REVUE DE STATISTIQUE APPLIQUÉE

V. HORALEK

Les estimations des paramètres tridimensionnels de la structure d'un matériau

Revue de statistique appliquée, tome 17, n° 4 (1969), p. 55-66

<http://www.numdam.org/item?id=RSA_1969__17_4_55_0>

LES ESTIMATIONS DES PARAMÈTRES TRIDIMENSIONNELS DE LA STRUCTURE D'UN MATÉRIAU

V. HORALEK

1 - INTRODUCTION

En ce qui concerne leur structure tridimensionnelle tous les métaux et alliages sont à proprement parler, des groupements formés par de nombreux corpuscules microscopiques, qui remplissent une partie donnée de l'espace et qui s'appellent, suivant leur formation ou origine, cristaux, grains, sphéroïdes, aiguilles, inclusions etc. L'organisation interne de la partie prépondérante de ces corpuscules microscopiques est caractérisée par un réseau cristallin, qui détermine le dessin de la distribution spatiale des atomes formant la microparticule. Mais ce réseau cristallin est souvent imparfait dans les cristaux réels ; il contient des "défauts". Dans les matériaux techniques métalliques, la présence de ces défauts exerce une influence non seulement sur les processus qui se développent dans les métaux, p.e. sur la vitesse et l'allure de la nucléation(1), mais aussi sur les qualités finales de ces matériaux. La connaissance des paramètres tridimensionnels de la structure des matériaux est nécessaire non seulement pour la détermination des qualités finales physiques, mécaniques ou technologiques des matériaux métalliques mais aussi pour une analyse approfondie des processus et des lois dirigeant les transformations de phase.

La structure tridimensionnelle réelle d'un métal n'est pas observable directement, et à cause de cela les estimations des paramètres tridimensionnels ne peuvent être déterminées qu'à partir des observations sur le plan d'un échantillon poli. On a élaboré, pour le contrôle de matériaux, des méthodes et échelles différentes, d'après lesquelles on apprécie p.e. la grosseur des grains, le nombre d'inclusions métalliques etc..., mais ces échelles comparatives ne sont pas convenables pour un examen objectif. L'étude des relations entre les transformations de structure, la température, la durée de maintien, la contrainte,etc. exige nécessairement des renseignements précis sur les paramètres tridimensionnels. Le caractère statistique des processus qui se déroulent lors des transformations de phases, que l'on ait en vue une transformation de phase dont le produit soit une phase cristalline ou des transformations de phases à l'état solide, a été reconnu par les physiciens, de telle sorte qu'on a attribué ce caractère aux grandeurs thermodynamiques utilisées pour la description des processus mentionnés. Nous sommes dont autorisés, pour obtenir les paramètres plans

----

(1) N. D. L. R. : Formation des particules.

et tridimensionnels de la structure de matériaux et pour la description des deux processus fondamentaux accompagnant la transformation de phases, c'est-à-dire du processus de la formation initiale des germes et de la croissance des particules ou d'un cristal, à utiliser les modèles mathématiques.

La plupart de ces modèles reposent sur les probabilités dites géométriques, dont les fondements sont résumés p.e. dans le livre de M. G. Kendall et P.A.P. Moran [1]. Un complément à la bibliographie publiée dans ce livre est contenu dans le travail de P.A.P. Moran [2]. Un aperçu systématique des méthodes appropriées à l'estimation de la microstructure tridimensionnelle des métaux et alliages est présenté dans le livre de Saltykov [3], aujourd'hui relativement ancien. Les méthodes et les résultats mentionnés plus loin sont tirés d'ouvrages plus récents.

On peut diviser, en principe, les problèmes à résoudre en deux catégories :

a) estimation de la fraction d'une structure de phase,

b) estimation des paramètres tridimensionnels de la structure d'un matériau.

2 - ESTIMATION DE LA FRACTION D'UNE STRUCTURE DE PHASE

Parmi les méthodes les plus répandues de l'analyse quantitative métallographique se trouvent à l'heure actuelle les méthodes ponctuelle, réticulaire et linéaire.

