

PSEUDO METEORITE DE SHIROKOVSKY. ANALYSES METALLURGIQUES ET RECONSTITUTION METALLO-PIERREUSE PAR LA TECHNIQUE DE LA METALLURGIE DES POUDRES

PSEUDO METEORITE SHIROKOVSKY
**METALLURGICAL ANALYSE AND STONE RECONSTITUTION TRIAL BY POWDER
METALLURGICAL PROCESS**

Par Emmanuel Dransart (EMTT) et Patrice Guérin,
Membres de la Commission Météores, Météorites,
Impactisme, de la Société Astronomique de France.

PREAMBULE.

Dans l'article paru dans l'Astronomie de juillet 2004, sous le titre «La Pallasite de Shirokovsky, est-elle vraiment tombée du ciel ?», une étude visuelle approfondie laissait apparaître des doutes quant à l'origine de cette curiosité bien mystérieuse.

L'intime conviction que nous sommes confrontés à un objet manufacturé s'est trouvée confortée par les analyses métallurgiques effectuées par Emmanuel Dransart de la Société EMTT de Lyon. Ces résultats nous ont encouragés à pousser plus loin nos investigations, pour aboutir à la réalisation d'un échantillon de pseudo-pallasite d'aspect réaliste.

INTRODUCTION

The article "The Pallasite Shirokovsky, does it really comes from space ?" published in l'Astronomie, July 2004, shows a lot of doubts and questions concerning the origin of this strange stone.

Our conviction that this stone corresponds to a manufactured material was confirmed by metallurgical analyses. The expertise has been lead by Emmanuel Dransart – EMTT Company . These results have motivated us to make more investigations in purpose to understand the elaboration mode of SHIROKOVSKY Pallasite. So, we carried out some experiments to fabricate a similar stone.

A/ - ANALYSES METALLURGIQUES.

I –MOYENS D'INVESTIGATIONS.

- Loupe binoculaire, grossissement 3,3 à 40x (photo 1).
- Microscope optique, grossissement 50 à 1500x (photo 2).

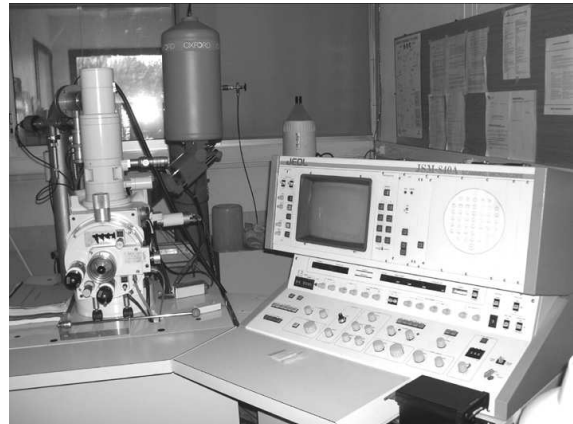


1. Loupe binoculaire



2. Microscope optique.

-Microscope électronique à balayage (MEB), couplé à un analyseur chimique EDS (Energy Detection Spectrometry) (photo 3).



3. Microscope électronique à balayage couplé à un analyseur chimique EDS, qui collecte l'énergie des rayons X émis par les échantillons excités par un faisceau d'électrons. Limite de détection : 0,2-0,5%.

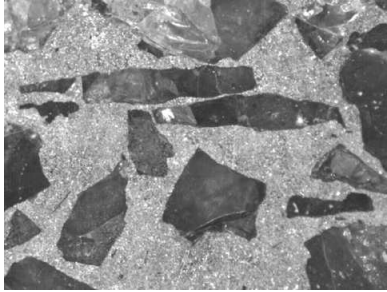
II -RESULTATS.

-Observations macroscopiques 12 et 20x.



4 .
Grossissement 12X

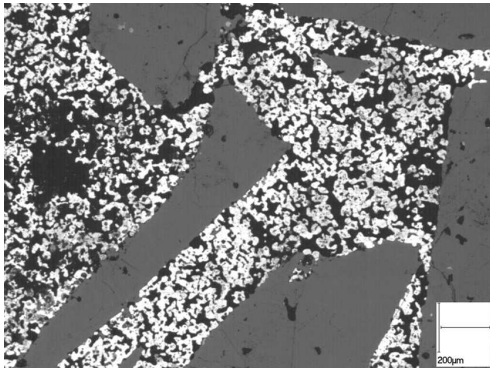
5.
Grossissement 20X.



