

ETUDE DU FROTTEMENT INTERIEUR D'ALLIAGES FER-ALUMINIUM  
A FORTE TENEUR EN ALUMINIUM

Sommaire. - La mesure, au pendule de torsion, du frottement intérieur d'alliages fer-aluminium contenant entre 25 et 50 atomes pour cent d'aluminium a permis de mettre en évidence l'existence de trois pics d'amortissement dus au carbone interstitiel. Leur évolution est suivie en fonction de la teneur en carbone, du traitement thermique, et de la concentration en aluminium. On propose pour leur interprétation un modèle fondé sur l'occupation préférentielle des sites tétraédriques.

L'étude du pic de ZENER dans ces alliages de substitution montre d'autre part qu'une partie du désordre à courte distance existant à haute température peut être retenue par trempe.

1966

16 p.

Commissariat à l'Energie Atomique - France

INTERNAL FRICTION IN IRON-ALUMINIUM ALLOYS HAVING A HIGH  
ALUMINIUM CONTENT

Summary. - By using a torsion pendulum to measure the internal friction of iron-aluminium alloys containing between 25 and 50 atom per cent of aluminium, it has been possible to show the existence of three damping peaks due to interstitial carbon. Their evolution is followed as a function of the carbon content, of the thermal treatment and of the aluminium content. A model based on the preferential occupation of tetrahedric sites is proposed as an interpretation of the results.

A study of the ZENER peak in these substitution alloys shows also that a part of the short distance disorder existing at high temperatures can be preserved by quenching.

1966

16 p

Commissariat à l'Energie Atomique - France



**ETUDE DU FROTTEMENT INTERIEUR  
D'ALLIAGES FER-ALUMINIUM  
A FORTE TENEUR EN ALUMINIUM**

par

Jacques HILLAIRET , Jean DELAPLACE , Alain SILVENT

**Rapport C E A - R 2954**

*Les rapports du COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE sont, à partir du n° 2200, en vente à la Documentation Française, Secrétariat Général du Gouvernement, Direction de la Documentation, 16, rue Lord Byron, PARIS VIIIème.*

*The C.E.A. reports starting with n° 2200 are available at the Documentation Française, Secrétariat Général du Gouvernement, Direction de la Documentation, 16, rue Lord Byron, PARIS VIIIème.*

**DEPARTEMENT DE METALLURGIE**  
**Service de Recherches de Métallurgie Physique et Chimique**  
**Section de Recherches de Métallurgie Physique**

**ETUDE DU FROTTEMENT INTERIEUR D'ALLIAGES FER-ALUMINIUM**  
**A FORTE TENEUR EN ALUMINIUM**

par

**Jacques HILLAIRET, Jean DELAPLACE, Alain SILVENT**  
**(rapport DM/1506 du 22 octobre 1965)**



## PLAN

### INTRODUCTION

- I - NATURE ET PREPARATION DES ECHANTILLONS
  - II - APPAREILLAGE ET TECHNIQUE DES MESURES
    - A - Principe et description du pendule
    - B - Technique des mesures
  - III - RESULTATS EXPERIMENTAUX
  - IV - EXAMEN DES DIFFERENTS PICS D'INTERSTITIELS
    - A - Cas du fer pur
    - B - Cas de solutions solides de substitution diluées
    - C - Cas des alliages Fer-Aluminium à haute teneur en aluminium
    - D - Interprétation proposée pour les pics observés
  - V - ETUDE DU PIC DE ZENER
- CONCLUSION





# ETUDE DU FROTTEMENT INTERIEUR D'ALLIAGES FER-ALUMINIUM A FORTE TENEUR EN ALUMINIUM

## INTRODUCTION

Le présent travail a été mené parallèlement à une étude métallurgique des facteurs influençant la fragilité des alliages fer-aluminium. Il se propose, à l'aide de mesures de frottement intérieur, de mettre en évidence la présence d'impuretés interstitielles en quantités qui modifieraient les propriétés mécaniques de façon significative, et d'étudier la nature des sites interstitiels effectivement occupés dans ces alliages. Il s'intéresse également à la précipitation du carbone interstitiel. Il est enfin destiné à déceler l'existence éventuelle d'une transformation ordre-désordre.

Les propriétés anélastiques des alliages fer-aluminium ont déjà donné lieu à une abondante littérature<sup>(1 à 6)</sup>. Cependant, la plus grande partie des résultats publiés concerne soit la solution solide d'aluminium dans le fer (0-18 at % Al) soit des alliages de type Fe<sub>3</sub>Al (23-36 at % Al environ). Les alliages plus chargés en aluminium n'ont, à notre connaissance, jamais été étudiés.

Ce rapport concerne précisément le frottement intérieur d'alliages fer-aluminium se situant essentiellement dans la gamme des fortes concentrations en aluminium, depuis 25 at % jusqu'à 50 at %, limite de solubilité de l'aluminium dans le fer.

Cette catégorie d'alliages a également été retenue à cause de l'intérêt qu'elle présente pour un emploi éventuel comme matériau de structure dans les réacteurs nucléaires.

## I - NATURE ET PREPARATION DES ECHANTILLONS

Les échantillons utilisés dans cette étude ont pour composition nominale 25, 30, 40, 45 et 48 at % Al. La figure 1 donne le diagramme de phase proposé par Taylor et Jones<sup>(7)</sup> pour cette gamme de concentrations.

Les éprouvettes sont des lames rigides de 0,7 mm d'épaisseur, 10 mm de largeur et 70 mm de longueur. Elles sont laminées à chaud sous gaine.

Préalablement à toute mesure, elles sont traitées une dizaine d'heures à 750°C sous vide, et trempées dans un bain d'huile de silicone depuis cette température. Ce traitement a pour but de mettre en solution la plus grande partie du carbone introduit, dont la teneur varie de 20 à 250 ppm.

Quelques-uns des alliages étudiés contiennent des additions de zirconium (0,1 % en poids). Les principales impuretés sont le silicium (50 ppm), le phosphore et le soufre (une vingtaine de ppm chacun) et l'azote (100 à 300 ppm).

## II - APPAREILLAGE ET TECHNIQUE DES MESURES

Nous avons retenu, pour la mesure des propriétés d'amortissement de ces échantillons, la méthode du pendule de torsion. Cette méthode est classique, mais le pendule que nous employons est d'un type moins connu. Son choix a été conditionné par la difficulté d'obtention d'éprouvettes de fer-aluminium riches en aluminium sous forme de fils. Il s'agit d'un pendule dit de Collette, bien adapté à notre

problème, puisqu'il permet l'emploi d'éprouvettes rigides en forme de lames faciles à obtenir à partir de produits laminés.

La description détaillée de l'appareil est donnée dans<sup>(8)</sup>. C'est un pendule inversé, d'abord mis au point par Collette<sup>(9)</sup>, et que nous avons modifié de façon à pouvoir effectuer des mesures de frottement intérieur dans une large gamme de température.

#### A/ Principe et description du pendule

Le pendule (fig. 2) se compose d'un fil de torsion vertical pris par son extrémité supérieure A dans un bâti rigide. Un volant d'inertie est fixé en un point B du fil. Il porte un dispositif de lancement et un miroir permettant de mesurer l'amplitude des oscillations de torsion par la méthode de POGGENDORFF. L'extrémité inférieure C du fil est bloquée dans un noyau qui peut être rendu solidaire du bâti par une vis de serrage. L'éprouvette est fixée à ce noyau par son extrémité supérieure, tandis que son autre extrémité est reliée au bâti rigide.

Cet ensemble est placé sous une cloche en acier inoxydable qui s'adapte hermétiquement sur le socle du pendule. Le tout repose sur une table antivibratoire qui l'isole parfaitement des vibrations extérieures.

On utilise, pour la mesure du frottement intérieur, le décrétement logarithmique des oscillations libres de torsion. Préalablement à toute détermination de frottement intérieur, on mesure, à la température ambiante, la période  $\tau_0$  des oscillations de la partie supérieure  $l_0$  du fil de torsion. L'éprouvette est alors fixée sur le noyau. On rend le noyau solidaire du bâti. On mesure la période  $\tau_1$

et le décrément  $\delta_f$  des oscillations du fil de longueur  $l_0 + l_1$ .

L'expérience proprement dite consiste à mesurer pour chaque température, la période  $\tau_2$  et le décrément logarithmique  $\delta_{f+e}$  des oscillations de l'ensemble fil + échantillon.

La théorie de l'appareil<sup>(9)</sup> montre que le décrément propre de l'échantillon est donné par l'expression

$$\delta_{\text{échantillon}} = K (\delta_{f+e} - \delta_f) + \delta_f$$

$$\text{avec } K = \frac{1}{\left(\frac{\tau_0}{\tau_2}\right)^2 - 1} + \frac{1}{1 - \left(\frac{\tau_1}{\tau_2}\right)^2}$$

#### B/ Technique des mesures

Le chauffage est assuré par un four vertical, qui comporte trois enroulements indépendants, et dont l'éprouvette occupe le centre. La régulation de température se fait au moyen d'un système à tige dilatable. L'index de régulation peut être déplacé le long du cadran gradué au moyen d'un moteur synchrone alimenté par un générateur d'impulsions longues de durée et de fréquence réglables. On travaille généralement à une vitesse de chauffage de 80°C/heure, la plage des mesures s'étendant de 20°C à 600°C environ.

Au cours des expériences, on mesure la température de l'éprouvette au moyen d'un thermocouple chromel-alumel fixé à la partie inférieure de l'éprouvette sur le porte-échantillon. Un second couple est placé au centre du four à proximité de l'éprouvette. Un étalonnage préalable du four permet de connaître le gradient de température le long de l'éprouvette. Dans les conditions des mesures

ce gradient reste inférieur à 3°C.

Le décrétement logarithmique peut être déterminé graphiquement à partir d'un enregistrement direct sur un suiveur de spot SEFRAM.

Cet appareil est équipé d'une dynamo tachymétrique qui délivre une tension proportionnelle à la vitesse de déplacement du chariot scripteur, donc à la période de la courbe enregistrée. Dans le cas particulier qui nous intéresse d'une sinusoïde amortie, cette dérivation ne modifie pas la forme de la courbe. Comme la tension induite par la dynamo est importante, cette dérivation offre beaucoup d'intérêt, dans la mesure où elle réalise une amplification de l'enregistrement. On préfère donc mesurer le décrétement non pas sur l'enregistrement direct, mais sur la courbe dérivée enregistrée sur un millivoltmètre branché aux bornes de la dynamo tachymétrique.

On utilise également un dispositif automatique que nous avons réalisé <sup>(10)</sup> et qui perfore directement sur bande, pour chaque point, les données qui nous intéressent : force électromotrice du couple donnant la température de l'éprouvette, période des oscillations, élongation de deux oscillations dont on repère l'espacement. Cette bande est ensuite exploitée sur le calculateur électronique du laboratoire de calcul du Centre d'Etudes Nucléaires de Grenoble.

### III - RESULTATS EXPERIMENTAUX

Toutes les mesures sont faites en l'absence de champ magnétique, ce qui ne constitue pas une gêne, car la plupart des échantillons étudiés ne sont pas ferro-magnétiques dans les conditions

des mesures. En effet, la température de Curie s'abaisse rapidement de 520°C environ pour 25 at. % Al jusqu'à la température ambiante qu'elle atteint pour 32 at % Al.

