

Les techniques de soudage de la grande statuaire antique en bronze: étude des paramètres thermiques et chimiques contrôlant le soudage par fusion au bronze liquide

Aurélia Azéma

▶ To cite this version:

Aurélia Azéma. Les techniques de soudage de la grande statuaire antique en bronze: étude des paramètres thermiques et chimiques contrôlant le soudage par fusion au bronze liquide. Matériaux. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2013. Français. NNT: . tel-00918829

HAL Id: tel-00918829 https://theses.hal.science/tel-00918829v1

Submitted on 15 Dec 2013

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés. THESE DE DOCTORAT de l'UNIVERSITE DE PIERRE ET MARIE CURIE (PARIS 6)

SPECIALITE : CHIMIE PHYSIQUE ET CHIMIE ANALYTIQUE DE PARIS CENTRE (ED 388)

Présentée

par Aurélia Azéma

pour obtenir le grade de DOCTEUR de l'UNIVERSITE DE PIERRE ET MARIE CURIE

Les techniques de soudage de la grande statuaire antique en bronze :

Etude des paramètres thermiques et chimiques contrôlant le soudage par fusion au bronze liquide

Soutenue le 8 février 2013

Devant le jury composé de

M. David BOURGARIT M. Benoît MILLE M. Patrick ECHEGUT M. Paolo PICCARDO M. Fabien PILON M. Pierre LEVITZ Mme. Sophie DESCAMPS-LEQUIME Mme. Franscesca BEWER Ingénieur de Recherche du Ministère de la Culture, Directeur de thèse Ingénieur d'Etude du Ministère de la Culture, Tuteur de thèse Directeur de Recherches CNRS au CEMHTI, Rapporteur Professeur au DCCI de l'Université de Gênes (Italie), Rapporteur Ingénieur de Recherche au CEA Le Ripault, Examinateur Directeur de Recherches CNRS à l'Université Paris 6, Examinateur Conservateur en chef du patrimoine au musée du Louvre, Examinateur

CENTRE DE RECHERCHE ET DE RESTAURATION DES MUSEES DE France – UMR171 CNRS 14, quai François Mitterrand – 75001 PARIS CEDEX

Remerciements

Ces trois années de thèse bien remplies ont été effectuées au sein du Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France (C2RMF, UMR171). Ces travaux ont été financés grâce à une allocation recherche attribuée par l'Ecole Doctorale ED 388 de l'Université de Pierre et Marie Curie.

Cet avant propos constitue une partie du manuscrit qui me tient à cœur parce que j'ai conscience d'avoir été admirablement entourée durant ces trois années.

Je remercie tout d'abord la direction du C2RMF pour m'avoir permis de réaliser ces travaux de recherche au sein de cet illustre laboratoire.

Merci aux membres du jury d'avoir prêté intérêt à ces travaux et d'avoir accepté de les évaluer.

Benoît, je me souviens d'un jour d'octobre en Bretagne où Guirec m'avait annoncé ta venue pour un cours d'archéométallurgie et m'avait confié : « pour moi, c'est le meilleur dans le domaine ». Il a raison. Je te suis profondément reconnaissante de m'avoir fait confiance pour travailler avec toi sur ce sujet passionnant. Tu m'as énormément appris et ce toujours avec enthousiasme et grande bienveillance. MILLE Mercis !

Une partie incontournable de ces travaux n'auraient pas pu exister sans les pouvoirs magiques du radiologue Thierry Borel. Merci pour tout...

Remerciements à François Mirambet pour avoir suivi mes travaux lors de la première partie de cette thèse.

Merci beaucoup à David Bourgarit d'avoir pris la suite et d'avoir assuré jusqu'au bout.

Je souhaite remercier Patrick Echegut et Domingos de Sousa Meneses du CEMHTI, non seulement pour leur collaboration mais surtout pour leur aide sur l'aspect « thermique » de la thèse, leur disponibilité et leur gentillesse, jusqu'à la dernière minute.

Un grand merci à Fabien Pilon et Jean-Claude Birolleau du CEA Le Ripault d'avoir participé à ce travail avec enthousiasme et grande sympathie.

Je remercie vivement les musées du Louvre (Sophie Descamps-Lequime et Jean-Luc Martinez), d'Evreux (Cédric Pannevel, Nathalia Denninger), d'Arles (Pascale Picard-Cajan), et la MADE (Laurent Guyard) de nous avoir permis de travailler sur des objets exceptionnels et de nous avoir fait confiance.

Merci à l'Institut de Soudure pour ces premiers travaux en commun fort prometteurs pour l'avenir : Daniel Chauveau, Gaëlle Framezelle et Florent Angelini.

Je souhaite aussi remercier Paolo Piccardo pour m'avoir accueillie au laboratoire du DCCI de Gênes où j'ai réalisé une bonne partie des coupes métallographiques présentées dans ce manuscrit.

Mes remerciements vont aussi aux fondeurs d'aujourd'hui (de la fonderie de Coubertin) pour leur aide et leurs excellents conseils : Christophe Béry et Jean Dubos

Je souhaite également remercier les deux boss de la 3D David Kolin et Guillaume Blaise avec qui j'ai eu beaucoup de plaisir à travailler.

Je suis très reconnaissante envers les personnes travaillant au sein de l'atelier de métallerie du musée du Louvre (en particulier Laurent) sans qui je serais encore là à découper des éprouvettes de bronze.

Toute ma gratitude à Yves Adda, pour son coaching à travers toutes ces discussions productives et enrichissantes.

Merci à l'équipe AGLAE : Claire Pacheco, Laurent Pichon, Brice Moignard, Quentin Lemasson, pour m'avoir permis de travailler sur l'accélérateur, en particulier dans le cadre de la réalisation des cartographies PIXE.

Merci à Nicolas Thomas de m'avoir initiée à l'archéologie expérimentale en plein air, en Belgique.

Anne Bouquillon, merci infiniment pour ton soutien et ton aide, en particulier au moment de la relecture de ce manuscrit.

Merci à toutes les autres personnes du laboratoire ou non avec qui j'ai pu travailler et échanger durant ces trois ans : Marc Aucouturier, Eric Laval, Dominique Bagault, Nathalie Gandolfo, Dominique Robcis, Manuel Leroux, Yannick Vandenberghe, Yvan Coquinot, Agnès Genevey, Ruven Pilay, Jean Marsac, Patrice Lehuédé, Jean-Marie Welter...

Je n'oublie pas toutes celles et ceux qui s'attachent à rendre nos conditions de travail les meilleures possibles. Marie-Renée Courty, merci pour ton aide jusqu'à la fin ; merci aux personnes de la surveillance, de la maintenance et de l'accueil : Marcelle, Eric, Nathalie, Marie, René, Rachel, Caroun Richard, Abdelkader,... Merci à vous.

Ma reconnaissance va également à toute la tribu de stagiaires, thésards, post-doctorants,... : Anita (alias Maman), Carlotta, Fanny, Valentina, Sophia, Johanna, Chloé, Sylvain, Victor, Katharina, Pauline, Marie al,... Merci pour votre aide et d'avoir agrémenté ces trois années de thèse de votre bonne humeur !

Merci à la troupe de théâtre : des souvenirs fantastiques ! Merci à Claire Pacheco de la faire vivre !

Un merci spécial pour Marie Radepont (alias Alex) et Sophie Cersoy (alias Nat') dont la présence et l'amitié me sont infiniment précieuses. Merci les filles, la mission est accomplie, Charly sera fier de nous !

Merci à Jupiter, Apollon, Constantin, au Gaulois captif et à la Victoire dorée de vous être prêtés à tous ces examens...

Une pensée pour toutes les personnes, amis et famille, qui m'entourent au quotidien.

Enfin, je remercie mes parents, Catherine et Guy, ainsi que mon frère Simon dont la présence et l'amour me sont si chers.



A Thierry Borel,

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE	15
Chapitre 1	
LA TECHNIQUE DE FABRICATION DE LA GRANDE STATUAIRE ANTIQUE EN BRONZE:	
METHODOLOGIE D'ETUDE ET APPLICATIONS	
1. Introduction	23
2. La grande statuaire antique en bronze	
2.1. La grande statuaire Grecque et Romaine en bronze	
2.2. « Grand » bronze : une question de dimension uniquement ?	
2.3. Les techniques de fabrication des la grande statuaire antique en bronze	
2.3.1. Procédés de fonte en creux à la cire perdue	
2.3.2. Procédé d'assemblage par soudage	
2.3.3. Finitions	
2.3.4. Tableau bilan sur le vocabulaire technique relatif à la fabrication des grands bronzes antiqu	es 32
3. Méthodologie d'étude des grands bronzes antiques	33
3.1. L'étude technologique des grands bronzes antiques, une discipline récente	
3.2. Stratégie pour l'étude et l'analyse de la grande statuaire en bronze développée au C2RMF	35
3.2.1. Observations visuelles, endoscopie	35
3.2.3. Radiographies et tomographies X et γ	
3.2.4. Analyses de la composition élémentaire des alliages par ICP-AES	39
3.2.5. Etude de coupes métallographiques	40
3.2.6. Autres techniques d'analyses	41
4. Application à l'étude technologique du corpus d'objets	42
4.1. Etude de la chaîne opératoire de fabrication d'un bronze antique	42
4.1.1. Le concept de la chaîne opératoire de fabrication d'un bronze antique	42
4.1.2. Les bronzes d'Arles : le Gaulois captif et la Victoire dorée	43
4.1.3. Apollon et Jupiter du Vieil-Evreux	62
4.2. Réaliser des études technologiques pour :	
4.2.1. Répondre à une question archéologique : détermination du nombre minimal de statues au s	ein du
dépôt de grands bronzes du Vieil-Evreux	77
4.2.2. Réaliser des rapprochements : le doigt colossal du musée de Louvre vs la main de Constantir	1 des
musées du Palais des Conservateurs (musées du Capitole, Rome)	87
5. Conclusion	101
Chapitre 2	102
LES ASSEMBLAGES DES GRANDS BRONZES ANTIQUES : UN PROCEDE DE SOUDAGE PAR FUSION ?	102
1. Introduction	104
2. Soudage et brasage : vocabulaire et procédés d'aujourd'hui	105
2.1. Le « soudage » dans le langage courant	105
2.2. Définitions	105
2.2.1. Métal de base, métal d'apport	105
2.2.2. Soudage, soudure	106
2.2.3. Brasage, brasure	106
2.2.4. Soudabilité, aptitude au brasage	106
2.3. Les procédés de soudage et de brasage	107
2.3.1. Conditions de création de la liaison métallurgique	107
2.3.2. Les procédés de soudage	109
2.3.3. Le brasage	112
2.3.4. Tableau bilan sur les procédés de soudage et de brasage	113
2.3.5. Procédures relatives aux procédés d'assemblage par soudage et par brasage	114
2.4. Phénomènes thermiques et conséquences	116

2.4.1. Cycles et répartitions thermiques	116
2.4.2. Solidification et microstructures	118
2.4.3. Défauts fréquents	122
3. Le bronze de la grande statuaire antique	123
3.1. Une composition contrôlée	123
3.2. L'alliage binaire Cu-Sn	126
3.2.1. Etude du chemin de refroidissement d'un alliage binaire CuSn10	126
3.2.2. Vitesse de solidification et espacements entre les branchements secondaires des dendrites	128
3.2.3. L'alliage ternaire Cu-Sn-Pb	128
3.3. Soudabilité et aptitude au brasage du bronze	129
4. Procédés d'assemblage employés pour la fabrication de la grande statuaire antique en bronze : état	des
connaissances	130
4.1. Des assemblages par coulée secondaire : assemblage mécanique ou création de la liaison	
métallurgique ?	130
4.2. La technique d'assemblage de la grande statuaire antique en bronze : un procédé de soudage?	132
4.2.1. Quelles définitions pour quel procédé?	132
4.2.2. Tableau bilan	139
5. Le soudage antique : réinterprétation des données et nouvelles études	142
5.1. La question de la préparation au soudage	142
5.1.1. Soudures en cordon	143
5.1.2. Soudures en cuvettes	146
5.1.3. Aménagements de « plateformes de contact »	156
5.2. Composition du métal de base et composition du métal d'apport	160
5.2.1. Construction des graphiques	160
5.2.2. Cas général des grands bronzes antiques	163
5.2.3. Cas particuliers	166
5.3. Etude métallographique de soudures antiques	168
5.3.1. Preparation de coupes metallographiques	168
5.3.2. ETUGES GE COS	102
5.4. Le soudage antique : un procede de soudage par fusion au bronze liquide	187
b. CONCIUSION	188

