

REVUE DE STATISTIQUE APPLIQUÉE

A. H. BAZIN

Aspect statistique des mesures de grain

Revue de statistique appliquée, tome 5, n° 2 (1957), p. 45-75

[<http://www.numdam.org/item?id=RSA_1957__5_2_45_0>](http://www.numdam.org/item?id=RSA_1957__5_2_45_0)

© Société française de statistique, 1957, tous droits réservés.

L'accès aux archives de la revue « *Revue de statistique appliquée* » (<http://www.sfds.asso.fr/publicat/rsa.htm>) implique l'accord avec les conditions générales d'utilisation (<http://www.numdam.org/conditions>). Toute utilisation commerciale ou impression systématique est constitutive d'une infraction pénale. Toute copie ou impression de ce fichier doit contenir la présente mention de copyright.

NUMDAM

Article numérisé dans le cadre du programme
Numérisation de documents anciens mathématiques
<http://www.numdam.org/>

ASPECT STATISTIQUE DES MESURES DE GRAIN

par

A. H. BAZIN

Le problème à étudier est celui de l'homogénéité du grain.

1° Définition du « grain homogène » ;

2°. Détermination d'un critère d'homogénéité permettant de décider si un échantillon métallurgique donné présente un grain homogène ou hétérogène.

LIMITE DE L'ETUDE.

La présente étude est limitée aux métaux purs et alliages en solutions solides (c'est-à-dire aux corps à une seule phase) complètement recristallisés après un corroyage à froid suffisant pour détruire la structure de fonderie.

L'étude a été menée principalement sur des métaux non ferreux lourds (cuivre et laiton) mais quelques études analogues effectuées sur l'aluminium et l'acier doux par d'autres auteurs donnent à penser que la généralisation à tous les métaux doit pouvoir se faire sans difficultés.

I - DONNÉES EXPÉRIMENTALES DU PROBLÈME

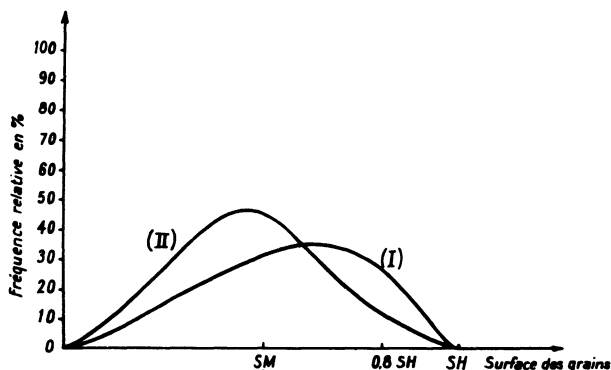
La cristallisation d'un métal observé sur un échantillon poli et convenablement attaqué, se révèle toujours irrégulière quant à la taille et à l'arrangement des grains.

Ces grains sont des sections par le plan de coupe des polyèdres cristallins qui sont théoriquement des tétrakaidécaèdres, figure d'équilibre de masses fluides juxtaposées et séparées les unes des autres par une enveloppe présentant des tensions superficielles (grappe de bulles de savon par exemple).

Le plan de coupe étant choisi au hasard, les sections de polyèdres égaux sont évidemment de tailles différentes. Leur surface varie depuis 0 (plan de coupe passant par un sommet) jusqu'à une valeur maxima S_m - et prend entre ces deux valeurs limites, toutes les valeurs possibles S .

On a calculé (1) la fréquence théorique de ces diverses valeurs :

- 1.- En supposant les cristaux sphériques égaux (courbe I) ;
- 2.- En supposant les cristaux coniques (courbe II)



(Courbes tracées à main levée à titre purement indicatif)

(1) Cf. W. DICKENSHFID - Méthode calcul des grains et son application. Métaux Corrosion Industries. n° 341 (janvier 1954) pages 14 à 23.

Un calcul théorique a montré également qu'une part importante de la surface totale (50 %) devait être occupée par des grains de section peu différente du maximum (0,8 Sm dans le cas de grains sphériques - 0,5 Sm dans le cas de grains coniques).

L'expérience montre que la distribution réelle s'éloigne beaucoup de l'une et de l'autre de ces deux distributions théoriques et que la fréquence des petits grains est beaucoup plus forte que celle prévue.

Ces petits grains correspondent à peu près aux vides laissés entre les sphères ou les cônes adoptés dans la théorie simplifiée, vides qui dans la réalité expérimentale, sont évidemment occupés.

Leur influence sur la mesure du grain moyen effectuée par les méthodes habituelles (comptage du nombre de grains sur une surface déterminée) est très variable. En effet, plus le grossissement du microscope est fort et plus on arrive à distinguer de petits grains ; le nombre de grains comptés augmente avec le grossissement et le grain moyen calculé diminue en proportion inverse.

D'où la nécessité de travailler à grossissement constant - nécessité qui comporte certains inconvénients comme nous le verrons plus loin.

Nous devons ces remarques à M. DISKENSHEID (1) ainsi qu'à MM. KOSTRON et DEDERICKS (2).

Ces auteurs ont également procédé à l'étude statistique des distributions des grains sur micrographie et constatent que, du fait de la fréquence anormale de petits grains, il était indispensable d'adopter pour les surfaces des grains, une échelle logarithmique, de manière à distribuer les petits grains entre un très grand nombre de classes de faible intervalle et à regrouper les gros grains peu nombreux dans un petit nombre de classes de grand intervalle.

L'erreur commise en groupant ainsi les grains par classe est égale à l'intervalle de classes ds

L'erreur relative $\frac{ds}{s}$ est constante (par définition de la fonction logarithmique.

Nous avons adopté :

$$\frac{ds}{s} \approx 20 \%$$

La précision de mesure des surfaces des grains étant à peu près de cet ordre de grandeur.

II - ÉTUDES DES MICROGRAPHIES-TYPE DE L'A.S.T.N. (3)

Nous avons étudié 8 des micrographies type de l'American Society for Testing Materials (45 - 50 - 60 - 70 - 90 - 120 - 150 - 200 μ).

Pour chaque micrographie, nous avons planimétré les grains individuellement et construit l'histogramme de fréquence des logarithmes des surfaces de grains et des diamètres, ce qui revient à essayer d'ajuster sur la distribution expérimentale, une loi du type logarithmo-normal.

(1) Art. cité plus haut

(2) Archiv für Metallkunde - 3 - 1949 - 193

(3) Conformément à la méthode de mesure normalisée ASTM, nous avons admis que le "diamètre" D d'un grain était égal à la racine carrée de sa surface.

A - Forme des Histogrammes - Normalité

Tous ces histogrammes se rapprochent grossièrement d'une loi normale - et s'en rapprochent d'autant plus que le grain moyen est plus fin.

Nous avons tracé les droites de HENRY correspondant aux distributions des micros 50 - 60 - 90 - 120 - 200 microns. (Voir Fig. 1 et Fig. 1 A à 1 H).

Alors que les courbes relatives aux micros 45 et 60 s'éloignent peu d'une droite et révèlent tout juste une légère dissymétrie, la courbe 90 μ indique une forte dissymétrie (Mode à droite de la médiane) et les courbes 120 et 200 trahissent sans ambiguïté possible, la bimodalité de la distribution.

Les courbes sont assez mal définies dans la zone des petits grains, difficiles à planimétrer (et dont le nombre varie suivant la netteté de la photographie) mais leur allure est caractéristique.

Si on remplace chaque courbe par sa droite moyenne, on obtient un réseau de droites dont la pente décroît lorsque le grain moyen augmente, ce qui traduit une augmentation de l'écart-type - augmentation légère - comme nous le verrons plus bas.

Par ailleurs, dans la zone des gros grains, la courbe permet de déterminer par extrapolation assez précise, le plus gros grain possible (au seuil de probabilité 1°/100). C'est l'abaisse du point de la courbe de fréquence cumulée d'ordonnée 0,999.

Nous avons obtenu, en fonction du grain moyen, les valeurs suivantes :

Grain moyen (en microns)	50	60	90	120	200
Plus gros grains mesu- rable G (au seul 1°/100)	148	180	210	290	540
Rapport $\frac{G}{m}$	2,96	3,00	2,33	2,42	2,70

Moyenne G/m # 2,7

Un calcul de régression plus précis a donné :

$$\frac{G}{m} \# 2,8$$

NOTA - L'utilisation de seuil de probabilité 1/1000 appelle une remarque.

On peut estimer très improbable de trouver un grain de probabilité inférieure à 1/1000 si le nombre de grains comptés sur la micrographie est faible.

Si l'on compte 20 grains par micro, on s'expose à trouver en moyenne 1 micro sur 50 qui présentera 1 grain plus gros que G calculé ci-dessus.

Il n'en est pas de même si on compte 500 grains sur la micro. Dans ce cas on s'expose à rencontrer une fois sur deux (ou presque) un grain supérieur à la valeur limite adoptée.

On devrait donc pour être logique :

- ou bien travailler à grossissement variable, de manière à compter toujours le même nombre de grains dans le champ du microscope quel que soit le grain

moyen, ce qui est évidemment impraticable pour des mesures de contrôle rapide et à déconseiller pour la raison signalée plus haut.

Ou bien adopter pour le calcul de G un seuil de probabilité variable et égal à $\frac{1}{pn}$ n étant le nombre de grains comptés sur chaque micrographie et p le nombre moyen de micrographies examinées entre deux apparitions d'un gros grain "anormal" c'est-à-dire excédant la limite théorique calculée.

Cette manière de procéder comporte un grave inconvénient car l'extrapolation des résultats expérimentaux devient très douteuse pour les faibles probabilités.

Nous avons donc été amenés à la conclusion que cette notion de "plus gros grain possible" n'était pas d'un grand secours pour juger de l'homogénéité du grain.

Nous avons néanmoins achevé l'étude complète des histogrammes en calculant pour chacun d'eux :

- la moyenne $\log \bar{z}$ des logarithmes des surfaces de grain.
- l'écart-type σ des logarithmes des surfaces.
- le coefficient de dissymétrie β et le moment d'ordre 3, μ_3 pour les histogrammes s'écartant nettement d'une distribution logarithmo-normale.

Le tableau I ci-dessous résume les résultats :

PARAMETRES DES DISTRIBUTIONS

Grain moyen m en microns	10	15	25	35	45	50	60	70	90	120	150	200
log. m	1.000	1.177	1.398	1.544	1.654	1.699	1.778	1.846	1.954	2.080	2.176	2.301
Moyenne logarith. ($\log \bar{z}$ mique de la distribution (en microns))					1.426	1.514	1.621	1.708	1.809	1.910	1.908	2.065
					26.6	32.6	41.7	51.0	64.5	81.0	80.7	116.0
Ecart-type σ					0.257	0.216	0.229	0.221	0.212	0.282	0.359	0.297
Coefficient de dissymétrie β					<0.1	<0.1	<0.1	0.047	0.565	0.522	0.549	0.361
Moment du 3 ^e ordre $10^3 \mu_3$								2.32	7.19	16.20	34.28	15.74
Plus gros grains mesuré (en microns) : q'	26	37	66	85	106	118	170	170	170	240	300	374
Plus gros grain probable au seuil 1%/ ₀₀ en microns : q					130	148	180	210	210	290	430	540
q/m					2.89	2.96	3.00	3.00	2.34	2.42	2.87	2.70
Amplitude (sur logarithme)					1.300	1.200	1.300	1.200	1.050	1.250	1.350	1.100

On constate en examinant ces résultats : (voir Fig. 2 et 2 bis).

1. - une augmentation de l'écart-type en fonction du grain moyen. La droite de régression (de σ en $\log m$) calculée indique une augmentation moyenne de σ de 0,156 pour une augmentation de 1,0 de $\log m$ (ce qui correspond à une multiplication par 10 de m) (voir Fig.2).

Parallèlement l'amplitude augmente mais proportionnellement moins vite que l'écart-type car le nombre de grains comptés, diminue quand m augmente et ceci tend à faire diminuer l'amplitude (voir Fig.2 bis).

