Zeitschrift: Helvetica Physica Acta
Band: 2 (1929)
Heft: II

Artikel: Contribution à l'étude rœntgenographique de l'état cristallin du fer
Autor: Bach, Robert
DOI: https://doi.org/10.5169/seals-109442

Nutzungsbedingungen
Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation
L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use
The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 02.10.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

Contribution à l'étude rœntgenographique de l'état cristallin du fer

par **Robert Bach.**

(16. II. 29.)

Sommaire: Grâce à l'emploi d'une méthode différentielle, on a pu étudier avec un soin particulier la variation thermique régulière entre 700° et 1400° de la constante du réseau du fer, et les changements subis par le réseau aux points de transformation. A une température comprise entre 750° et 850°, qui dépend des impuretés contenues dans le fer, on a observé une variation discontinue relativement considérable de la constante du réseau, correspondant au passage de la variété α à la variété β.

1. Introduction.

L'étude de l'état cristallin du fer est un sujet d'une importance scientifique et technique considérable, d'une part à cause du rôle joué par le fer dans la constitution des aciers, d'autre part à cause des propriétés magnétiques du fer qui varient avec la température et avec l'état de ce corps. La façon dont se comporte à cet égard le fer α qui est le représentant typique des corps ferromagnétiques est de première importance pour la théorie générale du magnétisme.

L'analyse thermique a révélé l'existence de trois points de transformation du fer qui ont été observées à 758 degrés[1]) à 920 et à 1395 degrés.

A ces trois points de transformation on a fait correspondre, au début, quatre variétés allotropiques, le fer α, β, γ et δ, dont deux seulement, le fer α et le fer γ se trouvent dans les aciers.

Le point de transformation α—β, à 758 degrés, coïncide avec la température critique de la disparition du ferromagnétisme et présente, selon la théorie du ferromagnétisme de Pierre Weiss[2]) une signification purement magnétique. D'après cette théorie, basée sur l'hypothèse du champ moléculaire, il existe pour tout corps ferromagnétique une certaine température, le «point de Curie», à laquelle le corps s'aimante spontanément en l'absence de tout champ magnétique extérieur.

---

[1]) F. Hegg, Diss. Zürich. 1910.

[2]) Journ. de Phys. (4) 6, 1907, p. 661.

Au-dessus du point de CURIE, l'aimantation spontanée cesse d'exister. Au-dessous de ce point, le corps est aimanté. Il en résulte, comme on le démontre thermodynamiquement, un accroissement considérable de la chaleur spécifique qui présente une valeur maximum au point de CURIE, fait qui a été vérifié expérimentalement pour le fer et pour le nickel par P. WEISS et ses collaborateurs.[1])

La conception de P. WEISS a été confirmée par l'analyse de la structure cristalline du fer dans ses différents états. A. WESTGREN et A. LINDT[2]) ont démontré que le fer a le même réseau cristallin à l'état α et β. Cette constatation à elle seule ne serait cependant pas suffisante pour nous renseigner sur la nature de la transformation en question si elle n'était pas complétée par les résultats des mesures magnétiques.

La disparition du ferromagnétisme est d'ailleurs un fait tellement remarquable qu'on désirerait être renseigné aussi exactement que possible sur tous les effets physiques accompagnant cette transformation. En particulier on se demandera si la transformation α—β ne donne pas lieu à un changement de volume du fer.

Si l'on examine cette question en prenant en considération uniquement la disparition de l'aimantation spontanée, on verra que l'induction magnétique B correspondant à une intensité d'aimantation J doit produire, à l'intérieur du corps ferromagnétique une tension uniforme

$$\frac{B^2}{8\pi} = 2\pi J^2$$

(en supposant la perméabilité magnétique voisine de 1 à l'état de saturation).

Cette tension provoquera une augmentation de volume qu'on peut évaluer à l'aide des constantes élastiques du corps considéré.

Soit donc V le volume d'une certaine masse de fer, ΔV l'augmentation de volume due à l'aimantation, E le premier module d'élasticité du fer et μ le coefficient de Poisson, il vient:

$$\frac{\Delta V}{V} = \frac{6\pi J^2 (1 - 2\mu)}{E}.$$

L'augmentation correspondante des dimensions linéaires est:

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{2\pi J^2 (1 - 2\mu)}{E}.$$

[1]) A. CARRARD, Diss. Zürich. E.P.F. 1916. — P. WEISS et A. PICCARD, Arch. des sc. phys. et nat. **45**, 1918, p. 329. — P. WEISS, Journ. de Phys. (2) **6**, 1921, p. 161.

[2]) Zeitschr. f. phys. Chem. **98**, 1921, p. 181.

Si on admet qu'à une certaine température, inférieure par exemple de 100 degrés au point de CURIE, le fer est aimanté, approximativement, à saturation, on peut calculer la contraction linéaire, due à la disparition de l'aimantation spontanée.

En utilisant les données numériques:

$$J = 1700 \text{ c. g. s.} \qquad E = 1{,}7 \times 10^{12} \text{ c. g. s.} \qquad \mu = 0{,}25$$

on trouve une contraction rapportée à l'unité de longueur, devant se produire entre 700 et 800 degrés:

$$\frac{\Delta d}{d} = 5 \cdot 10^{-6}.$$

Cet effet est extrêmement petit et trop faible pour être accessible à l'analyse roentgenographique.

La détermination directe du coefficient de dilatation du fer, d'autre part, a fourni les résultats suivants:

$\lambda = 0{,}0000165$ entre 600 et 700 degrés
$\lambda = 0{,}0000150$ entre 700 et 800 degrés

(d'après les mesures de LE CHÂTELIER.[1])

Les mesures de la dilatation ont donc mis en évidence, effectivement, une contraction ayant lieu dans le sens prévu, mais l'effet en question, calculé d'après la diminution du coefficient de dilatation linéaire du fer entre 700 et 800 degrés est environ 200 fois plus grand que la contraction résultant uniquement de la disparition de l'aimantation spontanée.

