



**HAL**  
open science

# PROTECTION CONTRE L'OXYDATION DE POUDRES DE FER DESTINÉES A L'ENREGISTREMENT MAGNÉTIQUE PAR DÉPÔT DE SILICIUM EN LIT FLUIDISÉ

A. Galerie, G. Le Dû, M. Caillet, P. Mari, B. Pingaux

► **To cite this version:**

A. Galerie, G. Le Dû, M. Caillet, P. Mari, B. Pingaux. PROTECTION CONTRE L'OXYDATION DE POUDRES DE FER DESTINÉES A L'ENREGISTREMENT MAGNÉTIQUE PAR DÉPÔT DE SILICIUM EN LIT FLUIDISÉ. *Journal de Physique Colloques*, 1989, 50 (C5), pp.C5-709-C5-717. 10.1051/jphyscol:1989584 . jpa-00229617

**HAL Id: jpa-00229617**

**<https://hal.science/jpa-00229617v1>**

Submitted on 4 Feb 2008

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

**PROTECTION CONTRE L' OXYDATION DE POUDRES DE FER DESTINÉES A L' ENREGISTREMENT MAGNÉTIQUE PAR DÉPÔT DE SILICIUM EN LIT FLUIDISÉ**

A. GALERIE, G. LE DÛ, M. CAILLET, P.A. MARI\* and B. PINGAUX\*

*Laboratoire "Sciences des Surfaces et Matériaux Carbonés", S2MC, CNRS UA-413, Ecole Nationale Supérieure d'Electrochimie et d'Electrometallurgie, Institut National Polytechnique de Grenoble, BP. 75, F-38402 St Martin d'Hères, France*

*\*Laboratoire Magnétique Kodak-Pathé, Centre de Recherches et de Technologie, Zone Industrielle, F-71102 Châlon sur Saône Cedex, France*

**RESUME** - Nous avons montré qu'il est possible, malgré la taille réduite et la morphologie particulière des poudres de fer adaptées à l'enregistrement magnétique, d'améliorer notablement la tenue de ces poudres à l'oxydation sans abaisser de façon trop importante leurs propriétés magnétiques. Le procédé retenu est le dépôt de silicium à partir de monosilane qui doit s'effectuer en lit fluidisé pour assurer une bonne régularité du dépôt sur tous les grains de fer et à température n'excédant pas 400°C pour ne pas compromettre la dispersabilité des poudres. Ce dépôt est prolongé par une oxydation ménagée passivante. La cinétique de dépôt a été suivie à 310 et 350°C sur des poudres préparées in-situ par réduction de goethite FeOOH. Les courbes cinétiques comprennent deux parties linéaires séparées par une diminution notable de la vitesse. Elles peuvent être expliquées en faisant l'hypothèse que le dépôt de silicium est régi par un régime mixte d'adsorption-réaction.

**ABSTRACT** - Despite the reduced size and particular morphology of the iron powders used for magnetic recording purpose, it was shown to be possible to enhance their resistance against oxidation without lowering their magnetic properties. The chosen process was silicon deposition from monosilane in a fluidized bed reactor, at temperatures less than 400°C, followed by partial oxidation. The kinetics of deposition were followed at 310 and 350°C on iron powders prepared by in-situ reduction of goethite FeOOH. The kinetical curves exhibit two linear stages and can be explained by a mixed regime involving two slow processes : adsorption of monosilane and silicon nucleation.

## I - INTRODUCTION

Parmi les matériaux susceptibles d'être utilisés comme supports magnétiques, le fer élémentaire présente de nombreux avantages, en particulier une aimantation maximale et un champ coercitif élevés, comme on peut le constater sur le tableau 1. Par contre le fer est très réactif, surtout à l'état pulvérulent. En effet, une poudre de fer utilisable pour réaliser une bande ou un disque magnétique doit avoir une surface spécifique supérieure à  $40 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$  et, dans cet état de division, le fer s'oxyde spontanément et instantanément à l'air à température ambiante.