1. Introduction	193
2. Quelques tentatives de compréhension du procédé de soudage antique par des essais expe	érimentaux :
bibliographie	194
2.1. Essais de soudage en laboratoire	194
2.1.1. Rever 1827	194
2.1.2. Steinberg 1973	194
2.1.3. Zwicker 1993	196
2.2. Essais à partir de reproductions de statues	197
2.2.1. Formigli 1999 (b) et Peltz 2010	197
2.2.2. Zimmer et al 2011	197
2.2.3. Lehner et Rossman in Peltz et Schalles 2011	200
2.3 Bilan	202
3. Essais en laboratoire : conditions expérimentales	207
3.1. Mise en place du modèle expérimental	207
3.1.1. Paramètres à tester	207
3.2. Protocole opératoire des simulations expérimentales	210
3.2.1. Métal de base (coulée primaire) : préparation des plaquettes de bronze	210
3.2.2. Métal d'apport (coulée secondaire) : composition et fusion	212
3.2.3. Matériel de coulée	213
4. Méthodes de caractérisation	217

4.1. Données thermiques	217	
4.1.1. Suivi thermique des éprouvettes de métal de base		
4.1.2. Mesure de la température de coulée du métal d'apport par thermographie infrarouge		
4.1.3. Quantité et débit de métal d'apport ayant circulé dans le canal	220	
4.2. Radiographie	221	
4.3. Etude des coupes métallographiques	222	
5. Résultats	224	
5.1. Déroulement d'un essai de soudage en laboratoire	224	
5.2. Tableau de résultats bruts	226	
5.3. Microstructures de solidification observées	229	
5.3.1. Hors zone de soudure : cas général pour l'ensemble des essais	230	
5.3.2. Zone Affectée Thermiquement (ZAT)	231	
5.3.3. Solidification de zones non jointes	232	
5.3.4. Solidification de zones soudées par fusion	233	
5.3.5. Solidification de zones « brasées »	236	
5.4. Influence des paramètres thermiques et chimiques testés	240	
5.4.1. Influence de la composition de l'alliage	240	
5.4.2. Influence de la température de coulée du métal d'apport	241	
5.4.3. Influence de la température de préchauffage	242	
5.4.4. Le flux de soudage	245	
6. Discussion	253	
6.1. Le soudage par fusion au bronze liquide : en quatre phases fondamentales	253	
6.1.1. La phase de transfert de chaleur	253	
6.1.2. La phase d'élimination du flux	257	
6.1.3. La phase d'arrêt de la circulation du métal	258	
6.1.4. La phase création de la liaison métallurgique	259	
6.2. Un fort gradient de temperature entre les extremites du joint	259	
6.3. Favoriser le transfert thermique	261	
6.3.1. Le recours a un flux de soudage	261	
6.3.2. Influence au rapport surfaces à joinare /volume au canai	265	
6.4. Limiter le gradient thermique	269	
6.5. Controle de procede de soudage par fusion au bronze liquide : bilan sur le modele	2/1	
7. Conclusion	272	
	272	
CONCLUSION GENERALE	2/3	
BIBLIOGRAPHIE	281	
ANNEXES	296	
Annexe n° 01 : Bilan de l'étude préliminaire des fragments issus du dépôt de grands bronzes du Vieil	-Evreux	
	298	
Annexe n° 02 : Relevés technologiques sur les fragments du dépôt de grands bronze du Vieil-Evreux.	306	
Annexe n° 03 : Résultats des analyses par ICP-AES du dépôt du Vieil-Evreux	314	
Annexe n° 04 : Résultats des analyses par ICP-AES des bronzes d'Arles	322	
Annexe n° 05 : Résultats des analyses par ICP-AES du doigt fragmentaire du musée du Louvre	324	
Annexe n° Ub : Donnees projetees sur le diagramme de phase Cu-Sn-Pb	326	
Annexe n° 07 : Analyses par ultrasons des soudures du Gaulois captif d'Arles	332	
Annexe n° 08 : La thermographie infrarouge	336	
Annexe n° U9 : Preparation de coupes metallographiques	338	
Annexe n 10: Examens au microscope optique	342	
Annexe n 11: Examens au microscope electronique a balayage (NEB) et a la microsonde electron	ique de	
Castaing (EPIVIA) : Imagerie en SE ou en BSE	344	
Annexe n 12 : Cartographies elementaires	346	
Annexe n 15 . Analyses par ICP-AES	350	

Introduction Générale

Pour assembler un matériau sur lui-même et si ce matériau est fusible, le soudage est un procédé de choix puisqu'il permet, en principe, de réaliser la continuité de la matière dans la zone de jonction, contrairement aux techniques d'assemblage mécanique telles que le rivetage ou encore le collage. C'est ce que comprirent et s'attachèrent à développer les fondeurs de l'Antiquité pour l'élaboration d'objets métalliques de toute sorte, vaisselle, éléments d'orphèvrerie et statues en particulier.

C'est sans aucun doute dans le domaine de la sculpture que l'art du fondeur prend toute son importance. Comment a-t-on pu réaliser les premières grandes statues grecques, qui dépassent la taille naturelle (Poséidon du Cap Artémision, 2 mètres environ, 460 av. JC) ? Et que dire de la statue de Constantin dont les restes encore visibles aujourd'hui laissent penser que la taille était de l'ordre de 12 m (4^e s. ap. JC) ? Les techniques mises en œuvre sont-elles les mêmes pour des pièces de dimensions plus modestes, ces « moyens » bronzes à l'image de la statue de Jupiter (0,92 m, 1^{er} s. ap. JC) découverte au XIX^e s. lors des fouilles du sanctuaire du Vieil-Evreux ?

On soupçonnait dès le XIX^e s. que les grands bronzes antiques étaient coulés en plusieurs pièces en non en un seul jet. Cependant, les recherches au XX^e siècle se sont d'abord et surtout focalisées sur l'étude technologique du procédé de fonte (procédé indirect de fonte à la cire perdue) et sur l'analyse chimique du matériau composant ces statues (bronze parfois très fortement allié au plomb). L'étude des assemblages n'a véritablement débuté qu'au début des années 1970 avec les recherches pionnières d'A. Steinberg, puis dans les années 1980 avec les travaux réalisés sur les bronzes de Riace, enfin et surtout à partir de la fin des années 1990 avec l'étude du dépôt de bronze d'Augst et avec le programme de recherche sur les grands bronzes antiques conservés dans les collections des différents musées de France, piloté par le C2RMF et le département AGER du musée du Louvre.

Il a été mis en évidence que les statues étaient systématiquement coulées en pièces séparées, ensuite assemblées par soudage. Ce procédé est un véritable tour de force, puisque l'intégrité de l'œuvre était alors retrouvée. La qualité de ce qu'ils ont réussi est telle que malgré l'action du temps et l'exposition à divers milieux plus ou moins corrosifs, les assemblages demeurent aujourd'hui bien souvent invisibles, et que nombre de chercheurs n'ont pas été capables de faire une lecture technologique correcte de ces œuvres.

Il est dès lors évident que l'une des clés essentielles du savoir-faire de très haut niveau requis pour fabriquer une grande statue de métal résidait dans la maîtrise des procédés d'assemblage. Au vu des interprétations parfois très divergentes, des protocoles d'étude souvent peu explicités, du vocabulaire employé par les auteurs non uniformisé, et des interprétations souvent peu étayées,

17

l'heure était venue de se pencher de façon approfondie sur cet aspect de la réalisation des grands bronzes.

C'est pourquoi, nous avons choisi de focaliser ce travail de thèse sur les techniques d'assemblage de grandes et « moyennes » sculptures en bronze de production grecque, étrusque et romaine, en couvrant la période de la fin du VI^e siècle avant J.C jusqu'au V^e siècle ap. JC. La thèse s'intègre dans le programme de recherche plus global du C2RMF et du département AGER du musée du Louvre qui vise à étudier l'évolution spatiale et temporelle des techniques de la grande statuaire antique en bronze.

Notre recherche va s'orienter en 3 axes :

• Tout d'abord parfaitement caractériser un ensemble de six dossiers de grands et « moyens » bronzes de production romaine et gallo-romaine.

• Définir avec précision le procédé de soudage impliqué dans la fabrication de la grande statuaire antique en bronze.

• Réaliser des simulations expérimentales de soudage en laboratoire afin d'en comprendre sa mise en œuvre.

Par essence pluridisciplinaire, cette thèse a nécessité la mise en place de nombreuses collaborations, aussi bien pour le développement d'une méthodologie de caractérisation multiéchelle mobilisant les techniques d'examens et d'analyses du C2RMF et de ses partenaires (CEMHTI, CEA le Ripault, Institut de Soudure), que pour constituer un corpus cohérent d'œuvres muséales et archéologiques (musée du Louvre, musée d'Evreux, Musée Départemental Arles Antique, Mission Archéologique Départementale de l'Eure)

Ces trois axes précédemment cités définissent les trois chapitres de la thèse.

- le premier est consacré aux techniques de fabrication des grands bronzes. Il est en effet essentiel de présenter avant tout le contexte dans lequel s'intègre l'objet de notre recherche, d'abord pour identifier ce qui relève du domaine des techniques d'assemblage, afin de souligner aussi l'importance du rôle joué par cette technique et, par conséquent, de mesurer l'impact que son étude approfondie peut générer sur nos connaissances.

dans le deuxième chapitre, nous nous attacherons à définir le procédé de soudage impliqué dans
l'élaboration de la grande statuaire antique en bronze à la lumière des connaissances établies sur les
procédés modernes, à mettre en place un vocabulaire pour en donner de correctes descriptions, et

enfin, à appliquer cette méthodologie en réalisant d'une part de nouvelles études très approfondies des soudures de quelques statues et d'autre part en réinterprétant les données de la bibliographie.

-enfin, lors du troisième chapitre, nous rendrons compte des résultats d'essais expérimentaux de soudage en laboratoire. L'objectif est de caractériser précisément les paramètres qui contrôlent le procédé antique afin d'accéder à une meilleure compréhension de cette technique : en effet, sa mise en œuvre aujourd'hui mal comprise, semble cacher un savoir-faire remarquable que maîtrisaient parfaitement les bronziers de l'Antiquité.

Chapitre 1

La technique de fabrication de la grande statuaire antique en bronze : méthodologie d'étude et applications

1. Introduction	
2. La grande statuaire antique en bronze	
3. Méthodologie d'étude des grands bronzes antiques	
4. Application à l'étude technologique du corpus d'objets	42
5. Conclusion	

1. Introduction

Bien avant de se concentrer sur thème principal de ces travaux de thèse consacrés au soudage, il apparaît essentiel d'exposer précisément le contexte archéologique dans lequel nous nous situons et de mesurer l'importance de son rôle dans la fabrication des grandes sculptures de bronze antiques.

Ce chapitre propose d'abord de spécifier le type d'œuvres auxquelles nous faisons référence lorsque nous parlons de grands bronzes antiques, en insistant particulièrement sur l'importance de la prise en compte de l'aspect technique dans cette définition [Mille et Robcis 2009].

