{k=-n}^{+n} k^i \cdot I_k \quad (\text{moment d'ordre } i)$$

On suppose que la mesure est effectuée sur $(2n+1)$ points séparés de l'incrément angulaire δ en degré 2θ .

On peut intégrer cette variance dans le calcul de la distance interréticulaire d_{hkl} :

$$V(d_{hkl}) = \left\{ \frac{\lambda \cos \theta}{2 \sin^2 \theta} \right\}^2 \cdot \frac{V(2\theta)}{2} \cdot \left(\frac{\pi}{180} \right)^2 \quad (4)$$

Dans cette relation λ représente la longueur d'onde.

1.3. Variance sur le centroïde approché :

D'après A.J.C. Wilson ⁽³⁾, la variance sur la position du centroïde du pic de diffraction est donnée par la relation :

$$V(\langle 2\theta \rangle) = \frac{\left\{ \sum_k (2\theta)^2 V(I_k) + \frac{R^4 \delta^2}{72} \cdot V(G) \right\}}{L_0^2} \quad (5)$$

Dans cette relation, nous avons :

- $\langle 2\theta \rangle$: position du centroïde,
- L_0 : surface totale du pic de diffraction,
- $V(G)$: variance du bruit de fond,
- R : nombre total de points du profil.

Dans le cas de profils lissés par les fonctions de Pearson VII, la variance sur la position du pic est donnée par les relations § II.3.2.3.6.

2 VARIANCE DANS LE CALCUL DES CONTRAINTES :

2.1. Introduction :

Comme pour la méthode classique des $\sin^2(\psi)$, la méthode de Dölle et Cohen, le tenseur des contraintes est calculé à partir de la pente et de l'ordonnée à l'origine de droites expérimentales. Les variances théoriques de la pente m et de l'ordonnée à l'origine b sont données par les relations suivantes :

$$V(m) = \left\{ \frac{\sum_i (y_i - \bar{y})}{\sum_i (x_i - \bar{x})^2} \right\}^2 \cdot V(x) + \left\{ \frac{\sum_i (x_i - \bar{x})}{\sum_i (x_i - \bar{x})^2} \right\}^2 \cdot V(y) \quad (6)$$

$$V(b) = \frac{\sum_i (x_i - \bar{x})^2}{N} \cdot V(m) \quad \text{avec } N \text{ nombre de mesure} \quad (7)$$

2.2. Méthode des $\sin^2 \psi$:

En mesure de contrainte, dans l'état de contrainte biaxial, le couple de variables (x, y) est $(\sin^2 \psi, d_{hkl})$. On suppose, en général, que la variance sur $\sin^2(\psi)$ est nulle, c'est à dire :

$$V(\sin^2 \psi) = 0.$$

La variance sur la pente m se limitera donc à la seconde partie de la relation (6).

La pente m est définie par :

$$m = \left\{ \frac{\delta d_{\psi}}{\delta \sin^2 \psi} \right\} \quad \text{avec } d_{\psi} \text{ valeur de } d_{hkl} \text{ pour l'angle } \psi$$

On obtient alors la variance sur la pente :

$$V(m) = \frac{\sum_{\psi} (\sin^2 \psi - \overline{\sin^2 \psi})^2 \cdot V(d_{hkl})}{\left\{ \sum_{\psi} (\sin^2 \psi - \overline{\sin^2 \psi})^2 \right\}^2} \quad (8)$$

La variance sur la contrainte σ_{ϕ} est alors donnée par la relation :

$$V(\sigma_{\phi}) = \frac{V(m)}{\{d_1 \cdot S_2(hkl) / 2\}^2} \quad \text{avec } d_1 \text{ valeur de } d_{hkl} \text{ à } \psi = 0^\circ \quad (9)$$

2.3. Méthode de Dölle et Hauk (cf. § III.1.3.) :

2.3.1. Calcul théorique des variances : (5)

Dans la méthode de Dölle et Cohen, les éléments du tenseur des déformations s'ob-

tiennent également à partir de régressions linéaires. Dans cette méthode, les couples de variables sont $(x,y) \Rightarrow (\sin^2 \psi, a_1)$ et $(x,y) \Rightarrow (\sin(2\psi), a_2)$.

En utilisant la relation (4), en notant d_+ et d_- les valeurs de d mesurées à (ϕ, ψ_+) et (ϕ, ψ_-) , nous obtenons pour $V(a_1)$ et $V(a_2)$:

$$V(a_1) = \left[\frac{\delta a_1}{\delta d_+} \right]^2 \cdot V(d_+) + \left[\frac{\delta a_1}{\delta d_-} \right]^2 \cdot V(d_-) + \left[\frac{\delta a_1}{\delta d_0} \right]^2 \cdot V(d_0) \quad (10)$$

$$V(a_2) = \left[\frac{\delta a_2}{\delta d_+} \right]^2 \cdot V(d_+) + \left[\frac{\delta a_2}{\delta d_-} \right]^2 \cdot V(d_-) + \left[\frac{\delta a_2}{\delta d_0} \right]^2 \cdot V(d_0)$$

En posant θ_+ et θ_- les valeurs de l'angle théta de Bragg pour les positions à ψ_+ et ψ_- , et en différenciant la loi de Bragg, nous avons :

$$V(d_{\pm}) = \left[\frac{\pi}{180} \right]^2 \cdot \left[\frac{\lambda \cdot \cos \theta_{\pm}}{2 \cdot \sin^2 \theta_{\pm}} \right]^2 \cdot \frac{1}{2} V(2\theta_{\pm}) \quad (11)$$

D'autre part, nous avons :

$$\frac{\delta a_1}{\delta d_+} = \frac{\delta a_1}{\delta d_-} = \frac{1}{4 \cdot d_0^2}$$

$$\frac{\delta a_1}{\delta d_0} = \frac{(d_+ + d_-)^2}{4 \cdot d_0^4} \quad \text{et} \quad \frac{\delta a_2}{\delta d_0} = \frac{(d_+ - d_-)^2}{4 \cdot d_0^4}$$

En posant :

$$K_1 = \left\{ \frac{\sum_{\psi} (\sin^2 \psi - \overline{\sin^2 \psi})}{\sum_{\psi} (\sin^2 \psi - \overline{\sin^2 \psi})^2} \right\}^2 \quad \text{et} \quad D_1 = (d_+ + d_-)^2$$

$$K_2 = \left\{ \frac{\sum_{\psi} (\sin |2\psi| - \overline{\sin |2\psi|})}{\sum_{\psi} (\sin |2\psi| - \overline{\sin |2\psi|})^2} \right\}^2 \quad \text{et} \quad D_2 = (d_+ - d_-)^2$$

Nous en déduisons pour la variance $V(m_1)$ et $V(m_2)$:

$$V(m_1) = K_1 \cdot \frac{1}{4 \cdot d_0^2} \cdot \left\{ \left(\frac{\pi \lambda}{360 \sqrt{2}} \right)^2 \sum_{+/-} \left(\frac{\cos \theta_{+/-}}{\sin^2 \theta_{+/-}} \right)^2 \cdot V(2\theta_{+/-}) + \frac{D_1}{d_0^2} \cdot V(d_0) \right\} \quad (12)$$

La variance de l'ordonnée à l'origine est alors donnée par :

$$V(b_1) = \frac{1}{N} \frac{\left\{ \sum_{\psi} (\sin^2 \psi - \overline{\sin^2 \psi}) \right\}^2}{\sum_{\psi} (\sin^2 \psi - \overline{\sin^2 \psi})^2} \cdot V(a_1) \quad (13)$$

2.3.2. Application à la méthode de Dölle et Cohen :

A partir des équations du § III.1.3., nous obtenons directement, en utilisant les relations précédentes :

$$\begin{aligned} V(\epsilon_{33}) &= V(m_1; \phi = 0^\circ) + V(b_1) \\ V(\epsilon_{11}) &= 2 \cdot V(m_1; \phi = 0^\circ) + V(b_1) \\ V(\epsilon_{22}) &= V(m_1; \phi = 90^\circ) + V(m_1; \phi = 0^\circ) + V(b_1) \\ V(\epsilon_{12}) &= V(m_1; \phi = 45^\circ) + \frac{1}{4} \cdot \{ V(m_1; \phi = 0^\circ) + V(m_1; \phi = 90^\circ) \} \\ V(\epsilon_{13}) &= V(m_2; \phi = 0^\circ) \\ V(\epsilon_{23}) &= V(m_2; \phi = 90^\circ) \end{aligned} \quad (14)$$

En utilisant les relations du § III.1.3., nous obtenons les variances de chacun des éléments du tenseur des contraintes :

$$\begin{aligned} V(\sigma_{11}) &= \left(\frac{1}{2S_2} \right)^{-2} \cdot \{ (2-4Q+4Q^2) V(m_1; 0^\circ) + (1-2Q+3Q^2) V(b_1) + Q^2 V(m_1; 90^\circ) \} \\ V(\sigma_{22}) &= \left(\frac{1}{2S_2} \right)^{-2} \cdot \{ (1-2Q+4Q^2) V(m_1; 0^\circ) + (1-2Q+3Q^2) V(b_1) + (1-Q^2) V(m_1; 90^\circ) \} \\ V(\sigma_{33}) &= \left(\frac{1}{2S_2} \right)^{-2} \cdot \{ (1-2Q+4Q^2) V(m_1; 0^\circ) + (1-2Q+3Q^2) V(b_1) + Q^2 V(m_1; 90^\circ) \} \end{aligned}$$

$$V(\sigma_{12}) = \left(\frac{1}{2S_2}\right)^{-2} \cdot \{V(m_1; 45^\circ) + \frac{1}{4} [V(m_1; 0^\circ) + V(m_1; 90^\circ)]\}$$

$$V(\sigma_{13}) = \left(\frac{1}{2S_2}\right)^{-2} \cdot V(m_2; 0^\circ)$$

$$V(\sigma_{23}) = \left(\frac{1}{2S_2}\right)^{-2} \cdot V(m_2; 90^\circ)$$

Remarque :

Dans le cas de matériaux texturés, l'intensité du pic varie en fonction de l'angle ψ . Dans ce cas, P.Rudnick et J.B.Cohen⁽⁵⁾ proposent de corriger cet effet en multipliant les variances $V_i(2\theta^+)$ et $V_i(2\theta^-)$ par le facteur c_i défini par :

$$c_i = \frac{\frac{1}{V_i(2\theta)}}{\sum_i \frac{1}{V_i(2\theta)}}$$

Bibliographie Annexe 1 :

- (1) Analyse et mesure des contraintes résiduelles , CETIM (1978)
- (2) COHEN J.B. , DOLLE H. , JAMES M.R. , in : Block S. , Hubbard C.R. Eds., Accuracy in Powder Diffraction (NBS Special Publication 567), 1980, N.B.S. , (Washington), 453-479
- (3) WILSON A.J.C. , *Acta Cryst.* , (1967), **23** , 888-898
- (4) JAMES M.R. , COHEN J.B. , *Advances in X-Ray Analysis*, (1977) , **20** , 291-307
- (5) RUDNIK P. , COHEN J.B. , *Advances in X-Ray Analysis*, (1986) , **29** , 79-88

ANNEXE 2 : FONCTIONS DE VOIGT

Plan :

- 1 Généralités
- 2 Convolution
- 3 Remarques
- 4 Exploitation

Bibliographie Annexe 2

FONCTIONS DE VOIGT

1. GENERALITES :

Les fonctions de Voigt résultent de la convolution d'une fonction de Cauchy et d'une fonction de Gauss. La fonction de Cauchy s'écrit sous la forme suivante :

$$I_C(x) = I_C(0) \cdot \frac{\omega_c}{\omega_c + x^2} \quad (1)$$

La fonction de Gauss s'écrit :

$$I_G(x) = I_G(0) \cdot \exp\left(-\frac{\pi x^2}{\beta_G^2}\right) \quad (2)$$

On appelle facteur de forme la quantité définie par :

$$f_i = \frac{2 \cdot \omega_i}{\beta_i} \quad (3)$$

Ce facteur permet de déterminer si un profil de raie est de type cauchien ou gaussien. En effet, par le calcul théorique on obtient pour les deux profils précités :

$$f_C = \frac{2}{\pi} = 0.63662 \quad (4)$$

$$f_G = 2 \cdot \sqrt{\frac{\ln 2}{\pi}} = 0.93949 \quad (5)$$

Ces deux valeurs fixent les limites du facteur de forme que les fonctions de Voigt peuvent atteindre.

2. CONVOLUTION :

Soient un profil de Gauss, noté $I_G(x)$, et un profil de Cauchy, noté $I_C(x)$, le produit de convolution de ces fonctions donnera :

$$I_V(x) = I_C(x) \otimes I_G(x) \quad \text{où le symbole } \otimes \text{ est l'opérateur de convolution.}$$

Par définition du produit de convolution, nous avons donc :

$$I_V(x) = \int_{-\infty}^{+\infty} I_C(u) \cdot I_G(u - x) \cdot du \quad (6)$$

Le résultat de ce produit de convolution est une fonction de Voigt⁽¹⁾ notée $I_V(x)$.
 La transformée de Fourier d'une fonction $f(x)$ est donnée par :

$$F(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(x) \cdot e^{-2 \cdot \pi \cdot i \cdot t \cdot x} \cdot dx \quad (8)$$

Pour les fonctions $I_C(x)$ et $I_G(x)$, on obtient :

- pour la fonction de Cauchy :

$$F(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(x) \cdot e^{-2 \cdot \pi \cdot i \cdot t \cdot x} \cdot dx \quad (9)$$

Après intégration, on obtient :

$$\begin{aligned} F_C(t) &= I_C^0 \cdot \omega_C \cdot \pi \cdot e^{-2 \cdot \omega_C \cdot \pi \cdot t} \\ \text{or } \pi \cdot \omega_C &= \beta_C \text{ d'où :} \\ F_C(t) &= I_C^0 \cdot \beta_C \cdot e^{-2 \cdot \beta_C \cdot t} \end{aligned} \quad (10)$$

- pour la fonction de Gauss :

$$\begin{aligned} F_G(t) &= I_G^0 \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} e^{-\frac{\pi \cdot x^2}{\beta_G}} \cdot e^{-2 \cdot \pi \cdot i \cdot x \cdot t} \cdot dx \\ F_G(t) &= I_G^0 \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} e^{-\frac{\pi \cdot x^2}{\beta_G} - 2 \cdot \pi \cdot i \cdot x \cdot t} \cdot dx \end{aligned} \quad (11)$$

Or :

$$\int_{-\infty}^{+\infty} \exp(-p^2 \cdot x^2 \pm q \cdot x) \cdot dx = \exp\left(\frac{q^2}{4 \cdot p^2}\right) \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{p} \quad \text{avec } p > 0$$

Par identification, et en posant :

$$p^2 = \frac{\pi}{\beta_G} \quad \text{et } q = 2 \cdot \pi \cdot i \cdot t$$

On obtient finalement :

$$F_G(t) = I_G^0 \cdot \beta_G \cdot e^{-\pi \cdot \beta_G^2 \cdot t^2} \quad (12)$$

La transformée de Fourier de $I_V(x)$, notée $F_V(t)$, est telle que, par application du théorème de convolution :

$$F_V(t) = F_C(t) \cdot F_G(t)$$

$$F_V(t) = I_C^0 \cdot I_G^0 \cdot \beta_G \cdot \beta_C \cdot e^{-2 \cdot \beta_C \cdot t - \pi \cdot \beta_G^2 \cdot t^2} \quad (13)$$

Pour retrouver l'expression de $I_V(x)$, il nous faut calculer la transformée inverse de la fonction $F_V(x)$.

Soit alors, en tenant compte de la symétrie de l'opération de transformation inverse et du fait que la partie imaginaire s'annule :

$$I_V(x) = 2 \int_0^{\infty} I_C^0 \cdot I_G^0 \cdot \beta_G \cdot \beta_C \cdot e^{-2 \cdot \beta_C \cdot t - \pi \cdot \beta_G^2 \cdot t^2} \cdot e^{2 \cdot \pi \cdot i \cdot x \cdot t} dt$$

Cette intégrale s'écrit alors sous la forme :

$$I_V(x) = 2 I_C^0 \cdot I_G^0 \cdot \beta_G \cdot \beta_C \int_0^{\infty} e^{-2(\beta_C - \pi \cdot i \cdot x)t - \pi \cdot \beta_G^2 \cdot t^2} dt \quad (14)$$

Il est bien évident que le spectre de diffraction X ne peut être décrit que par la partie réelle de cette fonction. On pose :

$$\frac{1}{4\beta} = \pi \beta_G^2 \quad \text{et} \quad \gamma = (2 \cdot \beta_C - 2 \pi \cdot i \cdot x)$$

L'intégrale (14) prend la forme générale :

$$\int_0^{\infty} e^{(-\frac{t^2}{4\beta} - \gamma t)} dt = \sqrt{\pi\beta} \cdot e^{(\beta\gamma^2)} \cdot \{1 - \Phi(\gamma\sqrt{\beta})\} \quad \text{où} \quad \Phi(z) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^z e^{-t^2} dt$$

Le résultat de cette intégrale nous donne, en utilisant les tables d'intégrales⁽²⁾:

$$\int_0^{\infty} [\dots] dt = \frac{1}{2\beta_G} e^{(\frac{\beta_C^2}{\pi\beta_G^2} - 2\frac{\beta_C i x}{\beta_G^2} - \frac{\pi x^2}{\beta_G^2})} \left(1 - \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^z e^{-t^2} dt\right) \text{ avec :}$$

$$z = \frac{\beta_C - \pi i x}{\sqrt{\pi} \beta_G} \text{ et :}$$

$$\operatorname{erfc}(z) = \left(1 - \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^z e^{-t^2} dt\right) \text{ fonction erreur complémentaire.}$$

Posons à présent :

$$y = \frac{\pi x}{\beta_C} \text{ et } k = \frac{\beta_C}{\sqrt{\pi} \beta_G}$$

La fonction $\operatorname{erfc}(z)$ devient :

$$\operatorname{erfc}(z) = \operatorname{erfc}(k - i.k.y) = \operatorname{erfc}[k(1 - i.y)].$$

L'intégrale ci-dessus s'écrit donc finalement, après simplification :

$$\int_0^{\infty} [\dots] dt = \frac{1}{2\beta_G} e^{\{k^2(1 - i.y)^2\}} \cdot \operatorname{erfc}\{k(1 - i.y)\}$$

On a d'autre part :

$$\operatorname{erfc}(a - ib) = \exp(b^2 - a^2) \cdot \exp(2iab) \cdot \omega(b + ia)$$

avec $\omega(b + ia)$ fonction erreur complexe définie par :

$$\omega(z) = e^{-z^2} \left(1 + \frac{2i}{\pi} \int_0^z e^{-t^2} dt\right) = e^{-z^2} \operatorname{erfc}(-iz)$$

On introduit la variable z telle que :

$$(-iz) = k(1 - iy) \text{ d'où } z = ik(1 - iy) = k(i + y).$$

On en déduit que :

$$k^2(1 - iy)^2 = -z^2 \text{ et } k(1 - iy) = -iz.$$

L'intégrale ci-dessus s'écrit donc :

$$\int_0^{\infty} [\dots] dt = \frac{1}{2\beta_G} \cdot \omega [k \cdot (1+y)]$$

L'intégrale donnée en (14) devient donc :

$$I_V(x) = 2 I_C^0 \cdot I_G^0 \cdot \beta_G \cdot \beta_C \cdot \left\{ \frac{1}{2\beta_G} \cdot \omega [k \cdot (1+y)] \right\}$$

On a donc pour la partie réelle de $I_V(x)$, en utilisant les résultats précédents :

$$I_V(x) = \mathbb{R} \left\{ \beta_C \cdot I_C^0 \cdot I_G^0 \cdot \omega \left[\frac{\sqrt{\pi} x}{\beta_G} + ki \right] \right\} \quad (15)$$

Cette expression nous donne ainsi une forme analytique aux profils voigtien en termes de paramètres se reportant aux paramètres descriptifs des fonctions de Cauchy et de Gauss.

A partir de la transformée de Fourier de $I_V(x)$ on a :

$$F_V(0) = I_C^0 \cdot I_G^0 \cdot \beta_G \cdot \beta_C = A \text{ surface du pic de diffraction}$$

La transformée de Fourier inverse s'écrit quant à elle :

$$I_V(0) = \mathbb{R} \left\{ \beta_C \cdot I_C^0 \cdot I_G^0 \cdot \omega [ki] \right\}$$

Cette dernière expression se simplifie :

$$I_V(0) = \beta_C \cdot I_C^0 \cdot I_G^0 \cdot e^{-k^2} \cdot \operatorname{erfc}(k)$$

On en déduit pour la largeur intégrale l'expression suivante :

$$\beta = \frac{A}{I_V(0)} \Rightarrow \beta = \beta_G \cdot \frac{e^{-k^2}}{(1 - \operatorname{erf} k)} \quad \text{avec } k = \frac{\beta_C}{\sqrt{\pi} \beta_G}$$

Une valeur approchée, proposée par Halder et Wagner⁽³⁾, donne :

$$\beta^2 \approx \beta_c \cdot \beta + \beta_G^2$$

La largeur à mi-hauteur $2\omega_V$ est obtenue à partir de la relation générale de $I_V(x)$:

$$\begin{aligned} \frac{I_V(0)}{2} &= \Re \left\{ \beta_c \cdot I_c^0 \cdot I_G^0 \cdot \omega \left(\frac{\sqrt{\pi} \omega_V}{\beta_G} + i.k \right) \right\} \\ &= \frac{\beta_c}{2} \cdot I_c^0 \cdot I_G^0 \cdot \omega (i.k) \end{aligned} \quad (16)$$

On en déduit :

$$\Re \left\{ \omega \left(\frac{\sqrt{\pi} \omega_V}{\beta_G} + i.k \right) \right\} = \frac{1}{2} \omega (i.k) = \frac{1}{2} \frac{\beta_G}{\beta} \quad (17)$$

Une approximation proposée par Posener⁽⁴⁾ nous donne :

$$(2\omega_V)^2 \approx \frac{4\beta_G^2}{\pi} (1+k^2) \approx \frac{(2\omega_G)^2}{\ln 2} + (2\omega_C)^2$$

3. REMARQUES :

On montre que le facteur de forme d'une fonction de Voigt évolue entre les deux facteurs de formes des fonctions de Cauchy et de Gauss. En effet, on a , pour toute fonction de Voigt :

$$f_c = 0,63662 \leq f_V \leq f_G = 0,93949$$

Ainsi donc, tout profil de diffraction X ayant un facteur de forme n'appartenant à cet intervalle ne pourra être décrit par une fonction de Voigt.

4. EXPLOITATION :

Nous avons présenté au paragraphe III.2.3. la méthode générale proposée par Langford⁽¹⁾, Keisjer et al.⁽⁵⁾. Cette méthode est basée sur deux hypothèses :

- le profil cauchien décrit entièrement la distribution des tailles des domaines de diffraction cohérente,
- le profil gaussien décrit entièrement la distribution des micro-déformations.

La méthode des largeurs intégrales peut se révéler plus fine dans son utilisation. En effet, les parties gaussienne et cauchienne β_{G}^f et β_{C}^f de β^f peuvent être décomposée en deux parties chacune :

- β_{Ct}^f et β_{Gt}^f : composantes relatives à la taille des domaines de β_{C}^f et β_{G}^f
- β_{Cs}^f et β_{Gs}^f : composantes relatives aux distorsions de β_{C}^f et β_{G}^f .

Ainsi on montre que (6) :

$$\beta_{C}^f \cdot \cos \theta = \beta_{Ct}^f + \beta_{Cs}^f \cdot \sin \theta$$

$$(\beta_{C}^f)^2 \cdot \cos^2 \theta = (\beta_{Ct}^f)^2 + (\beta_{Cs}^f)^2 \cdot \sin^2 \theta$$

Si la mesure est effectuée pour divers plans (hkl), donc diverses valeurs de $\sin \theta$ et de $\sin^2 \theta$, on peut obtenir les composantes par régression linéaire :

- β_{Ct}^f et β_{Cs}^f : ordonnée à l'origine et pente de la droite $\beta_{C}^f \cos \theta = f(\sin \theta)$
- β_{Gt}^f et β_{Gs}^f : ordonnée à l'origine et pente de la droite $(\beta_{G}^f \cos \theta)^2 = f(\sin^2 \theta)$

Ces relations permettent en fait de vérifier la validité des hypothèses d'application de la méthode des largeurs intégrales de Voigt qui donne implicitement :

$$- \beta_{Gt}^f = 0$$

$$- \beta_{Cs}^f = 0.$$

Bibliographie Annexe 2 :

- (1) LANGFORD J.I., *J. Appl. Cryst.*, (1978), 11, 10-14
- (2) GRADSHTEYN I.S., RYZHIK I.M., Table of Integrals, Series and Products, Academic Press, New York (1965)
- (3) HALDER N.C., WAGNER C.N.J., *Acta Cryst.*, (1966), 20, 312-313
- (4) POSENER D.W., *Aust. J. Phys.*, (1959), 12, 184-196
- (5) KEISJER Th. H. De, LANGFORD J.I., MITTEMEIJER E.J., VOGEL A.B.P., *J. Appl. Cryst.* (1982), 15, 308-314
- (6) LANGFORD J.I., (1980) in : Block S., Hubbard CR. Eds., Accuracy in Powder Diffraction (NBS Special Publication 567) N.B.S. Washington, 255-269

ANNEXE 3 : METHODE DE WARREN-AVERBACH

Plan :

I. Théorie de Warren-Averbach

II. Méthode de Warren-Averbach

Bibliographie Annexe 3

THEORIE DE WARREN-AVERBACH

1. THEORIE DE WARREN-AVERBACH :

1.1. Généralités :

On considère que le traitement mécanique des matériaux provoque la subdivision des grains initiaux en domaines de diffraction cohérente.

Ces domaines se comportent comme des micro-cristaux comportant des distorsions, des fautes d'empilement ou de maillage.

Ces distorsions créent dans le matériau des déplacements moyens de plans.

Si la valeur de ce déplacement est constante dans tout le solide, seule la position du pic de diffraction sera affectée, et non sa forme. Si on suppose que ce déplacement varie de point en point dans le solide, le pic de diffraction sera alors élargi. La mesure de cet élargissement permettra l'analyse des micro-déformations induites par ces distorsions et la taille des domaines limités par les dislocations.

Remarque :

La présence de fautes d'empilement et/ou de maillage complique l'analyse, aussi, par souci de simplification, nous supposerons que le matériau analysé contient les seules déformations de tension ou de compression. La présence de fautes d'empilement et/ou de maillage ne sera pas traitée. Notons simplement que les méthodes permettant d'aboutir aux densités de fautes existent. Elles utilisent l'écart entre le maximum et le centroïde du pic de diffraction.

1.2. Théorie :

1.2.1. Principe :

Dans le cas d'un réseau non déformé, n'importe quelle maille du domaine cohérent de diffraction peut être repérée par le vecteur :

$$\mathbf{r}'_m = m_1 \mathbf{a}'_1 + m_2 \mathbf{a}'_2 + m_3 \mathbf{a}'_3$$

Après distorsion du réseau, la maille sera caractérisée par le vecteur

$$\mathbf{r}_m = \mathbf{r}'_m + \Delta \mathbf{r}_m$$

avec $\Delta \mathbf{r}$ vecteur d'orientation quelconque.

