

Caractérisation de l'impact de la désoxydation à l'aluminium sur les inclusions non métalliques grâce à une méthode de comptage inclusionnaire automatisée

Cécile Nicoli^{a, b, c*}, Alexis Vaucheret^{a, c}, Philippe Jacquet^{a, c}, Jean-François Carton^b

^a LaBoMaP, Arts et Métiers ParisTech, 71250 Cluny, France

^b CastMetal, 1 Boulevard de la Boissonnette, 42110 Feurs, France

^c Université de Lyon, ECAM Lyon, INSA-Lyon, LabECAM, F-69005 Lyon, France

*e-mail: cecile.nicoli@ecam.fr

Received:

Cet article est publié en accès libre à AGH University of Science and Technology

Résumé

La désoxydation est une étape incontournable dans l'élaboration de l'acier. L'étude de son influence a pour but d'améliorer la qualité d'un acier à faible teneur en carbone (0,20–0,25% en poids). Il existe de nombreuses méthodes de désoxydation, et la plus courante consiste à ajouter de l'aluminium. Bien qu'il s'agisse d'une méthode classique, la détermination des paramètres optimaux du processus (quantité, rendement, etc....) peut s'avérer complexe. La désoxydation joue un rôle déterminant sur la propreté inclusionnaire, notamment sur la morphologie des sulfures. Afin de contrôler l'efficacité de la désoxydation, différentes techniques peuvent être utilisées. Dans cet article, une procédure de comptage automatisée sur un microscope électronique à balayage muni d'un canon à émission de champ (FEG-SEM) est présentée. Cette méthode a été appliquée sur des échantillons coulés dans notre laboratoire dans différentes conditions de désoxydation. La population d'inclusions résultante sera corrélée à la teneur en aluminium pour trouver les paramètres process optimaux.

Mots-clés: Morphologie des sulfures, Désoxydation, Inclusions non métalliques, Acier bas carbone, SEM-FEG

1. INTRODUCTION

La désoxydation de l'acier est une étape primordiale du processus d'élaboration qui est consécutive à la fusion du métal. Cette étape est accomplie en ajoutant des éléments qui réagissent avec l'oxygène pour former des oxydes [1] qui migreront ensuite dans les laitiers. Plusieurs moyens peuvent être utilisés pour la désoxydation [2]. Dans cette étude, l'objectif est de désoxyder le plus simplement possible tout en conservant une bonne propreté de l'acier c'est pourquoi le choix a été fait d'ajouter de l'aluminium à différentes étapes du processus. L'aluminium est déjà utilisé dans bon nombre de fonderies comme unique désoxydant [3]. L'ajout d'aluminium formera Al_2O_3 , qui en mesure de créer des inclusions solides néfastes aux propriétés mécaniques de l'acier telles que la résistance aux chocs ou la fatigue. L'aluminium a également un impact sur la forme des sulfures de manganèse MnS [4] - [6].

Il existe trois types d'inclusions à base de soufre [8]. Le type I est sphérique, gris et distribué de façon aléatoire : c'est donc le moins nocif des trois. Le type II est allongé, gris ou jaunâtre et aligné de façon plus ou moins discontinue. Sa formation est à proscrire car c'est le plus nocif au regard des propriétés mécaniques [6] [7]. Une teneur résiduelle en aluminium supérieure à 0.015% en masse permet généralement d'empêcher l'apparition de ce type de sulfure. Le type III est polyédrique, gris et situé aux joints triples des grains de solidification. Les trois types de sulfures sont présentés sur les figures 1, 2 et 3.

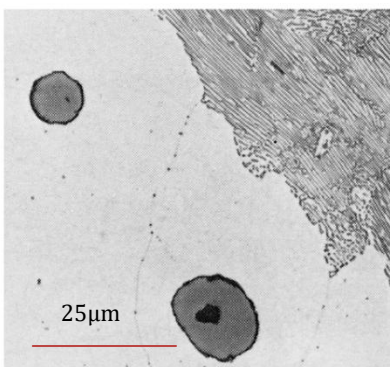


Fig. 1. Sulfure de type I, $\times 800$ [9]

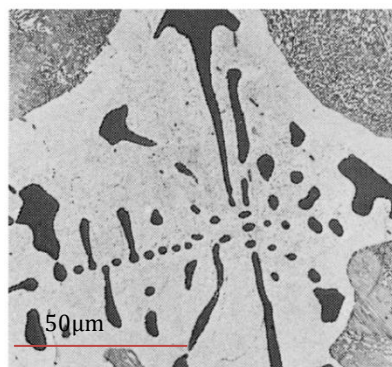


Fig. 2. Sulfure de type II, $\times 500$ [9]

