

CBPF-NF-029/82

ETUDE DES ALLIAGES FER-NICKEL DE LA
MÉTÉORITE SANTA CATHARINA PAR
SPECTROMÉTRIE MÖSSBAUER ET
DIFFRACTION DE RAYONS-X*

by

R.B. Scorzelli, J. Danon and
I.S. Azevedo

Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas - CBPF/CNPq
Rua Xavier Sigaud, 150
22290 - Rio de Janeiro, RJ - BRASIL

*Submitted To Geochimica Cosmochimica Acta

REMERCIEMENTS

Le travail présenté dans cet article fait partie de la thèse d'Etat présentée par Rosa Bernstein Scorzelli à l'Université de Paris VI en 1982. Nous voudrions remercier ici tout particulièrement le Professeur Louis Néel de son intérêt et de ses encouragements pour la présentation de ce travail.

Nous remercions J. R. Guimarães et E. Galvão par leur aide et par leur suggestions. Nous sommes reconnaissant envers H. Schorsher et C. Jehanno par leur coopération pour des mesures à la microsonde, ainsi qu'à J. Laugier, G.B.Jensen et A.Bandeira pour les études de diffraction des rayons-X. Les échantillons étudiés au cours de ce travail ont été généreusement fournis par W.Curvello (Museu Nacional-Rio de Janeiro) et O.H.Leonardos (Universidade de Brasilia).

Finalement nous sommes redevables à J.M.Knudsen, J.F. Albertsen, M. Christophe-Michel-Lévy, Roy Clarke, A.Chamberod, E. Rechemberg et M. Cottin, avec qui nous avons eu de nombreuses et fructueuses discussions.

Ce travail a été financé par le Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico et la Comissão Nacional de Energia Nuclear du Brésil.

ABSTRACT

The composition and structure of the iron-nickel alloys in the iron meteorite Santa Catharina were studied by metallographic techniques, electron microprobe analysis and by detailed Mössbauer spectroscopy and X-ray diffraction.

The natural occurrence of the ordered Fe-Ni alloy with L10 superstructure, was demonstrated. This phase which is present in large proportions in the Santa Catharina meteorite, had been previously discovered in Grenoble (1962) by irradiation of disordered Fe-Ni alloys with neutrons or electrons. The ordered phase in Santa Catharina was identified by its Mössbauer spectra, which is unique among the Fe-Ni alloys since it exhibits an asymmetric pattern due to the presence of quadrupolar splitting arising from the non cubic symmetry of its lattice.

A detailed study of the Mössbauer spectra down to the temperature of liquid helium and under different conditions such as the presence of magnetic fields allowed to show that the metallic phases of Santa Catharina do behave as the Invar alloys measured in Grenoble with similar techniques.

A comparative study by X-ray diffraction of Santa Catharina Fe-Ni and irradiated alloys confirmed the L10 superstructure to be present in this meteorite. Lattice parameter variations with temperature were found to be identical for the meteorite and irradiated artificial alloys.

Finally the instability of the superstructure in the Santa Catharina meteorite was investigated as a function of temperature (up to 1073K) and under the effect of shock waves by flying plates methods.

RÉSUMÉ

La composition et la structure des alliages fer-nickel de la météorite de fer Santa Catharina ont été étudiées par métallographie, microsonde électronique et par spectroscopie Mössbauer et diffraction des rayons-X.

L'existence naturel de l'alliage ordonnée Fe-Ni avec surstructure L10, a été démontrée. Cette phase qui est présente en proportion importante dans la météorite Santa Catharina avait été découverte antérieurement à Grenoble (1962) par irradiation neutronique ou électronique d'alliages Fe-Ni désordonnés. La phase ordonnée de Santa Catharina a été identifiée par son spectre Mossbauer typique, car c'est le seul alliage Fe-Ni qui possède une interaction quadrupolaire, due à la distorsion quadratique de son réseau.

L'étude détaillée des spectres Mössbauer en fonction de la température jusqu'à l'hélium liquide et sous différentes conditions telles que la présence de champs magnétiques a permis de montrer que les phases métalliques de Santa Catharina se comportent de la même façon que les alliages Invar irradiés à Grenoble et étudiés par les mêmes techniques.

L'étude comparative par diffraction des rayons-X de la météorite Santa Catharina et des alliages irradiés a confirmé la présence de la surstructure L10 dans la météorite. Les variations de paramètres de réseau en fonction de la température de la météorite et de l'alliage ordonné par irradiation, ont été trouvés semblables.

Finaleme^{nt} la stabilité de la surstructure de la météorite Santa Catharina a été étudiée en fonction de la température (jusqu'à 1073K) et sous l'effect d'ondes de choc par la méthode des plaques volantes.

ETUDE DES ALLIAGES FER-NICKEL DE LA MÉTÉORITE SANTA CATHARINA
PAR SPECTROMETRIE MOSSBAUER ET DIFFRACTION DE RAYONS-X

Scorzelli R.B., Danon J. and Azevedo I.S.
Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas
Av. Wenceslau Braz, 71
22290 Rio de Janeiro, Brasil

I - Étude descriptive de la météorite Santa Catharina

I.1 - Historique de la météorite Santa Catharina

La météorite Santa Catharina est une ataxite dont la teneur en Ni (35% en poids) est une des plus élevées parmi les fers météoritiques.

Trouvée en 1875 dans l'île de S. Francisco du Sud dans l'état de Santa Catharina au Brésil, cette météorite a attiré considérablement l'attention à cause de son contenu élevé en Ni et de sa masse totale, vraisemblablement plus de 25000 kg.

Cette découverte est attribuée à Manoel Gonçalves da Rosa (Lunay, 1877) qui a trouvé en 1875 plusieurs morceaux, le plus grand d'une masse de 2250 kg (Meunier, 1884). Leur répartition, suggérait une provenance unique pour l'ensemble du gisement, le fer s'étant fragmenté lors de sa chute et ayant par la suite été corrodé lors d'une longue période d'exposition terrestre (Buchwald, 1975). Quelques spécimens furent

trouvés en surface et d'autres par excavation. Manoel Gonçal - ves da Rosa, pensant avoir découvert une mine de fer et de nickel, demanda la concession pour l'exploitation et, par son intermédiaire, plusieurs échantillons furent envoyés à l'École Polytechnique de Rio de Janeiro, où ils furent étudiés et analysés par Guignet et Ozorio de Almeida (1876). L'exploitation continua jusqu'à épuisement du site (moins de deux ans après sa découverte), le métal étant exporté vers l'Angleterre pour en extraire le nickel. Les annales fiscales (Mesa de Rendas) de San Francisco du Sud, signalent l'extraction de 25000 kg de minerai.

La plus grande partie de ces blocs furent réduits en fragments plus petits et fondus avant même que ne soit reconnu l'intérêt scientifique du gisement.

L'état désagrégé ainsi que les composition et structure anormales du gisement suggéraient une origine terrestre, semblable au fer de Ovifak décrit par Nordenskjöld (Daubrée, 1877) dont l'origine terrestre est bien établie.

Derby (1892) a démontré l'existence de grandes différences géologiques entre Ovifak et Santa Catharina. En effet, le premier se situe au voisinage des dikes de diabase d'une île riche en basalte et argilites carbonacées, alors que le second se trouve en sol argileux, sans dikes basaltiques proches.

L'abondance de troilite et schreibersite, non connues dans les roches terrestres, confirme l'origine cosmique de la météorite Santa Catharina.

I.2 - Analyse métallographique de la météorite Santa Catharina.

Les observations de microstructure après attaque au nital à 2%, montrent la présence de deux constituants majeurs, une matrice obscure avec des stries et un second microconstituant avec l'apparence de "flocons" (Fig. 1). Le microconstituant avec morphologie de "flocons" possède des caractéristiques microstructurales spécifiques avec l'apparence de segments de droites. Une attaque plus forte avec une solution de $\text{HF}/\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}$, a révélé que cette microstructure existe jusqu'à une échelle microscopique (Fig. 2).

L'observation du matériel après recuit de 5 heures à 1073K, au microscope électronique à balayage a montré que le microconstituant "floculaire" présente des altérations microstructurales dues au traitement thermique, avec apparition de "pores". Par refroidissement à l'azote on peut observer la formation de la martensite dans les régions préalablement occupées par les précipités. Ces pores sont plus facilement observables dans le matériel recuit 15 heures à 1073K, qui présente déjà une matrice recristallisée (Fig. 3), se transformant facilement en martensite par refroidissement à l'azote liquide (Fig. 4).

L'homogénéisation complète du matériel est aussi possible: cependant celle ci ne peut être atteinte en un temps raisonnable que par déformation de l'alliage par laminage. Le matériel ainsi traité ne présente pas de transformation martensitique.

Quelques conclusions sur l'état initial de la météoro-

rite peuvent être déduites de ces résultats: l'existence de deux types de taenite semble être bien établie. Les conclusions de Lovering et Anderson (1965) suggérant que les régions avec morphologie de "flocons" riches en nickel sont fortement oxydées, ne peuvent être confirmées. Du fait de la possibilité de solubiliser assez facilement par recuit ces régions, il est peu probable que l'oxygène soit chimiquement combiné. Par ailleurs, la porosité qui se développe dans ce microconstituant par réchauffement suggère une libération de gaz occlus.

II - Étude par Spectroscopie Mössbauer et diffraction de rayons-X des alliages Fe-Ni de la météorite Santa Catharina.

II.1 - Spectroscopie Mössbauer de lames minces de la météorite Santa Catharina.

Des lames minces, coupés par électroérosion et polies donnent à la température ambiante un spectre Mössbauer d'absorption (Fig. 5) constitué par la superposition de:

- 1) une raie centrale, élargie, correspondant à une phase paramagnétique;
- 2) un sextet d'interaction hyperfine magnétique, avec une nette asymétrie dans la position des raies externes. Cette forme spectrale résulte de la superposition d'une interaction quadripolaire faible avec l'interaction hyperfine magnétique dominante. La phase correspondante est magnétiquement ordonnée et les atomes de Fe sont dans un site qui ne possède pas de symétrie cubique (Paulevé et al., 1962; Néel et al., 1964).

Ce même type de spectre a été observé antérieurement par Petersen et al. (1977) et Albertsen et al. (1978) dans les lamelles mince des octahédrites Cape York (Groupe III-A) et Toluca (Groupe I). Les lamelles préparées après élimination de la kamacite par corrosion sélective sont constituées uniquement de taenite. Les paramètres hyperfins de la Santa Catharina, obtenus par ajustement du spectre en considérant seulement une ligne paramagnétique et un spectre magnétique asymétrique sont donnés dans le Tableau I (Danon et al., 1979).

Le fait remarquable de ces spectres correspond à leur asymétrie, indiquant l'absence de symétrie cubique. La seule phase non cubique connue des alliages FeNi est celle préparée antérieurement à Grenoble par irradiation d'alliages FeNi desordonnées.

Les valeurs du champ hyperfin $H = 291 \pm 3$ kOe et d'interaction quadrupolaire $\Delta E_Q = 0.17 \pm 0,02$ correspondent effectivement à celles des alliages irradiés, où l'ordre cristallographique a été établi avec formation de la phase FeNi équiatomique 50-50 présentant une distortion quadratique de la surstructure L10.

Nous verrons par la suite que l'identification avec la phase ordonnée de Grenoble est confirmée par diffraction de rayons-X (Danon et al., 1978). Cependant, le résultat de spectroscopie Mössbauer, avec son asymétrie, est sans doute l'évidence la plus directe de la présence de la phase FeNi 50-50 ordonnée, de surstructure L10.

La proportion relative de deux phases est voisine , avec de nombreux échantillons de différente origine de la météoro

rite Santa Catharina. Ce fait est remarquable, surtout tenant compte de l'hétérogénéité de cette météorite. Des tentatives de mise en évidence des oxydes de fer du type Fe_2O_3 et Fe_3O_4 et de la ferrite (FeNiO_4) signalées par d'autres auteurs (Bowles, 1978) se sont révélées infructueuses et n'ont pas montré de quantités détectables dans la limite de sensibilité de la spectroscopie Mössbauer ($\sim 5\%$).

Des différences systématiques de largeur de ligne ont été observées entre les phases ordonnées des fers de Santa Catharina et de Toluca ($\Gamma = 0,52 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ et $\Gamma = 0,32 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ respectivement). D'autre part, le rapport d'intensités 3:2:1:1:2:3 attendu pour le sextet magnétique n'est pas strictement vérifié. La déviation peut provenir d'effets de saturation liés à l'épaisseur finie des absorbants; une meilleure explication invoque la présence d'un second spectre avec interaction magnétique. L'ajustement des spectres de lame de Santa Catharina avec deux sites magnétiques: l'un correspondant à un site magnétique avec interaction quadropolaire et l'autre sans interaction quadropolaire permet en effet d'obtenir un meilleur lissage (Tableau II). On conclue donc à la présence d'une fraction présentant un champ de 305 kOe et correspondant à un alliage Fe-Ni non-ordonné. La figure 6 reproduit les deux spectres magnétiques. Les lignes du sextet de la phase désordonnée sont bien plus larges ($\Gamma = 0,71 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$) du fait d'une distribution d'interactions hyperfines dans cette phase. La phase non-ordonnée est absente dans le spectre de Toluca car celui-ci présente des raies fines et des intensités symétriques.

II.2 - Étude de la lame de la Santa Catharina en basses températures.

La même lame fine polie décrite antérieurement a été utilisée pour effectuer des mesures à 110K et 4,2K.

La réversibilité des données Mössbauer entre 300 et 4,2K a été vérifiée, indiquant l'absence de transformation martensitique par refroidissement.

Des petits changements ont été observés dans la lame de Santa Catharina avec l'abaissement de la température (Figure 7, Tableau III).

Le spectre à 300K ne se modifie pratiquement pas après refroidissement des échantillons à des températures jusqu'à 4,2K. Le spectre mesuré à la température de l'hélium liquide montre toujours le pic central et le sextet magnétique asymétrique.

Ce résultat signifie que les régions riches en fer sont paramagnétiques jusqu'à 4,2K et que les deux régions, celles riches en nickel ou celles riches en fer, ne souffrent aucune transformation martensitique. S'il est facilement compréhensible que les régions riches en nickel ne se transforment pas, on pouvait cependant s'attendre à ce que les régions riches en fer le fassent, car la température du début de la transformation martensitique (M_s) croît avec la concentration de fer.

La présence de la ligne paramagnétique à 4,2K est donc un résultat surprenant car les alliages FeNi avec moins de 33% de Ni (région Invar) deviennent ferromagnétiques à une température si basse.

Ce résultat peut être expliqué à l'aide des arguments

suivants:

- a) Les régions riches en fer se dispersent en petites particules où la transformation martensitique est plus difficile;
- b) la structure de ces régions est énergétiquement plus stable que celle de l'état martensitique.