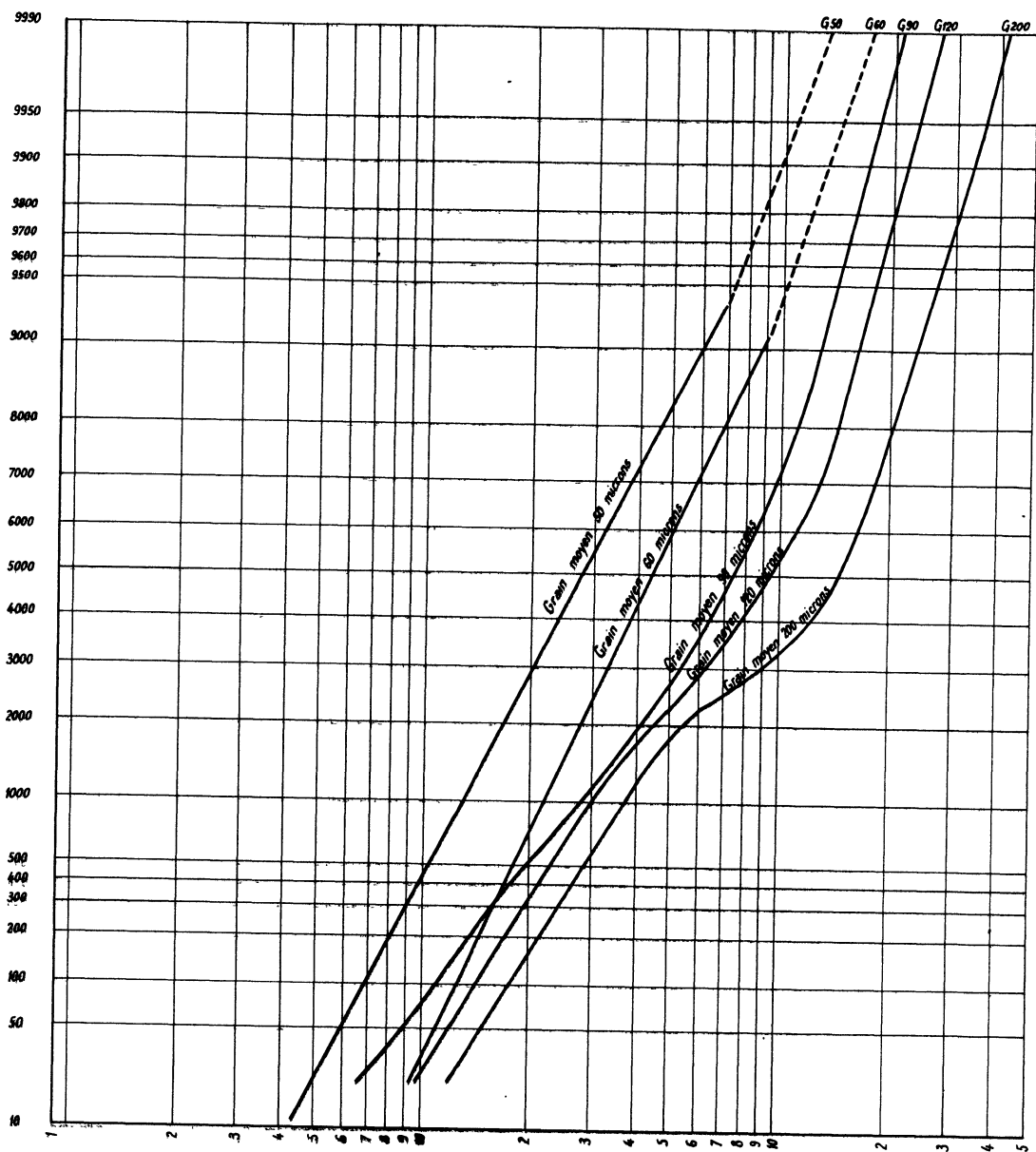


Fig. 1.- Micrographies - Type ASTM
 Courbes de fréquence cumulée des diamètres de grains
 Microns de grains moyen 45-60-90-120-200 μ

$$\log \bar{z} = 1,4255 \quad (26,6\mu)$$

$$s = 0,257$$

$$k = 2,060 \quad N = 597$$

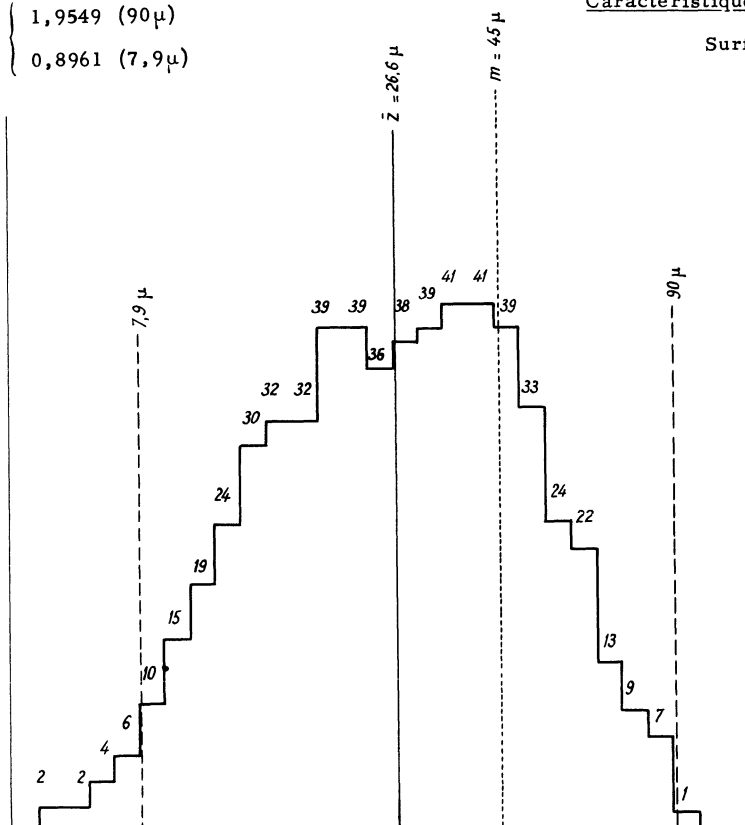
$$\bar{M} \pm ks \begin{cases} 1,9549 \quad (90\mu) \\ 0,8961 \quad (7,9\mu) \end{cases}$$

Produit : Micro ASTM (45μ)

Alliage : Non ferreux

Caractéristique contrôlée :

Surface des grains



$$\sum n_i x_i^2 = 1252,5050$$

$$\sum n_i x_i = 851,00$$

$$s^2 = 0,06617$$

$\log D$	D en μ	Surface en μ^2	G = 75 Surface apparente en mm^2
0,75	5,0	22-28	0,13- 0,16
0,75	5,6	28-35	0,16- 0,20
0,80	6,3	35-44	0,20- 0,25
0,85	7,1	44-56	0,25- 0,31
0,90	7,9	56-70	0,31- 0,39
0,95	8,9	70-89	0,39- 0,50
1,00	10,0	89-112	0,50- 0,63
1,05	11,2	112-141	0,63- 0,79
1,10	12,6	141-178	0,79- 1,00
1,15	14,1	178-224	1,00- 1,26
1,20	15,8	224-282	1,26- 1,59
1,25	17,8	282-354	1,59- 1,99
1,30	20,0	354-446	1,99- 2,51
1,35	22,4	446-562	2,51- 3,11
1,40	25,0	562-709	3,11- 3,99
1,45	28,2	709-890	3,99- 4,55
1,50	31,5	890-1112	4,55- 6,26
1,55	35,4	1,112-1,41	6,26- 7,93
1,60	40,0	1,41- 1,78	7,93-10,0
1,65	45,5	1,78- 2,84	10,0- 12,6
1,70	50,0	2,24- 2,82	12,6- 15,9
1,75	56,2	2,82- 3,54	15,9- 19,9
1,80	63,0	3,54- 4,46	19,9- 25,1
1,85	70,6	4,46- 5,62	25,1- 31,6
1,90	79,5	5,62- 7,09	31,6- 39,9
1,95	89,0	7,09- 8,90	39,9- 50,1
2,00	100,0	8,90- 11,12	50,1- 62,6
2,05	112,0	1,112-1,41	62,6- 79,3
2,10	126,0	1,41- 1,78	79,3- 100,1

Fig. 1-A

$$\log \bar{z} = 1,5138 \quad (32,6\mu)$$

$$s = 0,2155$$

$$k = 2,072 \quad N = 487$$

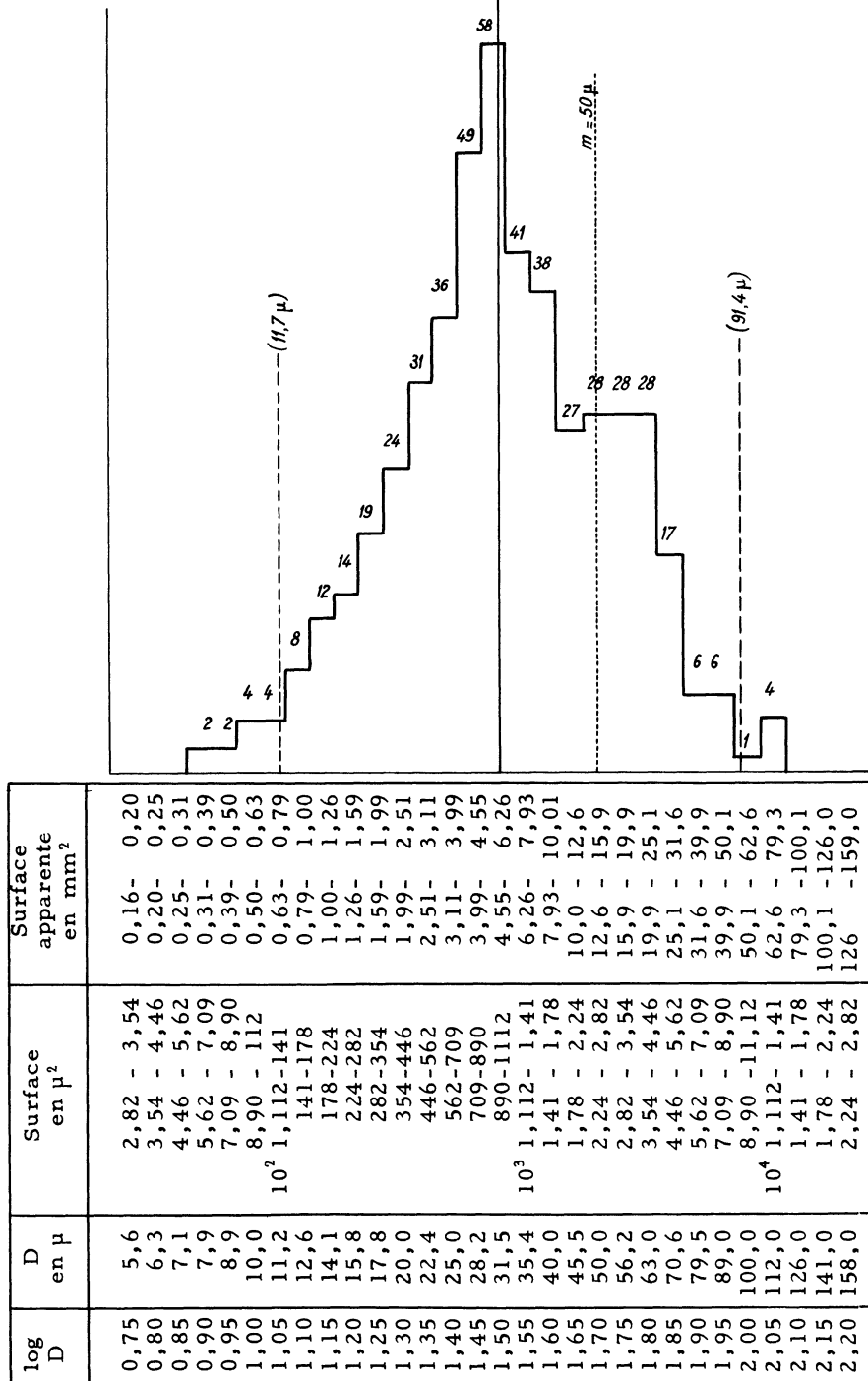
$$\bar{M}_{\pm ks} \begin{cases} 1,9603 \quad (91,4\mu) \\ 1,0673 \quad (11,7\mu) \end{cases}$$

Produit : Micro ASTM (50 μ)

Alliage : Non ferreux

Caractéristique contrôlée :

Surface des grains



$$\sum n_i x_i^2 = 1138,5200$$

$$\sum n_i x_i = 737,20$$

$$s^2 = \frac{10995,4000}{236684}$$

$$= 0,04646$$

Fig. 1-B

$$\log \bar{z} = 1,621 \quad (41,7\mu)$$

$$s = 0,229$$

$$k = 2,109 \quad N = 288$$

$$\bar{M}_{\pm ks} \begin{cases} 2,104 \quad (127\mu) \\ 1,138 \quad (13,7\mu) \end{cases}$$

Produit : Micro ASTM (60 μ)

Alliage : Non ferreux

Caractéristique contrôlée :

Surface des grains

$$\sum n_i x_i^2 = 771,4925$$

$$\sum n_i x_i = 466,75$$

$$s^2 = 0,05344$$

log D	D en μ	Surface en μ^2	Surface apparente en mm ²
0,85	7,1	4,4 - 5,6	0,25- 0,32
0,90	7,9	5,6 - 7,1	0,32- 0,39
0,95	8,9	7,1 - 8,9	0,39- 0,50
1,00	10,0	8,9 - 1,12	0,50- 0,63
1,05	11,2	10 ² 1,12 - 1,41	0,63- 0,79
1,10	12,6	1,41 - 1,78	0,79- 1,00
1,15	14,1	1,78 - 2,24	1,00- 1,26
1,20	15,8	2,24 - 2,82	1,26- 1,59
1,25	17,8	2,82 - 3,54	1,59- 1,99
1,30	20,0	3,54 - 4,46	1,99- 2,51
1,35	22,4	4,46 - 5,62	2,51- 3,11
1,40	25,0	5,62 - 7,09	3,11- 3,99
1,45	28,2	7,09 - 8,90	3,99- 4,55
1,50	31,5	8,90 - 1,112	4,55- 6,26
1,55	35,4	10 ³ 1,112 - 1,41	6,26- 7,93
1,60	40,0	1,41 - 1,78	7,93- 10,01
1,65	45,5	1,78 - 2,24	10,01- 12,60
1,70	50,0	2,24 - 2,82	12,60- 15,90
1,75	56,2	2,82 - 3,54	15,90- 19,90
1,80	63,0	3,54 - 4,46	19,90- 25,10
1,85	70,6	4,46 - 5,62	25,10- 31,60
1,90	79,5	5,62 - 7,09	31,60- 39,90
1,95	89,0	7,09 - 8,90	39,90- 50,10
2,00	100,0	8,90 - 1,112	50,10- 62,60
2,05	112 -	10 ⁴ 1,112 - 1,41	62,60- 79,31
2,10	126 -	1,41 - 1,78	79,31- 100,10
2,15	141 -	1,78 - 2,24	100,10- 126,00
2,20	158 -	2,24 - 2,82	126,00- 159,00
2,25	178 -	2,82 - 3,54	159,00- 199,00