Ce vecteur $\Delta \mathbf{r}$ représente les distorsions dans le domaine, l'équivalent d'un déplace-

ment :

$$\Delta r_m = X_m \cdot a'_1 + Y_m \cdot a'_2 + Z_m \cdot a'_3$$

1.2.2. Expression de l'intensité :

L'intensité diffractée dans l'espace réciproque s'écrit, compte tenu des déplacements ou distorsions dans le réseau :

$$I_{eu}(s) = \sum_n \sum_m F^2 \cdot e^{\{ 2\pi i \cdot (s-s_0) \cdot (r_n - r_m) / \lambda \}}$$

$$I_{eu}(s) = \sum_{n_1} \sum_{n_2} \sum_{n_3} \sum_{m_1} \sum_{m_2} \sum_{m_3} F^2 \cdot e^{\{ 2\pi i \cdot (s-s_0) \cdot (r_n - r_m) / \lambda \}}$$

Soit en développant le produit scalaire :

$$I_{eu}(s) = \sum_n \sum_m F^2 \cdot e^{\{ 2\pi i [h_1(n_1 - m_1) + h_2(n_2 - m_2) + h_3(n_3 - m_3) + (s-s_0)(\Delta r_n - \Delta r_m) / \lambda] \}}$$

L'expression de l'intensité conduit à associer à la maille (m_1, m_2, m_3) une seconde maille (n_1, n_2, n_3) . On repère ces deux mailles par les indices (m) et (n) .

On suppose alors que toutes les mailles possèdent le même facteur de structure F , bien que Δr soit différent pour chaque maille. On suppose en effet que les déformations sont continues.

On passe alors à la puissance recueillie par unité de longueur du cône de diffraction, avec m multiplicité, n nombre de domaines de diffraction, le produit $M = mn$ représente le nombre total de domaines constituant l'échantillon.

La puissance s'écrit :

$$P'_{eu} = \frac{m \cdot n \cdot R^2 \cdot \lambda^3}{4 \cdot V_c \cdot 2\pi R \sin 2\theta} \iiint \frac{I_{eu}}{\sin \theta} dh_1 dh_2 dh_3$$

Afin de simplifier les calculs et les développements ultérieurs, on se place dans le cas de matériaux à réseau cubique. On montre qu'il est toujours possible de définir un système d'axes orthogonaux permettant de passer d'un plan (hkl) à un autre plan $(001')$. Les nouvelles variables de l'espace réciproque sont donc h'_1 , h'_2 , et h'_3 .

On a donc pour un réseau cubique :

$$\left(\frac{l'}{a'_3}\right) = \frac{(h'^2 + k'^2 + l'^2)^{1/2}}{a_0} = \frac{h_0}{a_0}$$

Pour une réflexion du type (001'), l'intensité n'est pas nulle seulement pour de petites valeurs de h'_1 et h'_2 (voisinage du noeud (001')), d'où :

$$\left| \frac{\mathbf{s} - \mathbf{s}_0}{\lambda} \right| = \frac{2 \sin \theta}{\lambda} = h'_3 \cdot |\mathbf{b}'_3|$$

et en différenciant :

$$dh'_3 = \frac{\cos \theta \cdot d2\theta}{|\mathbf{b}'_3| \cdot \lambda}$$

En intégrant sur (28), l'expression devient :

$$P'_{eu} = \frac{M \cdot R^2 \cdot \lambda^2 \cdot F^2}{16 \cdot \pi \cdot V_c \cdot |\mathbf{b}'_3| \cdot \sin^2 \theta} \iint I_{eu} \cdot dh'_1 \cdot dh'_2$$

soit :

$$P'_{eu}(2\theta) = K(\theta) \cdot \iint \sum_n \sum_m e^{\{ 2\pi i [h'_1(n_1 - m_1) + h'_2(n_2 - m_2) + h'_3(n_3 - m_3)] \}} \cdot e^{\{ (\mathbf{s} - \mathbf{s}_0) \cdot (\Delta \mathbf{r}_n - \Delta \mathbf{r}_m) / \lambda \}} \cdot dh'_1 \cdot dh'_2$$

Calculons le terme :

$$\{ (\mathbf{s} - \mathbf{s}_0) \cdot (\Delta \mathbf{r}_n - \Delta \mathbf{r}_m) / \lambda \}$$

Dans l'espace réciproque on a :

$$\left\{ \frac{\mathbf{s} - \mathbf{s}_0}{\lambda} \right\} = h'_1 \cdot \mathbf{b}'_1 + h'_2 \cdot \mathbf{b}'_2 + h'_3 \cdot \mathbf{b}'_3$$

et dans l'espace direct :

$$\Delta r_m = X_m \cdot a'_1 + Y_m \cdot a'_2 + Z_m \cdot a'_3$$

Dans le cas d'une réflexion (001') on montre que :

$$\left\{ \frac{s - s_0}{\lambda} \right\} = l' \cdot b'_3$$

d'où :

$$\left(\frac{s - s_0}{\lambda} \right) (\Delta r_n - \Delta r_m) = l' \cdot (Z_n - Z_m)$$

Seuls les termes correspondant au déplacement selon une direction perpendiculaire aux plans diffractants interviendront dans la fonction de la puissance recueillie.

On intègre l'expression de la puissance :

$$P'_{eu}(2\theta) = K(\theta) \sum_n \sum_m \frac{\sin \pi(n_1 - m_1)}{\pi(n_1 - m_1)} \frac{\sin \pi(n_2 - m_2)}{\pi(n_2 - m_2)} \cdot e^{\{2\pi i l'(Z_n - Z_m)\}} e^{\{2\pi i h'_3(n_3 - m_3)\}}$$

avec :

$$\frac{\sin \pi(n_i - m_i)}{\pi(n_i - m_i)} = \begin{cases} 0 & \text{si } n_i \neq m_i \\ 1 & \text{si } n_i = m_i \end{cases}$$

1.2.3. Relation entre la puissance et la microstructure :

L'expression de la puissance $P'(2\theta)$ a été obtenue en considérant les paires de maille (m) et (n). Cela impose que les mailles (m) et (n) appartiennent à une même colonne parallèle à l'axe a'_3 et donc perpendiculaire au plan (001').

On suppose donc que les domaines de diffraction cohérente sont constitués de colonnes comportant des mailles empilées.

Les sommes sur n et m dans l'expression de la puissance représentent en fait :

$$\sum_n = \sum_{n_1} \sum_{n_2} \sum_{n_3} \quad \text{et} \quad \sum_m = \sum_{m_1} \sum_{m_2} \sum_{m_3}$$

Dans cette même expression, les sommes :

$$\sum_{n_1} \sum_{n_2} \quad \text{et} \quad \sum_{m_1} \sum_{m_2}$$

représentent des moyennes notées :

$$\bar{N}_{h_1} \quad \text{et} \quad \bar{N}_{h_2}$$

Elles sont représentatives des dimensions moyennes des domaines le long des axes a_1 et a_2 .

On obtient donc :

$$P'_{eu}(2\theta) = K(\theta) \cdot \sum_{n_3} \sum_{m_3} \bar{N}_{h_1} \cdot \bar{N}_{h_2} \cdot e^{\{2\pi i l' (Z_n - Z_m)\}} \cdot e^{\{2\pi i h'_3 (n_3 - m_3)\}}$$

Les sommes :

$$\sum_{n_3} \sum_{m_3}$$

représentent les contributions de toutes les colonnes constituant l'échantillon.

Posons $n = n_3 - m_3$, n représente alors le nombre de mailles séparant une paire de mailles dans une même colonne.

Soit N_n le nombre moyen de paire de mailles séparées de n mailles par colonne, la moyenne étant réalisée sur tout l'échantillon analysé.

Soit Z_n le déplacement correspondant à une paire de mailles séparées de n mailles dans une colonne et prenant la moyenne sur l'ensemble de telles paires de mailles dans tout l'échantillon, on obtient alors l'expression suivante pour $P'(2\theta)$:

$$P'_{eu}(2\theta) = K(\theta) \cdot \bar{N}_{h_1} \cdot \bar{N}_{h_2} \cdot \sum_n N_n \cdot e^{\{2\pi i n h'_3\}} \cdot \langle e^{2\pi i l' Z_n} \rangle$$

$$P'_{eu}(2\theta) = K(\theta) \cdot \bar{N}_{h_1} \cdot \bar{N}_{h_2} \cdot \bar{N}_{h_3} \cdot \left\{ \sum_n \frac{N_n}{\bar{N}_{h_3}} \langle \cos(2\pi l' Z_n) \rangle \cos(2\pi n h'_3) - \frac{N_n}{\bar{N}_{h_3}} \langle \sin(2\pi l' Z_n) \rangle \sin(2\pi n h'_3) \right\}$$

Le développement des deux termes exponentiels se simplifie si on remarque que chaque paire de mailles entre deux fois dans la sommation : une fois par n et une fois

par $-n$ ($-n = m_3 - n_3$); il s'ensuit que :

$$Z_{-n} = -Z_n$$

Posons alors :

$$A(n, l') = \frac{N_n}{\bar{N}_{h'_3}} \cdot \langle \cos(2\pi l' Z_n) \rangle$$

$$B(n, l') = \frac{N_n}{\bar{N}_{h'_3}} \cdot \langle \sin(2\pi l' Z_n) \rangle$$

La puissance $P'(2\theta)$ s'écrit :

$$P'_{eu}(2\theta) = K(\theta) \cdot \bar{N}_{h'_1} \cdot \bar{N}_{h'_2} \cdot \sum_n A(n, l') \cdot \cos(2\pi n h'_3) + B(n, l') \cdot \sin(2\pi n h'_3)$$

Elle apparait sous la forme d'un développement en série de Fourier en fonction de la variable h'_3 :

$$h'_3 = \frac{2 \sin \theta}{|b'_3| \cdot \lambda} = \frac{2 |a'_3| \cdot \sin \theta}{\lambda}$$

Le nombre harmonique n est lié à la longueur séparant une paire de mailles dans une colonne perpendiculaire au plan (001').

1.2.4. Signification des $A(n, l')$ et des $B(n, l')$:

Le produit $A(n, l')$ apparait constitué de deux termes :

$$\frac{N_n}{\bar{N}_{h'_3}} \quad \text{et} \quad \langle \cos(2\pi l' Z_n) \rangle$$

Le premier est indépendant de l'ordre de la réflexion et dépend des seules longueurs de colonne. Le second est dépendant de l'ordre et des déplacements Z_n .

Ces deux termes correspondent à :

$$A^D(n) = \frac{N_n}{N_{h_3}} \quad \Rightarrow \text{coefficient de taille}$$

$$A^S(n,l') = \langle \cos(2\pi l' Z_n) \rangle \quad \Rightarrow \text{coefficient de distorsion}$$

On a donc pour les coefficients $A(n,l')$:

$$A(n,l') = A^D(n) \cdot A^S(n,l')$$

Si pour une valeur donnée de n , c'est à dire pour une longueur de colonne donnée, il existe une probabilité de trouver autant de déplacement (formule), alors le terme $B(n,l')$ est nul. Si ce n'est pas le cas (existence de fautes d'empilement et/ou de maclage), il y a asymétrie du pic de diffraction.

Remarque :

La théorie vient d'être développée pour un matériau à réseau cubique. Cependant ces résultats restent tout à fait généraux et sont applicables à n'importe quelle raie de diffraction moyennant le respect des critères de définitions imposés par la méthode.

1.2.5. Commentaires sur le coefficient de taille:

On a montré que ce coefficient s'écrit :

$$A^D(n) = \frac{N_n}{N_{h_3}}$$

où :

- N_n représente le nombre moyen de mailles ayant un n -ième voisin dans une même colonne, ou le nombre moyen de couple de mailles distantes de n mailles,

- N_{h_3} représente le nombre moyen de mailles par colonne.

Illustrons ces calculs par un exemple simple.

Soit un cristallite plan d'épaisseur une maille (cf. figure 1). Ses dimensions repérées dans la direction perpendiculaire aux plans d'espacement $d(hkl) = a_3$ font apparaître

40 mailles réparties en 8 colonnes. Les coefficient $A^D(n)$ et les divers calculs sont présentés dans le Tableau 1.

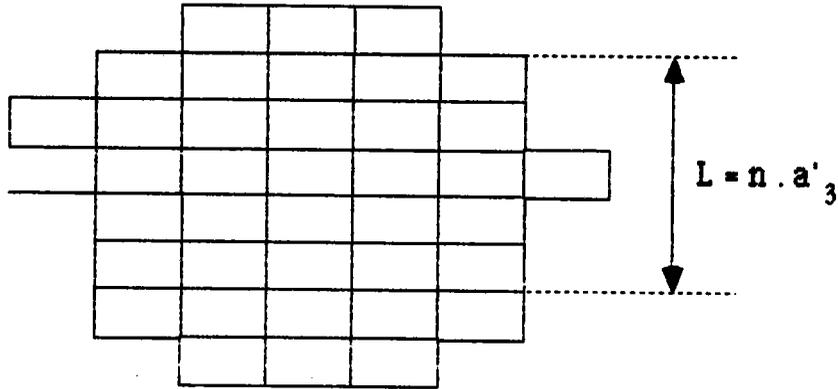


Figure 1 : Cristallite d'étude.

En portant les valeurs de $A^D(n)$ en fonction de n et en traçant la tangente à l'origine, on constate que cette tangente coupe l'axe des abscisses à la valeur $n=5$ qui est précisément la valeur de $N_{h'_3}$ dimension moyenne du cristallite dans la direction considérée (cf. figure 2).

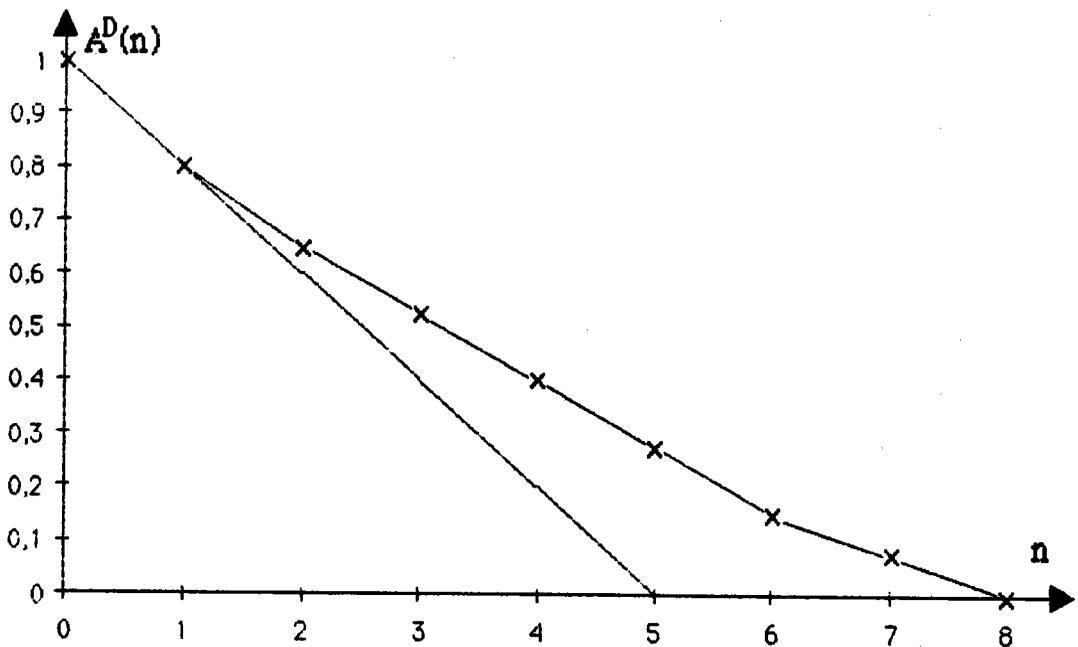


Figure 2 : Coefficient de taille

Nous pouvons généraliser les calculs simples effectués pour le cristallite considéré figure 1.

Comme l'indique le Tableau 1, le nombre de mailles ayant un n-ième voisin est (j-n).

Colonne	1	2	3	4	5	6	7	8	N	N(n)	A(n)
Nombre de maille/colonne	1	2	6	8	8	8	6	1			
Nombre de maille ayant un											
0-ième voisin	1	2	6	8	8	8	6	1	40	5	1
1-er voisin	0	1	5	7	7	7	5	0	32	4	0.8
2-ème voisin	0	0	4	6	6	6	4	0	26	3.25	0.65
3-ème voisin	0	0	3	5	5	5	3	0	21	2.63	0.525
4-ème voisin	0	0	2	4	4	4	2	0	16	2	0.4
5-ème voisin	0	0	1	3	3	3	1	0	11	1.38	0.275
6-ème voisin	0	0	0	2	2	2	0	0	6	0.75	0.15
7-ème voisin	0	0	0	1	1	1	0	0	3	0.38	0.075

Tableau 1 : Valeurs des coefficients de taille et calculs intermédiaires..

Définissons P(j), le pourcentage de colonnes constituées de j mailles :

$$\sum_j P(j) = 1$$

$$\sum_j j \cdot P(j) = \bar{N}_{h_3}$$

On peut remarquer que :

$$N_n = \sum_{j=n}^{\infty} (j - |n|) \cdot P(j)$$

Le coefficient de taille $A^D(n)$ devient alors :

$$A^D(n) = \frac{\sum_{j=-n}^{\infty} (j - |n|) \cdot P(j)}{\bar{N}_{h_3}}$$

Multiplions haut et bas par a'_3 espacement entre les plans de diffraction. On obtient les termes suivants :

- $j \cdot a'_3$: hauteur de la colonne de j mailles,
- $n \cdot a'_3$: hauteur de la partie de n mailles dans la colonne de j mailles,
- $\bar{N}_{h_3} \cdot a'_3$: dimension moyenne du domaine dans la direction perpendiculaire aux plans de diffraction.

Notons ces termes successivement par J , L et D_{eff} .

Substituons $P(j)$ par $P(J)$, pourcentage de cristallites de colonnes de hauteur J .

Le coefficient de taille $A^D(n)$ devient :

$$A^D(L) = \frac{\sum_J (J - |L|) \cdot P(J)}{D_{\text{eff}}}$$

Les propriétés de cette fonction sont :

$$- A^D(0) = 1$$

$$- \left\{ \frac{dA^D(L)}{dL} \right\}_{L=0} = - \frac{1}{D_{\text{eff}}}$$

C'est-à-dire que la pente de la tangente à l'origine donne la dimension moyenne des cristallites dans la direction considérée.

1.2.6. Commentaire sur le coefficient de distorsion:

Le coefficient de distorsion $A^S(n,l')$ est égal à :

$$A^S(n,l') = \langle \cos(2 \pi l' Z_n) \rangle$$

Dans cette expression $Z_n (= Z(n))$ représente la composante, suivant la direction perpendiculaire aux plans de réflexion, du déplacement correspondant à la déformation que subit une paire de mailles séparées de n mailles dans une même colonne. La valeur $\langle Z_n^2 \rangle$ que nous rencontrerons par la suite représente le carré de la composante normale aux plans diffractants de la déformation subie par une paires de mailles de ce type constituant l'échantillon.

La micro-déformation associée à cette colonne s'exprime alors par le rapport :

$$e(n) = \frac{Z(n)}{n}$$

On définira de la même façon $\langle e_n^2 \rangle$, comme étant la moyenne quadratique des micro-déformations.

II. METHODE DE WARREN-AVERBACH :

La théorie de Warren-Averbach a permis de montrer que les coefficients de Fourier d'un profil de raie de diffraction X permettent d'avoir des informations concernant la micro-structure de l'échantillon à analyser.

Ces coefficients de Fourier doivent être obtenus pour le seul profil élargi par les imperfections cristallines. Ce sont donc les coefficients de Fourier du profil net f obtenu après déconvolution (méthode de Stokes cf. III.2.4.) que nous utiliserons dans la méthode de Warren-Averbach.

Nous avons montré que les coefficients $A(n,l')$, en l'absence de fautes d'empilement et/ou de maillage, se décomposaient en deux parties :

- $A^D(n)$: indépendant de l'ordre l' ,
- $A^S(n,l') = \cos(2 \pi l' n^2 \langle e^2(n) \rangle)$: dépendant de l'ordre l' .

C'est cette dépendance par rapport à l'ordre l' de la réflexion qui permet de séparer les effets de taille et de distorsion.

2.1. Méthode de séparation :

On suppose que les coefficients $B(n,l')$ sont petits ou proches de zéro.

On a :

$$A(n,l') = \left\{ \frac{N}{N_{h'}} \right\} \cdot \langle \cos(2 \pi l' Z(n)) \rangle$$

Prenons le logarithme de cette expression :

$$\log\{A(n,l')\} = \log\left\{\frac{N}{N_{h'_3}}\right\} + \log\langle \cos(2\pi l' n \cdot e(n)) \rangle$$

Développons en série le terme en cosinus :

$$\begin{aligned}\langle \cos(2\pi l' n \cdot e(n)) \rangle &= 1 - \frac{\langle (2\pi l' n \cdot e(n))^2 \rangle}{2} \\ &\approx 1 - 2\pi^2 l'^2 n^2 \langle e^2(n) \rangle\end{aligned}$$

Dans cette expression on a supposé que :

$$\langle e(n) \rangle^2 = \langle e^2(n) \rangle$$

Le logarithme de l'expression en cosinus devient donc :

$$\log\langle \cos(2\pi l' n \cdot e(n)) \rangle \approx -2\pi^2 l'^2 n^2 \langle e^2(n) \rangle$$

Les termes d'ordre supérieur en l' sont négligés. On a donc :

$$\log A(n,l') = \log\left\{\frac{N}{N_{h'_3}}\right\} - 2\pi^2 l'^2 n^2 \langle e^2(n) \rangle$$

En utilisant deux ordres de réflexion, on peut tracer le réseau de courbes :

$$\log A(n,l') = f(l')$$

A partir de ce réseau, on calcule : $A^D(n)$ et $A^S(n,l')$.

Les valeurs de $A^D(n)$ sont obtenues à partir des ordonnées des droites du réseau pour différentes valeurs de n . On pourra donc tracer la courbe $A^D(n) = f(n)$ et en déduire, en traçant la tangente à l'origine, la valeur de D_{eff} .

Les valeurs de la micro-déformation sont déduites en calculant les pentes des droites du réseau à $n = \text{const}$.

La figure 3 représente un réseau de ce type (d'après J.B. COHEN).

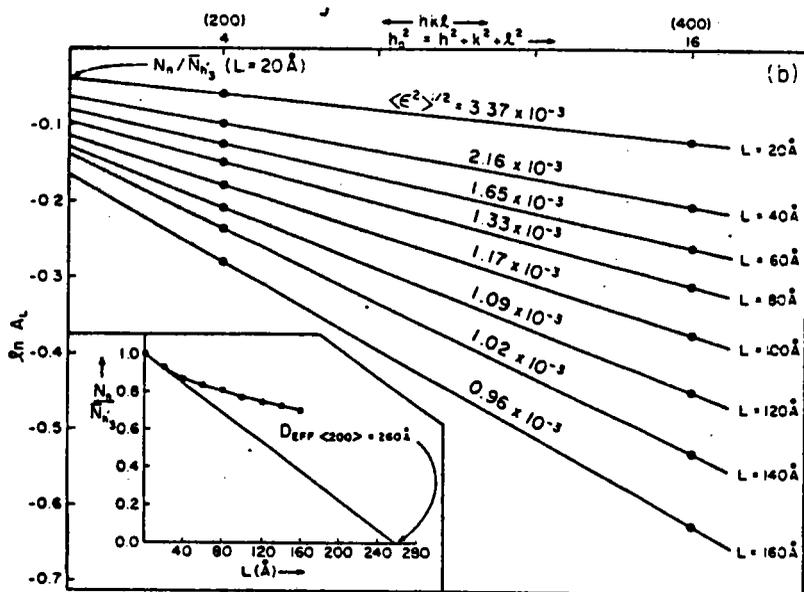


Figure 3 : Réseau à L constant.

2.2. Expression en fonction de la variable $L = n \cdot a'_3$:

Comme le montre la figure précédente, les abscisses sont données en L , et non en coefficient harmonique n .

La variable L est plus "parlante" que n . En effet, elle est reliée à n par la relation :

$$L = n \cdot a'_3$$

Elle représente la distance non déformée séparant les n mailles. Elle se mesure en angstroms.

2.2.1. Séparation des effets de taille et de distorsion:

La distance réticulaire d_{hkl} est liée aux termes a'_3 et l' par la relation :

$$d_{hkl} = \frac{a'_3}{l'}$$

En reportant dans l'équation initiale, on obtient :

$$\log A(L) = \log\left\{\frac{N_n}{N_{h'_3}}\right\} - 2\pi^2 \frac{\langle e^2(L) \rangle \cdot L^2}{d_{hkl}^2}$$

On peut ainsi tracer un réseau non plus à $n = \text{cste}$, mais à $L = \text{cste}$. On obtient ainsi les courbes :

$$A^D(L) = f(L) \quad \text{et} \quad \langle e^2(L) \rangle = f(L)$$

2.2.2. Cas des matériaux cubiques:

On a :

$$h_0^2 = h^2 + k^2 + l^2 \quad \text{et} \quad d_{hkl} = \frac{a_0}{h_0} \quad \text{d'où :}$$

$$\log A(L) = \log\left\{\frac{N_n}{N_{h'_3}}\right\} - 2\pi^2 \frac{L^2 h_0^2 \langle e^2(L) \rangle}{a_0^2}$$

2.2.3. Détermination de a'_3 :

La variable a'_3 est définie par la suite des opérations suivantes (cf. figure 4) :

$$l' + \frac{1}{2} = 2 a'_3 \cdot \frac{\sin\theta_1}{\lambda}$$

$$l' = 2 a'_3 \cdot \frac{\sin\theta}{\lambda}$$

$$l' - \frac{1}{2} = 2 a'_3 \cdot \frac{\sin\theta_2}{\lambda}$$

On en déduit que :

$$a'_3 = \frac{\lambda}{4 \cdot (\sin\theta_2 - \sin\theta_1)}$$

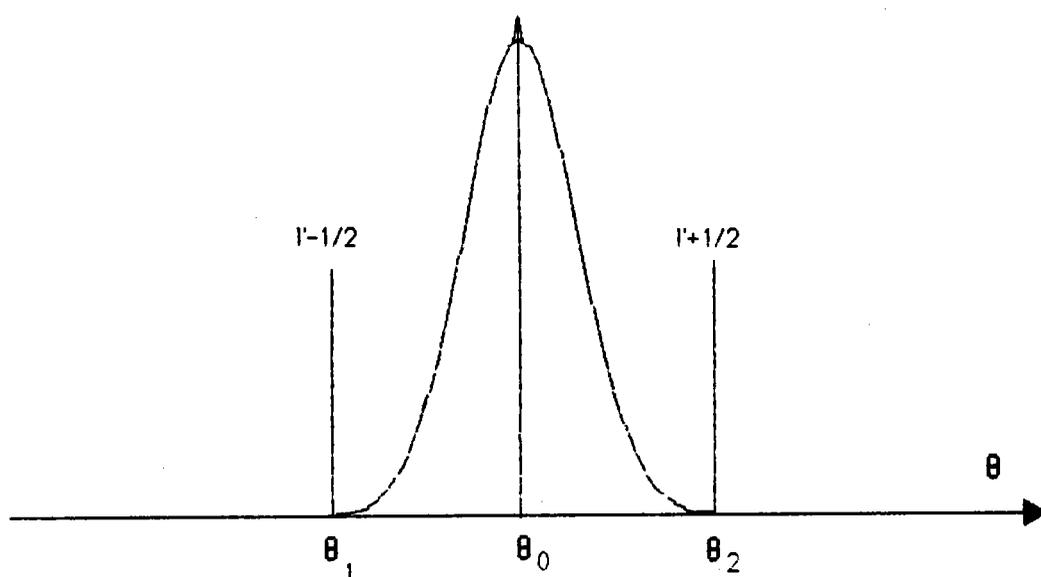


Figure 4 : Détermination de a'_3 .