La stabilité de la phase paramagnétique peut provenir d'une intercroissance intime de petits cristaux de la phase paramagnétique moins riche en nickel, désordonnée, avec les domaines de la surstructure (Asano, 1969). Une autre possibilité serait la formation d'une surstructure du type Fe_3Ni . Ceci serait compatible avec l'élargissement de la ligne centrale, observée à 4,2K dans la lamelle de Toluca. Cependant, avec des lames de Santa Catharina, la largeur de la ligne centrale ne s'altère pas à basse température. La non induction de la transformation martensitique par refroidissement révélée par spectroscopie Mössbauer a été confirmée par des observations métallographiques.

II.3 - Effets de Champs Magnétiques Appliqués

En utilisant un aimant supraconducteur, on a mesuré à 4,2K le spectre d'absorption Mössbauer d'une lame mince polie de la météorite en faisant varier le champ magnétique externe jusqu'à 50 kOe.

En présence d'un champ magnétique externe les lignes $\Delta m = 0$ décroissent en intensité, comme prévu pour une orientation des moments dans la direction du champ (parallèle à celui de la radiation γ). Presque abruptement, à 15 kOe, les lignes

$\Delta m = 0$ disparaissent (Figure 8a et b). Avec des champs supérieurs à 15 kOe, le spectre présente un dédoublement net des deux sextets magnétiques qui se superposaient initialement. A 30 kOe on observe (Figure 8c) l'éloignement entre les lignes plus externes correspondant à la phase ordonnée et non ordonnée (côté gauche du spectre), et les deux phases apparaissent résolues. A partir de 15 kOe une réduction progressive de la valeur du champ interne de la phase ordonnée 50-50, avec le champ externe est observée. Les paramètres hyperfins obtenus en fonction du champ magnétique externe sont donnés dans le Tableau IV.

La largeur de la ligne centrale paramagnétique du spectre augmente avec le champ appliqué. A partir de 15 kOe, la ligne est très large et à 40 kOe apparaît un dédoublement de cette ligne; qui, cependant, ne peut être ajusté par un sextet. A 50 kOe, en dépit de difficulté d'analyse il semble que la structure hyperfine soit compatible avec un champ hyperfin de l'ordre de grandeur du champ appliqué.

Le même comportement de la phase ordonnée est observé avec la phase ordonnée des alliages Fe-Ni, produits par forte irradiation avec des électrons.

II.4 - La détection de la surstructure par Rayons-X. Le problème Invar.

La détection de la surstructure L10 requiert des techniques particulièrement raffinées de diffraction de rayons-X. Ceci contraste avec la facilité de détection par la spectroscopie Mössbauer.

L'analyse structurale de la météorite Santa Catharina

a été faite selon la technique du cristal tournant dans une chambre de Weissenberg.

L'éventuelle mise en ordre de l'alliage peut être détectée par étude de la distorsion quadratique ou par l'apparition de réflexions de surstructure (réflexions absentes dans les alliages désordonnés). La détection de réflexions de surstructure est souvent difficile du fait de l'intensité généralement faible par rapport aux réflexions fondamentales. L'intensité I_S des réflexions de surstructure dans les alliages binaires parfaitement ordonnés est: $I_S \propto (f_A - f_B)^2$, où f_A et f_B sont les facteurs atomiques de diffusion des deux éléments de l'alliage. Les intensités des réflexions fondamentales I_F sont proportionnelles à $(f_A + f_B)^2$. Pour le cas de Fe-Ni, le rapport K entre les intensités des raies fondamentales et de surstructures est particulièrement défavorable:

$$K = \frac{(I_{110})_S}{(I_{111})_F} \approx \left(\frac{21,4 - 19,7}{19,6 + 18,0} \right)^2 \approx 0,002$$

Cette relation s'applique pour une radiation de longueur d'onde éloignée des bords d'absorption des deux éléments.

Le rapport K a été augmenté en utilisant la radiation de Co dont la longueur d'onde $\lambda_{CoK\alpha} = 1,79 \text{ \AA}$ est proche du bord d'absorption du Fe; considérant la contribution de la dispersion anormale aux facteurs atomiques on obtient K sensiblement plus élevé.

II.4.1 - Résultats

Dans les diagrammes de cristal tournant on a observé

des taches présentant la forme d'arcs de courbe. Ceci implique que l'échantillon est monocristallin d'une façon prédominante mais formé par des domaines d'orientations voisines.

Le diagramme de la Figure 9 a été obtenu avec un cristal orienté avec l'axe d'oscillation dans la direction cristallographique $[110]$, amplitude d'oscillation de 110° et exposition d'une (1) heure.

Les taches de niveau 0 (équatorial) dans le diagramme de la figure 9 ont été indexées en appliquant la loi de Bragg pour une structure de réseau cubique (on n'a pas observé de doublement des lignes, qui puisse nous permettre de conclure sur le degré de tétragonalité):

$$2 \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \sin \theta = \lambda$$

où a est le paramètre de réseau, θ l'angle de Bragg (égal à $\varepsilon/2$ où ε est l'angle entre les directions du faisceau incident et réfléchi) et $\lambda = 1,79 \text{ \AA}$ la longueur d'onde de la radiation incidente (CoK_α).

Les raies de niveau équatorial on pu être indexées pour un réseau cubique avec les indices hkl de même parité. On sait que toutes correspondent à des réflexions fondamentales puis que ces réflexions existent aussi bien dans les alliages cubiques ordonnés comme dans les désordonnés (Tableau V).

En utilisant un abaque de Bernal on a indexé aussi les niveaux ± 1 comme indiqué dans la figure 9.

La taille des taches observées ne permet pas la dé-

termination du paramètre de réseau avec la précision nécessaire pour détecter d'éventuelles différences entre les paramètres a et c de la maille supposée tétragonale.

En conséquence pour décider de l'état ordonné de l'alliage, on s'est résolu à rechercher la présence de taches de surstructure qui n'avaient pas été trouvées dans le diagramme de la figure 9.

Le diagramme de la figure 10 a été obtenu après une rotation de 180° autour de la direction du faisceau et une exposition de deux heures. Ce diagramme présente des taches peu intenses mais évidentes, qui n'avaient pas été observées dans la figure 9. Ces taches (fig. 10) ont été indexées comme étant les réflexions de la surstructure associés à un réseau cubique ordonné.

Dans le tableau VI on présente les angles de Bragg les valeurs de a et les indices hkl associés à chaque réflexion à l'aide de la loi de Bragg et de l'abaque de Bernal. Dans ce tableau apparaissent aussi les angles associés aux réflexions fondamentales.

La valeur $a=3.58 \text{ \AA}$ a été obtenue par une moyenne simple des paramètres déterminés à partir de toutes les réflexions du tableau VI.

En raison de la faible intensité des réflexions de surstructure, on n'a pas déterminé quantitativement le paramètre d'ordre à longue distance. Une estimation qualitative de l'intensité relative des réflexions de la surstructure a permis, cependant, d'affirmer qu'il s'agit d'un alliage avec un degré

appréciable d'ordre.

Dans l'alliage FeNi ordonné, les atomes de Fe et Ni se distribuent en couches perpendiculaires à l'axe c ; dans ces conditions le cristal présente une symétrie tétragonale et le paramètre c doit être différent de a . Cette différence est cependant trop faible pour être déterminée dans les conditions de ces expériences.

Le type de structure ordonnée doit être le même que celui observé dans les alliages ordonnés par irradiation (plans de Ni alternés par de plans de Fe). Cela nous a amené à indexer les raies sur une maille tétragonale primitive dont les paramètres a' , b' et c' sont: $a' = b' = a\sqrt{2}$

$$c' = a$$

En se basant sur cette maille, l'indexation des diverses réflexions des diagrammes étudiés, peut être réalisée au moyen d'un tableau d'équivalences (Tableau VII).

II.4.2 - Comparaison entre les spectres de diffraction de rayons-X des alliages Fe-Ni Invar et de la météorite Santa Catharina.

La météorite Santa Catharina avec sa proportion de Ni \sim 35% se trouve dans la région du diagramme d'équilibre appelée Invar. Les échantillons de Santa Catharina ont été étudiés au CENG par Laugier dans le dispositif même utilisé pour la détection, par diffraction des rayons-X, de la phase ordonnée produite par irradiation.

La figure 11 compare les diagrammes obtenus avec la radiation CoK_α sur un échantillon de la météorite et avec une aiguille monocristalline de l'alliage ordonnée par irradiation avec des neutrons (Laugier et al., 1963). On observe dans les deux diagrammes des raies de surstructure très fortes et bien résolues. Les raies (100) et (300) de surstructure sont beaucoup plus intenses dans la météorite que dans l'échantillon irradié par neutron (Paulevé, 1962) ou électrons (Chamberod, 1979). Malheureusement la forme des échantillons n'a pas permis l'obtention de la valeur de degré d'ordre.

II.4.2 a - Variation des paramètres de réseau avec la température.

Le paramètre de réseau des alliages Fe-Ni dans la région Invar varie entre $\sim 3,580$ et $3,595 \text{ \AA}$ (Owen et al., 1937). Cependant dans les échantillons de la météorite Santa Catharina on a toujours trouvé une valeur unique du paramètre de réseau, même dans les régions de deux phases. Cette valeur, proche de $3,582 \text{ \AA}$, est identique pour les deux phases, comme a déjà été observé par Albertsen et al. (1978).

La variation thermique des paramètres de réseau de l'alliage non irradié est comparée, (Fig. 12) avec l'alliage irradié et la météorite (Danon et al., 1980).

On observe une grande diminution du paramètre de réseau, de $3,593 \text{ \AA}$ (Fig. 12a) à $3,582 \text{ \AA}$ (Fig. 12.b) quand on irradie l'alliage Invar.

Les deux phases qui se forment par irradiation ont

la même valeur de paramètre de réseau. Les propriétés Invar de l'alliage semblent disparaître par irradiation comme on peut le voir au moyen de la variation linéaire du paramètre de réseau avec une température supérieure à 300C. Le même comportement est observé avec des échantillons de Santa Catharina qui montrent un comportement non Invar du paramètre de réseau (Fig. 12.c₁). La propriété Invar est récupérée quand l'échantillon est réchauffé à 800C durant 24 heures dans une atmosphère non oxydante (Fig. 12.c₂).

Ces résultats montrent clairement que les phases Fe-Ni de Santa Catharina montrent les mêmes propriétés que celles des alliages Invar irradiés dans lesquels, il y a ségrégation des phases et formation d'ordre induit par la radiation avec formation de la surstructure L10.

III - Destruction de l'ordre de la météorite Santa Catharina

III.1 - Recuit à 723K

Le spectre Mössbauer mesuré à la température ambiante après un recuit de 15 heures à 723K est reproduit dans la Fig. 13.

Ce spectre a été interprété en admettant un désordre partiel de l'alliage, avec coexistence de la phase ordonnée avec la phase désordonnée correspondante. Un ajustement basé sur cette dernière interprétation donne les paramètres hyperfins indiqués dans le Tableau VIII.

Le champ de 322 kOe suggère en plus du champ de la pha-

se désordonnée (313 k0e), la présence de phase- α . On ne peut pas exclure la formation d'une faible quantité de kamacite produit par le traitement thermique. D'ailleurs l'analyse par rayons-X bien que pas très bien résolues semble indiquer la présence de kamacite.

III.2 - Recuit à 1073K

La lame de la météorite Santa Catharina a été traitée à 1073K pendant 20 heures en atmosphère inerte et mesurée à la température ambiante (Fig. 14).

L'analyse métallographique montre que la matrice présente des signes de recristallisation tendant à devenir un alliage homogène de composition moyenne de $\sim 36\%$ Ni sans l'hétérogénéité de la ségrégation des phases.

Le spectre Mössbauer de cette lame recuite ressemble tout à fait celui d'un alliage Fe-Ni $\sim 35\%$ Ni. Il correspond au résultat d'une distribution de champ hyperfin due à l'hétérogénéité de l'environnement immédiat de chaque atome de fer dans l'alliage. Si on l'ajuste avec un seul champ hyperfin moyen on trouve $H_i = 284 \pm 4$ k0e avec des lignes très élargies ($\Gamma = 1,28$ mm.s⁻¹).

Un échantillon recuit à 1073K et refroidi à 77K pour quelques heures montre la transformation martensitique mise en évidence par la microstructure caractéristique. Le spectre Mössbauer confirme la présence de martensite, et révèle deux sextets magnétiques. L'analyse en microsonde électronique montre encore quelques hétérogénéité de concentration de Ni.

Ceci démontre que le traitement auquel a été soumis l'échantillon n'a pas été suffisant pour l'homogénéisation complète. Continuant le recuit, une homogénéisation complète est atteinte après 19 heures à 1373K et la transformation martensitique disparaît même après refroidissement à 4,2K.

IV - Les effets du choc sur la météorite Santa Catharina

Pour soumettre les échantillons de la météorite à des ondes de choc, on a construit un système spécial en acier inoxydable de 1 1/2 pouce d'épaisseur sur lequel une plaque volante permet d'exposer des petites lames de la météorite à des chocs de plusieurs centaines de kbar.

On a réalisé des expériences avec des chocs d'environ 100 et 200 kbar. On a utilisé des lames d'environ 1mm d'épaisseur de la partie la plus homogène de la météorite. La forme et l'épaisseur des lames s'ajustait dans l'enceinte d'acier inoxydable soumise à l'onde de choc. Ainsi sont évitées les réflexions multiples de l'onde de choc dans l'échantillon. Immédiatement après l'explosion l'ensemble contenant la météorite était trempé dans l'eau.

IV.1 - Résultats

Les échantillons ont été mesurés après choc par spectroscopie Mössbauer en géométrie de dispersion, puis ils ont été amincis pour des mesures en transmission (Fig. 15, Tableau IX). On n'a pas trouvé de différence remarquable entre les va-

leurs observées en dispersion et en transmission; ceci montre que l'amincissement de l'échantillon n'introduit pas de modification importante. Les paramètres hyperfins ne sont pas altérés. Il y a cependant une réduction remarquable de 50,23% à 23,72% de la proportion correspondante à la phase ordonnée. Les lignes attribués à la phase désordonnée sont nettement élargies sous l'effet du choc. Ceci est compatible avec l'augmentation de désordre. La phase-paramagnétique ne souffre pas d'altération avec le choc.

Les échantillons ont été étudiés après choc par analyse métallographique. Les effets sont visibles sous forme de plans de glissement.

L'analyse par microsonde électronique à balayage révèle aussi la présence de deux phases distinctes une plus riche et l'autre plus pauvre en Ni; il y a des changements visibles de morphologie de la phase plus pauvre en Ni. Ceci semble être la conséquence d'une déformation mécanique car une morphologie similaire est produite par laminage de l'échantillon.

L'analyse de microsonde révèle que le contenu en Ni de la zone moins riche en Ni reste inaltéré avec ~30% Ni. La phase plus riche en Ni présente une dispersion apparemment plus grande du contenu de Ni de 40 à 50% Ni par rapport à la météorite non choquée. L'analyse par rayons-X de la météorite choquée montre la présence des lignes de surstructure correspondante à la phase ordonnée.

Les échantillons ont été refroidis après choc à 77K et le spectre Mössbauer mesuré à 300K. Aucune transformation n'est observée. Il n'y a donc pas eu de transformation martens-

sitique de la phase- γ paramagnétique.

