

1. Fragment de demi-produit bipyramidé CF.2010.C.041.001.008.A, fouille au Champ Fossé 2010, Mont Lassois, Vix

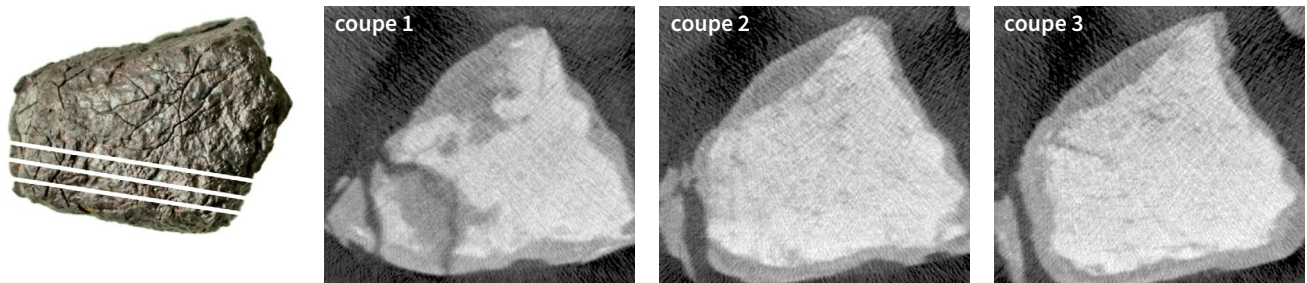


Fig. 1 Coupes CT à travers d'un fragment de demi-produit : couche de corrosion et grandes inclusions en gris foncé, métal en gris clair.

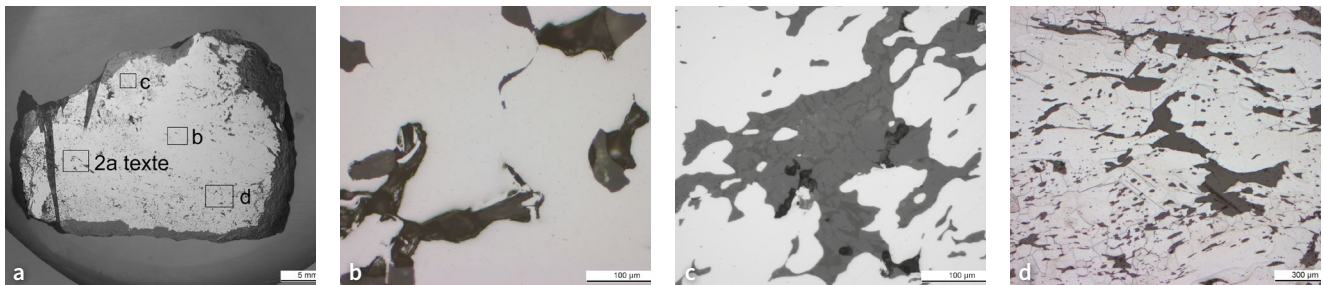


Fig. 2 Fragment bipyramidé. a) Section métallographique avec localisation des images ; b) replis et reste de matrice vitreuse dans métal ; c) inclusion de scorie non déformé avec structure d'olivine dans matrice vitreuse ; d) ferrite à gros grains avec macles.

Macrographie

Fragment de demi-produit bipyramidé, poids 47 g, longueur 2,6 cm (Fig. 1 Texte, Fig. 1 Catalogue), front de cassure à la bordée, côté étroit complet, arêtes arrondies, variante BCS1 avec extrémités resserrées.

L'étude tomographique montre des soudures partiellement corrodées (Fig. 1, coupes 1 et 3) avec une partie moyenne de produits de corrosion en couleur gris foncé.

Le métal contient de nombreuses inclusions de scorie de grande taille, à l'exception d'une zone en haut à droite (Fig. 2.a). Ces inclusions suivent l'axe de déformation dominant sans être déformées individuellement. Le métal contient aussi des replis (Fig. 2.b). Les inclusions de scorie dans la zone pauvre en inclusions ne contiennent que la matrice vitreuse. A côté elles montrent une structure de fayalite dans la matrice vitreuse (Fig. 2.c). Dans la partie inférieure, la structure dans les inclusions est dominée par une faible teneur en wüstite sur de la fayalite idiomorphe avec une deuxième phase très fine.

Après attaque au réactif Oberhoffer, le métal révèle une structure relativement pauvre en phosphore (Fig. 3 Texte), les parties riches en phosphore se limitant aux régions pauvres en inclusions.

Micrographie

Après attaque au Nital, le métal montre principalement une structure ferritique (Fig. 5 Texte). Les grains sont recristallisés et petits (ASTM no 7), mais peu durs (85 HV 1). À côté des parties riche en phosphore apparaît de l'acier hypoeutectoïde (C 0,1–0,2 %) avec

une structure de ferrite présentant peu de perlite. La dureté varie entre 100 à 145 HV 1. Dans la partie inférieure de l'échantillon se trouve une zone riche en phosphore qui montre une structure à grains grossiers parfois avec macles (Fig. 2.d). Ceci est typique d'un fer riche en phosphore déformé à froid. Ici, le métal présente la dureté maximale (155 HV 1).