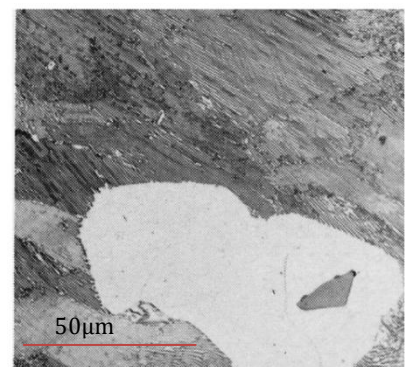


Fig. 3. Sulfure de type III, $\times 500$ [9]

D'autres inclusions à base d'oxygène sont aussi présentes dans l'acier. Il s'agit principalement d'oxydes d'aluminium formés lors de la désoxydation. Ces derniers sont ronds et noirs et difficilement visibles en microscopie optique. Il est possible d'observer d'autres types d'inclusions dans les aciers tels que les nitrures, cependant, la nuance d'acier étudiée (G20Mn5) est exempte de ce type d'inclusion.

L'étude de la désoxydation se fera par corrélation entre l'analyse chimique de l'acier obtenu par spectrométrie étincelle et un comptage automatisé des inclusions réalisé grâce à un MEB-FEG. Pour ce faire, un protocole de coulée spécifique a dû être établi et une comparaison avec les méthodes de détection classiques des inclusions a été faite.

2. ESSAIS

2.1. Elaboration de l'acier

La nuance d'acier utilisé est le G20 Mn5 (AFNOR) ou 1.6220 (AISI). Sa composition chimique est décrite dans le tableau 1. Lors de cette étude, des lingots ont été coulés dans des moules en sable vert en laboratoire. La fusion s'est faite dans un four à induction à moyenne fréquence d'une puissance maximale de 100 kW et d'une capacité de 20 litres. Le volume des pièces coulées est de 2,1 litres : suffisamment petit pour rester à l'échelle du laboratoire mais suffisamment grand pour maintenir une certaine représentativité par rapport à des pièces industrielles. Le remplissage et la solidification du lingot ont été validés par simulation numérique grâce au logiciel QuikCAST. Le temps de remplissage de l'empreinte est d'environ 10 secondes et celui de solidification est d'environ 1 heure. Les dimensions du lingot sont présentées à la figure 4.

Tableau 1
Composition chimique de l'acier utilisé dans cette étude

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al
0.17-0.23	<0.4	1.00-1.50	0.035	0.035	<0.40	<0.10	<0.40	<0.020

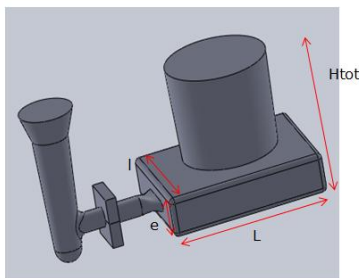


Fig. 4. Dimensions du lingot coulé

Côtes théoriques
L = 175 mm
l = 140 mm
e = 40 mm
Dms = 105 mm
Htot = 158 mm
Vol _{tot} = 2.1 L

Tous les lingots coulés sont analysés en laboratoire via deux techniques de caractérisation principales : la spectrométrie à étincelles pour leur composition chimique et la microscopie électronique MEB-FEG pour la quantification de la population inclusionnaire. Cette méthode sera détaillée au paragraphe 2.2. Afin de démontrer l'influence de la désoxydation sur la propreté inclusionnaire, il a été nécessaire de mettre en place un protocole de coulée pour contrôler et faire varier la désoxydation de l'acier. Pour cela, deux types de désoxydation ont été réalisés dans cette étude:

- La première désoxydation est faite directement dans le four de fusion pour « calmer » le bain liquide. Par souci de représentativité avec les procédés industriels, il a été décidé d'ajouter 1 kg d'Al par tonne d'acier soit 1 g d'Al par kilogramme d'acier dans le cas d'une coulée en laboratoire.
- La seconde désoxydation est réalisée directement dans la poche de coulée dans le but de faire varier la microstructure et plus précisément sa population inclusionnaire. Pour ce faire, une quantité variable d'aluminium a été ajoutée selon les essais.