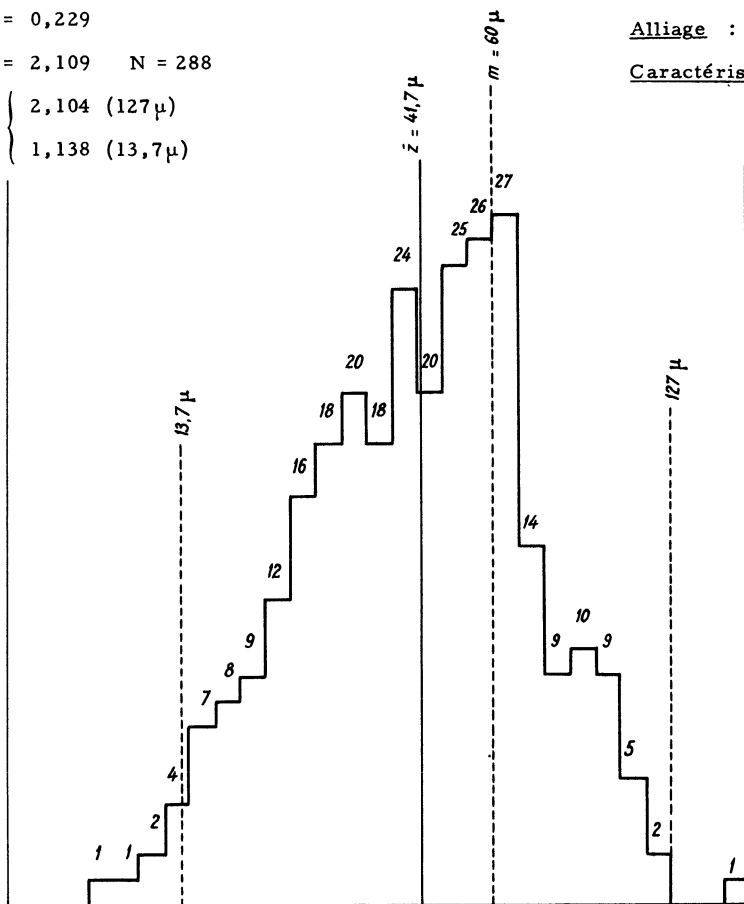


Fig. 1-C

$$\log \bar{z} = 1,708 \quad (51\mu)$$

$$s = 0,221$$

$$k = 2,133 \quad N = 221$$

$$\bar{M}_{\pm ks} \begin{cases} 2,179 \quad (151\mu) \\ 1,237 \quad (17,2\mu) \end{cases}$$

Produit : Micro ASTM (70 μ)

Alliage : Non ferreux

Caractéristique contrôlée:

Surface des grains

$$\sum n_i x_i^2 = 655,7025$$

$$\sum n_i x_i = 377,55$$

$$s^2 = (0,04867)$$

$$\sum n_i x_i^3 = 1156,254375$$

$$\mu_3 = 0,002316$$

$$\beta_1 = 0,047$$

log D	D en μ	Surface en μ^2	Surface apparente en mm ²
0,90	7,9	56-71	0,32-
0,95	8,9	71-89	0,39-
1,00	10,0	89-112	0,50-
1,05	11,2	112-141	0,63-
1,10	12,6	141-178	0,79-
1,15	14,1	178-224	1,00-
1,20	15,8	224-282	1,26-
1,25	17,8	282-354	1,59-
1,30	20,0	354-446	1,99-
1,35	22,4	446-562	2,51-
1,40	25,0	562-709	3,11-
1,45	28,2	709-890	3,99-
1,50	31,5	890-1112	4,55-
1,55	35,4	10 ³ 1,112-1,41	6,26-
1,60	40,0	1,41-1,78	7,93-
1,65	45,5	1,78-2,24	10,01-
1,70	50,0	2,24-2,82	12,60-
1,75	56,2	2,82-3,54	15,86-
1,80	63,0	3,54-4,46	19,92-
1,85	70,6	4,46-5,62	25,09-
1,90	79,5	5,62-7,09	31,61-
1,95	89,0	7,09-8,90	39,88-
2,00	100,0	8,90-11,12	50,06-
2,05	112,0	10 ⁴ 1,112-1,41	62,55-
2,10	126,0	1,41-1,78	79,31-
2,15	141,0	1,78-2,24	100,1-
2,20	158,0	2,24-2,82	126,0-
2,25	178,0	2,82-3,54	158,6-

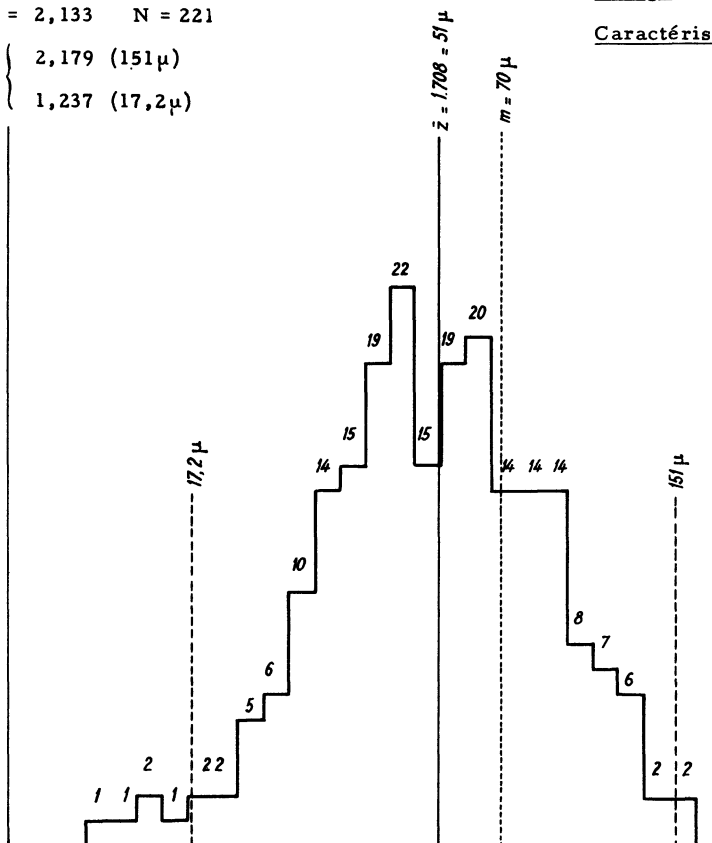


Fig. 1-D

$$\log \bar{x} = 1,809 \quad (64,5\mu)$$

$$s = 0,212$$

$$k = 2,179 \quad N = 145$$

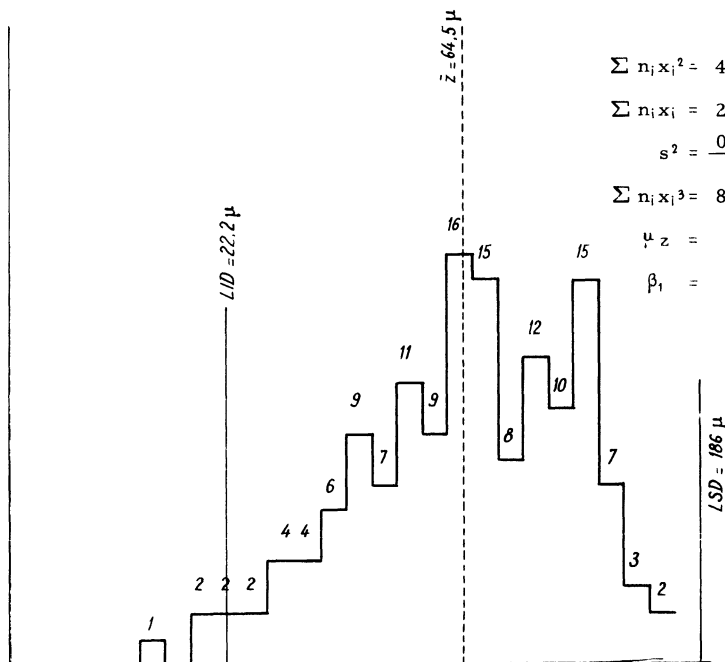
$$\bar{M}_{\pm ks} \begin{cases} 2,271 \quad (186\mu) \\ 1,347 \quad (22,2\mu) \end{cases}$$

Produit : Micro ASTM (90 μ)

Alliage : Non ferreux

Caractéristique contrôlée :

Surface des grains



$$\sum n_i x_i^2 = 480,8025$$

$$\sum n_i x_i = 262,25$$

$$s^2 = \frac{0,94130}{20880} = 0,04508$$

$$\sum n_i x_i^3 = 892,456625$$

$$\mu_z = 0,007193$$

$$\beta_1 = 0,565$$

log D	D en μ	Surface en μ^2	G = 75 Surface apparente en mm ²
0,95	8,9	7,09 - 8,90	0,39 - 0,50
1,00	10 -	8,90 - 1,112	0,50 - 0,63
1,05	11,2	1,112 - 141	0,63 - 0,79
1,10	12,6	141 - 178	0,79 - 1,00
1,15	14,1	178 - 224	1,00 - 1,26
1,20	15,8	224 - 282	1,26 - 1,59
1,25	17,8	282 - 354	1,59 - 1,99
1,30	20,0	354 - 446	1,99 - 2,51
1,35	22,4	446 - 562	2,51 - 3,11
1,40	25,0	562 - 709	3,11 - 3,99
1,45	28,2	709 - 890	3,99 - 4,55
1,50	31,5	890 - 1112	4,55 - 6,26
1,55	35,4	10 ³ 1,112 - 1,41	6,26 - 7,93
1,60	40,0	1,41 - 1,78	7,93 - 10,01
1,65	45,5	1,78 - 2,24	10,01 - 12,60
1,70	50,0	2,24 - 2,82	12,60 - 15,86
1,75	56,0	2,82 - 3,54	15,86 - 19,92
1,80	63,0	3,54 - 4,46	19,92 - 25,09
1,85	71,0	4,46 - 5,62	25,09 - 31,61
1,90	79,5	5,62 - 7,09	31,61 - 39,88
1,95	89,0	7,09 - 8,90	39,88 - 50,06
2,00	100,0	8,90 - 11,12	50,06 - 62,55
2,05	112,0	10 ⁴ 1,112 - 1,41	62,55 - 79,31
2,10	126,0	1,41 - 1,78	79,31 - 100,1
2,15	141,0	1,78 - 2,24	100,1 - 126,0
2,20	158,0	2,24 - 2,82	126,0 - 158,6
2,25	178,0	2,82 - 3,54	158,6 - 199,2
2,30	200,0	3,54 - 4,46	199,2 - 250,9

Fig. 1-F

$$\log \bar{z} = 1,910 \text{ (81}\mu\text{)}$$

$$s = 0,282$$

$$k = 2,272 \quad N = 80$$

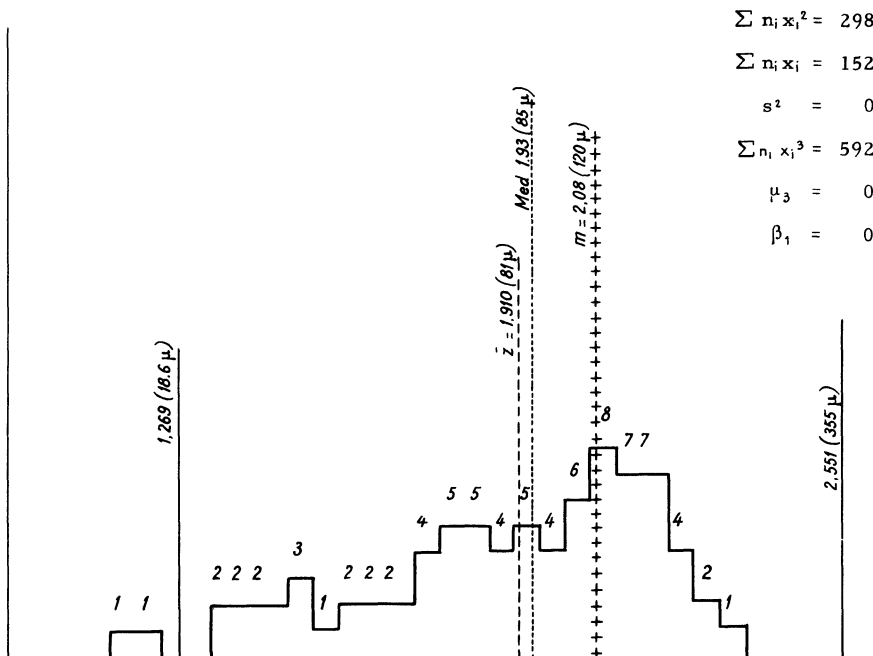
$$\bar{M}_{\pm ks} \begin{cases} 2,551 \text{ (355}\mu\text{)} \\ 1,269 \text{ (18,6}\mu\text{)} \end{cases}$$

Produit : Micro ASTM 120 μ

Alliage : Non ferreux

Caractéristique contrôlée:

Surface de grains



log D	D en μ	Surface en μ^2	G = 75 Surface apparente en mm^2
0,95	8,9	71-89	0,39-0,50
1,00	10,0	89-112	0,50-0,63
1,05	11,2	112-141	0,63-0,79
1,10	12,6	141-178	0,79-1,00
1,15	14,1	178-224	1,00-1,26
1,20	15,8	224-282	1,26-1,59
1,25	17,8	282-354	1,59-1,99
1,30	20,0	354-446	1,99-2,51
1,35	22,4	446-562	2,51-3,11
1,40	25,0	562-709	3,11-3,99
1,45	28,2	709-890	3,99-4,55
1,50	31,5	890-1112	4,55-6,26
1,55	35,4	10 ³ 1,112-1,41	6,26-7,93
1,60	40,0	1,41-1,78	7,93-10,01
1,65	45,5	1,78-2,24	10,01-12,60
1,70	50,0	2,24-2,82	12,60-15,86
1,75	56,0	2,82-3,54	15,86-19,92
1,80	63,0	3,54-4,46	19,92-25,09
1,85	71,0	4,46-5,62	25,09-31,61
1,90	79,5	5,62-7,09	31,61-39,88
1,95	89,0	7,09-8,90	39,88-50,06
2,00	100,0	8,90-11,12	50,06-62,55
2,05	112,0	10 ⁴ 1,112-1,41	62,55-79,31
2,10	126,0	1,41-1,78	79,31-100,1
2,15	141,0	1,78-2,24	100,1-126,0
2,20	158,0	2,24-2,82	126,0-158,6
2,25	178,0	2,82-3,54	158,6-199,2
2,30	200,0	3,54-4,46	199,2-250,9
2,35	224,0	4,46-5,62	250,9-316,1
2,40	250,0	5,62-7,09	316,1-399,8
2,45	282,0	7,09-8,90	399,8-500,6

Fig. 1-F

$$\log \bar{z} = 1,908 \text{ (80,7}\mu\text{)}$$

$$s = 0,359$$

$$k = \quad N = 57$$

$$\bar{M}_{\pm ks} \begin{cases} 2,750 \text{ (562}\mu\text{)} \\ 1,066 \text{ (11,6}\mu\text{)} \end{cases}$$

Produit : Micro ASTM (150 μ)

Alliage : Non ferreux

Caractéristique contrôlée

Surface des grains

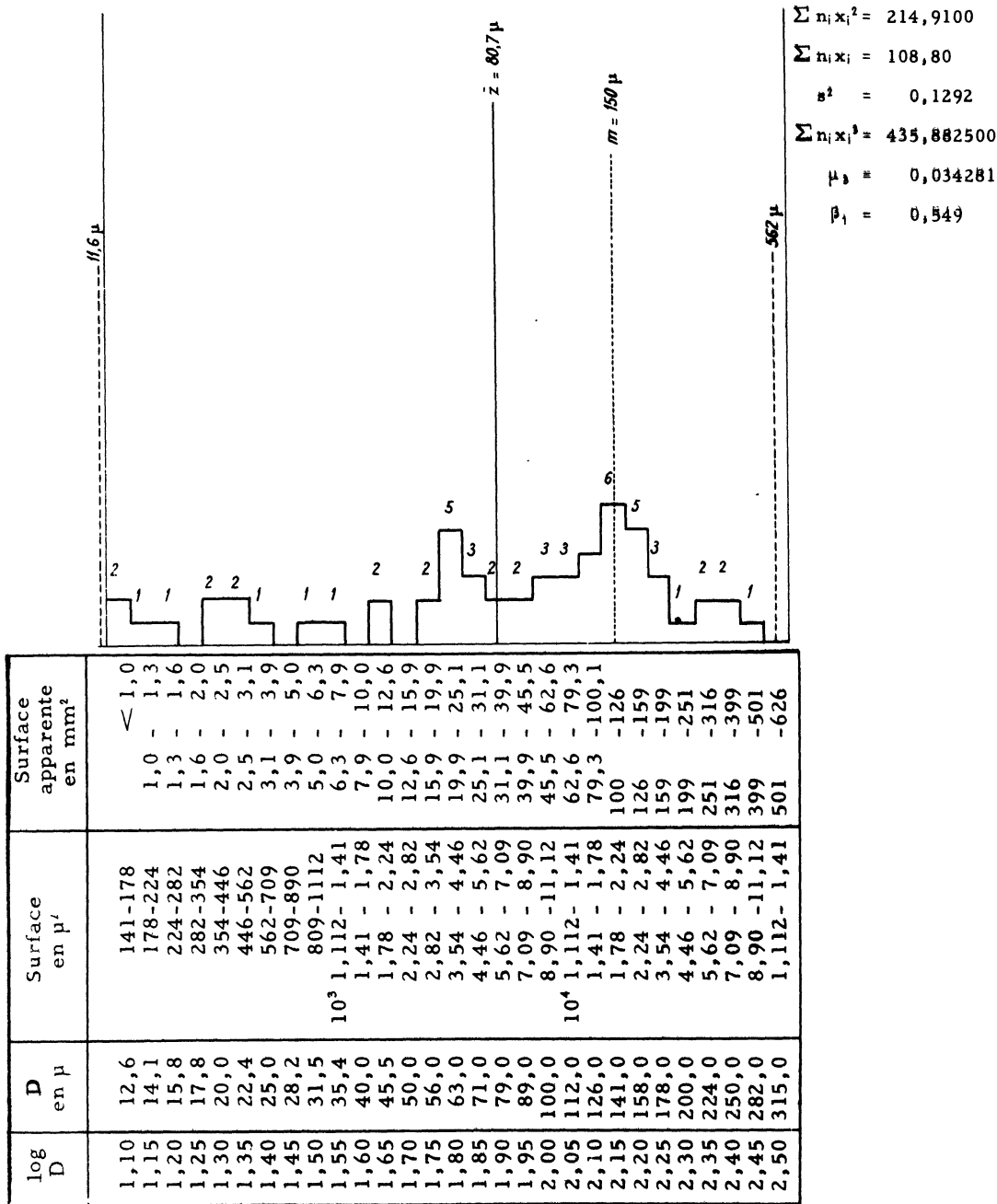


Fig. 1-G

$$\log \bar{z} = 2.065 (116\mu)$$

$$s = 0,297$$

$$k = 2,470 \quad N = 37$$

$$\bar{M}_{\pm ks} \begin{cases} 2,799 (629\mu) \\ 1,331 (21,4\mu) \end{cases}$$

Produit : Micro ASTM (200 μ)

Alliage : Non ferreux

Caractéristique Contrôlée

Surface des grains

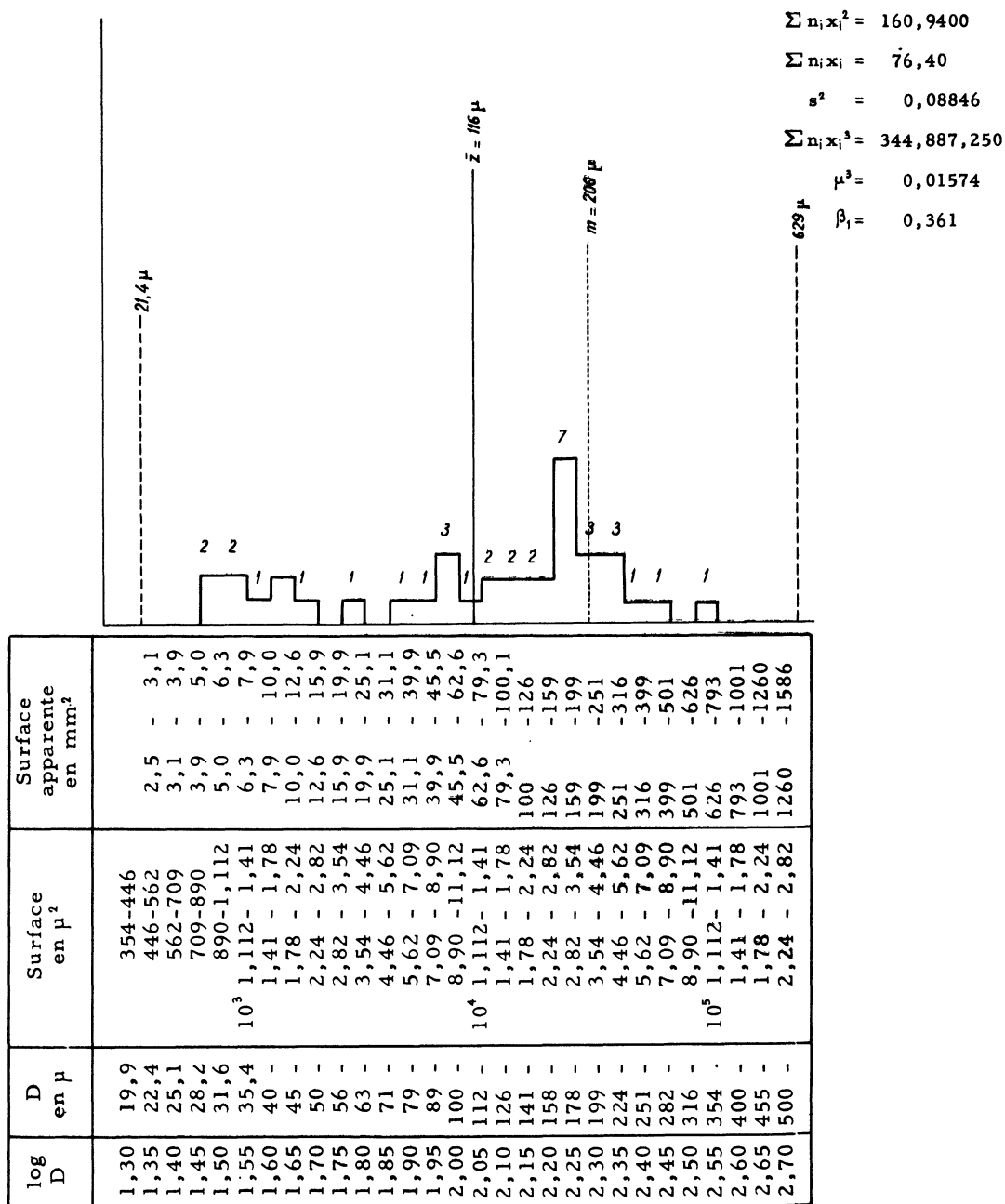


Fig. 1-II

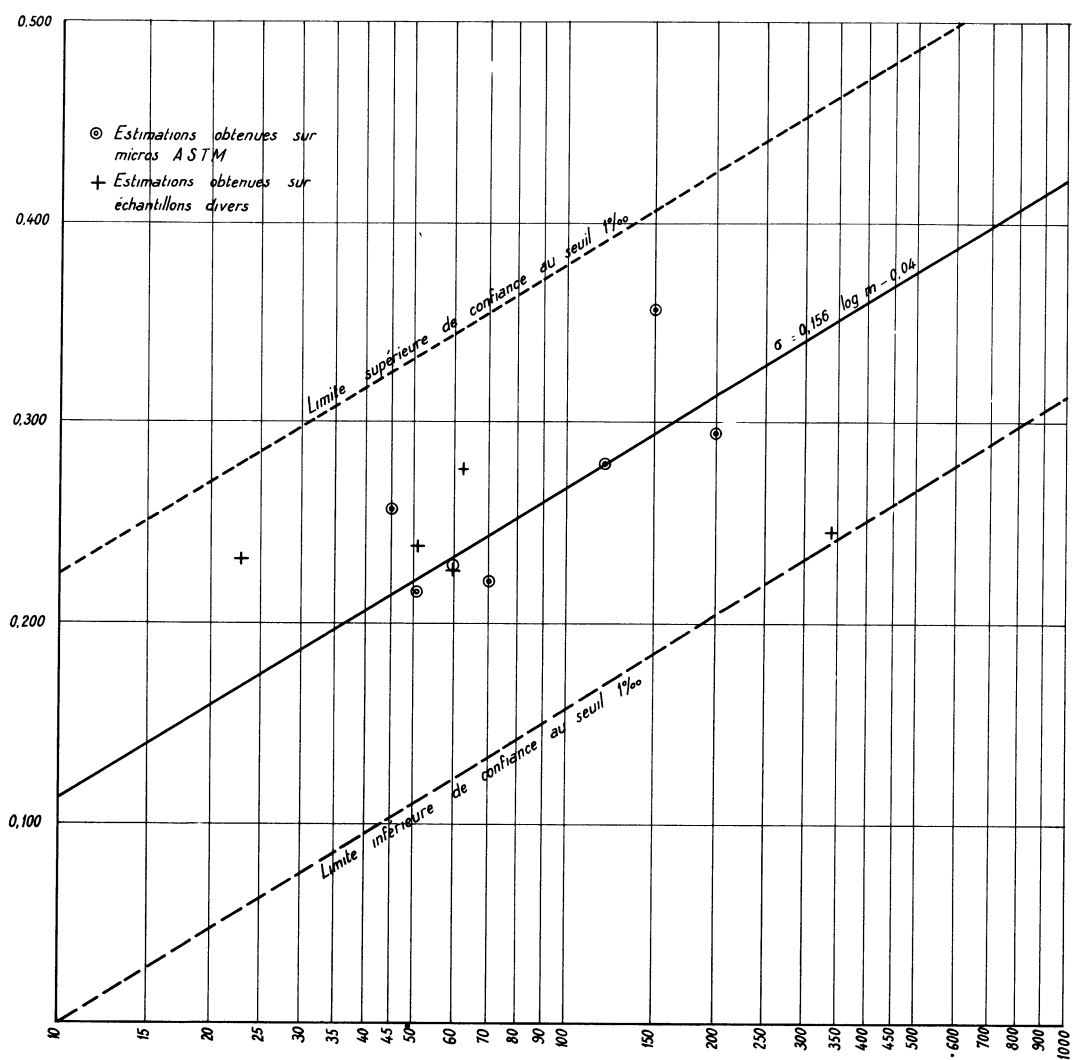


Fig. 2. - Variation de l'écart-type en fonction du grain moyen.