Ceci prouve encore une fois que la phase désordonnée dont la proportion augmente par choc est celle riche en Ni qui ne présente de transformation martensitique à aucune température.

En résumant, l'effet du choc, vérifié avec Santa Catharina peut être interprété comme une destruction de l'ordre à longue distance par onde de choc (Danon et al., 1981). Ces résultats sont semblables à ceux observés avec l'alliage ordonnée Cu_3Au .

Comme mentionné auparavant les effets de laminage ont une ressemblance avec ceux du choc. Le laminage introduit aussi des défauts de structure dans les alliages.

Avec des échantillons laminés jusqu'à des épaisseurs du dixième de millimètre, nous avons mesuré le spectre Mössbauer à 300K dont les paramètres hyperfins sont donnés dans le tableau X. On vérifie aussi une augmentation de la proportion de phase désordonnée, la phase- γ paramagnétique restant pratiquement inaltéré.

Ces échantillons laminés ne montrent aucune évidence de transformation après refroidissement à 77K.

V - Les effets de la mise en poudre

Nous avons entrepris des expériences sur des poudres des météorites Santa Catharina et Cape York qui montrent que la transformation de phases $\gamma \rightarrow \alpha$ est induite par le traitement mécanique de ces deux météorites.

V.1 - Le spectre Mössbauer de poudre de Santa Catharina et Cape York.

Le spectre Mössbauer de la météorite Santa Catharina en poudre est nettement différent (Fig. 16) du spectre observé avec des lames minces de cette météorite (Fig. 5). On observe la présence d'un nouveau spectre magnétique avec un champ hyperfin plus élevé (~ 330 kOe), n'ayant pas d'interaction quadrupolaire; il est attribué à la phase- α . L'intensité de la phase- γ paramagnétique diminue lors de la mise en poudre et passe de 40 à 8% en proportion. Au fur et à mesure que la poudre devient plus fine, l'intensité de la ligne centrale diminue et devient pratiquement absente dans le spectre obtenu avec une poudre 400 mesh.

Le même phénomène a été constaté sur les lamelles de la météorite Cape York (Fig. 17). Le spectre se modifie avec l'augmentation de la proportion de phase- α .

Des modifications, également attribuables à la mise en poudre, se manifestent dans l'étude aux rayons-X: sur les lames minces de Santa Catharina, les phases α sont indécélables, alors que le diagramme de poudre Debye-Scherrer révèle des raies intenses de la phase- α .

Les résultats montrent que la phase paramagnétique correspondant à la raie centrale du spectre Mössbauer de la météorite Santa Catharina et des lamelles extraites de l'octaédrite Cape York est instable. Une transformation martensitique est produite par effet mécaniques lors de la mise en poudre. Ceci contraste avec la stabilité de cette même phase paramagné-

tique vis à vis de la température.

VI - Conclusions

Nous avons tenté de caractériser les phases métalliques de la météorite Santa Catharina. Nous avons étudié les deux formes de taenite présentes dans cette ataxite: la taenite "claire" et la taenite "obscur", qui sont reconnaissables optiquement.

Nous avons étudié ces formes de taenite à l'aide de techniques optiques, de mesures de microsonde électronique, d'analyses aux rayons-X et en spectroscopie Mössbauer.

Nous avons ainsi essayé de définir de façon précise la nature de ces taenites et de discuter le problème de leur origine. A ce point il faut tout d'abord souligner le fait que les alliages de Fe-Ni trouvés dans la météorite de Santa Catharina présentent des particularités qui les distinguent sur plusieurs points des alliages Fe-Ni de même composition préparés au laboratoire.

VI.1 - Conclusions de l'étude descriptive de la météorite Santa Catharina.

Commençons tout d'abord par l'aspect qui a été souligné par de nombreux auteurs à propos du fer de Santa Catharina: l'état oxydé de la météorite. Même dans les échantillons choisis parmi les moins altérés, on trouve de l'oxygène distribué de façon hétérogène.

Des deux phases exprimées, de structure très diffé-

rente l'une de l'autre, seule la taenite "obscur" contient de l'oxygène, tandis que la taenite "claire" n'en contient pratiquement pas. Les variations de teinte de la taenite "obscur" semblent corrélées avec la teneur en oxygène. Ainsi, l'explication la plus directe, et qui a été soulignée pas des auteurs tels que Buchwald et Bowles, est que la météorite Santa Catharina contient une phase non-oxydée et une autre phase à degré variable d'oxydation. Cependant nos résultats montrent que l'oxygène ne semble pas lié sous forme d'oxyde, ce qui est un fait surprenant, si l'on tient compte de l'affinité des éléments métalliques présents vis-a-vis de celui-ci.

En effet, les expériences de recuit thermique que nous avons effectuées sur divers échantillons du fer de Santa Catharina ont abouti à une homogénéisation des alliages de Fe-Ni de cette météorite, ce qui semble exclure la possibilité de la présence d'importantes quantités d'oxydes de fer ou de nickel dans nos échantillons.

Ce résultat a été confirmé pas de mesures de spectroscopie Mössbauer, qui indiquent que la proportion d'oxydes de fer dans nos échantillons était négligeable.

L'oxygène semble donc être en grande partie occlus dans une des phases de la météorite. Il faut souligner que ce type d'occlusion de l'oxygène dans des alliages de fer n'est pas un phénomène inconnu puisqu'il a déjà été décrit pour des alliages artificiels. Son existence dans le fer de Santa Catharina n'avait jamais encore, à notre connaissance, été rapportée et mériterait certainement une étude plus détaillée.

VI.2 - Conclusions sur les mesures de microsonde électronique, diffraction de rayons-X et spectroscopie Mössbauer.

Les analyses en microscopie électronique à balayage et à la microsonde électronique révèlent que les deux phases de fer-nickel de l'ataxite Santa Catharina ont des concentrations en Ni significativement différentes, avec des proportions de Ni-Fe proches de 50:50 pour l'une et de 30:70 pour l'autre.

Les spectres Mössbauer obtenus avec des sections minces de la météorite montrent la présence d'au moins deux phases. Les interactions hyperfines correspondant à l'une des phases sont caractéristiques de la phase ordonnée avec la surstructure L10 de l'alliage Fe-Ni. Les diagrammes de rayons-X confirment par ailleurs la présence de quantités importantes de cette surstructure L10. Cette phase a la proportion idéale 50:50, mais on doit se rappeler que son domaine de stabilité est assez étendu, et cette surstructure peut être présente dans des alliages avec des pourcentages en Ni de l'ordre de 40%.

La seconde phase indiquée dans les spectres Mössbauer est paramagnétique à la température ambiante, ce qui indique une proportion en Ni inférieure à 30%.

On peut donc supposer que les deux phases identifiées par spectroscopie Mössbauer correspondent bien à celles observées en microscopie électronique, et dont les teneurs en Ni ont été déterminées à la microsonde. Cette identification pose cependant un certain nombre de problèmes d'importance capitale pour une meilleure compréhension de la minéralogie de l'ataxite Santa

Catharina:

- a - tout d'abord, des résultats de microscopie électronique par transmission ont été interprétés comme révélant l'existence d'une même structure pour les deux types de taenite reconnaissables optiquement. Ceci implique que les deux phases identifiables au microscope ne correspondent pas à celles détectées par effet Mössbauer: la météorite serait en fait constituée par un mélange très intime de la phase ordonnée avec une phase moins riche en Ni; les différences de structure à une échelle plus grande seraient le résultat de phénomènes de ségrégation et d'oxydation. Cette interprétation, qui ne contredit en rien les conclusions de la diffraction des rayons-X et de la spectroscopie Mössbauer, est un peu surprenante au vu de nos résultats de mesures de microsonde. Les études de microscopie électronique en transmission sont encore assez sommaires, et on peut penser qu'une utilisation plus approfondie de cette technique pourrait permettre d'éclaircir cette question.
- b - Si la phase "obscur", riche en Ni, de l'ataxite Santa Catharina, correspond bien à la phase ordonnée, la question se pose de la comparaison avec la phase ordonnée connue dans d'autres météorites.

La surstructure Llo, est un constituant assez fréquent de la phase métallique de tous les types de météorites, où on la désigne sous le nom de tétrataenite. Ce minéral, identifié à la taenite "claire" des météorites est caractérisé par ailleurs par son anisotropie optique, et son spectre Mössbauer typique de la phase ordonnée, dont il possède les lignes de surstructure Llo

dans le spectre de diffraction de rayons-X.

La phase riche en Ni de Santa Catharina a un aspect différent de la taenite "claire" des autres météorites. En particulier, elle ne présente pas l'anisotropie optique caractéristique de la tétrataenite.

L'absence de cette anisotropie optique ne constitue toutefois pas un argument définitif contre l'identification de la taenite "obscur" de Santa Catharina à la tétrataenite, car cette propriété dépend de la dimension des domaines ordonnées dans l'échantillon.

Il n'est pas impossible par ailleurs que la différence de comportement optique de la taenite "obscur" de Santa Catharina soit due à des différences de teneurs en éléments tels que l'oxygène ou le soufre.

Ces considérations nous amènent maintenant à la question de l'origine de la phase ordonnée dans l'ataxite Santa Catharina.

Il a été proposé que l'apparition de la phase ordonnée de Santa Catharina puisse être due à une oxydation de cet objet depuis sa chute sur terre. Nous ne sommes pas favorables à cette interprétation, car d'une part, les phénomènes d'oxydation et les mécanismes théoriques invoqués sont insuffisamment démontrés; d'une autre part, la phase ordonnée a été identifiée dans un grand nombre de météorites où les phases métalliques ne montrent aucune évidence d'oxydation.

Exigeant pour sa formation des proportions élevées de Ni, il n'est pas surprenant par contre qu'une phase ordonnée 50:50 puisse se former dans une météorite de fer avec une teneur

moyenne en Ni aussi élevée que 35%. La formation de la phase ordonnée dans les météorites serait alors une conséquence de leur histoire thermique. La température critique d'ordre de cette phase est relativement très basses, $T_c = 312C$. Le taux de refroidissement des météorites à l'intérieur des corps parents semble extrêmement lent, à ces températures, de l'ordre du degré par million d'années et l'équilibre thermodynamique pourrait ainsi être atteint.

La présence simultanée des phases ordonnée et non ordonnée permet ainsi de penser que c'est grâce à un refroidissement lent de cette dernière que se forment les domaines d'ordre au voisinage de la température critique.

BIBLIOGRAPHIE

- ALBERTSEN J.F., JENSEN G.B. and KNUDSEN J.M. (1978) - Structure of taenita in two iron meteorites - Nature 273, 453-454.
- ASANO H. (1969) - Magnetism of γ FeNi Invar alloys with low nickel concentration - J. Phys. Soc. Japan 27, 542-553.
- BOWLES J.S., HATHERLY M., MALIN A.S. (1978) - FeNi superlattice formation by corrosion of Santa Catharina meteorite - Nature 276, 168-169.
- BUCHWALD V.F. (1975) - Handbook of Iron meteorites (Berkeley : University of California Press).
- CHAMBEROD A., LAUGIER J. and PENISSON J.M. (1979) - Electron irradiation effects of iron-nickel invar alloys - J. Magn. Magn. Mat., 10, 139-144.
- DANON J., SCORZELLI R.B., AZEVEDO I.S., CURVELLO W., ALBERTSEN J.F. and KNUDSEN J.M. (1978) - Mise en évidence par Effet Mössbauer et diffraction de rayons-X de la présence de l'alliage ordonné Fe-Ni 50-50 dans la météorite Santa Catharina - C.R. Acad. Sci. Paris, 287, 199-201.
- DANON J., SCORZELLI R.B., SOUZA AZEVEDO I., CURVELLO W., ALBERTSEN J.F. and KNUDSEN J.M. (1979) - Iron-nickel 50-50 superstructure in the Santa Catharina meteorite - Nature, 277, 283-284.
- DANON J., SCORZELLI R.B., AZEVEDO I.S., LAUGIER J. and CHAMBEROD A. (1980) - Santa Catharina meteorite and phase composition of irradiated Fe-Ni Invar alloy - Nature, 284, 537-538.
- DANON J., SCORZELLI R.B., AZEVEDO I.S., GUIMARÃES J.R. and GALVÃO E. (1981) - Mössbauer study of the Shock induced order-disorder transition in the Fe-Ni L10 superstructure - Proceedings of the International Conference on the Application of the Mössbauer Effect - India - p. 333.
- DAUBRÉE G.A. (1877) - Observations sur la structure intérieure d'une des masses de fer natif d'ovifak - C.R. Acad. Sci. Paris,

84, 66-70.

- DERBY O.A. (1892) - Is the S. Francisco do Sul (Santa Catharina) Iron a meteorite? - Science, 20, 254-255.
The Santa Catharina meteorite - Am. J. Sci. 3, 29, 33-35.
- GUIGNET E. and OZORIO DE ALMEIDA G. (1876) - Sur un fer météorique très riche en nickel, trouvé dans la province de Santa Catharina (Brésil) - C.R. Acad. Sci. Paris, 73, 917.
- LAUGIER J., PAULEVÉ J. and PAUTHENET R. (1963) - Propriétés magnétiques d'un monocristal d'alliage FeNi ordonné sous champ magnétique par irradiation aux neutrons - C.R. Acad. Sci. Paris, 257, 3340-3343.
- LOVERING J.F. and ANDERSON C.A. (1965) - Electron microprobe analysis of oxygen in an Iron meteorite (Santa Catharina) - Science, 147, 734-736.
- LUNAY M. (1877) - Sur le fer nickelé de Sainte Cathérine - C.R. Acad. Sci. Paris, 85, 84-85.
- MEUNIER S. (1884) - Météorites - Encyclopédie chimique Vol. 2 - M. Premy - Paris.
- NÉEL L., PAULEVÉ J., PAUTHENET R., LAUGIER J. and DAUTREPPE D. (1964) - Magnetic properties of an iron-nickel single crystal ordered by neutron bombardment - J. Appl. Phys., 35, 873-876.
- OWEN E.A., YATES E.L. and SULLY A.M. (1937) - An X-ray investigation of pure iron-nickel alloys. Part 4: the variation of lattice parameter with composition - Proc. Phys. Soc. (London), 49, 315.
- PAULEVÉ J., DAUTREPPE D., LAUGIER J. and NÉEL L. (1962) - Établissement d'une structure ordonné FeNi par irradiation aux neutrons - C.R. Acad. Sci. Paris, 254, 965-968;
Une nouvelle transition ordre-désordre dans FeNi (50-50) - J. Phys. Radium, 23, 841-843.
- PETERSEN J.F., AYDIN A. and KNUDSEN J.M. (1977) - Mössbauer spectroscopy of an ordered phase (Superstructure) of FeNi in iron meteorite - Phys. Lett. A 62, 192-194.