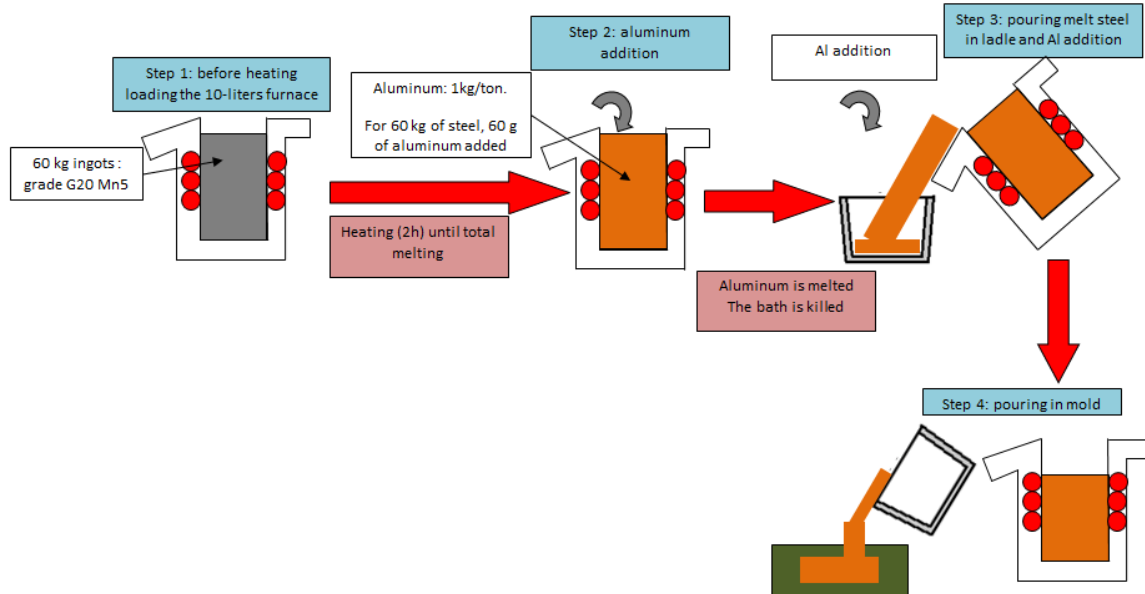


Fig. 5. Processus de fonderie appliqué en laboratoire

Deux fusions ont été faites dans le cadre de cette étude. Le protocole d'addition d'aluminium est décrit dans le tableau 2. Pour la fusion 1, l'aluminium n'a été ajouté que dans la poche, l'étape 2 de la figure 5 n'a donc pas eu lieu. Concernant cette coulée, la variable d'étude a porté sur la méthode de désoxydation en poche à savoir :

- Un ajout d'aluminium en fond de poche lors de la coulée du premier lingot
- Un ajout d'aluminium au milieu du remplissage de la poche lors de la coulée du deuxième et troisième lingot

Pour la fusion 2, une première désoxydation par ajout d'une quantité constante d'aluminium dans le four en fin de fusion (étape 2, figure 5) a été réalisée. Concernant cette coulée, la variable a été la quantité d'aluminium ajoutée en poche lors de la seconde désoxydation, comme le montre le tableau 2

Tableau 2
Méthode d'addition de l'aluminium lors de la désoxydation

Fusion 1			Fusion 2		
Test	Addition d'Al		Test	Addition d'Al	
	Au four (g)	En poche (g)		Au four (g)	En poche (g)
1	0	Au fond : 8.7	4	60	0
2	0	Au milieu : 7.0	5	60	Au milieu : 32
3	0	Au milieu : 7.3	6	60	Au milieu : 17.5
			7	60	Au milieu : 8.4

Une fois décochés et grenillés, les lingots sont découpés et un échantillon est prélevé au centre comme indiqué sur la figure. 6. Les analyses de comptage inclusionnaire par MEB-FEG sont effectuées au centre du lingot sur une surface de 11 mm². La taille de la surface observée a été choisie dans un souci de comparaison avec d'autres logiciels de comptage inclusionnaire concurrents [10].