Bibliographie :

Cette annexe a été construite à partir des documents et ouvrages suivants :

- SCHWARTZ J.H., COHEN J.B.: Diffraction in materials, Academic Press, New-York (1977)
 NONAT A., Annexe Mémoire de Thèse, Université de Dijon (1981),
 DELHEZ R., KEIJSER Th. H. de, MITTEMEIJER E.J., Determination of crystallite Size and Lattice Distorsions through X-Ray Diffraction Line Profile Analysis, *Fresenius Z. Anal. Chem.* (1982), 312:1-16
 MITTEMEIJER E.J., DELHEZ R., in: Accuracy in Powder Diffraction, Block S. and Hubbard C.R. (Eds.), NBS Special Publication 567, National Bureau of Standarts, Washington, (1980) 271-314
 WAGNER C.N.J., in Local Atomic Arrangements Studied by X-Ray Diffraction, Ed. COHEN J.B., J.E. HILLIARD, Gordon & Breach, (1965)
 TIDU A., Rapport Interne, L.M.P.C. Metz.

ANNEXE 4 : PRINCIPE DU FILTRAGE PAR

FILTRE DE FOURIER

Plan :

I. Filtre de lissage idéal

II. Filtre de Fourier

III. Optimisation du filtre réel

IV. Filtrage de diffractogramme : lissage

Bibliographie Annexe 4

I. FILTRE DE LISSAGE IDEAL :

Le filtre choisi étant de type passe-bas, sa caractéristique essentielle est sa bande passante notée β .

Ce filtre est défini par :

$$H(\nu) = 1 \quad \text{pour} \quad 0 < \nu < \beta$$

$$H(\nu) = 0 \quad \text{pour} \quad \nu > \beta$$

Les coefficients b_k de ce filtre sont donc déduits du développement en série de Fourier de la fonction $H(\nu)$. Ce développement s'écrit :

$$H(\nu) = \beta + \sum_{k=1}^{\infty} 2.b_k . \cos(\pi k \nu)$$

$$\text{avec} \quad b_k = \int_{-\frac{\beta}{2}}^{+\frac{\beta}{2}} H(\nu) . e^{2\pi i k \nu} . d\nu \quad (2)$$

On peut noter que :

$$b_0 = -\beta$$

$$b_k = b_{-k}$$

II. FILTRE DE LISSAGE REEL :

Le développement en série de Fourier suppose un nombre infini de termes. Du fait de la troncature de cette série, on définit une autre séquence notée $\{b'_k\}$ finie, contenant un nombre $(2N_p + 1)$ termes.

Cette séquence $\{b'_k\}$ est telle que :

$$\{b'_k\} = \{b_k * \omega_k\}$$

où que ω_k est une fonction fenêtre.

PRINCIPE DU LISSAGE PAR FILTRE PASSE-BAS

Avertissement :

Cette annexe a été préparée à partir de documents aimablement fournis par le laboratoire de Recherche sur la Réactivité des Solides de Dijon. Aussi trouverons nous les calculs et précisions supplémentaires dans la thèse de O.Olivo⁽¹⁾.

Kaiser et Read⁽²⁾ ont proposé ce type de lissage dans le domaine de la spectroscopie. Ce type de lissage a ensuite été appliqué avec succès en diffraction X.

Nous nous proposons de décrire succinctement le principe de lissage par filtre passe-bas ou filtre de Fourier, appelé ainsi du fait de l'utilisation des transformées de Fourier.

L'algorithme de calcul consiste à trouver la valeur de sortie notée $z(n)$ résultant de la convolution entre le signal d'entrée noté $x(n)$ et la séquence des coefficients $\{b_k\}$ du filtre. Cette relation s'écrit sous la forme suivante :

$$z(n) = \sum_{-N_p}^{+N_p} b_k \cdot x(n-k) \quad (1)$$

Cette séquence $\{b_k\}$, appelée suite des facteurs de pondération, est constituée des coefficients de la transformée de Fourier de la réponse impulsionnelle (ou fréquentielle) du filtre.

Il nous faut donc déterminer la séquence des coefficients de pondération pour pouvoir effectuer le lissage souhaité.

Cette condition impose la connaissance *a priori* de la fonction réponse fréquentielle du filtre, c'est-à-dire $H(\nu)$.

I. FILTRE DE LISSAGE IDEAL :

Le filtre choisi étant de type passe-bas, sa caractéristique essentielle est sa bande passante notée β .

Ce filtre est défini par :

$$\begin{aligned} H(\nu) &= 1 && \text{pour } 0 < \nu < \beta \\ H(\nu) &= 0 && \text{pour } \nu > \beta \end{aligned}$$

Les coefficients b_k de ce filtre sont donc déduits du développement en série de Fourier de la fonction $H(\nu)$. Ce développement s'écrit :

$$H(\nu) = \beta + \sum_{k=1}^{\infty} 2.b_k . \cos(\pi k \nu)$$

avec

$$b_k = \int_{-\frac{\beta}{2}}^{+\frac{\beta}{2}} H(\nu) . e^{2\pi i k \nu} . d\nu \quad (2)$$

On peut noter que :

$$b_0 = -\beta$$

$$b_k = b_{-k}$$

II. FILTRE DE LISSAGE REEL :

Le développement en série de Fourier suppose un nombre infini de termes. Du fait de la troncature de cette série, on définit une autre séquence notée $\{b'_k\}$ finie, contenant un nombre $(2N_p + 1)$ termes.

Cette séquence $\{b'_k\}$ est telle que :

$$\{b'_k\} = \{b_k * \omega_k\}$$

où que ω_k est une fonction fenêtre.

La troncature a pour effet de modifier $H(\nu)$, la réponse fréquentielle du filtre. Cette modification se manifeste par l'apparition d'oscillations dans la bande passante. La coupure du filtre n'est plus brutale, on observe une zone de transition. On notera :

- ϵ : l'amplitude maximale des oscillations,
- δ : la largeur de la zone de transition.

L'expérience montre que :

- l'amplitude maximale des oscillations est indépendante du nombre de points $(2N_p + 1)$ définissant la fenêtre,
- la largeur de la zone de transition diminue quand $(2N_p + 1)$ croît.

Ce filtre réel est donc déterminé par trois paramètres :

- largeur de la bande passante théorique (indépendante du nombre de points définissant la fenêtre),
- largeur de la zone de transition,
- amplitude maximale des oscillations.

Il nous faut alors optimiser ce filtre.

III. OPTIMISATION DU FILTRE REEL :

Kaiser et Read proposent différentes méthodes d'optimisation du filtre. Ces méthodes utilisent des fonctions qui modifient la forme de la fenêtre. Pour les diffractogrammes, ils proposent une formule empirique, fonction des paramètres δ et ϵ , permettant de déterminer le nombre N_p de points de la fenêtre :

$$N_p \approx \frac{-20 \cdot \log_{10} \epsilon - 7,95}{28,725} \quad (3)$$

Partant de cette formule, ils proposent la procédure de calcul suivante :

- i. soient les valeurs de β et de δ données, et la relation :

$$\lambda = -20 \cdot \log_{10} \epsilon$$

on modifie la relation (3), selon la valeur de λ , en posant :

$$\begin{aligned} K_f &= 0,13927 \cdot (\lambda - 7,95) & \text{si } \lambda > 21 \\ K_f &= 1,8445 & \text{si } \lambda < 21 \end{aligned}$$

Le nombre N_p de termes est donné par la relation :

$$N_p = E \left(\frac{K_f}{2,6} + 0,75 \right) \quad \text{où } E \text{ désigne la partie entière.}$$

ii. on définit un paramètre de fenêtre noté η dont la valeur dépend de λ :

$$\begin{aligned} \text{si } \lambda > 50 & \quad \eta = 0,1102 \cdot (\lambda - 8,7) \\ \text{si } 21 < \lambda < 50 & \quad \eta = 0,5842 \cdot (\lambda - 21)^{0,4} + 0,07816 \cdot (\lambda - 21) \\ \text{si } \lambda < 21 & \quad \eta = 0 \end{aligned}$$

iii. les coefficients b_k sont alors calculés par la relation :

$$b_k = b_{-k} = \frac{\sin(\beta k \pi)}{k \pi} \cdot \frac{B_0 \left(\pi \cdot \sqrt{1 - \left[\frac{k}{N_p} \right]^2} \right)}{B_0(\pi)} \quad k = 1 \dots N_p \quad (4)$$

où $B_0(x)$ est la fonction de Bessel modifiée dont la valeur est calculée par le développement en série suivant :

$$B_0(x) = 1 + \sum_{k=1}^{\infty} \left[\frac{\left(\frac{x}{2} \right)^k}{k!} \right]^2$$

iv. pour $\eta = 0$, $H(v)$ diffère de l'unité de $\pm \epsilon$. On normalise les coefficients b_k en divisant chacun d'eux par le coefficient :

$$\zeta = b_0 + 2 \sum_{k=1}^{N_p} b_k$$

IV. FILTRAGE DE DIFFRACTOGRAMME : LISSAGE

L'algorithme de calcul des valeurs lissées (cf. relation (1)), peut être utilisé, et sous sa forme développée donne :

$$z(n) = z_n = \beta x_n + b_1(x_{n+1} + x_{n-1}) + \dots + b_{N_p}(x_{n+N_p} + x_{n-N_p})$$

En général le lissage de tout le diffractogramme n'est pas effectué avec la même précision. Aussi, les coefficients β , δ et ϵ seront choisis suivant la zone du diffractogramme à lisser.

On retiendra que :

- si le bruit de fond doit être lissé, on choisira les valeurs :

$$\beta = 0,2 \quad \epsilon = 0,01 \quad \delta = 0,3 \quad \text{pour } N_p = \delta$$

- si le pic de diffraction doit être lissé, on choisira :

$$\beta = 0,4 \quad \epsilon < 0,02 \quad \delta < 2\beta$$

- si l'ensemble du diffractogramme doit être lissé, on choisira :

$$\beta = 0,3 \quad \epsilon = 0,01 \quad \delta = 0,3$$

Exemple de calcul grâce à l'algorithme :

Posons $N_p=4$, on obtient alors :

$$y_5 = \beta x_5 + b_1(x_6 + x_4) + b_2(x_7 + x_3) + b_3(x_8 + x_2) + b_4(x_9 + x_1)$$

La fenêtre est ensuite déplacée d'un canal, et on lisse la seconde valeur :

$$y_6 = \beta x_6 + b_1(x_7 + x_5) + b_2(x_8 + x_4) + b_3(x_9 + x_3) + b_4(x_{10} + x_2)$$

et ainsi de suite. Un simple examen de l'algorithme montre que les N_p premières et dernières valeurs ne sont pas lissées.

La figure 1 présente les spectres de diffraction filtré et réel de la poudre ZnO-ex Zn(OH)₂ utilisée pour la calibration (cf. chapitre I).

ECHANTILLON : ZNO

MANIP : 1

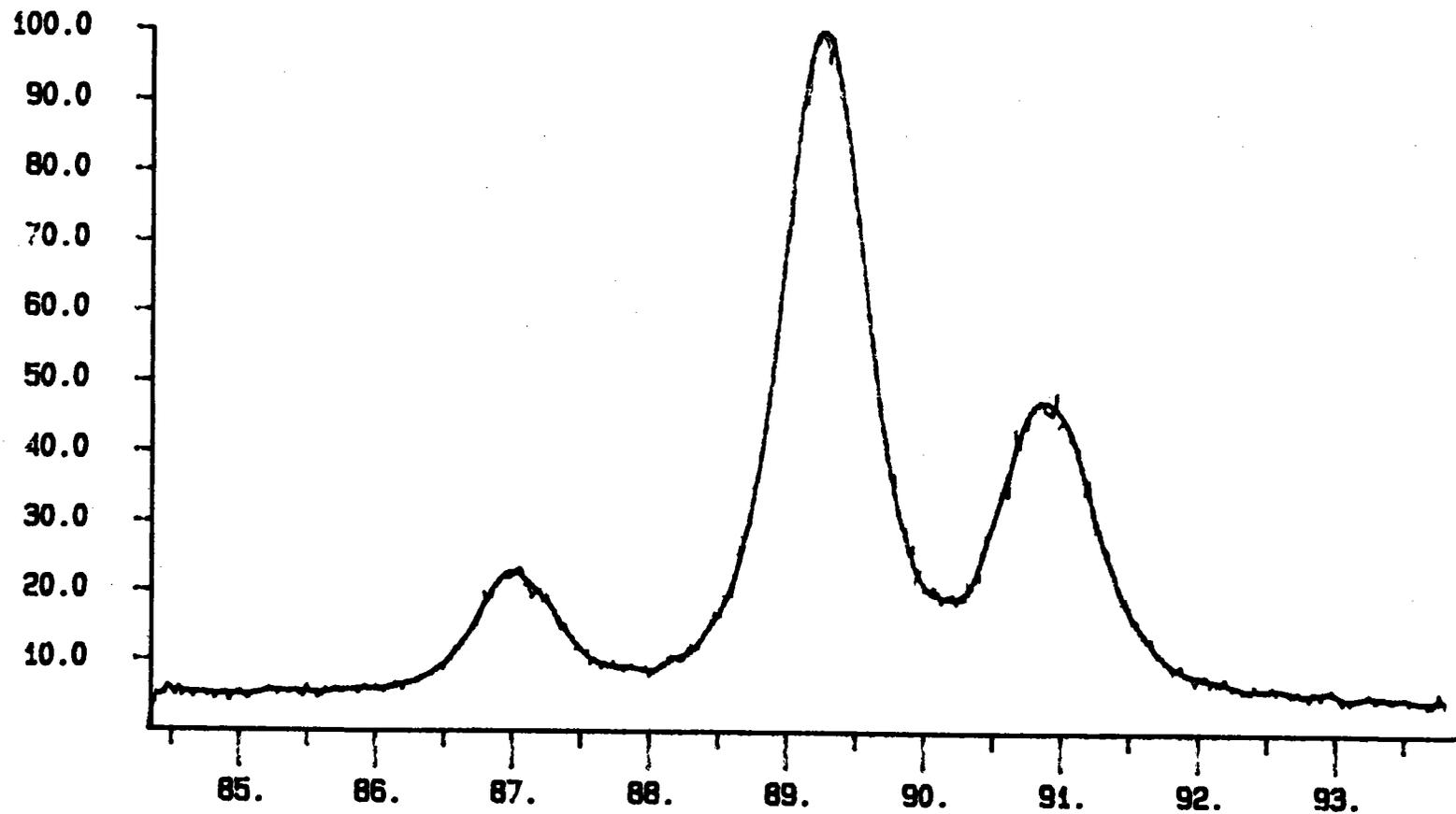
Intensite %

PHI = 0.00

PSI = 0.00

PLAN: 112

TUBE : FE



..... spectre mesure

Figure 1 : Diffractogramme filtré et réel de ZnO en poudre

Remarques :

D'autres auteurs proposent d'utiliser des filtres numériques. Leur emploi a été surtout appliqué dans le domaine de la déconvolution des spectres de diffraction⁽³⁾. Olivo O.⁽¹⁾ propose des méthodes permettant de lisser indépendamment chaque partie d'un spectre de diffraction. Les parties filtrées sont ensuite raccordées.

Bibliographie Annexe 4 :

- (1) OLIVO O., Thèse Université de Dijon (1986)
- (2) KAISER J.F., REED W.A., *Rev. Sc. Instrum.*, (1977), **48**(11), 1447
- (3) CERNANSKY, *J. Appl. Cryst.*, (1983), **16**, 103-112

ANNEXE 5 :

ANALYSE DE LA NON-LINEARITE DES DISTRIBUTIONS DES DEFORMATIONS EN FONCTION DE $\sin^2\psi$

Plan :

1. Comportement mécanique

- 1.1. Conditions d'équilibre mécanique
- 1.2. Comportement mécanique à l'échelle des cristallites
- 1.3. Comportement mécanique à l'échelle macroscopique du polycristal
- 1.4. Influence de la sélectivité des rayons X
- 1.5. Modèle de Reuss

2. Analyse de la non-linéarité

- 2.1. Généralités
- 2.2. Analyse élastique de la non-linéarité
 - 2.2.1. Méthode de Barral et all.
 - 2.2.1.1. Théorie
 - 2.2.1.2. Résultats expérimentaux
 - 2.2.1.3. Conclusions
 - 2.2.2. Méthode de Brackman
 - 2.2.2.1. Théorie
 - 2.2.2.2. Résultats
 - 2.2.2.3. Conclusions
- 2.3. Analyse plastique de la non-linéarité
 - 2.3.1. Analyse de Marion-Cohen
 - 2.3.1.1. Théorie
 - 2.3.1.2. Résultats expérimentaux
 - 2.3.1.3. Conclusions
- 2.4. Analyse de Noyan

Introduction

Dans le cas de matériaux de type cubiques isotropes, l'équation généralement utilisée pour la détermination des contraintes résiduelles est donnée par la relation suivante :

$$\langle \varepsilon_{zz}^L \rangle = \frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0} = \frac{1}{2} S_2(hkl) \cdot \sigma_{\phi} \sin^2 \psi + S_1(hkl) \cdot (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (1)$$

Généralement, on suppose que l'état de contrainte est biaxial. Les constantes $S_i(hkl)$ s'obtiennent à partir des éléments S_{mnop} du tenseur de compliance du monocristal :

$$S_1(hkl) = S_{1122} + S_0 \cdot \Gamma(hkl)$$

$$\frac{1}{2} S_2(hkl) = S_{1111} - S_{1122} - 3 S_0 \cdot \Gamma(hkl) \quad \text{avec} \quad \Gamma(hkl) = \frac{h^2 k^2 + k^2 l^2 + h^2 l^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2}$$

$$S_0 = S_{1111} - S_{1122} - 2 S_{1212}$$

La déformation $\langle \varepsilon_{zz}^L \rangle$ est une déformation moyenne mesurée, dans le volume touché par les rayons X (volume diffractant), et exprimée dans le repère de laboratoire ou de mesure. Dans ce repère, la direction de l'axe L_3 est déterminée par les angles de positionnement de l'échantillon ψ et ϕ .

L'équation (1) nous indique que le graphe :

$$\langle \varepsilon_{zz}^L \rangle = \frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0} = f(\sin^2 \psi) \quad \text{doit être linéaire.}$$

Expérimentalement, cette situation n'est pas toujours vérifiée. On observe généralement trois type de comportement bien distincts de ces graphes (cf. figure 1) :

- graphes linéaires ou incurvés,
- graphes dédoublés (cf. III.1.3.),
- graphes non-linéaires (oscillation de la courbe)

Cette non-linéarité est diversement interprétée dans la littérature. Aussi, nous reviendrons de rappeler brièvement les diverses interprétations de la présence d'oscillation, le cas du dédoublement ayant déjà été présenté. Dans chacune de ces interprétations, les auteurs proposent une méthode de correction, ou du moins une procédure qui permet d'interpréter ces effets.

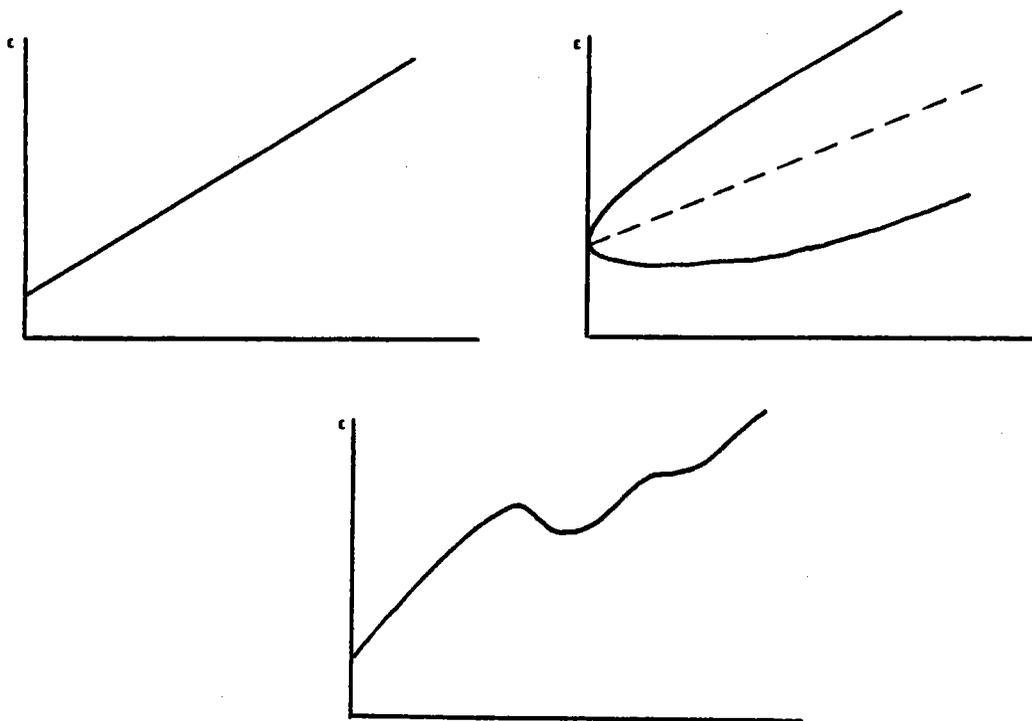


Figure 1 : Comportements des graphes $\langle \epsilon_{zz}^L \rangle = f(\sin^2 \psi)$

L'échantillon polycristallin est composé de cristallites dont l'orientation et les interactions mutuelles influent le comportement mécanique macroscopique de l'échantillon. Dans le cas de la mesure des contraintes résiduelles par rayons X, la déformation mesurée représente la moyenne des déformations sur l'ensemble du volume diffractant du fait du caractère sélectif et volumique de la mesure. Nous allons considérer trois échelles de représentation des déformations qui vont nous permettre de préciser l'objet de la mesure :

- l'échelle du cristallite ou du grain,
- l'échelle du polycristal,
- l'échelle du volume de diffraction.

1. Comportement mécanique :

1.1. Conditions d'équilibre mécanique :

Dans un matériau à l'équilibre, c'est à dire sans application de contrainte extérieure à la surface de l'échantillon, les conditions d'équilibre mécanique imposent aux contraintes internes ⁽¹⁾:

$$\sigma_{ij,j} = 0 \quad (2) \quad \text{dans le volume, et}$$

$$\sigma_{ij} \cdot n_j = 0 \quad (3) \quad \text{à la frontière du matériau (} n_j \text{ vecteur unitaire normal)}$$

Des relations (2) et (3) on obtient pour toutes les contraintes dans le matériau :

$$\int_V \sigma_{ij} \cdot dV = 0 \quad \text{où } V \text{ représente le volume total de l'échantillon.}$$

Cette relation ne peut être vérifiée que si les équations d'équilibres exprimées ci-dessus le sont également. En effet, en intégrant par partie, il est facile de montrer :

$$\int_V \sigma_{ij} \cdot dV = \int_{|V|} \sigma_{ik} \cdot n_k \cdot x_j \cdot dS - \int_V \sigma_{ik,k} \cdot x_j \cdot dV$$

La première intégrale s'effectue sur la frontière du domaine où $\sigma_{ik} \cdot n_k$ est nul, tandis que la seconde intégrale s'effectue dans le volume V où $\sigma_{ik,k}$ est nul.

1.2. Comportement mécanique à l'échelle des cristallites :

A l'échelle du cristallite la loi de Hooke généralisée nous permet de relier la déformation microscopique au tenseur des contraintes microscopiques. En effet :

$$\epsilon_{ij}^{II C} = S_{ijkl}^C \cdot \sigma_{kl}^{II C} \quad \text{où } \underline{\epsilon}^{II C}, \underline{S}^C \text{ et } \underline{\sigma}^{II} \text{ tenseurs exprimés dans le repère} \quad (4)$$

du cristallite [C]

Dans cette relation le tenseur \underline{S} représente le tenseur de compliance du monocristal. Il est bien entendu possible d'exprimer cette relation dans le repère de laboratoire ou de mesure [L] :

$$\epsilon_{ij}^{III L} = S_{ijkl}^L \cdot \sigma_{kl}^{III L} \quad \text{où } \underline{\epsilon}^{III L}, \underline{S}^L \text{ et } \underline{\sigma}^{III L} \text{ tenseurs exprimés dans le repère} \quad (5)$$

du laboratoire [L]

1.3. Comportement mécanique à l'échelle macroscopique du polycristal :

La loi de Hooke permet d'obtenir une relation équivalente pour le polycristal :

$$\epsilon_{ij}^{IP} = S_{ijkl}^P \cdot \sigma_{kl}^{IP} \quad \text{où } \underline{\epsilon}^{IP}, \underline{S}^P \text{ et } \underline{\sigma}^{IP} \text{ tenseurs exprimés dans le repère } \quad (6)$$

de la pièce [P]

Pour un matériau isotrope, les éléments du tenseur \underline{S}^P s'expriment aisément en fonction du module d'Young E et du coefficient de Poisson ν .

La déformation macroscopique résulte de la sommation, dans le volume V considéré, des déformations microscopiques. On a donc :

$$\epsilon_{ij}^I = \frac{1}{V} \int_V \epsilon_{ij}^{II} \cdot dV \quad (7)$$

et de même :

$$\sigma_{ij}^I = \frac{1}{V} \int_V \sigma_{ij}^{II} \cdot dV \quad (8)$$

Il existe donc une relation permettant de lier la contrainte macroscopique, qui est la grandeur à atteindre en mesure de contrainte, à la déformation microscopique, exprimables toutes deux dans le repère de mesure [L].

Cette relation tensorielle est donnée par :

$$\epsilon_{ij}^{III} = q_{ijkl}^L \cdot \sigma_{kl}^{II} \quad \text{où } \underline{\epsilon}^{III}, \underline{q}^L \text{ et } \underline{\sigma}^{II} \text{ tenseurs exprimés dans le repère } \quad (9)$$

du laboratoire [L]

Les composantes du tenseur q^L dépendent de l'orientation cristallographique et de la taille des grains, des interactions entre ceux-ci dans le volume analysé et des éléments du tenseur de compliance du monocristal.