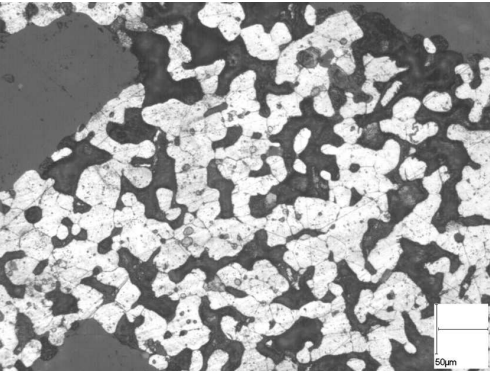
L'observation macroscopique sous éclairage performant à 12x et 20x montre bien l'aspect micro-granuleux de la matrice métallique, ainsi que les éclats anguleux d'olivine de la Shirokovsky (photos 4 et 5).

-Observations microscopiques.

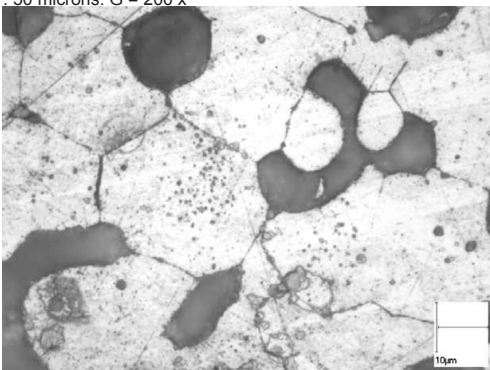
6.
Echelle : 200 microns. G = 50 x



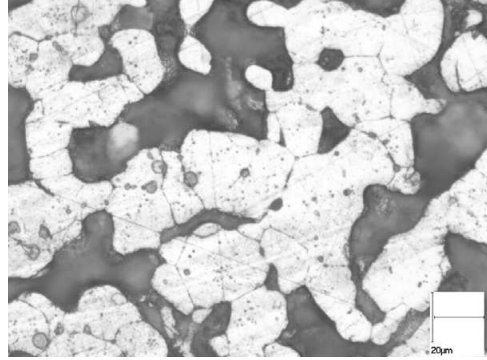
7.
Echelle : 50 microns. G = 200 x



8.
Echelle : 10 microns. G = 1000 x



9.
Echelle : 20 microns. G = 500 x



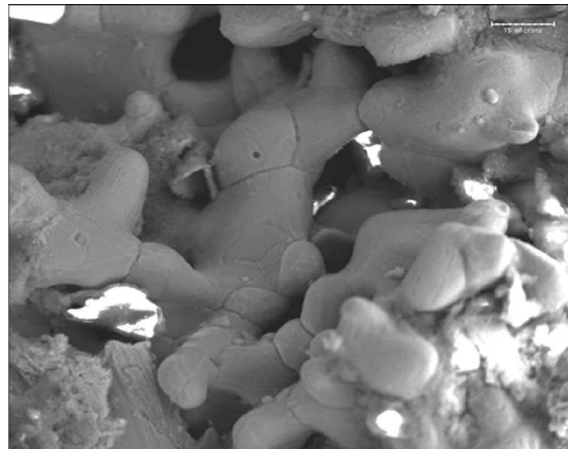
Les différents grossissements de ces quatre vues, (photos 6 à 9), permettent d'apprécier la structure très particulière (et déconcertante!!) de la matrice. Que découvrons-nous ? Des grains de métal liés les uns aux autres !! Les lignes de jonction entre les grains sont parfaitement visibles ! (Ces lignes sont également appelées «joints de grains»). Entre les grains, nous constatons que la matrice métallique renferme des porosités de morphologie plus ou moins arrondie. La photo 10 ci-dessous, obtenue au microscope électronique à balayage, nous plonge au cœur de la matrice. Point n'est besoin d'être grand clerc, les conclusions s'imposent d'elles-mêmes. Aucune météorite métallique ne présente une telle structure interne. Nous sommes bien en présence d'un compactage de poudre métallique. Dame Nature est une adepte inconditionnelle des hautes pressions, mais est-elle capable de réaliser et de compacter de la poudre métallique ? A notre connaissance, non ! Seule la technologie liée à la métallurgie des poudres maîtrise le processus, plus communément appelé frittage.