Dans un travail récent se rapportant à des aciers au carbone et au manganèse de composition variable, STÄBLEIN[2]) ne confirme pas les observations de LE CHÂTELIER[3]), mais il trouve dans l'intervalle de température de 600 à 1000 degrés un effet d'hystérésis thermique de la dilatation. Celle-ci suit une autre loi suivant qu'on élève ou qu'on abaisse la température. L'effet étudié est sans doute en relation avec la constitution complexe des aciers, mais aussi avec les différents états allotropiques que peut prendre le fer dans l'intervalle de température étudié.

Ces observations augmentent l'intérêt qui se rattache à l'examen approfondi des circonstances accompagnant la trans-

[1]) C. R. **129**, 1899, p. 331 et Phys. Chem. Tab. LANDOLT et BÖRNSTEIN, 45 édit. 1923.

[2]) Stahl und Eisen, **46**, 101, 1926, Nr. 4.

[3]) l. c.

formation du fer α en β. Nous avons donc pensé qu'une reprise des recherches de WESTGREN et LINDT[1]) ne serait pas dépourvue d'intérêt, à condition de concentrer l'attention spécialement sur le changement de la constante du réseau cristallin accompagnant la transformation. Ce changement, qui doit avoir lieu au voisinage du point de transformation α—β, calculé d'après les données de LE CHÂTELIER[2]) relatives à la dilatation linéaire du fer, quoique certainement très faible, n'est cependant pas tellement insignifiant qu'il doive nécessairement échapper à l'analyse roentgenographique affinée. Les méthodes de recherches basées sur l'application des rayons X ont, d'ailleurs, un avantage appréciable sur d'autres méthodes plus précises qu'on a utilisées dans le même but. Elles permettent de suivre pas à pas les transformations progressives du réseau cristallin en fonction de la température. C'est là le but que nous nous sommes proposé dans les présentes recherches.

Le fer β n'existant que dans un intervalle de température relativement petit, on devait craindre de se heurter à des difficultés d'interprétation des résultats, vu la faible grandeur de l'effet, si on n'étendait pas les observations aussi aux autres états allotropiques du fer. A ce point de vue, le fer δ, qui selon WESTGREN et PHRAGMEN[3]) a le même réseau cristallin que le fer α et β, présentait un intérêt particulier, puisqu'il permet de suivre jusqu'à une température de 1400 degrés environ les variations thermiques de la constante du réseau du fer cubique, à cube centré.

Enfin, pour compléter la comparaison, il nous importait aussi d'étudier la variation de la constante du réseau cubique, à faces centrées, du fer γ.

2. Le dispositif expérimental.

Le programme des présentes recherches comportant une étude, aussi complète que possible, des variations de la constante du réseau du fer dans ses différents états en fonction de la température, le dispositif expérimental devait comprendre deux parties distinctes:

A. L'appareil servant à la production des clichés roentgenographiques.

B. Le dispositif de détermination et de contrôle de la température.

---

[1]) l. c.

[2]) l. c.

[3]) Zeitschr. f. phys. Chem. **102**, 1921, p. 1.

La méthode d'analyse roentgenographique la mieux appropriée au but visé est la méthode des poudres cristallines de DEBYE et SCHERRER, s'appliquant sans autres à un fil métallique frappé par un faisceau étroit de rayons X. On obtient sensiblement les mêmes effets de diffraction qu'avec une poudre cristalline si l'on fait tourner le fil pendant la pose, autour de son axe. Cette méthode a été employée par WESTGREN[1]) et par d'autres auteurs qui ont étudié le réseau cristallin des métaux et des alliages. Nous avons pu, par un procédé simple, augmenter considérablement la précision de la mesure de la variation de la constante du réseau.

A. Production des roentgenogrammes.

La figure 1 représente schématiquement la chambre servant à la production des clichés roentgenographiques. Le fil à analyser,

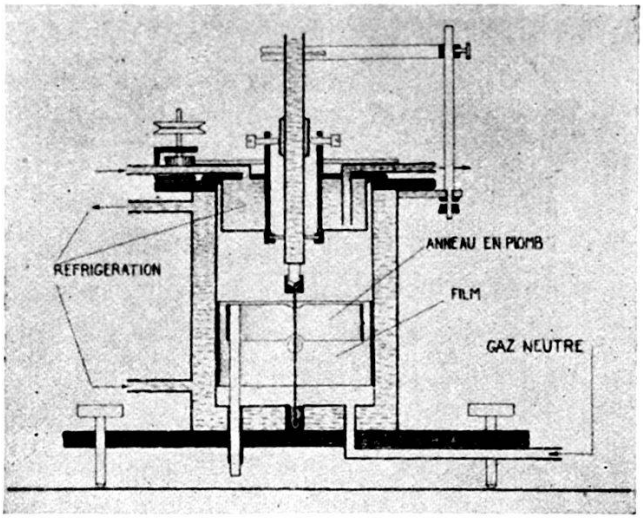

Fig. 1.

placé dans l'axe de la chambre cylindrique et centré exactement à l'intérieur de celle-ci, peut être chauffé au moyen d'un courant électrique qui permet de le porter à la température voulue. Pour que le fil puisse tourner pendant la pose, le courant y arrive par l'intermédiaire de contacts glissants. L'extrémité inférieure du fil plonge dans une petite quantité de mercure contenue dans une cavité du fond de la chambre. L'extrémité supérieure du fil est fixée à un tube métallique, refroidi à l'eau et isolé électriquement de la chambre, sur lequel glissent des balais. Le tube supportant le fil est entouré d'un second tube métallique, traversant le

[1]) l. c.

couvercle de la chambre, auquel on peut imprimer, au moyen d'un engrenage, un mouvement de rotation qui se communique au fil. Le support de celui-ci est maintenu, à l'intérieur du tube en question, dans une position fixe au moyen d'un anneau de caoutchouc servant comme isolant et garantissant, en même temps, la fermeture hermétique de la chambre en cet endroit. Il importe, en effet, comme l'on verra plus loin, de rendre la chambre étanche, pour pouvoir protéger le fil incandescent contre l'action oxydante de l'air.