Fig. 3a
Composition chimique du métal (LA-ICP-MS; ETR écart type relatif, LD limite de détection).

mg/kg	Ni/Co	Al	P	V	Cr	Mn	Co	Ni	Cu	As	Mo
Médiane 1, fer	1.4	<	700	<	<	50	100	150	<	<	<
Médiane 2, fer riche en P	1.5	<	2400	<	<	40	90	140	<	<	<
% ETR 1	20	-	42	-	-	62	26	23	-	-	-
% ETR 2	12	-	10	-	-	10	4	15	-	-	-
LD		43	296	23	53	14	4	16	39	71	12

Fig. 3b
Composition chimique des inclusions de scorie (MEB/EDS).

% masse	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O	CaO	MnO	FeO	SiO ₂ /Al ₂ O ₃	CaO/K ₂ O
Site 1	1.5	6.7	58	0.7	2.1	4.4	2.1	24	8.7	2.1
	1.7	6.6	55	0.8	1.7	5.1	2.4	26	8.4	3.0
	1.8	7.0	57	0.5	1.8	4.9	2.3	25	8.1	2.7
Moyenne 1	1.7	6.8	57	0.6	1.9	4.8	2.3	25	8.4	2.6
Site 2	0.6	5.9	29	4.5	1.6	3.7	1.3	54	4.8	2.3
	1.0	4.0	29	3.4	1.0	2.4	1.5	57	7.3	2.5
	0.9	3.9	29	3.2	0.9	2.2	1.4	58	7.5	2.4
	0.9	4.9	29	3.6	1.2	2.8	1.3	56	5.8	2.3
	0.7	5.6	29	4.2	1.4	3.3	1.3	55	5.1	2.3
Moyenne 2	0.8	4.9	29	3.8	1.2	2.9	1.4	56	6.1	2.4

Analyses chimiques (métal LA-ICP-MS, inclusions de scorie MEB/EDS)

Onze points ont été analysés dans le métal par LA-ICP-MS, dont deux se trouvent dans la région du fer riche en phosphore (médiane 2, Fig. 3.a) avec une teneur en P supérieure à 0,2 %. Dans le fer et l'acier pauvres en carbone, elle est inférieure à 0,1 %. On constate également des faibles concentrations en Mn, Co et Ni.

Les analyses des inclusions de scorie avec MEB/EDS ont été effectuées dans la partie supérieure de l'échantillon, soit dans l'acier hypoeutectoïde (Fig. 3.b : moyenne 1), soit dans le fer (moyenne 2). Les régions analysées se distinguent essentiellement par leur teneur en P₂O₅. Les inclusions dans le fer, lui-même pauvre en P, sont riches en P₂O₅, contrairement aux inclusions dans l'acier, qui elles, sont pauvres en P₂O₅. Pour les autres composantes, la composition des inclusions se ressemble, le rapport CaO/K₂O est plus ou moins stable. Le rapport SiO₂/Al₂O₃ indique une évolution vers une composition siliceuse dans l'acier.

Conclusion

Il s'agit d'un métal riche en inclusions de scorie présentant une qualité de fer et d'acier à faible teneur en carbone. Les soudures visibles dans la tomographie ne se retrouvent pas dans la section métallographique. Il existe une contradiction entre la structure recristallisée dû à un recuit et les macles, conséquence d'un travail à froid du fer riche en phosphore.

Ce métal, très impur, nécessite une épuration considérable avant que l'on puisse l'utiliser pour produire un objet en fer. Les analyses des inclusions de scorie et du métal montrent que la réduction du métal se déroulait sous des conditions très variables.

Le minerai original est pauvre en MnO et riche en P₂O₅. Les rapports SiO₂/Al₂O₃ et CaO/K₂O les plus faibles l'approchent le plus.

2. Fragment d'objet indéterminé CF.2010.C.041.001.008.B, fouille du Champ Fossé 2010, Mont Lassois, Vix

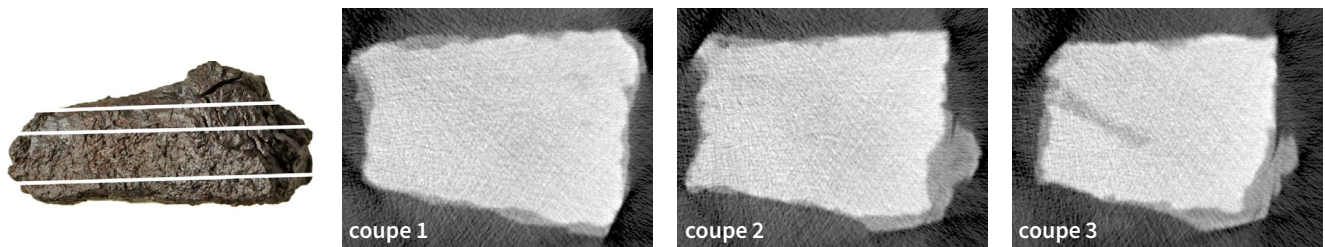


Fig. 4 Coupes CT à travers le fragment d'outil (?) : couche de corrosion en gris foncé, métal en gris clair.