La méthode réticulaire est en fait une modification de la méthode ponctuelle, en ce sens que les points que l'on place, dans la méthode ponctuelle, tout à fait au hasard sur la surface observée de la microstructure sont donnés, dans la méthode réticulaire, par les points d'intersection d'un réseau généralement carré gravé sur une plaque tranparente.

Si l'on veut garantir avec la probabilité ε, que l'erreur relative à l'estimation de la fraction p soit dans l'intervalle $< -\delta \, ; \, + \delta >$, ε et δ étant choisis à l'avance,

a) le nombre d'applications r de la plaque à n points placés aléatoirement doit être au moins égal (voir [5]) à :

$$r = \frac{k_\varepsilon^2 (1 - p)}{n \, . \, \delta \, . p} \quad ; \tag{1}$$

b) le nombre r_L d'applications du segment de droite de longueur L doit être au moins égal à :

$$r_L = \frac{k_\varepsilon^2 \, . \, \beta}{L \, . \, \delta^2 \, . \, p^2} \tag{2}$$

où p et β représentent les paramètres de la distribution de la fraction de la phase structurale. Les valeurs du coefficient k_ε dont indiquées dans le tableau 1, elles correspondent aux fractiles de la loi normale réduite.

Un modèle, qui permettrait d'obtenir une relation analogue à (1) pour la méthode réticulaire, n'a pas été encore construit. Dans notre travail [5] nous avons montré, sur la base d'un traitement de données expérimentales, que la relation (1) peut être utilisée aussi pour la méthode réticulaire, les mêmes conditions étant remplies que dans le cas de la méthode ponctuelle, à savoir que le nombre n de points d'intersections soit suffisamment grand et que la valeur p ne soit pas située au voisinage de 0 ou de 1.

Tableau 1

ε	0,99	0,951	0,90
k_ε	2,576	1,960	1,645

Les valeurs des paramètres p et β contenus dans les formules (1) et (2) ne sont pas connues et il faut qu'elles soient estimées.

La fraction p de la phase examinée dans la formule (1) peut être estimée, à l'aide des résultats de r' applications de la plaque à n points et de la formule

$$\hat{p} = \frac{1}{p \cdot n} \sum_{k=1}^{r'} f_k ,$$

où f_k représente le nombre de points tombant, à la $k^{\text{-ième}}$ application de la plaque, sur la phase examinée (k = 1, 2, ..., r').

Les paramètres p et β dans la formule (2) peuvent être estimés par un procédé simple indiqué ci-après :

On place au hasard kn-fois un segment de droite ayant une longueur L sur le plan d'un échantillon poli. On désigne les valeurs des fractions, constatées dans ces échantillons de même étendue par

$$\begin{array}{l} {}_1p^{(1)},\ {}_2p^{(1)},\ \ldots,\ {}_np^{(1)}, \\ {}_1p^{(2)},\ {}_2p^{(2)},\ \ldots,\ {}_np^{(2)}, \\ \cdot \quad \cdot \\ \cdot \quad \cdot \\ \cdot \quad \cdot \\ {}_1p^{(k)}\ \ {}_2p^{(k)},\ \ldots,\ {}_np^{(k)} \end{array}$$

Soient d'autre part $p_{max}^{(i)}$ et $p_{min}^{(i)}$ la plus grande et la plus petite des valeurs observées dans le i-ième échantillon (i = 1, 2, ..., k). Les estimations non-biaisées des paramètres p et $\beta^{1/2}$ résultent des formules

$$\hat{p} = \frac{1}{kn} \sum_{j=1}^{k} \sum_{j=1}^{n} {}_hp^{(j)}$$

et

$$\hat{\beta}^{1/2} = L^{1/2} \cdot \frac{a_n}{k} \sum_{j=1}^{k} (p_{max}^{(j)} - p_{min}^{(j)}),$$

les coefficients a_n étant indiqués dans le tableau 2. (Ce sont les valeurs moyennes de l'étendue réduite d'un échantillon d'effectif n).