Des vis calantes, fixées au bord supérieur du tube contenant le support tubulaire du fil, permettent d'en régler le centrage du dehors et au cours de la pose. Cette opération est nécessaire, car le fil, porté à l'incandescence, se courbe souvent pendant la pose par suite du chauffage et par l'effet de la rotation imprimée au fil. Le mouvement de rotation, quoique toujours très lent (environ deux tours par heure), produisait dans certains cas une déformation du fil dont il fallait corriger l'effet.

Le couvercle de la chambre est fixe, centré sur celle-ci à haute précision et de manière définitive, et constitue le guide du tube tournant. Le couvercle et la chambre elle-même sont munis d'une double enveloppe à parois minces traversée par une circulation d'eau froide.

Les rayons X entrent dans la chambre par un tube de plomb de 2 mm de diamètre intérieur. La chambre devant être étanche, ce tube est fermé par une feuille très mince de cellophane. Nous avons adopté ce mode de fermeture après beaucoup d'essais, la cellophane ayant montré un minimum d'absorption parmi les autres matières examinées.

En face du tube d'entrée se trouve l'ouverture de sortie du faisceau des rayons Rœntgen. Celle-ci a été élargie, parce qu'elle devait servir en même temps à l'observation pyrométrique de la température du fil incandescent. La fenêtre d'observation est fermée par une lamelle de microscope. Cette lamelle, ainsi que la feuille de cellophane, sont appliquées aux bords extérieurs des deux tubes.

Pour éviter l'oxydation du fil de fer, il est nécessaire de l'entourer, lorsque il est porté à l'incandescence, d'une atmosphère de gaz inerte. Il était donc indispensable de rendre la chambre étanche, pour pouvoir la maintenir remplie d'azote pendant toute la durée de pose.

A cet égard nous tenons à signaler quelques difficultés auxquelles nous nous sommes heurtés au cours des expériences. Dès le début nous avons constaté que les procédés habituels de puri-

fication de l'azote se montrent absolument insuffisants pour fournir un gaz privé d'oxygène. Si on utilise l'azote contenu dans les bonbonnes commerciales, purifié par le passage sur du cuivre incandescent et desséché, le fil s'oxyde en quelques instants.

Après beaucoup de tâtonnements nous avons fini par adopter la méthode suivante, présentant le double avantage d'être plus efficace que tout autre et très simple. On ajoute à l'azote une petite quantité d'hydrogène et on fait passer le mélange des deux gaz sur du cuivre incandescent. Grâce à l'action catalytique du cuivre, l'oxygène, même allié au soufre ou à d'autres corps, est absorbé quantitativement par l'hydrogène en formant de l'eau. Le gaz, lavé dans de la lessive de soude et desséché au moyen de la soude caustique et de l'anhydride phosphorique ne contient ensuite que des gaz rares et un peu d'hydrogène. En entourant le fil incandescent du gaz ainsi préparé, on évite toute oxydation quelle que soit la durée de l'expérience.

La chambre rendue étanche autant que possible et dessséchée continuellement par de l'anhydride phosphorique contenu dans un godet joint à la sortie de la chambre, était donc lavée, avant chaque pose, par le mélange de gaz inactif obtenu au moyen du procédé décrit plus haut. Pendant la pose le courant gazeux traversait la chambre d'une façon ininterrompue. On réglait ce courant de façon à maintenir à l'intérieur de la chambre une pression légèrement supérieure à la pression atmosphérique. L'excès de pression, contrôlé à l'aide d'un manomètre, suffisait à empêcher toute entrée d'oxygène de l'air, malgré les petits défauts d'étanchéïté inévitables de la chambre, qui subsistaient en dépit de toutes les précautions, dues surtout à la nécessité de faire tourner le fil.

B. Détermination de la température du fil.

Pour la détermination de la température du fil incandescent nous nous sommes servis d'un oculaire pyrométrique de Spindler et Hoyer, permettant la comparaison de l'éclat de l'image du fil, monochromatisé au moyen de filtres appropriés, avec celui du filament d'une ampoule électrique étalonnée. On observe le fil au moyen d'un viseur en substituant à l'oculaire ordinaire de celui-ci l'oculaire pyrométrique et on règle l'intensité du courant traversant le filament de la lampe à incandescence étalonnée, de telle façon que les deux images, vues simultanément, présentent le même éclat. Un ampèremètre de précision indique l'intensité de courant passant dans le filament de la lampe (filament pyro-

métrique). En notant cette intensité on peut en déduire, grâce à la courbe d'étalonnage, la température du filament pyrométrique. Un observateur exercé arrive à distinguer à l'aide de cet instrument des différences de température de 5 degrés environ.

Nous avons dit plus haut que l'ouverture de sortie du faisceau des rayons X, suffisament élargie, permettait une bonne observation du fil incandescent. Pour soustraire l'observateur à l'action directe du rayonnement Rœntgen, l'axe du viseur n'était pas disposé parallèlement à la direction de propagation des rayons, mais obliquement. Le fil était visible grâce à l'interposition d'un miroir entre la fenêtre de la chambre et le viseur.

La sensibilité de ce dispositif thermométrique était largement suffisante pour le but de nos recherches, mais il subsistait une grande incertitude sur la valeur absolue de la température du fil. D'une part la courbe d'étalonnage jointe par les constructeurs à l'appareil ne donne aucun renseignement sur la véritable température du fil de fer incandescent, puisque celui-ci ne peut certainement pas être assimilé au corps noir, d'autre part, les conditions optiques de l'étalonnage n'étaient nullement respectées dans notre dispositif expérimental. Or, l'interposition d'un miroir, d'une lame, la substitution de certains verres optiques à d'autres, le changement d'ouverture des diaphragmes devaient produire des effets très difficiles à évaluer par le calcul.