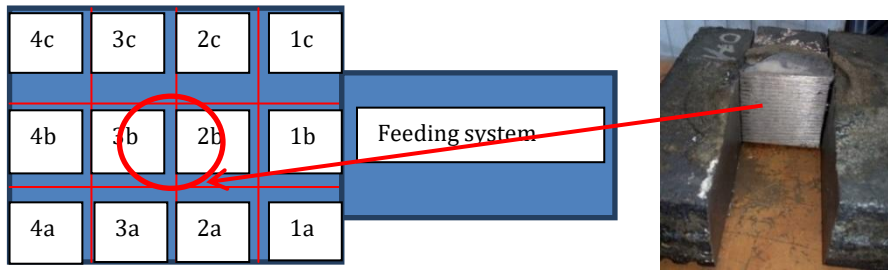


Fig. 6. Localisation de la zone prélevée au sein du lingot pour analyse

2.2. Méthode de caractérisation

Comme évoqué dans le chapitre précédent, la composition chimique de l'acier coulé sera analysée et comparée à la propreté inclusionnaire afin de mettre en évidence l'impact de la désoxydation. Pour cette étude, la composition chimique, et plus particulièrement la teneur en aluminium, a été déterminée grâce à un spectromètre étincelle de marque HORIBA.

Afin de définir la propreté de l'acier, une méthode par microscopie optique a été définie il y a de nombreuses années et décrite dans la norme NF EN 10247 [8]. Elle consiste à compter les inclusions visibles sur 20 champs choisis aléatoirement à un grossissement de X500. Tous les types d'inclusions sont ensuite classés, et il est alors possible d'en déduire la propreté de l'acier. Un inconvénient de cette méthode est qu'elle est dépendante de l'expérience de l'opérateur. En effet, selon l'opérateur, certaines inclusions pourront soit être oubliées lors du comptage soit confondues avec une porosité.

Dans notre étude, l'identification et la classification des inclusions ont été réalisées automatiquement sur un MEB-FEG de marque JEOL (Microscopie Electronique à Balayage - Field Emission Gun). Le logiciel d'analyse d'images associé AZTEC (développé par Oxford) est capable d'identifier les différentes nuances de gris d'un échantillon afin de déterminer la morphologie des inclusions et donner leur composition chimique grâce à une analyse EDS. Le grossissement choisi est X500 (identique à la méthode optique), en référence à la norme NF EN 10247 [8], [11], [12]. Comme pour la méthode optique, une préparation métallographique minutieuse est obligatoire afin d'optimiser le contraste entre les inclusions et la matrice d'acier. En revanche, avec cette technique, les mouvements de caméra, la détection des inclusions et les analyses EDS sont entièrement automatisés. L'ensemble des champs analysés sont enregistrés pour un éventuel contrôle à postériori.

La première étape de cette analyse est l'acquisition manuelle d'un premier champ (Fig. 7). La taille du champ est identique à la taille de la méthode optique. Les niveaux de gris sont définis par l'opérateur de manière à détecter le maximum de particules (quel que soit leur type). La zone étudiée (telle que définie à la figure 6) doit être représentative du lingot afin de détecter tous les types d'inclusions possibles.

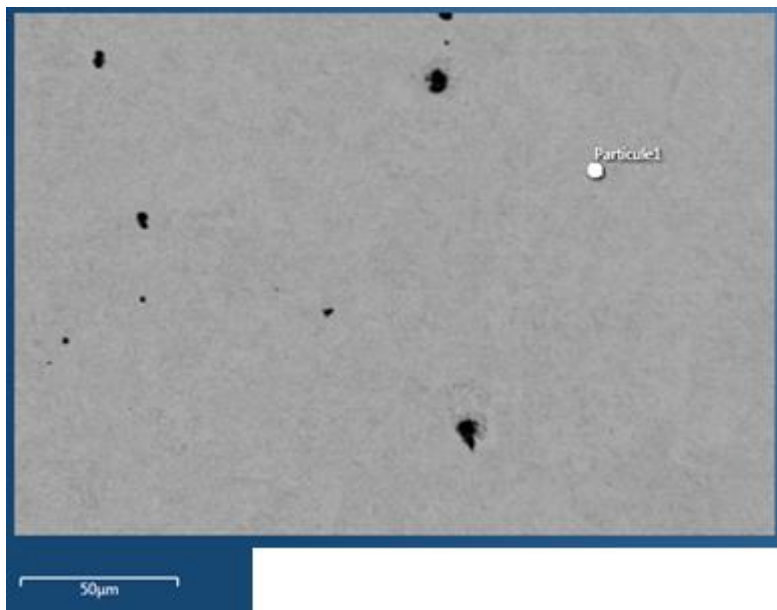


Fig. 7. Champ d'observation avec détection de particule sur AZTEC software

La deuxième étape est l'automatisation. Une grande surface est définie par l'opérateur, pour rappel il s'agit de 11mm² dans cette étude. Le logiciel divise cette zone en champs élémentaires (la même surface que pour les méthodes optiques) et détecte et analyse chaque particule à l'intérieur de chaque champ élémentaire. La surface choisie est déterminée dans le logiciel, et sur chaque champ, les particules sont détectées puis analysées. Plusieurs surfaces peuvent être examinées (comme le montre la figure 8). Cela signifie que différents échantillons peuvent être analysés pendant l'automatisation. Sur la figure 8, il est possible de voir une surface dont l'automatisation est déjà terminée (en vert) et une autre surface dont l'analyse est toujours en cours; chaque partie gris clair (ou vert) correspond à un champ. La taille du champ est la même que celle présentée sur la figure 7.