Ensuite, nous nous intéresserons à l'étude technologique proprement dite en exposant, dans un premier temps, le protocole d'analyses et d'examen développé au C2RMF [Mille et Robcis 2012] avant de rendre compte, dans un second temps, de l'étude technologique de plusieurs œuvres ou groupements d'œuvres (le Gaulois captif et la Victoire dorée d'Arles retrouvés dans le Rhône en 2007 ; Jupiter, Apollon et un ensemble d'une centaine de fragments d'une statue monumentale découverts sur le site du sanctuaire gallo-romain du Vieil-Evreux, un doigt fragmentaire colossal actuellement conservé au musée du Louvre) à travers la description des étapes de leur chaîne opératoire de fabrication. Nous tenterons ainsi d'évaluer dans quelle mesure ce corpus de sculptures constitue des supports privilégiés pour l'amélioration de nos connaissances des techniques de fabrication (et donc des méthodes de soudage) employées par les fondeurs antiques. Et au-delà de ces résultats nous montrerons que leur étude technologique peut également fournir des éléments de réponse à des problématiques plus spécifiques, liées à la propre histoire de l'objet considéré (interprétation historique par la constitution de groupes ou la détermination d'ateliers, rapprochements, développement de nouvelles techniques d'analyse...).

2. La grande statuaire antique en bronze

Il existe deux grandes catégories de techniques de mise en forme des objets métalliques : le moulage par fonderie et la déformation plastique [Pernot 1999]. Le procédé de moulage par fonderie consiste à couler le métal en fusion dans le creux d'un moule où il se solidifie en prenant la forme de l'empreinte. La déformation plastique implique le travail du métal à l'état solide : si le métal ne peut pas être coulé (cas du fer), la forme souhaitée est obtenue à la suite de plusieurs déformations à chaud (forgeage) ; si le métal peut être coulé, l'artisan élabore d'abord par fonderie une ébauche qu'il travaille ensuite en alternant déformation plastique (par exemple par martelage) et recuit de recristallisation.

L'usage du bronze (alliage cuivre-étain (-plomb)) pour l'élaboration de sculptures grecques est attesté au VIII^e s av. J.C. [Rolley 1994 et 2000]. La fonte pleine, qui fut la première employée, ne permettait pas d'obtenir des figures de grandes dimensions. Outre le fait de nécessiter un coût élevé en matière première, la coulée d'une masse considérable de métal augmente les effets de rétractation provoquée par le refroidissement, entraînant ainsi des défauts de fonderie très importants. Ainsi, pour obtenir des statues de plus grandes dimensions, on avait initialement recours au procédé consistant à riveter entre elles des feuilles de métal battues au marteau (sphyrelaton) [Bol 1985 p 97 ; Haynes 1992 p11]. L'apparition et la diffusion progressive de la technique de la fonte en creux à la cire perdue, accompagnées du développement des savoir-faire des fondeurs, ont contribué à l'élaboration d'objets métalliques de grandes dimensions et de haute complexité. Ainsi, la Grèce, dès la fin du VI^e siècle avant J.C. verra sa production de grandes sculptures de bronze augmenter (« Sur l'Acropole d'Athène, à en juger par les bases inscrites, c'est tout à la fin du VI^e siècle qu'on observe un déclin très net du nombre de statues en marbre par rapport au bronze » [Rolley 1994, p 66]). Les Romains améliorerons leur technique de fabrication jusqu'au V^e siècle après J.C.. La chute de l'Empire romain créera un grand vide et il faudra attendre la Renaissance italienne (XIV^e siècle) pour renouer véritablement avec l'art de la grande sculpture de bronze en Occident [Bewer et al 2008, Dubos 2009, Mille 2012 (b)].

2.1. La grande statuaire Grecque et Romaine en bronze

Notre étude concerne plus particulièrement les productions grecques et romaines. En effet, l'élaboration des grandes sculptures de bronze révèle une véritable communauté technologique entre ces civilisations [Zimmer 1985, Formigli 1999 (a)(b)(c), Mattusch 2012]. L'apparition du procédé de fonte en creux à la cire perdue a considérablement contribué à repousser les limites imposées par le procédé de fonte pleine pour la confection d'objets de grande dimension. Néanmoins la mise en oeuvre d'un système d'alimentation adapté à la fonte en une seule coulée d'une grande statue ne devait pas être maîtrisée par les fondeurs antiques. Les études technologiques [Formigli 1984, Bol 1985, Janietz Schwarz 2000, Mille 2007,...] nous le confirment, ces grandes sculptures de bronze résultaient de l'assemblage de plusieurs parties coulées séparément. Une coupe grecque en terre cuite (Fig. 1.1), conservée au Musée de Berlin et datée du début du V^e siècle avant J.C., en est un précieux témoignage. Le décor représente un atelier de fondeur : l'un des ouvriers semble s'occuper d'un four (de fusion ?), tandis qu'un autre travaille sur une statue de taille naturelle de bronze, dont la tête, coulée à part, est encore séparée du tronc et git à terre. Cependant, le corollaire de la multiplication des coulées dont le but est de contourner les complexités géométriques qu'implique la fabrication de telles statues, est la nécessité de maîtriser des techniques d'assemblage très efficaces. A l'intar d'avoir retouvé des indices sur ces techniques dans les sources antiques (voir par exemple Pline, Livre XXXIV), ce sont des études récentes [Bouquillon et al 2006, Mille 2007, Darblade-Audoin et Mille B 2008, Mille B. et Robcis 2009, Mille et al 2012] qui convergent pour montrer que les fondeurs antiques avaient recours à un procédé de soudage élaboré dont le savoir-faire fut perdu à la fin de l'Antiquité. Ainsi, les fondeurs de la Renaissance n'ont jamais réussi à reproduire cette technique, ce qui les a conduits soit à sécuriser leurs assemblages par des moyens essentiellement mécaniques, soit à contourner le problème en améliorant la circulation du métal dans le moule afin de réussir des coulées en un seul jet [Mille 2012 (b)].



Figure 1.1 Coupe dite « de la fonderie » (vue du dessous extérieur de la coupe) (*Erzgießerei-Schale*) (h : 12 cm, d : 30,5 cm), 490-480 av. J.C., n° inv. 204340, Antikenmuseen, Berlin [Mattusch 1980].

2.2. « Grand » bronze : une question de dimension uniquement ?

En sculpture, on fait la distinction aujourd'hui la distinction entre grande et petite statuaire [Mille et Robcis 2009]. Le premier critère est bien évidemment dimensionnel : lorsqu'on parle de grands bronzes, référence est faite aux statues métalliques creuses dont les dimensions sont de l'ordre de 1 m à 2 m (correspondant à l'échelle ½ à 1 pour une représentation humaine). Au-delà, on parlera, dans le langage famillier, de statues « colossales ». La petite statuaire, quant à elle fait plutôt référence à des objets de quelques de centimètres à 20 centimètres. En outre, second critère, à chacune de ces catégories semble correspondre une technique de fabrication propre : l'élaboration des grands bronzes résulte de l'assemblage par soudage de plusieurs pièces obtenues par le procédé indirect de fonte en creux à la cire perdue tandis que la petite statuaire, le plus souvent pleine, est élaborée à partir du procédé direct de fonte à la cire perdue et coulée en un seul jet.

Nous mettons en évidence une dernière catégorie pour statues dont les dimensions (entre 20 cm et 1 m) se placent entre les petits et les grands bronzes : les « moyens » bronzes. Fait très intéressant, parmi ces « moyens » bronzes, certains sont fabriqués selon les techniques de la petite statuaire [Mille et Borel 2007, Pariselle et *al* à paraître], tandis que d'autre ont été obtenues à partir de celles de la grande statuaire [Mille et Robcis 2009, Mille et *al* 2012]. A partir du constat selon lequel la petite et la grande statuaire de bronze sont le plus souvent fabriquées selon des techniques radicalement différentes, nous avons proposé que les ateliers de fabrication étaient eux aussi totalement distincts. Dans ce scénario, les « moyens » bronzes auraient été fabriqués dans l'un ou l'autre type d'atelier, selon les techniques auxquelles nous avons affaire [Mille et Azéma, à paraître].

Si la majorité des statues constituant le corpus d'objets étudiés dans la cadre de ces travaux de thèse appartient à la « moyenne » statuaire dimensionnellement parlant, elles n'ont en revanche rien à envier aux grands bronzes du point de vue des techniques mises en œuvre pour leur élaboration : procédé indirect de fonte à la cire perdue, souvent complété de détails directement sculptés en cire, assemblages par soudage, soin apporté à la fabrication et à la finition.

2.3. Les techniques de fabrication des la grande statuaire antique en bronze

2.3.1. Procédés de fonte en creux à la cire perdue

La technique de la « cire perdue » [Pernot 1999] permet non seulement de couler des objets creux, mais donne aussi au sculpteur la possibilité de rectifier sa statue de cire jusqu'au dernier

moment. Il existe deux principales variantes de cette technique : le procédé dit « direct » et celui qualifié d' « indirect ».

2.3.1.1. Fonte en creux sur positif (procédé direct)

Dans un premier temps [Zimmer 1985, Mattusch 1988, Pernot 1999, Rolley 2003, Mille 2007], une forme est grossièrement façonnée en terre (ou en plâtre ?), généralement soutenue par des armatures métalliques ou de bois (Fig. 1.2) : elle constituera le noyau interne de l'objet à réaliser. Ce noyau est alors enrobé (par estampage, « au trempé », par application de feuilles de cire...) d'une couche de cire d'une épaisseur suffisante pour que l'artiste puisse sculpter le modèle en détail (travail de la cire *sur positif*). Si l'armature est jugée insuffisante par le fondeur ou si elle est absente, des clous distanciateurs sont répartis de manière homogène afin de maintenir le noyau au moule de coulée. Le système d'alimentation (canaux et des cônes de coulées) et les évents, eux aussi en cire, sont mis en place sur le modèle sculpté. Tout cet ensemble peut alors être revêtu d'argile pour constituer le moule de coulée. Ce dernier est ensuite retourné et étuvé afin d'évacuer la cire (décirage), puis mis à cuire pour éliminer toute trace d'humidité (la présence d'eau étant très préjudiciable au moment de la coulée). Le bronze est enfin coulé et remplit l'espace laissé vacant par la cire. Le moule de coulée est brisé pour récupérer l'objet (décochage). Le noyau interne peut également être éliminé si l'objet obtenu dispose d'ouvertures permettant d'accéder à la cavité interne.

Etant donné que la cire est d'abord déposée sur le noyau interne grossièrement modelé avant d'être sculptée, on comprend aisément que la paroi interne de la statue obtenue ne suivra pas parfaitement les reliefs de la paroi externe.



Figure 1.2 : Procédé direct (sur positif) de fonte en creux à la cire perdue ©B. Mille.

Prenons l'exemple d'une statue à figuration humaine : si la tête était représentée par une boule lisse lors de l'élaboration du noyau, la cire l'enrobant aura cette même forme au niveau de sa paroi interne mais présentera les détails anatomiques (nez, bouche) sculptés en relief (par apport ou retrait de matière) par l'artiste sur la surface extérieure. Le métal prenant la place de la cire lors de la coulée, la paroi interne sera donc uniformément lisse alors que la paroi externe suivra les reliefs du visage, de la chevelure. La statuette représentant un homme vêtu d'un sagum provenant du trésor de Neuvy-en-Sullias illustre bien cette variante technique [Mille et Borel 2007] (Fig. 1.3).





Figure 1.3 : statuette d'un homme portant le sagum (h : 23 cm) ,1^{er} s. av – 1^{er} s. ap. J.-C., n° inv. A6289, Musée historique et archéologique de l'Orléanais, Neuvy-en-Sullias [Mille et Borel 2007].

2.3.1.2. Fonte en creux sur négatif (procédé indirect)

Le bronzier (c'est-à-dire l'artisan qui fabrique l'objet en bronze), en collaboration avec le sculpteur (si ce n'est la même personne) part ici d'un modèle pré-existant (en marbre, en métal, en argile...) dont on réalise le moulage en terre (en plâtre) [Zimmer 1985, Mattusch 1988, Pernot 1999, Rolley 2003, Mille 2007]. Le moule obtenu est ensuite découpé en plusieurs parties en tenant compte des contraintes géométriques de l'objet (contre-dépouille) : il s'agit de la réalisation d'un moule de façon à éviter toutes les contre-dépouilles ; on le qualifie de « moule à bon creux ». L'intérieur de chaque portion de moule est garni de cire (travail de la cire *sur négatif*) soit par l'application de feuilles de cire, au pinceau, ou « au renversé » (la cire chaude est versée dans le moule qui est ensuite vidé de manière à ce qu'il ne reste qu'une faible couche de cire solidifiée sur les parois). L'épreuve en cire, réplique exacte du modèle initial, est reconstitué à partir des différentes empreintes obtenues. Le noyau, constitué d'argile, est coulé à l'intérieur de l'épreuve. Comme pour le procédé direct, des canaux d'alimentations, des cônes de coulées et des évents sont ensuite mis en place sur le modèle sculpté. Puis la structure, maintenue par des clous distanciateurs

répartis de manière homogène, est recouverte d'un manteau d'argile constituant le moule de coulée. Une fois le décirage et la cuisson réalisés, le métal est coulé. L'argile est retirée pour pouvoir récupérer l'objet. Dans ce cas également, le noyau peut être retiré (Fig. 1.4).