La figure 3 présente une courbe caractéristique obtenue pour un alliage Fe-40 at % Al. La période du pendule est voisine de la seconde. Plusieurs pics d'amortissement apparaissent entre 20 et 600°C, essentiellement quatre, ainsi que l'amorce d'un cinquième situé à une température qui n'a pas été atteinte.

Pour essayer d'identifier ces différents pics nous avons fait varier le traitement thermique (fig. 4). Les pics  $P_1$ ,  $P_2$  et  $P_3$  ont considérablement diminué après un recuit prolongé à 180°C et disparaissent à peu près complètement après traitement à 300°C. Ce comportement est conforme à l'idée d'une précipitation d'interstitiel.

Nous avons également fait varier la teneur en carbone (cf. fig. 3 et 4) et constaté que pour une concentration en aluminium donnée, la hauteur de ces différents pics est sensiblement proportionnelle, dans les échantillons trempés, à la teneur en carbone.

Il apparaît donc que le carbone interstitiel donne naissance à trois pics de frottement intérieur, les pics  $P_1$ ,  $P_2$  et  $P_3$ . L'importance relative de ces pics est fortement influencée par la teneur en aluminium (fig. 4, 5, 6 et 7). Le quatrième pic, qui se situe vers 550°C, est du type de Zener, tandis que la montée rapide du fond continu qui se produit vers les hautes températures est la partie ascendante d'un pic de joints de grains.

En ce qui concerne le pic qui apparaît à la plus basse température,  $P_1$ , sa position en température se situe favorablement sur l'extrapolation d'une courbe tracée par FISCHBACH<sup>(11)</sup> pour des

teneurs en aluminium comprises entre 8 et 36 at % (fig. 9).

Sur la figure 10, on a normé l'un de ces pics : les points représentés ont été obtenus par différence entre le décrément mesuré à une certaine température, et le fond continu à cette même température. On peut aisément sur un pic ainsi normé, estimer l'énergie d'activation du processus physique responsable du pic ; cette énergie est donnée en fonction de la largeur du pic à mi-hauteur,  $\Delta\left(\frac{1}{T}\right)$ , par la relation :

$$\Delta\left(\frac{1}{T}\right) = 2,63 Q / R$$

où R est la constante des gaz parfaits. On trouve, pour les alliages Fe Al 40, 18,5 Kilocalories environ.

On sait que l'énergie d'activation pour le pic de SNOEK du carbone dans le fer pur est de 20 Kilocalories. La comparaison des résultats de HREN<sup>(6)</sup> et de FISCHBACH<sup>(11)</sup> pour ce même pic, dans une matrice Fe Al 25 conduit à une énergie de 22 Kilocalories, estimée par la méthode de variation de la fréquence. Nous avons essayé de déterminer les énergies d'activation des pics P<sub>1</sub>, P<sub>2</sub> et P<sub>3</sub> par cette même méthode (fig. 3). Le pendule que nous utilisons ne permettant pas de faire varier la fréquence dans une large gamme, nous n'avons pu déterminer ces énergies avec précision. On peut cependant estimer leur ordre de grandeur d'après la relation linéaire de WERT et MARX<sup>(17)</sup> entre l'énergie d'activation et la température du pic. On obtient respectivement pour P<sub>1</sub>, P<sub>2</sub> et P<sub>3</sub>, 29,39 et 44 kilocalories environ.

Nous avons également suivi l'abaissement de la hauteur du pic P<sub>1</sub> en fonction du temps de maintien de l'éprouvette à la température du maximum du pic. Le pic se recuit progressivement,

sa hauteur variant linéairement en fonction du logarithme du temps (fig. 11). Après un recuit de 150 heures à 180°C, la hauteur du pic est réduite de moitié. Un chauffage prolongé à plus haute température (fig. 4) abaisse encore cette hauteur. On a aussi remarqué que sur des alliages industriels contenant des additions de zirconium l'évanouissement du pic est notablement accéléré, sans doute à cause de la formation d'un carbure différent. On pourra encore noter que le maintien prolongé à 180°C n'affecte pas les pics P<sub>2</sub> et P<sub>3</sub> de façon aussi sensible.

D'autre part la hauteur du pic P<sub>1</sub>, mesurée pour la composition Fe Al 40, correspond à un décrétement de l'ordre de 1.10<sup>-2</sup>, pour une teneur en carbone de 250 ppm. Or ZENER<sup>(12)</sup> donne, pour l'intensité de la relaxation due à une concentration atomique n d'interstitiels,

$$\Delta = \frac{2}{9} \frac{\beta^2 V. M'}{R. T} n$$

où V est le volume molaire

M' le module non relaxé

β une constante qui dépend de la structure cristalline et du type de site occupé par les interstitiels.

Pour le pic de Snoek du carbone dans le fer pur, cette relation devient

$$\delta = \frac{\pi}{2} \Delta = \frac{1868 x}{T}$$

où x est la concentration de carbone en poids, et T la température absolue correspondant au maximum du pic. Dans le cas qui nous intéresse de 250 ppm de carbone en solution, on obtient, en admettant que la matrice Fe Al 40 est équivalente à la matrice du fer pur

$$\delta \neq 10. 10^{-2}$$



Le pic  $P_1$  (fig. 4) est donc beaucoup moins important que ne le laisserait prévoir le calcul de Zener. Ce résultat peut s'expliquer si le carbone dosé n'est pas entièrement en solution à la température de la trempe, ou si le carbone dissous dans l'alliage fer-aluminium n'occupe pas les mêmes sites interstitiels que dans le fer pur, ou encore si le carbone est réparti dans des sites de différents types, et si seuls les atomes d'un type de site donné participent au pic  $P_1$ .

L'existence déjà signalée des pics  $P_2$  et  $P_3$  est en faveur de cette dernière hypothèse. Nous avons fait l'analyse de ces pics et trouvé qu'ils se situaient respectivement vers  $320^\circ\text{C}$  et  $400^\circ\text{C}$  pour la nuance Fe Al 40. Ils sont à peu près inexistantes dans les échantillons contenant moins de 20 ppm de carbone, et la teneur en azote (100 à 300 ppm selon les échantillons) n'a aucun effet sur leur amplitude. Nous pensons que ces pics  $P_2$  et  $P_3$  sont dus à ceux des atomes de carbone dont l'environnement n'est pas exclusivement du fer, et qui se trouvent au contraire dans des sites interstitiels adjacents à un ou deux atomes d'aluminium.

#### IV - EXAMEN DES DIFFERENTS PICS D'INTERSTITIELS

L'existence dans les alliages fer-aluminium, de trois pics d'amortissement dus au carbone interstitiel pose le problème de la nature des sites interstitiels et du mécanisme de diffusion des atomes en insertion dans une solution solide de substitution.

A - Cas du fer pur

Dans la maille cubique centrée, l'atome interstitiel peut occuper deux positions : octaédrique ou tétraédrique (fig. 12). Ces deux types de sites interstitiels ont été étudiés en détail par BESHERS<sup>(13)</sup>.

Le site tétraédrique est le plus grand disponible dans un réseau non déformé. On s'attend donc à ce qu'il soit le plus stable. Cependant, avec l'exception possible de l'atome d'hydrogène, tous les atomes intervenant dans les solutions interstitielles sont trop gros pour se loger sans distorsion dans le réseau cubique centré. La stabilité relative des sites "O" et "T" fait alors intervenir d'autres considérations.

En position "T", l'impureté repousse 4 atomes alors qu'elle n'en repousse que 2 dans la position "O", de sorte que l'on peut prévoir que la configuration "O" devienne plus favorable lorsque la taille de l'impureté augmente. Cette situation se prolonge jusqu'à des valeurs du rayon atomique pour lesquelles l'impureté "O" vient au contact de quatre atomes de plus; une impureté plus grosse aurait alors à repousser 6 atomes. La configuration "T" pourrait donc redevenir plus stable lorsque l'impureté est très grosse.

JOHNSON, DIENES et DAMASK<sup>(14)</sup> ont étudié récemment la stabilité comparée des sites "O" et "T" dans un certain nombre de matrices cubiques centrées. Ils trouvent que la plage de stabilité de la position octaédrique s'étend entre 0,5 et 0,9 Å. Or, le rayon du carbone déduit des distances fer-carbone dans la martensite est 0,7 Å, indiquant donc que la configuration stable pour le carbone

en insertion dans la matrice de fer alpha est la configuration octaédrique.

B - Cas de solutions solides de substitution diluées

Différents auteurs ont étudié le frottement intérieur d'alliages contenant de 0,5 à 6,5 at % d'un élément en substitution. Le pic de SNOEK y apparaît à la même température que dans la matrice pure correspondante, mais sa hauteur est réduite. On observe alors un second pic, situé à plus haute température. Ce pic serait dû à une interaction d'origine électronique ou élastique entre les atomes en insertion et ceux de l'élément de substitution.

Il peut y avoir plusieurs pics d'interaction : ainsi LAXAR et col.<sup>(15)</sup> observent, dans des alliages fer-aluminium dilués en aluminium (moins de 5 at %) quatre pics d'amortissement dus au carbone, situés à 24, 40, 67 et 87°C.

De façon classique, on interprète le pic de SNOEK comme résultant de la diffusion de l'atome interstitiel entre des sites octaédriques normaux non adjacents à un atome de substitution. Les pics d'interaction seraient causés au contraire par des sauts de diffusion faisant intervenir des sites octaédriques adjacents à un atome de substitution. Ce modèle à deux sites a été traité mathématiquement par MEIJERING<sup>(16)</sup> et permet de rendre compte de façon assez satisfaisante des principaux résultats obtenus dans les solutions diluées.

### C - Cas des alliages fer-aluminium à haute teneur en aluminium

Dans le cas relativement simple de l'alliage à composition stoechiométrique Fe-25 at % Al, nous observons essentiellement les deux pics  $P_1$  et  $P_2$  avec une amplitude sensiblement égale, situés à 166 et 315°C (fig. 5), ainsi qu'une amorce du pic  $P_3$ .

Le pic  $P_1$  n'est pas du type de SNOEK. Il existe à cela des raisons purement géométriques : dans l'alliage  $Fe_3Al$  ordonné (fig. 13), le saut direct d'un site octaédrique Fe-Fe à un autre site octaédrique Fe-Fe ne peut pas se produire, car de tels sites ne se trouvent jamais en position adjacente.

### D - Interprétation proposée

L'addition d'aluminium a pour effet de différencier les sites interstitiels en fonction de leur environnement immédiat. Elle modifie sans doute les conditions de stabilité de ces sites, même de ceux dont l'environnement reste purement du fer.

En effet, le paramètre de la maille cristalline des alliages fer-aluminium ne varie sensiblement pas lorsque la teneur en aluminium augmente de 20 à 45 at % (fig. 14), ce qui suggère que la taille des interstices est réduite notablement lors de l'addition d'atomes d'aluminium de rayon atomique élevé ( $1,43 \text{ \AA}$ ) par rapport à celui du fer ( $1,24 \text{ \AA}$ ). On augmenterait ainsi la stabilité du site tétraédrique.

Il est intéressant à ce stade de préciser la configuration de ce dernier site. Le tétraèdre formé par les quatre atomes premiers voisins du site n'est pas régulier ; deux de ses arêtes ont pour longueur  $a$ , tandis que les quatre autres ont pour longueur  $\frac{a\sqrt{3}}{2}$ . On peut

décrire cet écart par une contraction le long de AB (fig. 12) qui est donc l'axe du site tétraédrique. D'ailleurs, si on remplace un des atomes par un atome d'une autre espèce (de l'aluminium), on augmente encore la dissymétrie du site.