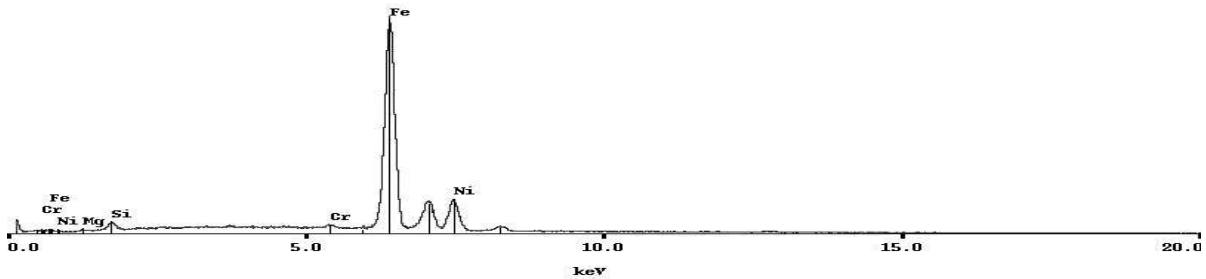
Un frittage complet et réalisé sous haute pression (y compris la «cuisson») ne montre pas de jonction entre les grains de métal, ni de porosité.

Pourquoi ces lignes de jonction et ces porosités dans la pierre de Shirokovsky ? Tout métallurgiste pratiquant les traitements thermiques en déduira une phase de frittage incomplète effectuée sous pression atmosphérique.

-Remarque : La morphologie arrondie des joints de grains de poudre métallique partiellement frittée que nous observons ici, démontre que la poudre utilisée pour le compactage a été obtenue par atomisation sous gaz.

10. Echelle : 15 microns. .





Spectre EDS (Emmanuel Dransart). Notons la présence notable de nickel.

PHASE I. (Emmanuel Dransart).

-Composition chimique.

-Les analyses chimiques effectuées au MEB sur la matrice de la pierre de Shirokovsky se présentent sous la forme d'un spectre EDS.

Sample /xd1/window1/#1,sample.spt					
Accelerating Voltage: 20.00 keV					
Takeoff Angle: 30.00 degrees					
Library for system standards: /inix/spectra/system_standards.dir					
Elm	Rel. K	Norm wt%	Prec.	Atomic %	Method used
Fe	0.7966	78.39	1.14	76.82	From spectrum
Si	0.0078	1.88	0.21	3.67	From spectrum
Cr	0.0085	0.69	0.19	0.73	From spectrum
Mg	0.0014	0.79	0.90	1.79	From spectrum
Ni	0.1633	18.25	0.75	17.01	From spectrum
Total		100.00		100.02	
Goodness of fit		0.42			

Analyse quantitative. (Emmanuel Dransart).

-Bilan :

La matrice métallique est composée principalement de 78% de fer et de 18,25% de nickel. De fortes hétérogénéités de teneur en nickel ont été relevées sur l'échantillon analysé (17 à 35 %).

Ni iridium, ni cobalt n'ont été décelés, nos moyens ne nous permettant pas de détecter ces éléments (limite de détection: 0,2 à 0,5 %).

Les teneurs en nickel de notre échantillon sont très proches de celles trouvées par les instituts scientifiques.

-M.A. Nazarov (Vernadsky Institut), et L.A. Taylor (Université du Tennessee), rapportent une teneur très irrégulière en nickel de la matrice métallique, entre 20 et 47 %, (moyenne de 26,5 %).

-Une teneur entre 0,8 et 2,2 % de cobalt, (moyenne de 1,3 %).

-Pas de phosphore ni de cuivre détectés.

- Absence de sulfures, de phosphures, et de chromite.

-L'aspect général minéralogique est proche de celui d'une pallasite.

B/ MISE EN PRATIQUE.

Avertissement :

Nous ne considérons pas nos résultats de reconstitution comme étant des faux, mais comme une démonstration d'un procédé de fabrication.

-RECONSTITUTION D'UNE PSEUDO-PALLASITE.

4 - Observations & Travaux n°61 (2005)

PREMIER ESSAI REUSSI DE RECONSTITUTION PAR LA TECHNIQUE DE LA METALLURGIE DES POUDRES.