**Tableau I** : Propriétés magnétiques de différents matériaux utilisés pour la fabrication de supports magnétiques.

Matériau	Masse Volumique (kg.m <sup>-3</sup> )	Taille des Particules (µm)	Induction Maximale (T)	Champ Coercitif (A.m <sup>-1</sup> )
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	5000	0,2	0,50	7,2.10 <sup>3</sup>
Y-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4700	0,2-0,7	0,44	21,5-31,8.10 <sup>3</sup>
Y-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> dopé Co	5300	0,15	0,50	11,9-63,7.10 <sup>3</sup>
CrO <sub>2</sub>	4900	3,10	0,49	23,9-55,7.10 <sup>3</sup>
Fe	7900	0,04	1,36-1,67	83,6-91,5.10 <sup>3</sup>

Il est donc impératif, si l'on veut utiliser ce métal, de trouver un traitement inhibant ce phénomène. Plusieurs procédés de protection contre l'oxydation ont déjà été testés avec plus ou moins de succès. On peut distinguer parmi ceux-ci trois grandes méthodes :

- la protection par des inhibiteurs de corrosion (amines en particulier),
- la passivation par oxydation, soit en solution aqueuse (par les sels de chrome), soit en atmosphère gazeuse (par l'oxygène en réacteur à lit fluidisé),
- le dépôt ou la formation, en surface des particules de fer, d'un composé plus stable vis à vis de l'oxygène.

Le travail présenté ici peut être considéré comme un compromis entre les deux dernières méthodes puisqu'il concerne un procédé basé sur le dépôt de silicium en lit fluidisé, à partir d'une phase gazeuse contenant du monosilane. L'oxydation contrôlée ultérieure conduit à la formation d'une mince couche protectrice de silice.

La difficulté de ce procédé réside dans l'obligation de déposer une quantité de silicium extrêmement faible afin de ne pas détériorer les propriétés physiques et chimiques du matériau magnétique. Comme on le verra dans la suite, la couche de protection ne doit pas dépasser une épaisseur d'une fraction de nanomètre.

Le présent article comprendra 3 parties :

- la description de l'appareillage utilisé, du protocole opératoire et des méthodes de caractérisation des produits obtenus,
- la présentation des résultats expérimentaux,
- une étude approfondie de la cinétique de siliciuration à 310°C et 350°C avec un essai d'interprétation.

## II - TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET PROTOCOLE OPERATOIRE

### II-1. Descriptif général de l'installation

Un dispositif expérimental unique nous a permis d'effectuer la préparation du matériau magnétique par réduction de la goethite FeOOH, sa siliciuration par le monosilane et sa passivation par l'oxygène. Cette installation comporte essentiellement :

- un réacteur en acier inoxydable,

- un four tubulaire contenant le réacteur,
- un four de préchauffage,
- une rampe d'alimentation en gaz avec débits volumiques,
- un hygromètre à point de rosée,
- un cyclone.

#### II-1.1. Le réacteur :

Le réacteur utilisé, de hauteur 400 mm et de diamètre interne 45 mm, est en acier inoxydable 316. Il est muni, dans sa partie inférieure, d'un fritté, également en acier inoxydable, supportant le lit de poudre à traiter. Ce réacteur comporte deux introductions de gaz, l'une pour le gaz vecteur, l'autre pour le réactif. Le mélange est effectué juste en amont du fritté afin que le réactif ne se décompose pas avant d'être introduit dans l'enceinte réactionnelle. Dans sa partie supérieure, le réacteur comporte un tube plongeur permettant l'extraction de poudre pendant le traitement par entraînement pneumatique.