Or dans l'alliage ordonné Fe-25 at % Al, et à plus forte raison dans les alliages plus chargés en aluminium, tous les sites " T " possèdent effectivement un atome d'aluminium au moins en position adjacente. Il existe alors, pour la nuance Fe Al 25, deux types de sauts T-T : celui de l'atome de carbone " tournant " autour d'une paire Al-Fe (fig. 15) et celui où le carbone échappe à un aluminium pour sauter dans une position voisine d'un autre atome d'aluminium qu'il s'agisse d'un saut direct T-T ou d'un saut du type T-O-T. De tels sauts sont plus faciles que ceux de l'atome " tournant ", puisque l'atome de carbone passe alors entre trois des atomes de fer qui l'entourent, alors que l'atome tournant doit franchir le portail formé par deux atomes de fer et un gros atome d'aluminium. On admet ici implicitement que l'interaction électronique est moins efficace que l'effet élastique.

Le pic  $P_1$  correspondrait alors à des sauts T-T franchissant une face du tétraèdre formée de trois atomes de fer,  $P_2$  étant dû aux sauts T-T avec franchissement d'une face mixte, deux fer et un aluminium,  $P_3$  enfin correspondant au franchissement d'une face comportant deux atomes d'aluminium et un de fer.

Ce modèle a pour conséquence

- en Fe Al 25, la présence de deux pics,  $P_1$  et  $P_2$
- en Fe Al 50, l'existence de deux pics également,  $P_2$  et  $P_3$
- pour les compositions intermédiaires, l'apparition des trois pics  $P_1$ ,  $P_2$  et  $P_3$ .

Nous avons vérifié les points 1 et 3. Quant au second nous n'avons pas pu le vérifier directement, par suite de la difficulté d'obtention d'éprouvettes de composition stoechiométrique Fe Al 50. Cependant, la variation relative de l'amplitude des trois pics d'interstitiels en fonction de la teneur en aluminium (fig. 16) permet d'estimer que  $P_3$  sera prépondérant pour la composition Fe 50 At % Al.

En résumé, il n'existe aucune évidence expérimentale en contradiction avec les prédictions du modèle proposé.

#### V - ETUDE DU PIC DE ZENER

L'étude de la variation des caractéristiques du pic de ZENER en fonction de la teneur en aluminium serait intéressante, mais elle n'a pas été possible quantitativement en raison de la trop grande proximité du pic de joints de grains qui gêne considérablement l'analyse de ce pic de ZENER.

Nous avons cependant vérifié que l'amplitude du pic de ZENER diminue lorsque la teneur en aluminium se rapproche de la valeur stoechiométrique 50 at % c'est à dire lorsque le degré d'ordre augmente.

Nous avons également observé - en particulier pour la composition Fe-40 at % Al - que la hauteur du pic dépend beaucoup du traitement thermique. Le pic de ZENER est important dans les échantillons trempés depuis 750°C et diminue fortement après un refroidissement lent depuis cette même température, ou après un traitement thermique à une température intermédiaire (fig. 17).

Ce résultat montre que la trempe retient une partie du désordre à courte distance existant à haute température.

### CONCLUSION

Nous avons, au moyen de mesures de frottement intérieur effectuées à la fréquence du cycle par seconde entre l'ambiance et 600°C, mis en évidence l'existence de trois pics d'amortissement attribuables au carbone dans des alliages fer-aluminium contenant entre 25 et 50 at % Al.

Ces pics semblent correspondre à des mécanismes de saut différents du mécanisme habituellement considéré pour le pic de SNOEK. Nous proposons une interprétation basée sur l'occupation préférentielle des sites tétraédriques dans les alliages fortement chargés en aluminium.

Nous avons également étudié les conditions de précipitation du carbone, soit en fonction du traitement thermique, soit sous l'influence d'une impureté additionnelle.

Enfin l'observation de l'amplitude du pic de ZENER dans ces alliages de substitution montre qu'il est possible de retenir par trempe une partie du désordre à courte distance existant à haute température.

Manuscrit reçu le 21 décembre 1965

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- (1) G. BIORCI, A. FERRO, G. MONTALENTI  
J. Appl. Phys. 32, 630, 1961
- (2) D. B. FISCHBACH Acta Met. 10, 319, 1962
- (3) J. C. SHYNE, M. J. SINNOT, Trans AIME, 218, 861, 1960
- (4) D. B. FISCHBACH, Bull. Amer. Phys. Soc., Séries II, 2, 122,  
1957
- (5) C. A. WERT J. Appl. Phys. 26, 640, 1955
- (6) J. A. HREN Phys. Stat. Sol. 3, 1603, 1963
- (7) A. TAYLOR, R. M. JONES, J. Phys. Chem. Solids 6, 16, 1958
- (8) J. DELAPLACE, J. HILLAIRET, L. TRABUT, Rapport CEA  
R-2718, 1965
- (9) C. COLLETTE C.R. Acad. Sci. 246, 2756, 1958
- (10) G. MARTIN, J. DELAPLACE, J. HILLAIRET, Note C. E. A. - 535  
(1965)
- (11) D. B. FISCHBACH, Résultats non publiés
- (12) C. ZENER, Elasticity and anelasticity of metals, The University  
of Chicago Press - 1948
- (13) D. N. BESHES, J. Appl. Phys. 36, 1, 290, 1965
- (14) R. A. JOHNSON, G. J. DIENES, A. C. DAMASK Acta Met. 11, 1215,  
1964
- (15) F. H. LAXAR, J. W. FRAME, D. J. BLICKWEDE, Trans A. S. M.  
53, 683, 1960
- (16) J. L. MEIJERING, Métaux, Corrosion, Industrie 36, 107, 1961
- (17) C. WERT, J. MARX, Acta Met. 1, 113, 1953

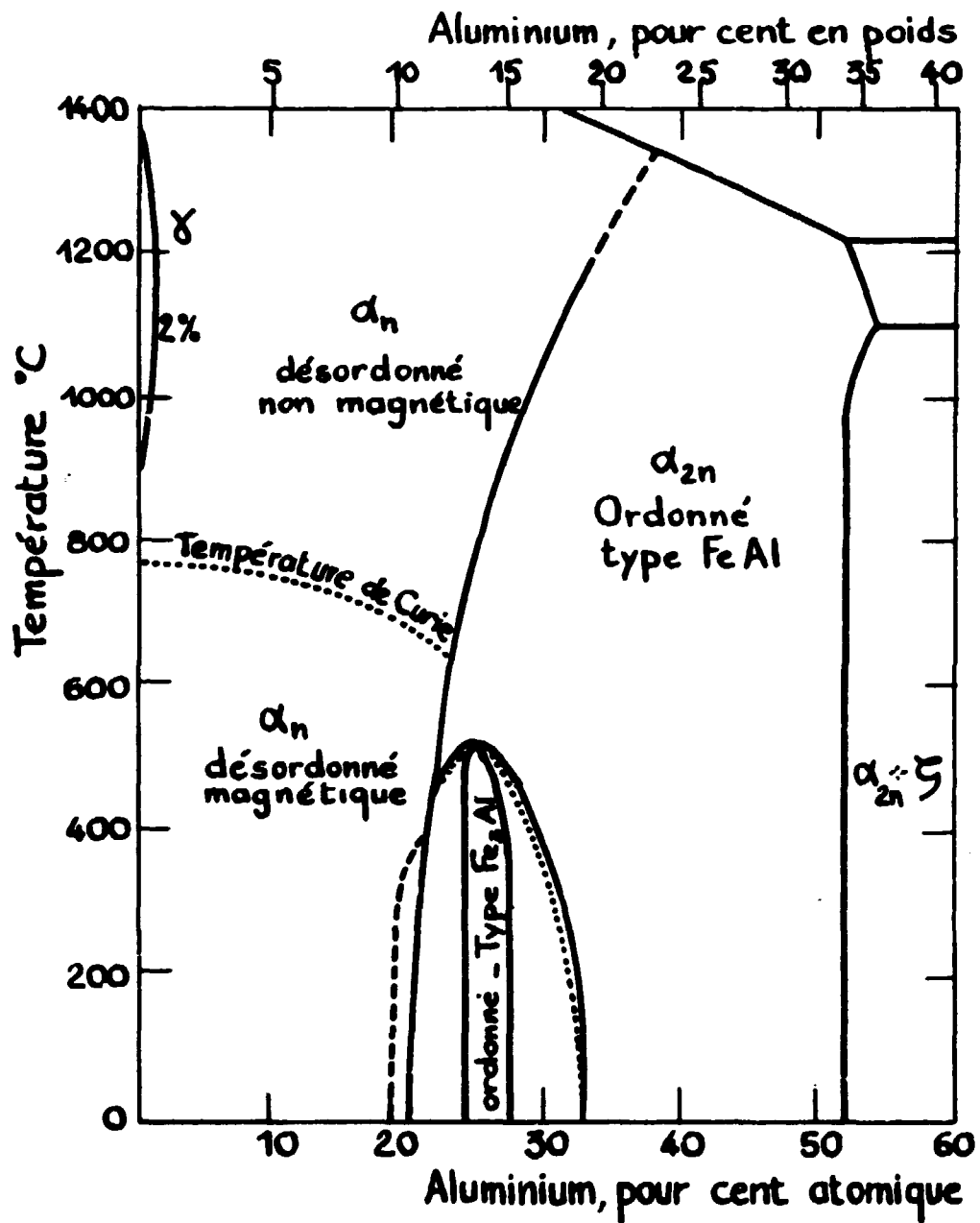


Diagramme d'équilibre du système fer-aluminium  
d'après TAYLOR et JONES (7)