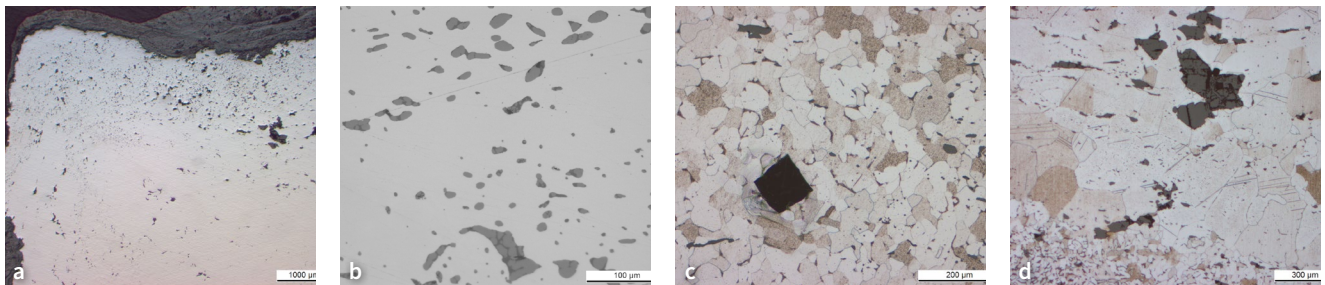


Fig. 5 Fragment d'outil (?) a) zone située à la surface riche en inclusions; b) détail de a : inclusions de scories avec structure de wüstite dans matrice vitreuse; c) ferrite avec perlite aux joints de grain, carré noir : impression de mesure de dureté; d) fer riche en phosphore à gros grains avec macles.

Macrographie

Fragment d'outil (?), poids 45 g, longueur 3,5 cm (Fig. 1 Texte, Fig. 4 Catalogue), front de cassure à la bordée, côté étroit complet (?), arêtes bien visibles.

L'étude tomographique montre un métal très dense avec une soudure partielle corrodée (coupe 3, Fig. 4). Il y a peu de produit de corrosion qui enrobent le métal.

Il existe deux zones riches en inclusions de scorie ; l'une se trouve vers la surface supérieure (Fig. 5.a), l'autre dans le tiers inférieur. Dans la zone supérieure se trouvent de nombreuses inclusions très petites et quelques-unes grandes. Elles s'allongent partiellement dans le sens du forgeage. Elles contiennent une structure de wüstite dendritique et des olivines très fines dans une matrice vitreuse. Dans la zone inférieure se trouvent surtout des inclusions très petites, à structure de wüstite ovoïde (Fig. 5.b).

L'attaque au réactif Oberhoffer montre que le métal présente en général une faible teneur en P (Fig. 3 Texte). Les régions noires riches en P n'existent que dans des zones limitées. Dans la partie inférieure, une zone sombre est séparée par une soudure.

Micrographie

Le métal étudié est soudé de trois couches (Fig. 4 Texte), nommées de bas en haut a), b) et c).

La couche a) inférieure consiste en un acier hypereutectoïde avec une structure de perlite lamellaire et cémentite secondaire aux joints des grains et partiellement comme aiguilles (245 HV 1 ; C 0,9–1 % ; Fig. 5 Texte). L'acier est partiellement décarburé à l'état eutectoïde ou hypoeutectoïde vers la surface.

La couche intermédiaire b) consiste en fer et acier hypoeutectoïde avec structure Widmannstätten. Le long de la soudure, le métal est cémenté (Fig. 4 Texte). On trouve une région avec acier eutectoïde et une structure de perlite lamellaire (255 HV 1) avec, au centre, une petite zone avec perlite et cémentite secondaire aux joints des grains.

La couche supérieure c) consiste surtout en acier hypoeutectoïde (C 0,1-0,3 %) avec une structure de ferrite et de cémentite secondaire aux joints de grains (90 HV 1 ; Fig. 5, c) ou de Widmannstätten (110 HV 1). On y trouve par analogie avec la région noire sur la Fig. 3 (Texte) une zone avec ferrite incluant des macles (155 HV 1 ; Fig. 5.d). La structure et la dureté confirment l'interprétation d'un fer riche en phosphore.

**Analyses chimiques
(métal LA-ICP-MS,
inclusions de scorie
MEB/EDS)**

Onze analyses du métal ont été effectuées. Le médiane 1 dans l'acier hypereutectoïde de la couche a) se distingue des autres par sa composition riche en Ni (Fig. 7.a). La couche centrale (médiane 2) ne présente que deux points d'analyse. Ce métal est riche en As et pauvre en Ni. La couche c) (médiane 3 et 4) consiste d'un métal pauvre en éléments traces en général, à l'exception du P enrichi localement. Les teneurs élevés en Mn sont corrélées aux teneurs élevés en Al. Cela indique que l'on a analysé en même temps le métal et une petite quantité de scorie. Les différences chimiques entre les trois couches suggèrent que cet objet est soudé de trois types de métaux différents.

Les inclusions de scorie dans la couche a) ne contiennent que de la matrice vitreuse, ce qui est typique d'un acier eutectoïde et hypereutectoïde. Par conséquent, leur composition chimique est siliceuse. Les inclusions dans la couche b) et c) montrent une structure de wüstite sur fayalite dans la matrice vitreuse, dont la composition chimique est ferreuse.

Les autres composants dominants (Fig. 7, b) sont $\text{Al}_2\text{O}_3 > \text{K}_2\text{O} > \text{CaO} = \text{MgO}$ dans la couche a), $\text{P}_2\text{O}_5 > \text{Al}_2\text{O}_3 > \text{K}_2\text{O} > \text{CaO}$ dans la couche b) et $\text{Al}_2\text{O}_3 > \text{P}_2\text{O}_5 > \text{CaO} > \text{K}_2\text{O} > \text{MgO}$ dans la couche c).