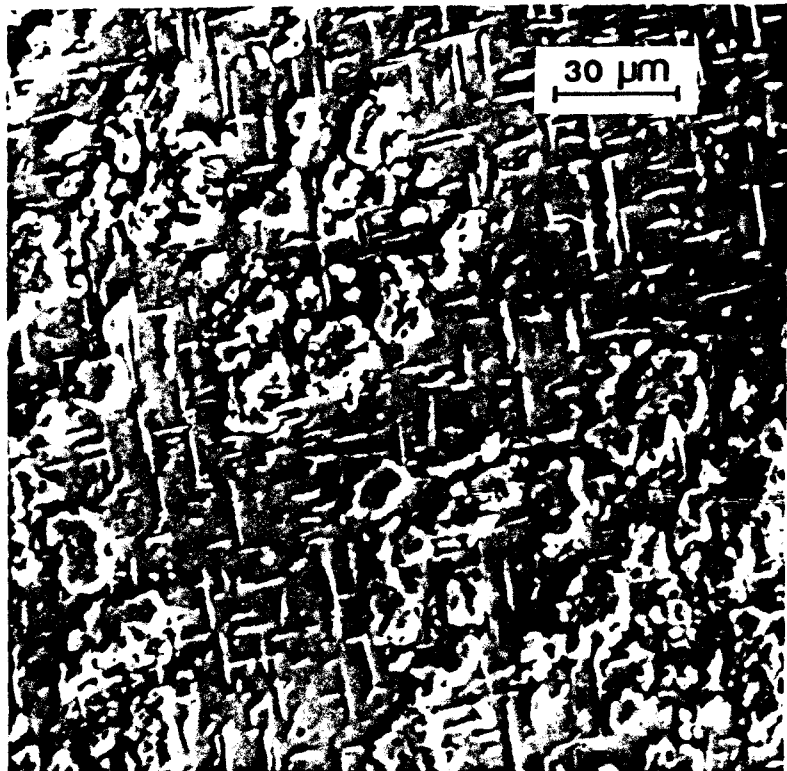


Figure 1

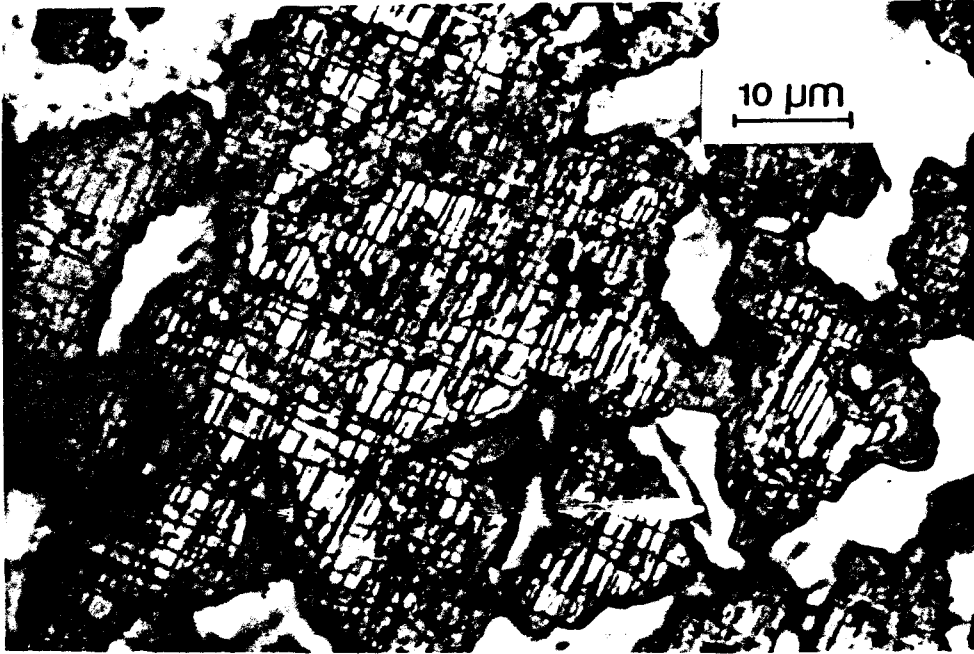
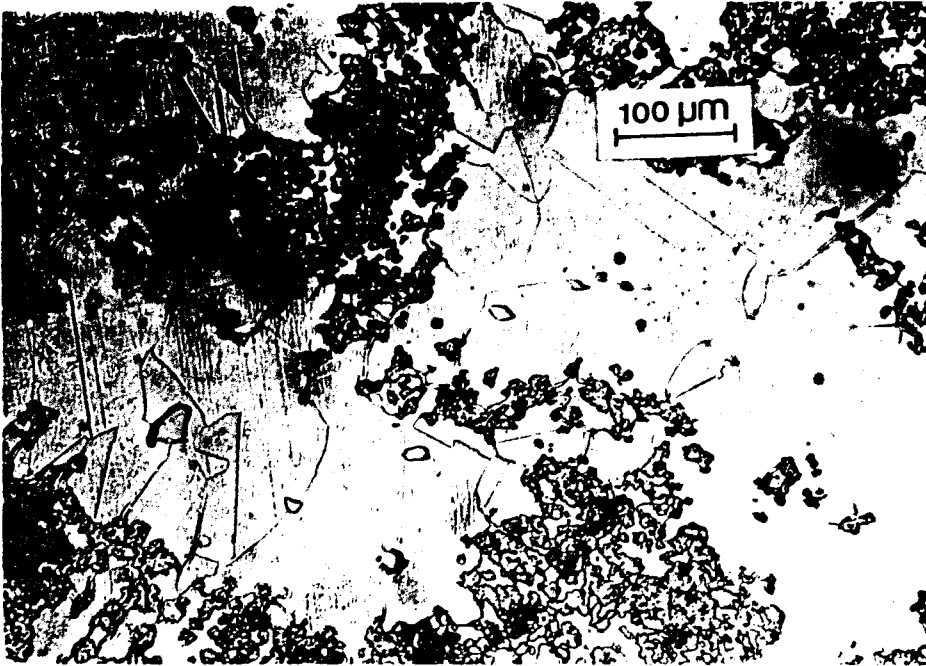
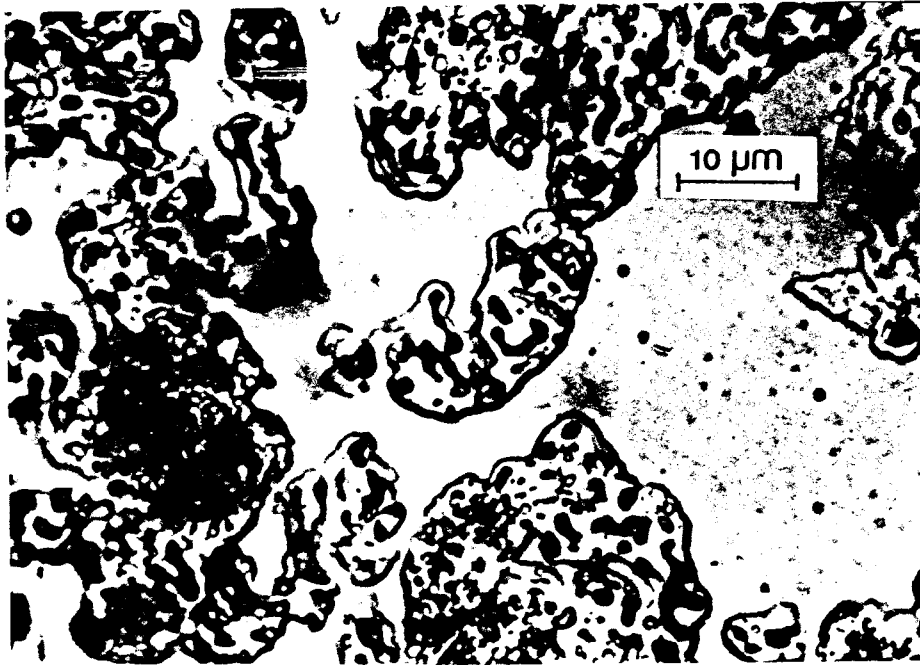


Figure 2



(a)



(b)