I-COMPACTAGE .

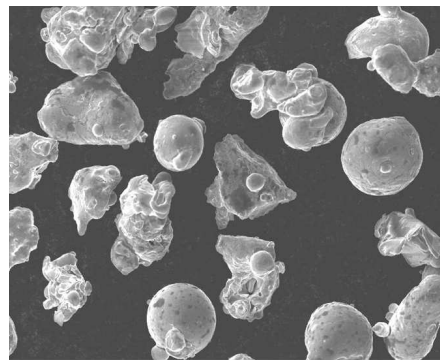
-Ingrédients utilisés:

-Olivines naturelles de Haute-Loire (photo 11).

-Poudre de Distaloy à 4% de nickel (photo 12).



11.
Olivines
naturelles de
Haute-Loire



12.
Poudre de
fer / nickel à
4% de nickel.
Distaloy.
(Echelle = 10
microns).

-Remarque :

Nous avons utilisé une poudre à base de grains de fer et de grains de nickel de morphologie sphérique à pseudo-sphérique et de faible dureté. Ces morphologies sont obtenues par le procédé d'atomisation sous gaz.

La forme sphérique permet d'augmenter la coulabilité de la

poudre lors du remplissage du moule.

La faible dureté associée à cette morphologie permet d'améliorer le compactage à chaud de la poudre et de limiter les risques de fissuration lors de l'éjection du comprimé du moule.

-Compactage à chaud dans un moule cylindrique à 170 °C sous une pression de 1000 bars (photos 13 et 14).

13.



14.



II - OPERATION DE FRITTAGE (sous-traitance amicale).

Le frittage a été effectué à 950°C pendant 72 heures dans un four à haute température, sous argon (gaz neutre), à la pression atmosphérique, en respectant les différents paliers de montée en température.

- 150°C pendant 24h.
- 250°C pendant 24h.
- Montée en température progressive de 250 à 950°C pendant 24h.
- «Cuisson» à 950°C pendant 72h.
- Refroidissement progressif par arrêt du four.
- Durée de l'opération de frittage: 144h afin d'assurer le succès du processus.

III -RESULTATS.

Nous sommes en présence d'une galette de 32mm de diamètre et de 12mm d'épaisseur, d'un poids de 40 grammes, dont la liaison métal / olivine est parfaitement réalisée (photo 15). Cet échantillon a été débité en quatre tranches polies destinées au Muséum National d'Histoire Naturelle de Paris, à Hélène Reyss pour la SAF, à Emmanuel Dransart, et à Patrice Guérin..

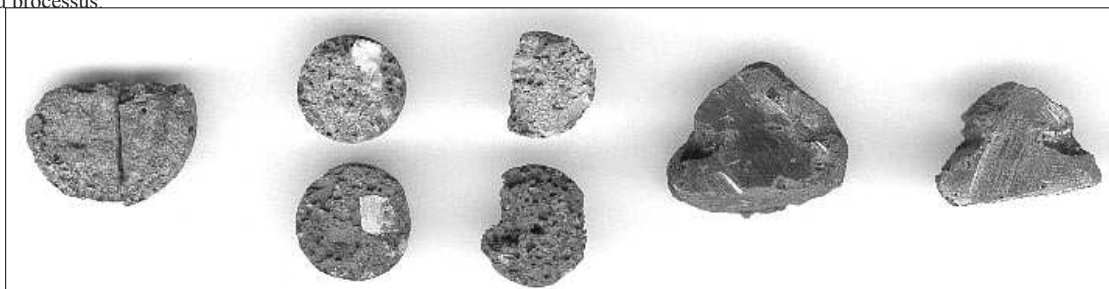
Il est important de signaler que la réussite de ce premier essai fait suite à plusieurs tentatives infructueuses. Il nous a fallu procéder par tâtonnements en réalisant, chacun, plusieurs tests de compactage sous forme de comprimés de quelques grammes, frittés à différentes températures, sous air, et sous atmosphère protectrice. Dans un premier temps, des cristaux gemme de diopside, de citrine et d'améthyste furent utilisés, mais sans succès, les hautes températures ayant eu raison de leur belle eau. Seule l'olivine, par ses propriétés réfractaires, conserve sa transparence à cœur, mais elle est restée néanmoins sujette à une oxydation superficielle.