#### II-1.2. Le cyclone récupérateur

A la sortie de la canalisation d'extraction se trouve un cyclone permettant de retenir, avec un maximum d'efficacité, les particules solides entraînées. Ce cyclone a la particularité de comporter une purge à sa partie inférieure ; celle-ci permet de récupérer la poudre sous atmosphère inerte, ce qui est une nécessité absolue du fait de l'extrême réactivité vis-à-vis de l'oxygène des poudres préparées.

#### II-1.3. Le four de préchauffage

Afin de limiter le gradient de température dans le four, il a été nécessaire d'adjoindre à celui-ci une résistance de préchauffage permettant d'amener les gaz, sauf le monosilane et le mélange de passivation, à une température voisine de celle de fonctionnement du réacteur.

#### II-1.4. Performances de l'installation

Cette installation permet la fluidisation, sous différents mélanges gazeux, d'environ 80 g de goethite soit 50 g de fer, correspondant à un lit en expansion d'une quinzaine de centimètres de hauteur. La fourchette de granulométrie utilisable est cependant assez étroite, pour que la fluidisation soit satisfaisante.

Les écarts de températures, entre le haut et le bas du lit de poudre, enregistrés lors de différents essais, ont toujours été inférieurs à 2°C.

### II-2. Mode opératoire

Le matériau de départ est de la goethite préparée par précipitation alcaline de sels ferreux puis oxydation. Il se présente sous la forme d'agglomérats dont les dimensions peuvent varier entre 0,1 et 3 mm. Chaque agglomérat est constitué d'un grand nombre de particules aciculaires dont la longueur est comprise entre 200 et 400 nm et dont l'acicularité varie de 10 à 15. La porosité de ces poudres est très élevée et leur surface spécifique atteint souvent  $50 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ .

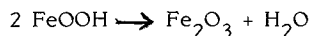
Le processus de traitement se décompose en quatre phases :

- déshydratation de la goethite,
- réduction des oxydes de fer par l'hydrogène,
- siliciuration,
- passivation.

La totalité du traitement s'effectue dans le réacteur à lit fluidisé, sans démontage de celui-ci et sans aucune interruption. Sa durée totale varie entre 5 et 7 heures suivant les conditions opératoires choisies.

### II-2.1. Déshydratation de la goethite

La déshydratation de la goethite est effectuée en lit fluidisé sous un débit d'azote de  $0,5 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  ( $0,2 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ ) à  $350^\circ\text{C}$ . La réaction est rapide puisqu'il ne faut pas plus de 45 minutes, dans ces conditions, pour déshydrater 80 g de poudre suivant la réaction :



L'avancement de la déshydratation est suivi par mesure du taux d'humidité du gaz sortant à l'aide d'un hygromètre à point de rosée.

### II-2.2. Réduction des oxydes de fer

Les différentes réactions intervenant dans le processus de réduction sont très lentes du fait de la température de traitement utilisée ( $350^\circ\text{C}$ ), faible pour ce type de réaction mais obligatoire pour respecter la morphologie des poudres. On peut cependant diminuer sensiblement le temps de réduction en procédant avec des débits d'hydrogène les plus élevés possibles. En effet, une augmentation du débit d'hydrogène entraîne une diminution de la pression partielle de vapeur d'eau dans l'enceinte réactionnelle. On déplace ainsi la réaction dans le sens de la réduction. Il faut cependant veiller à ne pas dépasser la vitesse maximale de fluidisation. Nous avons utilisé des débits d'hydrogène de l'ordre de  $1 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ , ce qui correspond à des vitesses de fluidisation de l'ordre de  $0,4 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ . Pour cet ordre de grandeur du débit d'hydrogène, la durée du traitement oscille entre 2h et 3h30 suivant la quantité de poudre traitée et sa granulométrie. Comme lors de la déshydratation, nous avons suivi l'avancement de la réduction par la mesure de la pression partielle de vapeur d'eau dans les gaz sortants.