Figure 3



Figure 4

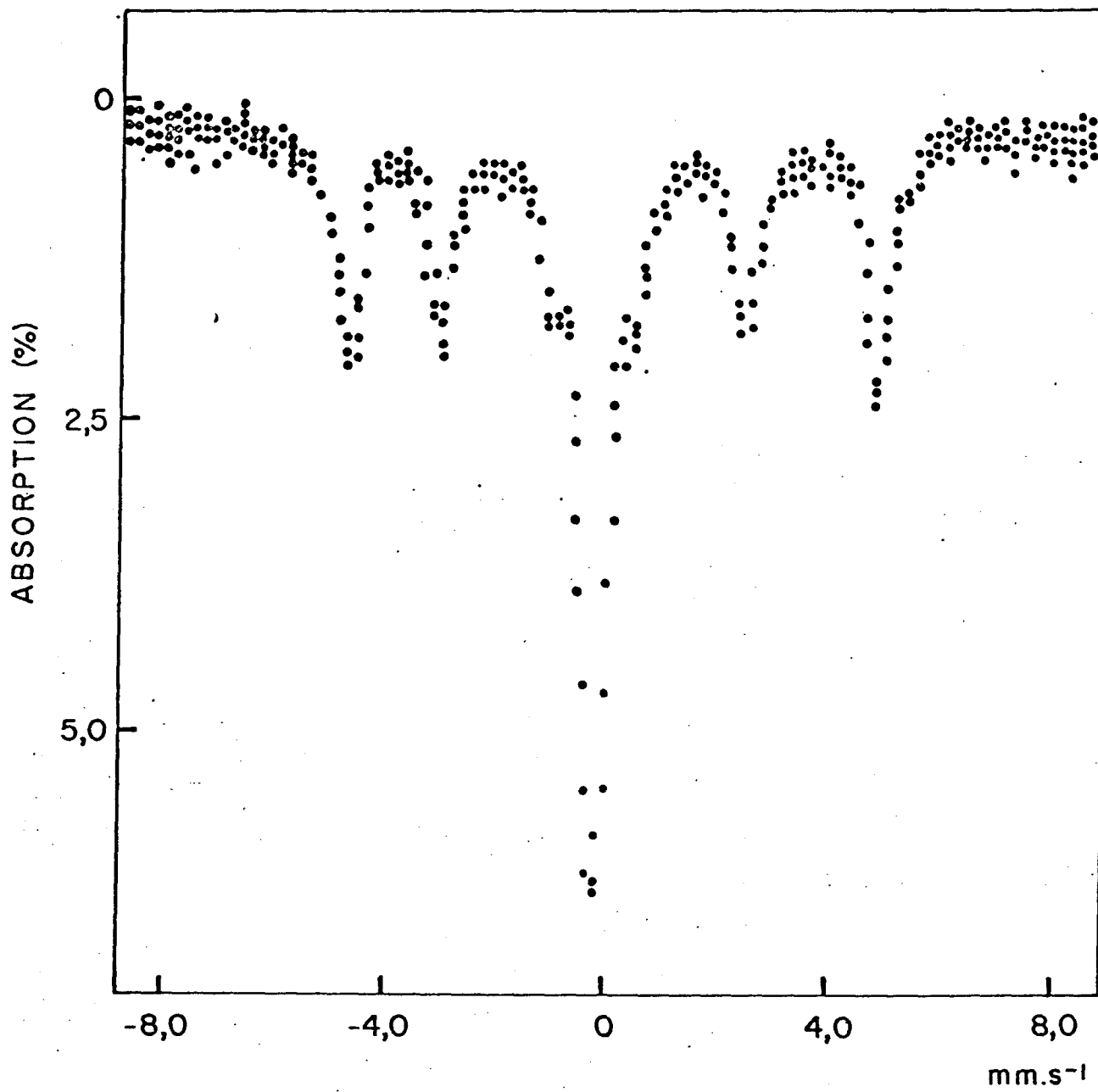


Figure 5

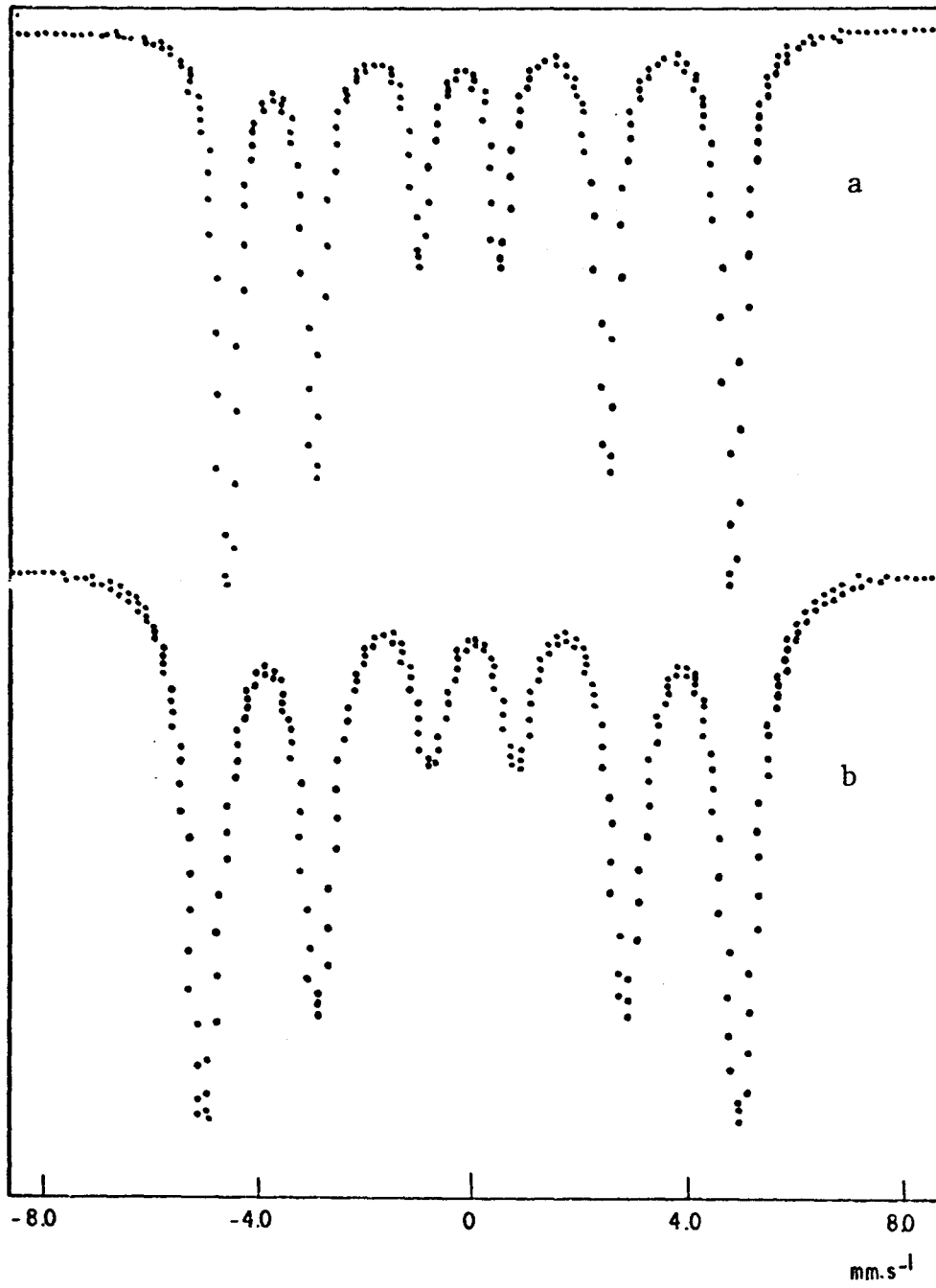


Figure 6

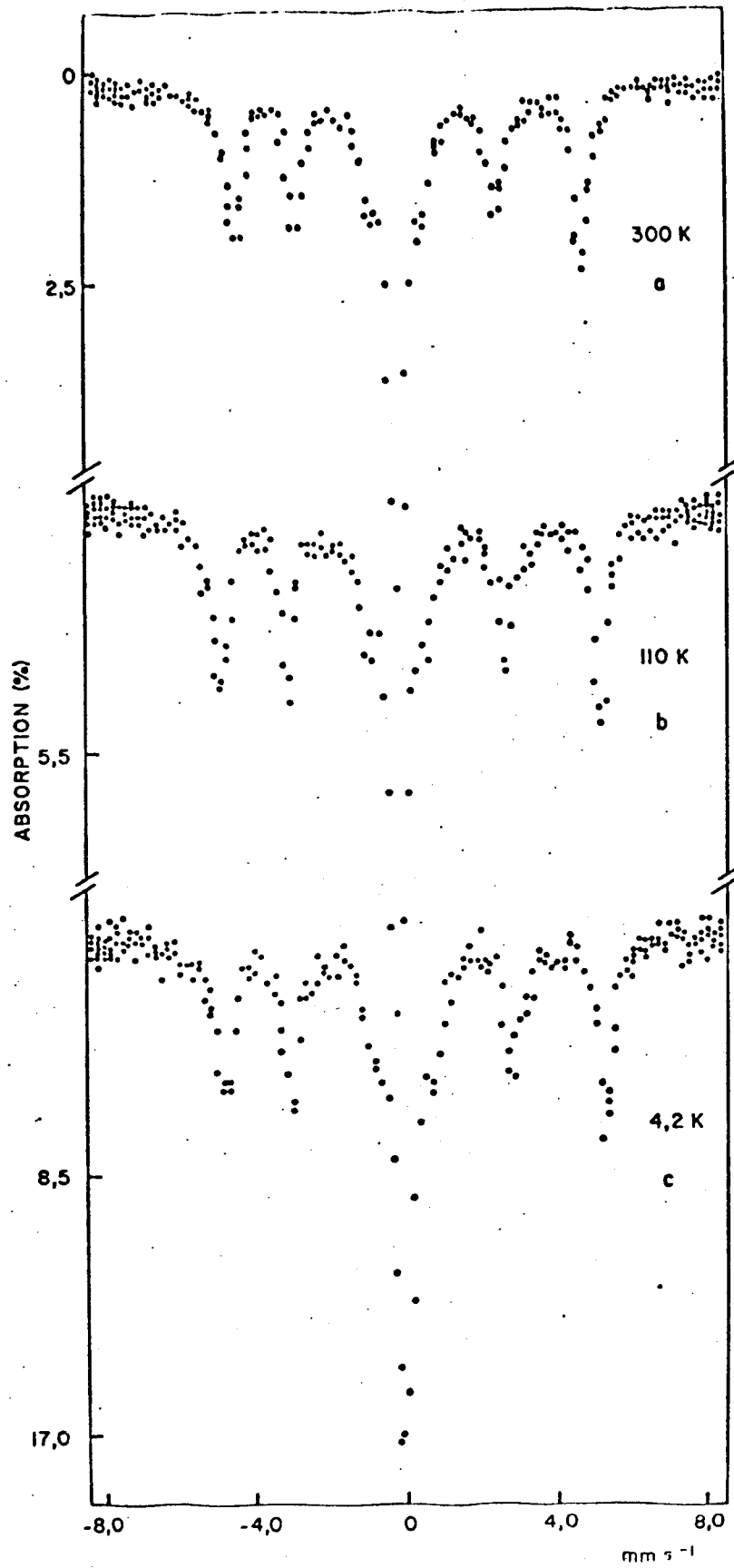


Figure 7

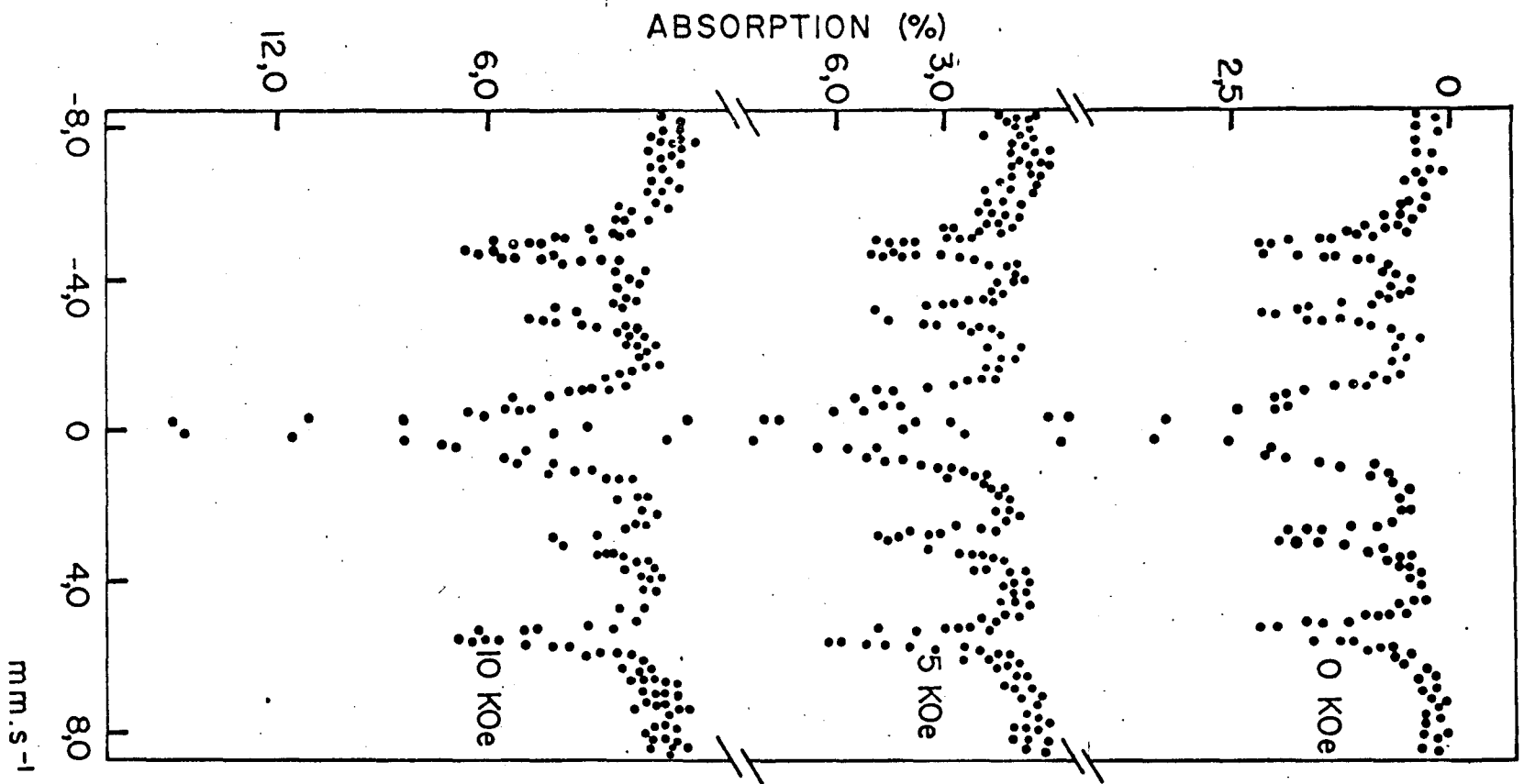


Figure 8a

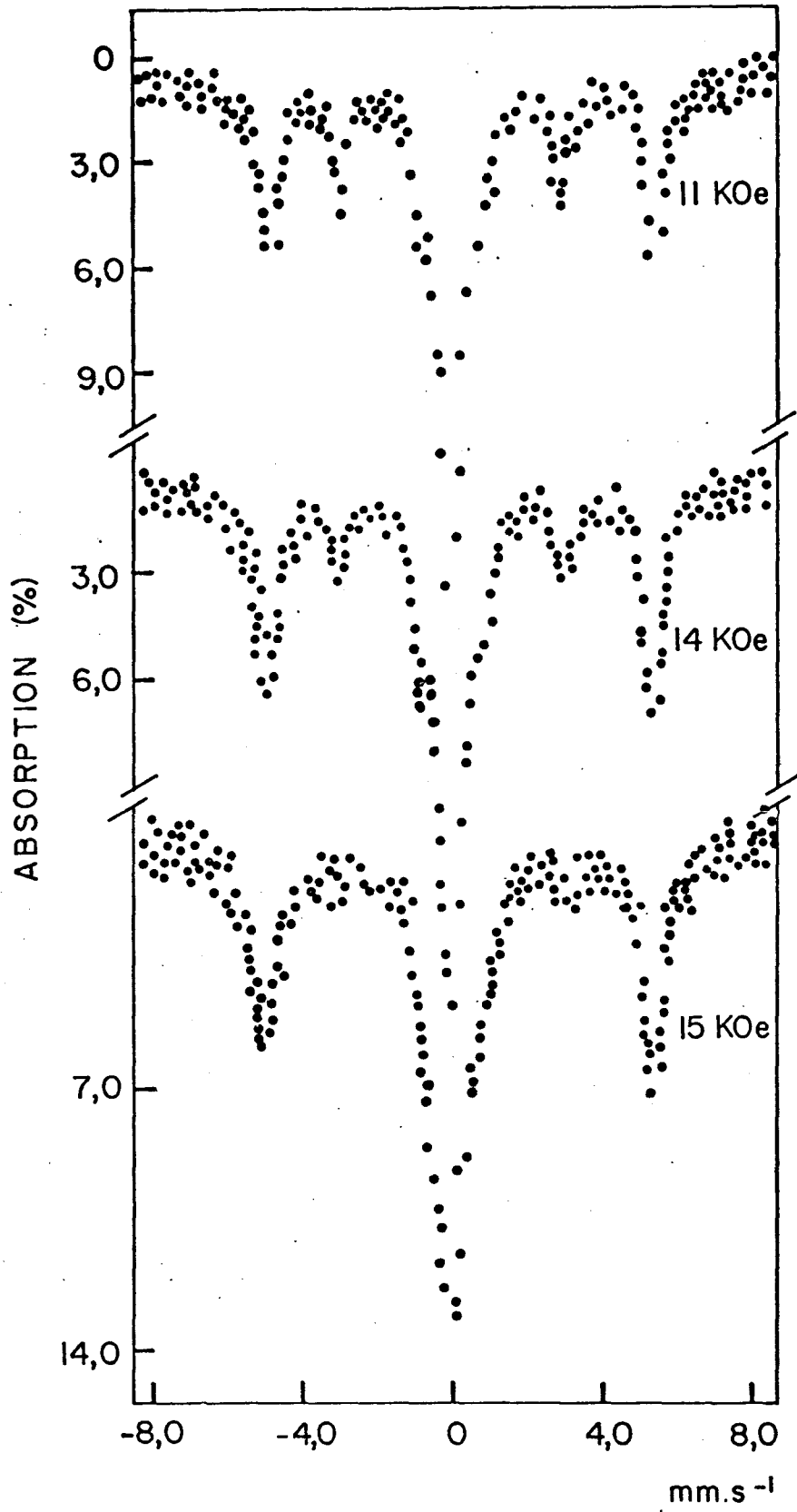


Figure 8b

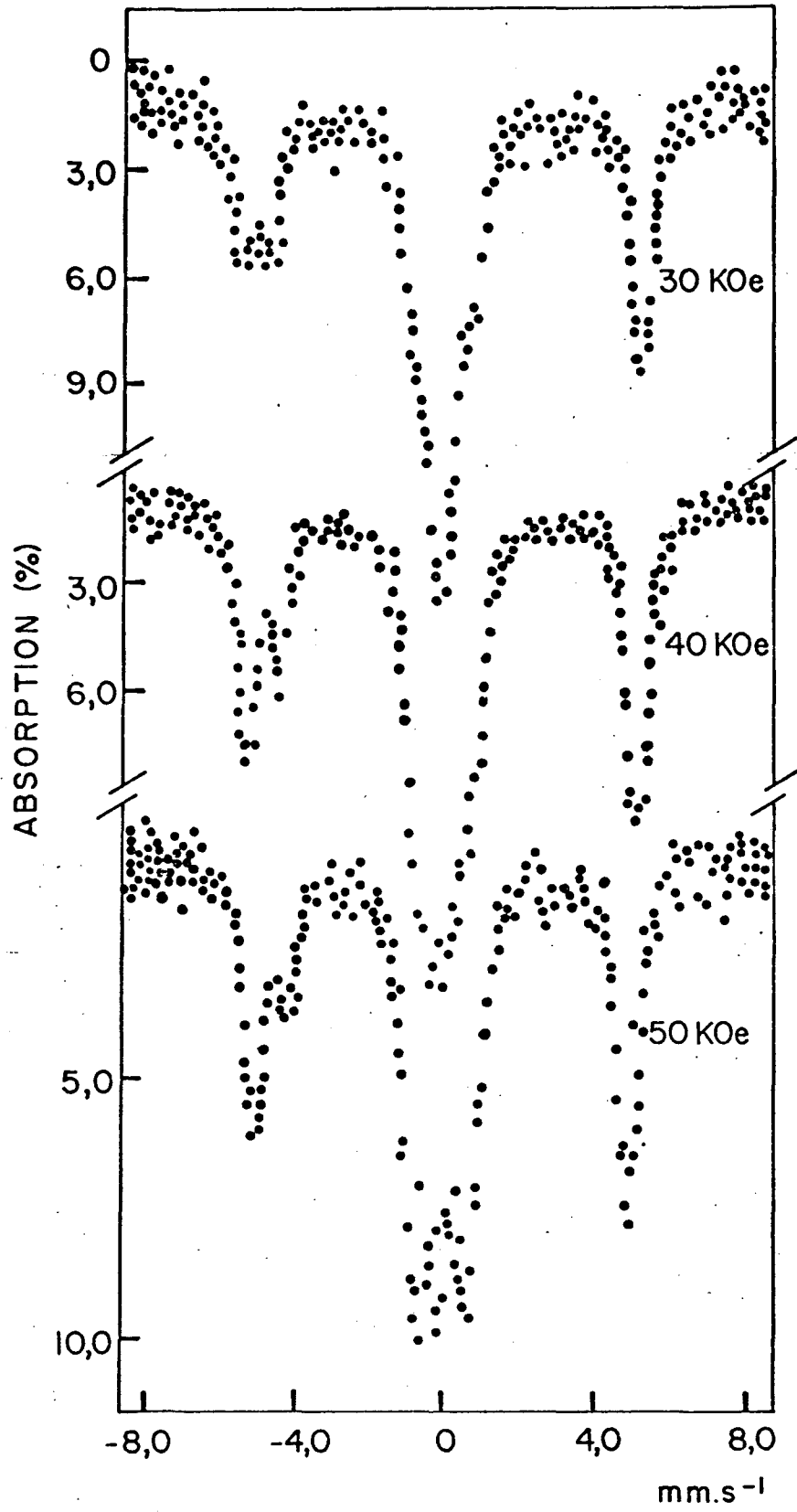


Figure 8c

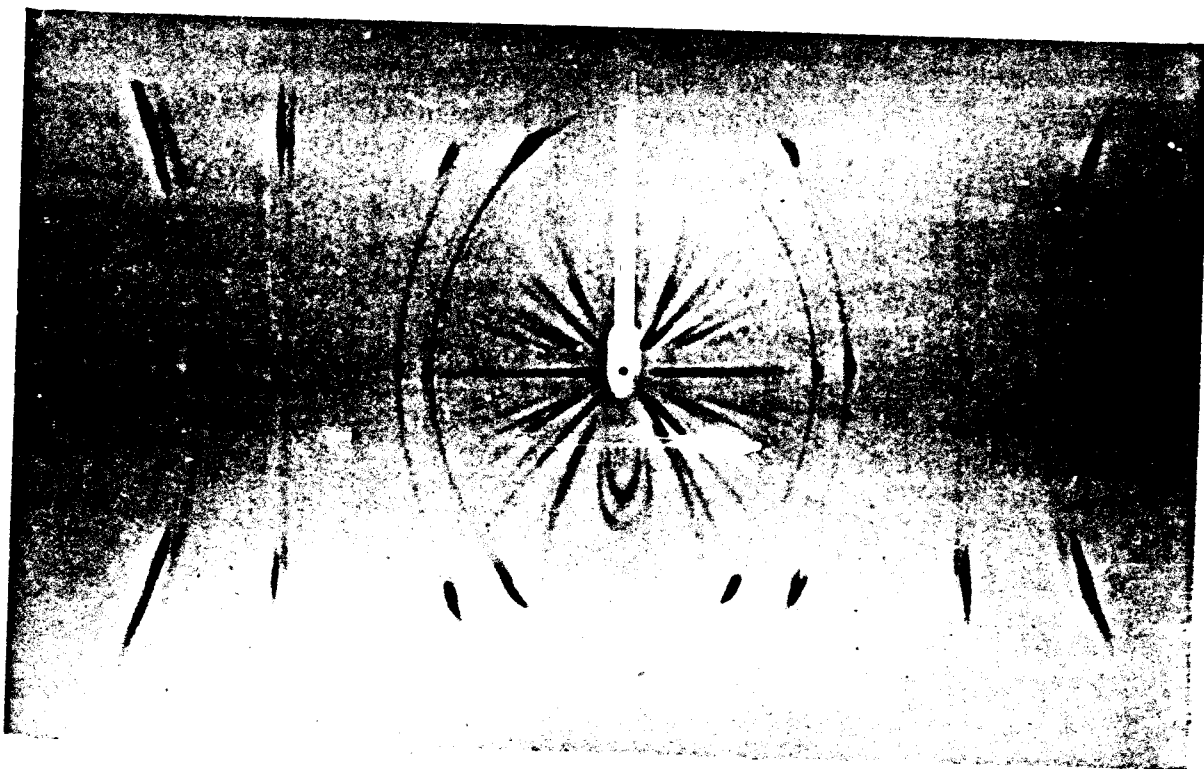


Figure 9

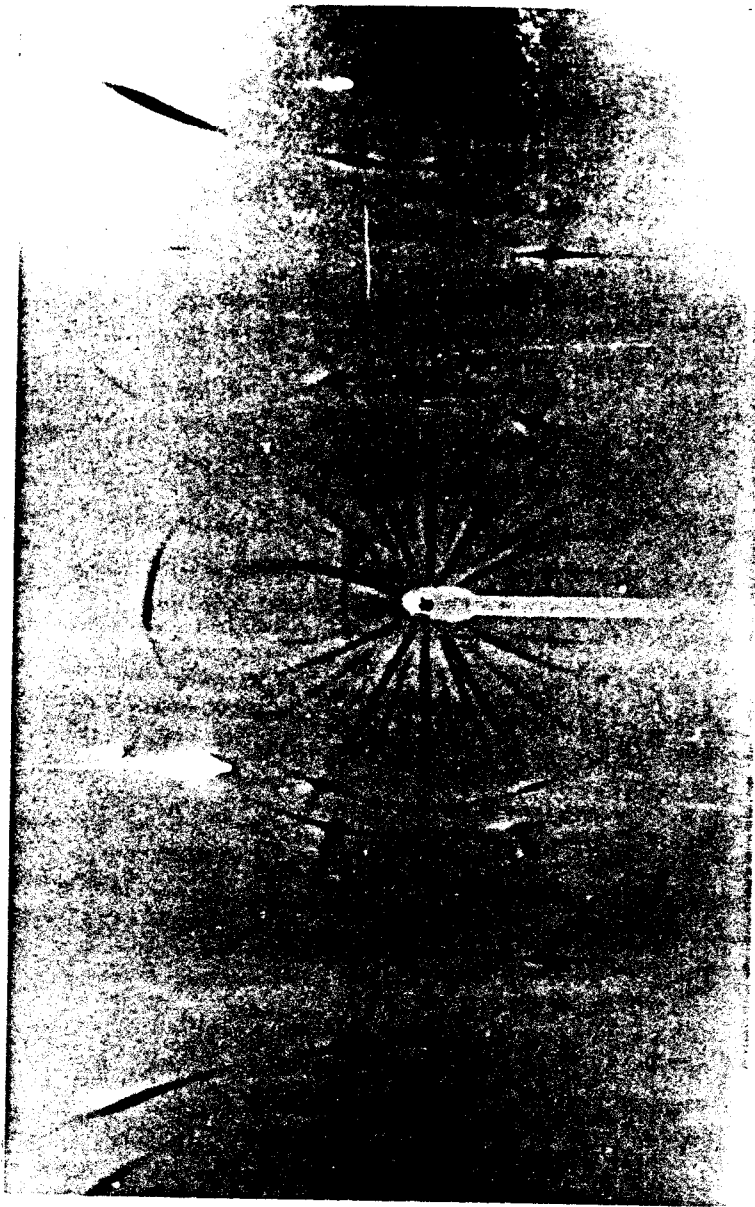


Figure 10

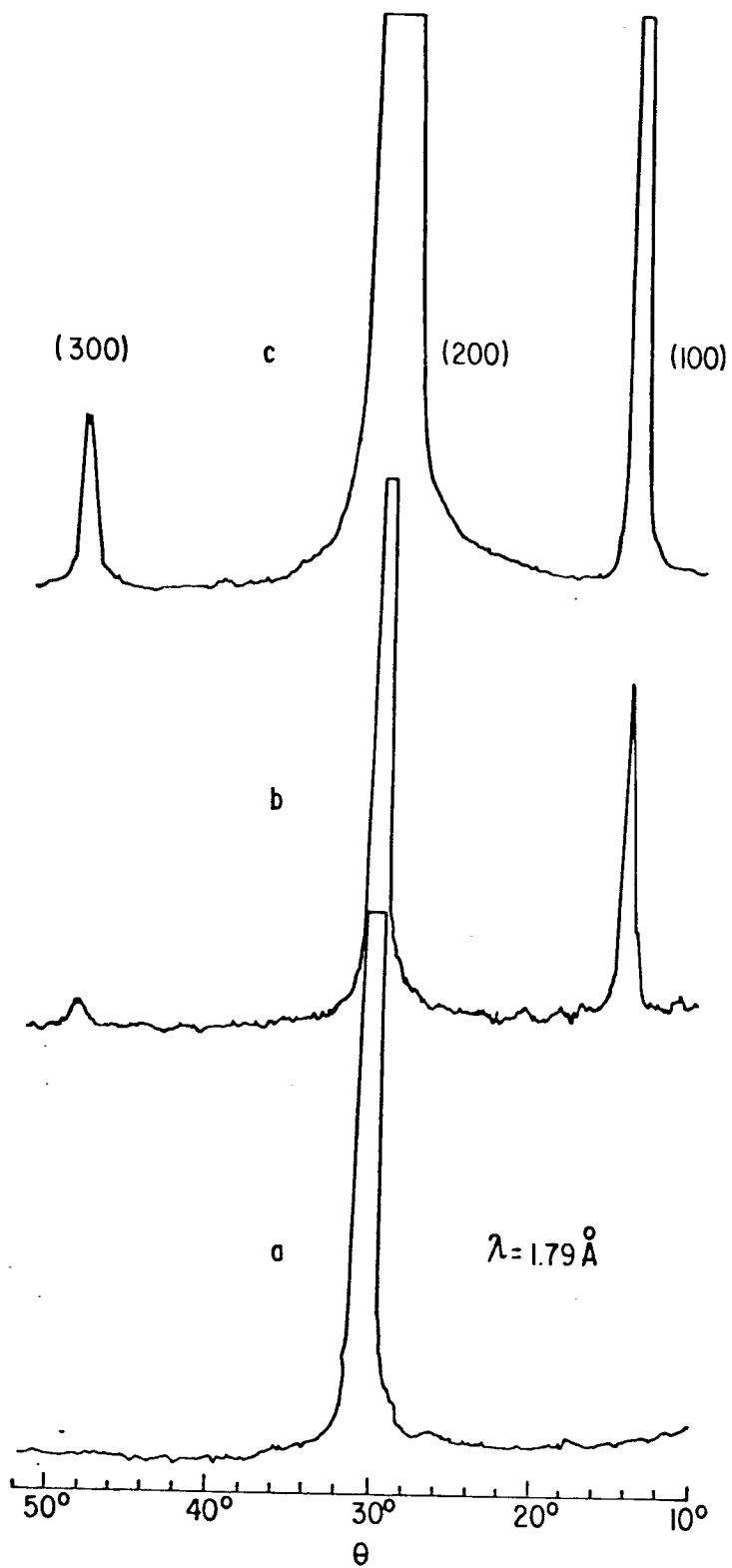


Figure 11

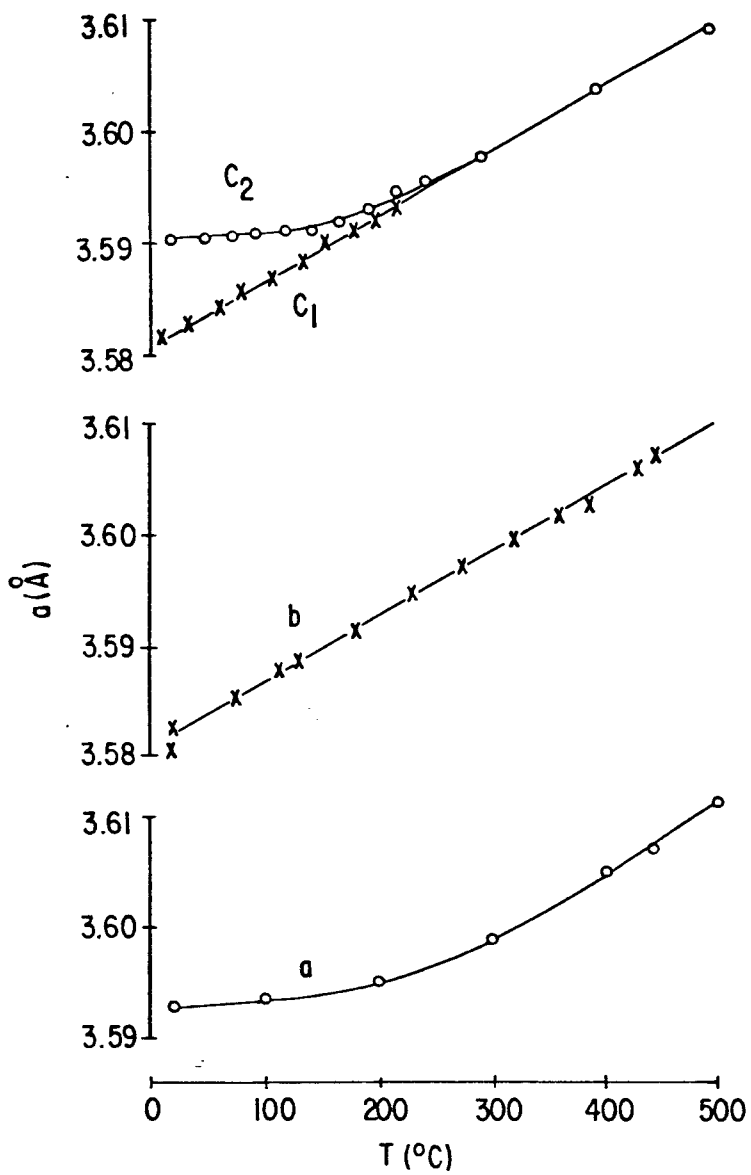


Figure 12

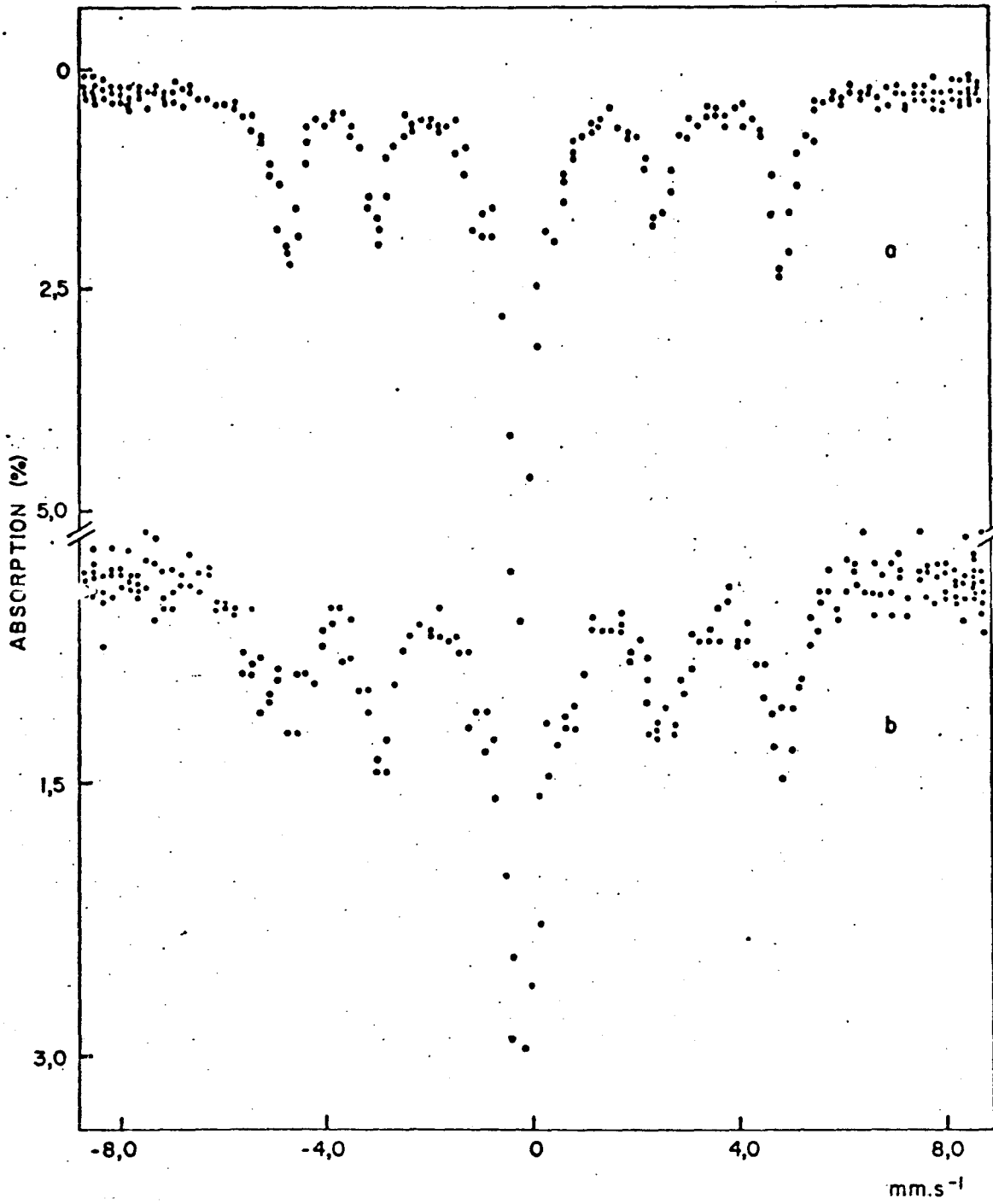


Figure 13

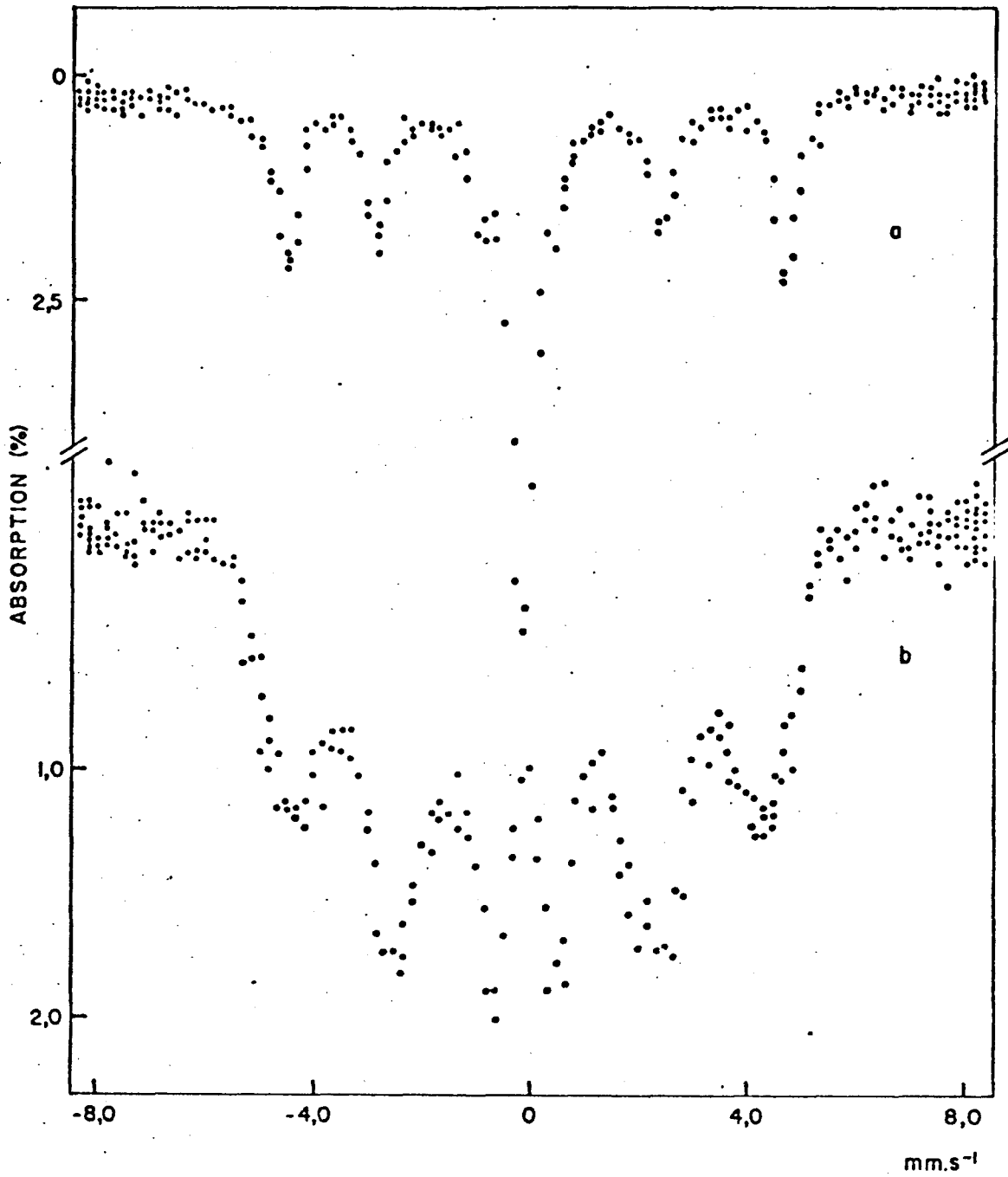


Figure 14

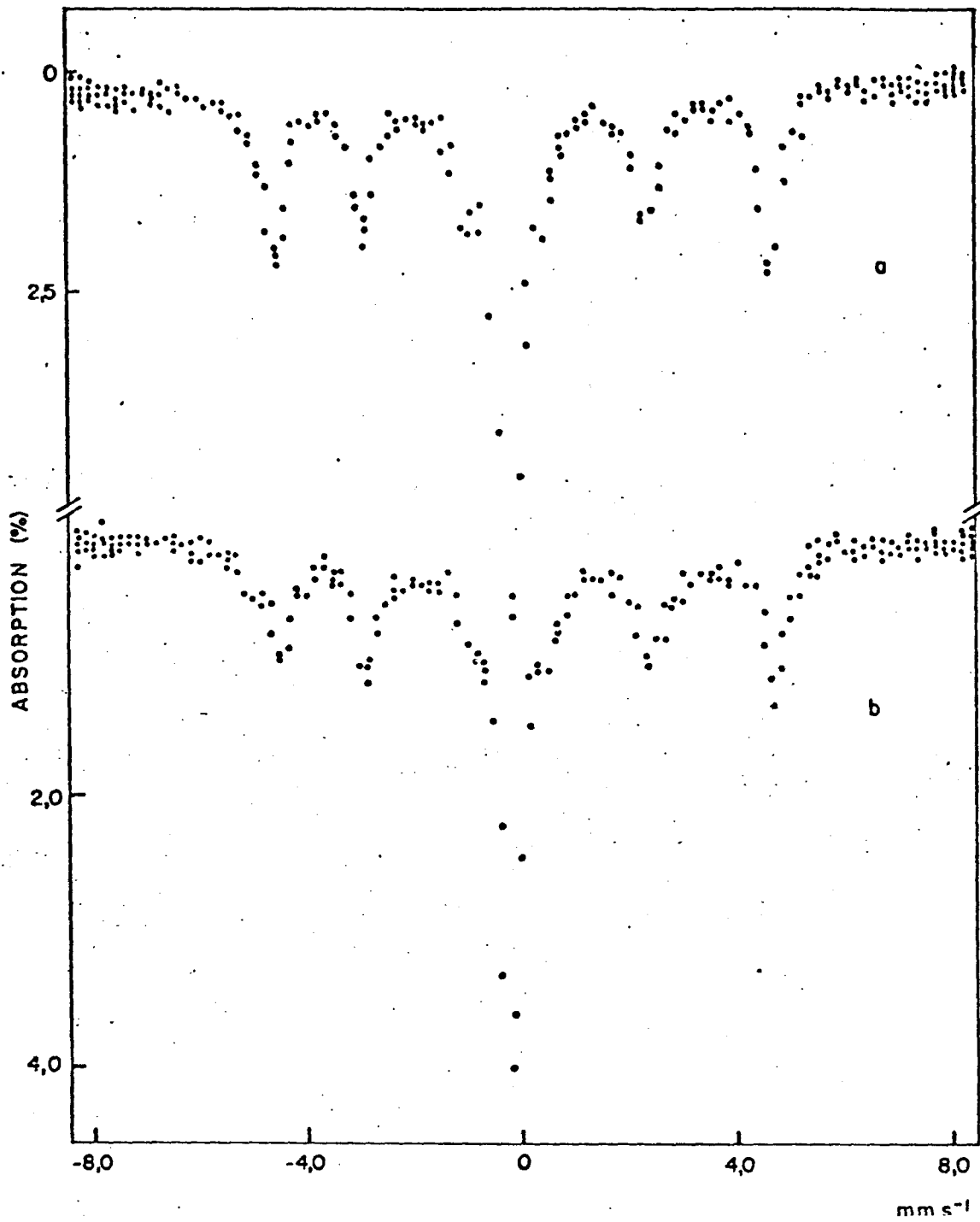


Figure 15

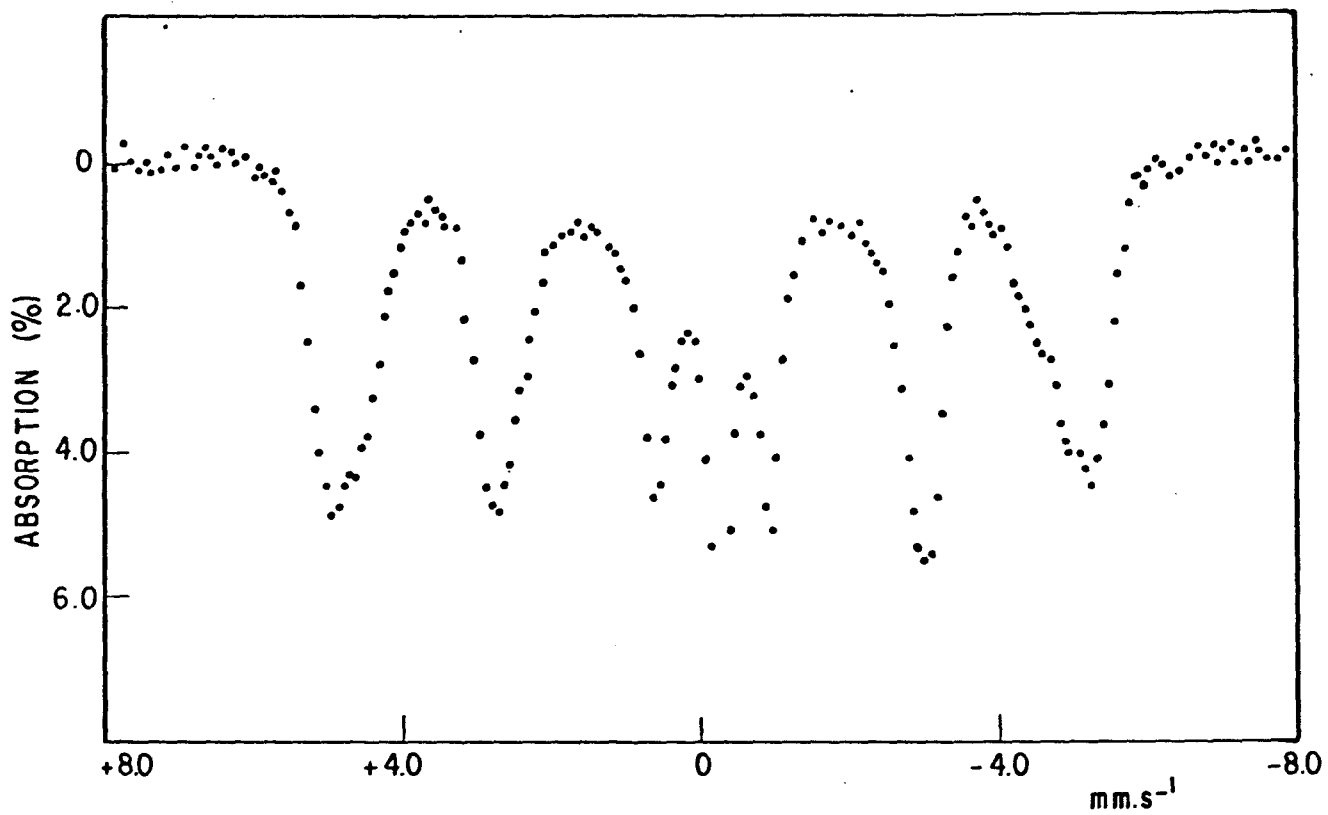


Figure 16

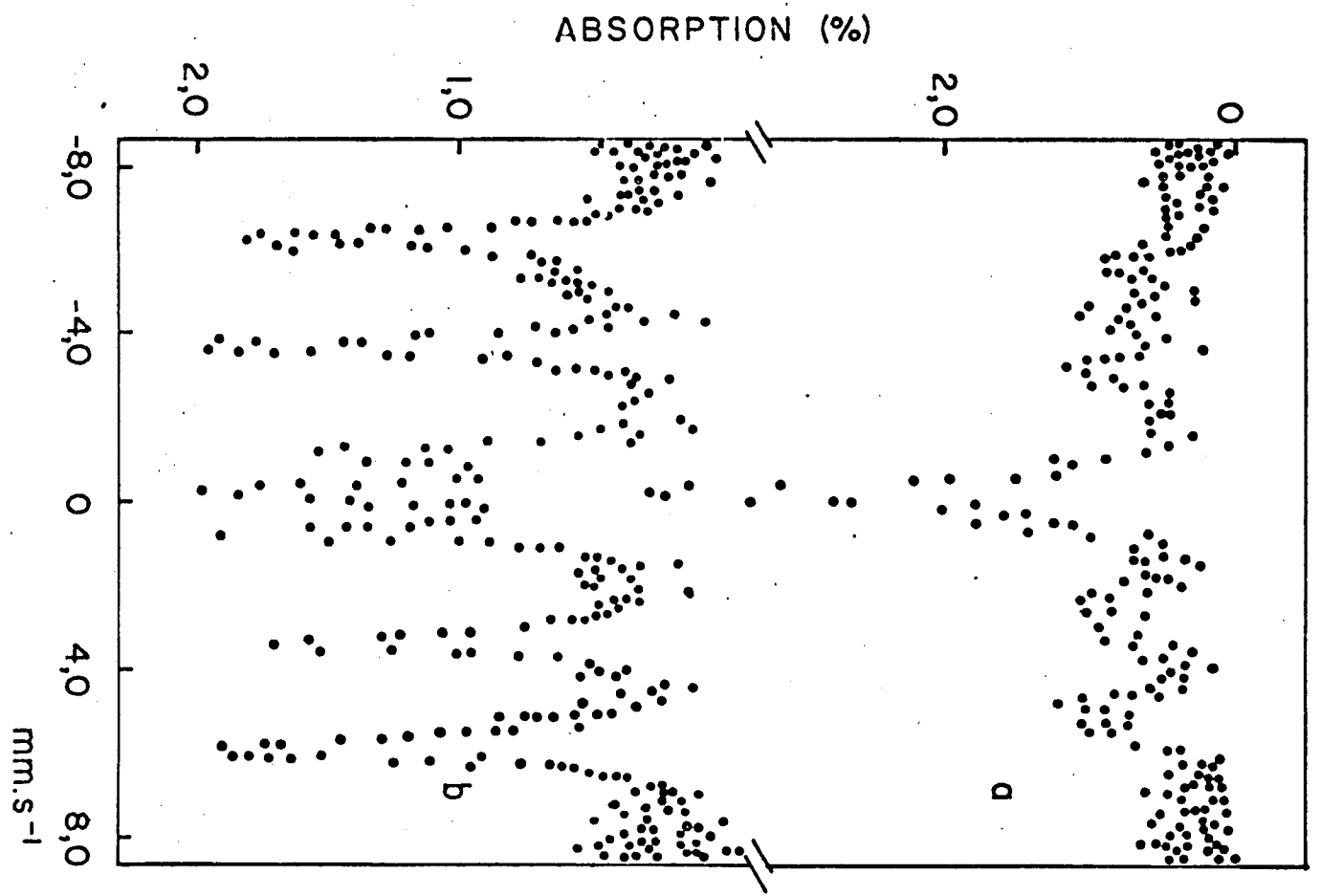


Figure 17

LÉGENDES DES FIGURES

- Fig. 1 - Photomicrographie électronique de balayage (Météorite dans l'état naturel).
- Fig. 2 - Photomicrographie optique de la météorite (dans l'état naturel) avec attaque plus forte.
- Fig. 3 - Photomicrographie optique après traitement de 15 heures à 1073K:
a) détail de la porosité
b) recristallisation de la matrice.
- Fig. 4 - Photomicrographie optique de la martensite obtenue par refroidissement à l'azote liquide après traitement de 15 heures à 1073K.
- Fig. 5 - Spectre Mössbauer de la lame mince polie de la météorite Santa Catharina à la température ambiante.
- Fig. 6 - Spectres Mössbauer:
a) phase- γ ordonnée
b) phase- γ désordonnée.
- Fig. 7 - Spectres Mössbauer de la lame mince polie de la Santa Catharina en basses température:
a) 300K ; b) 110K; 4,2K
- Fig. 8a - Spectres Mössbauer de la Santa Catharina en fonction d'un champ magnétique externe.
- Fig. 8b - Spectres Mössbauer de la Santa Catharina en fonction d'un champ magnétique externe (suite).

- Fig. 8c - Spectres Mössbauer de la Santa Catharina en fonction d'un champ magnétique externe (suite).
- Fig. 9 - Diagramme de cristal tournant de la Santa Catharina, axe d'oscillation dans la direction cristallographique $|100|$, amplitude d'oscillation 110° , exposition 1 heure.
- Fig. 10 - Diagramme de cristal tournant de la Santa Catharina, amplitude d'oscillation 18° autour de la direction de faisceau, exposition de deux heures.
- Fig. 11 - Axe 001 du réseau réciproque déterminé avec un diffractomètre sur monocristal à l'aide de la raie K_α du Co.
a) alliage invar Fe-Ni avant irradiation, b) alliage invar Fe-Ni après irradiation, c) météorite Santa Catharina.
- Fig. 12 - Variation du paramètre de réseau en fonction de la température:
a) alliage Fe-Ni Invar avant irradiation
