

DEC 16 1966

CHIMIE PHYSIQUE. — *Étude du diagramme fer-niobium entre 0 et 12 at. % de niobium, dans l'intervalle 1200-1535°C.* Note (\*) de MM. **ALBERT FERRIER**, **ERICH ÜBELACKER** et **ERNST WACHTEL**, présentée par M. Georges Chaudron.

Une région du diagramme fer-niobium est étudiée au moyen de l'analyse thermique différentielle et de l'analyse magnétique. Le tracé des limites du domaine à deux phases,  $\delta$  + liquide, est compatible avec une chaleur de fusion du fer constante dans un intervalle de 135°C et égale à  $3,38 \pm 0,06$  kcal/at-g. L'eutectique est déterminé à  $11,99 \pm 0,15$  at. % de niobium et  $1370 \pm 1$ °C; à cette température, la solubilité maximale du niobium dans le fer  $\delta$  est de  $3,27 \pm 0,09$  at. %.

L'étude la plus récente du diagramme fer-niobium (1) laissant encore le solidus très imprécis, nous avons repris l'examen de ce système dans la région riche en fer, sur des échantillons élaborés sous argon purifié, à partir de fer fondu sous vide ( $C = 0,002$  %;  $O_2 = 0,005$  %;  $N_2 = 0,001$  %;  $Al < 0,001$  %) et de niobium contenant moins de 1 % de tantale.

Les températures du liquidus et de l'eutectique ont été déterminées au moyen de l'analyse thermique différentielle à l'aide de couples thermo-électriques étalonnés aux points de fusion de l'or, 1063°C et du palladium, 1552°C. Les autres limites de phases (solidus, réaction eutectoïde, frontières entre  $\delta$  et  $\gamma + \delta$ , ainsi qu'entre  $\gamma$  et  $\gamma + \delta$ ) ont été déterminées en mesurant la susceptibilité magnétique ( $\chi$ ) selon une méthode exposée dans une Note précédente (2). Les mesures ont été exploitées à l'aide du tracé de  $1/\chi$  en fonction de T°C comme dans une étude récente du diagramme Fe-P (3). Les figures 1 et 2 montrent que les limites de phases se manifestent par la naissance d'une courbure ou même par une discontinuité de la pente dans le cas de la formation, en quantité suffisante, d'un mélange eutectique ou eutectoïde. Les températures sont exprimées sous forme d'écart par rapport au liquidus précédemment déterminé par A. T. D. L'ensemble des mesures est résumé dans le tableau I, où il est précisé pour chaque échantillon : le nombre d'analyses chimiques, la teneur moyenne et son erreur possible avec une probabilité de 0,95.

La figure 3 présente le diagramme. Le tracé d'une limite de phase étant quelque peu arbitraire, nous avons tenté d'exprimer le liquidus et le solidus par une équation convenable; ce procédé permet de traiter objectivement toutes les mesures, de chiffrer l'incertitude du résultat et d'introduire directement ces informations dans un calcul thermodynamique en évitant les interprétations particulières à chaque lissage et à chaque lecture graphique. L'ajustement sur une expression linéaire, bien qu'apparemment le plus simple, impliquerait *a priori* que la chaleur de solidification du fer surfondu ou que les coefficients d'activité soient variables avec la température. Nous avons préféré éviter ces hypothèses implicites et retenir une relation de la forme

$$Nb = 1 - 10^{\varphi \left[ 1 - \frac{T_0}{T} \right]}$$

TABLEAU I.

Nombre de dosages.	Nb at. %.	Analyse thermique (température ± 1°C).		Mesures de susceptibilité magnétique. Écarts de température par rapport au liquidus.				
		$\frac{l}{l+\delta}$	$\frac{l+\delta}{\delta+\varepsilon}$	$\frac{l+\delta}{\delta}$	$\frac{\delta}{\delta+\gamma}$	$\frac{\delta+\gamma}{\gamma}$	$\frac{l+\delta}{\delta+\varepsilon}$	$\frac{\delta+\varepsilon}{\gamma+\varepsilon}$
	0	1535,0	-	-	147	-	-	-
(*)...	0,334 ± 0,01	-	-	13 ± 2	152 ± 4	179 ± 4	-	-
(*)...	0,684 ± 0,02	-	-	28 ± 2	179 ± 6	262 ± 6	-	-
9....	1,299 ± 0,03	1513,6	-	48 ± 3	234 ± 6	-	-	304 ± 6
(*)...	1,828 ± 0,06	-	-	70 ± 3	-	-	-	298 ± 6
(*)...	2,425 ± 0,08	-	-	93 ± 3	-	-	-	288 ± 6
4....	2,61 ± 0,09	1499,3	-	98 ± 3	-	-	-	296 ± 6
(*)...	2,82 ± 0,12	-	-	104 ± 5	-	-	-	292 ± 6
4....	4,11 ± 0,31	1477,0	-	-	-	-	109 ± 2	274 ± 6
3....	5,45 ± 0,24	1463,6	-	-	-	-	-	-
5....	7,38 ± 0,05	1428,7	-	-	-	-	-	-
4....	9,42 ± 0,18	1403,3	1370,4	-	-	-	-	-
6....	10,66 ± 0,13	1388,3	1370,2	-	-	-	-	-
3....	11,30 ± 0,26	1385,0	1370,3	-	-	-	-	-

(\*) Ces échantillons ont été obtenus par synthèse de fer pur et d'un alliage, leurs teneurs ont été calculées par interpolation.

avec

$T_0$ , température de fusion du fer pur : 1808,2°K;

$T$ , température

Nb, concentration atomique en niobium } à la limite de phase;

$\varphi$ , paramètre caractéristique de la limite de phase.

Le liquidus déduit des seules mesures d'A. T. D. a été ajusté par itération en minimisant la somme des carrés des écarts, compte tenu de la dispersion et du nombre d'analyses chimiques, l'erreur affectant la température étant considérée comme négligeable. Le solidus déduit du liquidus et de

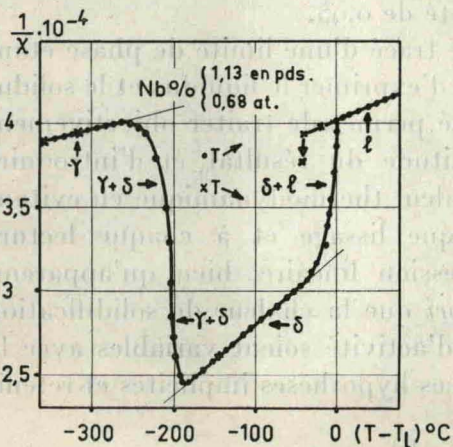


Fig. 1.

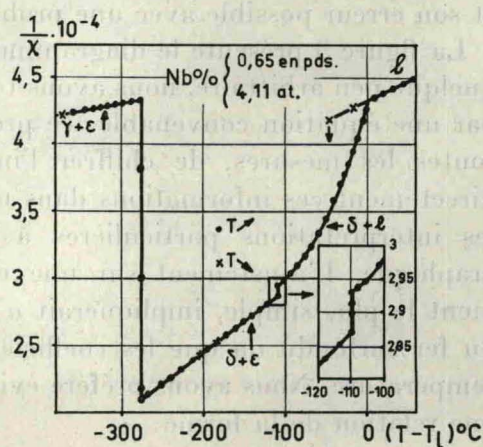


Fig. 2.