Figure 1



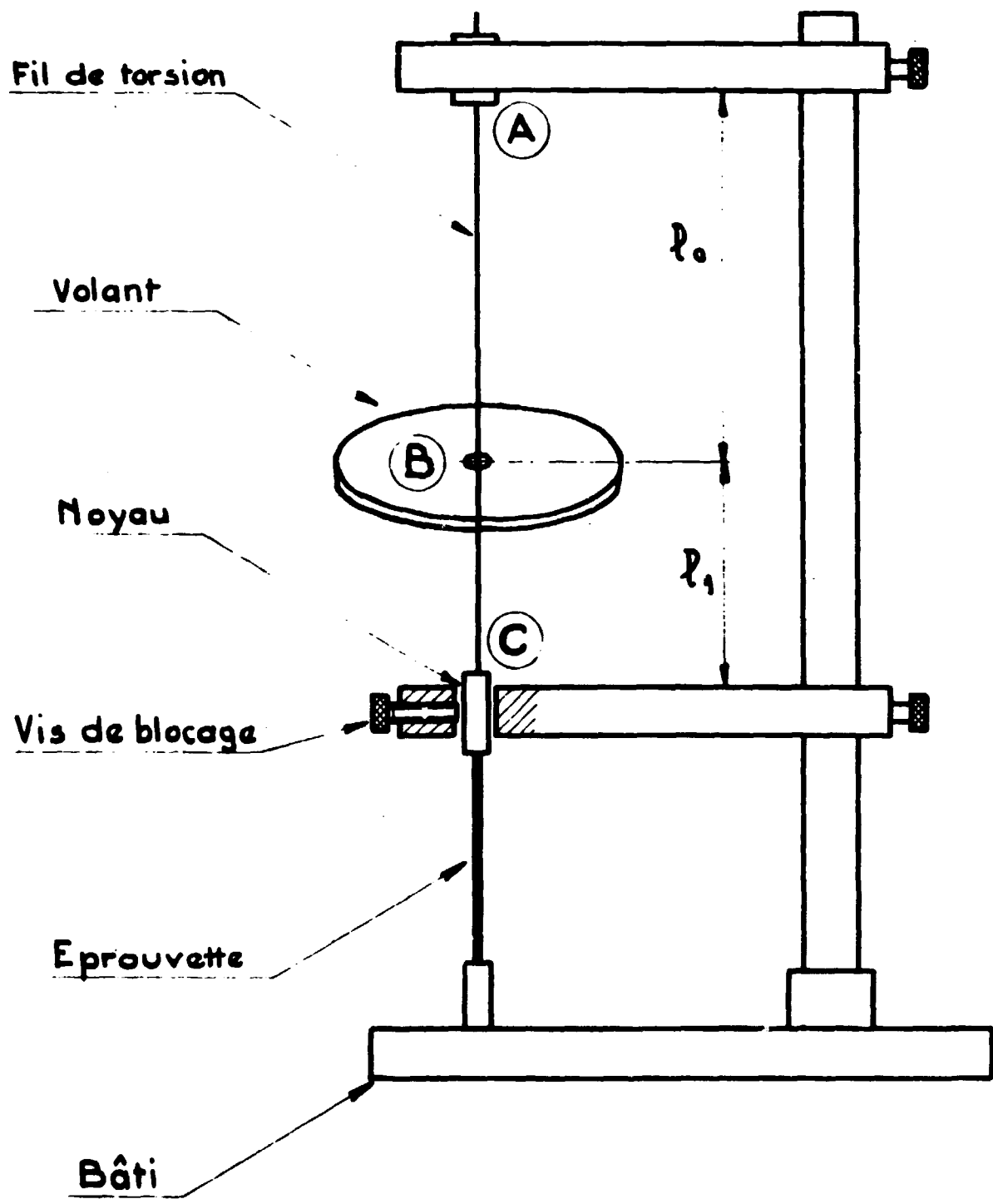


Schéma de principe du pendule Collette .

Figure 2

Fe - 40 at % Al - 100 ppm C

- 0,6 cps
- 1,6 cps

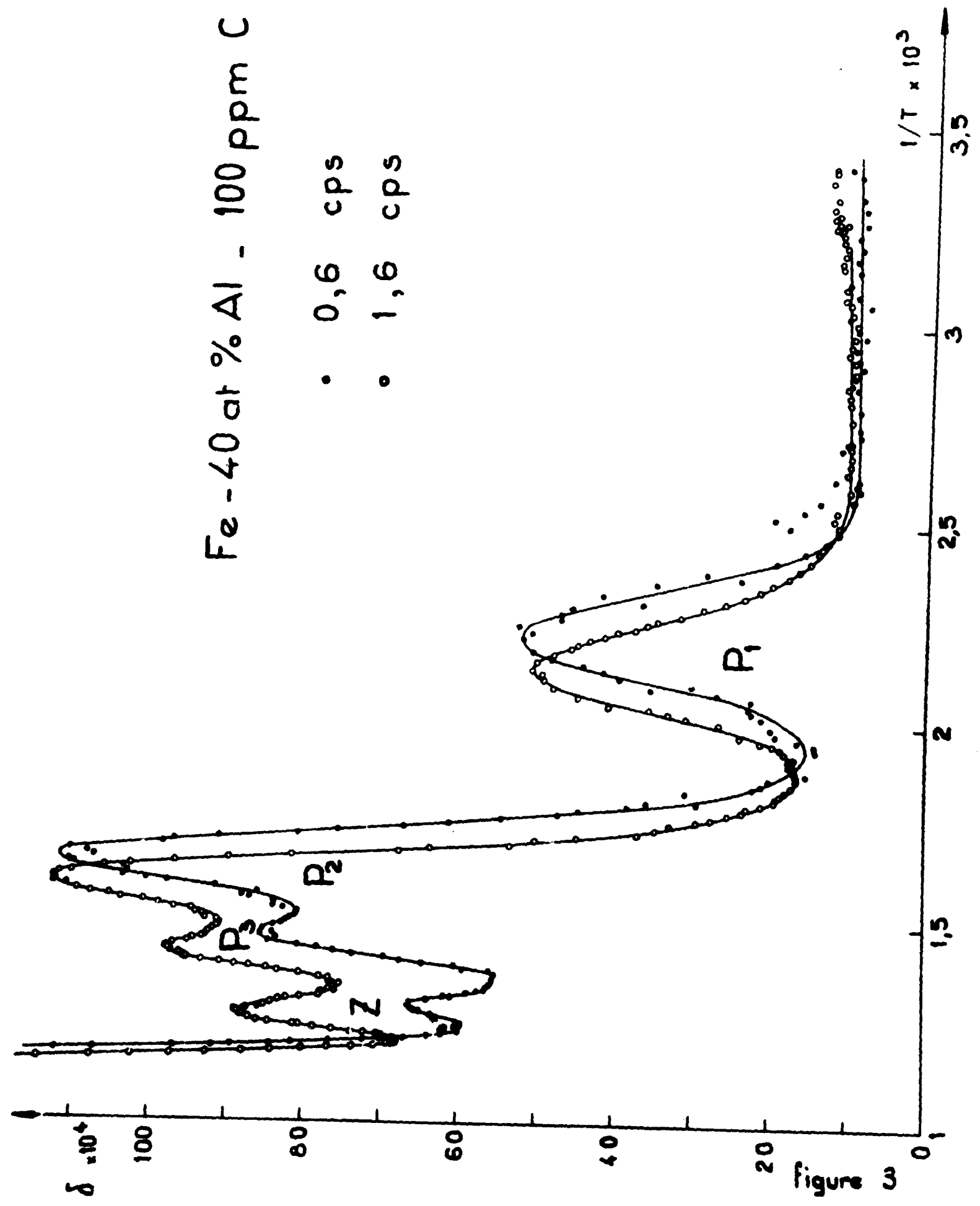
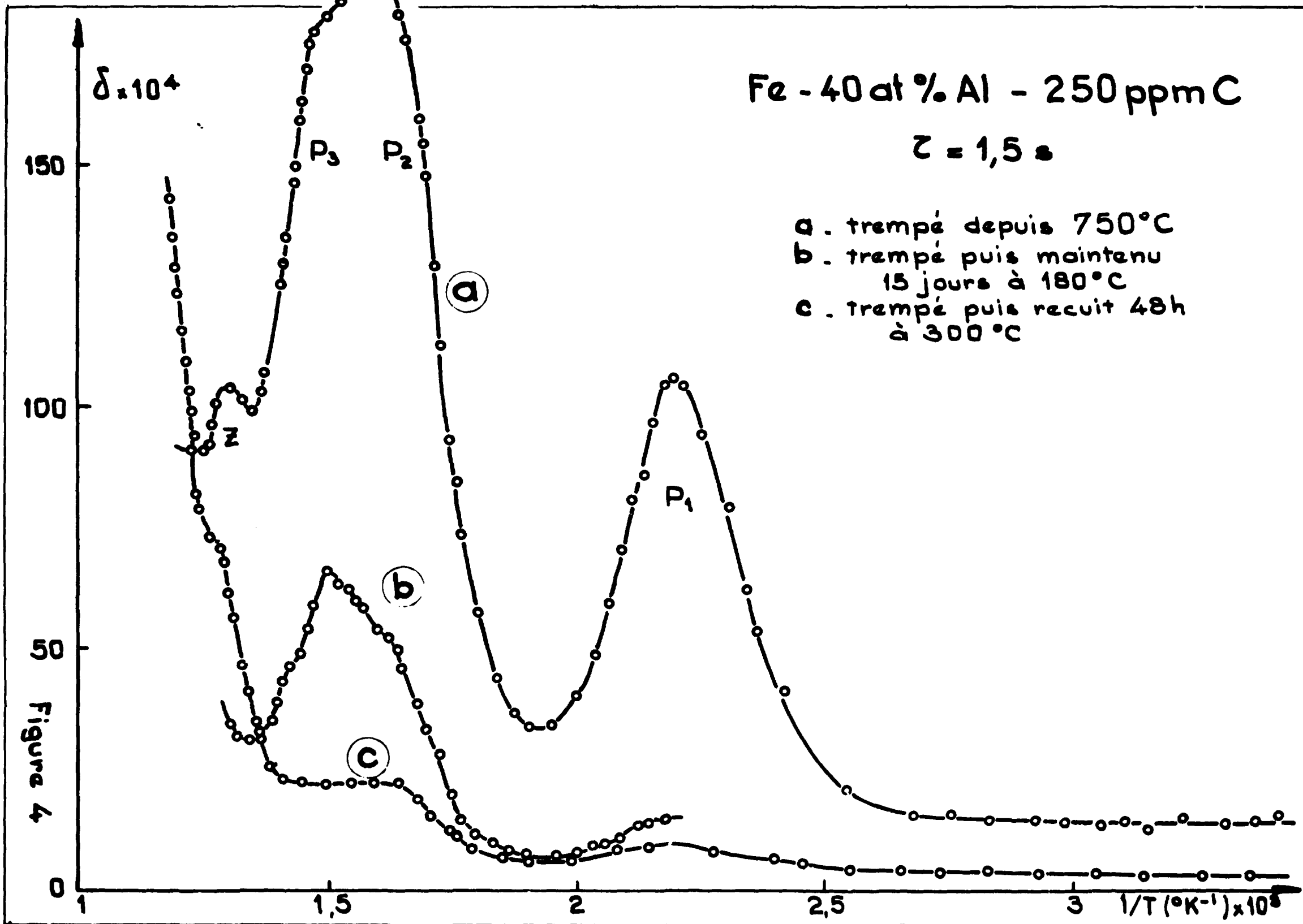