3. Etalonnage du pyromètre.

Dans ces conditions nous devions établir nous mêmes la courbe d'étalonnage de notre dispositif. Nous avons eu recours, dans ce but, à l'appareil suivant, facile à réaliser qui se recommande par sa simplicité et par la précision relativement considérable qu'il permet d'atteindre sans aucune difficulté. Cet appareil permet, de plus, le contrôle très désirable de l'invariabilité des propriétés du filament pyrométrique, et il peut être utilisé pour la vérification de n'importe quel pyromètre optique.

La partie principale du dispositif en question, représenté par la fig. 2, est le «tube d'étalonnage», un tube de 6 mm de diamètre et de 150 mm de longueur, en même matière que le corps incandescent dont on veut mesurer la température. Au milieu du tube se trouve une fente de 0,5 mm de largeur et d'une longueur de 10 mm.

Le tube est enfermé dans une enveloppe à circulation d'eau munie d'une fenêtre à glace échangeable. Au moyen d'un courant

électrique intense on porte à l'incandescence le tube d'étalonnage dont on évite l'oxydation en l'entourant d'une atmosphère de gaz inerte.

A l'intérieur du tube d'étalonnage, dans la région même où se trouve la fente, est disposé un fil métallique très fin (fil d'argent, d'or etc.) dont la température est, à chaque instant, sensiblement égale à la température du rayonnement qui remplit la partie médiane du tube. En élevant progressivement la tempé-

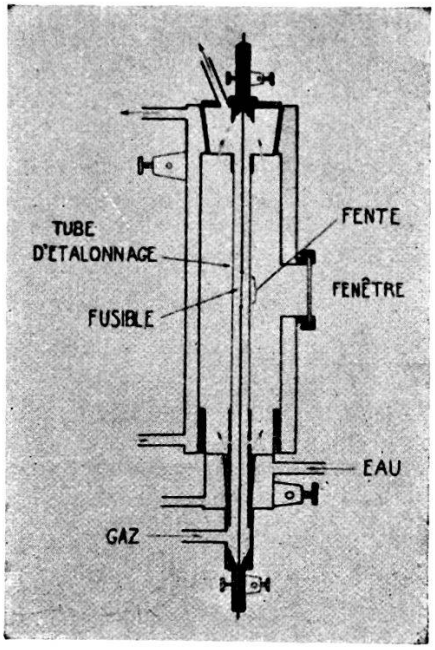

Fig. 2.

rature du tube d'étalonnage on finit par atteindre la température de fusion du fil, indiquée par l'interruption d'un courant très faible (10^{-5} amp.) traversant le fil et un galvanoscope.

Pour étalonner le pyromètre à l'aide de cet appareil, il faut substituer le tube d'étalonnage au corps à étudier en reproduisant aussi exactement que possible les conditions optiques de l'observation du corps. Le tube d'étalonnage étant porté à l'incandescence on voit dans l'oculaire pyrométrique à la fois la surface extérieure du tube, dont le rayonnement est, pour une même température, identique à celui du corps étudié, et la fente plus lumineuse et nettement délimitée. En réglant, au moment de la rupture du fusible, l'intensité du courant traversant le filament pyrométrique, de manière à rendre égal l'eclat du filament d'une part à celui de la fente, d'autre part à celui de la paroi extérieure du tube au voisinage des bords de la fente, on obtient deux inten-

sités du courant pyrométrique, correspondant pour une même température soit au rayonnement du corps noir, soit à celui du corps étudié.

Au moyen de plusieurs points de fusion exactement connus on peut donc établir la courbe d'étalonnage thermométrique pour le fil de fer étudié et la courbe se rapportant au corps noir qui servira pour le contrôle de l'invariabilité des indications du pyromètre.

Ce dispositif très simple nous a permis de déterminer à une erreur maximum de $\pm$ 10 degrés près la température absolue du fil de fer et d'éviter ainsi des incertitudes qui, en l'absence de tout contrôle, auraient dépassé 100 degrés.

4. Clichés roentgenographiques et précision des observations.

Les poses ont été faites avec le rayonnement K_α du fer provenant d'un tube «Haddig» qui a été, faute de mieux, actionné au moyen d'une bobine d'induction de KLINGELFUSS. On ne pouvait, sans provoquer un échauffement exagéré de la bobine, mettant en danger l'isolation du circuit secondaire, augmenter outre mesure la charge de la bobine en service continu. Avec les charges admissibles, la puissance obtenue au secondaire était faible, et, de plus, les feuilles de papier et de cellophane interposées absorbaient, malgré leur petite épaisseur, une partie très appréciable du rayonnement émis. Dans ces conditions il était nécessaire, pour obtenir des clichés utilisables, de prolonger beaucoup la durée des poses. Ordinairement, les poses s'étendaient sur deux jours, ce qui correspond à une consommation de 20 à 30 heures m. amp. Ces durées de poses excessives causent évidemment des difficultés surtout en raison de la nécessité de maintenir la température du fil de fer constante pendant toute l'exposition.

Les premiers clichés ayant montré que, pour le but principal du présent travail, la précision habituellement atteinte était absolument insuffisante, nous avons eu recours au procédé suivant permettant de diminuer considérablement la grandeur des erreurs possibles. Il est possible d'éviter à la fois toutes les incertitudes provenant des défauts de centrage du fil, de l'application imparfaite du film à la paroi de la chambre, des déformations de la pellicule au cours de l'exposition et du développement, ainsi que du déplacement des raies dû à l'épaisseur du fil, si on a soin de marquer, dans chaque expérience, sur le film les raies d'un réseau connu. Dans nos expériences il importait de pouvoir comparer les raies produites par un fil de fer à une température et dans un état

déterminés avec les raies produites par le même fil à basse température. Il suffisait donc d'impressionner, au début, la pellicule sensible en faisant agir les rayons X sur du fer α à basse température avant d'entreprendre l'exposition du fil incandescent, soit encore de faire alterner les deux genres de poses, pour trouver sur le film développé les repères désirés.