Tableau 2

n	2	3	4	5	6	7	8	9	10
a_n	0,8862	0,5908	0,4857	0,4299	0,3946	0,3698	0,3512	0,3367	0,3249

Pour construire un modèle pour la méthode linéaire, on a utilisé, dans le travail [6], la fonction caractéristique $\chi_{L^*}(l)$ de l'ensemble L^* de tous les points l du segment L, située sur la phase structurale examinée

$$\chi_{L^*}(l) = \begin{cases} 1 & \text{pour } l \in L^* \\ 0 & \text{pour } l \notin L^* \end{cases}$$

et on a défini, à l'aide de cette fonction, la variable aléatoire prenant les valeurs de la fraction de la phase structurale examinée, cette fraction étant obtenue lors d'une application, faite au hasard, du segment L sur le plan d'un échantillon de la manière suivante :

$$\eta_1^{(L)} = \frac{1}{L} \int_0^L \chi_{L^*}(l) \, dl$$

Pour construire le modèle, on a utilisé les travaux [7] et [8].

Toutes les méthodes mentionnées ont comme point de départ l'hypothèse que la fraction de la phase examinée dans le plan est égale à la fraction dans l'espace (principe dit de Cavaglieri-Acker). Quoique nous disposions aujourd'hui d'instruments permettant d'obtenir la fraction de la phase examinée, les formules mentionnées ne perdent pas malgré cela leur importance et elles offrent une base pour une vérification des résultats obtenus de cette manière.

3 - ESTIMATION DES PAREMETRES TRIDIMENSIONNELS DE LA STRUCTURE DES MATERIAUX

Le deuxième groupe de problèmes importants concerne les relations entre les paramètres bidimensionnels et tridimensionnels de la structure de matériaux. La connaissance de ces relations est importante avant tout pour une évaluation des qualités des matériaux, pour étudier la vitesse de formation des germes et leur croissance, pour examiner les lois dirigeant la formation des ruptures par fatigue (microfissures) dans certains types de structures, pour étudier les lois réglant le processus de ségrégation des éléments additionnels, etc.

Il s'agit des relations entre le nombre moyen d'intersections des grains de la phase examinée, coupée par le plan unitaire de l'échantillon poli et la grandeur de ces intersections d'une part, et le nombre moyen de grains et leur grosseur dans une unité de volume d'autre part. En étudiant la vitesse de la formation des germes et la vitesse de leur croissance, on regarde les deux paramètres tridimensionnels comme fonctions de temps (p. e. du maintien à une certaine température) etc. Dans le groupe des relations entre les paramètres spatiaux et plans de la structure d'un matériau on peut naturellement ranger aussi le problème de la liaison entre la distribution de concentration d'un certain agent additionnel dans le volume d'une cellule eutectique et sur sa coupe plane, etc. Pour construire un modèle, on utilise comme point de départ certaines formes géométriques des particules et les hypothèses habituelles, que les particules sont distribuées dans l'espace tout à fait au hasard et que les parties particulières d'un échantillon sont indépendantes les unes des autres. On ne mesure pas, dans le plan d'un échantillon poli, la grandeur réelle des particules, ce que l'on mesure, pour toute particule touchée par le plan de l'échantillon poli et caractérisée par un ou plusieurs paramètres suivant sa forme géométrique, c'est une grandeur qui diffère de la grandeur réelle en fonction de la forme de la particule et de son orientation dans l'espace d'un échantillon, de la distance de son centre par rapport au plan de l'échantillon poli et de sa grosseur propre.