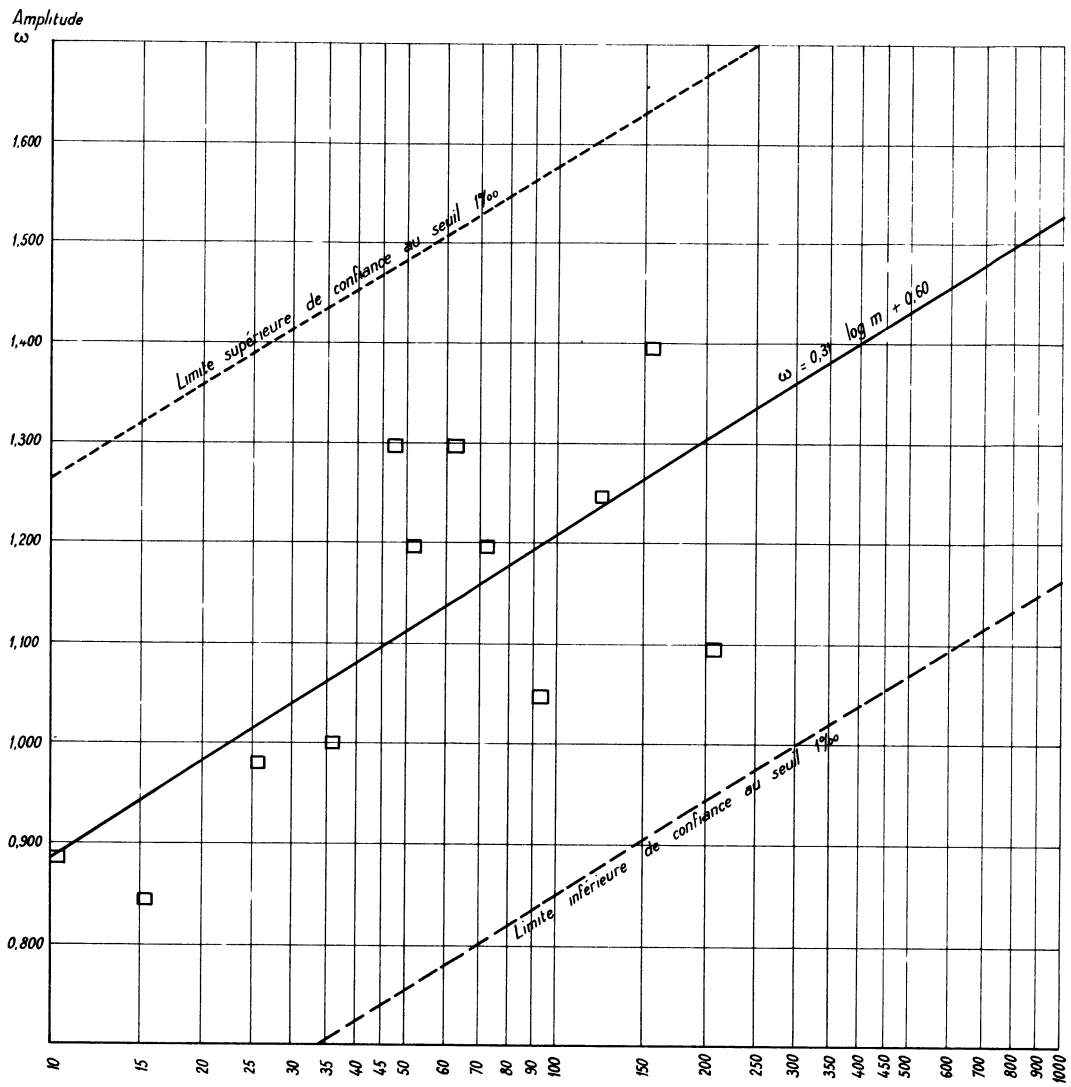


Fig. 2 bis.- Variation de l'Amplitude
en fonction du grain moyen m
(Micrographies A.S.T.M.)

2.- Une augmentation du coefficient de dissymétrie β lorsque le grain moyen augmente. L'augmentation ne paraît pas progressive. Il semble y avoir apparition d'une dissymétrie prononcée dès que le grain moyen dépasse 70μ . Cette dissymétrie allant jusqu'à la bimodalité pour $m \geq 90$ explique à elle seule la croissance de σ .

3.- La moyenne logarithmique $\bar{z}$ diffère nettement de m ce qui est tout à fait normal et conforme à la théorie de la transformation logarithmique, puisqu'en choisissant convenablement l'origine X_0 de la transformation, on doit avoir (en log népériens) :

$$\text{Log } (m - x_0) = \text{Log } (\bar{z} - x_0) + \frac{\sigma^2}{2}$$

soit en log décimaux

$$\log (m - x_0) = \log (\bar{z} - x_0) + \frac{\sigma^2}{2} \log. e$$

soit dans le cas présent :

$$\log m = \log \bar{z} + 0,43429 \sigma^2/2$$

La relation entre m et $\bar{z}$ calculée par régression est : $\log m = 1,09 \log \bar{z} + 0,029$.

$$\text{or } \sigma \text{ moy } \neq 0,259 \sigma^2/2 = \frac{0,067}{2} = 0,034$$

$\sigma^2/2 \log e = 0,015$. La concordance est médiocre, ce qui est inévitable du fait de la faible précision des mesures et des anomalies des distributions. Pratiquement on peut admettre :

$$\bar{z} \neq 0,66 m$$

4.- Relation entre G et m

Si on calcule l'équation de la droite de régression de G en m, on trouve :

- un coefficient angulaire $b_1 = + 0,91$

- une ordonnée à l'origine $b_0 = 0,62$.

Une étude antérieure dont nous donnerons plus loin les résultats ayant montré que b était voisin de 1, (valeur statistiquement identique à 0,91 d'ailleurs, la différence entre ces valeurs n'étant pas significative), nous avons adopté :

$b_1 = 1,00$. Il en résulte que :

$$b_0 = 0,441,$$

c'est-à-dire :

$$\log. G = \log m + 0,441$$

$$G = 2,8 m$$

Cette relation particulièrement simple indique donc que 999% des grains rencontrés sur une micrographie conforme aux spécifications de l'ASTM ont un diamètre inférieur à 2,8 fois le diamètre du grain moyen.

Le tableau II page suivante indique les dimensions de G en fonction de m.

Le fait de rencontrer plus de 1% de grains de taille supérieure à G doit donc être considéré comme un indice d'hétérogénéité.

Mais ce critère n'est pas d'un usage commode ni d'une précision suffisante. Il est d'ailleurs fâcheux d'avoir à parler d'homogénéité, de prendre comme référence d'homogénéité des micrographies-type dont la distribution, nettement bimodale, révèle l'hétérogénéité statistique.

Malheureusement, il n'est pas possible de faire autrement.

TABLEAU II
DIMENSIONS LIMITES DES GRAINS D'UN ECHANTILLON HOMOGÈNE (Seuil 2°/ ..)
d'après micrographies A.S.T.M.

Indice de Gros-seur de grain A.F.N.O.R.	Nombre de grains par mm ²			Diamètre moyen en microns (méthode Jeffries)	Dimensions extrêmes	
	de	à	moyenne		du + petit grain (en microns)	du + gros grain (en microns)
1	12	24	16	250	12	700
				200	10	580
2	24	48	32	175	9	480
				150	9	430
3	48	96	64	125	8	340
				120	7	330
				90	6	250
4	192	192	128	88	6	245
				70	5	190
5	192	384	256	62	5	175
				60	5	170
				50	4	140
				45	4	125
				44	4	120
6	384	768	512	35	3	100
				31	3	86
7	768	1536	1024	25	3	70
				22	3	60
8	1534	2048	3072	16	2	55
				15	2	42
9	3072	6144	4096	11	2	30
				10	2	28

Nota - 1. - Lorsqu'on mesure le grain moyen par la méthode Intercept (HEYN) on trouve des valeurs d'environ 20 % inférieures à celles trouvées par la méthode Jeffries. Il y a lieu d'en tenir compte et de rentrer dans le tableau ci-dessus avec des valeurs du grain moyen majorées de 20 % lorsque le grain moyen a été mesuré par la méthode Intercept.

2. - Par ailleurs, la méthode Intercept étant peu précise, il sera bon de faire plusieurs mesures du grain moyen et d'en prendre la moyenne chaque fois qu'on trouvera des grains excédant les limites ci-dessus.

3. - Les dimensions extrêmes indiquées sont celles à l'intérieur desquelles on doit trouver 998°/.. des grains comptés.

La présence d'un pourcentage de grains hors limites, supérieur à 2/1000 est un indice d'Hétérogénéité.

L'examen de micrographies effectuées sur cuivre, sur laiton et sur aluminium a confirmé les remarques ci-dessus (1).

(1) Ainsi que les travaux précédemment cités de MM. KOSTRON, DEDERICHs et DICKENHEID.

Statistiquement une coupe micrographique se présente comme un échantillon hétérogène mélangé de gros grains et de petits grains. Cette hétérogénéité paraît d'autant plus accentuée que le grain est plus gros.

Le mécanisme physique de la croissance du grain aide à comprendre cette anomalie. En effet, un grain croît aux dépens de ses voisins. La fréquence des petits grains diminue donc rapidement à mesure qu'ils fusionnent et la disparition de plusieurs grains d'une classe inférieure donne un seul grain de plus dans une classe supérieure.

Il est donc normal qu'il y ait apparition d'une dissymétrie et qu'il y ait étalement de la distribution, la population des gros grains croissant avec une certaine régularité et celle des petits grains restant "à la traine".

C'est à peu près ce que traduit des courbes de fréquence cumulée de la Fig. 1 puisqu'on trouve encore sur une micro de grain moyen 120, d'aussi petits grains que sur celle de grain moyen 60.

Dans ces conditions, dire que 99,9 % des grains sont inférieurs à la limite théorique calculée, revient à dire que la micrographie observée n'est pas plus hétérogène que le type ASTM, mais ne prouve pas (et pour cause, qu'elle soit homogène).

5.- Synthèse graphique des résultats (Fig. 3).

On peut, pour résumer ces résultats, pointer sur un graphique à échelles logarithmiques :

- les plus gros grains mesurés et calculés G.
- les moyennes logarithmiques $\bar{g}$, en fonction du grain moyen m.

Nous avons tracé les courbes de régression estimées les plus probables, soit $G = 2,8 m$ et $\bar{g} = 0,66 m$.

On pourrait également pointer les plus petits grains mesurés et les plus petits grains possibles au seuil 1 % mais la très grande dispersion des résultats enlève beaucoup d'intérêt à ces mesures. Par ailleurs, comme il a été dit plus haut, la notion de plus petit grain possible est très subjective.

Nous indiquerons simplement que le plus petit grain mesuré semble augmenter très lentement en fonction du grain moyen.

$$\log. g \approx 0,63 \log. m - 0,12$$

soit :

$g \approx 0,76 m^{0,63}$

III - ÉTUDES DE CONFIRMATION

A - Confrontation avec d'autres micrographies

Nous avons cherché la confirmation de ces résultats en examinant diverses micrographies exécutées sur divers métaux et alliages.

- 4 micrographies sur cuivre (F, M, G, H).
- 1 micrographie sur image-type AFNOR.
- 1 micrographie sur laiton 1er Titre.
- 1 micrographie sur Aluminium.

Le tableau III ci-joint résume les résultats obtenus qui viennent confirmer très correctement les résultats précédents.