Pour pouvoir distinguer commodément les deux systèmes de raies ainsi obtenues, nous avons recouvert d'un anneau de plomb dans les poses faites à basse température la partie inférieure, et dans les poses faites à température élevée la partie supérieure du film. La première espèce de raies se marque donc dans la partie inférieure et la seconde espèce de raies dans la partie supérieure

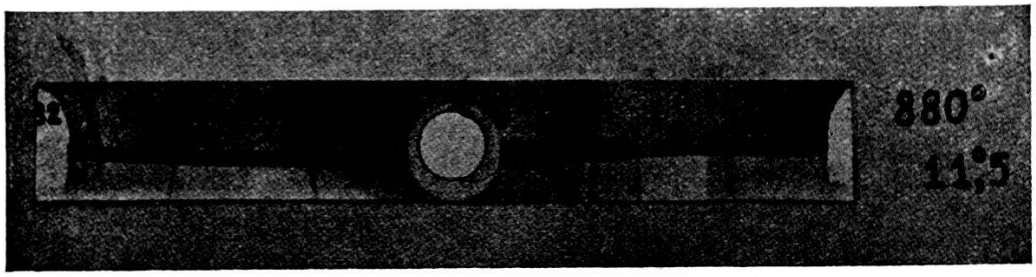

Fig. 3.

du cliché, mais toutes les raies sont visibles dans la partie médiane, précisément là où les mesures doivent être effectuées.

L'anneau de plomb qui permet d'atteindre ce résultat pouvait être manié du dehors, au cours de la pose, sans provoquer aucun dérangement de la disposition de la chambre ou du fil. Grâce à ce fait les deux espèces de raies, obtenues exactement dans les mêmes conditions, sont rigoureusement comparables. Toutes les causes d'erreurs mentionnées plus haut, sont éliminées, puisqu'elles interviennent de la même façon dans les deux poses.

Même si le fil se dérèglait au cours de l'éxpérience, il n'en résulterait pas un déplacement, mais un élargissement symétrique des raies. Pour cette raison et grâce au centrage invariable du couvercle de la chambre, qui constitue le guide du support tournant du fil, on peut sans inconvénients procéder à un changement du fil au cours de la pose. On peut aussi substituer au fil un autre corps et comparer par suite, à peu près avec la même précision, les raies produites par deux corps différents.

La figure 3 est une reproduction d'un des clichés obtenu selon le procédé ci-dessus décrit. Les raies supérieures sont dûes au fer β à une température de 860 degrés, les raies visibles dans

la partie inférieure du cliché sont celles du fer α à 11,5 degrés[1]). Pour des raisons d'ordre pratique le film n'a pas été disposé dans ces expériences de la façon habituelle, mais il a subi un déplacement de 180 degrés, de sorte que les raies correspondant aux petits angles d'incidence se trouvent aux extrémités du cliché et celles qui proviennent des rayons les plus écartés de la direction d'incidence au milieu.

Pour la détermination de la constante du réseau, on ne mesure, en effet, pas, comme d'habitude, les distances des raies symétriques, mais on détermine les distances entre les raies voisines des deux systèmes. Connaissant les angles de réflexion du fer α à basse température, on trouve les angles qui correspondent au réseau modifié par une simple interpolation sans avoir à faire intervenir les dimensions de la chambre et sans être obligé par suite d'avoir recours à des corrections difficiles à évaluer.

A titre d'exemple de la façon dont on a effectué les mesures et les calculs qui s'y rapportent, nous reproduisons ci-dessous un tableau des données numériques relatives à un de nos clichés. La seule cause d'erreurs qui subsiste est la précision, malheureusement très limitée, de la mesure des distances des raies. Ces distances sont en général très faibles. Les raies les plus écartées des deux systèmes, correspondant aux petits angles de réflexion, sont peu nettes, et les meilleurs résultats sont ceux fournis par les raies provenant des rayons réfléchis sous un angle moyen plus ou moins voisin de 45 degrés. Nous admettons qu'en répétant les mesures et en prenant des moyennes nous avons pu atteindre, dans les cas les plus favorables, les variations de l'ordre de 10^{-4} de la constante du réseau.

Tableau 1

Données du film B2: 860°, fil N° 1.

Reflexion	Δl_1	Δl_2	$\Delta \varphi_1$	$\Delta \varphi_2$	$\frac{\Delta d_1}{d}$	$\frac{\Delta d_2}{d}$
2	0,40 mm	0,40 mm	0, 39°	0, 39°	0,0124	0,0124
4	0,65	–	0, 63	–	0,0119	–
6	0,96	0,99	0, 93	0, 96	0,0112	0,0118
8	2,35	2,39	2, 28	2, 31	0,0122	0,0124

Δl_1, Δl_2 = déplacement linéaire d'une raie de diffraction.
$\Delta \varphi_1$, $\Delta \varphi_2$ = déplacement angulaire correspondant.
$\Delta d_1/d$, $\Delta d_2/d$ = variation de la constante du réseau.

[1]) Valeur admise pour d_a du fer α à 0°: d_a = 2,8700 Å d'après Westgren (l. c.).

5. Limites de l'étude de la variation thermique du réseau cristallin du fer.

Le but du travail étant l'étude de la variation de la constante du réseau du fer au voisinage des points de transformation, il était essentiel de se rapprocher le plus possible de ces points et spécialement du point de transformation α—β. Pour y arriver on faisait des poses à une température supérieure et à une température inférieure au point de transformation en cherchant à diminuer progressivement la différence de température entre les deux poses. En ce qui concerne le point de transformation β—γ, nous avons réussi de nous en rapprocher suffisamment, pour que l'écart entre les températures des deux poses ne dépasse pas 20 degrés.

Cependant pour les deux autres points de transformation et en particulier pour le point α—β nous nous sommes heurtés à plusieurs difficultés.