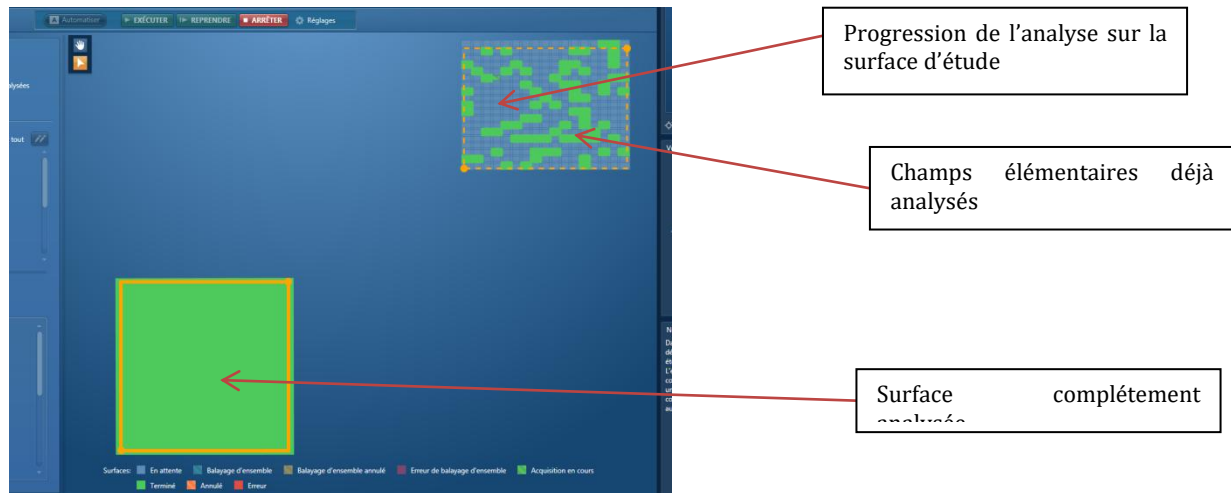


Fig. 8. Progression de l'analyse sur le logiciel AZTEC

La dernière étape consiste à classer les inclusions détectées. La méthode de classification des particules se fait en fonction de leur composition chimique et de leur morphologie. La classification de la morphologie se fait grâce à la détermination d'un rapport de diamètres équivalents. Elle est comparable à la classification utilisée dans les logiciels concurrents [10]. L'identification de la forme des inclusions permet une classification des sulfures selon leur type [8]. De plus, une classification des inclusions est aussi faite en fonction de leur analyse chimique. Cela permet de distinguer les oxydes des sulfures mais aussi les inclusions des porosités.

Comme le système est automatisé, le gain de temps est considérable par rapport à l'observation conventionnelle au microscope optique. La méthode conventionnelle est basée sur le comptage des inclusions sur 20 champs aléatoires de la même taille que celui de la figure 7. La zone couverte est alors moins étendue qu'avec le logiciel, et la précision de détection des inclusions par l'opérateur est subjective. En considérant le temps nécessaire pour compter les inclusions dans 20 champs par microscopie optique, le logiciel de comptage inclusionnaire automatisé sera en mesure d'analyser environ 80 champs, soit une surface 4 fois plus grande. De plus, le logiciel fournira des informations supplémentaires à savoir la composition chimique de chaque inclusion, la forme de chaque inclusion, une classification des inclusions et la possibilité de visionner chaque inclusion après analyse. La connaissance de la composition chimique des particules détectées permet d'éviter de confondre une inclusion avec une porosité.

3. RESULTATS

3.1. Ajout d'aluminium

Pour rappel, l'addition d'aluminium dans cette étude s'est basée sur les teneurs utilisées dans l'industrie, ce qui correspond à 1 kg / tonne d'acier coulé.