1.4. Influence de la sélectivité des rayons X ⁽²⁾:

Dans la mesure par diffraction X, seuls les cristallites en position de diffraction, c'est à dire vérifiant la loi de réflexion de Bragg, donnent une information. Ces cristallites ont pour caractéristiques d'avoir leur vecteur normal au plan diffractant considéré parallèle à la direction de mesure L_3 fixée par les angles ϕ et ψ .

Cette déformation notée $\langle \epsilon_{zz}^L \rangle$ ne fait intervenir que les déformations microscopiques ϵ_{zz}^L à l'échelle des cristallites intervenant dans la diffraction. Ces cristallites forment le volume diffractant noté V_d .

Nous avons donc :

$$\langle \epsilon_{zz}^L \rangle = \frac{1}{V_d} \int_{V_d} \epsilon_{zz}^{IL} \cdot dV_d \quad (10)$$

En utilisant les relations (9) et (10), nous obtenons directement :

$$\langle \epsilon_{zz}^L \rangle = \frac{1}{V_d} \int_{V_d} q_{zzij}^L \cdot \sigma_{ij}^{IL} \cdot dV_d \quad (11)$$

En extrayant de l'intégrale la contrainte indépendante du volume, nous obtenons :

$$\langle \epsilon_{zz}^L \rangle = \left\{ \frac{1}{V_d} \int_{V_d} q_{zzij}^L \cdot dV_d \right\} \sigma_{ij}^{IL} \quad (12)$$

Cette expression se simplifie en écrivant selon Dölle⁽²⁾:

$$\langle \epsilon_{zz}^L \rangle = R_{zzij}^L \cdot \sigma_{ij}^{IL} \quad (13)$$

avec :

$$R_{zzij}^L = \left\{ \frac{1}{V_d} \int_{V_d} q_{zzij}^L \cdot dV_d \right\} \quad R_{zzij}^L \text{ appelé constante de raideur radiocristallographique exprimée dans le repère [L]}$$

Ces constantes⁽³⁾, comme q_{ijk1} , dépendent du plan de diffraction (hkl), du tenseur de compliance du monocristal, des angles ϕ et ψ , de la répartition des orientations des cristallites dans le volume diffractant et des interactions élastiques entre grains.

On peut bien entendu exprimer ces constantes dans le repère de la pièce [P].

L'expression de ces constantes dépend du modèle mécanique de calcul choisi et d'hypothèses nécessairement restrictives. Nous avons utilisé dans nos développements, le modèle mécanique de Reuss⁽⁴⁾, qui selon la théorie de Hill⁽⁵⁾ constitue l'une des bornes (la seconde étant obtenue par le modèle mécanique de Voigt⁽⁶⁾) du comportement mécanique du polycristal.

1.5. Modèle de Reuss :

L'utilisation d'un modèle de comportement et d'hypothèses restrictives s'impose du fait de la difficulté d'obtenir l'expression du tenseur q^L défini en (9). Dans le modèle de Reuss, on suppose que les contraintes sont homogènes dans l'échantillon.

Nous avons alors l'égalité : $\sigma_{ij}^I = \sigma_{ij}^{II}$

A partir des relations (5) et (9), nous obtenons directement le résultat suivant :

$$q_{ijkl}^L = S_{ijkl}^L$$

Ce qui nous conduit pour l'expression de la déformation mesurée dans la direction de mesure :

$$\langle \epsilon_{zz}^L \rangle = \left\{ \frac{1}{V_d} \int_{V_d} S_{zzij}^L dV_d \right\} \cdot \sigma_{ij}^{IL} \quad (14)$$

C'est cette relation, obtenue avec le modèle mécanique de Reuss, qui va nous permettre d'étudier le problème de la mesure des contraintes en présence d'une texture cristallographique. Comme le précise le paragraphe § III.1.5., le modèle de Reuss permet de tenir compte de l'anisotropie élastique induite par l'orientation cristallographique.

2. ANALYSE DE LA NON-LINEARITE :

2.1. Généralités :

L'origine des oscillations des graphes $\langle \epsilon_{zz}^L \rangle = f(\sin^2\psi)$ a été longuement analysée et étudiée dans la littérature. De nombreux auteurs proposent des méthodes permettant de considérer ces oscillations dans le calcul du tenseur des contraintes. En effet, il est couramment admis que l'effet des oscillations possède deux origines bien distinctes et souvent combinées :

- l'anisotropie élastique,
- l'anisotropie plastique.

La séparation des effets élastiques et plastiques est délicate à mettre en évidence dans la mesure de la déformation. Aussi trouvons nous dans la littérature de nombreuses méthodes permettant de décider de l'origine de ces oscillations.

2.2. Analyse de Hauk⁽⁷⁾:

Expérimentalement, Hauk considère principalement deux cas en examinant la valeur du rapport I_{\max}/I_{\min} relatif à l'intensité maximale et minimale mesurée de la distribution $I = f(\sin^2\psi)$ (cf. tableau 1). Dans le cas d'une mesure effectuée sur un plan de type $\{hkl\}$ pour lequel le graphe $\langle \epsilon_{zz}^L \rangle = f(\sin^2\psi)$ présente des oscillations, si ce graphe est linéaire pour les réflexions de type $\{h00\}$, ou $\{hhh\}$ (hypothèse de com-

portement mécanique de Reuss), alors seule l'anisotropie élastique est responsable des oscillations. Si le graphe $\langle \epsilon_{zz}^L \rangle = f(\sin^2 \psi)$ présente des oscillations pour des réflexions de type $\{h00\}$ deux causes peuvent en être responsables :

- l'anisotropie plastique (contraintes d'ordre 2),
- le modèle mécanique de Reuss trop restrictif.

Le tableau 1⁽⁸⁾ suivant résume les divers cas généralement observés :

Tableau 1 :

	$\frac{I_{\max.}}{I_{\min.}} < 2$	$\frac{I_{\max.}}{I_{\min.}} > 2$
$\{hkl\}$	linéaire, non linéaire	non linéaire
$\{h00\}, \{hhh\}$	linéaire, non linéaire	non linéaire

Dans un matériau texturé il existe différents types de contraintes et toutes participent soit au déplacement du pic de diffraction, soit à son élargissement. Ainsi dans la direction de laminage, Hauk⁽⁸⁾ résume dans le tableau 2 suivant les contraintes de type I et II (micro- et macro-contraintes) intervenant dans la mesure :

Tableau 2 :

Mesure	Formule
Cas réel	$(\sigma_1^I + \sigma_1^{II}) - (\sigma_3^I + \sigma_3^{II}) + \sigma_{\text{él.}}^{II} + \sigma_{\text{pl.}}^{II}$
Mesure en diffraction	$\sigma_1^I + \sigma_1^{II} + \sigma_{\text{él.}}^{II} + \sigma_{\text{pl.}}^{II}$

2.3. Méthode de Zhong et al.⁽⁸⁾:

Cette méthode découle directement des travaux de Noyan. Considérons tout

d'abord les développements proposés par Noyan⁽⁹⁾. Soit l'expérience schématisée figure 2 où l'on peut voir un matériau texturé soumis à une contrainte homogène σ_{11}^0 . Par le biais des constantes $K'_i(x,y,z)$ représentant la réponse des cristallites au point (x,y,z) à la contrainte appliquée, Noyan fait intervenir directement les symétries locales, la forme des grains, l'orientation des cristallites et toutes les sources de déformation. Ainsi, la déformation en chaque point du volume est alors donnée par les expressions suivantes :

$$\begin{aligned}
 \epsilon'_{11}(x,y,z) &= \sigma_{11}^0 \left\{ \frac{1}{E} + K'_1(x,y,z) \right\} & \epsilon'_{13}(x,y,z) &= \sigma_{11}^0 K'_4(x,y,z) \\
 \epsilon'_{22}(x,y,z) &= \sigma_{11}^0 \left\{ -\frac{\nu}{E} + K'_2(x,y,z) \right\} & \epsilon'_{23}(x,y,z) &= \sigma_{11}^0 K'_5(x,y,z) \\
 \epsilon'_{33}(x,y,z) &= \sigma_{11}^0 \left\{ -\frac{\nu}{E} + K'_3(x,y,z) \right\} & \epsilon'_{12}(x,y,z) &= \sigma_{11}^0 K'_6(x,y,z)
 \end{aligned} \quad (15)$$

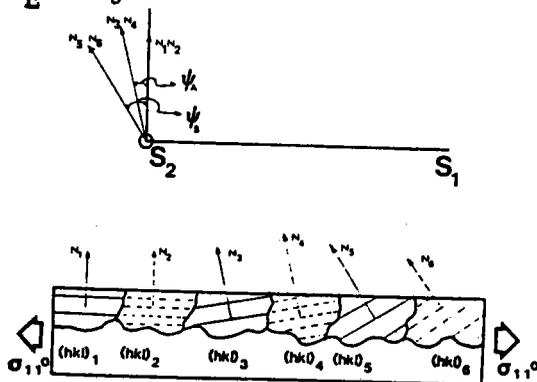


Figure 2 : Grains en position de diffraction pour différentes valeurs de ψ (d'après Noyan)

Dans la suite de ses développements, Noyan suppose, par souci de simplification, que les constantes K'_4 à K'_6 sont nulles. Si le matériau est soumis à un champ de contraintes résiduelles, la déformation totale en un point du matériau, somme des déformations appliquées et résiduelles, est alors donnée par la relation :

$$\epsilon_{ij}^t(x,y,z) = \epsilon_{ij}(x,y,z) + \epsilon_{ij}^r(x,y,z) \quad (16)$$

La mesure de diffraction consiste en la mesure moyenne, sur N_j grains de volume V_k en position de diffraction, définie par :

$$\langle \epsilon_{ij} \rangle_{\psi_n}^t = \sum_1^{N_i} \left\{ \frac{\int_{V_k} \epsilon_{ij}^t(x,y,z) f(z) dV}{\int_{V_k} f(z) dV} \right\} / \sum_1^{N_i} V_k \quad (17)$$

où $f(z)$ représente une fonction relatant la variation de l'intensité diffractée suivant z . Dans la direction définie par les angles $\phi = 0$ et ψ , la déformation mesurée est donc :

$$\langle \epsilon_{33} \rangle_{\psi_j}^L = \left\{ \sigma_{11}^0 \left\{ \frac{1+\nu}{E} + K_1(\psi_j) + K_3(\psi_j) \right\} + \langle \epsilon_{11}^r \rangle_{\psi_j} - \langle \epsilon_{33}^r \rangle_{\psi_j} \right\} \cdot \sin^2 \psi_j + \sigma_{11}^0 \left\{ -\frac{\nu}{E} + K_3(\psi_j) \right\} + \langle \epsilon_{33}^r \rangle_{\psi_j} \quad (18)$$

Dans cette équation, les termes $K_i(\psi_j)$ décrivent la réponse moyenne des grains diffractants lors de l'application de la contrainte σ_{11}^0 . On peut constater que si ces constantes et si le champs de déformation $\langle \epsilon_{ij}^r \rangle$ restent uniformes, alors le graphe en fonction de $\sin^2 \psi$ sera linéaire. C'est à partir de cette constatation que Zhong et al. proposent la méthode suivante. En effet, Noyan montre que la pente β de la droite forcée au travers de graphes oscillants peut toujours se mettre sous la forme suivante :

$$\beta = \sigma_{11}^0 \cdot \overline{S_1} \{ S_{ijkl}, K_i(\psi) \} + \overline{S_1} \{ \langle \epsilon_{ij}^r \rangle_{\psi} \} \quad (19)$$

avec S_{ijkl} constantes élastiques de l'échantillon.

Cette dernière relation peut être exploitée en vue de décider de l'origine des oscillations des courbes de distributions des déformations. En effet, le graphe obtenu en traçant β en fonction de la contrainte appliquée (toujours en dessous du seuil de plasticité) doit être linéaire. Cette pente nous permet de calculer la constante élastique effective du matériau analysé. Ainsi en comparant les valeurs mesurées des constantes élastiques effectives, au sens de dépendantes des éléments $K_i(\psi)$, et les valeurs théoriques (hypothèse moyenne de Voigt-Reuss (V-R)/2) des constantes élastiques radio-cristallographiques, on peut déterminer l'origine des oscillations :

$$\frac{1}{2} S_2^{\text{calc.}} \approx \frac{1}{2} S_2^{\text{théor.}} \quad (\text{V-R})/2 \quad (20)$$

$$\frac{1}{2} S_2^{\text{calc.}} \neq \frac{1}{2} S_2^{\text{théor.}} \quad (V-R)/2$$

Dans le premier cas, les oscillations sont dues aux fluctuations des contraintes résiduelles. Ce problème peut être résolu en augmentant le volume diffractant en modifiant la source de rayonnement X. Dans le second cas, les oscillations ont pour origine l'anisotropie élastique car les éléments $K_i(\psi)$ ne sont plus constants.

Remarques :

On peut constater que dans les deux méthodes la connaissance de la cause des oscillations nécessite des expériences supplémentaires :

- mise en charge de l'échantillon,
- mesure sur d'autres plans diffractants.

2.4. Analyse élastique de la non-linéarité :

Parmi les méthodes permettant de tenir compte de l'anisotropie élastique dans la mesure des contraintes, nous pouvons citer :

- la méthode de Barral et all.⁽¹⁰⁾ (2)
- la méthode de Brakman^{(11),(12),(13),(14)}
- la méthode des directions idéales⁽¹⁵⁾
- la méthode des éléments finis^{(16),(17)}

Nous ne présenterons que les deux premières dans ce mémoire.

2.4.1. Méthode de Barral et all. :

2.4.1.1. Théorie :

Dans cette méthode, Barral⁽¹⁰⁾ et Barral et all.⁽²⁾ étudient l'effet de l'anisotropie élastique en utilisant la fonction de distribution des orientations.

Pour effectuer leurs calculs ils utilisent le modèle mécanique de Reuss en ne considérant que des matériaux de type cubique présentant la symétrie macroscopique orthorhombique.

Ils définissent les rotations suivantes :

$$[P] \longrightarrow [X]: X_i^P = \eta_{ij} \cdot X_j \quad \text{avec } \eta_{ij} \text{ angle de prélèvement}$$

$$[L] \longrightarrow [P]: X_i^L = \rho_{ij} \cdot X_j^P \quad \text{avec } \rho_{ij} = \psi_{ik} \cdot \phi_{kj}$$

$$[\Omega] \longrightarrow [C]: X_i^\Omega = b_{ij} \cdot X_j^C$$

$$[L] \longrightarrow [C]: X_i^L = \lambda_{ij} \cdot X_j^C$$

Les différents angles de rotation sont présentés figure 3.

A partir de ces relations, la matrice de passage du repère [C] au repère [P] est :

$$[C] \longrightarrow [P]: X_i^C = a_{ij} \cdot X_j^P \quad \text{avec } a_{ij} = b_{im}^{-1} \cdot \lambda_{ml}^{-1} \cdot \psi_{lk} \cdot \phi_{kj} = \gamma_{il} \cdot \rho_{lj}$$

A partir des relations (13) et la matrice ρ_{ij} , ils obtiennent :

$$F_{ij} = R_{33kl}^L \cdot \rho_{ki} \cdot \rho_{lj} \quad (21)$$

Le calcul de la constante de raideur R_{33kl}^L s'effectue grâce à la relation suivante :

$$R_{33kl}^L = \frac{\int_0^{2\pi} S_{mnop} \cdot \gamma_{3m} \cdot \gamma_{3n} \cdot \gamma_{ko} \cdot \gamma_{lp} \cdot g(\alpha, \beta, \omega) \cdot dg}{\int_0^{2\pi} g(\alpha, \beta, \omega) \cdot dg} \quad (22)$$

avec : $g(\alpha, \beta, \omega)$ fonction de distribution des orientations

S_{mnop} élément du tenseur de compliance du monocristal

$$dg = \sin\beta \cdot \Delta\alpha \cdot \Delta\beta \cdot \Delta\omega \cdot d\lambda$$

Dans la définition de Roe, la matrice de passage a_{ij} est définie par :

$$a_{ij} = \omega_{il} \cdot \beta_{lk} \cdot \alpha_{kj}$$

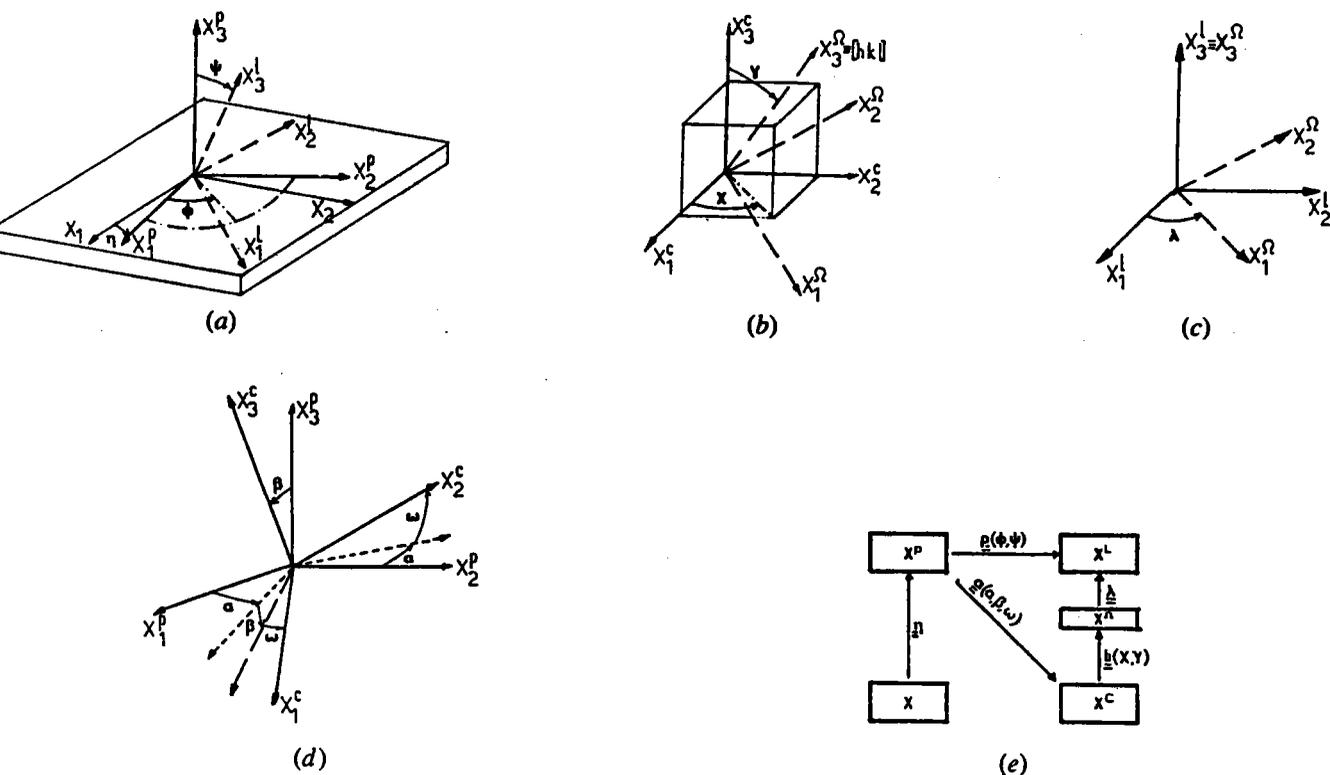


Figure 3 : Repères et définitions angulaires selon Barral.

Sur la figure 3, on peut voir que pour chaque valeur de λ , on peut effectuer le passage du repère [C] au repère [L], puisque le plan diffractant choisi fixe la direction de mesure (ϕ, ψ) et donc la direction $[hkl]$. Ils déterminent ainsi les éléments de la matrice a_{ij} . Ils calculent ensuite les angles d'Euler de la matrice d'orientation correspondant à la valeur de λ pour laquelle la valeur de la F.D.O. est connue. En faisant varier λ de 0 à 2π , ils déterminent le volume diffractant pour chaque direction de mesure.

Pour obtenir la valeur de la F.D.O. en chaque point (α, β, ω) ils effectuent une interpolation linéaire dans un cube :

$$\alpha_i < \alpha < \alpha_i + \Delta\alpha$$

$$\beta_i < \beta < \beta_i + \Delta\beta$$

$$\omega_i < \omega < \omega_i + \Delta\omega$$

Ils montrent ainsi que dans le cas d'une contrainte uniaxiale, l'expression de la déformation est donnée par la relation suivante :

$$\langle \epsilon_{zz}^L \rangle = F_{11} \cdot \sigma_{11} \quad \text{avec} \quad F_{11} = R_{3311}^L + (R_{3333}^L - R_{3311}^L) \sin^2 \psi + R_{3313}^L \sin 2\psi \quad (23)$$

La figure 4 présente les termes K_1 et K_2 liés à cette équation par :

$$F_{11} = K_1 + K_2$$

$$K_1 = R_{3311}^L + (R_{3333}^L - R_{3311}^L) \sin^2 \psi$$

$$K_2 = R_{3313}^L \sin 2\psi$$

Ils montrent ainsi que la non linéarité est induite par l'anisotropie élastique due à la texture cristallographique.

Le calcul des coefficients F_{ij} leur permet de mettre en évidence le comportement mécanique anisotrope des matériaux.

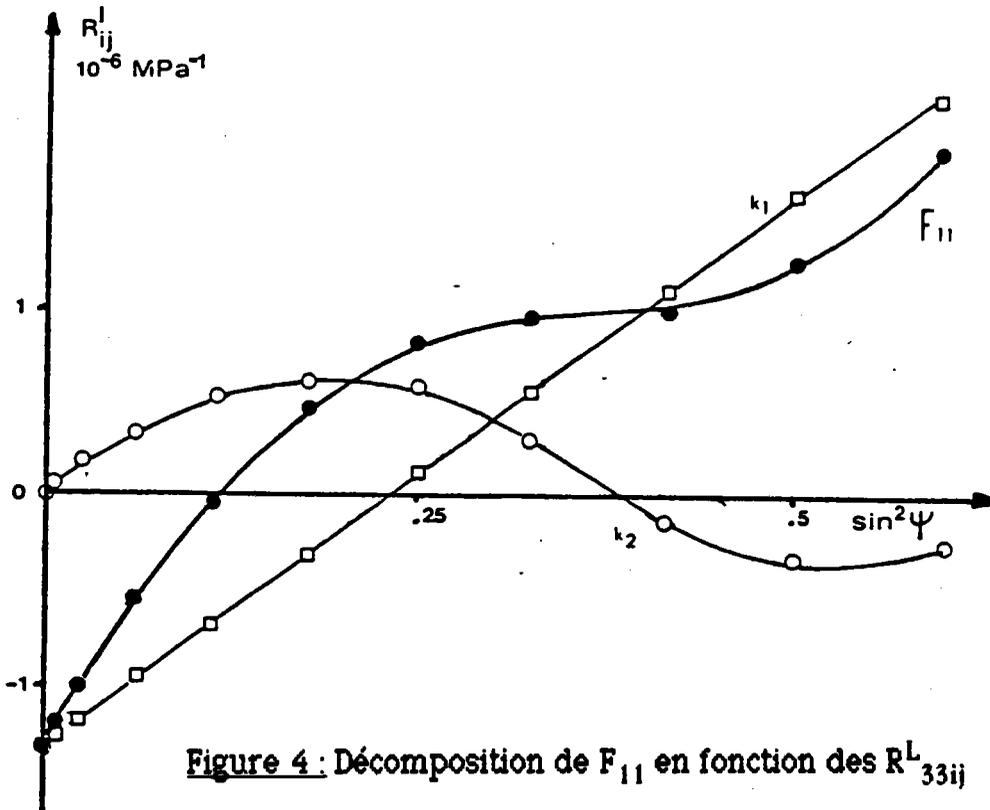


Figure 4 : Décomposition de F_{11} en fonction des R_{33ij}^L

2.4.1.2. Résultats expérimentaux :

Afin d'illustrer la validité de la méthode, ces auteurs ont réalisé les manipulations suivantes :

- mise en contrainte d'un échantillon texturé, préalablement recuit à 680° , et mesure systématique de la déformation à chaque étape de la mise en contrainte appliquée σ_{11}^A ,
- calcul de la valeur :

$$F_{11}^{\text{exp.}} = \frac{\delta \langle \epsilon_{zz}^L \rangle}{\delta \sigma_{11}^A} \quad (24)$$

Ils comparent les courbes :

$$F_{11}^{\text{exp.}} = f(\sin^2 \psi) \quad \text{et} \quad F_{11}^{\text{th.}} = f(\sin^2 \psi)$$

La figure 4 présente les résultats obtenus pour cet échantillon. Ils montrent une bonne adéquation entre les mesures expérimentales et les calculs théoriques. L'utilisation du modèle de Reuss permet donc la quantification de l'effet d'anisotropie élastique.

2.4.1.3. Conclusions :

On peut constater que :

- cette méthode est actuellement limitée aux matériaux de type cubique à symétrie macroscopique orthorhombique,
- utilise une méthode d'interpolation de la F.D.O.,
- permet d'obtenir le tenseur complet des contraintes.

2.4.2. Méthode de Brakman :

Cette méthode est dans son principe similaire à la méthode de Barral. Par contre elle y est résolument opposée dans son formalisme et sa finalité.

En effet, si dans la méthode de Barral, la fonction de distribution des orientations est utilisée dans son état final, c'est à dire comme base de données, dans la méthode de Brakman, elle est directement impliquée dans les équations décrivant la déformation du matériau analysé.

2.4.2.1. Introduction : point de vue de Brakman.

Brakman introduit les symétries macroscopiques de l'échantillon pour montrer que les contraintes de type σ_{13} ne peuvent intervenir que sous la forme de contraintes d'ordre II.

En effet compte tenu des symétries macroscopiques de l'échantillon (orthorhombique et monoclinique) et compte tenu du fait que dans tout plan parallèle à la surface il ne peut y avoir de gradients de contrainte en x et/ou y, nous avons pour les gradients moyens des contraintes de type I (à ne pas confondre avec le gradient de la valeur

moyenne des contraintes) :

$$\left\langle \frac{\delta\sigma_{ij}}{\delta x} \right\rangle^I = \left\langle \frac{\delta\sigma_{ij}}{\delta y} \right\rangle^I = 0 \quad (25)$$

dans tout plan parallèle à la surface ($z = \text{constante}$) et avec :

$$\left\langle \frac{\delta\sigma_{ij}}{\delta x} \right\rangle^I = \frac{1}{V} \int \frac{\delta\sigma_{ij}}{\delta x} \cdot dV \quad (26)$$

Brakman montre que :

$$\left\langle \frac{\delta\sigma_{i3}}{\delta z} \right\rangle^I = 0 \quad (27)$$

Quelque soit l'indice i et quelque soit le type de contrainte, nous avons en surface :

$$\sigma_{i3} = 0 \quad (\text{à } z = 0) \quad (28)$$

Cette équation permet donc d'écrire que :

$$\left\langle \sigma_{i3} \right\rangle^I = \sigma_{i3}^I = 0 \quad \text{pour tout } z \text{ dans le volume diffractant .}$$

Brakman précise que si ces dernières contraintes de type I sont nulles, il admet qu'il peut exister des contraintes de type II (ou pseudo macro-contraintes). Il rejoint en cela les thèses développées par Noyan (cf. § 1.2.4.) et Hauk et all. (cf. § 1.2.1.1.)