Le minerai de provenance de la couche a) ne contenait pas de P_2O_5 , contrairement aux deux autres couches, plus riche en P_2O_5 . Les rapports $\text{K}_2\text{O}/\text{CaO}$ et $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (Fig. 6) montrent que la couche c) diffère des autres couches.

Bref, les compositions chimiques du métal et des inclusions de scorie diffèrent et pointent trois types différents de métaux.

Conclusion

Le fragment a été soudé à partir de trois couches. La soudure partiellement visible dans la tomographie n'est pas visible dans la section métallographique. L'objet consiste surtout en un acier hypoeutectoïde et d'un quart en acier hypereutectoïde. Cet acier est plus tôt doux dû à un long recuit.

La composition du métal et des inclusions de scorie permet de dire que trois types de métaux ont été utilisés. Se pose alors la question de savoir si cet objet est un fragment d'un demi-produit bipyramidé. Les trois couches sont uniques dans la fabrication des demi-produits. Le métal est épuré plus fortement que les autres fragments étudiés. Il est probable qu'il s'agisse d'un fragment d'outil.

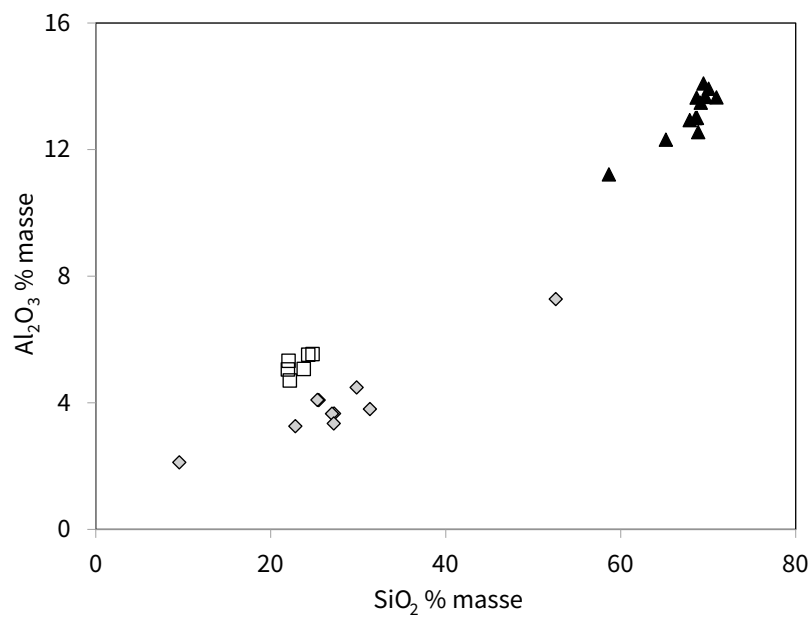
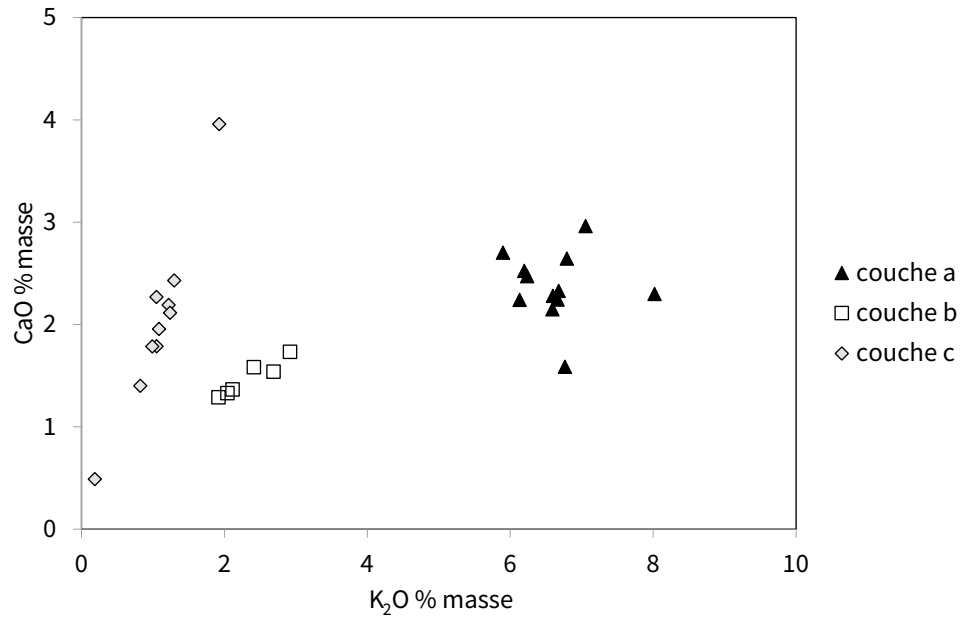


Fig. 6 Rapports K₂O/CaO et SiO₂/Al₂O₃ dans les inclusions de scorie dans les trois couches. Chaque point indique une analyse.

mg/kg	Ni/Co	Al	P	V	Cr	Mn	Co	Ni	Cu	As	Mo
Médiane 1, couche a	2.4	<	<	<	<	<	180	430	40	70	<
Médiane 2, couche b	0.3	200	<	<	<	70	190	60	60	800	20
Médiane 3 couche c	1.5	300	<	<	<	60	70	100	<	<	<
Médiane 4, couche c	2.5	<	2600	<	<	40	60	150	<	<	<
% ETR 1	4	-	-	-	-	-	8	10	31	64	-
% ETR 2	47	108	-	-	-	74	14	33	12	17	17
% ETR 3	20	65	-	-	-	119	40	29	-	-	-
% ETR 4	7	-	16	-	-	42	4	3	-	-	-
LD		42	352	32	42	21	6	26	34	55	9

Fig. 7a
Composition chimique du métal (LA-ICP-MS, ETR écart type relatif, LD limite de détection).