### II-2.3. Siliciuration

Nous avons utilisé un mélange argon/silane à 1 ou 2% de  $\text{SiH}_4$ , conditionné en bouteille de  $8 \text{ m}^3$  sous 150 bars. Ce mélange, après mesure du débit, est introduit directement dans la partie inférieure du réacteur où il est dilué dans le gaz vecteur (provenant du préchauffeur) qui compose 50 à 90% de la phase gazeuse.

Nous avons fait varier la durée des expériences de 40 minutes à 3 heures afin d'obtenir des taux de silicium variables dans les poudres finales. Des prélèvements au cours des manipulations nous ont permis de tracer les courbes cinétiques de dépôt.

### II-2.4. Passivation

L'étape de passivation des poudres est l'une des plus délicates à conduire. Elle consiste à oxyder superficiellement les particules métalliques sans produire de fortes transformations sur leur morphologie. Pour atteindre ce résultat, il est nécessaire de procéder à des températures modérées inférieures à  $400^\circ\text{C}$ , au niveau de la particule. Expérimentalement cela se traduit par des températures de gaz inférieures à  $100^\circ\text{C}$ . Les réactions d'oxydation du silicium ou du fer étant particulièrement exothermiques, il est indispensable d'introduire le mélange gazeux oxydant à une température relativement faible de l'ordre de la température ambiante. En début de passivation, ce mélange gazeux ne contient que 1 ou 2% d'oxygène pour 98 ou 99% d'azote afin de permettre la fluidisation et une évacuation rapide de la chaleur produite. L'introduction d'oxygène dans le réacteur est automatiquement stoppée dès que la température mesurée dans le lit de poudre est supérieure à  $30^\circ\text{C}$  mais celle-ci continue de croître jusqu'à une valeur voisine de  $80^\circ\text{C}$ . L'introduction d'oxygène n'est reprise que lorsque la température des gaz est redevenue inférieure à  $25^\circ\text{C}$ . Lorsque la réactivité de la poudre baisse, le taux d'oxygène est augmenté jusqu'à l'obtention d'un mélange de composition voisine de celle de l'air. Il faut encore attendre que la température de réaction baisse, malgré l'apport continu d'oxygène, pour considérer que la passivation est achevée.

## II-3. Caractérisation des échantillons

Différentes méthodes physicochimiques ont été utilisées pour caractériser les échantillons aux divers stades du traitement. La mesure de la surface spécifique BET et le tracé du spectre de pores par porosimétrie au mercure renseignent sur l'état d'obstruction des pores et donc sur les possibilités d'introduction des gaz dans les agglomérats de particules. La microscopie électronique en transmission permet de mettre en évidence un éventuel dépôt sur celles-ci. Les phases cristallisées formées ont été identifiées par diffraction des rayons X et la teneur en silicium des poudres a été déterminée par analyse chimique gravimétrique ou spectroscopie d'absorption atomique.

Afin de vérifier si les propriétés magnétiques des poudres traitées n'étaient pas affectées d'une manière réhibitoire, nous avons déterminé, pour chaque poudre traitée, l'aimantation rémanente et le champ coercitif.

### III - RESULTATS EXPERIMENTAUX

#### III-1. Caractérisation des échantillons après traitement

##### III-1.1. Produits formés

A températures de 310 et 350°C, aucun composé défini fer-silicium n'est décelable par diffraction des rayons X, quelles que soient les conditions expérimentales utilisées et la teneur globale en silicium de l'échantillon. Il semble donc que le silicium déposé soit présent sous forme de silice amorphe ou de solution solide dans le fer. Un calcul du paramètre de maille aurait pu permettre de confirmer cette dernière hypothèse, mais les cristallites composant les agglomérats sont de trop faibles dimensions pour permettre une exploitation fiable du spectre de diffraction X. En effet, ce type de calcul ne donne de résultats probants que pour des échantillons parfaitement cristallisés, à grains pas trop fins et présentant de fortes teneurs en silicium.