a) Dans le cas des particules sphériques, le nombre moyen $\varkappa$ de particules dans une unité de volume est donné par la formule (voir p. e. [9] - [12])

$$\varkappa = \frac{\Delta}{\gamma_1} , \tag{3}$$

où Δ est le nombre moyen d'intersections planes sur une unité de surface, et γ_1 le premier moment général de la distribution des grandeurs des particules. On peut établir les estimations de $\varkappa$ et γ_1 par les relations

$$\hat{\varkappa} = \frac{z^2}{D \cdot m \cdot \gamma_1} \sum_{i=1}^{m} l_i \tag{4}$$

et

$$\hat{\gamma}_1 = \frac{\pi \sum\limits_{i=1}^{m} l_i}{2z \sum\limits_{i=1}^{m} \sum\limits_{j=1}^{l_i} \frac{1}{y_{ij}}} \tag{5}$$

où m est le nombre de surfaces de même grandeur D choisies au hasard sur le plan de l'échantillon poli, l_i ($i = 1, 2, \ldots, m$) le nombre d'intersections circulaires constaté sur chacune de ces surface et y_{ij} ($i = 1, 2, \ldots, m$; $j = 1, 2 \ldots, l$) les diamètres des intersections planes mesurées à l'aide d'un microscope au grossissement z.

Pour établir la relation fondamentale entre les moments généraux β_ν de la distribution des sections circulaires dans le plan et les moments généraux γ_ν de la distribution des diamètres spatiaux réels.

$$\beta_\nu = \frac{\Gamma\left(\frac{1}{2}\right) \Gamma\left(\frac{\nu + 2}{2}\right)}{2\Gamma\left(\frac{\nu + 3}{2}\right)} \frac{\gamma_{\nu+1}}{\gamma_1} , \quad \nu = -1, 0, 1, \ldots \tag{6}$$

on peut utiliser avec profit la méthode proposée dans [10] :

La relation entre le diamètre ξ_A de la sphère touchée par le plan et le diamètre de la section plane η_A peut être exprimée sous la forme :

$$\eta_A = \xi_A \sqrt{1 - \tau^2}, \tag{7}$$

où

$$\tau = \frac{2 \zeta_A}{\xi_A}, \tag{8}$$

ζ_A étant la distance du centre de la sphère au plan de l'échantillon poli. Comme le centre de la sphère est distribué uniformément et indépendamment de son rayon ξ, la variable aléatoire τ a aussi une distribution indépendante de ξ_A

$$h(t) = \begin{cases} 1 & \text{pour} \quad t \in (0, 1), \\ 0 & \text{pour} \quad t \notin (0, 1). \end{cases} \tag{9}$$

Il vient donc

$$\beta_\nu = E\,[\eta_A^\nu] = E\,[\xi_A^\nu]\,E\,[(1 - \tau^2)^{\nu/2}] \tag{10}$$

d'où l'on obtient, après avoir appliqué la règle de Bayes à la détermination de la densité de probabilité du diamètre de la sphère atteinte par le plan de l'échantillon poli, l'expression (6). En substituant $\nu = -1$ dans (6), on obtient facilement l'expression de la valeur moyenne de la distribution des diamètres spatiaux réels

$$\gamma_1 = \frac{\pi}{2\,\beta_{-1}} \tag{11}$$

On trouve la formule (6) déjà dans le travail [6], mais la méthode mentionnée ici est beaucoup plus simple et en outre, elle convient aussi pour établir les relations entre les paramètres dimensionnels de la structure et les paramètres de la distribution spatiale de la concentration (chap. g).

Dans le travail [12] on décrit dans le cas d'une distribution logarithmo-normale une modification de cette méthode pour l'évaluation de la microstructure formée par la matrice ferritique dans laquelle se trouvent les grains de cémentite fortement sphéroïdisés.

b) En étudiant la cinétique des réactions martensitiques et bainitiques on rencontre les particules lenticulaires.

La pénétration de deux corps sphériques de même grandeur, de diamètre ξ, forme un disque symétrique. Désignons ses demi-axes par a et b ($a < b$). Si le diamètre ξ a une distribution logarithmo-normale, l'estimation du nombre moyen de particules lenticulaires dans une unité de volume est donnée par la formule (voir [11]

$$\hat{\varkappa} = \frac{4}{\pi k} \frac{\varphi_1^3(k)}{\varphi_2^4(k)} \frac{n_A^3}{n_L^3}\, p \tag{12}$$

et l'estimation de la valeur moyenne du diamètre ξ par

$$\hat{\gamma}_{d,1} = \frac{\varphi_2^3(k)}{\varphi_1^2(k)} \frac{\eta_L^3}{\eta_A^2 \hat{p}} \tag{13}$$