% masse	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O	CaO	TiO ₂	MnO	FeO	Total	SiO ₂ /Al ₂ O ₃	CaO/K ₂ O
Couche a	0.9	2.7	14	70	<	6.2	2.5	<	1.3	2.6	100	5.1	0.4
	0.9	2.2	14	71	<	6.6	2.3	<	0.9	2.2	100	5.2	0.3
	1.0	2.6	14	69	<	6.2	2.5	<	1.3	3.6	100	5.0	0.4
	0.8	2.8	13	69	<	6.1	2.2	<	1.4	3.5	100	5.1	0.4
	0.8	2.2	13	69	<	5.9	2.7	0.6	1.3	4.8	100	5.3	0.5
	1.2	2.2	14	69	<	6.7	2.2	0.6	1.0	2.6	100	4.9	0.3
	0.8	2.4	14	70	<	6.7	2.3	<	1.0	2.3	100	5.0	0.3
	0.9	1.9	13	69	<	6.6	2.1	<	1.1	5.3	100	5.3	0.3
	1.0	1.6	13	68	<	6.8	2.6	<	<	6.8	100	5.2	0.4
	0.7	2.3	11	59	<	6.8	1.6	<	0.8	18	100	5.2	0.2
0.7	2.5	12	65	<	7.1	3.0	<	0.7	8.2	100	5.3	0.4	
0.8	1.8	13	69	<	8.0	2.3	<	<	4.8	100	5.5	0.3	
Moyenne a	0.9	2.3	13	68	<	6.6	2.4	<	1.0	5.4	100.0	5.2	0.4
Couche b	<	<	4.7	22	7.6	2.1	1.4	<	1.3	60	100	4.7	0.6
	<	<	5.1	22	7.0	1.9	1.3	<	1.4	61	100	4.3	0.7
	<	<	5.5	24	8.6	2.7	1.5	<	1.6	55	100	4.4	0.6
	<	<	5.3	22	7.3	2.0	1.3	<	1.5	60	100	4.1	0.7
	<	<	5.5	25	8.6	2.9	1.7	<	1.5	54	100	4.5	0.6
Moyenne b	<	<	5.1	24	8.4	2.4	1.6	<	1.6	57	100	4.7	0.7
couche c	<	0.7	4.5	30	4.7	1.2	2.2	<	0.7	56	100	6.6	1.8
	<	0.5	2.1	9.5	1.2	<	<	<	<	86	100	4.5	2.6
	<	0.7	3.7	27	4.3	1.1	2.0	<	0.7	60	100	7.4	1.8
	<	0.6	3.7	27	4.2	1.1	1.8	<	0.7	61	100	7.4	1.7
	<	0.8	3.3	23	1.7	0.8	1.4	<	0.6	69	100	7.0	1.7
	<	0.7	3.3	27	2.1	1.0	1.8	<	0.7	63	100	8.1	1.8
	<	0.9	3.8	31	2.3	1.2	2.1	<	0.8	57	100	8.2	1.7
	<	1.4	7.3	53	0.6	1.9	4.0	<	1.4	31	100	7.2	2.1
	<	0.7	4.1	25	7.4	1.3	2.4	<	0.7	58	100	6.2	1.9
<	0.6	4.1	25	5.8	1.0	2.3	<	0.7	60	100	6.2	2.2	
Moyenne c	<	0.8	4.0	28	3.4	1.1	2.0	<	0.7	60	100	6.9	1.9

Fig. 7b
Composition chimique des inclusions de scorie dans les couches a, b et c (MEB/EDS).

3. Fragment de demi-produit bipyramidé CF.2010.C.041.001.008.C, fouille du Champ Fossé 2010, Mont Lassois, Vix

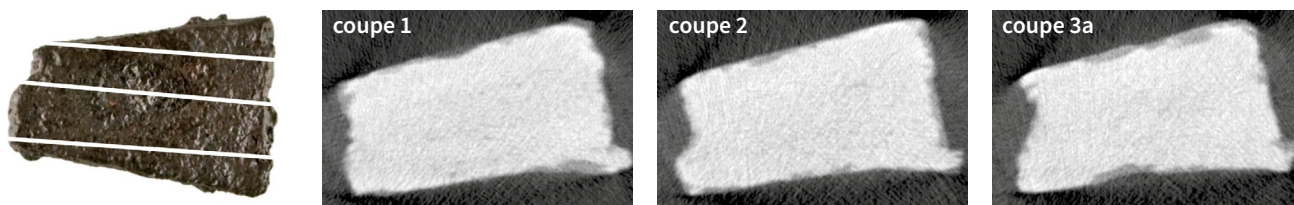


Fig. 8 Coupes CT à travers le fragment de demi-produit : couche de corrosion et grandes inclusions en gris foncé, métal en gris clair.