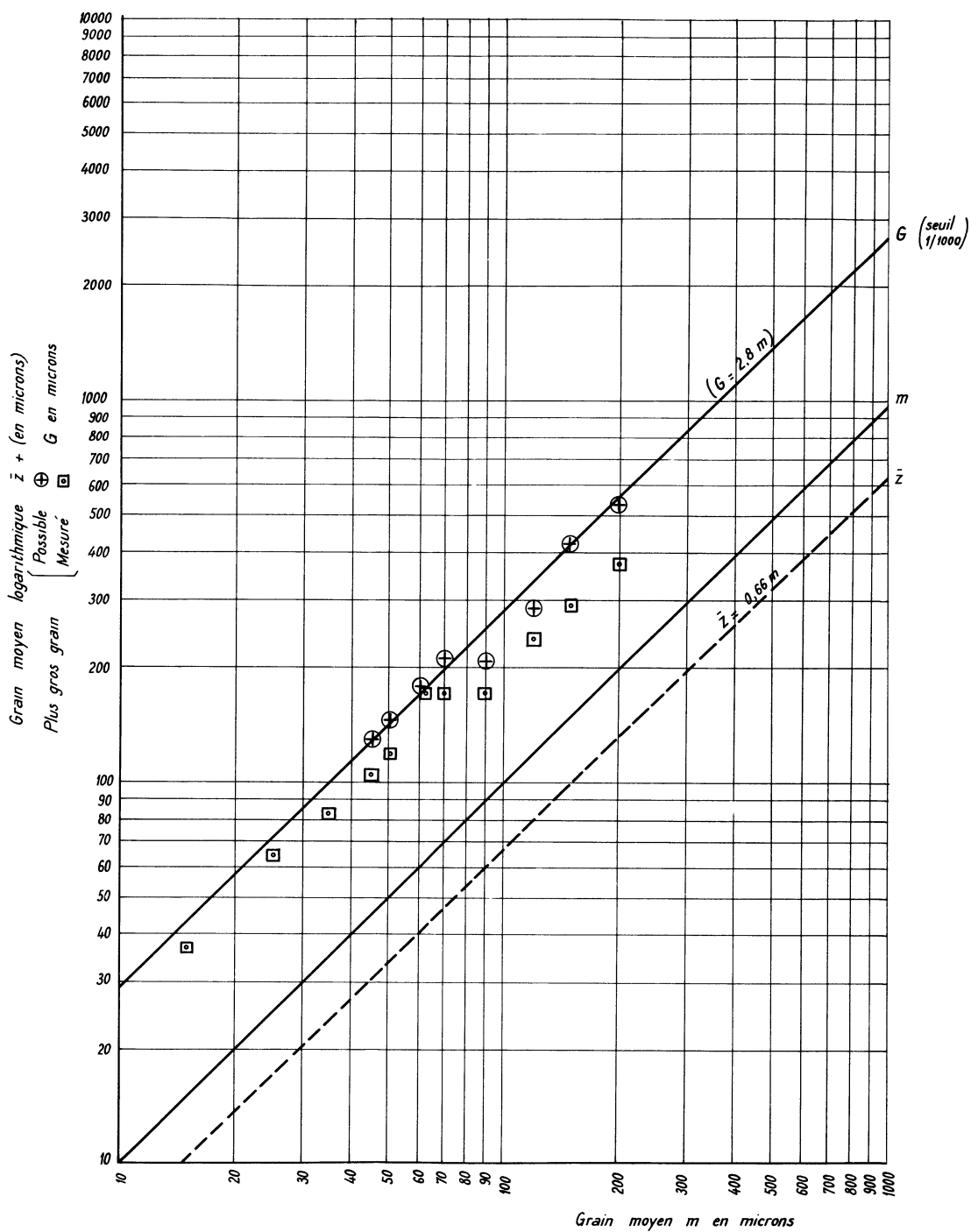


Fig. 3.- SYNTHÈSE GRAPHIQUE DES RESULTATS.

Les écarts-types calculés pointés sur le diagramme de la Fig. 2 tombent tous dans l'intervalle de confiance calculé à l'aide des micros ASTM.

Les courbes de fréquence cumulées tracées sur papier logarithmo-Gaussien ont la même allure que les courbes obtenues sur les micros ASTM (Voir Fig. 4 4 bis et 4 ter.

Il est à noter que les micrographies faites sur Cuivre ont été observées avec des grossissements variables, choisis de manière à pouvoir compter un nombre de grains compris entre 150 et 200. (Sauf pour l'échantillon H qui vu sous le plus faible grossissement possible a permis tout juste le comptage de 35 grains.

Le grossissement est alors fonction inverse du grain moyen. Le plus petit grain mesurable étant fonction inverse du grossissement se trouve de ce fait fonction du grain moyen, ce qui explique l'allure plus régulière des histogrammes obtenus dans ces conditions expérimentales.

La fréquence des petits grains est moins normale.

Le tableau III ci-après résume les résultats des examens et calculs effectués sur ces micrographies.

La confirmation est dans l'ensemble satisfaisante.

L'amplitude apparaît comme remarquablement constante, et l'écart-type comme très peu variable en fonction du grain moyen.

Le fait que cet écart-type paraisse indépendant de la nature du métal considéré nous paraît un phénomène tout à fait remarquable traduisant l'identité des processus thermodynamiques de recristallisation dans les divers cas étudiés (1).

Le nombre des essais effectués ayant été très limité, il serait présomptueux de se baser sur les résultats obtenus pour affirmer l'identité absolue des structures micrographiques de tous les métaux et alliages à une seule phase, complètement recristallisés. Les tests statistiques sont toujours des tests négatifs. Ils ne permettent pas de prouver une hypothèse mais seulement de la détruire.

Néanmoins la concordance assez frappante de ces différents résultats mérite qu'on y porte attention ; il nous semble qu'il y a là matière à des études métallurgiques intéressantes et dont les applications industrielles seraient nombreuses,

B - Comparaison avec des ensembles de mesure

Nous avons également cherché la confirmation des résultats précédents en examinant 185 mesures faites au cours de plusieurs mois sur des micrographes de cuivre laminé recuit.

(1) Cette constatation nous semble corroborée par l'étude de MM. LARSON et SALMAS (utilisation d'une relation Température - Temps pour l'étude de la recristallisation et du grossissement du grain. Transactions of the ASM).

Cette étude tendait en effet à montrer que si l'on prend comme variable l'énergie d'activation Q fournie au métal.

$Q = T (20 + \log t)$ (T étant la température absolue et t le temps de traitement), les courbes donnant les variations de la dureté et de la taille du grain en fonction de Q étaient indépendantes de la nature du métal).

Cette identité du processus thermodynamique quel que soit le métal traité nous paraît à retenir

Tableau III - PARAMETRES DES DISTRIBUTIONS

Grain moyen m en microns	(F) 8	(M) 22	45	52	(G) 61	(D) 75	(H) 300
log. m	0.904	1.343	1.654	1.717	1.786	1.875	2.477
Moyenne logarithmique $\log \frac{\bar{G}}{2}$ de la distribution	0.846 7.0	1.244 17.5	1.506 32	1.592 39	1.654 45	1.697 50	2.442 276
Ecart-type σ	0.194	0.231	0.240	0.227	0.278	0.245	0.248
Plus gros grain G' mesuré (en microns)	20	56	126	158	178	215	880
Plus gros grain probable G_1 (en microns) au seuil 1°/100	25	64	126	160	200	215	1000
Métal sur lequel a été effectuée la micrographie	Cuivre au Ph	Cuivre au Ph	Image-type AFNOR probab ^t Laiton 70/30	Laiton le titre	Cuivre au Ph	Alumi- nium	Cuivre OFHC
Amplitude (sur logarithmes)	0.950	1.100	1.300	1.550	1.100		1.200
G/m	3.12	2.90	2.80	3.08	3.27	2.87	2.75

Sur chaque micrographie, on a mesuré le grain moyen (méthode Intercept) et le plus gros grain. Ces mesures ont été pointées sur un diagramme logarithmique analogue à celui de la Fig.3. (Fig. 5).

A partir de ces 185 mesures, nous avons calculé la régression.

$$\log. G = f (\log. m).$$

C'est une droite d'équation :

$$\log. G = 1.06 \log. m + 0.168.$$

L'écart-type autour des lois liées autour de la régression est :

$$\sigma \log. G / \log. m = 0.103.$$

Les données permettent de déterminer la limite supérieure de log. G.

Au seuil 1°/100, par exemple, c'est une droite d'équation :

$$\begin{aligned} \log G_{0.999} &= 1.06 \log m + 0.168 + 3.09 \times 0.103 \\ &= 1.06 \log m + 0.486. \end{aligned}$$

soit :

$G_{0.999} = 3.06 m^{1.06}$

Ce qui donne pour :

m = 10 microns
m = 100 microns

$G_{0.999} = 35$ microns
 $G_{0.999} = 404$ microns

soit à peu près dans les limites étudiées :

$G_{0.999} = 3,8 m.$

Si l'on se souvient que le grain moyen mesuré par la méthode Intercept est d'environ 20 % plus faible que celui mesuré par la méthode Jefferies, on voit que la concordance est assez bonne puisque :