15.



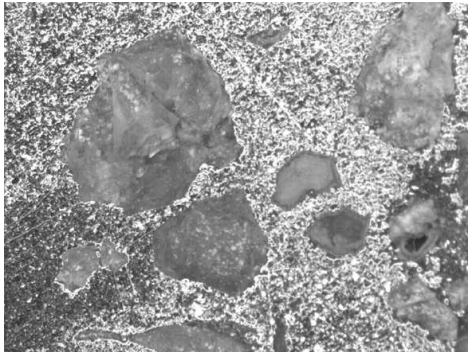
La photo 16 ci-dessous montre un aperçu des premiers tests infructueux. Noter l'aspect de scorie des cinq comprimés de gauche ayant été frittés à l'air.

16. Les premiers tests infructueux.

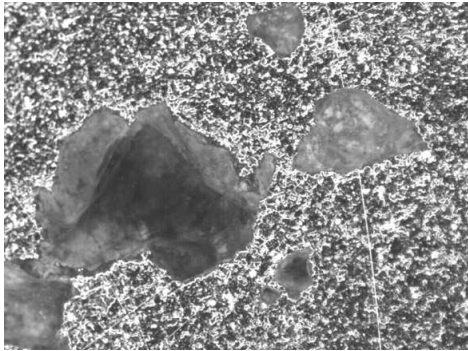


-Examen macrographique.

17.
G = 12 x

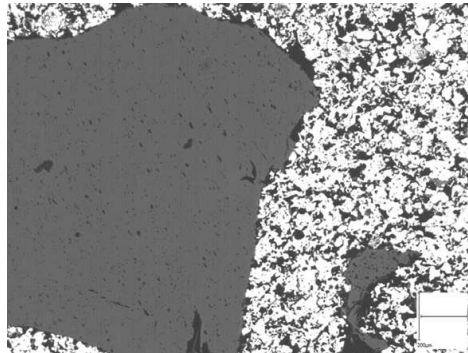


18.
G = 20 x

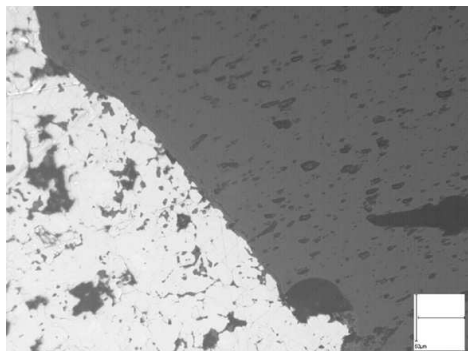


-Examen micrographique.

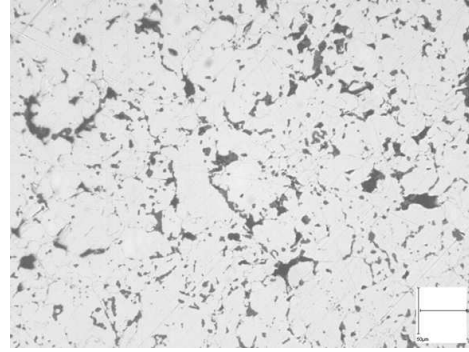
19.
Echelle : 200 microns. G = 50 x



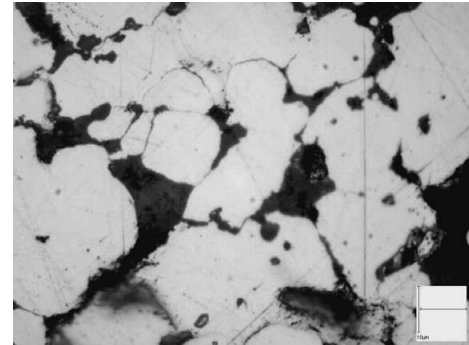
20.
Echelle 50 microns. G = 200 x



21.
Echelle 50 microns. G = 200 x



22.
Echelle 10 microns. G = 1000 x



IV –CONSTAT.

En comparant les examens macro et micrographiques de Shirokovsky (photos 4 à 9), avec ceux de notre premier essai de reconstitution (photos 17 à 22), force est de constater la similitude flagrante de leur matrice métallique. La seule différence constatée, à l'échelle du microscope optique, révèle une opération de frittage plus complète que celle de la pierre de Shirokovsky avec un taux de porosité moindre et une morphologie plus compacte. La liaison métal / olivine est de qualité identique. Shirokovsky est bien un objet manufacturé.