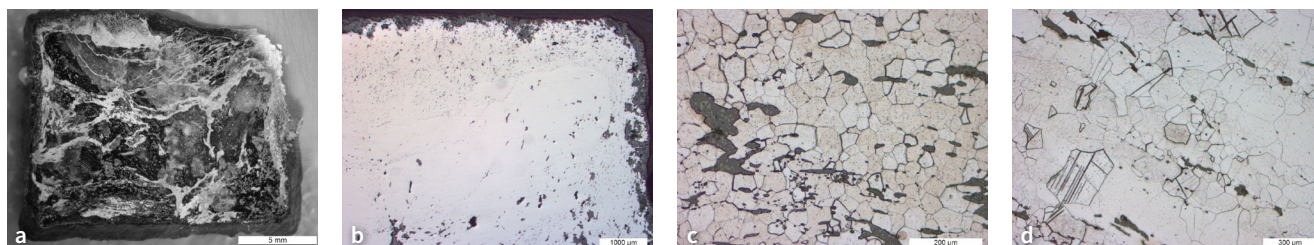


Fig. 9 a) attaqué au réactif Oberhoffer b) alternance de zones pauvres et riches en inclusions de scorie ; c) ferrite avec de grandes inclusions de scorie peu déformées ; d) ferrite à gros grains avec macles et structure fantôme (relief).

Macrographie

Fragment de demi-produit bipyramidé, poids 28 g, longueur 2,6 cm (Fig. 1 Texte, Fig. 8 Catalogue), front de cassure de deux côtés, arêtes forgées régulièrement, non clasable.

L'étude tomographique montre clairement la direction de forge marquée par des inclusions partiellement visibles et un taux de corrosion en gris foncé faible. Comme le montre la Fig. 8, coupe 1, une zone étroite supérieure se sépare sans qu'une soudure ne soit visible.

Le métal contient des inclusions de scorie très nombreuses avec variations entre les régions (Fig. 2 Texte, Fig. 9.b Catalogue). Cet échantillon présente le maximum d'inclusions parmi tous les échantillons étudiés. Les inclusions de scorie s'orientent le long de l'axe de déformation, mais seulement quelques-unes sont allongées. Les grandes inclusions montrent une structure de dendrites de wüstite sur fayalite en lattes dans peu de matrice vitreuse. Les petites inclusions de scorie contiennent une matrice vitreuse et une part variable de wüstite.

L'attaque au réactif Oberhoffer montre un métal riche en phosphore (Fig. 9.a) avec des soudures primaires pauvres en phosphore qui sont le résultat du compactage du demi-produit.

Micrographie

Le métal attaqué au réactif Nital montre une structure ferritique (Fig. 4 Texte, Fig. 9.c Catalogue) à l'exception de quelques régions cémentées à un acier hypoeutectoïde. Le fer riche en inclusions de scorie présente de petits grains (ASTM no 8–9). Il est doux (95 HV 1). Les régions pauvres en inclusion montrent des grains grossiers (ASTM no 1–2)

avec macles et structure fantôme (Fig. 9, d) typiques d'un fer riche en phosphore travaillé à froid. Il est dur (185 HV 1), les zones avec structure fantôme sont plus douces (135 HV 1, mesure unique).

Fig.10a
Composition chimique du métal (LA-ICP-MS, ETR écart type relatif, LD limite de détection).

mg/kg	Ni/Co	Al	P	V	Cr	Mn	Co	Ni	Cu	As	Mo
Médiane 1, fer	2.1	100	2000	<	<	50	200	400	60	100	<
Médiane 2, fer riche en P	1.8	<	5000	<	<	<	400	700	100	300	<
% ETR 1	6	142	59	-	-	145	29	34	15	34	-
% ETR 2	9	-	17	-	-	-	19	28	2	17	-
LD		49	414	39	52	30	7	35	50	73	8

Fig. 10b
Composition chimique des inclusions de scorie (MEB/EDS).

% masse	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O	CaO	MnO	FeO	Total	SiO ₂ /Al ₂ O ₃	CaO/K ₂ O
fayalite	<	3.7	21	12	2.0	2.3	1.0	57	100	5.5	1.2
	<	4.5	21	13	2.7	3.0	0.7	55	100	4.6	1.1
	<	4.4	20	12	2.3	2.5	0.8	57	100	4.6	1.1
	<	4.3	19	11	1.4	3.0	0.7	60	100	4.5	2.1
	<	6.1	25	11	2.9	4.3	0.8	50	100	4.1	1.5
	<	4.7	20	10	2.7	3.2	0.9	58	100	4.4	1.2
	<	3.9	18	7.7	2.3	2.0	0.8	65	100	4.6	0.9
	<	5.3	24	11	3.5	3.3	1.0	52	100	4.6	0.9
	<	5.0	23	11	3.6	3.5	0.9	52	100	4.7	1.0
	<	4.5	19	9.1	2.9	2.7	0.8	60	100	4.3	1.0
<	4.3	18	8.5	2.6	2.7	0.8	63	100	4.1	1.1	
<	5.6	28	5.6	2.8	1.6	0.5	55	100	5.1	0.6	
Moyenne 1	<	4.7	21	10	2.6	2.8	0.8	57	100	4.6	1.1
wüstite	<	3.2	14	5.8	1.3	1.7	0.7	73	100	4.4	1.3
	<	2.4	10	3.7	1.4	0.9	0.7	81	100	4.0	0.7
Moyenne 2	<	2.8	12	4.7	1.3	1.3	0.7	77	100	4.2	1.0

Analyses chimiques (métal LA-ICP-MS, inclusions de scorie MEB/EDS)

Six analyses par LA-ICP-MS ont été effectuées dans le métal. Quatre points se trouvent dans la ferrite à petits grains (Fig. 10.a : médiane 1). Ici le contenu en phosphore varie entre 0,1 et 0,4 %. Dans la zone ferritique à grains grossiers, P augmente à 0,5 et 0,6 %. On constate en même temps un changement important de la composition chimique (Fig. 10.a : médiane 2) : les autres éléments augmentent et le rapport Ni/Co diminue. Il s'agit d'un métal avec des teneurs moyennes en Ni et Co et des teneurs faibles en Cu et As.