Dans ces expressions, k est une fonction du rapport constant $\chi = \frac{a}{b} < 1$ des axes du disque

$$k = \frac{2\chi^2}{\chi^2 + 1} \tag{14}$$

en outre

$$\varphi_1(k) = \frac{\pi(3 - k)\, k^2}{12\left\{\sqrt{2k - k^2} - (1 - k)\frac{1}{4}[\pi - 2 \arcsin(1 - k)]\right\}}$$

$$\varphi_2(k) = \frac{k}{3}(3 - k) \tag{16}$$

et enfin

n_A - estimation du nombre moyen de particules lenticulaires de la phase examinée sur une unité de surface de l'échantillon poli ;

n_L - estimation du nombre moyen de sections des particules de la phase examinée, coupées par un segment de droite de longueur unitaire, placé au hasard sur le plan de l'échantillon poli ;

$\hat{p}$ - estimation de la fraction occupée par les sections des particules lenticulaires sur le plan de l'échantillon poli.

c) En étudiant les lois qui gouvernent la formation des ruptures critiques par fatigue dans la structure martensitique on démontre que ces ruptures prennent naissance avant tout dans les régions de pénétration de deux particules, qui ont la forme de disques de révolution symétriques. Le rapport des longueurs χ des axes des disques reste constant. Le nombre moyen de ruptures de ce type dans une unité de volume de l'échantillon peut être estimé par la formule obtenue dans le travail [12].

$$\hat{\varkappa}_1 = \frac{16\rho\, n_A^* n_A}{(\pi + 2\rho)\,\pi\,.\,n_L} \frac{\varphi_1(k)}{\varphi_2(k)\sqrt{2k - k^2}} \tag{17}$$

Les notations dans la formule (17) sont identiques aux notations de la formule (12) et, en outre, n_A^* est l'estimation du nombre moyen de sections des corps, produits par la pénétration de deux disques, sur une unité de surface dans le plan de l'échantillon poli.

En construisant le modèle, on a pris comme approximation du corps produit par la pénétration de deux disques un cylindre de révolution de hauteur V, ayant le diamètre de base Z, et le rapport

$$\rho = \frac{V}{Z} > 1 \tag{18}$$

après une vérification à l'aide d'un matériel expérimental, étant considéré comme une constante. Si cette constante n'est pas connue, on peut l'obtenir comme solution de l'équation quadratique établie également dans [12]. Dans ce travail on a utilisé aussi le résultat de Fullman [14] qui concerne les particules cylindriques.

d) Un cas particulier est celui où l'on juge de la situation dans l'espace du spécimen d'après la situation sur une radiographie obtenu par irradiation d'une certaine couche du matériel prélevé. On peut voir, sur cette radiographie, d'une part les profils des particules placées avec leur volume entier dans la couche examinée, et d'autre part, les profils des particules atteintes par les plans limitant la couche d'épreuve. Le groupe de particules atteintes comprend d'une part, celles dont le centre se trouve dans la couche irradiée et d'autre part, celles dont le centre se trouve au dehors de la couche irradiée. Mais on ne peut pas distinguer, sur la radiographie, ces deux types particuliers de particules. On rencontre souvent ce cas particulier par exemple en biologie ; il peut être utilisé pour l'évaluation de "répliques", c'est-à-dire d'empreintes détachées des spécimens. Le modèle théorique correspondant est mentionné dans le travail [15]. On y démontre que, si l'épaisseur de la couche d'épreuve est constante et connue, la formule (3) se modifie comme suit :

$$\varkappa = \frac{\Delta_*}{v + \gamma_1} \qquad (19)$$

où Δ_* est le nombre moyen de particules projetées sur une unité de surface de la radiographie obtenue par l'irradiation de la couche et γ_1 le premier moment de la répartition des diamètres des particules sphériques. L'estimation des paramètres particuliers exige une répétition des essais sur des couches ayant des épaisseurs différentes v_1 et v_2. Ce procédé donne les estimations les meilleures sous la forme :