figure 3



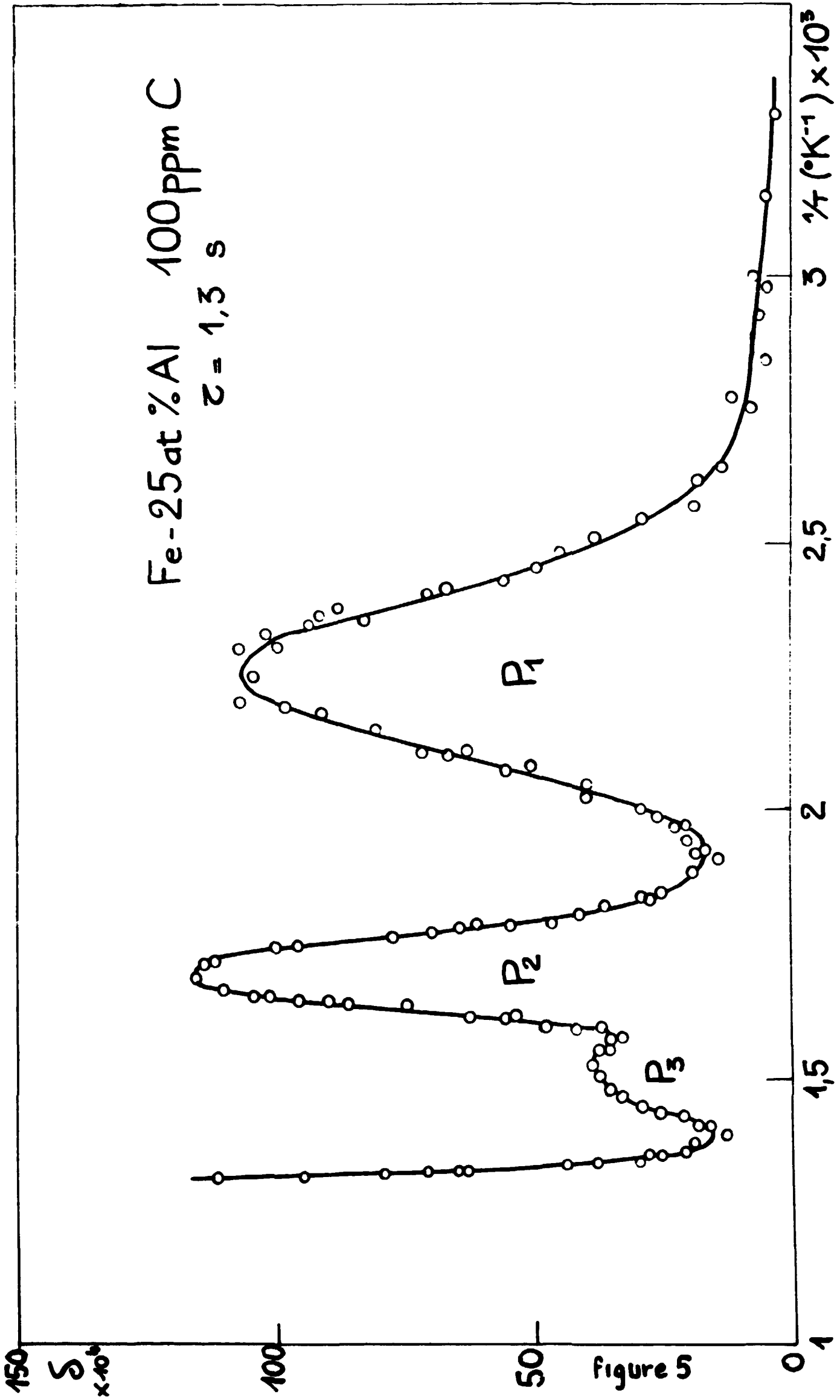
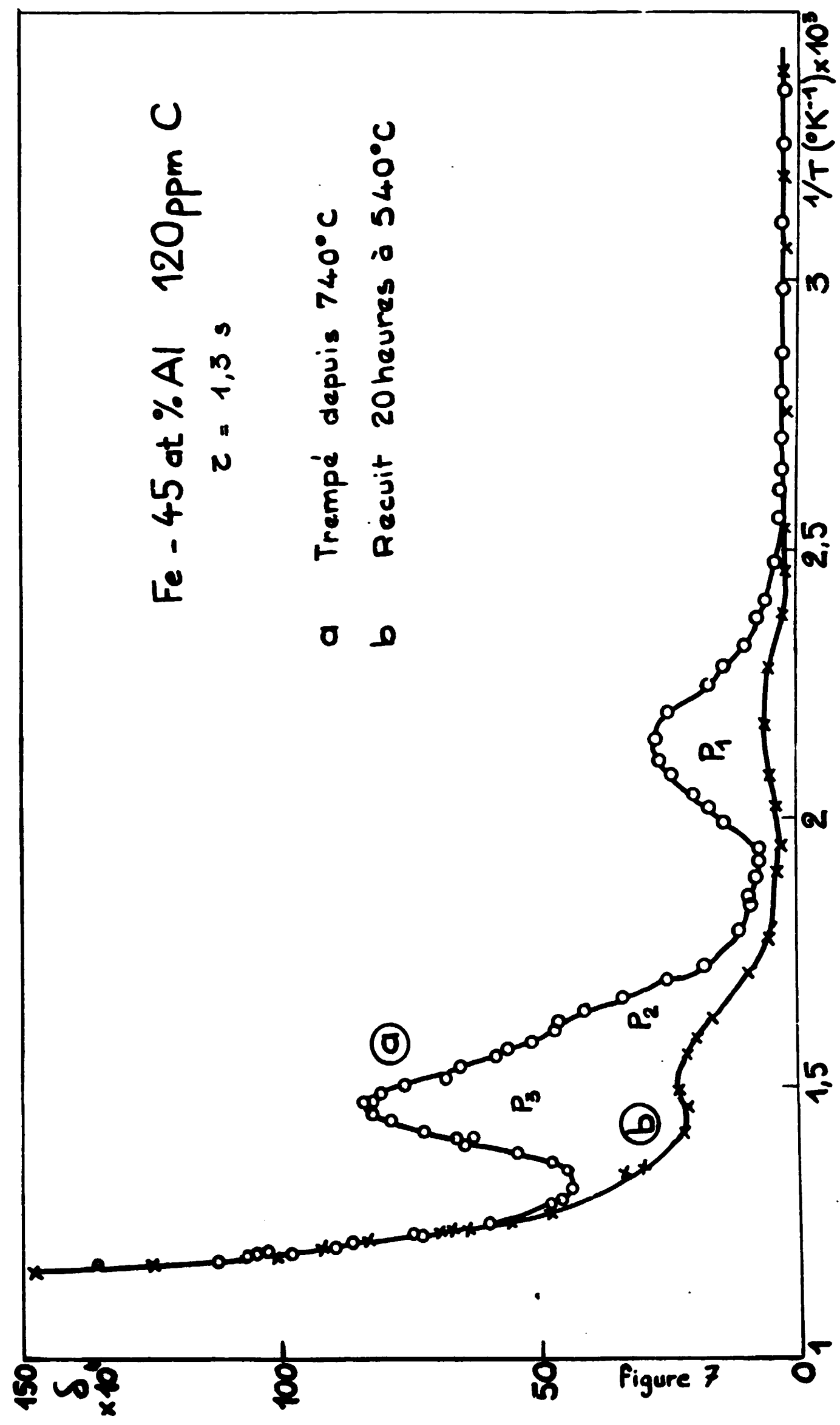
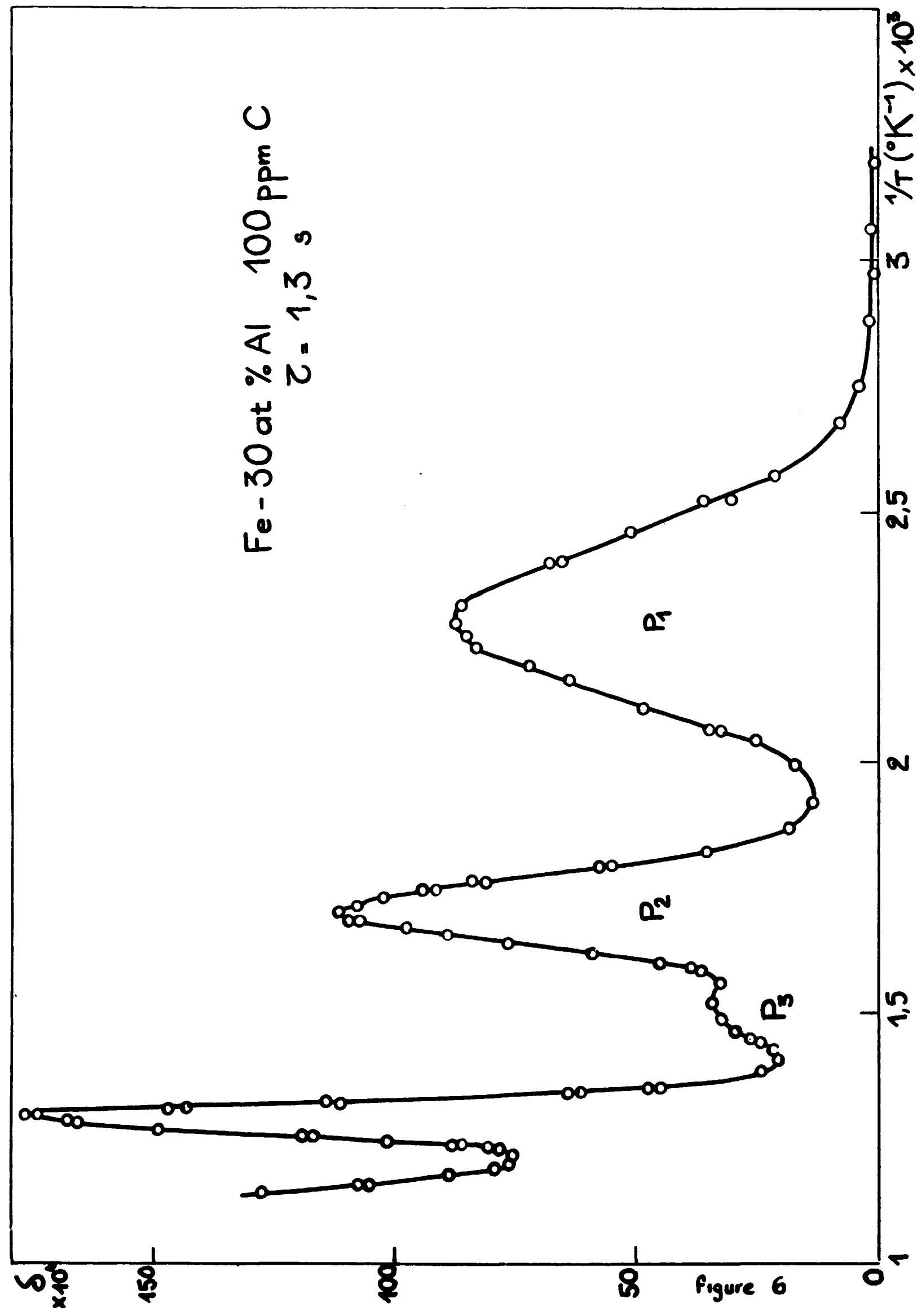


figure 5



$\delta \times 10^4$

150

100

50

Figure 8

0

Fe - 48 % at. Al - 60 ppm C  
.01 % Zr en poids  
 $\tau = 1,2 s$

- a. Trempé depuis 745°C
- b. Recuit 20 heures à 500°C

(a)

(b)