Cette technique permet, comme le procédé direct d'obtenir des objets creux. Mais elle dispose d'au moins deux avantages supplémentaires : d'une part, elle est censée préserver le modèle original sculpté par l'artiste, ce qui permet d'effectuer plusieurs tirages identiques ou variants (les détails pouvant être repris par l'artiste avant l'enrobage de terre pour l'étape de décirage et de coulée du métal) d'un même modèle. D'autre part, elle permet d'obtenir plus facilement des parois métalliques d'épaisseur fine et régulière. Reprenons l'exemple de la tête, mais obtenue cette fois via le procédé indirect. Le modèle n'est pas sculpté sur une boule d'argile enrobée de cire (ébauche) mais est obtenu par moulage d'une empreinte prise sur la tête d'une sculpture déjà existante. Ainsi, les détails du côté de la paroi interne (nez, bouche, globe oculaire ...), apparaitront en négatif sur la paroi interne. La coulée du noyau en argile après la confection du modèle en cire permet de conserver cette propriété.



Figure 1.4 : procédé indirect (sur négatif) de fonte en creux à la cire perdue ©B. Mille.

2.3.1.3. La fonte en creux à la cire perdue des grands bronzes antiques : procédé direct ou indirect ?

L'étude des reliefs des parois interne et externe met souvent en évidence que si la majorité de la statue a été fondue selon le procédé indirect, des ajouts en positif ont également été effectués par le sculpteur, juste avant l'étape d'enrobage de terre réfractaire pour la coulée de métal [Mille 2007, Mille 2009]. Ces reprises de la cire peuvent être interprétées comme la personnalisation de la statue par rapport au modèle de « base » pré-existant, fournissant ainsi les attributs caractéristiques de la figure représentée. L'exemple de l'élaboration de la tête du Gaulois captif d'Arles (cf § 4.1.2) illustre pertinemment cette méthode (Fig. 1.5) :

Le bronzier part d'un modèle pré-existant, dans ce cas d'une tête masculine, mais sans barbe ni moustache (1). Il réalise ensuite une prise d'empreinte de la tête par moulage (2). Chaque pièce du moule est garnie d'une fine couche de cire (3). Il obtient une épreuve en cire, qui est une réplique exacte du modèle (travail sur *négatif*) (4). La barbe, la moustache et quelques mèches de cheveux sont ajoutées en cire (travail sur *positif*) (5). Le noyau interne est obtenu par coulée d'une terre

réfractaire. Les clous distanciateurs sont plantés de manière homogène : ils maintiendront le noyau au moule pendant la coulée (6). Le système d'alimentation est construit en cire : canaux et cônes de coulée (les évents, certainement présents, ne sont ici pas représentés) (7). L'ensemble est enrobé d'une terre réfractaire, pour former le moule de coulée (8). Le moule est chauffé pour éliminer la cire (décirage) et évacuer toute trace d'humidité (9). Du bronze en fusion est coulé à la place de la cire (10). Le moule est brisé pour dégager la pièce de métal (11). Les finitions (découpe des canaux d'alimentation, polissages, réparation des défauts de fonderie...) donnent au bronze son aspect définitif (12).



Figure 1.5 : Réalisation de la tête du Gaulois captif d'Arles (hauteur de la statue complète : 63 cm, 1^{er} s. av. J.C., n°inv.Rho.2007.06.1962, Musée Départemental Arles Antique) par le procédé indirect de fonte à la cire perdue © L. Garenne-Marot.

2.3.2. Procédé d'assemblage par soudage

La reconnaissance de cette technique comme procédé tout aussi majeur que celui de fonte à la cire perdue dans la chaîne opératoire de la fabrication des grands bronzes s'est établie en deux temps. Dans un premier temps, la fonte par partie des grandes statues de bronze antiques ne fut pas reconnue d'emblée de manière unanime. Par exemple, à propos de la statue de Jupiter d'Evreux (cf § 4.1.3), il a été écrit d'une part « II est incontestable qu'elle a été fondue en une seule pièce [...] » [Prevost 1889] et d'autre part « [...] les pièces fondues à part sont raccordées [...] » [Daremberg et Saglio 1877-1919]. Les études faites au cours de ces trente dernières années ont prouvé la légitimité de l'hypothèse du recours à la fonte par partie.

Ensuite, la question du type d'assemblage s'est posée. Daremberg et Saglio écrivirent à ce sujet « [...] le plus souvent, c'était au moyen d'une soudure [...] on les unissait aussi par des rivets [...], raccordés au moyen de petites lames de métal très adroitement repolies [...] » [Daremberg et Saglio 1877-1919]. Ainsi, il est ici fait référence à deux catégories d'assemblages : le joint par soudage et le joint mécanique. Mais les études technologiques ont montré que la technique d'assemblage couramment usitée était le soudage. On comprend aisément la préférence des fondeurs antiques pour ce procédé : joindre deux pièces en assurant la continuité de la matière de manière à donner l'illusion d'une statue en pied ! Le principe de base consiste à verser du bronze en fusion dans un espace aménagé entre les deux pièces que l'on souhaite assembler [Steinberg 1973]. Les soudures ont souvent été observées sous forme de cordon plus ou moins large, ponctué ou non de zones ovales appelées cuvettes (« vaschette » en italien) [Formigli 1984]. C'est dans le cadre du programme d'étude des techniques de fabrication des grands bronzes antiques conduits au C2RMF depuis une dizaine d'années maintenant que s'inscrivent ces travaux de thèse axés sur la mise en œuvre de ce procédé de soudage mal connu et sur la compréhension de son mécanisme. Ces thèmes seront donc approfondis dans les chapitres suivants.

2.3.3. Finitions

Les pièces fondues ainsi que leurs assemblages par soudage présentaient souvent des défauts : porosités résultant d'une évacuation insuffisante des gaz lors de la coulée, lacune témoignant d'une mauvaise circulation du métal liquide dans le moule, trous de section carrée à la suite du retrait des clous distanciateurs... Les défauts les plus importants étaient en général rebouchés par une nouvelle coulée de métal venant épouser la forme de chaque défaut. Autour des défauts plus petits une cavité de forme rectangulaire ou polygonale était creusée dans l'épaisseur de

31

la paroi de bronze. Elle était ensuite remplie par du bronze en fusion, créant ainsi une sorte de rustine que l'on nomme plaquette de réparure.

Dans les finitions, nous incluons également les incrustations et éléments rapportés hors bronze (yeux, tétons, certaines lèvres...) ainsi que l'éventuelle dorure habillant la statue.

2.3.4. Tableau bilan sur le vocabulaire technique relatif à la fabrication des grands bronzes antiques

Nom	Définition
Procédé de fonte en creux à la cire	Benniton
perdue	Procédé de fonderie permettant de mouler en creux des objets en métal.
Procédé direct (sur positif)	Travail de la cire depuis la face externe du modèle.
Procédé indirect (sur négatif)	Procédé au cours duquel la cire est appliquée dans le moule et est donc travaillée depuis la face interne du modèle
Νοναμ	Terre remplissant le creux des épreuves de cire
	Ossatures en général métalliques avant pour fonction d'aider au maintien
	du novau. De section carrée ou circulaire, elles sont souvent utilisées soit
Armatures	l'élaboration de très grandes statues à géométrie complexe grands
	hronzes) soit nour l'obtention de statues en creux par le procédé indirect
	Clou en fer de section carrée dont la fonction est d'empêcher les
Clou distanciateur	mouvements du novau dans le moule lors de la coulée du métal
Coulées primaires	Coulées des différentes nièces d'une statue avant assemblage
coulees primunes	Los cônes et les canaux constituent le sustème d'alimentation en métal
	Les corres et les carladix constituent le système d'aimentation en metal.
Canaux d'alimentation, cône de	dictribuer le métal dans le creux du meule. Le métal est versé dans le cône
coulée, évents	at arienté par les capaux vers le medèle. Les évents permettent
	l'évacuation des gaz.
Caraa	minitrations de metal dans une rente du noyau lors de la coulee. Elles
Gerces	de l'énergine en site
	de l'épréuvé en ciré.
	Fait référence au métal coulé pour réaliser l'assemblage par soudage de
Coulée secondaire d'assemblage	deux coulées primaires (deux pièces obtenues par le procédé indirect de
	fonte en creux à la cire perdue)
Cordon de soudure	Forme linéaire du joint soudé. Les cordons sont souvent ponctués de
	cuvettes.
Cuvette de soudure	Autre forme du joint soudé. Ce sont des zones beaucoup plus larges que
	les cordons, se présentant sous forme ovale.
Finitions	Ce sont les étapes suivant la coulée et l'assemblage qui donnent à la
FILICIONS	sculpture son aspect définitif.
	Il s'agit d'un autre type de coulée secondaire dont l'objectif est de
Coulée secondaire de réparation	masquer ou réparer un défaut présent au niveau des coulées primaires ou
	des coulées secondaires d'assemblage.
	Coulée secondaire de réparation versée dans un espace aménagé incluant
	le défaut à masquer : le fondeur creuse dans l'épaisseur de la paroi un
Plaquette de réparure	espace de forme quadrangulaire ou polygonale. La soudure n'est pas
	recherchée : les pièces obtenues tiennent mécaniquement grâce au profil
	chanfreiné des bords des formes creusées.
Incrustation	Matériau serti dans le bronze (le plus souvent en un autre métal : cuivre
incrustation	non allié, argent) en guise d'ornement (effet de polychromie)
Damina	Application d'une couche d'or sur la surface de l'objet (dorure à la feuille,
Dorure	au mercure)