b) alliage Fe-Ni Invar après irradiation
c) météorite Santa Catharina avant (c_1) et après (c_2) recuit à 800°C pendant 24h.
- Fig. 13 - Spectres Mössbauer de la lame de la Santa Catharina mesuré à température ambiante:
a) avant recuit
b) après recuit de 15 heures à 723K .
- Fig. 14 - Spectre Mössbauer de la Santa Catharina:
a) avant recuit à 1073K
b) après recuit de 20 heures à 1073K .
- Fig. 15 - Spectres Mössbauer de la météorite Santa Catharina:
a) avant le choc
b) après de choc de 200 kbar .

Fig. 16 - Spectre Mössbauer de la météorite Santa Catharina en poudre.

Fig. 17 - Spectre Mössbauer de la météorite Cape York:
a) lammelle; b) poudre.

Tableau I

| | I.S. | ΔE_Q | Γ | H | A |
|-----------------------------------|--------------------|--------------------|--------------------|---------|---------|
| | mm.s^{-1} | mm.s^{-1} | mm.s^{-1} | kOe | % |
| | $\pm 0,005$ | $\pm 0,04$ | $\pm 0,13$ | ± 5 | ± 5 |
| Phase- γ ordonnée | -0,07 | 0,17 | 0,52 | 291 | 55,0 |
| Phase- γ paramagnétique | -0,02 | — | 0,53 | — | 44,67 |

Tableau II

| | I.S. | ΔE_Q | Γ | H | A |
|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|----------------------------------|----------------|--------------|
| | mm.s^{-1} $\pm 0,005$ | mm.s^{-1} $\pm 0,004$ | mm.s^{-1} $\pm 0,13$ | KOe ± 5 | % ± 5 |
| Phase- γ ordonnée | -0,06 | 0,18 | 0,43 | 290 | 50,23 |
| Phase- γ desordonnée | -0,03 | — | 0,71 | 305 | 12,03 |
| Phase- γ paramagnétique | -0,19 | — | 0,52 | — | 37,73 |

Tableau III

| Phase- γ ordonnée | | | | | Phase- γ paramagnétique | |
|--------------------------|---------------------------|----------------------------|---------------------------|----------------|-----------------------------------|----------------------------|
| T | Γ | I.S. | ΔE_Q | H | Γ | I.S. |
| $^{\circ}K$ | $mm.s^{-1}$ $\pm 0,01$ | $mm.s^{-1}$ $\pm 0,005$ | $mm.s^{-1}$ $\pm 0,03$ | kOe ± 5 | $mm.s^{-1}$ $\pm 0,02$ | $mm.s^{-1}$ $\pm 0,006$ |
| 300 | 0,51 | -0,07 | 0,18 | 291 | 0,53 | -0,02 |
| 110 | 0,47 | -0,03 | 0,18 | 293 | 0,46 | -0,09 |
| 4,2 | 0,46 | 0,05 | 0,18 | 295 | 0,53 | -0,07 |

Tableau IV

| | Phase- γ ordonnée | | | | Phase- γ désordonnée | | | Phase- γ paramagnétique | | |
|------------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|------------------|----------------------------------|----------------------------------|------------------|----------------------------------|------------------|-----------------------------------|
| H_{ext} | Γ | I.S. | ΔE_Q | H_{int} | Γ | I.S. | H_{int} | Γ | H_{int} | I.S. |
| kOe | mm.s^{-1} $\pm 0,05$ | mm.s^{-1} $\pm 0,02$ | mm.s^{-1} $\pm 0,08$ | kOe ± 5 | mm.s^{-1} $\pm 0,07$ | mm.s^{-1} $\pm 0,02$ | kOe ± 5 | mm.s^{-1} $\pm 0,05$ | kOe ± 5 | mm.s^{-1} $\pm 0,009$ |