Au-dessous de 800 degrés la visibilité du fil incandescent diminue rapidement et à 750 degrés l'incandescence du fil est déjà à peine perceptible. Or cette température est à peu près celle du point de CURIE du fer, si l'on tient compte de la marge d'incertitude des appréciations pyrométriques.

Lorsqu'on augmente progressivement l'intensité du courant de chauffage, de manière à dépasser la limite à laquelle l'incandescence du fil de fer devenait perceptible, la température du fil continuait ensuite à croître spontanément, en l'absence de toute variation de l'intensité du courant, dépassait 750 degrés et se fixait vers 800 degrés. Si on diminuait alors l'intensité du courant de 1% environ, on obtenait l'effet inverse, la température baissait spontanément et le fil devenait invisible. Dans l'intervalle de température entre 750 et 800 degrés il ne semble pas exister d'équilibre stable entre l'énergie produite par un certain courant et l'énergie émise par le rayonnement et la conductibilité extérieure du fil. Nous avons constaté que cet effet gênant ne peut pas être évité en changeant le diamètre du fil ou en modifiant, par la composition du mélange gazeux, les conditions du refroidissement. Il est fort probable que ce phénomène est en relation avec les changements de l'état intérieur du fil au point de CURIE, et il est très remarquable qu'on n'observe rien de pareil au point de transformation, β—γ, qui est un point de transformation allotropique ordinaire.

La grande variation que subit la chaleur spécifique du fer au-dessous du point de CURIE joue, sans doute, un rôle dans l'effet

en question. L'effet magnéto-calorique[1]), dû à l'aimantation variable du fer, peut également y intervenir.

On a cependant pu obtenir des températures à peu près constantes en-dessous de 800 degrés au moyen d'un rhéostat branché en parallèle sur le fil incandescent, permettant de maintenir le potentiel constant malgré les variations de la résistance du fil, et d'atteindre un équilibre d'autant plus stable que la résistance branchée en dérivation sur le fil incandescent est plus petite.

Malgré cet artifice, il ne nous a pas été possible d'obtenir au-dessous du point de transformation α—β une température aussi constante qu'aux températures plus élevées, ce qui diminue beaucoup la précision des mesures qui se rapportent à cette région particulièrement intéressante de la courbe des variations de l'état thermique du fer. Au-dessus de 800 degrés, par contre, cette difficulté disparaît et on peut alors atteindre dans la mesure de la température du fil une précision plus grande.

La limite supérieure des températures auxquelles les observations sont possibles est donnée, en principe, par le point de fusion du fer vers 1550 degrés; mais effectivement il est très difficile et, probablement impossible, d'étendre les mesures à une température aussi élevée, parce que les raies de diffraction disparaissent à des températures de beaucoup inférieures au point de fusion et bien longtemps avant que le ramollissement du fil puisse produire des effets gênants. Ce phénomène remarquable de la disparition des raies de diffraction est dû à des causes complexes qui seront discutées plus loin à propos des résultats dégagés de l'étude des clichés roentgenographiques. Nous en avons fait mention ici parce qu'il constitue le principal obstacle d'une extension des mesures au delà de 1400 degrés.

6. Résultats.

Les clichés obtenus confirment, en premier lieu, les constatations faites antérieurement déjà par A. Westgren et ses collaborateurs.[2]) Le réseau cristallin du fer α et du fer β est cubique, à cube centré, et celui du fer γ cubique, à faces centrées. L'aspect des roentgenogrammes change brusquement lorsqu'on passe du fer β au fer γ. Au passage du fer α au fer β, par contre, il n'y a aucun changement dans la disposition des raies. Cela prouve

[1]) P. Weiss et A. Piccard l. c.

[2]) l. c.

que la température de 758 degrés, mise en évidence par des mesures calorimétriques, n'a pas la signification d'un point de transformation de l'état cristallin du fer.

Peut-on en conclure qu'à aucun point de vue le fer β ne doit être considéré comme une variété allotropique distincte du fer α? Une affirmation aussi tranchante nous paraît prématurée pour des raisons qui seront exposées plus loin.

Il aurait été évidemment très intéressant d'examiner de plus près les propriétés du fer δ et de pousser l'étude de la dilatation du fer jusqu'au point de fusion, mais cette recherche s'est heurtée à des obstacles insurmontables. WESTGREN, déjà, indique, qu'il est très difficile d'obtenir de bonnes poses de fer δ à 1400 degrés.

Cela ne tient nullement à la circonstance que le fil se déforme ou qu'on arrive trop facilement à la rupture du fil par suite d'une petite élévation de la température. On peut, sans autres, remédier à ces petites difficultés, mais ce qui laisse peu d'espoir de dépasser la température atteinte dans nos recherches, c'est le fait curieux, mentionné plus haut: au dessus d'une certaine température le fil ne donne plus de raies de diffraction observables.

Cette disparition des raies de diffraction est graduelle et progressive.

Nous avons obtenu une série de films qui tous ont eu la même durée de pose de 20 heures m. amp. environ et ont été faits avec le même fil de fer à des températures croissantes de 1180 degrés à 1400 degrés. L'intensité des raies diminue d'une pose à l'autre à mesure qu'on élève la température. Sur le dernier cliché obtenu à près de 1400 degrés, les raies ont complètement disparu. En même temps le noircissement général a augmenté légèrement.

Il est absolument certain que l'absence des raies indique une modification intérieure du fil. En effet, sur les clichés à pose double, les raies, obtenues avec le même fil à basse température, ont la même netteté normale. L'effacement progressif des raies aux températures élevées indique donc un passage graduel de l'état cristallin à l'état amorphe.

Habituellement la fusion des substances pures cristallisées est franche et a lieu à une température déterminée. Le fil de fer en question se comportait tout autrement. Dans ce fil la destruction des cristaux commence bien avant la fusion proprement dite.

Cet effet ne peut pas s'expliquer par l'agitation thermique. Celle-ci pourrait bien diminuer la netteté des raies sans toutefois les effacer complètement, mais on devrait alors constater en même temps un élargissement des raies, qui, effectivement, n'a pas été

observé. Tout au contraire, les raies les plus faibles qu'on voit sur nos clichés sont aussi nettes que les raies les plus intenses, quelle que soit la température du fil. Il est donc certain, que la disparition des raies aux températures élevées indique la destruction du réseau cristallin.