Pour la Fusion 1, l'aluminium a été ajouté uniquement en poche. Pour la première coulée (essai 1), de l'aluminium a été ajouté au bas de la poche, et pour la deuxième (essai 2) et la troisième (essai 3) coulée, de l'aluminium a été ajouté au milieu de la poche. Aucune quantité d'aluminium a donc été ajoutée dans le four. Pour la Fusion 2, la désoxydation est faite à la fois dans le four et dans la poche. Toutes les étapes de la figure 5 sont donc réalisées.

Le tableau 3 montre la quantité résiduelle d'aluminium dans l'acier pour chaque lingot. L'essai 1 montre qu'il est préférable d'ajouter de l'aluminium au milieu de la poche car le rendement d'addition comparé aux essais 2 et 3 est plus faible. Au regard de cette conclusion, il a été décidé de ne pas poursuivre les analyses (comptage inclusionnaire) sur cet essai. De plus, il est possible de constater que la teneur en carbone est assez éloignée de la valeur attendue (0,31% en poids), même si cela n'a pas affecté les résultats de l'étude.

Dans le cas d'un ajout uniquement en four (essai 4), aucun aluminium résiduel n'est détecté. Il a donc été totalement consommé lors de la désoxydation. Pour les essais 5, 6 et 7, Il est possible de conclure que seul

l'aluminium ajouté dans la poche apparaît dans la quantité résiduelle mesuré par spectrométrie étincelle. L'ajout d'aluminium dans le four est nécessaire pour calmer le bain à la suite de la fusion. Il permet également de réduire l'activité de l'oxygène potentiellement responsable de défauts tels que la porosité de l'acier.

La figure 9 montre que l'aluminium résiduel est proportionnel à l'aluminium ajouté au milieu de la poche. L'aluminium est bien intégré lors du transvasement four/poche réduisant ainsi l'activité de l'oxygène. Ensuite, le processus de coulée de l'acier de la poche au moule ne suffit normalement pas pour générer une réoxydation de l'alliage.

Tableau 3
Composition chimique des lingots obtenue par spectrométrie étincelle

		C	Mn	Si	S	P	Ni	Cr	Mo	V	Al	Cu
Fusion 1	1	0.31	0.57	0.24	0.017	0.02	0.02	0.11	0.01	0.01	0.027	0.03
	2	0.26	0.54	0.22	0.016	0.017	0.02	0.11	0.01	0.01	0.044	0.03
	3	0.23	0.49	0.19	0.015	0.016	0.02	0.10	0.01	0.01	0.045	0.03
Fusion 2	4	0.20	0.36	0.07	0.009	0.015	0.02	0.10	0.01	0.01	0.001	0.03
	5	0.23	0.41	0.11	0.013	0.017	0.02	0.10	0.01	0.01	0.120	0.03
	6	0.22	0.45	0.12	0.012	0.017	0.02	0.10	0.01	0.01	0.070	0.03
	7	0.22	0.45	0.12	0.011	0.017	0.02	0.10	0.01	0.01	0.040	0.03

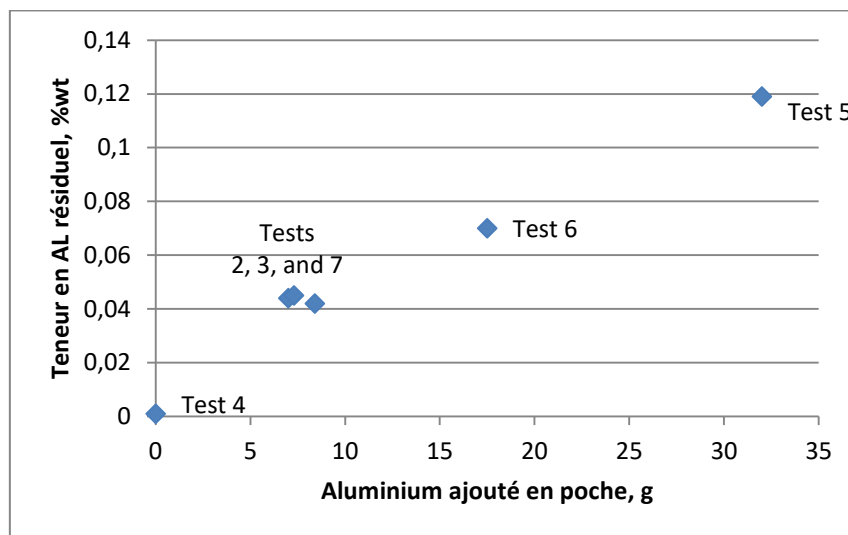


Fig. 9. Teneur en Al résiduel (wt.%) en fonction de la quantité ajoutée en poche (g)