Bien que les poudres observées soient partiellement oxydées du fait de leur passivation, nous n'avons jamais identifié de façon certaine de composé oxygéné du silicium. Il est probable que le silicium déposé soit oxydé pour former de la silice amorphe dont la présence ne peut être décelée par analyse par diffraction X. En revanche, les oxydes de fer  $Fe_2O_3$  et  $Fe_3O_4$  sont présents dans la plupart des échantillons observés. Les intensités des raies restent cependant faibles par rapport à celles du fer.

A 400 et 450°C, au contraire, les analyses radiocristallographiques des échantillons siliciurés révèlent la présence quasi-systématique de la phase FeSi et dans certains cas de  $FeSi_2$ . Dans ce cas, on constate que les propriétés magnétiques des poudres chutent notablement, ce qui rend ces poudres non utilisables comme support magnétique. Nous nous limitons donc, dans la suite, à l'étude des traitements effectués à 310 ou 350°C.

##### III-1.2. Etude morphologique

Nous avons observé quelques échantillons siliciurés à 310 et 350°C par microscopie électronique à transmission. Les clichés en fond clair confirment les formes et les dimensions supposées des particules : ce sont des grains élémentaires grossièrement cylindriques de longueur 200 à 300 nm et ayant un diamètre de l'ordre de 10 nm.

Les clichés a et b de la figure 1 ont été respectivement obtenus sur la poudre de goethite et sur la même poudre en fin de traitement, c'est-à-dire après siliciuration à 310°C et passivation. Ils montrent que le traitement n'a aucun effet observable ; la dispersion et la taille des grains sont les mêmes dans les deux cas. De même, la porosité est toujours très élevée ; le dépôt ne semble donc pas "souder" les grains entre eux ; aucun frittage ne peut être mis en évidence.

Le cliché réalisé à plus fort grossissement (figure 2) montre la présence d'une couche homogène sur la périphérie des particules. Cette couche, de densité sans doute plus faible (puisque plus transparente aux électrons) pourrait être de la silice formée par oxydation lors de la passivation du silicium déposé.

La mesure de la variation de la surface spécifique des poudres traitées en fonction de la teneur en silicium déposé montre qu'une augmentation du taux de silicium s'accompagne, de façon générale, d'une augmentation de la surface spécifique (figure 3). Ceci est le fait de deux propriétés du silicium :

- son pouvoir anti-frittant, bien connu des métallurgistes,
- sa capacité à protéger contre l'oxydation.

En effet, l'étape de passivation produit un frittage d'autant plus important que l'oxydation se fait de façon violente. Il en résulte qu'une oxydation, rendue plus difficile par la présence de silicium, conduit à des produits de plus grande surface.

Ce résultat est extrêmement intéressant, car les propriétés magnétiques des particules dépendant fortement des dimensions et de la forme de celles-ci, il est particulièrement important de ne pas les "endommager" lors du traitement thermo-chimique de protection.

Par ailleurs, il est intéressant de noter que le silicium permet aux grains de conserver leur individualité, ce qui laisse préjuger d'une bonne dispersabilité des agglomérats, propriété importante en raison de l'utilisation ultérieure de ces poudres.