La composition chimique des inclusions de scorie dépend de la structure : celles qui contiennent la fayalite sont plus siliceuses que celles plus riches en wüstite (moyenne 2 Fig. 10.b). Les autres composants s'organisent de la manière suivante : P₂O₅>Al₂O₃>CaO>K₂O.

Le minerai d'origine doit présenter une teneur élevée en P₂O₅, peu de MnO, plus de MgO que de CaO et un rapport bas de SiO₂/Al₂O₃.

Conclusion

L'apparence mise en évidence par l'attaque au réactif Oberhoffer et l'analyse chimique témoignent un métal riche en phosphore avec des variations majeures. Le phosphore est distribué aussi bien dans le métal et que dans les inclusions de scorie.

Le demi-produit consiste en un métal peu épuré riche en phosphore. Pour en forger des objets en fer, il convient de mieux élaborer et homogénéiser ce métal.

4. Fragment de demi-produit bipyramidé CF.2010.C.041.001.021, fouille du Champ Fossé 2010, Mont Lassois, Vix

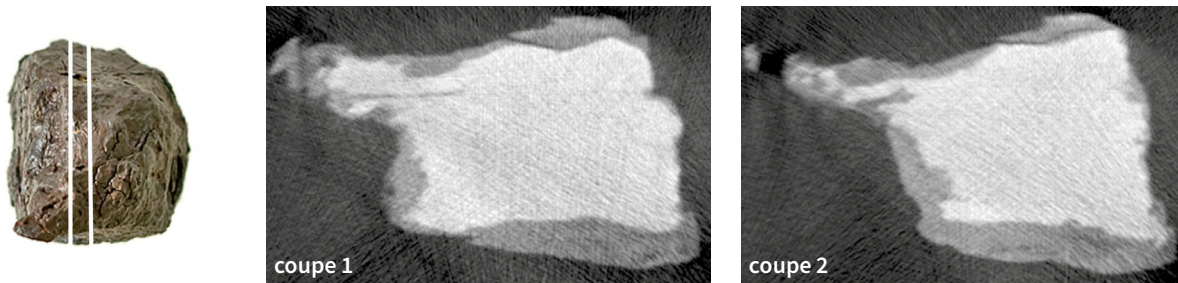


Fig. 11 Coupes CT à travers d'un fragment de demi-produit : couche de corrosion et grandes inclusions en gris foncé, métal en gris clair.

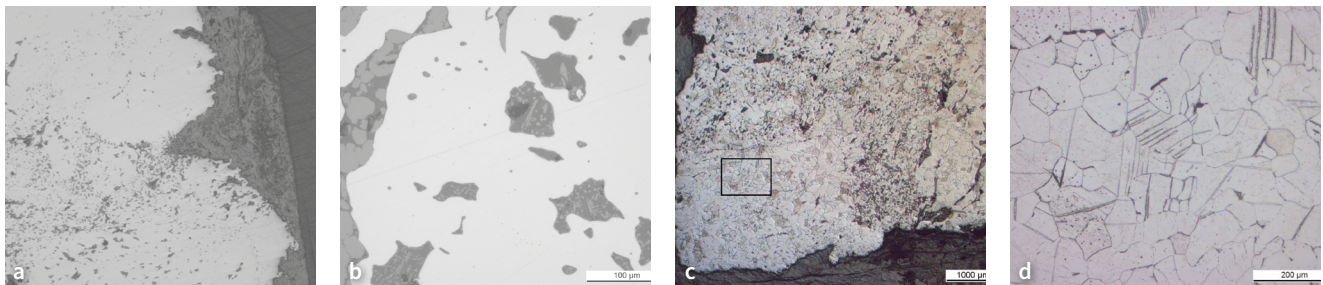


Fig. 12 a) dans la partie inférieure, le métal présente de nombreuses inclusions de scorie ; b) inclusion de scorie avec structure de wüstite dans une matrice vitreuse à gauche, le reste contient aussi des dendrites de fayalite dans la matrice vitreuse ; c) ferrite avec localement un grand nombre d'inclusions de scorie ; d) détail : fer riche en phosphore avec macles et cratères.

Macrographie

Fragment d'un demi-produit bipyramidé, poids 38 g, longueur 3,4 cm (Fig. 1 Texte, Fig. 11 Catalogue), front de cassure de deux côtés, un côté étiré, non classable.

L'étude tomographique montre une soudure partiellement corrodée dans le tiers supérieur (Fig. 11). Peu de produits de corrosion enrobent le métal.

Le métal contient de nombreuses inclusions de scorie concentrées dans les régions les plus sombres (Fig. 2 Texte, Fig. 12.a Catalogue). La scorie montre une structure à wüstite ovoïde grossière dans matrice vitreuse (Fig. 12.b). Rarement, on rencontre des dendrites de wüstite sur fayalite dans une matrice vitreuse.