Z

P<sub>3</sub>

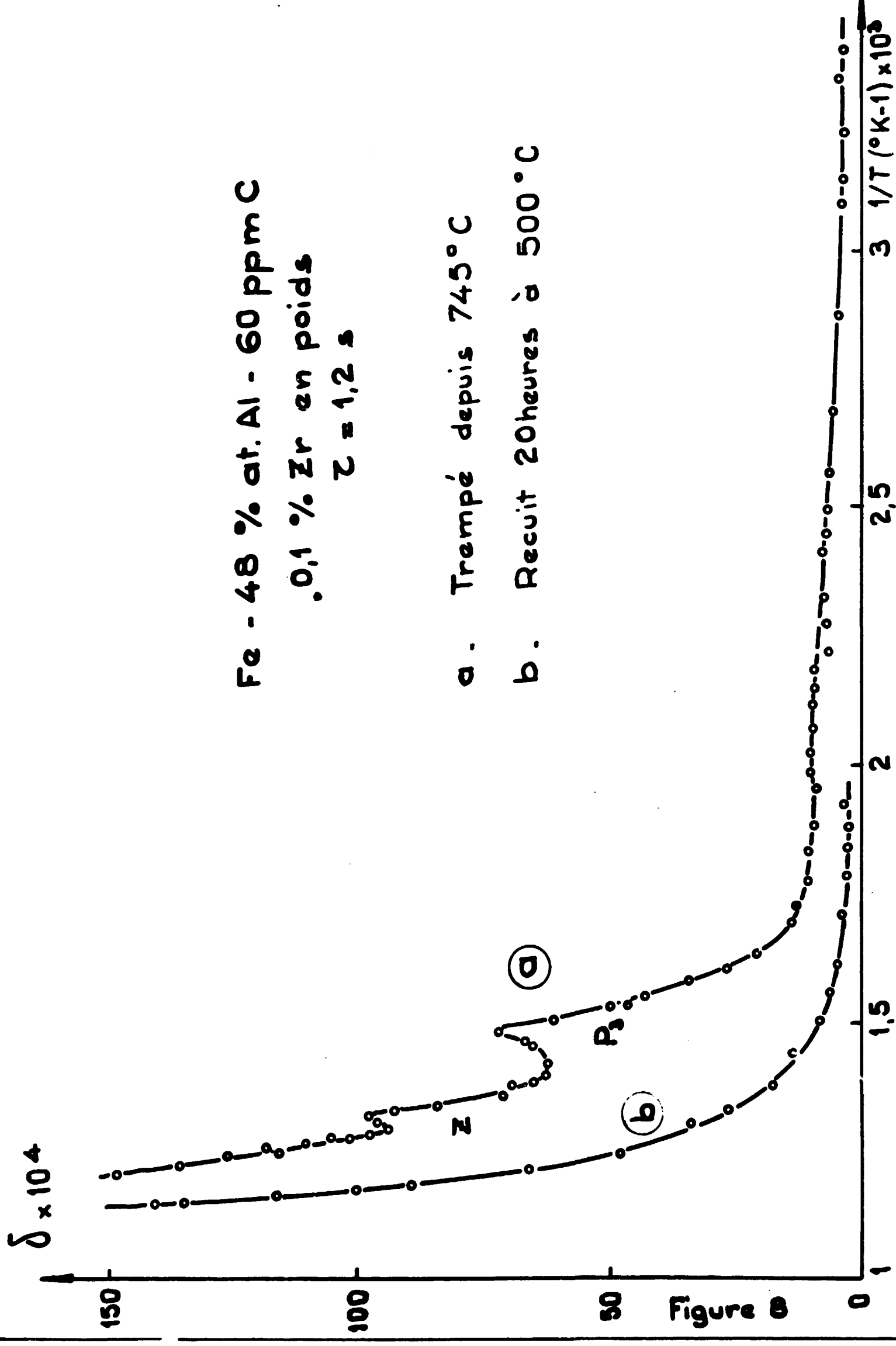
1,5

2

2,5

3

$1/T (^{\circ}K^{-1}) \times 10^3$



Variation de la température du pic P<sub>1</sub> du carbone  
en fonction de la teneur en aluminium .

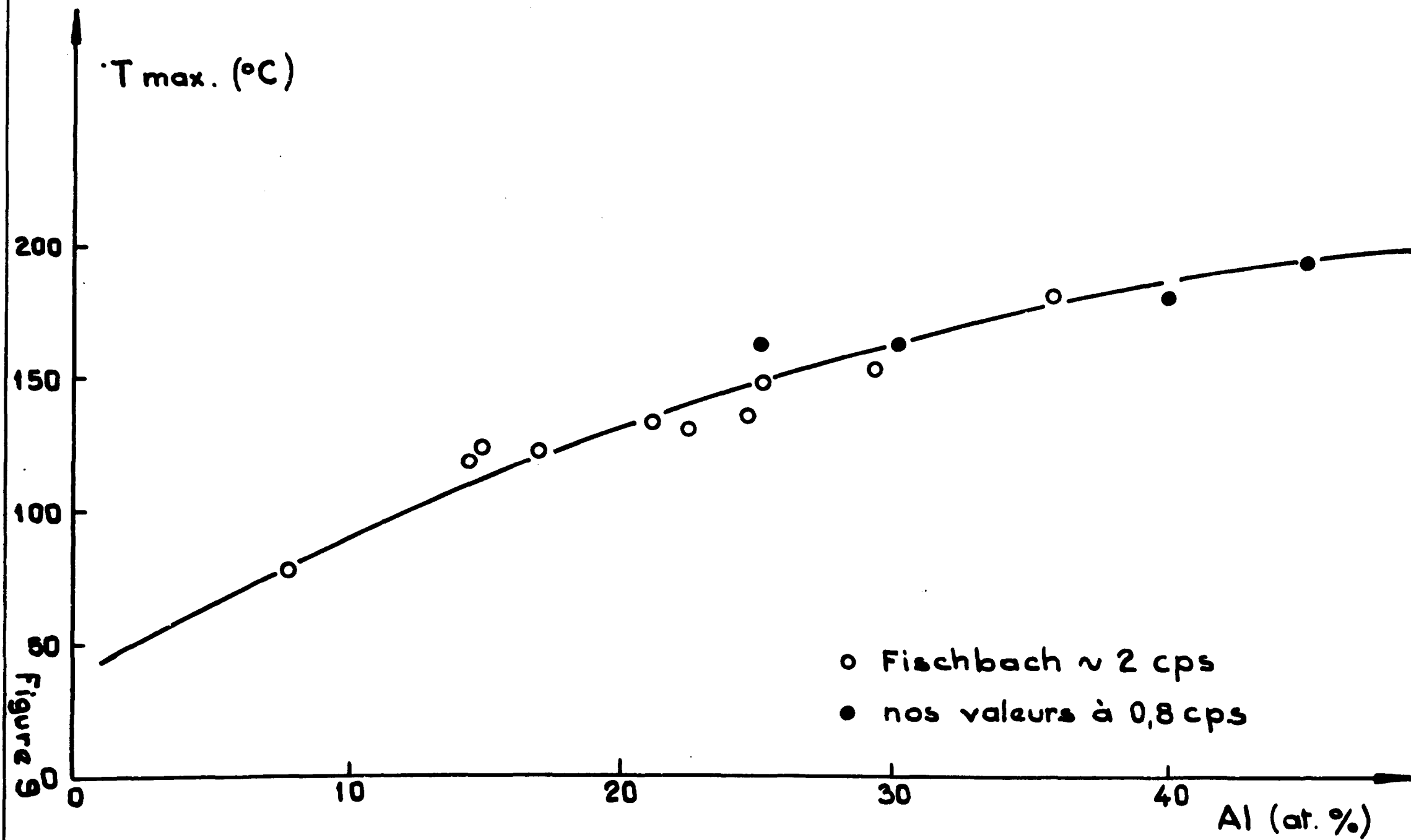
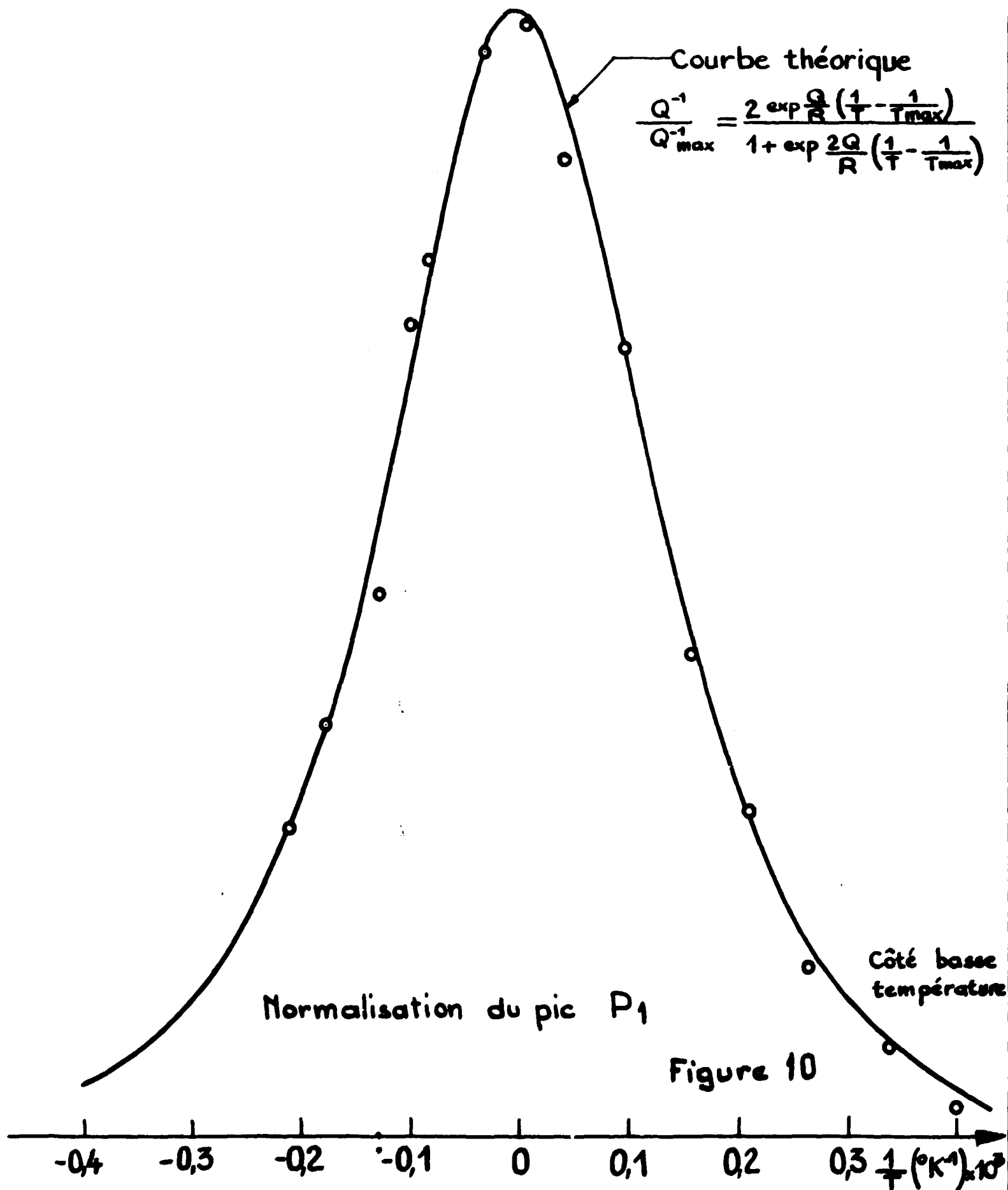


Figure 9

Fe Al 40 - 250 ppm C  
trempé à l'huile depuis 749°C

hauteur du pic  $\delta = 183,5 \times 10^{-4}$   
largeur à mi-hauteur  $\Delta(1/T) = 2,825 \times 10^{-4}$   
température du pic 179°C  
énergie d'activation estimée 18500 calories