PHASE II. (Patrice Guérin).

Forts de ces résultats encourageants, il nous a paru difficile de nous arrêter en si bon chemin. Il fallait désormais transformer l'essai en réalisant une pseudo-pallasite réaliste.

La démarche ne fut pas si simple. Comment compacter une forme «patatoïdale» de façon homogène et démoulable de surcroît ?

I-METHODOLOGIE:

1-Réalisation d'une forme réaliste en cire d'abeille formée à la main, puis coupée en deux dans le sens de la longueur, puis collage des deux parties de part et d'autre d'une feuille plastique.

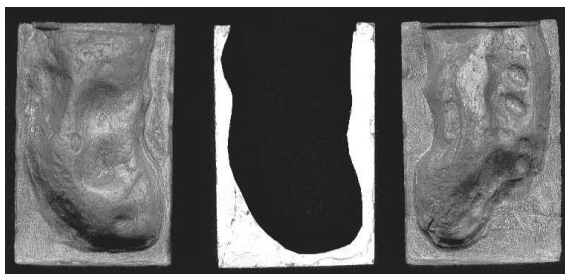
2-Réalisation d'un montage métallique muni d'un extracteur destiné à accueillir un moule cylindrique puis à éjecter celui-ci

après le compactage (photo 23).



23. Montage métallique, vue d'ensemble. A gauche, le corps alésé recevant le moule, au centre, le moule cylindrique en résine et le cylindre de compression, à droite le piston.

3-Réalisation d'un moule en résine, de type Synthofer, en deux demi-coquilles par dépôt de plusieurs couches minces de résine sur la forme de cire. La feuille plastique fait office de plan de joint dont la longueur est égale à la profondeur du montage métallique précédemment cité, et la largeur égale au diamètre du montage (photo 24).



24. Moule en résine. Au centre, feuille plastique servant de plan de joint.

Après polymérisation de la résine, nous obtenons deux coquilles «collées» par la forme en cire et séparées par la feuille plastique. A ce stade, ce n'est encore qu'une ébauche de moule.

-Préparer le montage métallique afin d'éviter toute adhérence de la résine sur l'acier, en protégeant les parois de l'alésage destiné à accueillir le moule en résine à l'aide d'une pastille et d'un cylindre de papier, respectivement au fond (extracteur) et contre les parois du cylindre.

-Insérer les deux coquilles de résine dans le logement ainsi protégé du montage métallique.

-Il suffit maintenant de «couler» du métal synthétique dans l'espace séparant la paroi du montage et l'ébauche du moule. Une fois polymérisé, le moule est sorti du logement au moyen d'un extracteur (tige filetée + cylindre poussant).

-La finition du moule ne pose aucun problème. Séparer au cutter les deux demi-cylindres obtenus, retirer la cire, puis procéder aux opérations de finitions traditionnelles (ajustage).

4- Compactage, le 24 avril dernier, en présence d'Hélène Reyss et de Gérard Odile (venus passer un week-end «lames minces»), de Distaloy, poudre de fer à 4% de nickel, avec des olivines d'Arizona concassées, sous une pression de 1000 bars (photos 25 et 26).

25. Remplissage du moule à la cuillère!!



26. Compactage sous 1000 bars.



Cette opération fut un échec dû à la complexité de la forme à obtenir. En effet, la pression maximale exercée étant répartie sur la surface du piston, une faible partie du volume est réellement compactée. Un petit moment de déception dans les troupes!! (L'expérience montre....etc....etc...).

Nouvel essai le mercredi 28 avril avec cette fois la forme du moule légèrement corrigée.

Résultat : un bel échantillon de 57 grammes brut de compactage, avec une forme réaliste !

(Mélange Distaloy + acier H13 à 5% de chrome). (Photo 27).

27. Echantillon de 57 grammes, brut de compactage. 28 avril 2004.



Signalons qu'après chaque compactage, le moule subit quelques avaries causées par les hautes pressions, et qu'il est nécessaire de le reconditionner.

Par acquit de conscience, afin d'augmenter les chances de succès, un autre compactage fut effectué le 28 mai avec, cette fois, des cristaux entiers d'olivine (pierres roulées de 8 à 18 millimètres) et de la poudre Distaloy.