| 0 | 0,43 | -0,06 | 0,18 | 290 | 0,71 | -0,03 | 305 | 0,52 | — | -0,19 |
| 5 | 0,32 | 0,05 | 0,19 | 294 | 0,74 | 0,09 | 310 | 0,53 | — | -0,17 |
| 11 | 0,32 | 0,06 | 0,18 | 293 | 0,70 | 0,08 | 304 | 0,57 | — | -0,08 |
| 14 | 0,36 | 0,09 | 0,16 | 291 | 0,61 | 0,05 | 305 | 0,69 | — | -0,07 |
| 15 | 0,27 | 0,11 | 0,18 | 284 | 0,75 | 0,06 | 301 | 0,89 | — | -0,09 |
| 30 | 0,41 | 0,24 | 0,15 | 280 | 0,41 | -0,03 | 301 | 0,93 | — | -0,06 |
| 40 | 0,45 | 0,24 | — | 266 | 0,55 | -0,01 | 298 | 1,09 | 29 | -0,07 |
| 50 | 0,58 | 0,24 | — | 255 | 0,57 | -0,05 | 284 | 0,34 | 37 | -0,08 |

-55-
Tableau V

| Taches | θ ($^{\circ}$) | d (\AA) | hkl | a (\AA) |
|--------|-------------------------|----------------------|-----|----------------------|
| 1 | 25,64 | 2,05 | 111 | 3,55 |
| 2 | 29,98 | 1,79 | 200 | 3,58 |
| 3 | 44,97 | 1,26 | 220 | 3,57 |
| 4 | 55,96 | 1,08 | 311 | 3,59 |
| 5 | 59,94 | 1,03 | 222 | 3,56 |
| 6 | 88,09 | 0,90 | 400 | 3,58 |

Tableau VI

| $\theta(^{\circ})$ | $d(\text{\AA})$ | (hkl) | $a(\text{\AA})$ | type |
|--------------------|-----------------|---|-----------------|------|
| 14,47 | 3,58 | 001 | 3,58 | S |
| 20,69 | 2,56 | 110 | 3,62 | S |
| 25,64 | 2,08 | 111 | 3,60 | F |
| 29,98 | 1,79 | 200 | 3,60 | F |
| 33,97 | 1,60 | 021 | 3,58 | S |
| 37,74 | 1,47 | 112 | 3,60 | S |
| 44,97 | 1,26 | 220 | 3,56 | F |
| 48,55 | 1,19 | $\left. \begin{array}{l} 221 \\ 003 \end{array} \right\}$ | 3,57 | S |
| 52,20 | 1,13 | 310 | 3,57 | S |
| 55,96 | 1,08 | 311 | 3,58 | F |
| 59,94 | 1,03 | 222 | 3,57 | F |

-57-
Tableau VII

| (hkl) (maille cubique de paramètre \underline{a}) | Type de réflexion | (hkl) (maille tetragonale avec paramètres $a' =$ $= b' = a\sqrt{2}$ $c' = a$) | $\frac{d}{a}$ Å (pour le cas limite de $a \approx c$) |
|--|----------------------|---|---|
| 001 | S | 001 | 1 |
| 110 | S | 100 | $1/\sqrt{2}$ |
| 111 | F | 101 | $1/\sqrt{3}$ |
| {200} {002} | F | 002 | 0,5 |
| 021 | S | 111 | $1/\sqrt{5}$ |
| 112 | S | 102 | $1/\sqrt{6}$ |
| {220} {022} | F | 112 | $1/\sqrt{8}$ |
| 221 | S | 201 | $1/3$ |
| 003 | S | 003 | $1/3$ |
| 310 | S | 120 | $1/\sqrt{10}$ |
| {131} {113} | F | 211 | $1/\sqrt{11}$ |
| 222 | F | 202 | $1/\sqrt{12}$ |

Tableau VIII

| | | I.S. | ΔE_Q | Γ | H | A |
|--|-----------------------------------|----------------------------------|-----------------------------------|----------------------------------|----------------|--------------|
| | | mm.s^{-1} $\pm 0,01$ | mm.s^{-1} $\pm 0,005$ | mm.s^{-1} $\pm 0,03$ | kOe ± 5 | % ± 5 |