3.2. Impact de la désoxydation à l'aluminium sur la propreté inclusionnaire de l'acier

A la suite des comptages des inclusions par méthode automatisée réalisés sur les essais 2 à 7, les résultats ont été reportés dans le tableau 4. Pour rappel, trois types de désoxydation à l'aluminium ont été testés dans cette étude :

- Désoxydation au four uniquement : essai 4
- Désoxydation en poche uniquement : essais 2 et 3
- Désoxydation en four et en poche : essais 5, 6 et 7

Tableau 4
Comptage inclusionnaire par méthode automatisée (MEB-FEG)

	Essai 2 (poche)	Essai 3 (poche)	Essai 4 (four)	Essai 5 (four et poche)	Essai 6 (four et poche)	Essai 7 (four et poche)
Porosité	2069	2113	790	797	645	670
MnS Type I ou III	114	98	150	38	108	113
MnS Type II	55	45	7	18	57	45
MnS total	69	143	157	56	165	158
Al ₂ O ₃	78	320	3	420	623	405

Les essais 2 et 3 ont été réalisés pour évaluer la répétabilité du protocole expérimental et de la méthode de caractérisation. Les résultats présentés dans le tableau 4 étant quasi similaires, il est possible d'affirmer que le protocole d'étude est répétable.

La quantité importante de porosités visibles dans les essais 2 et 3 montre que la désoxydation uniquement en poche est insuffisante. Il est donc nécessaire de calmer au préalable le bain liquide grâce à l'ajout d'aluminium directement en four. Les essais 4, 5, 6 et 7 prouvent que cette étape permet de réduire drastiquement le nombre de porosités, en le divisant par 3. Néanmoins, le transfert entre le four et la poche provoque une réoxydation de l'acier. C'est pourquoi une désoxydation supplémentaire doit être effectuée à la poche. Ce phénomène est démontré par la présence d' Al_2O_3 en quantité plus ou moins équivalente dans l'acier lors des essais 5, 6 et 7 réalisés avec deux ajouts d'aluminium. Ainsi, la quantité d' Al_2O_3 est indépendante de la masse d'aluminium ajoutée pour la seconde désoxydation, mais bien de la teneur en oxygène de l'acier. C'est pourquoi l'addition minimale d'Al (Test 7) est suffisante pour la désoxydation en poche. La désoxydation en four complétée par une désoxydation plus traditionnelle en la poche semble vraiment améliorer le traitement de désoxydation de l'acier.

En ce qui concerne les sulfures, leur quantité totale ne semble pas corrélée avec la quantité résiduelle de soufre (Tab. 3), ni d'aluminium car le nombre d'inclusions à base de soufre est quasi constant quel que soit l'essai (hormis l'essai 5). Cependant, la quantité de soufre et d'aluminium devrait affecter la taille et la morphologie de ces inclusions.

En se focalisant sur l'essai 5, il en résulte que la quantité totale d'inclusions de type MnS est faible. La nucléation des sulfures pourrait être liée à la quantité d'aluminium. Dans cette étude, le logiciel a été paramétré avec un seuil de détection de $2\mu\text{m}$, c'est-à-dire qu'il ne prend pas en compte les particules de dimensions inférieures à ce seuil. Il est alors possible de penser que la quantité totale de MnS soit équivalente pour ces 3 essais (essais 5, 6 et 7) mais que dans le cas de l'essai 5, un certain nombre de particules de taille inférieure à $2\mu\text{m}$ soit généré et donc non comptabilisé. Afin de vérifier cette hypothèse, il pourrait être possible de reparamétrer le logiciel dans le but d'analyser la taille et la morphologie des inclusions de manière plus exhaustive.

4. CONCLUSION

Tout d'abord, cette étude donne des informations sur l'élaboration de l'acier et notamment sa désoxydation. L'ensemble du processus de désoxydation utilisé dans ce travail a été réalisé au cours de deux étapes différentes de la fabrication de l'acier; dans le four et dans la poche de coulée. Les méthodes d'analyse utilisées à savoir la détermination de la composition chimique par spectrométrie étincelle et le comptage inclusionnaire automatisé par MEB-FEG permettent de déterminer le meilleur processus de désoxydation de l'acier. Les analyses chimiques montrent que l'aluminium est totalement consommé par l'oxygène lors de la désoxydation en four mais complètement intégré dans le cas d'une désoxydation en poche. L'activité oxygène consomme intégralement l'aluminium dans le four. L'activité en oxygène résultante dans l'acier après transvasement dans la poche est trop insuffisante pour consommer tout l'aluminium. En combinant les types de désoxydation, il est possible de réduire de façon significative la porosité dans l'acier comme le montrent les analyses MEB et d'augmenter la qualité de l'acier coulé. Ces résultats pourraient être complétés par une mesure de l'activité en oxygène de l'acier à différentes étapes du processus d'élaboration de l'acier, notamment grâce à l'utilisation d'une sonde Celox