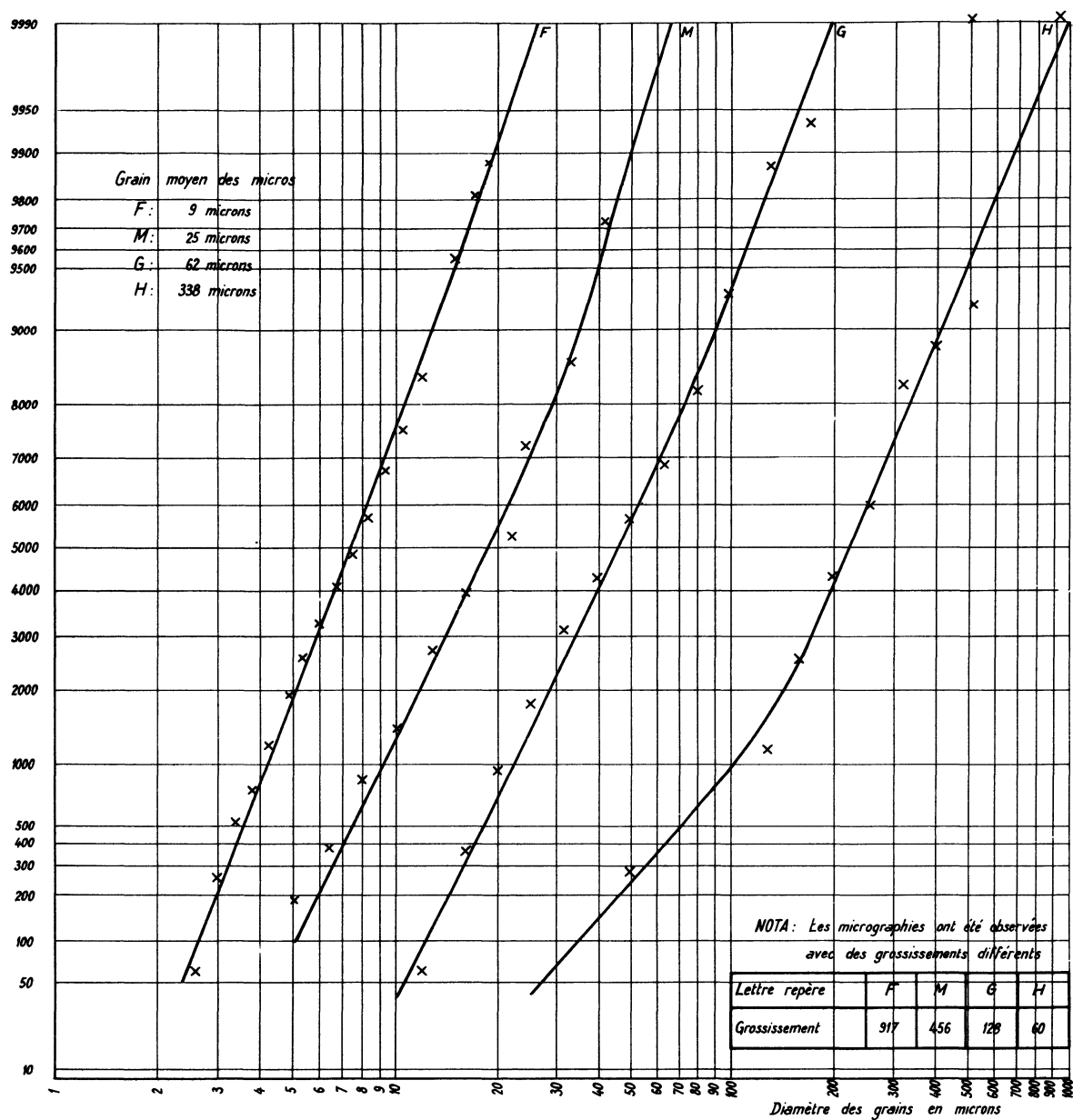


Fig. 4.- MICROGRAPHIES CUIVRE

Courbes de fréquences cumulées
des diamètres de grains

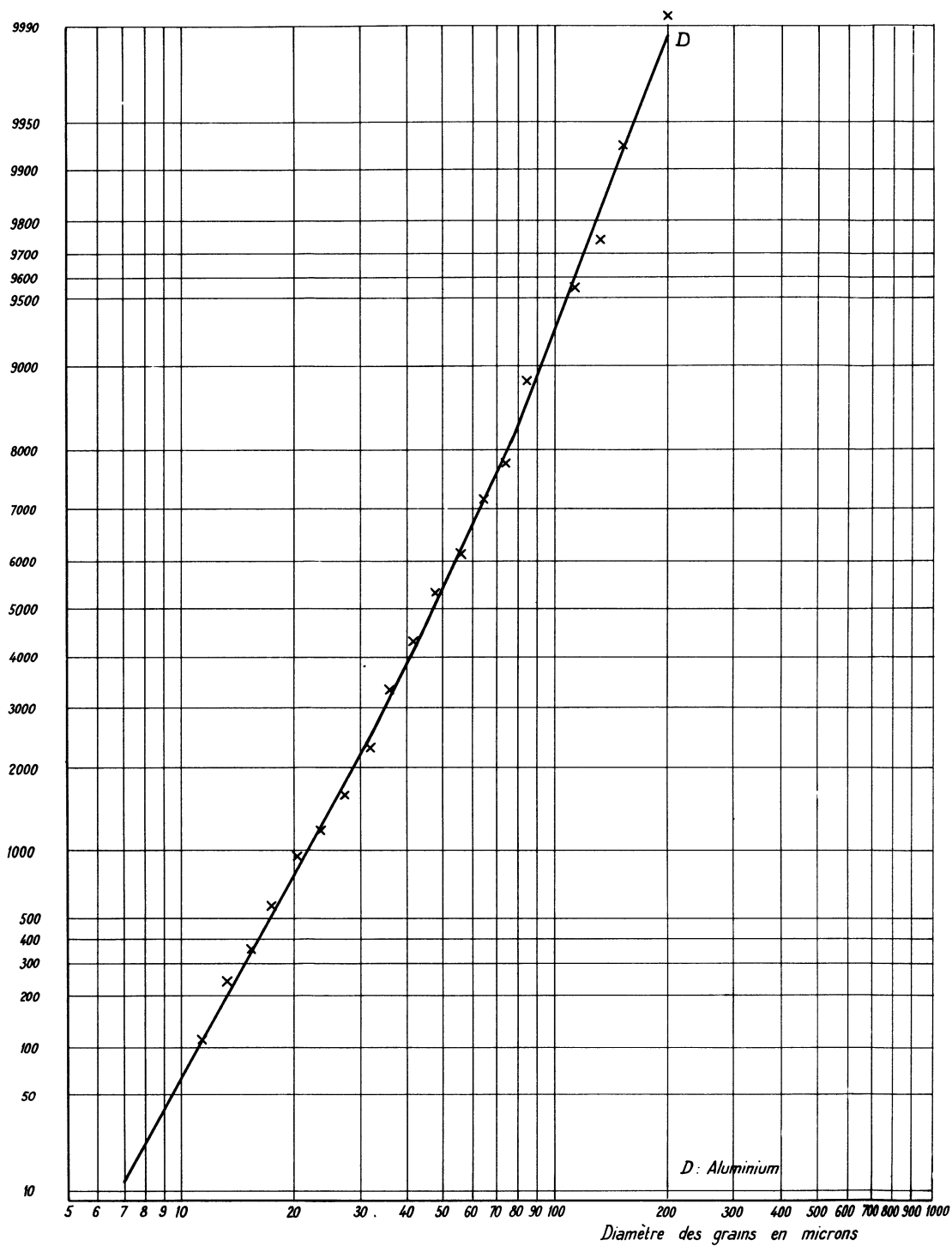


Fig. 4 bis.- MICROGRAPHIES DIVERSES

Courbes de fréquences cumulées
des diamètres de grains

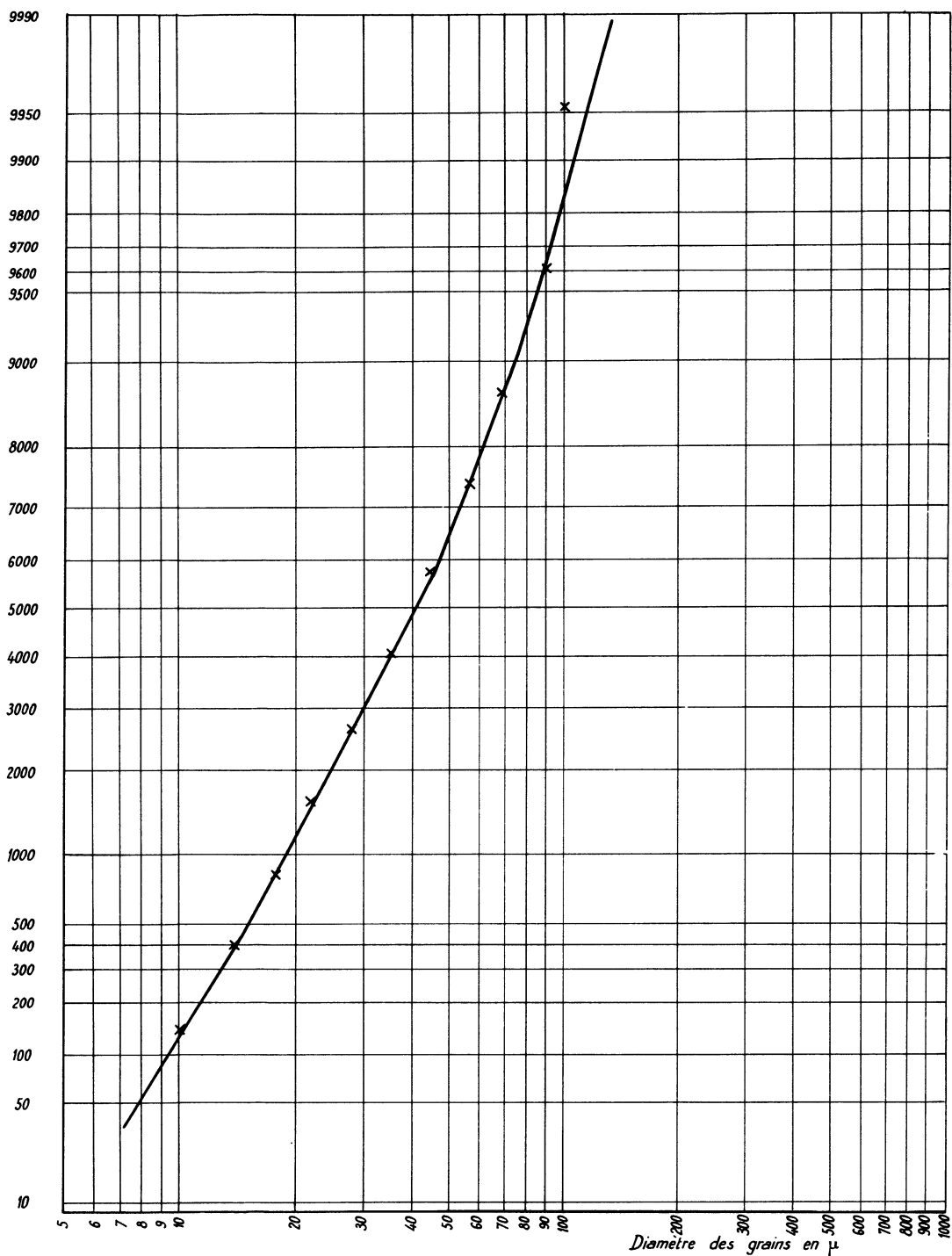
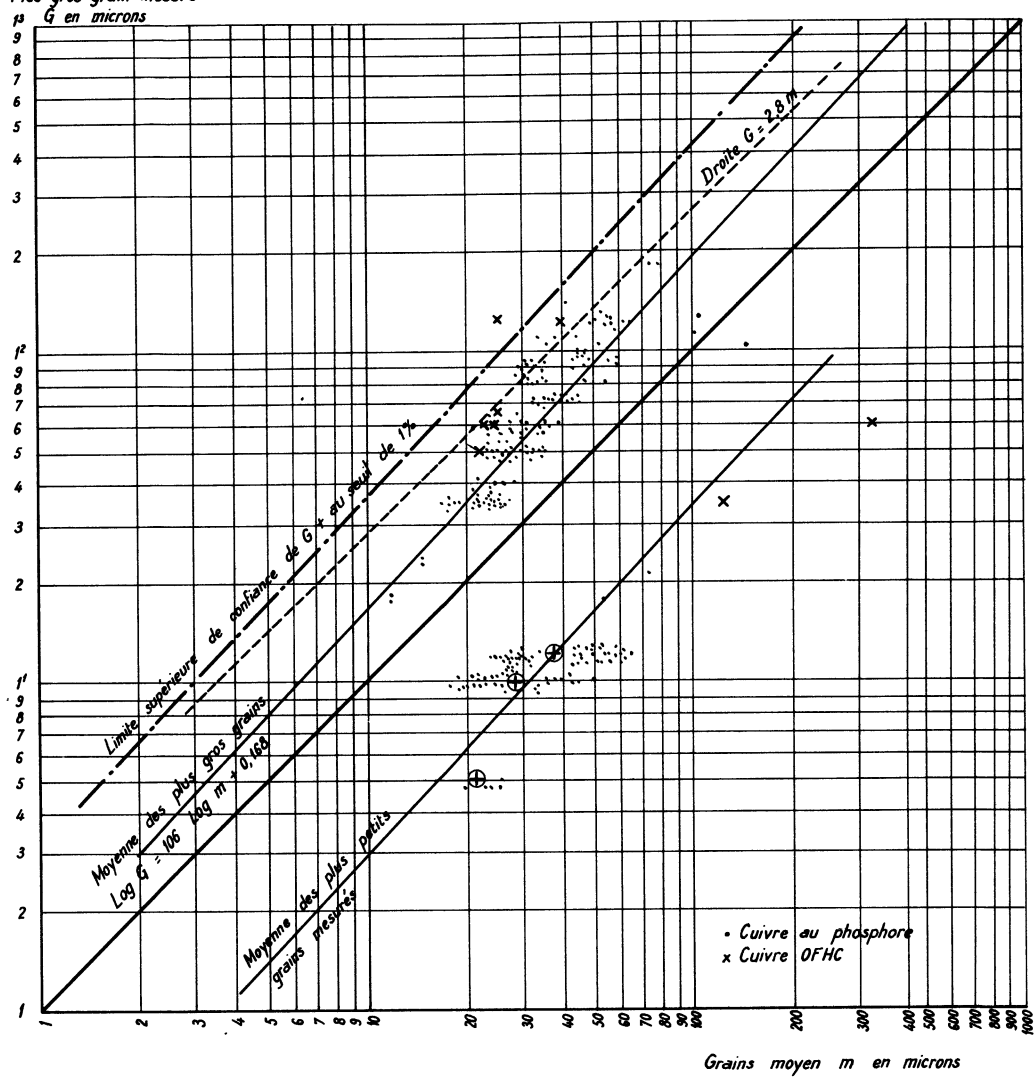


Fig. 4 ter.- LAITON 1er TITRE

Courbes de fréquences cumulées
des diamètres de grains

Plus gros grain mesuré



Variations du plus gros grain G en fonction du grain moyen m
Mesures effectuées sur micrographies cuivre recuit

Fig. 5

$$G_{0,999} = 3,8 \text{ m}_{\text{Interc.}} = 3,8 \times 0,8 \text{ m}_{\text{Jeff.}} = 3,0$$

et que l'étude sur les micrographies ASTM en mesurant m par la méthode Jefferies et en déterminant $G_{0,999}$ à l'aide des distributions expérimentales avait donné :

$$G_{0,999} = 2,8 \text{ m}_{\text{Jeff.}}$$

L'expérience confirme donc bien la valeur ainsi déterminée puisque les écarts entre les valeurs de $G_{0,999}$ calculés par les deux procédés sont de l'ordre de :

$$\frac{0,2}{2,8} = 7 \%$$

écarts inférieurs aux erreurs de mesure sur $G_{0,999}$ (10 % environ).

IV - TEST D'HOMOGENÉITÉ DU GRAIN

Les considérations ci-dessus font ressortir la difficulté de juger de l'homogénéité du grain par la seule mesure du plus gros grain (sur deux diamètres ou dans le champ du microscope).

D'après ce critérium, il est pratiquement impossible de juger avec certitude si le grain est homogène ou non.

Nous pensons que l'hétérogénéité d'une structure cristalline est caractérisée par la présence d'amas locaux de gros grains parmi des grains fins, (ou de grains fins parmi de gros grains) plutôt que par la présence d'un seul grain anormalement gros.

L'expérience confirme amplement l'existence de telles structures mais il n'est pas toujours facile de déterminer la limite exacte entre les irrégularités dues au hasard et les agglomérations réellement anormales de gros grains ou de grains fins.

C'est dans ce but que nous avons construit l'abaque ci-joint (Fig.6).

Ce dernier constitue une simple application du test de Student.

En effet, juger de l'hétérogénéité de telles structures micrographiques revient à comparer le grain moyen m_1 d'une agglomération de gros grains à celui m_2 de la zone voisine, c'est-à-dire calculer :

$$t = \frac{\log m_1 - \log m_2}{\sqrt{\frac{\sigma_1^2}{n_1} + \frac{\sigma_2^2}{n_2}}}$$

n_1 et n_2 étant les nombres de grains comptés respectivement dans chaque zone pour la mesure de m_1 et m_2 .