$$\hat{\varkappa} = \frac{\hat{\Delta}_*^{(v_1)} - \hat{\Delta}_*^{(v_2)}}{v_1 - v_2}, \quad v_1 > v_2, \qquad (20)$$

$$\hat{\gamma}_1 = \frac{v_1 \hat{\Delta}_*^{(v_2)} - v_2 \hat{\Delta}_*^{(v_1)}}{\hat{\Delta}_*^{(v_1)} - \hat{\Delta}_*^{(v_2)}}, \quad v_1 > v_2, \qquad (21)$$

où v_1 et v_2 sont connus et le nombre moyen $\Delta_*^{(v)}$ de profils de particules retenues sur une unité de surface d'un microgramme obtenu par l'irradiation d'une couche d'épaisseur v est estimé par la formule

$$\hat{\Delta}_*^{(v)} = \frac{1}{m} \sum_{j=1}^{m} d_j, \qquad (22)$$

d_j ($j = 1, 2, \ldots, m$) étant le nombre de particules projetées à la j-ième application de la surface unitaire sur le microgramme et m le nombre total d'applications.

e) Un problème qui mérite de retenir l'attention, est l'étude de la distribution des diamètres réels des grains, qui peut apporter des informations beaucoup plus détaillées que celles qui résultent de la connaissance des paramètres $\varkappa$ et γ_1. On peut voir que cette distribution, dans la plupart des cas, n'est pas normale, mais logarithmo-normale. La méthode de calcul de la fonction de répartition des diamètres réels des grains à l'aide des paramètres plans estimés sur des résultats d'observation, est décrite dans le travail [16], où l'on présente aussi un test de concordance permettant de vérifier l'homogénéité du spécimen dans plus de deux plans.

Une formule peu compliquée pour le calcul de la distribution spatiale de la grosseur des grains à partir des résultats obtenus par la méthode linéaire dans la plan de l'échantillon poli est présentée dans le travail [17].

Les problèmes relatifs à la grosseur des grains et à leur répartition sont discutés en détail, tantôt du point de vue d'un modèle probabiliste, tantôt en ce qui concerne la méthode permettant d'établir la grosseur des grains, dans la publication [18].

f) Dans chaque transformation structurale gouvernée par la tension superficielle, la valeur locale de la courbure superficielle est une des grandeurs géométriques fondamentales. Dans les travaux [19, 20] on a publié les méthodes permettant d'établir la courbure moyenne des surfaces en prenant pour base les observations sur les coupes faites au hasard ou les projections de ces surfaces.

g) Nous mentionnerons encore les formules qui permettent d'estimer la concentration de l'élément d'addition aux centres des grains eutectiques (éventuellement des grains primaires) en partant des résultats des mesures exécutées sur le plan d'un échantillon poli. Pour résoudre ce problème, on suppose une forme sphérique des grains, et la même concentration constante de l'élément additionnel aux centres de tous les grains. Nous nous bornerons aux éléments carburigènes, dont la concentration croît du centre du grain à sa périphérie ; on suppose que la distribution spatiale de la concentration est donnée de façon déterministe par la fonction

$$k(v_*) = a_* v_*^m + b_*, \tag{23}$$

où $a_* > 0$ et $b_* > 0$ sont des constantes inconnues, $m > 0$ un nombre entier ou fractionnaire, et v la distance séparant un point de la sphère de son centre spatial. Si l'on connait m, les estimations non-biaisées des constantes a_* et b_* sont données par les formules

$$\hat{a}_* = \frac{m+1}{m} \; \frac{\sqrt{\pi}\,\Gamma\left(\frac{m+2}{2}\right) \sum_{j=1}^{n} C_{\text{bord},j} - \sum_{j=1}^{n} C_{\text{centre},j}}{2\,\Gamma\left(\frac{m+3}{2}\right) \quad \sum_{j=1}^{n} y_j^n} \tag{24}$$

et

$$\hat{b}_* = \frac{1}{m \cdot n} \left[(m+1) \sum_{j=1}^{n} C_{\text{centre},j} - \sum_{j=1}^{n} C_{\text{bord},j} \right], \tag{25}$$

où Γ (m) - fonction gamma,

n - nombre de sections planes choisies au hasard sur la plan de l'échantillon poli ;

y_j (j = 1, 2, ..., n) - rayon de la coupe plane du grain,

$C_{centre,j}$ (j = 1, 2,..., n) - concentration de l'élément correspondant fournie par une microsonde au centre de la j-ième coupe plane ;