Ensuite, les analyses de propreté inclusionnaire montrent que la quantité de soufre dans l'acier n'affecte pas ou peu la quantité de sulfures. Le mécanisme de nucléation des MnS est d'avantage lié à la quantité d'aluminium qu'à la quantité de soufre. La morphologie du MnS peut évoluer avec le processus de désoxydation. Une meilleure maîtrise du logiciel AZTEC permettrait une analyse plus fine de la propreté inclusionnaire.

Enfin, la méthode numérique de comptage des inclusions permet de couvrir une plus grande surface en moins de temps que la méthode optique traditionnelle (pour une même surface, la méthode numérique est 3 fois plus rapide que la méthode optique). Elle permet également d'obtenir toutes les compositions chimiques de toutes les particules. Cette méthode réduit également le biais de l'observateur lors du comptage inclusionnaire. Cela évite notamment l'oubli d'inclusions ou le comptage de porosité en tant qu'inclusion. Le logiciel permet également de distinguer les types de sulfures en distinguant les sulfures globulaires et allongés par calcul d'un facteur de forme. En conclusion de cette étude, cette méthode semble être très efficace et montre des améliorations possibles dans la désoxydation de l'aluminium dans l'acier à faible teneur en carbone.

Remerciements

Cette étude a été réalisée grâce au soutien financier de SAFE Métal

References

- [1] Zhang G.-H., Chou K.-C. (2015). Deoxidation of molten steel by aluminum. *Journal of Iron and Steel Research, International*, 22(10), 905–908. doi:10.1016/S1006-706X(15)30088-1

- [2] Li Y., Wan X. L., Lu W.Y., Shirzadi A.A., Isayev O., Hress O., Wu K.M. (2016). Effect of Zr-Ti combined deoxidation on the microstructure and mechanical properties of high-strength low-alloy steels. *Materials Science and Engineering A*, 659, 179–187. doi:10.1016/j.msea.2016.02.035
- [3] Golubtsov V.A., Shub L.G., Deryabin A.A., Usmanov R.G. (2006). Treating steel outside the furnace more efficiently. *Metallurgist*, 50(11–12), 634–637. doi:10.1007/s11015-006-0135-1
- [4] Li Z., Liu C., Sun Q., Jiang M. (2015). Effect of deoxidation process on distribution characteristics of inclusions in silicon steel slabs. *Journal of Iron and Steel Research, International*, 22(Supplement 1), 104–110. doi:10.1016/S1006-706X(15)30147-3
- [5] Yarwood J.C., Flemings M.C., Elliott J.F. (1971). Inclusion formation in the Fe-O-S system. *Metallurgical Transactions*, 2(9), 2573–2582. doi:10.1007/BF02814897
- [6] Zhang L., St G. (2006). State of the art in the control of inclusions during steel ingot casting. *Materials and Metallurgical Transactions*, 37(5), 733–761.
- [7] Ito Y., Masumitsu N., Matsubara K. (1981). Formation of Manganese Sulfide in Steel. *Transactions of the iron and steel institute of Japan*, 21(7), 477–484. doi:10.2355/isijinternational1966.21.477
- [8] Editions Techniques des Industries de la Fonderie. (2007). Méthode micrographique de détermination de la teneur en inclusions non métalliques des aciers moulés. *NF EN 10247*.
- [9] Pokorný A., Pokorný J. (1998). Inclusions non métalliques dans l'acier. *Techniques de l'Ingenieur*, 33(M220), 1–43.
- [10] Hénault E. (2006). Method of automatic characterization of inclusion population by a SEM-FEG/EDS/Image. *JEOL News*, 41E(1), 22–24.
- [11] J. Le Coze and J. Saleil, "La propreté des aciers : une longue conquête scientifique et technologique de la sidérurgie," *Matériaux & Techniques*, vol. 103, no. 5, p. 508, 2015.
- [12] ASTM International (2005). ASTM E45-05 Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel, 19. doi:10.1520/E0045-05E03.2