3. Méthodologie d'étude des grands bronzes antiques

3.1. L'étude technologique des grands bronzes antiques, une discipline récente

Hormis quelques œuvres telles que les chevaux de Saint-Marc (Musée de la basilique de Saint-Marc) ou encore la statue équestre de Marc-Aurèle (Palais des Conservateurs, Musées du Capitole, Rome) dont l'histoire est connue depuis, respectivement, le Moyen-Age et la Renaissance italienne, la plupart des sculptures de bronze de l'Antiquité ont été (re-) découvertes entre le 19^e siècle et aujourd'hui. Les discussions d'ordre esthétique, l'analyse stylistique, l'attribution et la datation constituaient avant tout le principal objet d'étude de ces sculptures au détriment de la question de leurs modes d'élaboration. Signalons cependant quelques exceptions : la remarquable description de François Rever de l'Apollon de Lillebonne [Rever 1824], ou encore la courte analyse (souvent erronée) de Gustave-Amable Prevost sur la statue du Jupiter du Vieil-Evreux [Prevost 1889] témoignent des premières interrogations techniques sur la grande statuaire antique en bronze, soulevées à partir d'observations visuelles mais aussi d'examens plus poussés (analyses de la composition du métal par attaques chimiques successives, expérimentations sur les procédés d'assemblage...). Le début du 20^e siècle a particulièrement été marqué par la discussion concernant le procédé de fonte qui avait été employé lors de l'élaboration de ces sculptures. Selon Kluge [Kluge 1927], elles avaient été obtenues à partir du procédé de fonte au sable. Cette théorie avait déjà été mise en doute par Blümner [Blümner 1874-1888] qui, sur la base d'écrits antiques, supposait plutôt le recours au procédé de fonte à la cire perdue. C'est à partir des années 1950 que l'on a clairement démontré l'utilisation exclusive de ce procédé pour la fonte de la (petite et grande) statuaire antigues en bronze [Jantzen 1955, Chamoux 1955, Richter 1970]. De plus, les découvertes récentes de nombreux bronzes ont d'autant plus accrus l'intérêt pour les techniques qui ont présidé à leur élaboration. Ainsi, la restauration et l'étude stylistique des objets se sont-elles désormais systématiquement accompagnées d'examens scientifiques. Les travaux réalisés par Perroco [Perroco 1979] sur les quatre chevaux qui ornaient la façade de la basilique Saint-Marc de Venise (rapportés du pillage de Constantinople lors de la 4^e croisade de 1202 à 1204 ap. J.C.) témoignent des préliminaires de ce type d'étude. Mais les deux statues de guerriers, découvertes en 1972 au large de Riace en Calabre (sud-ouest de Italie) sont probablement les premières grandes sculptures de bronze pour lesquelles on eut recours à des analyses technologiques poussées (radiographies, analyse élémentaire...) [Formigli 1984]. Ils sont d'ailleurs un bon exemple des acquis et des incertitudes du début de ces recherches. En fait, l'étude des procédés de fabrication s'avère être plus facile sur des fragments que sur des statues complètes. La publication détaillée de fragments de statues (dont deux chevaux en particulier) appartenant au dépôt de bronze mis au jour à Augst a, pour la première fois [Janietz Schwarz et Rouiller 1996, et Janietz Schwarz 2000], fourni un jeu complet de photographies des faces internes et externes, interprétées grâce à des radiographies et à des analyses élémentaires des alliages. Tous les fragments ont été précisément cartographiés selon les montages de l'épreuve en cire, les emplacements des clous distanciateurs et d'armatures, les coulées secondaires d'assemblage et de réparation Aujourd'hui, il est possible de fournir une description précise des étapes de fabrication d'une statue : le nombre de parties (coulées primaires) assemblées qui la constituent, la composition élémentaire des alliages employés, localisation des assemblages et des réparations (coulées secondaires), existence ou non d'ajouts modernes... De plus, au-delà de simples études monographiques, des réponses à des problématiques plus complexes et/ou générales peuvent être proposées : par exemple répondre à une question archéologique relative à un site particulier, ou encore conduire une réflexion d'ordre stylistique ou chronologique, mais aussi, confronter l'ensemble de ces données afin de contribuer à une meilleure connaissance de ces procédés de fabrication et de leur évolution dans l'espace et au cours du temps. C'est à la lumière de plusieurs études technologiques approfondies de grands bronzes (la jambe d'Apollon Chatsworth, le bras fragmentaire d'Essegney, le cheval de Neuvy-en-Sullias, l'enfant à la bulle, le pied colossal de Clermont-Ferrand, les enfants d'Agde) [Bouquillon et al 2006, Caumont et al 2006, Mille 2007, Darblade-Audoin et Mille 2008, Descamps-Lequime et al 2008, Mille et Robcis 2009, Mille et al 2012] que B. Mille a mis en évidence le fait que la fabrication des grands bronzes antiques reposait sur la maitrise de deux procédés essentiels :

- l'élaboration des coulées primaires, à partir du procédé indirect de fonte en creux à la cire perdue,

- leur assemblage par un procédé de soudage appelé soudage par fusion au bronze liquide (coulée secondaire d'assemblage).

Créée par B. Mille (C2RMF), S. Descamps-Lequime (Département des Antiquités Grecques, Etrusques et Romaines du musée du Louvre) et Claude Rolley, la base de données *Héphaïstos* témoigne de l'ampleur et de l'avancée progressive des recherches dans ce domaine, et en est devenu un outil efficace et indispensable [Watzeels 2009]. Régulièrement alimentée, elle regroupe l'ensemble des informations techniques sur les grands bronzes antiques. Plus de 800 œuvres de tous les musées du monde y sont aujourd'hui répertoriées.

3.2. Stratégie pour l'étude et l'analyse de la grande statuaire en bronze développée au C2RMF

Dans le cadre du programme de recherche concernant « l'évolution des techniques de fabrication de la grande statuaire antique en bronze » débuté en 2003, le C2RMF a développé une méthodologie d'étude et d'analyse des œuvres que nous décrivons dans ce chapitre. Nous verrons alors que la mise en œuvre de techniques d'analyses interdisciplinaires est nécessaire pour réaliser une description technologique précise de l'œuvre. Le nombre et la performance de ces techniques d'analyses sont constamment accrus grâce au développement de nouvelles méthodes de caractérisations industrielles pouvant être appliquées au patrimoine. Par exemple, l'application de techniques en Contrôle Non Destructif (CND) est particulièrement recherchée.

L'étude d'un grand bronze débute avant tout par son examen technologique. Il s'agit d'étudier l'objet en lui-même afin d'identifier les étapes de sa fabrication ainsi que les matériaux employés. Les résultats obtenus peuvent d'une part contribuer à répondre à une problématique propre (compréhension d'un site archéologique particulier, recontextualisation, reconstitution de l'histoire technique de l'objet, légitimation d'un lien entre plusieurs objets, authentification...)et d'autre part, dans un contexte plus général, aider à améliorer nos connaissances des procédés employés par les fondeurs antiques et de leur évolution spatio-temporelle.

3.2.1. Observations visuelles, endoscopie

L'examen à l'œil nu [Mille et Robcis 2012], s'il est le plus simple à mettre en œuvre, n'en est pas moins fondamental. En effet, il fournit déjà de nombreuses informations sur la logique d'exécution du travail de l'artiste fondeur, de par le repérage d'indices témoignant des différentes étapes de fabrication de la statue. Ces indices peuvent être des emplacements de clous distanciateurs, des soudures, des réparations (plaquettes de réparure), des incrustations (Fig. 1.6). Une petite ouverture (1,5 cm de diamètre environ) suffit pour accéder à l'intérieur de l'objet à l'aide d'un endoscope, ce qui s'avère intéressant pour compléter (voire confirmer) les observations réalisées sur la paroi externe. Les informations ainsi récoltées sont confrontées particulièrement avec celles issues des examens radiographiques et tomographiques (cf ci-après) afin d'établir une cartographie des données technologiques recueillies sur l'objet étudié. Les résultats obtenus orientent la localisation des prélèvements de métal pour l'analyse de la composition élémentaire des alliages employés (cf § 3.2.4).


Figure 1.6: Exemple d'indices technologiques observables à l'œil nu ou via un endoscope :

A. Incrustations d'argent pour les yeux et de cuivre pour les lèvres (Jupiter, h : 0,92 cm, 1^{er} s. ap. J.C., n°inv. 5404, Musée d'Evreux).

B. Soudure en cuvette de la jambe droite sur la partie supérieure de la cuisse (Gaulois captif d'Arles, h : 0,63 cm, 1^{er} s. av. J.C., n°inv.Rho.2007.06.1962, MDAA).

C. Les oxydes de fer mettent en évidence la présence des restes d'un clou distanciateur (fragment n°C2RMF 69366 appartenant au dépôt de grands bronzes du Vieil-Evreux, l : 0,25 cm, n°inv. 4869, Musée d'Evreux).

D. Plaquettes de réparure masquant un défaut de coulée (Doigt colossal fragmentaire, l : 0,38 cm, époque romaine, n°inv. Br78, Musée du Louvre).

3.2.3. Radiographies et tomographies X et γ

3.2.3.1. Principe

La radiographie est une technique d'imagerie non destructive [Dumont-Fillon 1996]. Elle enregistre l'image formée par des rayons X (ou des rayons gamma, on parle alors de gammagraphie) qui sont plus ou moins absorbés lorsqu'ils traversent un objet. Les rayons X et gamma sont des ondes électromagnétiques de même nature que la lumière visible ou les ondes radiophoniques, mais de longueurs d'ondes très courtes, comprise entre 10⁻⁷ et 10⁻¹² mètres, et dotés d'une grande énergie. Ces longueurs d'onde de l'ordre de l'Angström (10⁻¹⁰ m), sont proches des distances inter-atomiques,

ce qui permet le passage du rayonnement à travers la matière, alors qu'un rayonnement de plus grande longueur d'onde se trouve réfléchi par la surface du matériau étudié. Les rayons X sont produits par transition électronique tandis que les rayons gamma sont produits par transition nucléaire.

L'exposition dépend des paramètres suivants :

- La tension (en kV) règle l'énergie du rayonnement et donc sa pénétration dans la matière.
- L'intensité (en mA) et le temps dont le produit détermine la quantité totale de rayonnement reçu par l'objet.
- La distance entre la source de rayonnement et le récepteur.
- La sensibilité du récepteur
- La présence éventuelle d'un filtre placé devant dans le faisceau (cuivre par exemple).
- La nature (numéro atomique des éléments constitutifs) ainsi que l' (les) épaisseur(s) de l'objet.

En tomographie [Thiery 2002], l'objet à étudier tourne lentement devant le capteur de radiographie. Une image radiographique différente est numérisée à chaque degré pour obtenir un tour complet. La combinaison de chacune des images obtenues permet de calculer un plan de coupe. On obtient la représentation des variations de densité locale de l'objet. L'assemblage des plans de coupe successifs permet de reconstituer l'image 3D.

3.2.3.2. Appareil et paramètres pour l'étude des grands bronzes

La radiographie X des grands bronzes antiques est effectuée au C2RMF grâce à un équipement d'un type plus généralement utilisé pour le contrôle industriel [Borel 1995, 1999 et 2011] (Fig. 1.7). Les conditions d'exposition dépendent de l'épaisseur des parois de bronze et du type d'information recherché. Dans le cas de l'étude des grands bronzes antiques, la tension d'accélération se situe généralement entre 120 à 420 kV, l'intensité autour de 4 mA, et le temps d'exposition peut varier de quelques minutes à quelques heures. Des filtres de cuivre ou de plomb peuvent aussi être placés devant le tube de rayons X. Le type d'image obtenu bénéficie d'une excellente résolution géométrique latérale (entre 20 et 50 µm), qui rend possible l'observation de détails d'une très grande finesse.

On obtient ainsi à la fois une représentation de la constitution interne (structure, armatures, assemblages, ...) et de la surface des œuvres étudiées (réparations, incrustations, porosités, défauts de coulée, clous distanciateurs...) permettant notamment d'en déduire le type de procédé de mise en forme employé (martelage ou fonderie, cire perdue en procédé direct ou indirect, au

renversé ou application en feuille...), mais aussi les prises de mesure dimensionnelles (épaisseur des parois, armatures...). Cependant, la radiographie X superpose tous les plans de l'objet, ce qui peut parfois gêner la localisation de certains détails. La tomographie X peut alors être d'un grand secours, une fois l'image tridimensionnelle de l'objet reconstituée. La tomographie permet de déterminer la profilométrie des parois internes lorsque celles-ci ne sont accessibles ni par observation directe, ni via le recours à l'endoscopie. Les images tomographiques aujourd'hui produites au C2RMF [Borel 2011, Bourgarit et Mille 2010, Mille et Robcis 2012] souffrent pour l'instant d'une résolution latérale nettement moins bonne (environ 500 μm) que la radiographie X conventionnelle, non pas en raison du récepteur numérique utilisé mais des puissances de calculs encore insuffisantes. Cependant, du fait de son intérêt évident, cette technique d'analyse est progressivement optimisée.



Figure 1.7 : mise en place par Thierry Borel des films radiographiques autour de Jupiter d'Evreux.

3.2.4. Analyses de la composition élémentaire des alliages par ICP-AES

3.2.4.1. Prélèvements de métal

La composition élémentaire des alliages employés pour la fabrication des objets est déterminée sur prélèvements par échantillonnage des différentes pièces qui les constituent. Ils sont localisés de façon à obtenir systématiquement une information sur les alliages employés pour chaque coulée primaire, coulée secondaire d'assemblage et coulée secondaire de réparation. Des micro-forages de 1 mm de diamètre environ permettent de récolter des copeaux de métal non corrodé. Un tri sous loupe binoculaire est nécessaire pour éliminer les éventuelles traces restantes de corrosion et autres pollutions qui pourraient avoir une influence sur les analyses qui vont suivre (Fig. 1.8).