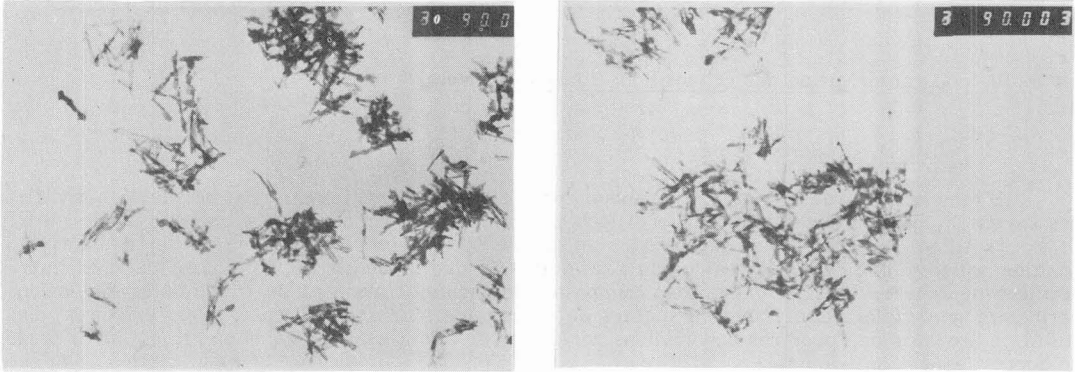


Figure 1 : Images de microscopie électronique à transmission à faible grossissement (environ 50 000 x) de la goéthite de départ et de la poudre siliciurée et passivée montrant la conservation de la morphologie au cours du traitement.

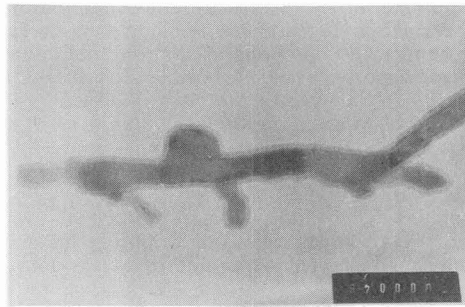


Figure 2 : Microscopie électronique à transmission à fort grossissement (environ 200 000 x). Poudre siliciurée et passivée.

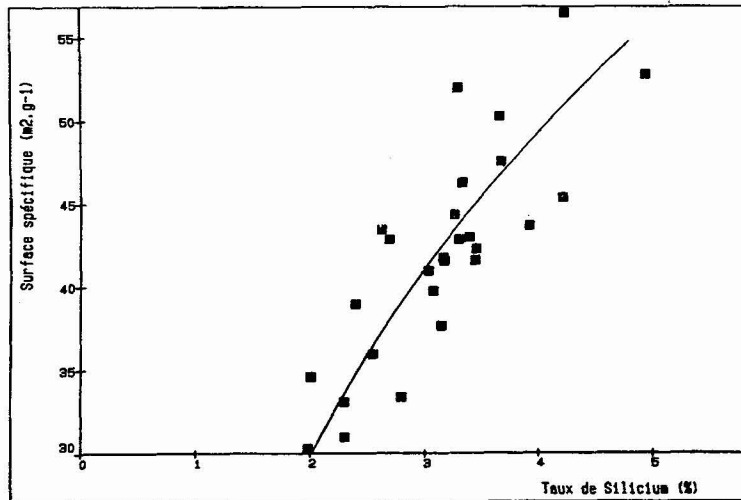


Figure 3 : Evolution de la surface spécifique des poudres avec la teneur en silicium.

#### IV - ETUDE APPROFONDIE DE LA CINETIQUE DU DEPOT DE SILICIUM A 310°C ET 350°C

##### IV-1. Résultats expérimentaux

La quantité de silicium déposé en fonction du temps a été suivie par prélèvements successifs de petites quantités de matière dans le réacteur et dosage du silicium. Les expériences ont été conduites à débit total constant, avec possibilité de jouer sur la concentration en silane dans le mélange réactionnel, ou à concentration en silane constante pour différents débits totaux. L'allure des courbes cinétiques est identique dans chaque cas et est représentée sur la figure 4. On y remarque la présence de trois stades successifs :

- un stade initial linéaire dont la durée est voisine de 20 minutes,
- une période pendant laquelle la vitesse diminue,
- un stade linéaire final, de vitesse beaucoup plus faible qu'au cours du stade initial.

La vitesse au cours du stade initial dépend fortement de la concentration en silane, mais très peu de la température comme en atteste la courbe de la figure 5.

Malgré la dispersion relative des points expérimentaux, on constate que cette vitesse est une fonction linéaire du débit et de la concentration en monosilane.