Résultat : un exemplaire bien sympathique avec de belles olivines saillantes, d'un poids de 72 grammes brut de compactage (photo 28).



28.
Echantillon de 72 grammes, brut de compactage. 28 mai 2004.

Un fait intéressant est à souligner : le moule, bien que possédant une forme bien définie, ne donne pas systématiquement une forme identique à chaque moulage pour une raison bien simple. Lors du compactage, la forme et la disposition aléatoire des olivines dans la poudre métallique provoquent des variations de poussée à l'approche des parois volontairement irrégulières du moule. (La pression maximale est exercée sur une surface égale à celle du piston, voir plus haut). Lors du démoulage, après séparation des coquilles, le volume réellement compacté est légèrement inférieur à celui du moule. La périphérie de l'échantillon se désagrège sur deux à trois millimètres d'épaisseur. Cela n'est pas dramatique, une brosse «douce» suffit à éliminer les résidus de poudre à peine comprimés, pour arriver au cœur «solide». Un compactage reste néanmoins fragile. Seule l'imbrication des grains métalliques sous hautes pressions tient «l'édifice». On peut consolider l'ensemble en mélangeant de la résine avec de l'acétone et en imprégnant la surface de l'échantillon au pinceau.

II -FRITTAGE.

Les différents paliers de température :

- 4h à 200 °C;
- 17h à 250°C
- 24h à 300°C;
- Montée à 950°C en 5h.
- Frittage :16h à 950°C sous argon.
- Refroidissement progressif par arrêt du four.

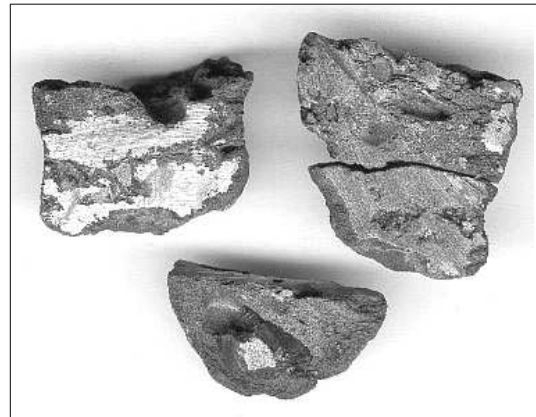
La durée de l'opération de frittage de ces derniers échantillons a été réduite. Nous sommes passés des 72 heures initiales à 16

heures. Les différents paliers permettent, non seulement d'éviter de trop brusques tensions internes liées à une montée trop rapide en température, mais également de procéder à un déliantage qui consiste à éliminer toute trace de corps organiques tels que des lubrifiants, et de la résine dans notre cas, qui, ajoutés à la poudre métallique lors de son élaboration, lui assurent respectivement une meilleure fluidité ainsi qu'une meilleure liaison des grains après compactage.

III-RESULTATS.

Le «bel échantillon» de 57 grammes du 28 avril, celui sur lequel tous les espoirs étaient permis, s'est fragmenté en plusieurs morceaux lors du sciage (photo 29). La cause de ce nouvel échec est à l'évidence un compactage hétérogène. La présence de bulles dans la matrice, visibles sur cette même photo, a provoqué l'éclatement de l'échantillon au passage de la scie. Nous pouvons penser à juste raison qu'une pression de compactage de 1000 bars n'est pas compatible avec l'utilisation de fragments d'olivine concassés. Ces derniers, déjà fragilisés par le choc meurtrier du concasseur, n'ont pas résisté à la pression et se sont en partie pulvérisés, puis mélangés à la poudre métallique, entraînant la perte des qualités pour lesquelles elle a été élaborée. Seuls quelques grains épars, néanmoins visibles, ont échappé au mauvais traitement, mais leur liaison avec le métal est très discutable.

L'échec du 24 avril pourrait également trouver une explication similaire, la différence résidant toutefois dans la fragmentation de l'échantillon lors de son démoulage après compactage. Notons qu'il est plus aisé de réaliser un moulage parfaitement géométrique qu'une forme «patatoïdale»!