Figure 1.8: En haut, prélèvement du métal de soudure entre la jambe gauche et la partie supérieure de la cuisse gauche du Gaulois captif d'Arles (h : 0,63 m), 1^{er} s. ap. J.C., n°inv. Rho.2007.06.1962, MDAA ; En bas à gauche, détail du prélèvement de métal dans une cuvette de soudure ; en bas à droite, copeaux de métal prélevés ©C2RMF, B. Mille.

3.2.4.2. Analyses élémentaires par ICP-AES

Parmi les techniques d'analyse capables de mesurer les éléments majeurs et en traces, la spectrométrie d'émission atomique est particulièrement bien adaptée à l'analyse des objets anciens à base de cuivre [Mille et Bourgarit 2000, Bourgarit et Mille 2003]. La technique d'ICP-AES (Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectroscopy) est l'une de ces techniques dont la source est un plasma généré par un couplage inductif [Thompson et Walsh 1989, Boss et Fredeen 1997, Skoog et *al* 2003] (cf annexe n°13 pour le détail de la technique).

Cette technique nécessite un petit prélèvement, qui sera consommé pour l'analyse. Ceci étant, les alliages cuivreux archéologiques sont pratiquement toujours corrodés en surface, ce qui empêche l'utilisation des méthodes d'analyse sans prélèvement comme le PIXE qui sondent une profondeur très limitée (inférieure au dixième de millimètre pour le cuivre). Le prélèvement est ainsi quasiment inévitable, l'ICP-AES devient alors l'outil idéal pour ces analyses : elle est très précise, elle dose simultanément un grand nombre d'éléments chimiques avec une très bonne sensibilité et enfin elle est conçue pour les séries importantes d'échantillons.

Une partie des analyses de cette thèse (dossier Vieil-Evreux) ont été réalisées au CEA Le Ripault (Tours). Les autres ont été effectuées au C2RMF.

3.2.5. Etude de coupes métallographiques

Quelques prélèvements macroscopiques ont été possibles sur certains objets. Le plus souvent, leur objectif est d'approfondir une question technique concernant particulièrement les coulées secondaires d'assemblage et de réparure (zone de soudure, plaquettes, bouchage de clous distanciateurs). Les coupes sont réalisées avec une scie diamantée [Mille 2007]. Elles peuvent être plus facilement effectuées sur des fragments, et plus exceptionnellement lorsque la statue est entière, si celle-ci présente des parties cachées. Les coupes sont ensuite enrobées dans une résine avant d'être préparées (pré-polissage, polissage, attaque chimique...) pour divers examens (microscopie optique et électronique...). La méthodologie mise en œuvre lors d'une étude métallographique détaillée ainsi que les apports des études réalisées sur des prélèvements de zones d'assemblage sont décrits dans le chapitre 2 consacré aux soudures antiques et dans l'annexe n° 09.

3.2.6. Autres techniques d'analyses

3.2.6.1. Analyses élémentaires par faisceau d'ion : PIXE et RBS

Dans le cadre des études technologiques réalisées sur les statues antiques, les techniques du PIXE et du RBS (cf annexe n° 12) pour le principe de fonctionnement) sont principalement utilisées dans le but de déterminer les compositions élémentaires des incrustations, des dorures, mais aussi d'évaluer leur épaisseur [Ioannidou et *al* 2000, Darque-Ceretti et Aucouturier 2012].

3.2.6.2. La numérisation 3D

Si la numérisation 3D [Kolin 2011] est un moyen de valoriser les œuvres en les rendant accessibles dans le cadre de visites virtuelles, elle est aussi un outil efficace en termes de recherche dans les sciences du patrimoine. Elle permet en particulier d'observer des détails des objets, de les manipuler, mais aussi de les soumettre à des modifications, le tout virtuellement : par exemple, dans le cadre de la préparation d'un démontage (ou remontage) lors de la restauration d'un objet. L'objet numérisé peut également être le support de diffusion de connaissances acquises lors de son étude.

Plusieurs méthodes de numérisation peuvent être mises en œuvre (photogravimétrie, triangulation laser...). Dans le cadre des études présentées dans ce chapitre, la triangulation laser a été employée (Fig. 1.9). Lors de ce type de scan, une caméra spécifique détermine l'emplacement du point d'impact du laser projeté sur l'objet. L'emplacement de la caméra étant connu, la localisation du point d'impact du faisceau sur l'objet permet d'en déduire la forme. La précision de la numérisation dépend des conditions choisies, elle s'échelonne de 50 mm à 0,2 mm. Ce type d'acquisition est cependant limité par la taille de l'objet.



Figure 1.9: Scan 3D par triangulation laser du Gaulois captif d'Arles Gaulois captif d'Arles, (h : 0,63 cm, 1^{er} s. av. J.C., n°inv.Rho.2007.06.1962, MDAA).

4. Application à l'étude technologique du corpus d'objets

Les principaux dossiers traités dans le cadre de ces travaux de thèse permettent d'illustrer la méthodologie d'étude des grandes sculptures de bronze antique décrite précédemment. Cette partie s'articule en deux temps. Il s'agit d'abord de réaliser une description de la conception de quatre « moyens » bronzes, dont trois réalisés en ronde-bosse (sculpture pleinement développée dans les trois dimensions) et une applique en haut relief, en mettant en évidence les étapes de la chaîne opératoire qui ont présidé à leur réalisation. Ensuite, nous verrons dans quelle mesure les études technologiques peuvent amener des éléments de réponses à une problématique précise directement reliée à l'histoire de l'objet (question archéologique, recontextualisation...).

4.1. Etude de la chaîne opératoire de fabrication d'un bronze antique

4.1.1. Le concept de la chaîne opératoire de fabrication d'un bronze antique

Le concept de chaîne opératoire est apparu dans années 1950 [Djindjian 1991] dans les travaux de l'archéologue André Leroi-Gourhan. La chaîne opératoire se définit d'une part comme un fait social dans le sens où elle répond à un projet initial (qui est issu du besoin d'un individu ou d'un groupe et qui nécessite un ou plusieurs acteurs), et d'autre part comme un fait technique puisqu'elle se manifeste par un enchaînement d'actes, de gestes et d'instruments [Balfet 1991]. Ainsi, dans le cadre de notre étude, la chaîne opératoire correspond à la démarche permettant de mettre en évidence l'ensemble des séquences de fabrication de la statue antique en bronze considérée. Même si les études technologiques des grands bronzes antiques ont significativement progressé depuis ces trente dernières années [Formigli 1984, Mattusch 1988...] il n'avait encore jamais été proposé avant les travaux de Mille au C2RMF [Mille et al 2010, Mille et al 2012] de présenter les informations recueillies sous forme de chaîne opératoire. Cette dernière permet non seulement d'identifier précisément les différentes étapes qui ont présidé à l'élaboration de l'objet lui-même mais aussi de distinguer, dans l'objectif d'une perspective plus large, s'il existe ou non une évolution ainsi que des variations régionales des techniques de fabrication de la grande statuaire antique en bronze. La base Héphaïstos [Watzeels 2009], rassemblant les données technologiques récoltées sur la plupart des grands bronzes qui ont été étudiés à ce jour, constitue d'ailleurs un vecteur majeur en faveur de cette perspective.

C'est pourquoi, dans la suite de ces travaux, la fabrication de chaque statue est décrite selon l'ordre des séquences de travail de la chaîne opératoire. On distinguera en particulier les étapes suivantes [Mille et *al* 2010, Mille et *al* 2012] :

- le *travail de la cire* : il s'agit d'inventorier et d'interpréter les détails observables sur la statue qui permettent d'identifier le procédé de fonte à la cire perdue employé (direct ou indirect)

- le *plan de coulée* : il correspond au comptage du nombre de pièces constituant la statue ainsi qu'à la localisation des zones de découpes. Cette nouvelle notion [Mille et *al* 2012] témoigne de la réflexion menée par le fondeur quant au découpage du modèle en cire [Mille 2007], dont l'objectif est de simplifier les formes à couler afin de limiter les défauts de coulée, tout en tenant compte des possibilités de réaliser un assemblage à l'endroit de la découpe.

- les coulées primaires : élaboration des différentes pièces constituant la statue.

- les *coulées secondaires d'assemblage* : description de la forme des zones d'assemblage, ainsi que de la *préparation au soudage* employée (nouvelle notion, cf chap. 2).

- les finitions : concerne les réparures ainsi que les ornements tels que les incrustations

4.1.2. Les bronzes d'Arles : le Gaulois captif et la Victoire dorée

4.1.2.1. Contexte d'étude

Ces deux sculptures de bronze font partie de l'ensemble des objets découverts récemment dans le Rhône à Arles par les archéologues du Département des Recherches Archéologiques Subaquatiques et Sous-Marines (DRASSM), et conservées au musée départemental Arles antique. La première représente un Captif gaulois, genou à terre et mains entravées dans le dos (Fig. 1.10). La seconde est une applique en haut-relief figurant une Victoire, vêtue d'une tunique ceinturé à la taille, et dont la surface était intégralement dorée (Fig. 1.15). Il s'agit de « moyens » bronzes, les seules dimensions ne suffisent pas à définir le contexte technologique de ces œuvres (cf § 2.2). Le remarquable état de conservation ainsi que la qualité d'exécution exceptionnelle de ces œuvres en font de rares témoins non seulement de l'histoire d'Arles, mais aussi des techniques de fabrication mises en œuvre par les bronziers de l'Antiquité. Dans le cadre de la préparation de l'exposition « César, le Rhône pour mémoire – 20 ans de fouilles dans le fleuve à Arles » de 2009, une étude technologique préliminaire de ces objets a été conduite par le C2RMF, afin non seulement d'aider à leur restauration mais aussi de caractériser leur confection [Mille et Robcis 2009, et Mille et *al* 2009]. Elle a permis, notament via la réalisation d'examens endoscopiques et de gammagraphies (CEA Cadarache) de mettre en évidence les grandes étapes de leur fabrication. La venue des œuvres au

C2RMF fut l'occasion de préciser le déroulement de ces étapes et d'identifier clairement les techniques de fabrication mises en œuvre (en particulier lors de l'étape du soudage) en réalisant une étude approfondie. Notons que la dorure de la Victoire a fait l'objet d'une étude en parallèle [Aucouturier et *al* 2012]. Les résultats issus de ces travaux ont été présentés lors d'une exposition au Louvre du 9 mars au 25 juin 2012 [Martinez et *al* 2012]: « Arles, les fouilles du Rhône, un fleuve pour mémoire », en particulier sous la forme d'un film pédagogique permettant au public de découvrir les techniques de fabrication des grands bronzes avec ces œuvres comme support.

4.1.2.2. Le Gaulois captif

La statue du Gaulois captif, datée du 1^{er} siècle avant J.C. [Picard 2009 a] (0,63 m x 0, 28 m x 0,44 m, Fig. 1.10 et 1.11) conservée au Musée Départemental Arles Antique (MDAA) (n°inv. Rho.2007.06.1962), est quasi complète : seuls manquent deux orteils du pied droit et les yeux rapportés. Il s'agit d'une œuvre sculptée en ronde-bosse.



Figure 1.10 : Statue du Gaulois captif (H : 63 cm), 1^{er} s. av. J.C., n°inv. Rho.2007.06.1962, MDAA, ©C2RMF, D. Bagault.

i. Le travail de la cire

La statue a été réalisée en creux, sauf au niveau des orteils, des mains et de la verge. Les parois relativement fines sont d'épaisseur très régulière (entre 4 et 6 mm), comme on le constate sur les

radiographies et les tomographies (Fig. 1.12). A de rares exceptions, sur lesquelles nous allons revenir, le profil interne suit parfaitement la forme externe de la statue malgré la complexité géométrique des formes à reproduire. Finesse et régularité d'épaisseur ne peuvent être facilement obtenues que par le procédé indirect de fonte à la cire perdue. Enfin, certains détails tels que les mèches de cheveux, les poils de la barbe et de la moustache, les poils pubiens et la verge font exception. On trouve en effet à ces endroits une plus forte épaisseur de métal, ce qui permet de rendre avec une plus grande richesse de détails ces zones en fort relief (Fig. 1.12 C). Pour ce faire, de la cire a été déposée en surépaisseur à ces endroits directement sur le modèle en cire obtenu au renversé. Les détails en relief (mèches notamment) ont alors été sculptés par un travail de reprise de la cire. Ce constat invite à supposer la préexistence d'un modèle de Captif initialement sans barbe ni moustache qui a ensuite été habillé par l'ajout en positif de tous ces éléments.