La variation de vitesse au cours du second stade linéaire avec les paramètres expérimentaux est difficile à observer. Il semble cependant que la pression de monosilane ait très peu d'influence.

Une série d'expériences effectuées avec des agglomérats de départ de granulométrie plus importante (0,5 - 0,8 mm) ont montré que la granulométrie a très peu d'influence sur la cinétique de dépôt du silicium. Par ailleurs, le traitement de poudres à large spectre 0,25 - 0,8 mm suivi d'un dosage de silicium déposé dans des coupes tamisées n'a pas montré de différence de concentration. La teneur en silicium est identique dans chacune des coupes.

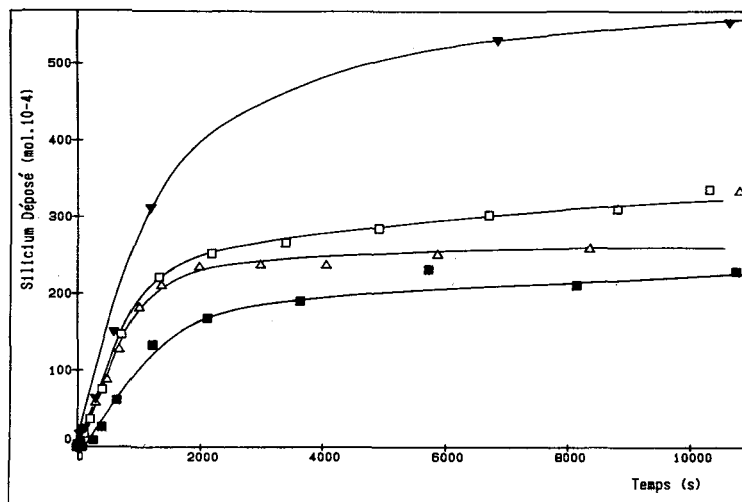


Figure 4 : Courbes cinétiques du dépôt de silicium à 310°C pour une concentration en monosilane de  $9 \cdot 10^{-2} \text{ mol.}^{-3}$  et différents débits totaux ( $2,47 - 2,99 - 3,99 - 6,38 \times 10^{-5} \text{ mol.s}^{-1}$ )



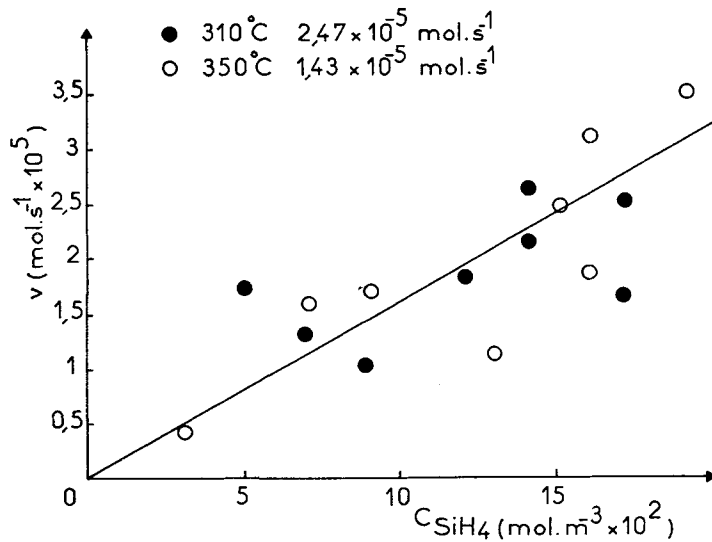


Figure 5 : Influence de la concentration en monosilane sur la vitesse initiale de dépôt du silicium (pour maintenir une fluidisation satisfaisante, le débit total doit diminuer quand la température augmente).

## V - MODELISATION

Parmi les différentes étapes susceptibles d'être limitantes au cours du dépôt de silicium, nous ne retiendrons comme possibles que les étapes interfaciales. En effet, les résultats exposés ci-dessus, concernant l'influence de la taille des agglomérats traités semblent indiquer que les phénomènes diffusionnels dans les pores de ces agglomérats sont beaucoup plus rapides que les phénomènes interfaciaux.