2.4.2.2. Théorie :

Le développement de la théorie est basée sur les hypothèses et restrictions suivantes :

- le modèle mécanique de Reuss est utilisé,
- seules les macro-contraintes (type I) sont concernées,
- la texture est homogène dans le volume diffractant,
- les rayons X ne pénètrent pas au-delà de la zone déformée.

En utilisant la relation (10) dans l'hypothèse de Reuss, il pose :

$$\left\langle \epsilon_{zz}^L(\psi, \phi) \right\rangle = \overline{S_{zzij}^L} \cdot \sigma_{ij}^L \quad (29)$$

avec :

$$\overline{S_{zzij}^L} = \frac{\int_0^{2\pi} S_{zzij}^L f(g) d\varphi'_2}{\int_0^{2\pi} f(g) d\varphi'_2} \quad (30)$$

et :

- S_{zzij}^L : élément du tenseur de compliance exprimé dans le repère de mesure [L],
- $f(g)$: fonction de distribution des orientations avec g orientation,
- φ'_2 : angle de rotation autour de la direction de mesure (cf. figure 5).

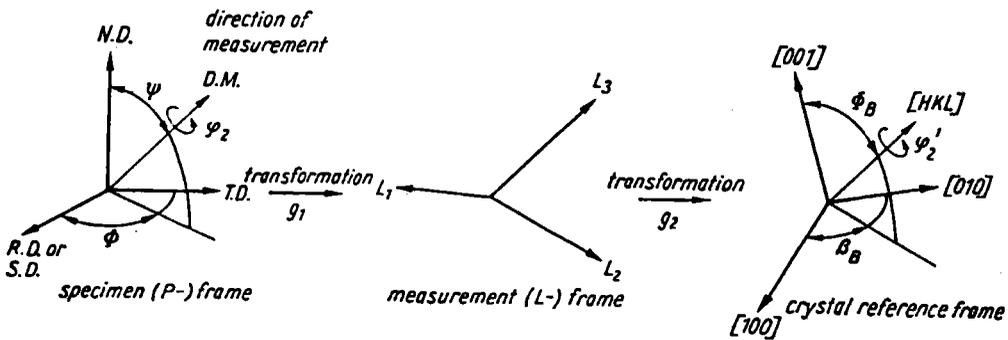


Figure 5 : Repères et axes selon Brakman.

On notera la similitude des angles φ'_2 et λ dans la méthode de Barral.

Nous ne présentons pas l'ensemble des calculs, mais simplement les expressions obtenues dans les cas suivants :

- symétrie macroscopique orthorhombique,
- symétrie macroscopique monoclinique.

i. symétrie orthorhombique :

La déformation est donnée en fonction des éléments du tenseur des contraintes dans le repère de la pièce [P] pour un plan de la famille {hkl} :

$$\begin{aligned}
\langle \epsilon_{zz}^L(\psi, \phi) \rangle = & (\sigma_{11} + \sigma_{22}) [s_{1122} + s_0 \Gamma(hkl)] + [2s_{1212} + s_0 \{1 - 3\Gamma(hkl)\}] \sin^2 \psi \cdot \sigma_\phi + \\
& - \frac{s_0}{2P_{hkl}(\psi, \phi)} \{(\sigma_{11} - \sigma_{22}) \cdot \cos 2\phi - \sigma_\phi \cdot \sin^2 \psi\} \sum_{\substack{j=4 \\ \mu=1}}^{\infty} \{F_1(hkl, j, \mu) B_j^\mu(\psi, \phi) + F_2(hkl, j, \mu) C_j^\mu(\psi, \phi)\} + \\
& + \frac{s_0}{2P_{hkl}(\psi, \phi)} \{(\sigma_{11} - \sigma_{22}) \cdot \sin 2\phi \cdot \cos \psi\} \cdot \sum_{\substack{j=4 \\ \mu=1}}^{\infty} \{-F_1(hkl, j, \mu) C_j^\mu(\psi, \phi) + F_2(hkl, j, \mu) B_j^\mu(\psi, \phi)\} + \quad (31) \\
& + \frac{s_0}{2P_{hkl}(\psi, \phi)} \sigma_\phi \cdot \sin 2\psi \cdot \sum_{\substack{j=4 \\ \mu=1}}^{\infty} \{F_3(hkl, j, \mu) D_j^\mu(\psi, \phi) + F_4(hkl, j, \mu) E_j^\mu(\psi, \phi)\} + \\
& + \frac{s_0}{2P_{hkl}(\psi, \phi)} \{(\sigma_{11} - \sigma_{22}) \cdot \sin 2\phi \cdot \sin \psi\} \cdot \sum_{\substack{j=4 \\ \mu=1}}^{\infty} \{F_3(hkl, j, \mu) E_j^\mu(\psi, \phi) - F_4(hkl, j, \mu) D_j^\mu(\psi, \phi)\}
\end{aligned}$$

A cette expression se rajoutent cinq termes comportant les éléments de contrainte σ_{12} si les axes de symétrie macroscopiques de l'échantillon ne sont pas confondus aux directions principales des contraintes.

Le terme $P_{hkl}(\phi, \psi)$ représente l'intensité totale de la figure de pôles⁽¹⁸⁾.

Les éléments $F_k(hkl, j, \mu)$ et $X_j^\mu(\psi, \phi)$ sont donnés par Brakman⁽¹⁵⁾. Elles s'expriment directement en fonction des coefficients $C_j^{\mu\nu}$ du développement en série de la fonction de distribution des orientations⁽¹⁹⁾ et représentent des fonctions harmoniques sphériques de surface invariante par symétrie cubique.

On peut noter que :

- $F_1 = 0$ pour les réflexions de plan $\{hhh\}$, $\{h00\}$
- $F_2 = F_3 = F_4 = 0$ pour les réflexions de plan $\{hhh\}$, $\{h00\}$, $\{hh0\}$.

ii. symétrie monoclinique :

Des expressions similaires sont obtenues dans lesquelles les termes B_j^μ à E_j^μ sont remplacés par leurs équivalents monocliniques.

Les expressions ainsi obtenues sont générales. Elles permettent d'obtenir le tableau suivant relatant les cas possibles d'oscillation et de dédoublement selon le type de symétrie macroscopique et le type de réflexion (B.C.C. ou F.C.C).

Ces relations permettent de rendre compte de la plupart des comportements de la distribution des déformations. Les principales conclusions auxquelles aboutit Brakman sont les suivantes :

- en considérant comme non nulles les seules contraintes σ_{11} , σ_{22} et dans le cas

où les axes de symétrie macroscopique et les directions principales de contrainte sont confondus, le dédoublement des graphes peut être expliqué par le seul effet d'anisotropie élastique introduit par la texture (les symétries macroscopiques impliquées et leur action sur la déformation mesurée seront présentées ultérieurement),

- dans certains cas les contraintes de type σ_{13} peuvent apparaître, et la texture seule ne peut expliquer seule le dédoublement,

- ce modèle permet de prévoir qualitativement les distributions des déformations en fonction de $\sin^2\psi$ pour $\phi=0$ et $\phi = \pi/2$,

- il suffit de traiter une seule direction [hkl] parallèle à la direction de mesure L_3 (invariance cubique des fonctions harmoniques introduites),

- la distribution des distances interréticulaires peut s'exprimer sous la forme de série de Fourier dont la variable est l'angle φ'_2 .

- le traitement proposé peut être étendu à l'analyse des contraintes résiduelles dans le cas de superposition de spectres de diffraction.

2.4.2.3. Résultats :

En posant :

$$\eta = \frac{\sigma_{22}}{\sigma_{11}}$$

et en divisant l'expression de la déformation par $s_0 \sigma_{11}$, Brakman obtient les figures 6 à 17. Elles présentent les résultats *théoriques* obtenus pour un échantillon d'acier laminé à chaud dont la texture est connue :

- les figures 6 à 10 illustrent le comportement de la distribution des déformations en fonction de $\sin^2\psi$ pour un plan (211),

-les figures 11 à 17 représentent les indicatrices des iso-déformations associées.

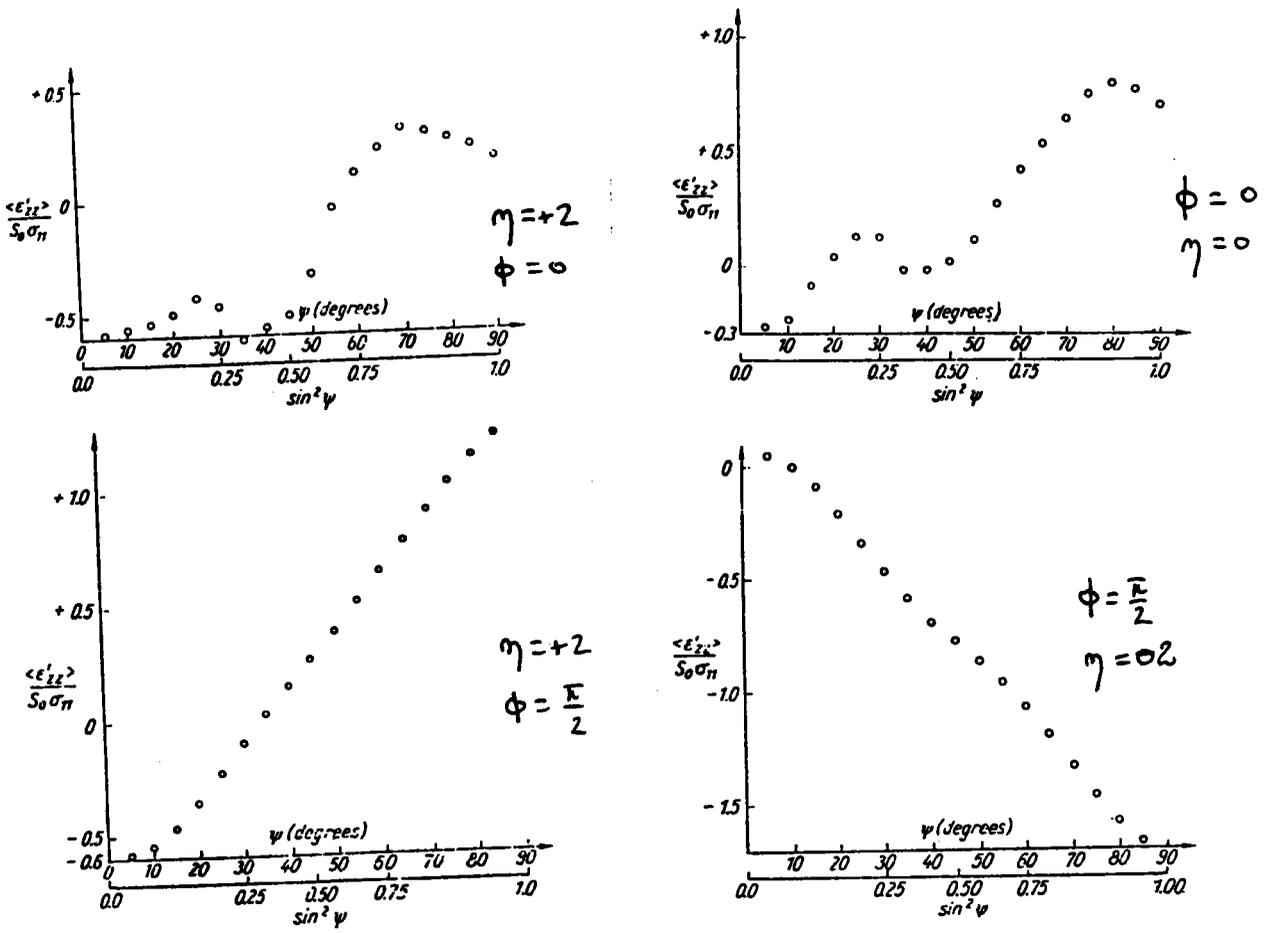


Figure 6 à 10 : Distribution des distances interréticulaires pour différentes valeurs de η .

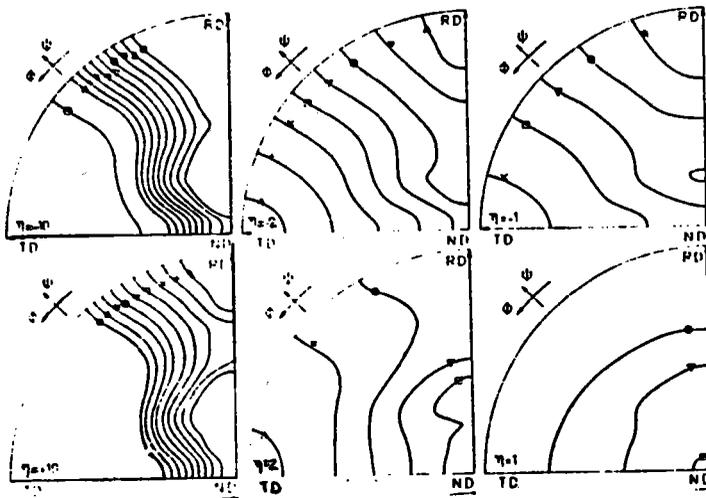


Figure 11 à 17 : Indicatrices normalisée des iso-déformations fonction de η .

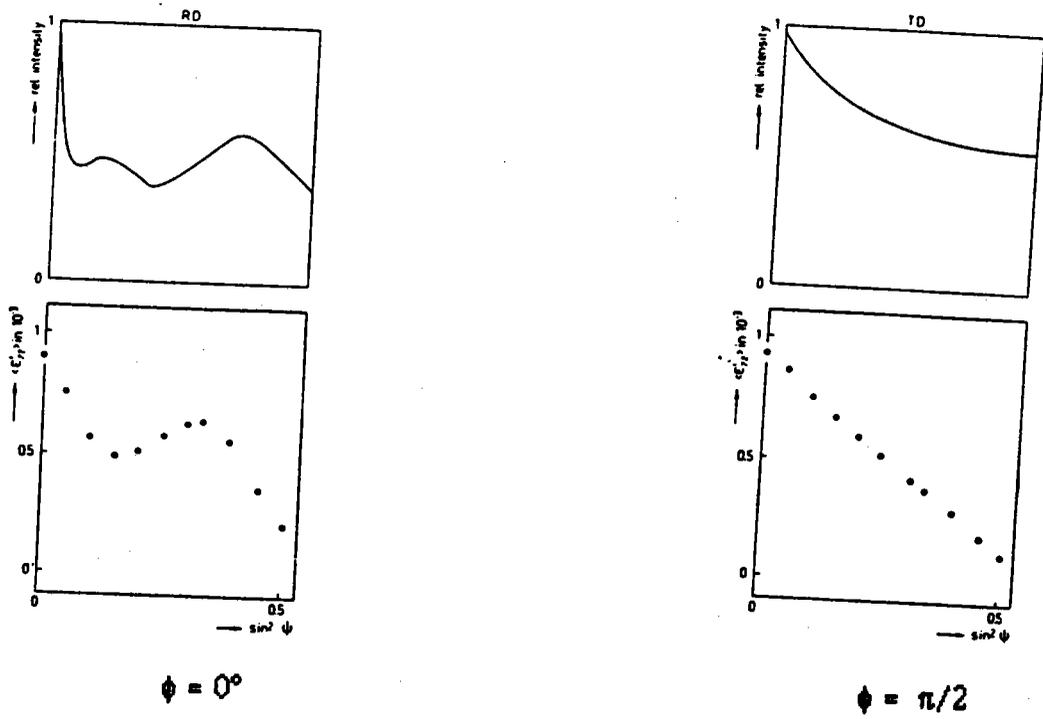


Figure 18 : Variation de la déformation et de l'intensité diffractée en fonction de $\sin^2 \psi$ pour des plans (211). (d'après Dölle et Cohen).

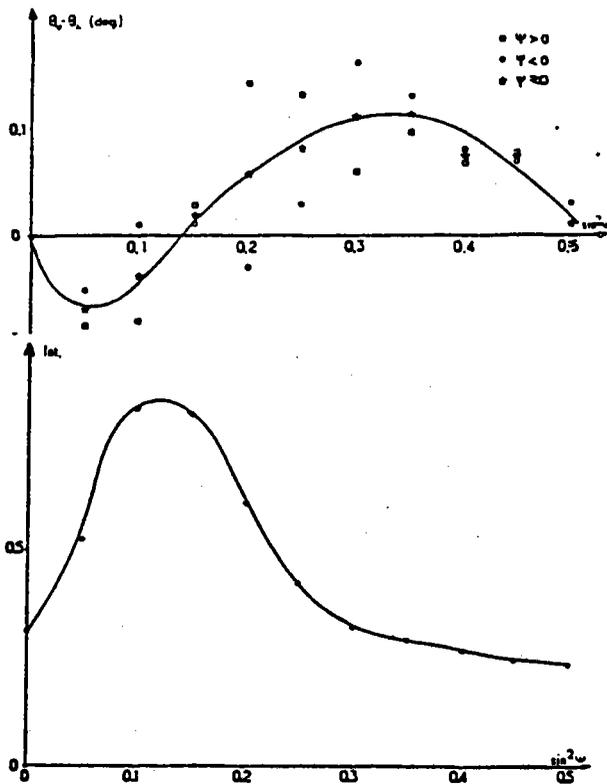


Figure 19 : Variation de la déformation et de l'intensité diffractée en fonction de $\sin^2 \psi$ (d'après Barral).

Ces résultats sont à comparer à ceux de la littérature, en particulier les travaux de Hauck et al. ⁽¹⁹⁾, Dölle et al. ⁽²⁰⁾ ou encore Barral ⁽²⁾. Les figures 18 et 19 présentent les observations effectuées, respectivement, par les deux derniers auteurs cités. On peut noter la bonne qualité des représentations théoriques si l'on tient compte des arguments avancés par Brakman concernant la valeur du rapport η .

2.4.2.4. Conclusions :

La méthode proposée par Brakman est très séduisante dans son formalisme et dans l'approche théorique de l'intégration de la fonction de distribution des orientations dans l'expression de la déformation. Malheureusement Brakman ne propose aucun résultat pratique permettant la comparaison des valeurs calculées. Ces développements permettent une approche analytique globale de la mesure de déformations.

2.5. Analyse plastique de la non-linéarité :

2.5.1. Analyse de Marion-Cohen :

La théorie de Marion-Cohen ^{(21),(22)} est relativement "ancienne" et a le mérite de tenir compte des effets micro-structuraux comme la tailles des domaines de diffraction cohérente, la densité de dislocation ou encore les micro-déformations.

2.5.1.1. Théorie :

Ces auteurs admettent les hypothèses suivantes :

- seules les zones du polycristal à faible densité de dislocation ont une influence sur la position du pic. Les zones à forte densité de dislocation, donc à faible taille de domaine cohérents de diffraction, n'influent que sur la largeur du pic de diffraction.

- les régions à faible densité de dislocation sont soumises à un état de contraintes de compression,

- parmi les zones à faible densité de dislocation et après le processus de déformation, certaines se sont énergétiquement favorablement orientées (état de contrainte minimal). D'autres, par contre, se sont orientées défavorablement. Les premières sont appelées régions A et les secondes région B.

- en l'absence de macro-contraintes les régions de type A ont une distance interréticulaire d_{hkl} maximale, et les régions de type B minimale. L'évolution des distances interréticulaires est alors donnée par la relation :

$$d_{hkl} = (d_{\max} - d_B) \cdot f(\alpha, \beta) + d_B \quad (32)$$

Dans cette relation on définit les grandeurs suivantes :

- α et β coordonnées angulaires d'un pôle sur la figure de pôle,
- $f(\alpha, \beta)$ fonction de densité des intensités diffractées selon α et β ,
- d_{\max} et d_B distances interréticulaires des régions A et B.

Dans le cas d'un matériau avec contraintes résiduelles, cette relation devient :

$$d_{hkl}^{\phi\psi} = (d_{\max} - d_B) \cdot f(\phi, \psi) + d_B + d_0 \left\{ \frac{1}{2} S_2(hkl) \cdot \sigma_{\phi}^I \cdot \sin^2 \psi + S_1(hkl) \cdot [\sigma_{11}^I + \sigma_{22}^I] \right\} \quad (33)$$

La détermination de $f(\phi, \psi)$ en fonction de ψ et de la distance interréticulaire d_{hkl} permet d'obtenir les valeurs de d_{\max} et d_B par un lissage analytique des courbes.

Cette relation impose donc que seuls les effets des micro-contraintes (ordre II et III) sont responsables de la non-linéarité. Celle-ci est donc indépendante des macro-contraintes.

2.5.1.2. Résultats expérimentaux :

Les figures 21 et 22 présentent les résultats issus de l'étude⁽²²⁾ de fer laminé à 69% et de Cu_3Au .

2.5.1.3. Conclusions :

Les résultats de Marion et Cohen semblent accrédi-ter leur méthode. Celle-ci semble basée sur des hypothèses de comportement du matériau qui, dans certains cas, peuvent être mises en doute, ou tout au moins non vérifiées.

Précisons toutefois que ceux d'auteurs^{(23),(2)} ont obtenu des résultats similaires à ceux de Marion et Cohen et que peu d'études systématiques des effets micro-structuraux ont été entreprises.

2.5.2. Analyse de Noyan⁽²⁴⁾ :

Dans la mesure des contraintes résiduelles par rayons X, il est évident que le volume échantillonné par les rayons X (le volume diffractant), ne représente qu'une partie de l'échantillon global. Les équations d'équilibre présentées au § I.1.1. ne sont plus exactes.

Les travaux de Cullity⁽²⁵⁾, en s'appuyant sur les travaux de Smith et Wood⁽²⁶⁾, montrent que les matériaux ayant subi une déformation plastique suivant des processus mécaniques différents (tension ou compression uniaxiale, laminage, filage, ...) présentent un état de contrainte complexe. Cet état de contrainte résulte d'une super-

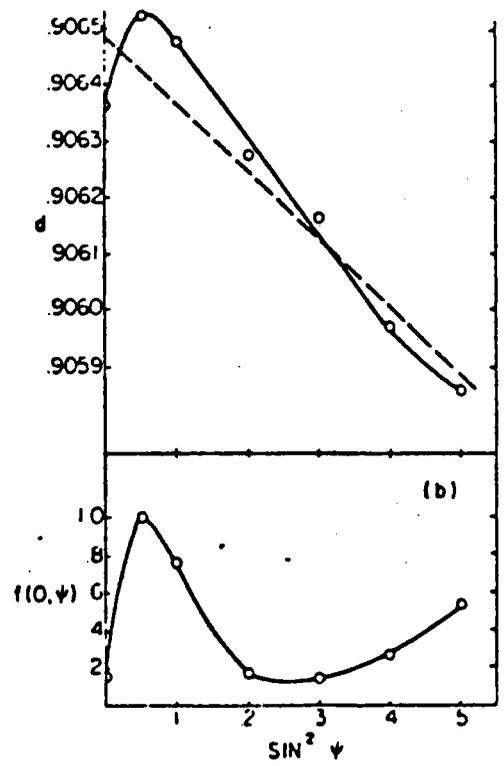
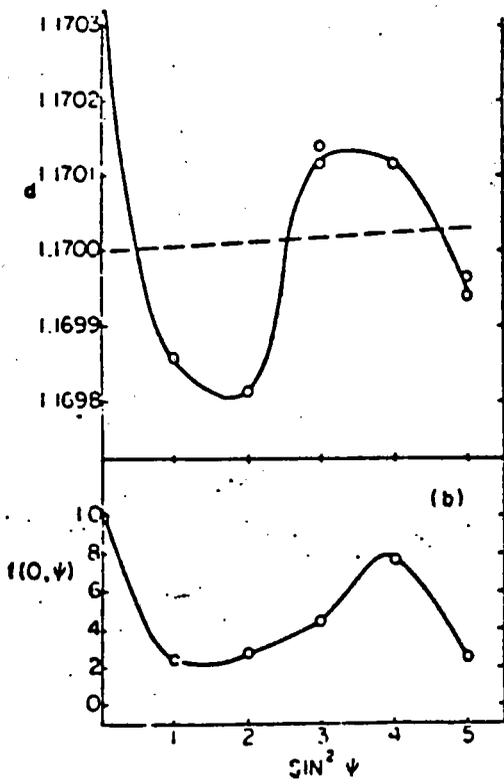


Figure 21 : Variation de l'intensité diffractée et de la déformation plan (2 1 1) Fer laminé (d'après Noyan)

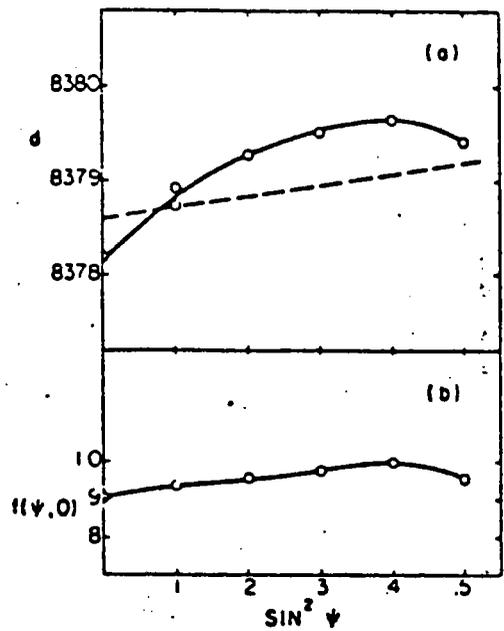
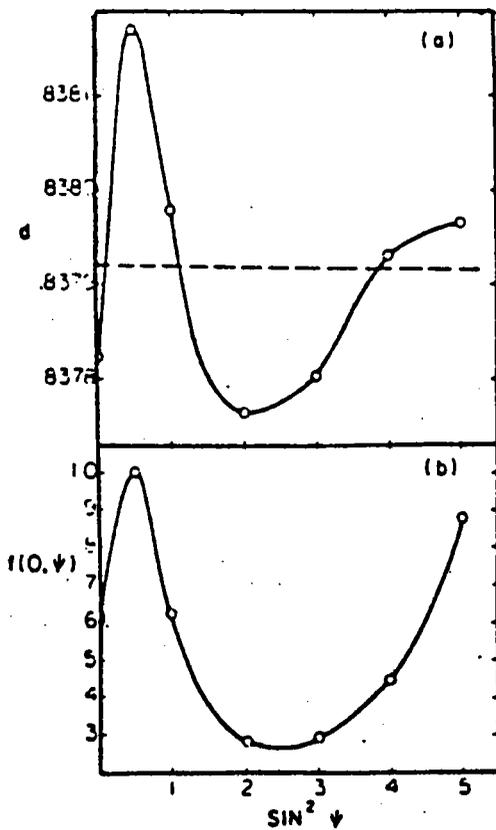


Figure 22 : Variation de la déformation et de l'intensité diffractée en fonction de $\sin^2 \psi$ pour Cu_3Au (d'après Noyan)

position des macro-contraintes et des pseudo macro-contraintes.

Pour expliquer cette superposition de contrainte, Noyan invoque la présence de zones "hard" et "soft" dans sa terminologie. Ces zones peuvent être les régions à forte et faible dislocation, les différentes phases d'un matériau bi-phasé.