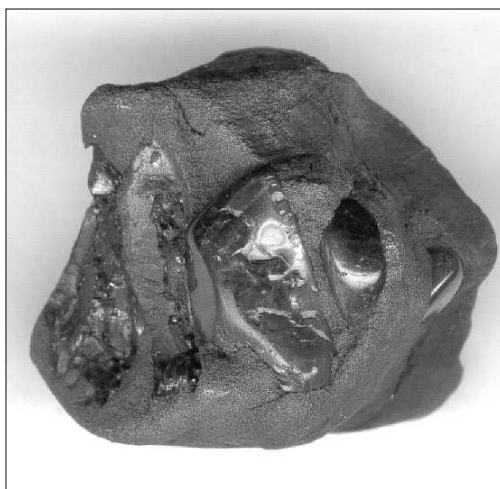


29.
L'échantillon de 57 grammes fritté, fragmenté lors du sciage.

L'échantillon de 72 grammes du 28 mai, quant à lui, s'est très bien comporté lors du frittage comme le montrent les photos 30 et 31. Les 1000 bars du compactage n'ont fait subir aucun dommage aux olivines entières. Il a été jugé préférable, vu l'aspect attrayant de cet exemplaire, de le conserver dans son intégralité. Deux fenêtres ont été polies, la première, afin de bien montrer l'excellente liaison fer / olivine, la seconde, gravée pour servir de fiche identificatrice. Le polissage a ramené le poids d'origine de 72 grammes à 64 grammes.
Dimensions: 30 x 27 x 30 mm.



30.
Echantillon de 64g fritté. Fenêtre polie montrant la liaison métal / olivines.



31.
Echantillon de 64g fritté. Face brute montrant les olivines émergentes.

CONCLUSION.

Notre démarche a eu pour but de démontrer la faisabilité d'une

liaison métal / silicates par les moyens industriels appropriés. La conception, bien que des plus artisanales, a mis en évidence les difficultés inhérentes à ce type de fabrication.

Plusieurs semaines d'essais ont été nécessaires pour trouver une méthodologie satisfaisante.

Nous aurions pu pousser plus loin les recherches en utilisant des moyens plus sophistiqués pour obtenir des résultats encore plus réalistes, mais notre intention n'était pas de reproduire de la Shirokovsky. (De plus, l'investissement financier pour parvenir à ces résultats aurait été beaucoup plus lourd à supporter pour de simples particuliers).

A notre niveau, parler de démystification* de la pseudo-pallasite de Shirokovsky paraîtrait bien présomptueux, d'autant que les informations s'y rapportant restent très évasives, et que nos échantillons, tout en présentant la même structure métallique interne, ne ressemblent à aucune autre pallasite connue. Mais, au regard de ces critères, notre conviction se trouve renforcée : Shirokovsky est bien un objet manufacturé.

Shirokovsky est actuellement vendue sous le terme de «pierre étrange» par la plupart des revendeurs sur certains sites internet à la suite des rapports de la Meteoritical Society.

* Ce terme aurait été approprié si nous avions reconstitué la Shirokovsky. Or, ce n'est pas le cas. Ce sont les similitudes de structure métallique interne entre la Shirokovsky et nos échantillons, ainsi que la possibilité de reproduire une liaison métallo-pierreuse, qui ont conforté notre opinion première.

Le 12 novembre 2004.

Emmanuel Dransart.

Patrice Guérin.

Photographies Emmanuel Dransart n° 1-2-3-4-5-6-7-8-9-10-11-12-13-14-17-18-19-20-21-22.

Photographies Patrice Guérin n° 15-16-23-24-25-26-27-28-29-30-31.

BIBLIOGRAPHIE.

-S.A.F. n°118, juillet-août 2004. La Pallasite de Shirokovsky, est-elle vraiment tombée du ciel? Patrice Guérin. p434-437. Sites internet.

-<http://www.meteorites.ru/shirokovsky1-e.html>

-<http://www.geokhi.ru/~meteorit/shirokovsky1-e.html>

-<http://www.meteoriticalsociety.org/bulletin/shirokovsky.pdf>

Le rendez-vous des Commissions de la SOCIÉTÉ ASTRONOMIQUE DE FRANCE,

c'est **LA JOURNÉE DES COMMISSIONS.**

Elle est fixée pour 2006 au Samedi 20 Mai, à l'observatoire de Meudon, comme à l'habitude, à partir de 9 h.

Possibilité de repas en commun.