Nous constatons donc qu'à des températures inférieures de 150 degrés au point de fusion du fer, les microcristaux commencent à se dissoudre dans la matière amorphe, comme les cristaux de glace fondent dans l'eau. Toutefois, à cause de la constitution variable de ces cristaux, renfermant une proportion plus ou moins grande de substances étrangères, la dissolution n'a pas lieu à une température déterminée, mais elle se produit progressivement à des températures qui se répartissent sur un intervalle de plus de 150 degrés. En effet la répartition des impuretés entre la matière cristallisée et la matière amorphe doit jouer un rôle prédominant dans ce phénomène d'équilibre.

Il s'agit là, sans doute, d'un effet de même genre que celui de la coexistence de différentes espèces de cristaux dans les aciers dont la composition et la proportion dépend de la température de la trempe. Pour cette raison il aurait été intéressant de vérifier nos observations, concernant la destruction progressive du réseau cristallin, par des expériences portant sur d'autres métaux ou sur des alliages. Malheureusement, à cause de la trop grande durée de pose, il était impossible de faire des recherches sur ce sujet au cours du présent travail.

Après avoir constaté l'impossibilité d'obtenir les raies du fer δ avec le matériel étudié, nous avons utilisé un fil de fleuriste. Dans ce fil le réseau cristallin subsiste encore à des températures un peu plus élevées, ce qui nous a permis de produire des raies de fer δ. Ces raies étaient très faibles, malgré les poses prolongées, mais elles ont cependant permis de mesurer, avec une précision suffisante, la constante du réseau du fer δ.

Nous tenons à exprimer notre vive reconnaissance à M. le prof. P. Wenger, dont l'obligeance nous permet de donner ici les résultats de l'analyse chimique des deux fils qui ont servi à la production des roentgenogrammes.

Fil N° 1
fer 99,32%
Impuretés: *C*, *Mn*, traces de *P* et de *Si*.

Fil N° 2
fer 99,46%
Impuretés: *C*, traces de *P*.

Les mesures, faites sur les clichés à pose double, portant à la fois des raies de fer α à basse température et les raies produites par le même fil de fer à une température plus élevée, conduisent aux résultats numériques réunis dans le tableau N⁰ 2.

Tableau 2.

Variation thermique de la constante d_a du réseau cristallin du fer.

Film No.	B10	B11	B1	B2	B4	B3	B9	B12
Temp.⁰	730	785	830	860	885	900	1370	1400
$\Delta d/d$ %	1,06	1,02	1,29	1,19⁵	1,02	1,08	2,01	2,25
d_a (Å)	2,9004	2,882	2,9071	2,9043	3,653*)	3,655*)	3,688*)	2,9347

On y trouvera les constantes du réseau cristallin du fer ainsi que leur variation relative à différentes températures.

Pour mieux pouvoir interpréter ces résultats nous avons tracé un graphique en y portant en abscisses les températures et en ordonnées non les constantes du réseau elles-mêmes, mais leur accroissement relatif $\frac{\Delta d}{d}$ (fig. 4).

VARIATION THERMIQUE DE LA CONSTANTE DU RÉSEAU DU FER ENTRE 700⁰ ET 1400⁰.

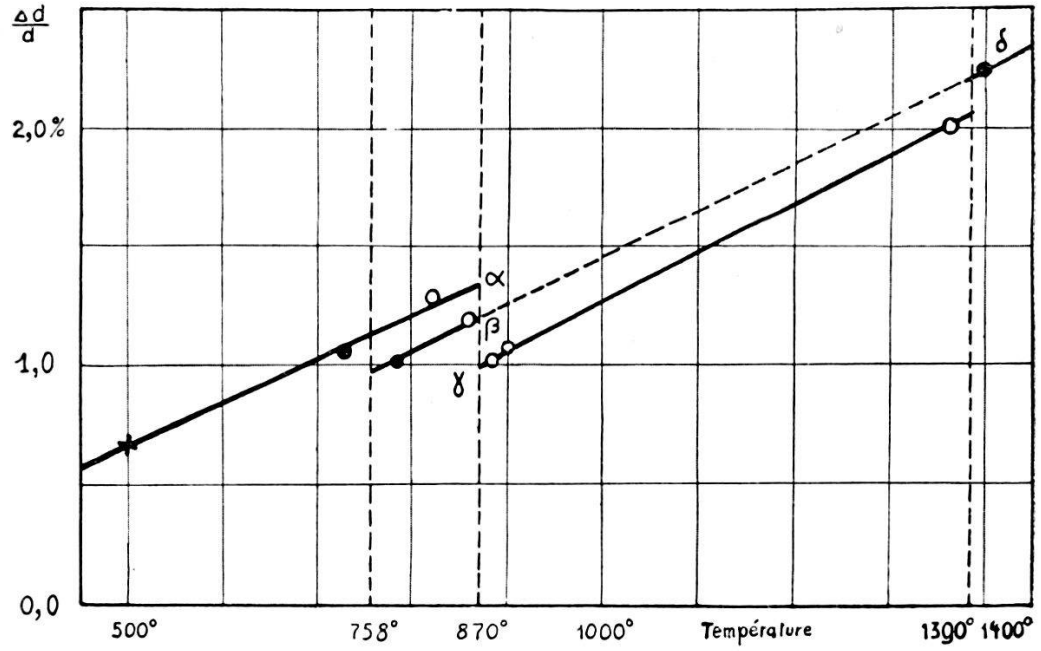

Fig. 4.

*) Fer γ.

La courbe indique donc la dilatation linéaire du fer dans ses différents états, pour autant que le réseau cristallin reste le même. Il nous a semblé, utile de ramener à la même échelle la dilatation linéaire du fer γ, afin de pouvoir la comparer avec celle du fer dans ses autres états. Cette opération peut s'effectuer très simplement et avec grande précision.