Pratiquement on peut admettre pour simplifier :

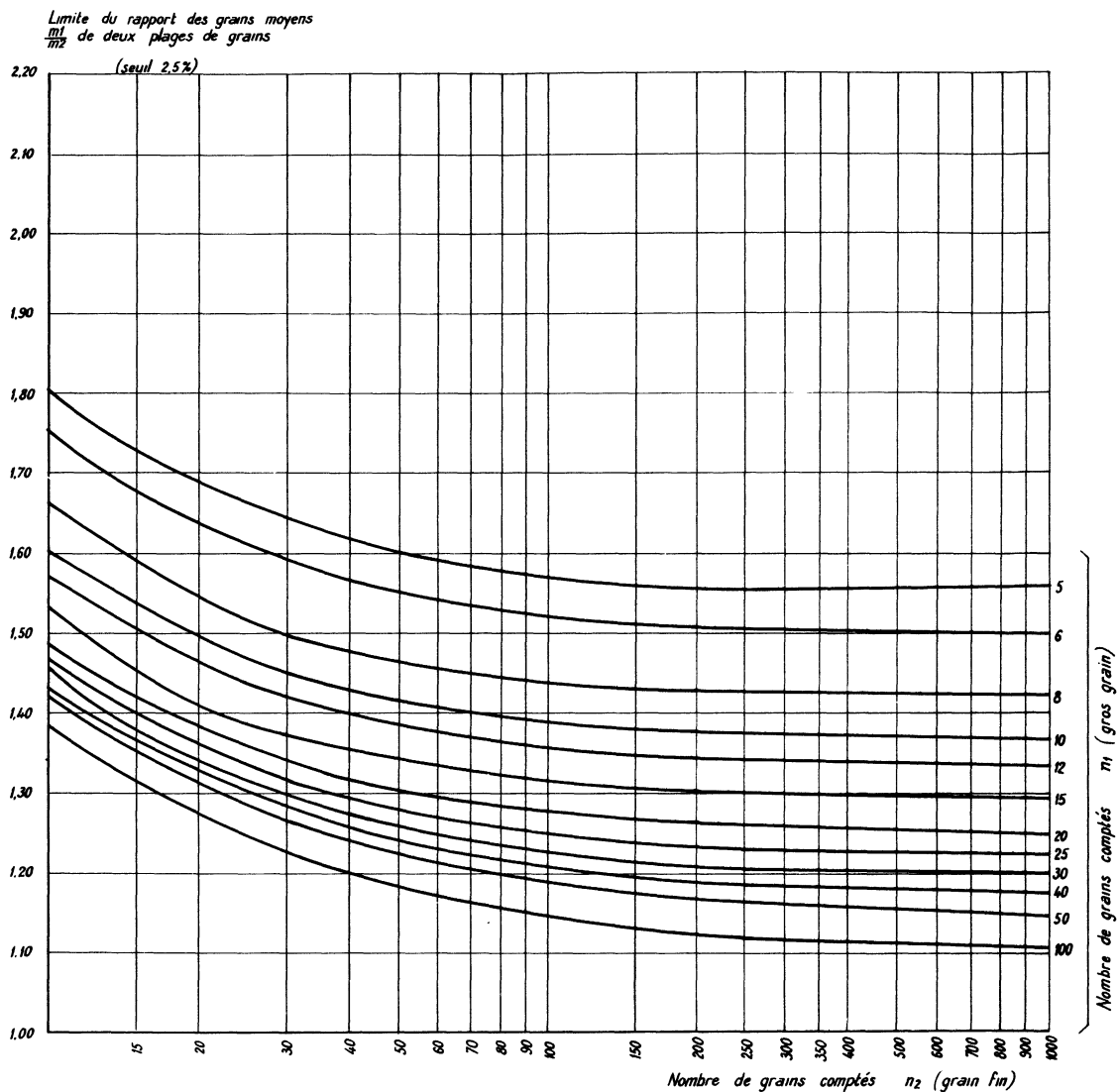
$\sigma_1 = \sigma_2 \approx 0.22$ (valeur moyenne de σ pour m compris entre 10 et 100 microns).

et admettre également :

$$\log. m_1 - \log. m_2 \approx \log. \bar{z}_1 - \log. \bar{z}_2$$

avec les notations des paragraphes III et IV.

La variable t suit avec une bonne approximation une loi de Student à $n_1 + n_2 - 2$ degrés de liberté. Si l'on se fixe un seuil de probabilité (5 % par exemple) on doit avoir :



Usage de l'abaque. Si on a mesure en deux points différents d'une micrographie un grain moyen m_1 , moyenne de n_1 grains comptés, et un grain moyen m_2 , moyenne de n_2 grains comptés, m_1 étant le plus grand des deux grains moyens l'abaque donne en fonction de n_1 et n_2 la limite du rapport m_1/m_2 . Lorsque le rapport m_1/m_2 mesuré est supérieur à cette valeur on est en droit d'admettre l'hétérogénéité du grain.

Fig. 6.- CONTROLE DU GRAIN
 (Test d'homogénéité)

$$\log \frac{m_1}{m_2} \leq (0.05, n_1 + n_2 - 2) \quad \sigma \quad \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}$$

avec $\sigma = 0.22$.

Le second membre de l'inégalité étant uniquement fonction de n_1 et de n_2 , il est alors tout à fait simple de construire l'abaque de la Fig. 6, donnant la valeur limite de $\log \frac{m_1}{m_2}$, au seuil 5 % en fonction de n_1 et de n_2 .

Usage de l'Abaque

Cet abaque permet donc de comparer les grains moyens de deux plages de grains présentant à l'oeil des différences sensibles.

Si m_1 est le grain moyen d'une plage de gros grains, mesuré en comptant n_1 grains sur une surface donnée (ou sur une longueur donnée) et m_2 le grain moyen d'une plage de grains fins mesuré en comptant n_2 grains sur une surface donnée (ou sur un diamètre donné), il suffit de rentrer dans l'abaque avec n_2 (échelle des abscisses), pour lire en ordonnées sur la courbe correspondant à n_1 la valeur du rapport m_1/m_2 qui ne peut être dépassée par hasard que 2,5 fois sur 100.

Si donc le rapport $\frac{m_1}{m_2}$ mesuré est plus élevé que cette valeur, on peut conclure à l'hétérogénéité de l'échantillon examiné.

Si, au contraire, le rapport m_1/m_2 mesuré est inférieur à cette limite, on peut admettre que les différences constatées à l'oeil sont imputables au hasard.

V - CONCLUSIONS

L'étude qui précède est forcément sommaire car elle ne constitue pas un travail scientifique effectué en laboratoire, mais un dégrossissage d'une question très complexe, à l'aide d'approximations permettant d'arriver à une solutionsimple d'un problème de contrôle des fabrications.

Il faut souligner l'aide apportée par les méthodes statistiques à une telle étude. Il faut se pénétrer des conceptions probabilistes, si l'on veut aborder avec quelques chances de succès des problèmes de ce genre où le hasard est l'élément dominant.

L'étude mathématique des distributions aléatoires donne le fil conducteur de l'étude et permet de dégager des paramètres dont la quasi-constance permet de caractériser les phénomènes de manière plus satisfaisante que les critères empiriques.

Les points importants à retenir nous paraissent les suivants :

1. - Une structure "homogène" formée de grains tous égaux en volume n'existe pratiquement pas.

A fortiori, il est utopique d'espérer trouver sur une micrographie plane un ensemble de grains de surfaces égales. On peut avoir l'illusion de la régularité quand on observe les structures fines au grossissement 100, mais cette illusion ne résiste pas à une augmentation du grossissement.

2. - Tout au plus peut-on définir une homogénéité statistique d'un ensemble de grains lorsqu'ils appartiennent à une même distribution de tendance centrale unique.

Cette distribution se rapproche d'une distribution logarithmo-normale, d'autant mieux que le grain est plus fin.

3. - Lorsque le grain moyen dépasse 60 microns, la structure micrographique devient nettement hétérogène, d'autant plus nettement que le grain est plus gros. Il semble qu'on se trouve en présence d'une population de gros grains, mélangés à une population de grains fins.

4. - Dans les limites étudiées (grains moyens compris entre 8 et 300 microns) il semble que 999 % des grains observables aient un diamètre inférieur ou égal à 2,8 fois le diamètre du grain moyen. (le diamètre étant défini comme la racine carrée de la surface du grain et le grain moyen étant mesuré par la méthode planimétrique de Jefferies).

5. - La dispersion des distributions logarithmiques des diamètres de grain semble indépendante de la nature du métal ; la relation ci-dessus semble donc applicable à tous les métaux à une seule phase, recristallisée. Mais il est prudent de ne généraliser qu'à bon-escient et après étude complémentaire de chaque cas particulier.

6. - L'écart-type des distributions des logarithmes des diamètres des grains pouvant être considéré comme constant dans une faible zone de variation du grain moyen (entre 10 et 100 microns par exemple), on peut utiliser le Test de Student Fisher pour comparer les grains moyens de deux zones d'une même micrographie.

L'abaque joint à cette étude indique les valeurs limites au seuil 2,5 % du rapport des grains moyens mesurés.

Ce test permet donc de juger de l'hétérogénéité d'une structure mieux que les considérations relatives au "plus gros grain" mesuré.

Cette définition de l'hétérogénéité liée à la présence d'agrégats cristallins isolés parmi des cristaux de diamètre moyen plus fin (ou plus gros), nous paraît confirmée par la pratique des observations micrographiques effectuées sur les alliages non ferreux.

Ce test apporte pratiquement le seul critère de jugement efficace dans les cas douteux où un observateur hésite à décider si on peut considérer un métal comme hétérogène ou homogène.

ANNEXE

Une des conséquences de l'étude ci-dessus est de permettre d'évaluer l'erreur commise sur une mesure de grain moyen.

En effet, si on a compté n grains dans une population de grains dont les diamètres sont distribués suivant une loi logarithmo-normale de moyenne $\log. z$ et d'écart-type σ l'erreur sur $\log z$ est par définition :

$$\epsilon = \pm 3.09 \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$$

au seuil 2 %.

On peut admettre que l'erreur sur $\log m$ est la même puisque :

$$\log m = \log. z + \frac{\sigma^2}{2} \log. e \quad (\text{Terme constant})$$

Les limites de confiance d'une mesure de grain moyen m effectuée en comptant n grains sont donc m_{sup} et m_{inf} telle que :

$$\text{Seuil } 2^\circ / \text{ } \left. \begin{array}{l} \log m_{\text{sup}} = \log m + 3,09 \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \\ \log m_{\text{inf}} = \log m - 3,09 \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \end{array} \right\}$$

L'abaque ci-joint (Fig.7) donne directement ces limites en fonction de m et de n. Il a été établi en admettant la croissance de σ en fonction du grain moyen.

Il permet de constater que même en comptant un nombre important de grains l'erreur sur le grain moyen est toujours forte.

Par exemple, en comptant 100 grains pour mesurer un grain de 30μ , on commet une erreur de :

$$\left\{ \begin{array}{l} - 5 \mu \\ + 6 \mu \end{array} \right. \text{ soit environ } \pm 18 \%$$

En comptant 100 grains pour mesurer un grain de 300μ on commet une erreur de $\left\{ \begin{array}{l} - 70 \mu \\ + 80 \mu \end{array} \right.$ soit environ $\pm 23 \%$.

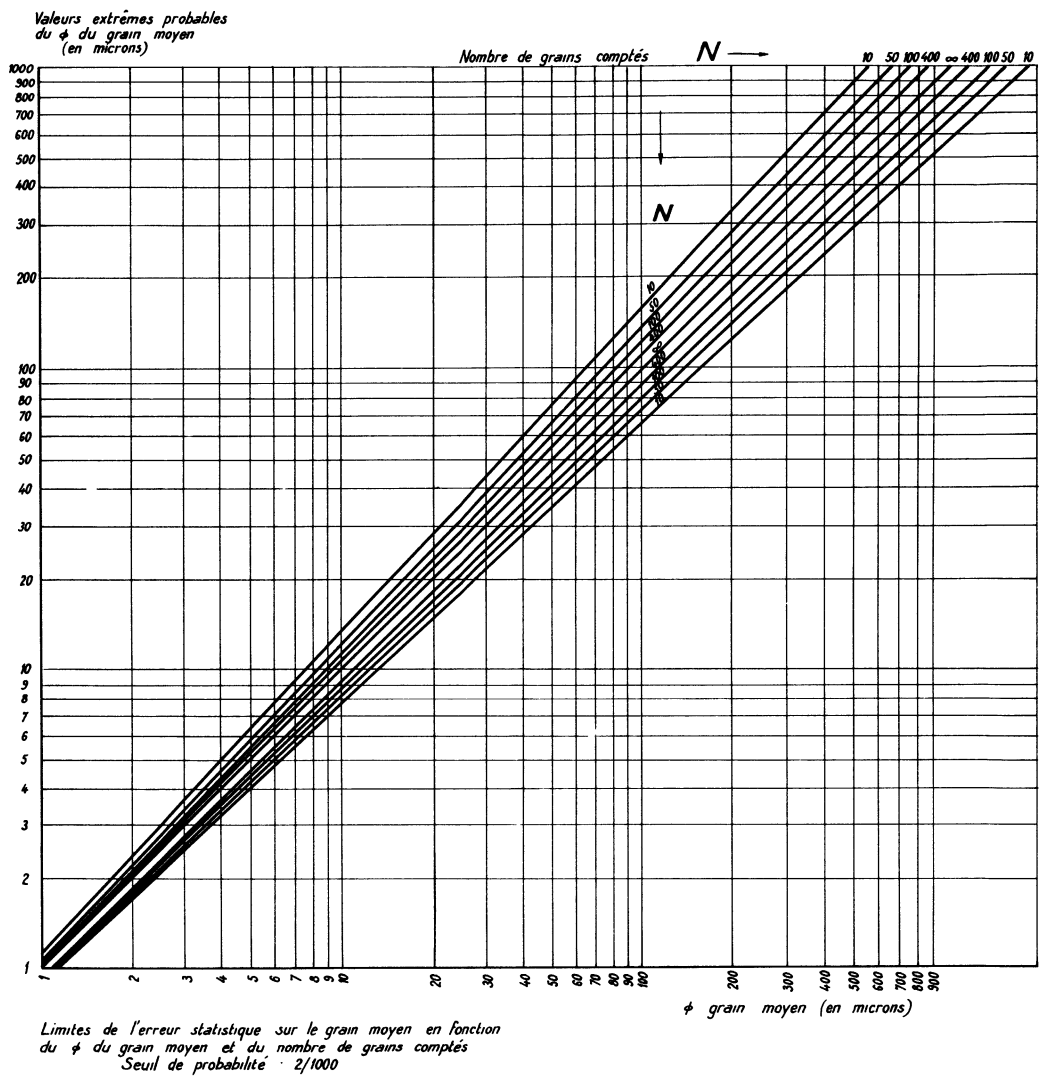


Fig. 7
CUIVRE AU PHOSPHORE
(Etat recuit)
Mesures de grain