

## Oxydation de l'invar sous air

N. Labrador<sup>1</sup> et P. Lefort<sup>2,\*</sup>

<sup>1</sup> Instituto de Ingenieria, Aptdo. Postal 40200, Caracas 1040-A, Venezuela

<sup>2</sup> LMCTS, Équipe Céramiques Nouvelles, UMR 6638 du CNRS,  
123 avenue Albert Thomas, 87060 Limoges cedex, France

(Reçu le 12 novembre 1998 ; accepté le 13 janvier 1999)

\* Correspondance et tirés-à-part.

### RÉSUMÉ

L'invar (64% Fe et 36% Ni) s'oxyde dans l'air de façon sensible à partir de 580°C. Le début de l'oxydation ( $\Delta m/S < 2 \text{ mg/cm}^2$ ) suit une cinétique d'oxydation isotherme parabolique entre 740 et 860°C, avec une énergie d'activation apparente de  $221 \pm 11 \text{ kJ/mol}$ . L'oxyde formé, très poreux, est composé presque exclusivement d'oxydes de fer, surtout  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  avec présence de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  et FeO près de l'alliage. Il existe une importante zone d'oxydation interne à l'intérieur de l'alliage dont la composition s'enrichit apparemment en nickel au cours de réaction en raison de la diffusion centrifuge du fer. Le mécanisme de la réaction, très complexe, n'a pas été complètement déterminé.

**Mots-clés** : invar, oxydation, cinétique.

### ABSTRACT

The invar (64% Fe and 36% Ni), oxidizes in air from 580°C. At the beginning ( $\Delta m/S < 2 \text{ mg/cm}^2$ ) the oxidation follows an isothermal parabolic kinetic law between 760 and 860°C, associated to an apparent energy of activation of  $221 \pm 11 \text{ kJ/mol}$ . The oxide layer, very porous, is practically composed by iron oxides, mainly  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , with some  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  and FeO near the alloy. An important internal oxidation zone is shown inside the alloy whose composition becomes apparently rich in nickel because of the centrifugal iron diffusion. The reaction mechanism is very complex and could not be entirely determined.

**Key words** : invar alloy, oxidation, kinetic.

## INTRODUCTION

L'invar est un alliage binaire à base de fer (64 % Fe et 36% Ni). Il est connu depuis longtemps et principalement utilisé en raison de son faible coefficient de dilatation thermique à basse température ( $\alpha_{\text{invar}} < 2.10^{-6}/\text{K}$  [1], comparé avec les coefficients de la plupart des métaux situés entre 10 et  $20.10^{-6}/\text{K}$ ), ce qui fait son succès dans les domaines d'applications des alliages à dilatation contrôlée comme l'électronique, l'aéronautique et le spatial, la cryogénie (cuves de méthaniers), etc. L'invar est aussi un des alliages le plus utilisé dans les technologies verrières pour les liaisons verre/métal. On note, ces dernières années, un intérêt particulier à ses propriétés magnétiques, ainsi qu'à son utilisation dans des environnements très corrosifs [1].

Concernant les études cinétiques on ne trouve que très peu de publications [2, 3], et il en est de même des alliages fer-nickel de différentes compositions [4-9]. Celles-ci sont consacrées à l'influence de la vapeur d'eau et du gaz carbonique, ou aux conditions des traitements thermiques préalables. De plus, une étude de Matsumo et al. [3], met en évidence les différences et incohérences de tous ces résultats, spécialement concernant la nature des produits formés.

Dans ces conditions il nous est apparu utile de caractériser le comportement de l'invar à l'oxydation par l'air chaud.

## MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

L'invar a été fourni pour la société IMPHY S.A., France (Invar réf. 08D8097), sous la forme de feuilles de 1000 x 800 x 0,5 mm.

La Figure 1 montre une micrographie de l'invar. On remarque des grains allongés et alignés dans la direction du laminage. Les caractéristiques données par le fournisseur sont rapportées au tableau 1.

L'analyse radiocristallographique de la surface de l'invar faite avant traitement montre la présence d'une phase cubique taenite FeNi (fiche JCPDS 23-0297).



Figure 1 : Microstructure de l'invar.

Tableau 1 : Composition chimique et coefficients de dilatation thermique de l'invar.

Composition chimique										
Élément	C	Mn	Si	S	P	Ni	Cr	Co	Al	Fe
%massique	0,0032	0,294	0,096	<5ppm	<0,002	35,91	0,058	0,059	0,0050	bal
Coefficient moyen de dilatation $\alpha_m$ ( $10^{-6}/K$ )										
Température	-100°C	100°C	200°C	300°C	400°C	500°C	600°C			
( $\alpha_m$ )	-1.6	1.1	2.2	5.2	7.6	8.9	10			

Pour l'étude cinétique, des plaquettes d'invar (15 x 8 x 0,5 mm de masse 485 mg) sont découpées à l'aide d'une cisaille. Elles sont tout d'abord percées d'un petit trou ( $\varnothing = 0,5$  mm) en vue de leur suspension dans la thermobalance, puis polies sur les arêtes, soumises aux ultrasons pendant le dégraissage avec l'acétone, et enfin rincées à l'alcool. Elles sont ensuite accrochées au-dessus du four d'une thermobalance SETARAM B70 reliée avec un microordinateur. L'instant initial des cinétiques correspond à leur descente dans le four, en général en régime isotherme. Le gain de masse observé est ensuite ramené à l'unité de surface et, après oxydation, les plaquettes sont analysées en microscopie optique ou électronique et par radiocristallographie.





