Figure 1.11 : synthèse des relevés technologiques sur le Gaulois captif d'Arles, (H : 63 cm), 1^{er} s. av. J.C., n°inv. Rho.2007.06.1962, MDAA.



Figure 1.12 : A, les zones d'assemblage par soudage sont signalées en rouge sur la radiographie X du Gaulois captif d'Arles, (h : 63 cm), 1^{er} s. av. J.C., n°inv. Rho.2007.06.1962, MDAA, ©C2RMF, T. Borel ; à droite tomographies γ du Captif d'Arles (B et C : tête, D : torse et E : bassin) ©CEA Cadarache.

ii. Plan de coulée

Les examens radiographiques et tomographiques complètent les informations visuelles, et restituent un plan de coulée de six pièces (coulées primaires : la tête, le corps, le bras droit, le bras gauche, la jambe droite, la jambe gauche) (Fig. 1.11 et 1.12). Les découpes des bras sont situées endessous des épaules, tandis que celles des jambes sont localisées à mi-cuisse. La séparation de la tête se situe en plein milieu du cou. Cette découpe est également attestée pour d'autres statues de l'époque hellénistique et de la période romaine, comme par exemple sur les Guerriers de Riace (Guerrier A : h = 1,98 m, 460 av. J.C. ; Guerrier B : h = 1,98 m, 460 av. J.C. ; musée national de Reggio de Calabre, Italie) [Formigli 1984], l'enfant royal d'Agde (h : 75,3 cm, n°inv. 2887, 1^{er} s. av. J.C.-1^{er} s. ap. J.C., musée de l'éphèbe, Agde) [Mille et *al* 2012] ou encore l'éphèbe d'Agde (H : 1,40 m, n°inv. 839, 1^{er} s. ap. J.C., musée de l'éphèbe, Agde) [Mille et Azéma 2012].

iii. Coulées primaires

Un système d'alimentation est construit en cire pour chacune des pièces (en cire). Une fois le moule de coulée construit, ces dernières sont converties en métal (cf § 2.3.1). Des clous distanciateurs de section carrée (2 mm de côté) ont été répartis tous les 10 cm environ sur l'ensemble de la statue, le plus souvent en opposé : les clous du haut de la partie supérieure du tronc se concentrent au niveau du torse tandis que les clous du bas du tronc se situe sur les reins et le fessier. L'alliage employé pour la fabrication des coulées primaires est un bronze au plomb de composition remarquablement homogène d'une partie à l'autre (Sn : 10,7 σ 0,5 %m ; Pb : 8,8 σ 0,29 %m, σ correspondant à l'écart-type) (Fig. 1.11 et annexe n° 04). Qui plus est, le cortège d'impuretés est identique. On peut donc d'une part en conclure que les mêmes métaux ont été utilisés pour l'élaboration de l'alliage, en se basant en particulier sur la régularité de la teneur en or, arsenic, argent et nickel. De plus, les teneurs en éléments zinc, fer et soufre, qui pourtant s'éliminent relativement facilement du fait de leur sensibilité à l'oxydation et/ou de leur bas point de fusion et leur forte tension de vapeur [Atkins et Shriver 2001, Mille et Bourgarit 2003, Masson 2007], sont également constantes d'une coulée primaire à l'autre. Ce qui nous invite à supposer d'autre part, que les pièces ont été coulées soit en même temps, soit systématiquement à partir d'un alliage « neuf ». En effet, dans le cas contraire, nous aurions constaté des variations de ces teneurs dues à des pertes directement liées aux refontes répétées de ce métal.

iv. Coulée secondaire d'assemblage

Le métal d'apport a une composition très homogène d'une soudure à l'autre (Sn : 9,1 σ 0,2 %m ; Pb : 5,7 σ 0,07 %m) (Fig. 1.11 et annexe n°04). Notons que, même si la teneur en plomb des coulées primaires est légèrement supérieure à celle des coulées secondaires, leur composition reste suffisamment proche pour que l'on puisse considérer qu'il s'agit d'une composition analogue. De simples examens visuels permettent de repérer très facilement les soudures. Elles prennent la forme de cordons ponctués de cuvettes (nous reviendrons sur la description de cette technique dans les chapitres suivants). La tête a été assemblée au corps par une succession de petites cuvettes endessous du menton, réunies au niveau de la nuque par un discret cordon de soudure. La présence de ce cordon est confirmée par un examen endoscopique (Fig. 1.13, à gauche). Les jonctions entre le corps et les membres se présentent sous la forme d'une succession de cuvettes de forme rectangulaire à angles arrondis (dimension moyenne d'une cuvette au niveau des jambes et des bras : longueur 40 mm, largeur 20 mm), reliées entre elles, soit par chevauchement, soit par un petit cordon (Fig. 1.13, à droite). Grâce à des examens plus approfondis tels que la tomographie et la

mesure des variations d'épaisseur par ultrasons, une description de la préparation au soudage employée a pu être proposée: il s'agit de cuvettes et de cordons traversants. Les procédures de préparation au soudage font l'objet d'une description approfondie au chap. 2(§ 5.1).



Figure 1.13 : à gauche, cordon de soudure entre la tête et le corps du Gaulois captif, (h : 63 cm), 1^{er} s. av. J.C., n°inv. Rho.2007.06.1962, MDAA, image prise lors d'un examen endoscopique, ©C2RMF, B.Mille ; à droite, deux cuvettes de soudure reliées par un court cordon sont ici observables au niveau de la jonction de la jambe droite sur le corps du Gaulois captif d'Arles.

v. Réparure et finitions

Quelques plaquettes de réparure quadrangulaires ou polygonales ont été observées (Fig. 1.11). Elles permettent en particulier de masquer des défauts de fonderie, et parfois des clous distanciateurs (ici laissés en place). Au moment de la découverte, la jambe gauche et le pied droit étaient partiellement remplis de plomb. On pouvait également remarquer d'importantes accumulations de produits de corrosion du fer au bas des jambes. Par ailleurs, un arrachement semble être la cause de l'ouverture visible au niveau du genou gauche. Ces observations indiquent vraisemblablement les restes d'un dispositif de soclage constitué de tiges de fer scellées par du plomb, l'une localisée sous le pied droit et l'autre sortant au niveau du genou. Une autre accumulation de plomb, entourée de plusieurs plaquettes de réparure est détectable au niveau de l'omoplate droite (Fig. 1.14). Elle pourrait s'apparenter soit au reste de fixation d'un attribut ou

vêtement posé sur les épaules, soit au contact d'une autre composante du groupement statuaire auquel appartenait le Captif.

Enfin, la forme creusée des tétons indique qu'ils étaient incrustés, probablement d'une feuille de cuivre non allié, dont la couleur rouge devait contraster avec le reste du corps. Quelques traces montrent également que les dents devaient être recouvertes d'un métal blanc, vraisemblablement une petite feuille d'argent. Les yeux étaient évidemment rapportés ; il ne reste malheureusement rien de ce décor.



Figure 1.14 : accumulation de plomb entourée de plaquettes de réparation au niveau de l'omoplate droite du Gaulois captif d'Arles, (h : 63 cm), 1^{er} s. av. J.C., n°inv. Rho.2007.06.1962, MDAA, ©C2RMF, D. Bagault.

4.1.2.3. La Victoire dorée

La Victoire dorée (0,76 m x 0,36 cm x 0.08 cm ; Fig. 1.15 et 1.16), datée entre la fin du 1^{er} siècle avant J.C. et le début du 1^{er} siècle après J.C. [Picard 2009 b], n'est pas une sculpture de bronze en ronde-bosse comme le Gaulois captif mais un relief d'applique. Elle est conservée dans les salles du Musée Départemental Arles Antique et fait également partie des découvertes récemment effectuées lors des fouilles du Rhône (n° inv. Rho.2007.05.1961). Le revers de l'œuvre étant accessible, les observations ont été grandement facilitées.



Figure 1.15: face et revers de la Victoire dorée d'Arles (h : 76 cm), 1^{er} s. av. J.C.-1^{er} s. ap. J.C., n° inv. Rho.2007.05.1961, MDAA, ©C2RMF, D. Bagault.



Figure 1.16 : synthèse des relevés technologiques sur la Victoire dorée d'Arles (h :76 cm), 1^{er} s. av. J.C.-1^{er} s. ap. J.C., n° inv. Rho.2007.05.1961, MDAA

i. Le travail de la cire

De nombreuses traces permettent de décrire les différentes étapes du travail de la cire. En effet, si la pièce principale a été coulée en un seul jet, à l'origine, elle a résulte en réalité de l'assemblage d'au moins cinq pièces de cire (la tête, le haut de la tunique, le bas de la tunique, le pied droit et le pied gauche). Les jonctions en cire entre ces pièces se traduisent par des surépaisseurs de matière nettement visibles sur les radiographies (Fig. 1.17, à gauche). La plus remarquable est située entre les parties haute et basse de la tunique où les pièces ont été juxtaposées sur une longueur de près de 5 centimètres, et où de la cire molle a été pressée depuis le revers pour les jointoyer (Fig. 1.17, à droite). La zone de contact entre la tête et le corps, qui s'effectue bord à bord, se remarque par un étalement de cire formant un bandeau à la base du cou. Le pied gauche est fixé à la tunique de manière similaire.





Figure 1.17 : à gauche, les zones d'assemblage par soudage sont signalées en rouge sur la radiographie X ; à droite, détail de la zone de jonction des parties hautes et basses de la tunique lors de l'élaboration de l'épreuve en cire. Victoire dorée d'Arles (h : 76 cm), 1^{er} s. av. J.C.-1^{er} s. ap. J.C., n° inv. Rho.2007.05.1961, MDAA, ©C2RMF, T. Borel.

La sculpture a été élaborée par fonte à la cire perdue. Remarquons que dans le cas de la Victoire, il n'y a pas à proprement parler de noyau puisqu'il s'agit d'une applique. Plusieurs indices suggèrent cependant l'emploi du procédé indirect (ou sur négatif). Il convient tout d'abord de remarquer que la réalisation de la tunique en deux pièces relève plus d'une logique de moulage (procédé indirect) que de façonnage (procédé direct). Un deuxième argument est apporté par la surface de la paroi interne, qui suit relativement bien les reliefs de la paroi externe des pièces (épaisseur moyenne de la paroi métallique : 4 mm). Troisièmement, des traces d'outils sont nettement visibles au revers de la Victoire, en particulier celles d'un instrument à petites dents -probablement un rifloir- ayant servi à racler la cire en excédent. Ce type d'intervention sur la cire, depuis la face interne, est souvent mis en évidence sur des pièces fabriquées par le procédé indirect. Enfin, la Victoire pourrait avoir été complétée par l'ajout de certains détails sculptés en cire par un travail sur positif. Cela doit en particulier être le cas du bandeau de cheveux et du chignon, probablement directement rapportés sur la tête en cire, ainsi que le suggère la très grande épaisseur de métal à cet endroit.

ii. Plan de coulée

L'applique de la Victoire a été découpée en au moins trois pièces coulées séparément : la pièce principale (tête, tunique, les deux pieds), le bras gauche sectionné au niveau de l'épaule et l'aile gauche dont il ne reste que des traces de métal d'assemblage au dessus de l'épaule gauche (Fig. 1.16). Ces deux dernières pièces ont aujourd'hui disparu, seules demeurent quelques restes de métal d'assemblage au niveau de leur zone de jonction avec la pièce principale. Notons par ailleurs qu'il n'existe aucun d'indice de découpe dans la zone où l'on attend le bras droit, et il est donc pratiquement certain que celui-ci n'était pas représenté.

iii. Coulées primaires

Quatre emplacements de clous distanciateurs de 3 mm de côté sont observables en radiographie. Ils sont répartis sur toute la hauteur de la statue, tous les 12 cm environ. Leur fonction n'est pas ici de maintenir le noyau en place dans le moule lorsque la cire est évacuée, puisque celui-ci n'existe pas, mais de solidariser les deux faces du moule de coulée (face externe et face interne), ce qui assure l'obtention des épaisseurs de métal désirées par le fondeur. Le revers de la Victoire conserve également le témoignage partiel du système d'alimentation en métal pour la coulée primaire. On peut en effet observer plusieurs tiges initialement en cire, dont la fonction était de servir de canaux d'alimentation en métal, faisant en particulier office de ponts pour le franchissement des zones situées de part et d'autre d'un creux important. Une tige verticale de fort

diamètre est ainsi clairement visible à l'intérieur de la tête (Fig. 1.18). Une autre, masquée par les restes de moule de coulée mais détectable sur les radiographies, est située au-dessus de la cheville gauche. Les traces d'un troisième canal sont observables au niveau du bras gauche ; il reliait l'épaule à l'aisselle. Ce n'est certainement pas par hasard que ce dernier canal a été supprimé : il a été sectionné après la coulée car le fondeur avait besoin d'accéder à cette zone pour souder le bras sur le corps. L'alliage élaboré pour la coulée primaire de la pièce principale est un bronze faiblement chargé en étain, mais à forte teneur de plomb (Pb : $16 \sigma 1 \%m$, Sn : $5 \sigma 0,1 \%m$) (Fig. 1.16 et annexe n°04). Les deux autres coulées primaires sont manquantes (bras et aile), nous ne pouvons donc pas comparer les différentes compositions entre elles.