L'attaque au réactif Oberhoffer montre que la moitié du métal consiste en un fer riche en phosphore sans soudures, mais avec des directions de forgeage différentes (Fig. 3 Texte).

Micrographie

Après attaque au Nital, le métal présente une structure essentiellement ferritique qui contient localement des grains grossiers avec macles (ASTM no. 2 ; Fig. 12.c et d). Le reste du fer contient des grains plus petits (ASTM no 6), mais aussi des macles et partiellement des cratères provoqués par l'attaque. La dureté de la ferrite varie de 100 à 150 HV 1, selon la teneur en phosphore. Vers la face supérieure se trouve une région à acier hypoeutectoïde (C 0,2 %) et structure Widmannstätten. Au centre du demi-produit se trouve une petite zone contenant un acier plus riche en carbone (C 0,6 %) avec structure de perlite avec ferrite aciculaire. Cette partie du métal est plus dur (175 HV 1) que celle riche en phosphore.

Fig. 13a
Composition chimique du métal (LA-ICP-MS, ETR écart type relatif, LD limite de détection).

mg/kg	Ni/Co	Al	P	V	Cr	Mn	Co	Ni	Cu	As	Mo
Médiane 1, fer riche en P	1.8	<	3600	<	<	70	150	260	<	<	<
médiane 2, fer pauvre en P	1.7	<	1000	<	<	50	170	280	<	<	<
% ETR 1	7	-	26	-	-	24	16	22	-	-	-
% ETR 2	12	-	43	-	-	43	24	23	-	-	-
DL	-	49	416	38	49	27	7	39	41	72	12

Fig. 13b
Composition chimique des inclusions de scorie (MEB/EDS).

%masse	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O	CaO	MnO	FeO	Total	SiO ₂ /Al ₂ O ₃	CaO/K ₂ O
fayalite et peu de wüstite	<	4.8	20	10	2.8	3.8	0.9	57	100	4.2	1.4
	<	4.2	18	8.2	2.7	3.3	0.8	62	100	4.2	1.2
	<	4.2	18	8.5	2.6	3.4	0.7	62	100	4.2	1.3
	<	4.8	19	8.5	3.3	3.5	1.1	59	100	4.0	1.1
	<	4.9	20	8.0	2.6	4.3	1.0	58	100	4.1	1.6
Moyenne 1	<	4.6	19	8.5	2.7	3.6	0.9	60	100	4.1	1.4
wüstite	<	3.5	15	6.4	2.0	2.5	0.7	70	100	4.2	1.2
	<	4.0	15	6.4	2.0	3.2	0.7	69	100	3.6	1.6
	<	2.9	12	5.5	1.3	2.3	0.7	75	100	3.9	1.7
	<	3.2	11	5.1	0.9	2.0	0.9	76	100	3.6	2.3
	<	3.2	13	4.9	1.5	2.1	0.9	74	100	4.0	1.5
Moyenne 2	<	3.3	13	5.4	1.5	2.3	0.7	74	100	3.9	1.6
verre	<	8.1	31	8.3	4.6	4.4	1.4	41	100	3.9	1.0
	<	9.9	39	6.5	6.3	5.5	1.4	31	100	3.9	0.9
	0.7	7.4	30	8.3	3.9	5.0	1.3	42	100	4.1	1.3
Moyenne 3	0.6	8.5	33	7.7	4.9	5.0	1.3	38	100	4.0	1.0
verre?	1.4	14	50	0.8	5.4	14	3.1	10	100	3.6	2.6

Analyses chimiques (métal LA-ICP-MS, inclusions de scorie MEB/EDS)

Le fer à grains grossier est très riche en phosphore (Fig. 13.a : médiane 1, P 0,3–0,5 %), alors que le fer à petits grains est plus pauvre en phosphore. Le minimum se trouve dans l’acier avec structure de Widmannstätten (P 0,04–0,05 %). Les analyses chimiques corroborent la distribution du phosphore mise en évidence par l’attaque Oberhoffer (Fig. 5 Texte) ; les teneurs en Ni et Co sont moyennes et celles en Mn basses.

La composition chimique des inclusions de scorie est fonction de la structure : les inclusions qui ne contiennent que la matrice vitreuse sont plus siliceuses que celles contenant de la fayalite et surtout celles contenant que de la wüstite.

Les autres composants suivent l’ordre suivant : P₂O₅>Al₂O₃>CaO>K₂O. Les inclusions sont relativement riches en aluminium, ce que démontre le rapport SiO₂/Al₂O₃ plutôt bas. Le rapport CaO/K₂O passe d’une teneur similaire de deux composants à une dominance de CaO dans la scorie riche en wüstite. Cela est probablement dû à l’influence des cendres dans la formation de la scorie qui montre son maximum dans l’inclusion vitreuse présentée dans la partie inférieure de la Fig. 13, b.

La composition des inclusions de scorie fait apparaître quelques propriétés du minerai d’origine : il s’agit d’un minerai riche en Al₂O₃ avec une teneur en P₂O₅ élevée et faible en MnO.

Conclusion

Le demi-produit est un mélange de fer et d’acier contenant peu de carbone, avec une teneur en phosphore plutôt élevée et très variable. Le taux d’inclusion est parfois très élevé. Il s’agit d’un matériel hétérogène qui nécessite d’être épuré et d’homogénéisé pour la fabrication d’objets.