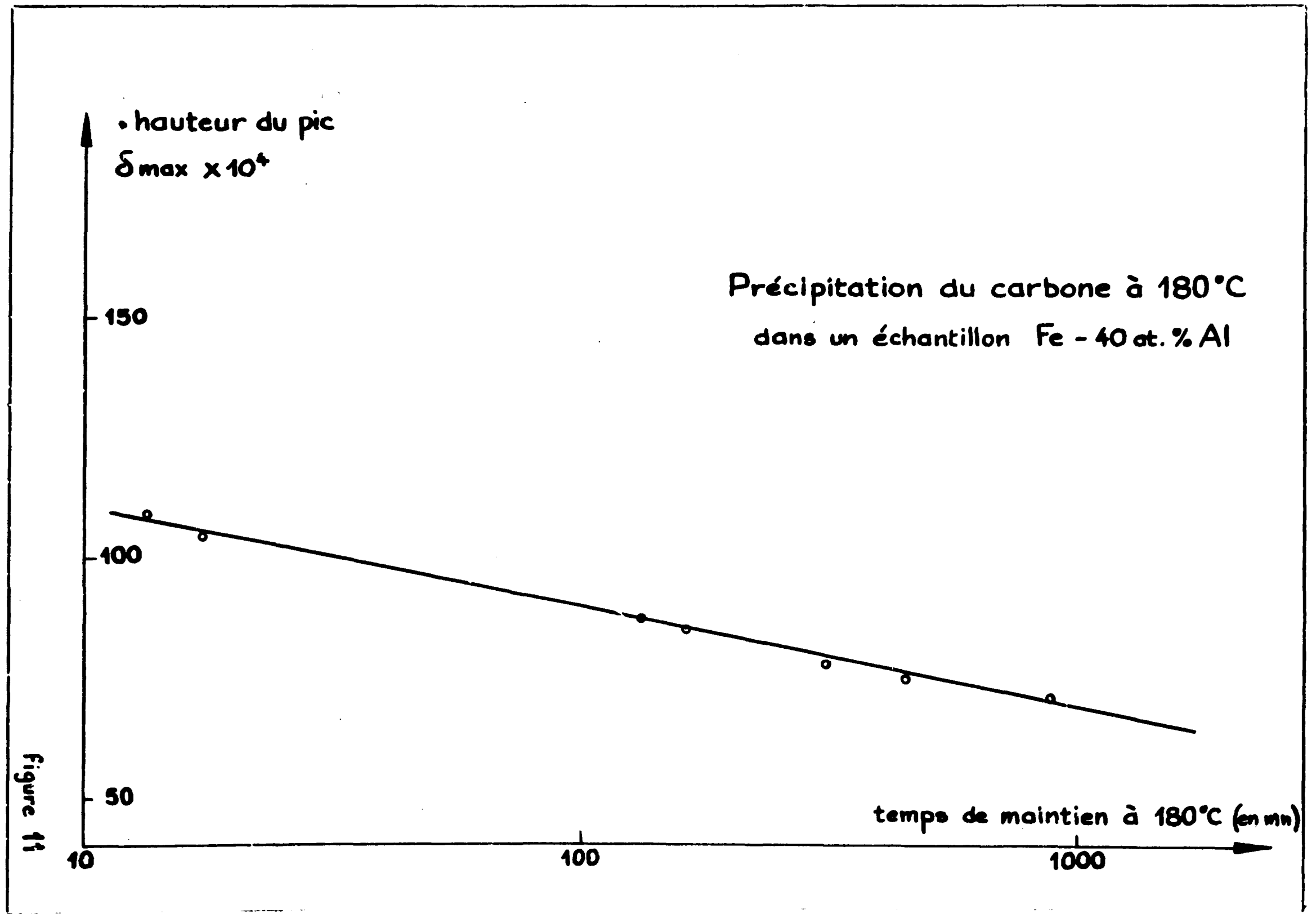
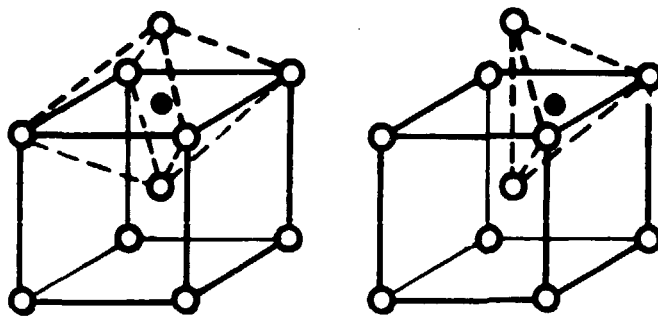
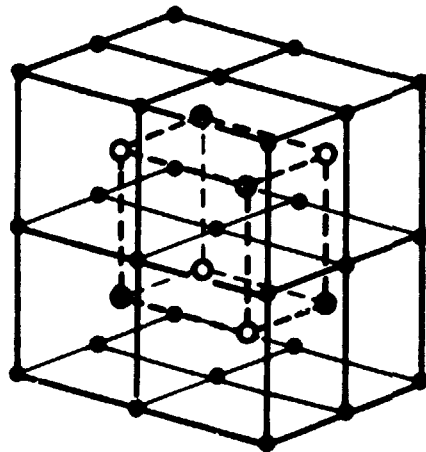


Figure 11



Les sites octaédrique et tétraédrique  
de la maille cubique centrée

Figure 12



- atomes de fer
- aluminium (pour FeAl) ou Fe (pour Fe<sub>3</sub>Al)
- atomes d'aluminium

Structure des alliages fer-aluminium ordonnés

Figure 13

Paramètre du réseau cristallin des alliages  
fer-aluminium d'après TAYLOR et JONES (7) .

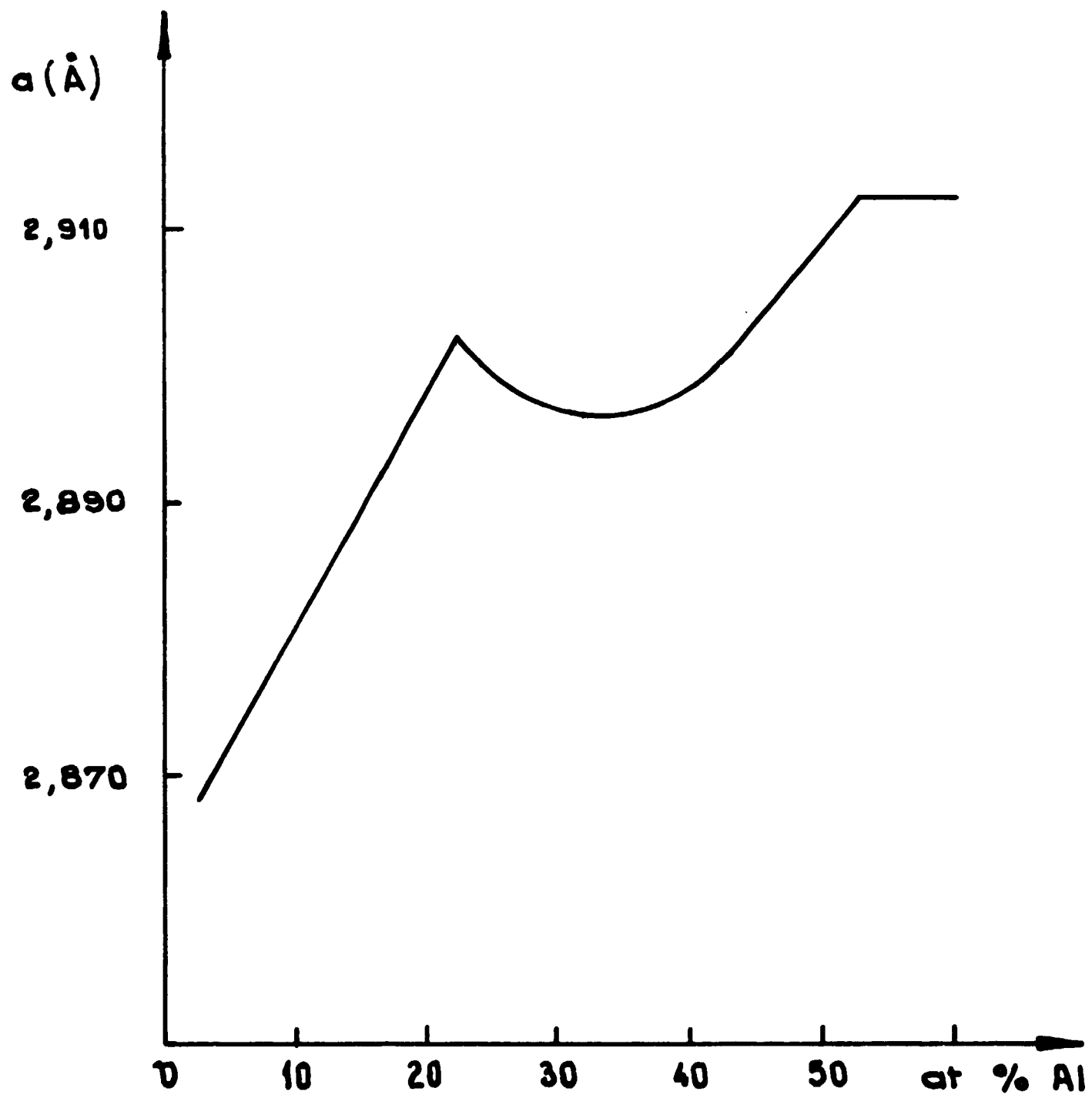
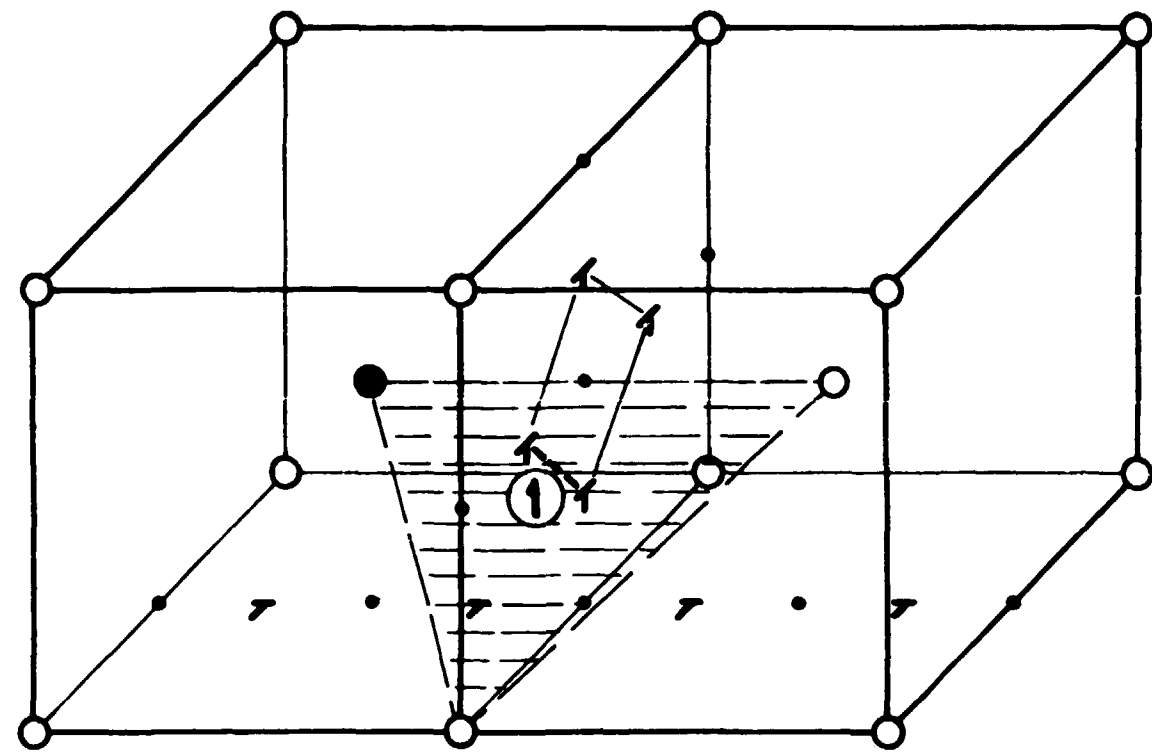
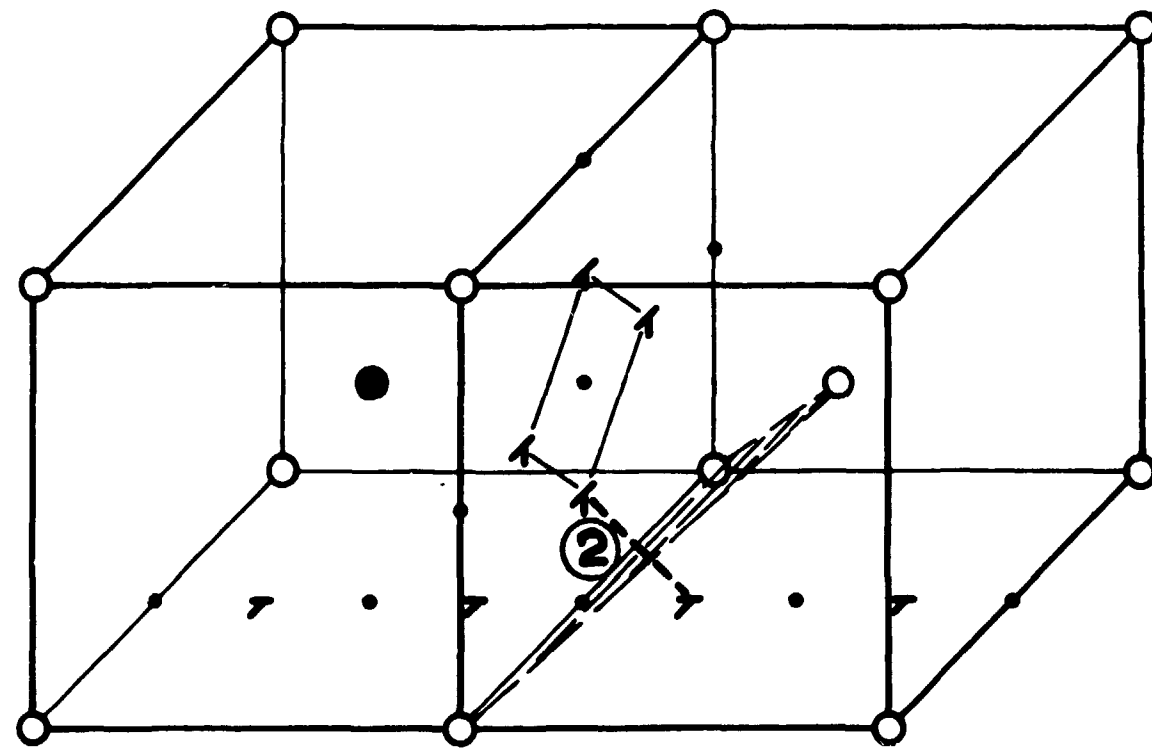