| avant recuit | phase- γ ordonnée | -0,06 | 0,18 | 0,43 | 290 | 50,23 |
| | phase- γ désordonnée | -0,03 | — | 0,71 | 305 | 12,03 |
| | phase- γ paramagnétique | -0,19 | — | 0,52 | — | 37,73 |
| après recuit de 15 heures à 723K | phase- γ ordonnée | -0,06 | 0,14 | 0,47 | 294 | 33,65 |
| | phase- γ désordonnée | -0,05 | — | 0,57 | 322 | 30,83 |
| | phase- γ paramagnétique | -0,20 | — | 0,46 | — | 35,52 |

Tableau IX

| | | I.S. | ΔE_Q | Γ | H | A |
|------------------|-----------------------------------|--------------------|--------------------|--------------------|---------|---------|
| | | mm.s^{-1} | mm.s^{-1} | mm.s^{-1} | kOe | % |
| | | $\pm 0,03$ | $\pm 0,03$ | $\pm 0,05$ | ± 5 | ± 5 |
| avant le choc | phase- γ ordonnée | -0,06 | 0,18 | 0,43 | 290 | 50,23 |
| | phase- γ désordonnée | -0,03 | — | 0,71 | 305 | 12,03 |
| | phase- γ paramagnétique | -0,19 | — | 0,52 | — | 37,73 |
| choc 100 Kbar | phase- γ ordonnée | -0,08 | 0,19 | 0,38 | 289 | 42,36 |
| | phase- γ désordonnée | -0,07 | — | 0,91 | 310 | 19,70 |
| | phase- γ paramagnétique | -0,19 | — | 0,42 | — | 37,93 |
| choc 200 Kbar | phase- γ ordonnée | -0,07 | 0,20 | 0,33 | 289 | 23,72 |
| | phase- γ désordonnée | -0,50 | — | 1,00 | 301 | 42,32 |
| | phase- γ paramagnétique | -0,19 | — | 0,40 | — | 34,00 |

Tableau X

| | I.S. | ΔE_Q | Γ | H | A |
|-----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|---------------------------------|----------------|--------------|
| | mm.s^{-1} $\pm 0,02$ | mm.s^{-1} $\pm 0,06$ | mm.s^{-1} $\pm 0,1$ | kOe ± 5 | % ± 5 |
| phase- γ ordonnée | -0,06 | 0,15 | 0,66 | 289 | 30,32 |
| phase- γ desordonnée | -0,07 | — | 0,71 | 317 | 34,39 |
| phase- γ paramagnétique | -0,18 | — | 0,70 | — | 35,29 |

NOTES DES TABLEAUX

- Tableau I - Paramètres hyperfins de la lame mince polie de la météorite Santa Catharina.
- Tableau II - Paramètres hyperfins de la lame mince polie de la météorite Santa Catharina avec deux sites magnétiques.
- Tableau III - Paramètres hyperfins des phases ordonné et paramagnétique de la lame mince polie de la Santa Catharina en basses températures.
- Tableau IV - Paramètres hyperfins de la Santa Catharina en fonction du champ magnétique appliqué.
- Tableau V - Indexation du diagramme de la figure 9.
- Tableau VI - Indexation du diagramme de la figure 10.
- Tableau VII - Indexation avec des mailles cubique et tetragonale.
- Tableau VIII- Paramètres hyperfins de la lame de la Santa Catharina avant et après recuit de 15 heures à 723K.
- Tableau IX - Paramètres hyperfins de la Santa Catharina en fonction des pression de choc.
- Tableau X - Paramètres hyperfins de la Santa Catharina après laminage.