En effet, le changement de volume accompagnant le passage du réseau cubique, à cube centré, au réseau cubique, à faces centrées, peut être évalué au moyen du raisonnement suivant: quelle que soit la transformation du réseau cristallin, le volume d'un corps reste toujours proportionnel au volume atomique moyen, qui est égal au volume élémentaire divisé par le nombre d'atomes y contenus. La troisième racine de ce volume est proportionnelle aux dimensions linéaires extérieures du corps. Le nombre d'atomes contenu dans le volume élémentaire étant deux fois plus grand pour le réseau cubique à faces centrées que pour le réseau à cube centré, en désignant par d_γ la constante du réseau du fer γ et par d_α celle du fer α, la formule

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{1}{\sqrt[3]{2}} \frac{d_\gamma}{d_\alpha} - 1$$

permet le calcul de $\frac{\Delta d}{d}$ pour le fer γ. On peut alors utiliser pour représenter cette dilatation la même échelle que pour les autres états du fer à condition de prendre pour d_α la constante du réseau du fer α à 0 degrés. Ce calcul a fourni les ordonnées des points de la courbe qui se rapportent au fer γ.

Pour la discussion de la courbe de dilatation nous devons établir avant tout une distinction entre trois espèces de points, se rapportant, les uns au premier fil de fer (analyse N° 1) marqués par des cercles (○), les autres au fil de fleuriste (analyse N° 2) marqués par des points (●). Enfin le point correspondant à la température de 500 degrés, marqué par une croix (×), a été calculé d'après les données relatives à la dilatation du fer pur. (Tables de Landolt et Börnstein.)

Comme on pouvait s'y attendre, la courbe montre des sauts brusques aux endroits des transformations β—γ et γ—δ. Malgré le changement complet de la disposition des atomes, les discontinuités en question sont relativement faibles. Le fer subit une diminution de volume de 2% environ en passant de l'état β à l'état γ et le volume augmente ensuite à peu près dans la même proportion à la transformation γ—δ.

La courbe de dilatation montre très nettement que l'état δ du fer est la continuation, à une température élevée, de l'état β, car le prolongement de la courbe de dilatation du fer β aboutit visiblement au point qui se rapporte au fer δ. Cette constatation est confirmée et renforcée par l'allure de la courbe de dilatation du fer γ qui est manifestement parallèle à la courbe β—δ.

Entre 830 et 900 degrés on observe une anomalie de dilatation du fer qui ne semble pas être attribuable à des erreurs d'observation. On rapprochera cet effet des phénomènes complexes, signalés par STÄBLEIN.[1]) Bien plus manifeste est la signification de l'anomalie observée avec le fil de fer N° 2 (fil de fleuriste) au voisinage de la température de 758 degrés. Le point de CURIE du fer s'interpose entre les températures des deux observations et la contraction est précisément de l'ordre de grandeur de celle qu'on a calculée d'après les données relatives à la dilatation moyenne du fer de LE CHÂTELIER[2]), d'une part entre 600 et 700 degrés et d'autre part entre 700 et 800 degrés. Il s'agit donc là indiscutablement d'un changement discontinu de la constante du réseau qui est en relation avec la transformation α—β. Ce changement étant bien plus grand que la variation de volume attribuable à la disparition de l'aimantation spontanée, on constate que celle-ci n'est pas l'unique effet physique distinguant l'état β de l'état α.

On reconnaît aussi que le prolongement de la droite reliant le point observé à 780 degrés avec le point du fer δ passe par le point obtenu à 860 degrés avec le fil de fer N° 1. D'autre part la droite menée par le point correspondant aux températures de 500 et de 730 degrés se prolonge jusqu'au point observé à 840 degrés avec le fil de fer N° 1.

On obtient ainsi deux droites dont l'une est sensiblement parallèle à la droite représentant la dilatation du fer γ, et on est tenté d'attribuer la première de ces droites au fer α et la seconde au fer β–δ qui, par suite, devrait être considéré comme une variété allotropique distincte du fer α.

Cette manière de voir est confirmée, dans une certaine mesure, par des observations relatives à la disparition du ferromagnétisme qui pour le fil N° 1 a lieu à une température plus élevée que pour le fil N° 2.

---

[1]) l. c.

[2]) l. c.

7. Conclusions.

En ce qui concerne les variétés allotropiques du fer dont l'étude a formé le sujet principal de nos recherches nous pouvons formuler les conclusions suivantes:

1° Cristallographiquement il n'existe dans tout l'intervalle des températures, depuis la température ordinaire jusqu'au point de fusion du fer, que deux variétés allotropiques: le fer cubique, à cube centré, variété α, β et δ, et le fer cubique à faces centrées ou variété γ.

2° Les variétés β et δ ne semblent constituer qu'un seul et même état du fer, puisque le prolongement de la courbe de dilatation du fer β aboutit visiblement au point δ.

3° Dans l'intervalle de 900 à 1400 degrés on observe que la courbe de dilatation du fer γ, après une contraction due au regroupement des atomes du réseau cristallin, qui se trouve compensée ensuite par une dilatation équivalente au point de transformation γ—δ, est parallèle au prolongement de la courbe de dilatation du fer β aboutissant au point δ.

4° La courbe de dilatation du fer obtenue dans le présent travail indique, au passage de l'état α à l'état β, une contraction d'une importance supérieure à celle qui serait attribuable à la disparition de l'aimantation spontanée seule. Elle ne semble pas pouvoir s'expliquer par des erreurs d'observation. Par conséquent, il est douteux que l'état physique du fer α se distingue de celui du fer β uniquement par les propriétés magnétiques.

Le présent travail a été effectué au laboratoire de physique de l'Université de Genève, avec les conseils de M. le Professeur C. E. Guye et avec le concours de son collaborateur M. le Professeur A. Schidlof, auxquels nous exprimons ici notre vive gratitude.