Figure 14



Mécanismes de saut dans la structure Fe Al 25

- ① saut "tournant" avec franchissement d'un portail Fe-Fe-Al.
- ② saut avec franchissement d'un portail Fe-Fe-Fe



○ atome de Fe      • site octaédrique  
 ● atome d'Al      T site tétraédrique

Figure 15

Variation de l'amplitude des pics d'interstitiels  
 avec la teneur en aluminium -

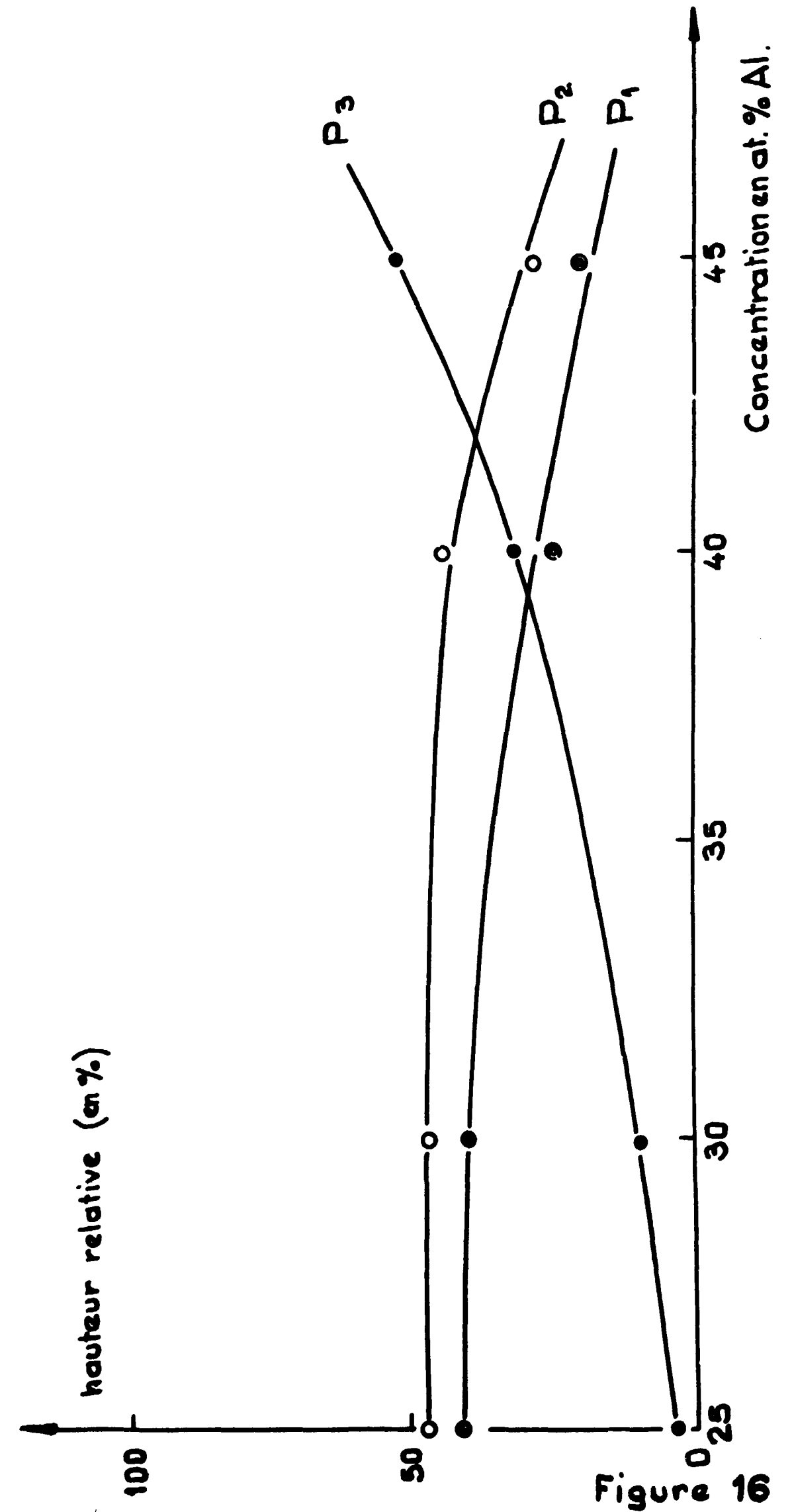
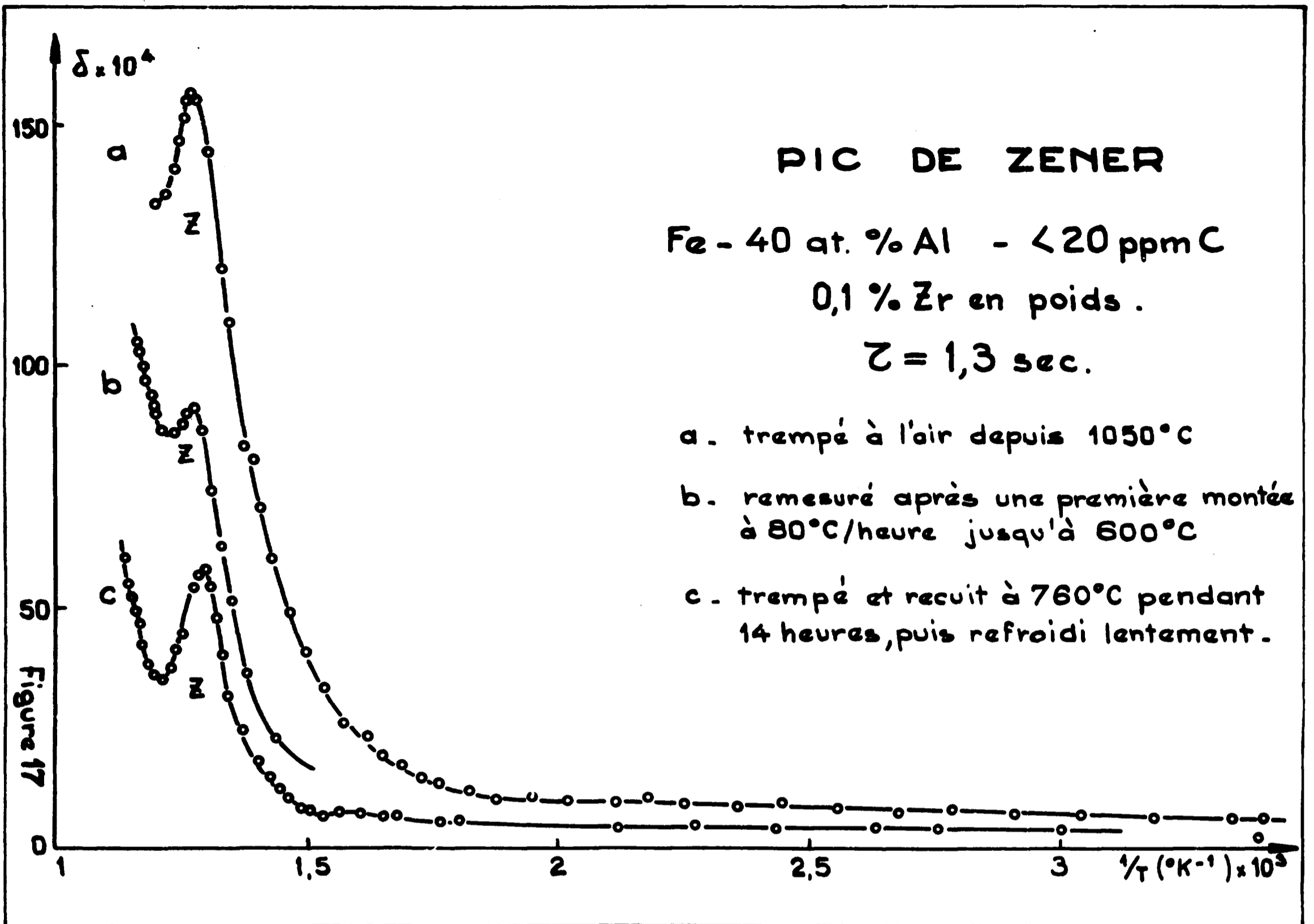


Figure 16



T  
I  
Z