La présence de ces deux zones implique l'existence de contraintes normales à la surface. En effet, lorsqu'un matériau a subi un traitement mécanique tel que sa surface, la couche superficielle, a été plastifiée, il présente dans cette zone un champ de micro-contraintes. Ces micro-contraintes sont dues aux différences de réponses aux déformations des zones "hard" et "soft". Les composantes de ce champ peuvent avoir deux comportements bien distincts :

- i. variation locale rapide à courte distance ,
- ii. variation lente, voire même valeur constante, à longue distance .

La moyenne des composantes du champ de contraintes qui varient rapidement est nulle, tandis que les composantes variant à longue distance ont des valeurs finies dans chacune des zones de l'échantillon : elles sont appelées pseudo macro-contraintes. Elles ne peuvent exister que dans la zone déformée. Le champ de contrainte global résulte alors de la superposition des pseudo macro-contraintes et des macro-contraintes. Ainsi l'expression de la déformation se voit compléter de plusieurs termes : $\langle \sigma_{33} \rangle^{pm}$, $\langle \sigma_{22} \rangle^{pm}$, $\langle \sigma_{11} \rangle^{pm}$ etc. La loi des $\sin^2 \psi$ est alors adaptée à chaque type de mesure prenant en compte l'existence des pseudo macro-contraintes. Par exemple, dans le cas d'un matériau ayant subi en surface un traitement tel que la déformation plastique totale s'écrit :

$$\epsilon_{ij}^P = \begin{pmatrix} \epsilon_{11}^P & 0 & 0 \\ 0 & \epsilon_{22}^P & 0 \\ 0 & 0 & \epsilon_{33}^P \end{pmatrix}$$

La déformation mesurée devient :

$$\epsilon_{\phi\psi}^L = \left\{ \frac{1+\nu}{E} \right\} \left\{ (\sigma_{11}^m + \langle \sigma_{11}^{pm} \rangle) \cdot \cos^2 \phi + (\sigma_{22}^m + \langle \sigma_{22}^{pm} \rangle) \cdot \sin^2 \phi - \langle \sigma_{33}^{pm} \rangle \right\} \cdot \sin^2 \psi + \left\{ \frac{1+\nu}{E} \right\} \langle \sigma_{33}^{pm} \rangle - \frac{\nu}{E} \cdot \left\{ \sigma_{11}^m + \langle \sigma_{11}^{pm} \rangle + \sigma_{22}^m + \langle \sigma_{22}^{pm} \rangle + \langle \sigma_{33}^{pm} \rangle \right\} \quad (34)$$

Les variations des pseudo macro-contraintes sont donc responsables des oscillations observées. Dans ses développements, Noyan précise qu'il néglige l'effet d'orientation des cristallites et considère que la déformation plastique est uniforme dans la zone déformée.

BIBLIOGRAPHIE ANNEXE 5:

- (1) MURA T., *Micromechanics of defects in Solids*, Martinus Nijhoff, Hague, Pays-Bas, (1982)
- (2) BARRAL M., Thèse de Doctorat, (1981), Paris
- (3) KRONER E., *Z. Phys.*, **151**, (1958), 504-518
- (4) REUSS A., *Z. Angew. Math. Mec.*, (1929), 48-81
- (5) HILL R., *Proc. Phys. Soc.*, (1952), **65(5A)**, 349-354
- (6) VOIGT W., *Lehrbuch der Kristallphysic*, Leipzig, Berlin, (1910)
- (7) HAUK V., *Advances in X-ray Analysis*, (1986), **29**, 1-15
- (8) ZHONG R.M., NOYAN I.C., COHEN J.B., *Advances in X-ray Analysis*, (1986), **29**
- (9) NOYAN I.C., *Mat. Sci. & Eng.*, (1985), **75**, 95-103
- (10) BARRAL M., LEBRUN J.L., SPRAUEL J.M., MAEDER G., *Met. Trans.*, (1986), **18A**, 1229-1238
- (11) BRAKMAN C.M., *J. Appl. Cryst.*, (1983), **16**, 325-340
- (12) BRAKMAN C.M., *J. Appl. Cryst.*, (1985), **18**, 279-295
- (13) BRAKMAN C.M., *J. Appl. Cryst.*, (1987), **20**, 479-487
- (14) BRAKMAN C.M., *Cryst. Res. Technol.* (1985), **20**, 593-618
- (15) DOLLE H., *J. Appl. Cryst.*, (1979), **12**, 489-501
- (16) NAGASHIMA S., SHIRATORI M., FUJIIU T., ICOTOM 6, (1981), **2**, 1148-1154
- (17) NAGASHIMA S., SHIRATORI M., NAGAKAWA R., *Adv. X-Ray Anal.*, (1986), **29**, 21-28
- (18) BUNGE H.J., (1969), *Mathematische Methoden der Textur-Analyse*, Berlin, Akademie verlag
- (19) HAUK V., KRUG W.H., VAESSEN G., *Z. Metallkde.*, (1981), **69**, 51-58
- (20) DOLLE H., COHEN J.B., *Met. Trans. A*, (1981), **11A**, 831-836
- (21) MARION R.H., COHEN J.B., *Adv. X-Ray Anal.*, (1975), **18**, 466-501
- (22) MARION R.H., COHEN J.B., *Adv. X-Ray Anal.*, (1977), **20**, 355-366
- (23) BRAKMAN C.M., PENNING P., ICOTOM 7, Pays-Bas, (1984) 561-566
- (24) NOYAN I.C., *Met. Trans.*, (1983), **14A**, 1907-1914
- (25) CULLITY B.D., in : *Advances in X-Ray Analysis*, **20**, 259-271
- (26) SMITH S.L., WOOD W.A., *Proc. Roy. Soc. A*, (1942), **181**, 72

EXEMPLE DE RESULTATS EN SORTIE LOGICIEL

Nous présentons :

- résultats lissage après filtrage par filtre de Fourier Aluminium 7075-T6 billé pour une mesure de contrainte (plusieurs angles ψ positifs) avec les figures en fonction de $\sin^2\psi$
- résultats analyse classique sur spectres filtrés numériquement pour une mesure de contrainte résiduelle + valeurs des contraintes
- résultats analyse classique sur spectres bruts pour une mesure de contrainte résiduelle + valeurs des contraintes
- résultats analyse lissage/séparation de raies superposées ZnO + coefficient de Fourier raie (111) + figure
- figure séparation $K_{\alpha 1}$ - $K_{\alpha 2}$ sur poudre de fer

DATE MANIPULATION : 03-MAR-89 17:10:38

ECHANTILLON : ALUMINIUM

MANIP. : 14

ALUMINIUM PECHINEY

FILTRAGE DU SPECTRE

Caracteristiques analyses :

Nom du fichier procedure : AL0005.PRO
 Nom du fichier analyse : ALF003.DBR
 Nombre de spectres : 7
 Nombre de point par spectre : 653
 Canal debut de zone d analyse CPS : 3231

```
--NPHI--Pas PHI--PHI dep--NPSI--Pas PSI--PSI dep--PSI <0>--
  1      0.00      0.00      7      8.00      0.00      0
  --HKL ----- 2 Theta ----- D0(hkl)----- Omega--
    400                146.185                10.120                0.000
```

Caracteristiques experimentales :

Calibration CPS :
 degre du polynome : 6
 0.509E+02 0.198E-01 0.147E-04 -0.136E-07 0.621E-11 -0.138E-14
 0.118E-18

Temps d acquisition : 600 secondes
 Longueur d onde : 19.370 nanometre
 Tube : FE Filtre : SF Goniometre : psi

```
Limitation      Theta-----Dtheta-----Psi-----Phi-----Coupl.
Start:          0.00      0.00      0.00      0.00      0.00
Stop :          80.00     160.00     45.00     360.00     0.00
```

Analyse et correction des profils:

```
--LPA---CBF---FOC---Ka2---ISEP---CFC---IRES---
Valeur   :      1      2      0      1      3      0      1
```

Ecretage: bruit de fond
 30.0

```
--HCOL---WCOL---HDET---WDET---VIT1---VIT2---VIT3---VIT4---OSC---
  3.0     1.5     0.0     0.0     1.00     0.00     0.50     0.50     0.00
```

Fichier resultat : AL0005.SEP

Echantillon : ALUMINIUM

Manip : 14

Phi = 0.000

Psi = 0.000

NRPT = 8

NWT = 1

Bornes : debut pic

fin pic

analyse 1

analyse 2

137.201

155.712

137.711

148.579

Surface :

- surface reele : 44324.91
 - surface lisee : 44225.50
 - surface b.f. : 9241.61

Coefficients du profil :

Intensite maxi : 96.675
 Position du maxi : 145.817
 Facteur de largeur : 22.106
 Facteur de forme : 1.680
 Facteur de symetrie : -0.424
 Surface : 5125.5
 LMH : 1.161
 Largeur integ. : 53.0
 Centroide app. : 146.164

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient A0 : 0.218E+02
 -coefficient A1 : 0.166E-01
 -coefficient A2 : -0.285E-04

Erreur standart sur les parametres :

- bruit de fond : 0.0000E+00 0.0000E+00
 - profil : 1 0.1873E+02 0.6531E+02 0.6213E+02 0.5864E+03 0.1885E+04

Coefficients de reliabilite :

- ecart type residuel : 0.323E+01
 - coefficient Rp : 0.225E-02
 - coefficient WRp : 0.278E-01

Matrice de correlation profil : 1

1.00000	-.00069	0.65921	-.58521	-.52547
-.00069	1.00000	-.00214	0.00382	-.53566
0.65921	-.00214	1.00000	-.98097	-.79375
-.58521	0.00382	-.98097	1.00000	0.77406
-.52547	-.53566	-.79375	0.77406	1.00000

LMPC

STRESSCPS

Echantillon : ALUMINIUM

Manip : 14

Phi = 0.000

Psi = 8.000

NRPT = 8

NWT = 1

Bornes : debut pic

fin pic

analyse 1

analyse 2

137.201

155.712

143.340

147.846

Surface :

- surface reele : 16859.36
- surface lisee : 16864.23
- surface b.f. : 634.79

Coefficients du profil :

Intensite maxi : 17.223
Position du maxi : 145.944
Facteur de largeur : 48.277
Facteur de forme : 3.581
Facteur de symetrie : -0.201
Surface : 964.2
LMH : 1.350
Largeur integ. : 56.0
Centroide app. : 146.061

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient A0 : 0.351E+01
-coefficient A1 : 0.683E-02
-coefficient A2 : -0.996E-05

Erreur standart sur les parametres :

- bruit de fond : 0.0000E+00 0.0000E+00
- profil : 1 0.9304E+01 0.5068E+01 0.2659E+01 0.2113E+02 0.1188E+03

Coefficients de reliabilite :

- ecart type residuel : 0.148E+01
- coefficient Rp : -0.324E-03
- coefficient WRp : 0.139E-01

Matrice de correlation profil : 1

1.00000	-.00135	0.61928	-.58385	-.46333
-.00135	1.00000	-.00746	0.00976	-.60565
0.61928	-.00746	1.00000	-.99560	-.73879
-.58385	0.00976	-.99560	1.00000	0.73122
-.46333	-.60565	-.73879	0.73122	1.00000

Echantillon : ALUMINIUM

Manip : 14

Phi = 0.000

Psi = 16.000

NRPT = 8

NWT = 1

Bornes : debut pic

fin pic

analyse 1

analyse 2

137.201

155.712

144.034

148.994

Surface :

- surface reele : 22418.75

- surface lisee : 22407.10

- surface b.f. : 3821.60

Coefficients du profil :

Intensite maxi : 86.353

Position du maxi : 145.867

Facteur de largeur : 16.827

Facteur de forme : 1.004

Facteur de symetrie : -0.404

Surface : 5107.1

LMH : 1.208

Largeur integ. : 59.1

Centroide app. : 146.131

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient A0 : 0.213E+02

-coefficient A1 : 0.928E-02

-coefficient A2 : -0.157E-04

Erreur standart sur les parametres :

- bruit de fond : 0.0000E+00 0.0000E+00

- profil : 1 0.2506E+02 0.7061E+02 0.8908E+02 0.1292E+04 0.1990E+04

Coefficients de reliabilite :

- ecart type residuel : 0.415E+01

- coefficient Rp : 0.697E-03

- coefficient WRp : 0.314E-01

Matrice de correlation profil : .1

1.00000	-.00009	0.70867	-.61004	-.56102
-.00009	1.00000	-.00031	0.00053	-.52685
0.70867	-.00031	1.00000	-.96828	-.79128
-.61004	0.00053	-.96828	1.00000	0.76562
-.56102	-.52685	-.79128	0.76562	1.00000

Echantillon : ALUMINIUM

Manip : 14

Phi = 0.000

Psi = 32.000

NRPT = 8

NWT = 1

Bornes : debut pic

fin pic

analyse 1

analyse 2

137.201

155.712

141.910

153.940

Surface :

- surface reele : 49077.59
 - surface lisee : 48955.30
 - surface b.f. : 8756.45

Coefficients du profil :

Intensite maxi : 85.396
 Position du maxi : 145.935
 Facteur de largeur : 14.202
 Facteur de forme : 0.586
 Facteur de symetrie : -0.331
 Surface : 8055.3
 LMH : 1.434
 Largeur integ. : 94.3
 Centroide app. : 146.323

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient A0 : 0.226E+02
 -coefficient A1 : -0.947E-02
 -coefficient A2 : 0.124E-04

Erreur standart sur les parametres :

- bruit de fond : 0.0000E+00 0.0000E+00
 - profil : 1 0.2849E+02 0.6019E+02 0.1060E+03 0.3244E+04 0.1752E+04

Coefficients de reliabilite :

- ecart type residuel : 0.423E+01
 - coefficient Rp : 0.248E-02
 - coefficient WRp : 0.347E-01

Matrice de correlation profil : 1

1.00000	0.00060	0.78359	-.64267	-.60765
0.00060	1.00000	0.00134	-.00259	-.50394
0.78359	0.00134	1.00000	-.93249	-.77758
-.64267	-.00259	-.93249	1.00000	0.73169
-.60765	-.50394	-.77758	0.73169	1.00000

Echantillon : ALUMINIUM

Manip : 14

Phi = 0.000

Psi = 24.000

NRPT = 8

NWT = 1

Bornes : debut pic

fin pic

analyse 1

analyse 2

137.201

155.712

142.954

150.134

Surface :

- surface reele : 30645.09
 - surface lisee : 30595.45
 - surface b.f. : 5366.58

Coefficients du profil :

Intensite maxi : 78.781
 Position du maxi : 145.962
 Facteur de largeur : 18.307
 Facteur de forme : 0.880
 Facteur de symetrie : -0.335
 Surface : 5595.4
 LMH : 1.349
 Largeur integ. : 71.0
 Centroide app. : 146.221

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient A0 : 0.196E+02
 -coefficient A1 : 0.191E-01
 -coefficient A2 : -0.274E-04

Erreur standart sur les parametres :

- bruit de fond : 0.0000E+00 0.0000E+00
 - profil : 1 0.2496E+02 0.5552E+02 0.7271E+02 0.1435E+04 0.1553E+04

Coefficients de reliabilite :

- ecart type residuel : 0.391E+01
 - coefficient Rp : 0.175E-02
 - coefficient WRp : 0.314E-01

Matrice de correlation profil : 1

1.00000	-.00055	0.72353	-.61023	-.56049
-.00055	1.00000	-.00112	0.00210	-.53658
0.72353	-.00112	1.00000	-.95762	-.77302
-.61023	0.00210	-.95762	1.00000	0.73690
-.56049	-.53658	-.77302	0.73690	1.00000

LMPC

STRESSCPS

Echantillon : ALUMINIUM

Manip : 14

Phi = 0.000

Psi = 40.000

NRPT = 8

NWT = 1

Bornes : debut pic

fin pic

analyse 1

analyse 2

137.201

155.712

138.626

150.927

Surface :

- surface reele : 52180.05
 - surface lisee : 51850.44
 - surface b.f. : 10183.40

Coefficients du profil :

Intensite maxi : 91.255
 Position du maxi : 146.089
 Facteur de largeur : 15.353
 Facteur de forme : 0.582
 Facteur de symetrie : -0.167
 Surface : 8350.4
 LMH : 1.373
 Largeur integ. : 91.5
 Centroide app. : 146.269

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient A0 : 0.221E+02
 -coefficient A1 : 0.133E-01
 -coefficient A2 : -0.258E-04

Erreur standart sur les parametres :

- bruit de fond : 0.0000E+00 0.0000E+00
 - profil : 1 0.3286E+02 0.7630E+02 0.1209E+03 0.4053E+04 0.1621E+04

Coefficients de reliabilite :

- ecart type residuel : 0.498E+01
 - coefficient Rp : 0.637E-02
 - coefficient WRp : 0.409E-01

Matrice de correlation profil : 1

1.00000	-.00209	0.78452	-.64110	-.57658
-.00209	1.00000	-.00412	0.00798	-.54320
0.78452	-.00412	1.00000	-.92955	-.72763
-.64110	0.00798	-.92955	1.00000	0.65265
-.57658	-.54320	-.72763	0.65265	1.00000

LMPC

STRESSCPS

Echantillon : ALUMINIUM

Manip : 14

Phi = 0.000

Psi = 48.000

NRPT = 8

NWT = 1

Bornes : debut pic

fin pic

analyse 1

analyse 2

137.201

155.712

141.200

150.774

Surface :

- surface reele : 43462.31

- surface lisee : 43347.26

- surface b.f. : 7254.91

Coefficients du profil :

Intensite maxi : 104.287

Position du maxi : 146.167

Facteur de largeur : 13.350

Facteur de forme : 0.473

Facteur de symetrie : -0.102

Surface : 9847.3

LMH : 1.385

Largeur integ. : 94.4

Centroide app. : 146.239

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient A0 : 0.215E+02

-coefficient A1 : 0.892E-03

-coefficient A2 : -0.238E-06

Erreur standart sur les parametres :

- bruit de fond : 0.0000E+00 0.0000E+00

- profil : 1 0.3686E+02 0.9322E+02 0.1639E+03 0.6480E+04 0.1749E+04

Coefficients de reliabilite :

- ecart type residuel : 0.547E+01

- coefficient Rp : 0.276E-02

- coefficient WRp : 0.414E-01

Matrice de correlation profil : 1

1.00000	-.00197	0.81824	-.68233	-.59101
-.00197	1.00000	-.00323	0.00574	-.53903
0.81824	-.00323	1.00000	-.93381	-.71814
-.68233	0.00574	-.93381	1.00000	0.65710
-.59101	-.53903	-.71814	0.65710	1.00000

03-MAR-89/17:10

ECHANTILLON : ALUMINIUM

MANIP : 14

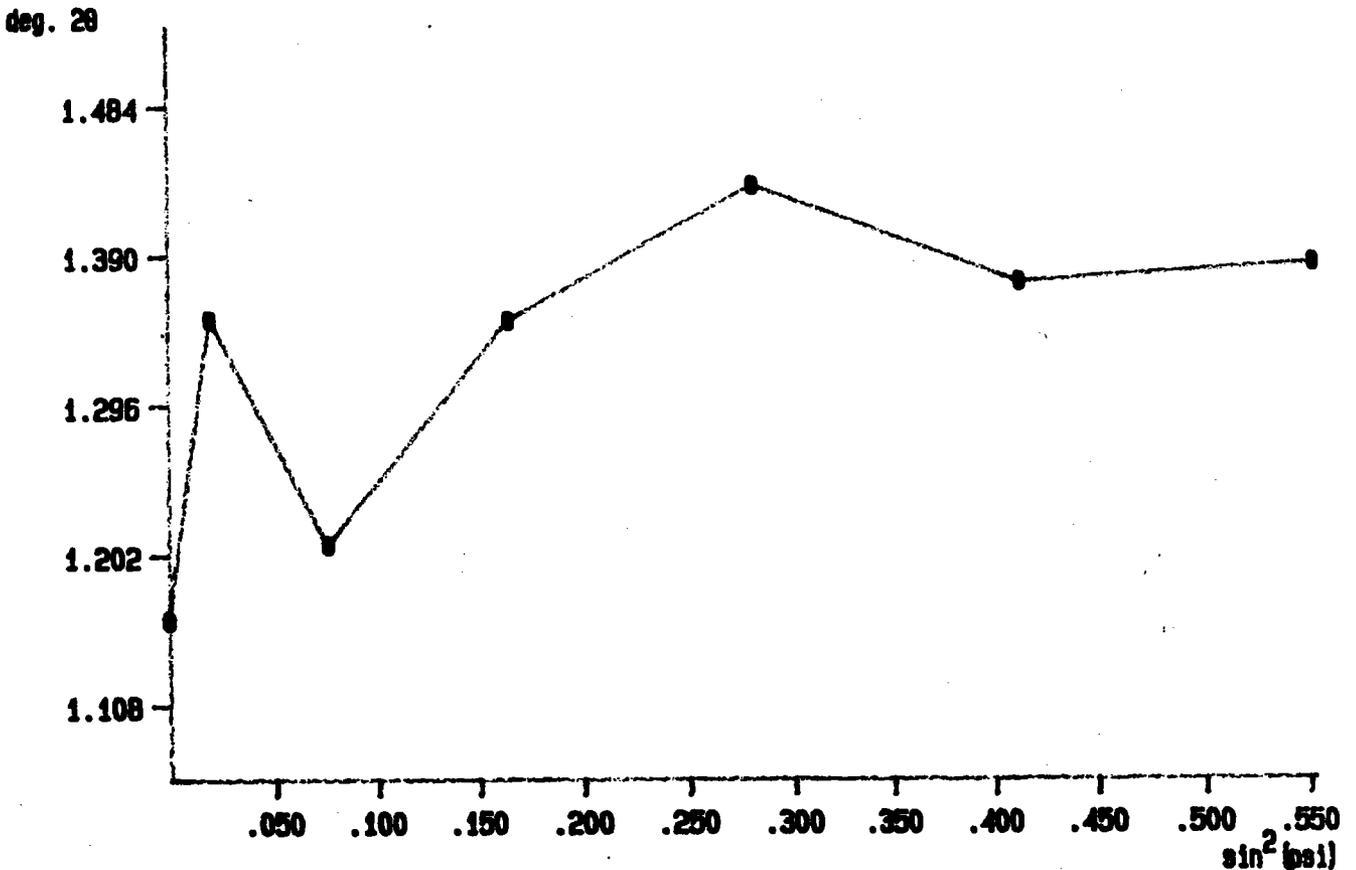
ALUMINIUM PECHINEY

FILTRAGE DU SPECTRE

-Nb.phi	-Nb.psi	-Pas phi	-Pas psi	-Phi dep	-Psi dep	-Psi <0>		
1	7	0.00	8.00	0.00	0.00	0		
-LPA	-CBF	-Ka1/2	-% BF	-%PAR	-%COR	-Alpha	-Acq	-Defoc
1	2	1	30.0	85.0	40.0	0.00	600	0
-HCOL	-WCOL	-HDET	-WDET	-TUBE	-LAMBDA	-FILT	-Gonio	
3.0	1.5	0.0	0.0	FE	19.370	SF	Psi	

Largeur a mi-hauteur fonction de \sin^2 (psi)

PHI = 0.00 PLAN : 400 TUBE : FE GONIO : Psi



0 : PSI > 0

04-MAR-89/17:25

03-MAR-89/17:10

ECHANTILLON : ALUMINIUM

MANIP : 14

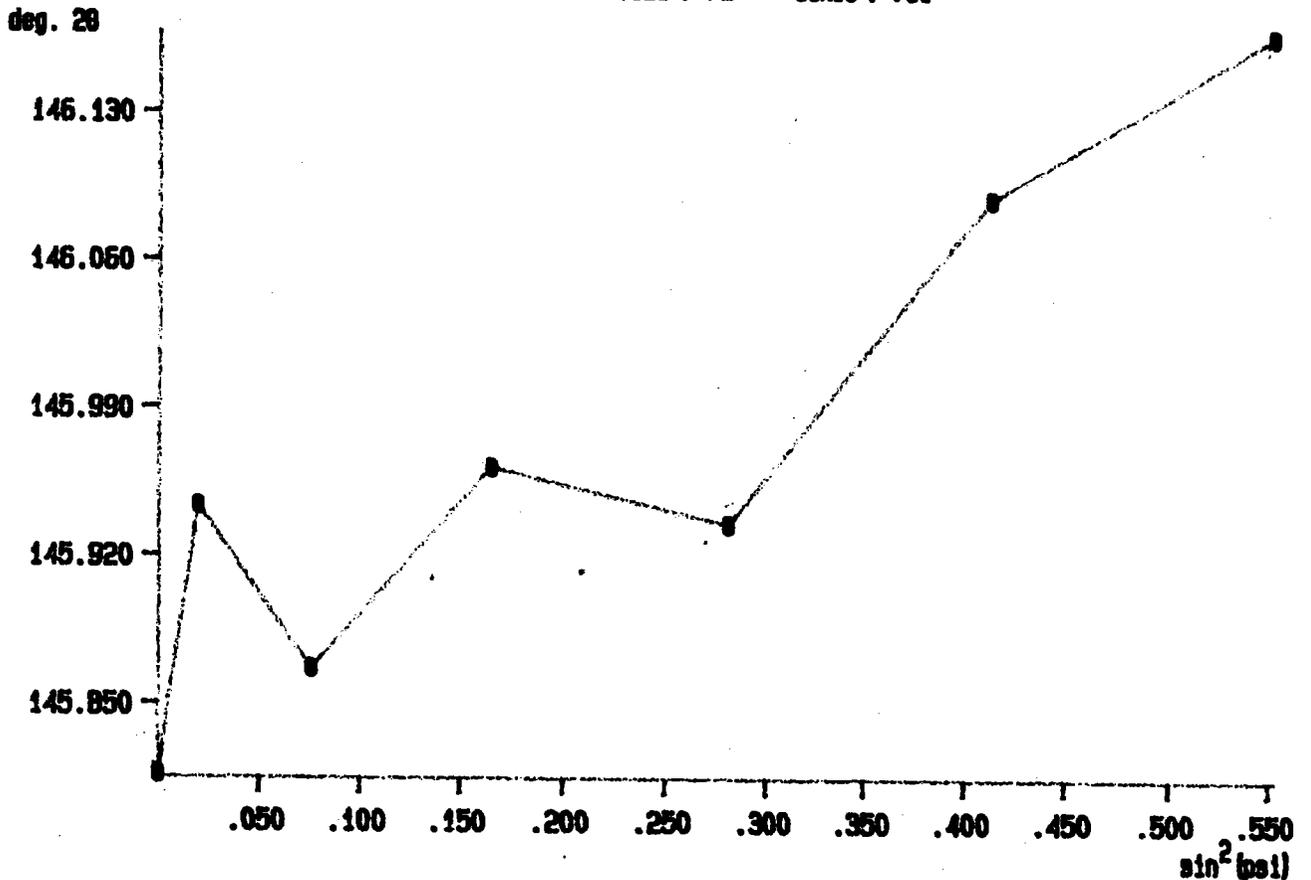
ALUMINIUM PECHINEY

FILTRAGE DU SPECTRE

-Nb.phi--	Nb.psi--	Pas phi--	Pas psi--	Phi dep--	Psi dep--	Psi <0>--		
1	7	0.00	8.00	0.00	0.00	0		
-LPA---	CBF---	Ka1/2---	% BF---	%PAR---	%COR---	Alpha---	Acq---	Defoc---
1	2	1	30.0	85.0	40.0	0.00	600	0
-HCOL---	WCOL---	HDET---	WDET---	TUBE---	LAMBDA---	FILT---	Gonio---	
3.0	1.5	0.0	0.0	FE	19.370	SF	Psi	