$C_{bord,j}$ (j = 1, 2,..., n) - concentration de l'élément correspondant fournie par une microsonde au bord de la j-ième couple plane.

La concentration au centre spatial de la cellule est donnée par la grandeur b_* de sorte que son estimation est :

$$\hat{k}(0) = \hat{b}_*$$

Dans le travail [22] contenant une analyse détaillée de la relation entre la distribution de la concentration de l'élément carburigène dans l'espace de la cellule et sur le plan de sa coupe, on discute différentes méthodes pour l'estimation de la forme de la fonction $k(v_*)$ et pour l'estimation de la grandeur de l'exposant m. Il résulte déjà d'une analyse graphique de cette relation, que la croissance hyperbolique de la concentration sur le plan de l'échantillon poli correspond nécessairement à la croissance spatiale linéaire de la concentration. Dans le travail mentionné, on donne aussi l'expression de l'exposant m comme fonction du coefficient de partage effectif, dont la valeur, pour les éléments carburigènes, est moindre que 1.

h) Dans l'analyse des processus qui se développent lors des transformations de phase, le problème des estimations des paramètres caractérisant le processus étudié est compliqué par le fait que des facteurs ultérieurs, comme la température, la durée du séjour etc. interviennent. Si l'on réussit à maintenir pour la température un certain niveau, et à mesurer les spécimens après certaines durées de maintien à cette température, les données acquises concernant le nombre moyen de particules dans une unité de volume deviennent des fonctions de cette durée de séjour et caractérisant dans leur ensemble la forme de la courbe de nucléation. On peut déterminer cela expérimentalement p.e. en analysant la transformation de phase en état solide, mais cela n'est pas possible si l'on analyse une transformation de phase dont le produit est la phase cristalline. Il semble cependant que l'on pourrait utiliser, pour l'analyse des transformations de phase de ces deux types, la théorie des processus aléatoires non-homogènes à savoir naissance - immigration - mort, les intensités correspondantes $\lambda(t)$, $\nu(t)$, $\mu(t)$ ayant naturellement une interprétation différente.

On a appliqué ce procédé p.e. en analysant le processus de nucléation du graphite dans les fontes malléables [21], et on a constaté une influence essentielle exercée par deux types de détériorations ; statiques et dynamiques, dont les premières sont déjà déterminées par les conditions préexistant avant le premier degré de graphitisation, et les autres représentés par les condensations de lacunes.

Pour l'analyse de la cristallisation des métaux, l'interprétation des intensités $\nu(t)$ et $\lambda(t)$ est en relation avec les conditions de nucléation respectivement homogène et hétérogène.

L'application de ces types de processus non homogènes exigerait une élaboration théorique détaillée de tous les types possibles qui se produisent par les combinaisons mutuelles des trois processus considérés.

Mais la question d'un modèle mathématico-statistique pour le processus de la croissance des particules, soit dans les transformations de phase en phase solide, soit pour le processus de croissance des grains au cours de la cristallisation, reste toujours entièrement ouverte.

BIBLIOGRAPHIE

[1] M.G. KENDALL, P.A.P. MORAN.- Geometrical probability, Griffin's Statistical Monographs, London 1963.

[2] P.A.P. MORAN - A note on recent research in geometrical probability, J. Appl. Probability 3(1966), 453-463.

[3] S.A. SALTYKOV - Stereometrická metalografie, (La métallographie stéréométrique) Metallurgizdat, Moskva 1958.