Le processus de dépôt met en jeu deux réactions d'interfaces :

- l'adsorption du monosilane  $s + [\text{SiH}_4] \longrightarrow s - \text{SiH}_4$  ( $s$  désignant un site d'adsorption)
- la réaction de nucléation du silicium :  $s - \text{SiH}_4 \longrightarrow \text{Si} + 2 [\text{H}_2] + s$ .

L'allure des courbes cinétiques expérimentales (2 parties linéaires) conduit à penser que ces deux réactions sont lentes et que le processus global se déroule selon un régime cinétique mixte. Dans un tel régime, le facteur de recouvrement  $\theta$  en monosilane dans la phase adsorbée n'est pas constant et croît pendant un certain temps (premier stade des courbes cinétiques). La vitesse mesurée est alors la vitesse d'adsorption. Quand  $\theta$  atteint une valeur constante, un régime stationnaire s'établit et la vitesse mesurée est alors celle du processus réactionnel (seconde partie des courbes cinétiques).

En appelant  $k'$ ,  $k''$  et  $k$  les constantes de vitesse et d'équilibre, qu'on affectera suivant le cas de l'indice  $a$  (adsorption) ou  $r$  (réaction) et  $P$  la pression de monosilane, on obtient, pour la variation de  $\theta$  en fonction du temps, l'expression :

$$\frac{d\theta}{dt} = k'_a P(1-\theta) - k''_a \theta - k'_r$$

en considérant le processus réactionnel complètement irréversible.

En intégrant on obtient :

$$\theta = \frac{k'_a P}{k'_a P + k''_a + k'_r} \left[ 1 - \exp - (k'_a P + k''_a + k'_r) t \right]$$

On peut ainsi calculer les expressions du nombre  $n$  de moles de silane fixées en fonction du temps. Pour des durées petites, correspondant au 1er stade des courbes cinétiques, le développement limité de l'exponentielle conduit à :

$$\theta = k'_a P t$$

$$\text{d'où } n = k'_a S_0 P t$$

en appelant  $S_0$  le nombre de sites d'adsorption par unité de surface. La vitesse est alors proportionnelle à la pression<sup>0</sup> de monosilane, donc à sa concentration dans un mélange à pression totale constante.

Pour des durées importantes (début du second stade linéaire) le facteur de recouvrement en monosilane atteint sa valeur stationnaire :

$$\theta = \frac{k'_a P}{k'_a P + k''_a + k'_r}$$

et le nombre de moles  $n$  fixées est déterminé par la vitesse du processus réactionnel :

$$\frac{dn}{dt} = \frac{k'_r k'_a P}{k'_a P + k''_a + k'_r}$$

Cette vitesse est une fonction homographique de la pression de monosilane.

Ces expressions sont en bon accord avec les résultats expérimentaux, en particulier avec l'influence observée de la pression de monosilane, à condition d'admettre que celle-ci est suffisante pour qu'au cours du second stade linéaire la vitesse ait atteint la valeur asymptotique de l'hyperbole.

## VI - CONCLUSIONS

Le dépôt de silicium sur des poudres de fer de très grande surface spécifique est possible par réaction, en lit fluidisé, du monosilane fortement dilué. La passivation qui suit ce dépôt permet de conférer à ces poudres une protection efficace contre l'oxydation. Le procédé mis au point ne modifie ni les formes, ni les dimensions des grains élémentaires. La cinétique du dépôt de silicium à 310°C ou 350°C est contrôlée par un régime mixte d'adsorption du monosilane et de réaction de nucléation du silicium.

Le procédé mis au point ne modifiant que très peu les propriétés magnétiques des poudres de fer, son utilisation industrielle est parfaitement envisageable.