Position du maximum lisse fonction de $\sin^2(\psi)$

PHI = 0.00 PLAN : 400 TUBE : FE GONIO : Psi



θ : PSI > 0

LMPC

04-MAR-89/17:25

03-MAR-89/17:10

ECHANTILLON : ALUMINIUM

MANIP : 14

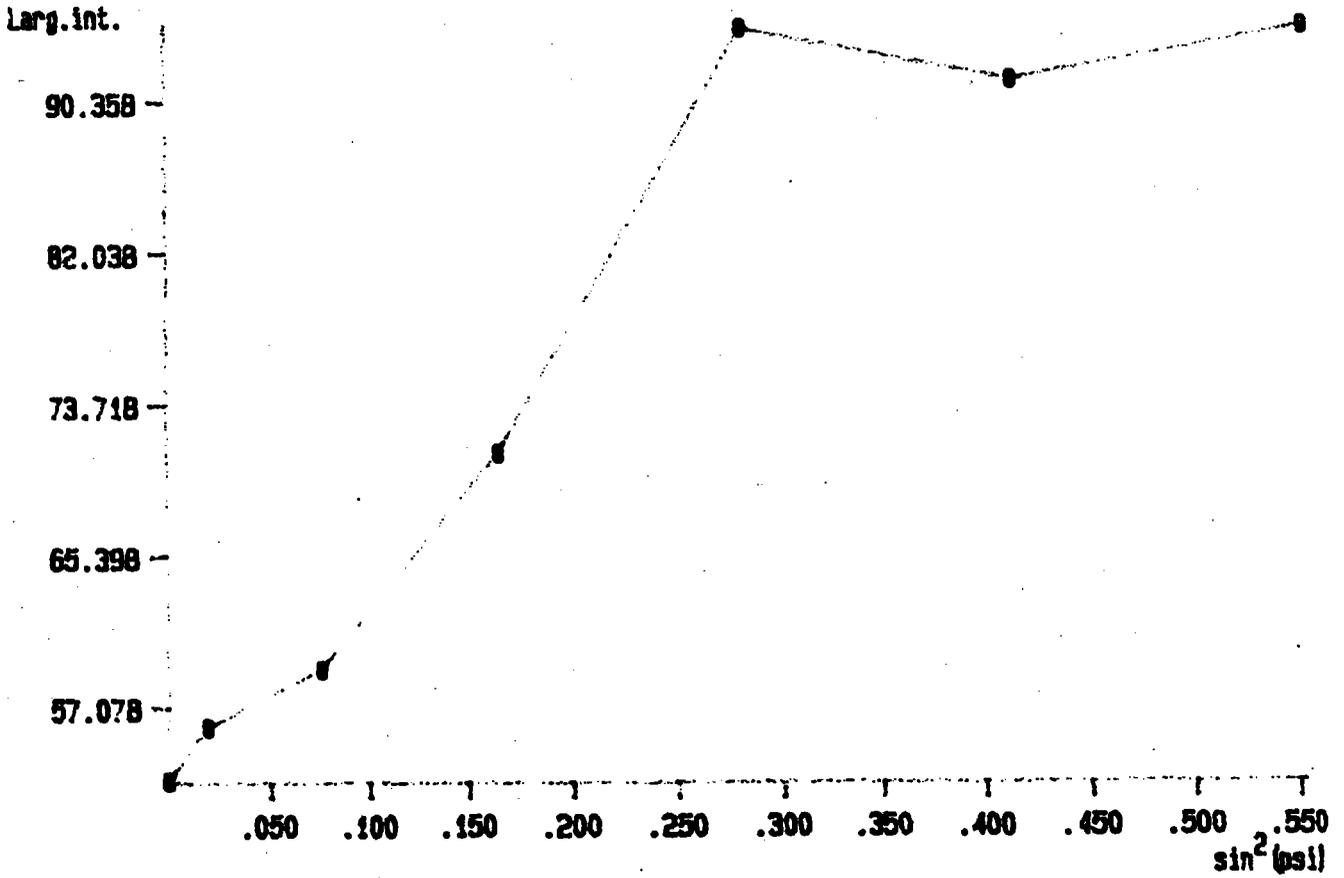
ALUMINIUM PECHNEY

FILTRAGE DU SPECTRE

-Nb.phi	-Nb.psi	-Pas phi	-Pas psi	-Phi dep	-Psi dep	-Psi <0>		
1	7	0.00	8.00	0.00	0.00	0		
-LPA	-CBF	-Ka1/2	-% BF	-%PAR	-%COR	-Alpha	-Acq	-Defoc
1	2	1	30.0	85.0	40.0	0.00	600	0
-HCOL	-WCOL	-HDET	-WDET	-TUBE	-LAMBDA	-FILT	-Gonio	
3.0	1.5	0.0	0.0	FE	19.370	SF	Psi	

Intensite integree (UA) fonction de sin² (psi)

PHI = 0.00 PLAN : 400 TUBE : FE GONIO : Psi



θ : PSI > 0

LAPC

18:31:26 08-MAR-89

DATE MANIPULATION : 08-MAR-89 18:17:15

ECHANTILLON : ALUMINIUM

MANIP. : 11

ALUMINIUM PECHINEY

SPECTRE FILTRE

Caracteristiques analyses :

Nom du fichier procedure : AL0011.PRO
 Nom du fichier analyse psi > 0 : MPF0251.DBR
 Nom du fichier analyse psi < 0 : MNF251.DBR
 Nombre de mesures : 9
 Nombre de point par spectre : 556
 Canal debut de zone d analyse CPS : 3268

---NPHI---	Pas PHI	---PHI dep---	NPSI	Pas PSI	---PSI dep---	PSI <0>	---
1	0.00	0.00	5	15.00	0.00	1	
	---HKL -----		2 Theta	D0(hkl)		Omega---	
	400		146.185		10.120		73.090

Caracteristiques experimentales :

Calibration CPS :
 degre du polynome : 6
 0.509E+02 0.198E-01 0.147E-04 -0.136E-07 0.621E-11 -0.138E-14
 0.118E-18

Temps d acquisition : 600 secondes
 Longueur d onde : 19.373 nanometre
 Tube : FE Filtre : SF Goniometre : psi

Limitation	Theta-----	Dtheta-----	Psi-----	Phi-----	Coupl.
Start:	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Stop :	80.00	160.00	45.00	360.00	0.00

Analyse et correction des profils:

Valeur	---	LPA---	CBF---	FOC---	Ka2---	ISEP---	CFC---	IRES---
:	1	1	0	0	0	0	0	1

Ecretage: corde bruit de fond parabole
 70.0 % 40.0 % 85.0 %

---HCOL---	WCOL---	HDET---	WDET---	VIT1---	VIT2---	VIT3---	VIT4---	OSC---
1.5	1.5	0.0	0.0	1.00	0.00	0.50	0.50	0.00

Fichier resultat psi > 0 : MPF0251.RES
 Fichier resultat psi < 0 : MNF251.RES

Resultats spectre numero: 1

Phi = 0.000 Psi = 0.000 Echantillon : ALUMINIUM Manip : 11

Bornes : debut pic	fin pic	analyse 1	analyse 2
138.196	153.711	143.923	148.609

Positions en degre 2theta :

Maxi canal :	145.748
Maxi parabole :	145.765
Milieu de corde :	145.768
Centroide appr. :	146.036

Largeur a mi-hauteur	1.301
Largeur niveau corde	0.745

Surface reelle : 5662.5

Nombre de point parabole:	21
Facteur de forme:	0.8317859
Largeur integ. :	58.055
Intensite maxi :	97.578

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient a :	0.211E+02
-coefficient b :	0.234E-02
-coefficient c :	0.000E+00

Erreur centroide :	0.349E-05
Erreur maximum :	0.863E-08

Resultats spectre numero: 2

Phi = 0.000 Psi = 15.000

Echantillon : ALUMINIUM

Manip : 11

Bornes : debut pic	fin pic	analyse 1	analyse 2
138.196	153.711	143.867	149.083

Positions en degre 2theta :

Maxi canal :	145.776
Maxi parabole :	145.792
Milieu de corde :	145.810
Centroide appr. :	146.087

Largeur a mi-hauteur	1.294
Largeur niveau corde	0.850

Surface reelle : 4885.8

Nombre de point parabole:	19
Facteur de forme:	0.7875624
Largeur integ. :	60.976
Intensite maxi :	80.170

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient a :	0.213E+02
-coefficient b :	0.169E-02
-coefficient c :	0.000E+00

Erreur centroide :	0.803E-05
Erreur maximum :	0.277E-08

Resultats spectre numero: 3

Phi = 0.000 Psi = 30.000

Echantillon : ALUMINIUM

Manip : 11

Bornes : debut pic	fin pic	analyse 1	analyse 2
138.196	153.711	144.257	147.700

Positions en degre 2theta :

Maxi canal	:	145.776
Maxi parabole	:	145.773
Milieu de corde	:	145.926
Centroide appr.	:	145.996

Largeur a mi-hauteur	1.302
Largeur niveau corde	0.929

Surface reelle : 3743.3

Nombre de point parabole:	13
Facteur de forme:	0.9238249
Largeur integ.	52.315
Intensite maxi	71.655

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient a :	0.214E+02
-coefficient b :	0.484E-02
-coefficient c :	0.000E+00

Erreur centroide :	0.173E-04
Erreur maximum :	0.743E-10

Resultats spectre numero: 4

Phi = 0.000 Psi = 45.000

Echantillon : ALUMINIUM

Manip : 11

Bornes : debut pic	fin pic	analyse 1	analyse 2
138.196	153.711	143.534	148.934

Positions en degre 2theta :

Maxi canal	:	146.089
Maxi parabole	:	146.051
Milieu de corde	:	146.097
Centroide appr.	:	146.276

Largeur a mi-hauteur	1.440
Largeur niveau corde	0.912

Surface reelle :	3701.8
------------------	--------

Nombre de point parabole:	21
Facteur de forme:	0.8473672
Largeur integ. :	63.024
Intensite maxi :	58.745

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient a :	0.222E+02
-coefficient b :	0.120E-02
-coefficient c :	0.000E+00

Erreur centroide. :	0.225E-04
Erreur maximum :	0.592E-08

Resultats spectre numero: 5

Phi = 0.000 Psi = 60.000

Echantillon : ALUMINIUM

Manip : 11

Bornes : debut pic	fin pic	analyse 1	analyse 2
138.196	153.711	142.376	149.771

Positions en degre 2theta :

Maxi canal	:	146.032
Maxi parabole	:	146.137
Milieu de corde	:	146.108
Centroide appr.	:	146.319

Largeur a mi-hauteur	1.504
Largeur niveau corde	1.140

Surface reelle : 4333.5

Nombre de point parabole:	21
Facteur de forme:	0.7458323
Largeur integ.	74.797
Intensite maxi	57.963

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient a :	0.218E+02
-coefficient b :	0.166E-02
-coefficient c :	0.000E+00

Erreur centroide :	0.200E-04
Erreur maximum :	0.143E-07

Resultats spectre numero: 1

Phi = 0.000 Psi = -15.000

Echantillon : ALUMINIUM

Manip : 11

Bornes : debut pic	fin pic	analyse 1	analyse 2
138.196	153.711	144.229	147.381

Positions en degre 2theta :

Maxi canal	:	145.833
Maxi parabole	:	145.839
Milieu de corde	:	145.870
Centroide appr.	:	145.915

Largeur a mi-hauteur	1.284
Largeur niveau corde	0.823

Surface reelle : 2149.4

Nombre de point parabole:	15
Facteur de forme:	0.9529336
Largeur integ.	49.983
Intensite maxi	43.033

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient a :	0.106E+02
-coefficient b :	0.216E-02
-coefficient c :	0.000E+00

Erreur centroide :	0.889E-04
Erreur maximum :	0.168E-09

Resultats spectre numero: 2

Phi = 0.000 Psi = -30.000 Echantillon : ALUMINIUM Manip : 11

Bornes : debut pic	fin pic	analyse 1	analyse 2
138.196	153.711	144.201	148.816

Positions en degre 2theta :

Maxi canal	:	145.805
Maxi parabole	:	145.867
Milieu de corde	:	145.941
Centroide appr.	:	146.174

Largeur a mi-hauteur	1.348
Largeur niveau corde	0.676

Surface reelle : 4479.5

Nombre de point parabole:	19
Facteur de forme:	0.8556297
Largeur integ. :	58.450
Intensite maxi :	76.686

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient a :	0.220E+02
-coefficient b :	0.144E-03
-coefficient c :	0.000E+00

Erreur centroide :	0.243E-04
Erreur maximum :	0.499E-08

Resultats spectre numero: 3

Phi = 0.000 Psi = -45.000

Echantillon : ALUMINIUM

Manip : 11

Bornes : debut pic	fin pic	analyse 1	analyse 2
138.196	153.711	142.486	149.202

Positions en degre 2theta :

Maxi canal	:	146.032
Maxi parabole	:	145.944
Milieu de corde	:	146.079
Centroide appr.	:	146.214

Largeur a mi-hauteur	1.220
Largeur niveau corde	0.919

Surface reelle : 4370.3

Nombre de point parabole:	19
Facteur de forme:	0.6895623
Largeur integ.	65.660
Intensite maxi	66.611

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient a :	0.221E+02
-coefficient b :	0.566E-03
-coefficient c :	0.000E+00

Erreur centroide :	0.291E-04
Erreur maximum :	0.595E-08

Resultats spectre numero: 4

Phi = 0.000 Psi = -60.000 Echantillon : ALUMINIUM Manip : 11

Bornes : debut pic	fin pic	analyse 1	analyse 2
138.196	153.711	144.425	149.501

Positions en degre 2theta :

Maxi canal :	146.060
Maxi parabole :	146.075
Milieu de corde :	146.223
Centroide appr. :	146.479

Largeur a mi-hauteur	1.472
Largeur niveau corde	0.756

Surface reelle : 3984.4

Nombre de point parabole:	13
Facteur de forme:	0.8793074
Largeur integ. :	62.101
Intensite maxi :	64.220

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient a :	0.221E+02
-coefficient b :	0.119E-02
-coefficient c :	0.000E+00

Erreur centroide :	0.379E-04
Erreur maximum :	0.813E-10



18:31:15 08-MAR-89

DATE MANIPULATION : 08-MAR-89 18:17:15

Echantillon : ALUMINIUM Manip : 11

ALUMINIUM PECHINEY

SPECTRE FILTRE

--NPHI--	Pas PHI	PHI dep	NPSI	Pas PSI	PSI dep	PSI <0>	
1	0.00	0.00	5	15.00	0.00	1	
	--HKL		2 Theta		D0(hkl)		Omega
	400		146.185		10.120		73.09

Analyse et correction des profils:

	--LPA--	CBF	FOC	Ka2	ISEP	CFC
Valeur :	1	1	0	0	0	0

Constantes elastiques (modele : Voigt) :

S1(400) = -0.464E-05
S2(400) = 0.367E-04

Contrainte calculee avec la position du MAXIMUM LISSAGE en MPa

Phi = 0.00 Contrainte : -0.545E+02 Erreur : 0.288E+00

Constantes elastiques (modele : Voigt) :

S1(400) = -0.464E-05
S2(400) = 0.367E-04

Contrainte calculee avec la position du CENTROIDE APPROCHE en MPa

Phi = 0.00 Contrainte : -0.926E+02 Erreur : 0.183E+02

Constantes elastiques (modele : Voigt) :

S1(400) = -0.464E-05
S2(400) = 0.367E-04

Contrainte calculee avec la position du MILIEU DE CORDE en MPa

Phi = 0.00 Contrainte : -0.832E+02 Erreur : 0.183E+02

LMPC

STRESSCPS

18:10:12 08-MAR-89

DATE MANIPULATION : 08-MAR-89 17:49:56

ECHANTILLON : ALUMINIUM

MANIP. : 10

ALUMINIUM PECHINEY

SPECTRE BRUT

Caracteristiques analyses :

Nom du fichier procedure : AL0010.PRO
 Nom du fichier analyse psi > 0 : MP0251.DBR
 Nom du fichier analyse psi < 0 : MN0251.DBR
 Nombre de mesures : 9
 Nombre de point par spectre : 556
 Canal debut de zone d analyse CPS : 3268

--NPHI--Pas PHI--PHI dep--NPSI--Pas PSI--PSI dep--PSI <0>--
 1 0.00 0.00 5 15.00 0.00 1
 --HKL ----- 2 Theta ----- D0(hkl)----- Omega--
 400 146.185 10.120 73.090

Caracteristiques experimentales :

Calibration CPS :
 degre du polynome : 6
 0.509E+02 0.198E-01 0.147E-04 -0.136E-07 0.621E-11 -0.138E-14
 0.118E-18

Temps d acquisition : 600 secondes
 Longueur d onde : 19.373 nanometre
 Tube : FE Filtre : SF Goniometre : psi

Limitation Theta-----Dtheta-----Psi-----Phi-----Coupl.
 Start: 0.00 0.00 0.00 0.00 0.00
 Stop : 80.00 160.00 45.00 360.00 0.00

Analyse et correction des profils:

--LPA----CBF----FOC----Ka2----ISEP----CFC----IRES--
 Valeur : 0 1 0 0 0 0 1

Ecretage: corde bruit de fond parabole
 60.0 % 30.0 % 85.0 %

--HCOL----WCOL----HDET----WDET----VIT1----VIT2----VIT3----VIT4----OSC--
 1.5 1.5 0.0 0.0 1.00 0.00 0.50 0.50 0.00

Fichier resultat psi > 0 : MP0251.RES
 Fichier resultat psi < 0 : MN0251.RES

Resultats spectre numero: 1

Phi = 0.000 Psi = 0.000 Echantillon : ALUMINIUM Manip : 10

Bornes : debut pic	fin pic	analyse 1	analyse 2
138.196	153.711	138.707	148.609

Positions en degre 2theta :

Maxi canal	:	145.748
Maxi parabole	:	145.735
Milieu de corde	:	145.822
Centroide appr.	:	145.856

Largeur a mi-hauteur	0.783
Largeur niveau corde	0.593

Surface reelle : 5007.3

Nombre de point parabole:	5
Facteur de forme:	0.5912986
Largeur integ.	49.197
Intensite maxi	102.095

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient a :	0.239E+02
-coefficient b :	-0.361E-02
-coefficient c :	0.000E+00

Erreur centroide :	0.103E-05
Erreur maximum :	0.183E-13

Resultats spectre numero: 2

Phi = 0.000 Psi = 15.000 Echantillon : ALUMINIUM Manip : 10

Bornes : debut pic	fin pic	analyse 1	analyse 2
138.196	153.711	142.678	148.668

Positions en degre 2theta :

Maxi canal	:	145.861
Maxi parabole	:	145.811
Milieu de corde	:	145.922
Centroide appr.	:	145.986

Largeur a mi-hauteur	0.905
Largeur niveau corde	0.951

Surface reelle : 4159.6

Nombre de point parabole:	17
Facteur de forme:	0.6595730
Largeur integ.	50.970
Intensite maxi	81.803

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient a :	0.216E+02
-coefficient b :	0.206E-02
-coefficient c :	0.000E+00

Erreur centroide :	0.522E-05
Erreur maximum :	0.132E-08

Resultats spectre numero: 3

Phi = 0.000 Psi = 30.000

Echantillon : ALUMINIUM

Manip : 10

Bornes : debut pic	fin pic	analyse 1	analyse 2
.138.196	153.711	138.600	147.671

Positions en degre 2theta :

Maxi canal :	145.833
Maxi parabole :	145.830
Milieu de corde :	145.723
Centroide appr. :	145.779

Largeur a mi-hauteur	0.680
Largeur niveau corde	0.337

Surface reelle : 3243.3

Nombre de point parabole:	5
Facteur de forme:	0.6730009
Largeur integ. :	37.544
Intensite maxi :	86.583

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient a :	0.255E+02
-coefficient b :	-0.390E-02
-coefficient c :	0.000E+00

Erreur centroide :	0.103E-04
Erreur maximum :	0.659E-14

Resultats spectre numero: 4

Phi = 0.000 Psi = 45.000 Echantillon : ALUMINIUM Manip : 10

Bornes : debut pic	fin pic	analyse 1	analyse 2
138.196	153.711	143.562	148.550

Positions en degre 2theta :

Maxi canal :	146.146
Maxi parabole :	146.132
Milieu de corde :	145.913
Centroide appr. :	146.233

Largeur a mi-hauteur	1.156
Largeur niveau corde	0.490

Surface reelle : 3039.6

Nombre de point parabole:	5
Facteur de forme:	0.8674050
Largeur integ. :	49.462
Intensite maxi :	62.255

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient a :	0.222E+02
-coefficient b :	0.196E-02
-coefficient c :	0.000E+00

Erreur centroide :	0.133E-04
Erreur maximum :	0.133E-13

Resultats spectre numero: 5

Phi = 0.000 Psi = 60.000

Echantillon : ALUMINIUM

Manip : 10

Bornes : debut pic	fin pic	analyse 1	analyse 2
138.196	153.711	142.733	148.197

Positions en degre 2theta :

Maxi canal :	146.089
Maxi parabole :	146.101
Milieu de corde :	145.928
Centroide appr. :	146.153

Largeur a mi-hauteur	0.930
Largeur niveau corde	1.015

Surface reelle : 3265.1

Nombre de point parabole:	5
Facteur de forme:	0.6521064
Largeur integ. :	52.979
Intensite maxi :	61.981

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient a :	0.219E+02
-coefficient b :	0.389E-02
-coefficient c :	0.000E+00

Erreur centroide :	0.130E-04
Erreur maximum :	0.110E-13

Resultats spectre numero: 1

Phi = 0.000 Psi = -15.000

Echantillon : ALUMINIUM

Manip : 10

Bornes : debut pic	fin pic	analyse 1	analyse 2
138.196	153.711	138.707	147.323

Positions en degre 2theta :

Maxi canal	:	145.861
Maxi parabole	:	145.876
Milieu de corde	:	145.987
Centroide appr.	:	145.666

Largeur a mi-hauteur	0.814
Largeur niveau corde	1.016

Surface reelle : 1893.1

Nombre de point parabole:	5
Facteur de forme:	0.6939760
Largeur integ.	43.569
Intensite maxi	43.734

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient a :	0.133E+02
-coefficient b :	-0.374E-02
-coefficient c :	0.000E+00

Erreur centroide :	0.415E-04
Erreur maximum :	0.853E-14

Resultats spectre numero: 2

Phi = 0.000 Psi = -30.000

Echantillon : ALUMINIUM

Manip : 10

Bornes : debut pic	fin pic	analyse 1	analyse 2
138.196	153.711	143.895	147.555

Positions en degre 2theta :

Maxi canal	: 145.805
Maxi parabole	: 145.735
Milieu de corde	: 145.749
Centroide appr.	: 145.975

Largeur a mi-hauteur	0.273
Largeur niveau corde	0.239

Surface reelle : 3482.0

Nombre de point parabole:	5
Facteur de forme:	0.2439429
Largeur integ.	41.644
Intensite maxi	84.164

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient a :	0.221E+02
-coefficient b :	0.243E-02
-coefficient c :	0.000E+00

Erreur centroide :	0.139E-04
Erreur maximum :	0.197E-12

Resultats spectre numero: 3

Phi = 0.000 Psi = -45.000 Echantillon : ALUMINIUM Manip : 10

Bornes : debut pic	fin pic	analyse 1	analyse 2
138.196	153.711	143.673	148.786

Positions en degre 2theta :

Maxi canal	:	146.089
Maxi parabole	:	146.039
Milieu de corde	:	145.783
Centroide appr.	:	146.241

Largeur a mi-hauteur	2.154
Largeur niveau corde	0.263

Surface reelle : 3478.9

Nombre de point parabole:	9
Facteur de forme:	1.5346695
Largeur integ.	52.002
Intensite maxi	67.349

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient a :	0.223E+02
-coefficient b :	0.109E-02
-coefficient c :	0.000E+00

Erreur centroide :	0.164E-04
Erreur maximum :	0.844E-11

Resultats spectre numero: 4

Phi = 0.000 Psi = -60.000

Echantillon : ALUMINIUM

Manip : 10

Bornes : debut pic	fin pic	analyse 1	analyse 2
138.196	153.711	142.513	148.520

Positions en degre 2theta :

Maxi canal	:	146.089
Maxi parabole	:	146.075
Milieu de corde	:	146.049
Centroide appr.	:	146.207

Largeur a mi-hauteur	1.326
Largeur niveau corde	1.155

Surface reelle : 3384.1

Nombre de point parabole:	5
Facteur de forme:	0.8885581
Largeur integ.	55.379
Intensite maxi	61.166

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient a :	0.220E+02
-coefficient b :	0.288E-02
-coefficient c :	0.000E+00

Erreur centroide :	0.188E-04
Erreur maximum :	0.139E-13

18:09:42 08-MAR-89

DATE MANIPULATION : 08-MAR-89 17:49:56

Echantillon : ALUMINIUM Manip : 10

ALUMINIUM PECHINEY

SPECTRE BRUT

--NPHI--	Pas PHI	PHI dep	NPSI	Pas PSI	PSI dep	PSI <0>	
1	0.00	0.00	5	15.00	0.00	1	
	--HKL		2 Theta		D0(hkl)		Omega
	400		146.185		10.120		73.09

Analyse et correction des profils:

	--LPA--	CBF	FOC	Ka2	ISEP	CFC
Valeur :	0	1	0	0	0	0

Constantes elastiques (modele : Voigt) :

$$S1(400) = -0.464E-05$$

$$S2(400) = 0.367E-04$$

Contrainte calculee avec la position du CENTROIDE APPROCHE en MPa

Phi = 0.00 Contrainte : -0.995E+02 Erreur : 0.132E+02

Constantes elastiques (modele : Voigt) :

$$S1(400) = -0.464E-05$$

$$S2(400) = 0.367E-04$$

Contrainte calculee avec la position du CENTROIDE APPROCHE en MPa

Phi = 0.00 Contrainte : -0.995E+02 Erreur : 0.186E+02

Constantes elastiques (modele : Voigt) :

$$S1(400) = -0.464E-05$$

$$S2(400) = 0.367E-04$$

Contrainte calculee avec la position du MAXIMUM LISSAGE en MPa

Phi = 0.00 Contrainte : -0.643E+02 Erreur : 0.186E+02

Constantes elastiques (modele : Voigt) :