[4] R.T. HOWARD, M. COHEN - Quantitative Metallography by Point-Counting and Analysis, Trans. AIME 1947, 1-14.

[5] S. DRÁPAL, V. HORÁLEK, Z. REŽNY - Mřížková kvantitativní metalografická analyza (L'analyse graticulaire quantitative en métallographie), Hutnické kisty, 12 (1958), 485 - 491.

[6] V. HORÁLEK - Přímková kvantitativní metalografická analýza, (L'analyse quantitative linéaire en métallographie), Kovové materiály 1(1963), 4, 447-457.

[7] L. TAKÁCS - On certain sejour time problems in the theory of stochastic processes, Acta mathematica, Budapest, 8(1957), 1-2.

[8] T. DALENIUS, J. HÁJEK, S. ZUBRZYCKI - On plane sampling and related geometrical problems, Proc. Fourth Berkley Symp., Math. Stat. Probab. 1, 1960, University of California Press.

[9] S.D. WICKSELL - The corpuscle problem, Biometrika 17(1925).

[10] V. HORÁLEK - Příspěvek k otázce hodnocení struktury materiálu, (Une contribution au problème d'une évaluation de la structure des matériaux), Aplikace matematiky 2(1958), 5

[11] J. LIKEŠ - Stanovení počtu a velikosti částic dispersní fáze metodami kvantitativní metalografie (La détermination du nombre et de la grandeur de particules de la phase dispersée par les méthodes de la métallographie quantitative), Rozpravy CSAV, 74(1964), 1.

[12] S. DRÁPAL, V. HORÁLEK - Nový zpusob metalografického zjišťování rozdělení vekikosti průměrů kulových zrn a jejich počtu v prostoru kovových vzorků (Une nouvelle méthode de la détermination métallographique de la distribution de la grandeur de grains sphériques et de leur nombre dans l'espace des spécimens métalliques), Hutnické listy12(1958), 12.

[13] V. HORÁLEK - A quantitative analysis model of fatigue microcraks arising on contact of two martensite particles (non publié).

[14] L. R. FULLMAN - Measurement of approximately cylindrical particles in opaque samples, Journal of Metals, 1953, September.

[15] V. HORÁLEK - Odhady parametrů prostorové struktury při prozařovací metodě (Les estimations des parametres de la structure spatiale en appliquant la méthode d'irradiation), Kovové materiály, 5(1967), 3.

[16] S. DRÁPAL, V. HORÁLEK - Some relations between parameters of structure in the plane of metalographic specimen surface and in the space of metal specimens, Acta technica 1959, 6

[17] C. BOCKSTIEGEL - Eine einfache Formel zur Berechnung räulicher Grössenverteilungen aus durch Linearanalyse erhalten Daten, Zeitschrift für Metallkunde, 57(1966), 647-652.

[18] SCHÜCKHER F. - Grain size, Acta Polytechnica Scandinavica, Stockholm 1966.

[19] R. T. de HOFF - The Quantitative Estimation of Mean Surface Curvature, Transactions of the Metallurgical Society of AIME, 239(1967), 617-621.

[20] J.W. CAHN - The Significance of Average Mean Curvature and its. Determination by Quantitative Metallography, Transactions of the Metallurgical Society of AIME 239(1967) 610-616.

[21] S. DRÁPAL, V. HORÁLEK - Nucleation of Graphite in Malleable Cast Iron - ASM Cast Iron Seminar, Detroit 1964.

[22] V. HORÁLEK - Analýze vztahu mezi rozdělením koncentrace karbidotvorného prvku v prostoru buňky a na rovině jejího řezu (L'analyse du rapport entre la distribution de la concentration de l'élément carburogène dans l'espace de la cellule et sur le plan de sa coupe) en préparation pour la revue Kovové materiály).

N. D. L. R. : Références à des ouvrages français sur des sujets voisins

G. MATHERON - Eléments pour une théorie des milieux poreux Ed. Masson & Cie.

A. HAAS, G. MATHERON et J. SERRA - Morphologie mathématique et granulométrie en place. Annales des Mines, Décembre 1967.