S1(400) = -0.464E-05

S2(400) = 0.367E-04

Contrainte calculee avec la position du MILIEU DE CORDE en MPa

Phi = 0.00 Contrainte : -0.209E+02 Erreur : 0.186E+02

10:18:58 22-MAR-89

DATE MANIPULATION : 22-MAR-89 09:55:47

ECHANTILLON : ZNO

MANIP. : 1

LISSAGE MASSIF ZNO exZN(OH)2

RAIES: 200/112/201

Caracteristiques analyses :

Nom du fichier procedure : ZNO001.PRO
 Nom du fichier analyse : ZNO001.DBR
 Nombre de spectres : 1
 Nombre de point par spectre : 401
 Canal debut de zone d analyse CPS : 2750

--NPHI--	Pas PHI	PHI dep	--NPSI--	Pas PSI	PSI dep	PSI <0>	
1	0.00	0.00	1	0.00	0.00	0	
	--HKL		2	Theta		D0(hkl)	Omega
	112			89.243		0.138	20.000

Caracteristiques experimentales :

Calibration CPS :
 degre du polynome :5
 -0.102E+02 0.813E-01 -0.554E-04 0.267E-07 -0.616E-11 0.546E-15

Temps d acquisition : 3600 secondes
 Longueur d onde : 0.194 nanometre
 Tube : FE Filtre : SF Goniometre : psi

Limitation	Theta	Dtheta	Psi	Phi	Coupl.
Start:	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Stop :	80.00	160.00	45.00	360.00	0.00

Analyse et correction des profils:

Valeur	--LPA--	CBF	FOC	Ka2	ISEP	CFC	IRES
:	0	1	0	1	3	0	1

Ecretage: bruit de fond
 10.0

--HCOL--	WCOL	HDET	WDET	VIT1	VIT2	VIT3	VIT4	OSC
3.0	1.5	0.0	0.0	1.00	0.00	0.50	0.50	0.00

Fichier resultat : ZNO001.RES

Echantillon : ZNO

Manip : 1

Phi = 0.000

Psi = 0.000

NRPT = 8

NWT = 2

Bornes : debut pic

fin pic

analyse 1

analyse 2

84.573

94.906

85.627

93.047

Surface :

- surface reele : 146281.08
 - surface lisee : 145848.94
 - surface b.f. : 32338.63

Coefficients du profil :

Intensite maxi :	392.585	2158.255	967.318
Position du maxi :	86.987	89.252	90.869
Facteur de largeur :	17.038	21.851	22.716
Facteur de forme :	1.809	2.168	2.097
Facteur de symetrie :	-0.204	-0.015	-0.121
Surface :	12695.4	70150.8	35402.7
LMH :	0.711	0.731	0.822
Largeur integ. :	32.3	32.5	36.6
Centroide app. :	87.069	89.257	90.919

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient A0 : 0.121E+03
 -coefficient A1 : -0.279E-01
 -coefficient A2 : 0.000E+00

Erreur standart sur les parametres :

- bruit de fond :	0.0000E+00	0.0000E+00			
- profil : 1	0.2348E+00	0.5927E+01	0.5285E+01	0.3668E+02	0.8200E+0
- profil : 2	0.1173E+00	0.1687E+02	0.1340E+02	0.9829E+02	0.2007E+0
- profil : 3	0.1745E+00	0.9641E+01	0.7882E+01	0.6126E+02	0.1621E+0

Coefficients de reliabilite :

- ecart type residuel : 0.225E+02
 - coefficient Rp : 0.265E-02
 - coefficient WRp : 0.436E-01

Matrice de correlation profil : 1

1.00000	-.01868	0.69418	-.62217	-.51447
-.01868	1.00000	-.03473	0.03913	-.58791
0.69418	-.03473	1.00000	-.98233	-.72506
-.62217	0.03913	-.98233	1.00000	0.70194
-.51447	-.58791	-.72506	0.70194	1.00000

Matrice de correlation, profil : 2

1.00000	-.02388	0.69565	-.62688	-.48946
-.02388	1.00000	-.05312	0.06016	-.62359
0.69565	-.05312	1.00000	-.98357	-.67530
-.62688	0.06016	-.98357	1.00000	0.64878
-.48946	-.62359	-.67530	0.64878	1.00000

Matrice de correlation profil : 3

1.00000	0.06030	0.68829	-.62020	-.51517
0.06030	1.00000	0.12175	-.13232	-.63628
0.68829	0.12175	1.00000	-.98373	-.79557

-.62020	-.13232	-.98373	1.00000	0.80410
-.51517	-.63628	-.79557	0.80410	1.00000

Echantillon : ZNO

Manip : 1

Phi = 0.000

Psi = 0.000

NRPT = 8

NWT = 1

Bornes : debut pic	fin pic	analyse 1	analyse 2
84.573	94.906	85.627	93.047

Surface :

- surface reele :	146281.08
- surface lisee :	145939.11
- surface b.f. :	32338.63

Coefficients du profil :

Intensite maxi :	394.632	2151.373	959.479
Position du maxi :	86.982	89.248	90.867
Facteur de largeur :	15.479	22.591	25.556
Facteur de forme :	1.591	2.312	2.503
Facteur de symetrie :	-0.240	-0.044	-0.134
Surface :	13196.3	70041.5	35101.4
LMH :	0.716	0.739	0.841
Largeur integ. :	33.4	32.6	36.6
Centroide app. :	87.090	89.263	90.920

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient A0 :	0.121E+03
-coefficient A1 :	-0.279E-01
-coefficient A2 :	0.000E+00

Erreur standart sur les parametres :

- bruit de fond :	0.0000E+00	0.0000E+00			
- profil : 1	0.1024E+03	0.2299E+04	0.1970E+04	0.1411E+05	0.3030E+05
- profil : 2	0.1036E+03	0.1256E+05	0.7746E+04	0.4954E+05	0.1309E+06
- profil : 3	0.1105E+03	0.5288E+04	0.3281E+04	0.2150E+05	0.7086E+05

Coefficients de reliabilite :

- ecart type residuel :	0.220E+02
- coefficient Rp :	0.203E-02
- coefficient WRp :	0.297E-01

Matrice de correlation profil : 1

1.00000	0.00012	0.66217	-.58147	-.49902
0.00012	1.00000	0.00067	-.00135	-.57798
0.66217	0.00067	1.00000	-.97692	-.75503
-.58147	-.00135	-.97692	1.00000	0.74010
-.49902	-.57798	-.75503	0.74010	1.00000

Matrice de correlation profil : 2

1.00000	-.00003	0.63671	-.57812	-.45523
-.00003	1.00000	0.00000	.00000	-.62496
0.63671	0.00000	1.00000	-.98744	-.71497
-.57812	.00000	-.98744	1.00000	0.70599
-.45523	-.62496	-.71497	0.70599	1.00000

Matrice de correlation profil : 3

1.00000	0.00001	0.63252	-.57825	-.46310
0.00001	1.00000	-.00005	0.00010	-.61051
0.63252	-.00005	1.00000	-.98927	-.73203

-.57825	0.00010	-.78727	1.00000	0.72397
-.46310	-.61051	-.73203	0.72397	1.00000

Echantillon : ZNO

Manip : 2

Phi = 0.000

Psi = 0.000

NRPT = 8

NWT = 2

Bornes : debut pic

fin pic

analyse 1

analyse 2

100.243

105.776

100.774

104.647

Surface :

- surface reele : 26574.91
 - surface lisee : 26522.98
 - surface b.f. : 13800.19

Coefficients du profil :

Intensite maxi : 346.917
 Position du maxi : 102.971
 Facteur de largeur : 26.466
 Facteur de forme : 2.493
 Facteur de symetrie : -0.131
 Surface : 13023.0
 LMH : 0.901
 Largeur integ. : 37.5
 Centroide app. : 103.023

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient A0 : 0.101E+03
 -coefficient A1 : 0.125E-01
 -coefficient A2 : 0.000E+00

Erreur standart sur les parametres :

- bruit de fond : 0.0000E+00 0.0000E+00
 - profil : 1 0.2707E+00 0.5108E+01 0.3650E+01 0.2597E+02 0.8095E+02

Coefficients de reliabilite :

- ecart type residuel : 0.144E+02
 - coefficient Rp : 0.339E-02
 - coefficient WRp : 0.714E-01

Matrice de correlation profil : 1

1.00000	-.00059	0.67092	-.61315	-.49124
-.00059	1.00000	-.00299	0.00420	-.61470
0.67092	-.00299	1.00000	-.98872	-.72849
-.61315	0.00420	-.98872	1.00000	0.71750
-.49124	-.61470	-.72849	0.71750	1.00000

11:35:49 22-MAR-89

DATE MANIPULATION : 22-MAR-89 11:16:41

ECHANTILLON : ZNO

MANIP. : 2

LISSAGE ZNO exZN(OH)2

RAPPORT signal/bruit FAIBLE

Caracteristiques analyses :

Nom du fichier procedure : ZNO002.PRO
 Nom du fichier analyse : ZNO002.DBR
 Nombre de spectres : 1
 Nombre de point par spectre : 209
 Canal debut de zone d analyse CPS : 3329

--NPHI--	Pas PHI	PHI dep	--NPSI--	Pas PSI	PSI dep	PSI <0>	
1	0.00	0.00	1	0.00	0.00	0	
	--HKL -----		2 Theta	D0(hkl)		Omega--	
	202		102.966		0.124		0.000

Caracteristiques experimentales :

Calibration CPS :
 degre du polynome : 5
 $-0.102E+02$ $0.813E-01$ $-0.554E-04$ $0.267E-07$ $-0.616E-11$ $0.546E-15$

Temps d acquisition : 3600 secondes
 Longueur d onde : 0.194 nanometre
 Tube : FE Filtre : SF Goniometre : psi

Limitation	Theta	Dtheta	Psi	Phi	Coupl.
Start:	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Stop :	80.00	160.00	45.00	360.00	0.00

Analyse et correction des profils:

Valeur	--LPA--	CBF	FOC	Ka2	ISEP	CFC	IRES
:	0	1	0	1	3	0	1

Ecretage: bruit de fond
 30.0

--HCOL--	WCOL	HDET	WDET	VIT1	VIT2	VIT3	VIT4	OSC
3.0	1.5	0.0	0.0	1.00	0.00	0.50	0.50	0.00

Fichier resultat : ZNO002.SEP

11:59:54 22-MAR-89

DATE MANIPULATION : 22-MAR-89 11:43:22

ECHANTILLON : ZNO

MANIP. : 3

LISSAGE ZNO exZN(OH)2

RAIES: ~~12/200~~ 002 / 101

Caracteristiques analyses :

Nom du fichier procedure : ZNO003.PRO
 Nom du fichier analyse : ZNO003.DBR
 Nombre de spectres : 1
 Nombre de point par spectre : 303
 Canal debut de zone d analyse CPS : 1184

--NPHI--	Pas PHI	PHI dep	--NPSI--	Pas PSI	PSI dep	PSI <0>	
1	0.00	0.00	1	0.00	0.00	0	
	--HKL		2 Theta		D0(hkl)		Omega--
	2		43.711		0.260		20.000

Caracteristiques experimentales :

Calibration CPS :
 degre du polynome : 5
 $-0.102E+02$ $0.813E-01$ $-0.554E-04$ $0.267E-07$ $-0.616E-11$ $0.546E-15$

Temps d acquisition : 3600 secondes
 Longueur d onde : 0.194 nanometre
 Tube : FE Filtre : SF Goniometre : psi

Limitation	Theta	Dtheta	Psi	Phi	Coupl.
Start:	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Stop :	80.00	160.00	45.00	360.00	0.00

Analyse et correction des profils:

Valeur	--LPA--	CBF	FOC	Ka2	ISEP	CFC	IRES
:	0	1	0	1	3	0	1

Ecretage: bruit de fond
 10.0

--HCOL--	WCOL	HDET	WDET	VIT1	VIT2	VIT3	VIT4	OSC
3.0	1.5	0.0	0.0	1.00	0.00	0.50	0.50	0.00

Fichier resultat : ZNO003.SEP

Echantillon : ZNO

Manip : 3

Phi = 0.000

Psi = 0.000

NRPT = 8

NWT = 2

Bornes :	debut pic	fin pic	analyse 1	analyse 2
	42.264	49.863	42.804	47.754

Surface :

- surface reele : 253228.70
- surface lisee : 252328.11
- surface b.f. : 39332.38

Coefficients du profil :

Intensite maxi :	6037.949	10660.495
Position du maxi :	43.696	46.065
Facteur de largeur :	7.363	8.808
Facteur de forme :	2.100	1.875
Facteur de symetrie :	-0.176	-0.054
Surface :	74346.7	159381.4
LMH :	0.276	0.328
Largeur integ. :	12.3	15.0
Centroide app. :	43.721	46.074

Coefficients du polynome bruit de fond:

- coefficient A0 : 0.231E+03
- coefficient A1 : -0.224E+00
- coefficient A2 : 0.000E+00

Erreur standart sur les parametres :

- bruit de fond :	0.0000E+00	0.0000E+00			
- profil : 1	0.9607E-01	0.1046E+03	0.1021E+03	0.2853E+03	0.6746E+03
- profil : 2	0.8039E-01	0.1266E+03	0.1273E+03	0.5155E+03	0.8495E+03

Coefficients de reliabilite :

- ecart type residuel : 0.129E+03
- coefficient Rp : 0.373E-02
- coefficient WRp : 0.576E-01

Matrice de correlation profil : 1

1.00000	-.00031	0.70113	-.61576	-.51892
-.00031	1.00000	-.00203	0.00149	-.58928
0.70113	-.00203	1.00000	-.97517	-.73981
-.61576	0.00149	-.97517	1.00000	0.72184
-.51892	-.58928	-.73981	0.72184	1.00000

Matrice de correlation profil : 2

1.00000	0.00008	0.71329	-.61586	-.51117
0.00008	1.00000	-.00132	0.00051	-.60296
0.71329	-.00132	1.00000	-.96751	-.71692
-.61586	0.00051	-.96751	1.00000	0.69475
-.51117	-.60296	-.71692	0.69475	1.00000

12:24:06 22-MAR-89

DATE MANIPULATION : 22-MAR-89 12:14:28

ECHANTILLON : ZNO

MANIP. : 4

LISSAGE ZNO exZN(OH)2

RAIE BRAGG (100)

Caracteristiques analyses :

Nom du fichier procedure : ZNO004.PRO
 Nom du fichier analyse : ZNO004.DBR
 Nombre de spectres : 1
 Nombre de point par spectre : 146
 Canal debut de zone d analyse CPS : 1038

```
--NPHI--Pas PHI--PHI dep--NPSI--Pas PSI--PSI dep--PSI <0>--
  1      0.00      0.00      1      0.00      0.00      0
--HKL ----- 2 Theta ----- D0(hkl)----- Omega--
  100      40.239      0.282      0.000
```

Caracteristiques experimentales :

Calibration CPS :
 degre du polynome :5
 -0.102E+02 0.813E-01 -0.554E-04 0.267E-07 -0.616E-11 0.546E-15

Temps d acquisition : 3600 secondes
 Longueur d onde : 0.194 nanometre
 Tube : FE Filtre : SF Goniometre : psi

Limitation Theta-----Dtheta-----Psi-----Phi-----Coupl.

```
Start: 0.00 0.00 0.00 0.00 0.00
Stop : 80.00 160.00 45.00 360.00 0.00
```

Analyse et correction des profils:

```
--LPA----CBF----FOC----Ka2----ISEP----CFC----IRES--
Valeur : 0 1 0 1 3 0 1
```

Ecretage: bruit de fond
 5.0

```
--HCOL----WCOL----HDET----WDET----VIT1----VIT2----VIT3----VIT4----OSC--
  3.0 1.5 0.0 0.0 1.00 0.00 0.50 0.50 0.00
```

Fichier resultat : ZNO004.SEP

Echantillon : ZNO

Manip : 4

Phi = 0.000

Psi = 0.000

NRPT = 8

NWT = 1

Bornes : debut pic

fin pic

analyse 1

analyse 2

38.228

41.803

39.129

41.285

Surface :

- surface reele : 87761.78
 - surface lisee : 87439.90
 - surface b.f. : 19755.91

Coefficients du profil :

Intensite maxi : 6197.548
 Position du maxi : 40.210
 Facteur de largeur : 8.123
 Facteur de forme : 2.103
 Facteur de symetrie : -0.090
 Surface : 79639.9
 LMH : 0.302
 Largeur integ. : 12.9
 Centroide app. : 40.222

Coefficients du polynome bruit de fond:

-coefficient A0 : 0.256E+03
 -coefficient A1 : -0.142E+00
 -coefficient A2 : 0.000E+00

Erreur standart sur les parametres :

- bruit de fond : 0.0000E+00 0.0000E+00
 - profil : 1 0.2004E+03 0.1785E+06 0.1190E+06 0.3091E+06 0.7691E+06

Coefficients de reliabilite :

- ecart type residuel : 0.671E+02
 - coefficient Rp : 0.370E-02
 - coefficient WRp : 0.329E-01

Matrice de correlation profil : 1

1.00000	0.00023	0.64237	-0.57845	-0.46466
0.00023	1.00000	-0.00001	0.00001	-0.61485
0.64237	-0.00001	1.00000	-0.98514	-0.72364
-0.57845	0.00001	-0.98514	1.00000	0.71286
-0.46466	-0.61485	-0.72364	0.71286	1.00000

Echantillon : ZNO

Manip : 4

Phi = 0.000

Psi = 0.000

Echelle sin(theta)/lambda :

debut = 0.34568 fin = 0.70938 maxi = 0.70055

A(L)	B(L)	L angstroem
1.0000	0.0000	0.0000
0.9949	0.0067	10.0000
0.9801	0.0131	20.0000
0.9563	0.0189	30.0000
0.9250	0.0239	40.0000
0.8879	0.0278	50.0000
0.8467	0.0308	60.0000
0.8031	0.0327	70.0000
0.7585	0.0338	80.0000
0.7139	0.0342	90.0000
0.6701	0.0340	100.0000
0.6273	0.0334	110.0000
0.5859	0.0325	120.0000
0.5458	0.0313	130.0000
0.5071	0.0300	140.0000
0.4698	0.0285	150.0000
0.4342	0.0269	160.0000
0.4002	0.0251	170.0000
0.3682	0.0233	180.0000
0.3383	0.0214	190.0000
0.3106	0.0196	200.0000
0.2849	0.0177	210.0000
0.2613	0.0160	220.0000
0.2394	0.0143	230.0000
0.2192	0.0128	240.0000
0.2004	0.0114	250.0000
0.1829	0.0101	260.0000
0.1666	0.0089	270.0000
0.1514	0.0077	280.0000
0.1374	0.0066	290.0000
0.1247	0.0056	300.0000
0.1131	0.0046	310.0000
0.1027	0.0038	320.0000
0.0933	0.0030	330.0000
0.0849	0.0023	340.0000
0.0771	0.0017	350.0000
0.0701	0.0012	360.0000
0.0635	0.0008	370.0000
0.0573	0.0004	380.0000
0.0517	0.0000	390.0000
0.0465	-0.0003	400.0000

22-MAR-89/12: 14

22-MAR-89/13: 13

LISSAGE ZNO exZn(OH)2

RATE BRAGG (100)

ECHANTILLON : ZNO

MANIP : 4

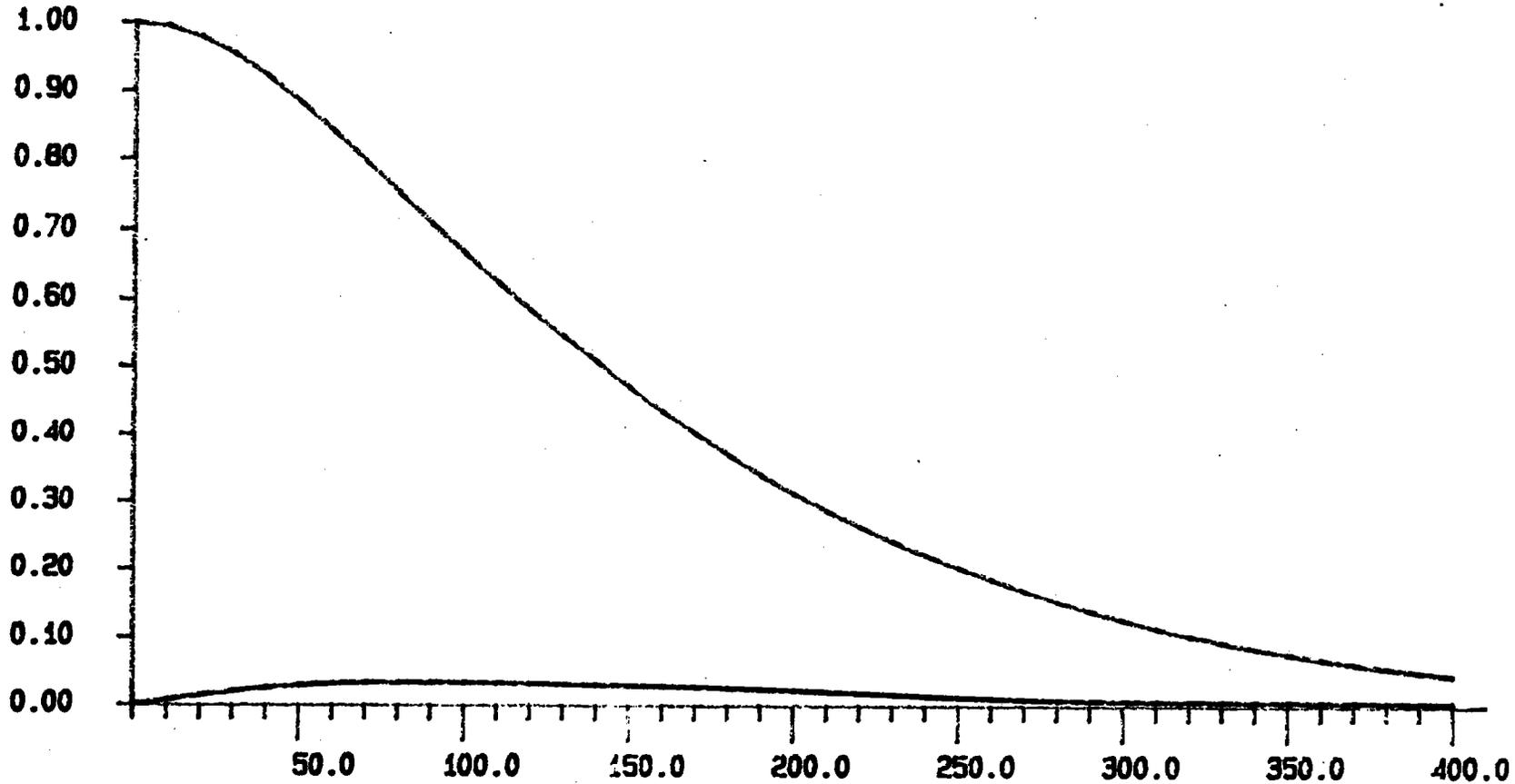
Coefficient

PHI = 0.00

PSI = 0.00

PLAN: 100

TUBE : FE



coef. A (L)

coef. B (L)

LMPC

26-APR-88/12:53

26-APR-88/14:13

POUDRE DE FER/NON BRAGG

SEPARATION K α 1-K α 2

PHI = 0.00

PSI = 0.00

PLAN: 220

TUBE : FE

Intensite %

100.0

90.0

80.0

70.0

60.0

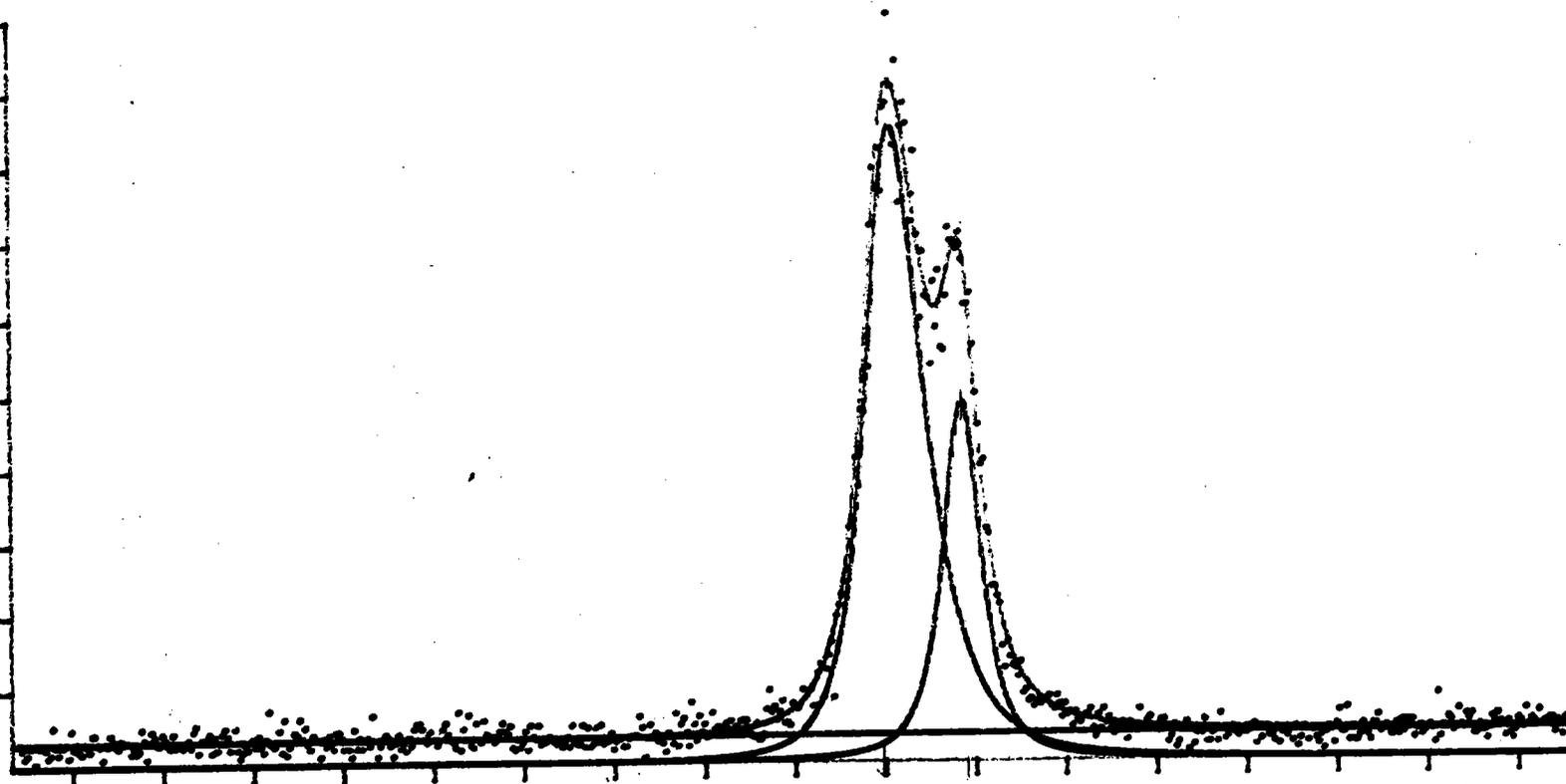
50.0

40.0

30.0

20.0

10.0



— spectre mesure

— spectre lisse

NRPT : 5 NWT : 1

deg.20

LMPC

130
2