Figure 1.18 : canal d'alimentation sur le revers de la Victoire dorée d'Arles (h : 76 cm), 1^{er} s. av. J.C.-1^{er} s. ap. J.C., n° inv. Rho.2007.05.1961, MDAA, ©C2RMF, D. Bagault.

iv. Coulées secondaires d'assemblage

Les assemblages par soudage entre la pièce principale et les autres pièces sont observables en trois endroits. Il s'agit d'abord du bras gauche, aujourd'hui disparu, qui a été réalisé en rondebosse et assemblé au corps par une soudure en cuvettes dont une seule est encore présente sur le bas de l'épaule (Sn : 1,1 %m Pb : 6,5 %m). Une autre soudure en cuvettes (Sn : 1,8 %m, Pb : 29 %m,) se situe au niveau de l'épaule droite et joignait une pièce subquadrangulaire (Sn : 1 %m, Pb : 9,6 %m) sur le corps. Cette pièce, dont la forme n'évoque pas le départ d'une aile, devait probablement avoir une fonction technique (connexion avec d'autres éléments du décor en bronze, patte de fixation sur le support...) et a visiblement été coulée à part. La troisième soudure (Sn : 0,99 %m, Pb : 17 %m) se trouve à l'arrière de l'épaule gauche et correspond à la jonction entre le corps et l'aile gauche aujourd'hui manquante. Le métal de soudure a en réalité été coulé pour assembler trois pièces : le corps, l'aile gauche et un élément intermédiaire de forme rectangulaire (Sn : 0,93 %m, Pb : 14 %m) dont la fonction était probablement double : dissimuler l'assemblage corps-aile d'une part, et augmenter la surface de contact entre le métal de soudure et les pièces à assembler d'autre part (voir la préparation au soudage Fig. 1.19).



Figure 1.19 : Processus d'assemblage de l'aile gauche sur le corps de la Victoire dorée d'Arles (h : 76 cm), 1^{er} s. av. J.C.-1^{er} s. ap. J.C., n° inv. Rho.2007.05.1961, MDAA ; la pièce intermédiaire permet de masquer la zone de soudure.

Concernant la composition de l'ensemble des coulées, on remarque que le cortège d'impuretés (Ag, As, Ni, Sb, Fe, Au, Bi, Co) est identique si l'on raisonne en termes de présence / absence. Cependant, les teneurs de certains éléments (As, Fe, Ni, Sb) sont sensiblement plus faibles dans les coulées secondaires et les pièces techniques (patte de fixation et plaque masquant la soudure de l'aile gauche) que dans la pièce principale (coulée primaire). Cet affinage est caractéristique de situations où le métal a été très longuement maintenu à l'état liquide sous l'action de températures très élevées, provoquant ainsi l'élimination progressive des éléments plus oxydables que le cuivre et/ou de leur bas point de fusion et leur forte tension de vapeur [Atkins et Shriver 2001, Mille et Bourgarit 2003, Masson 2007]. Autrement dit, les alliages des pièces techniques et des coulées secondaires ont probablement été élaborés à partir de la refonte de l'excès de cuivre utilisé pour la coulée de la pièce

principale. On peut d'ailleurs remarquer que les deux pièces techniques, qui correspondent à des coulées primaires *stricto sensu*, ont été coulées postérieurement à la pièce principale, et à partir du même métal que les coulées secondaires.

Autre constat, les compositions en éléments majeurs (Pb, Sn) des bronzes employés varient significativement d'une coulée à l'autre au sein de la statue. En particulier, la pièce principale est la seule à être composée à 5 %m d'étain contre environ 1%m pour les autres prélèvements (pièces au dessus des épaules et soudures). Par ailleurs, la teneur en plomb semble varier de manière aléatoire. Cette situation s'oppose au cas général des grands bronzes grecs et romains, où la composition des métaux utilisés pour les coulées primaires et secondaires est choisie de façon à éviter les variations de couleur d'une pièce à l'autre et ainsi donner l'illusion d'une statue coulée en un seul jet [Mille 2007, Mille et al 2012]. Dans le cas de la Victoire, cette contrainte est sans objet puisque la surface externe de la statue était ensuite dorée. Deux hypothèses sont alors envisageables pour expliquer la variabilité des teneurs en éléments d'alliage : soit le fondeur n'a pas pris la peine de contrôler rigoureusement la composition de ses alliages, soit il a volontairement préparé différentes gammes d'alliage car il savait que le soudage serait facilité sans que cela ne compromette l'aspect d'ensemble de la statue. Outre des différences de couleur, les variations des teneurs en plomb et en étain confèrent en effet des propriétés différentes d'un alliage à l'autre. En particulier, si l'on raisonne en termes de propriétés thermiques, l'étain dans le bronze permet d'obtenir un alliage dont la température du liquidus est significativement plus basse que celle dans le cas du cuivre non allié. Notons que le plomb possède également cette propriété mais d'impact moindre. De par la lecture du diagramme de phase ternaire Cu-Sn-Pb [Chattopadhyay 1994] (cf chap. 2, § 5.2) on constate que, bien que les compositions des alliages élaborés pour la fabrication de la Victoire diffèrent clairement d'une coulée à l'autre, les proportions en éléments majeurs choisies (Pb-Sn) semblent toujours conduire à des alliages dont la température de fusion avoisine les 1000°C (± 26°C) (Fig. 1.20). C'est-àdire que la fusion d'un alliage constitué de 5% d'étain et de 15% de plomb (cas de la coulée primaire de la pièce principale, C2RMF70436-1) se fera à une température proche de celle d'un alliage comportant 29% de Pb et d'2% d'étain (cas de la coulée secondaire d'assemblage entre le corps et la patte de fixation, C2RMF70436-5). Ce choix particulier fait l'objet d'une discussion approfondie au du chap. 2 (§ 5.2) au cours de laquelle les résultats obtenus sur la Victoire dorée sont confrontés à ceux d'un autre bronze d'applique doré, les grands dauphins de Vienne [Mille à paraître].



Figure 1.20: composition des alliages utilisés pour les coulées secondaires (de réparations/CSR et d'assemblage/CSA) comparée à la composition du métal correspondant à la coulée primaire/CP de la Victoire dorée d'Arles (h : 76 cm), 1^{er} s. av. J.C.- 1^{er} s. ap. J.C., n° inv. Rho.2007.05.1961, MDAA.

v. Réparure et finitions

Des réparations situées sur le bas de la tunique sont observables en radiographie : du métal a été coulé pour combler les défauts de coulée de la pièce principale (Fig. 1.21, à gauche). Ces reprises comportent elles-mêmes des imperfections, puisque malgré la dorure, leurs limites peuvent être repérées depuis la paroi externe de la statue. Ces défauts, que l'on repère plus précisément sur les radiographies, résultent du fait que les coulées secondaires ne se sont pas soudées sur la pièce principale. Les réparations ne sont donc maintenues que parce qu'elles sont imbriquées dans la tunique, les bords des lacunes restent par conséquent très visibles (Fig. 1.21, à droite). Le métal employé diffère de la coulée primaire essentiellement par la teneur en étain (Sn : 0,7 %m, Pb : 14 %m).

Deux petites ouvertures (Fig. 1.21, à droite) situées dans le bas de la tunique (3 cm² environ) ont gardé l'empreinte de tiges perpendiculaires à l'applique et mises en place par coulée secondaire. Ces tiges participaient à la fixation de l'applique sur son support vertical.



Figure 1.21 : à gauche, réparation par coulée secondaire d'un défaut de fonderie sur le bas de la tunique de la Victoire dorée d'Arles (h : 76 cm), 1^{er} s. av. J.C.-1^{er} s. ap. J.C., n° inv. Rho.2007.05.1961, MDAA, cliché radiographie X, ©C2RMF, T. Borel ; à droite, plaquette de réparure par coulée secondaire et ouverture aménagée pour la fixation de l'applique ©C2RMF, D. Bagault.

Enfin, des traces d'enlèvement de matière effectuée au ciseau (surface non dorée) (Fig. 1.22, à gauche) laissent supposer qu'il s'agit d'un ajustement pour la mise en place d'un autre objet, comme par exemple une deuxième Victoire. En effet, la forme de la zone d'arrachement correspond exactement à la forme du bas de la tunique s'il existait une réplique de cette statue [Mille et Robcis 2009] (Fig.1.22, à droite).

Enfin, la restauration de la Victoire d'Arles a révélé une dorure exceptionnellement bien préservée du fait de conditions d'enfouissement particulières dans le lit du Rhône, notamment un milieu pauvre en oxygène. Deux éléments essentiels, très rarement observés, ont ainsi pu être mis en évidence : i) la présence d'un adhésif de la famille des saccharides et qui a été caractérisé par des analyses en chromatographie en phase gazeuse et a pu être observé en microscopie optique ; et ii) l'existence d'une protection de surface appliquée dès l'antiquité sur la dorure qui a d'ailleurs contribué à la préservation de la dorure et de son adhésif. Une cire naturelle-probablement d'abeille-a été mise en évidence par les analyses et les examens, localisée entre la partie supérieure de la feuille d'or et les concrétions [Aucouturier et *al* 2012].



Figure 1.22 : à gauche, trace d'enlèvement de matière sur la cheville de la Victoire dorée d'Arles (h : 76 cm), 1^{er} s. av. J.C.-1^{er} s. ap. J.C., n° inv. Rho.2007.05.1961, MDAA, ©C2RMF, D. Bagault ; à droite, hypothèse de l'existence d'une deuxième Victoire.

4.1.2.4. Les bronzes d'Arles sont-ils des « grands bronzes »?

Nous l'avions déjà fait remarqué, les sculptures de bronze d'Arles ici étudiées se classent parmi les «moyens » bronzes, c'est-à-dire une catégorie mal définie, intermédiaire entre la statuette et la statue ; les seules dimensions ne suffisaient donc pas à associer une technique de fabrication à ces œuvres. La description technologique de ces deux bronzes dont nous venons de rendre compte, donne accès au contexte global de leur création, et fourni des arguments tangibles pour discuter de leur importance et de leur place au sein du vaste ensemble de la statuaire de bronze de l'Antiquité. Les résultats obtenus permettent de trancher sans aucune ambigüité : les techniques de fabrication du Gaulois captif et de la Victoire d'Arles sont celles des grands bronzes antiques. On retrouve en effet le recours aux deux techniques spécifiques auxquelles la grande statuaire antique a systématiquement fait appel : les deux statues ont tout d'abord été réalisées en plusieurs pièces à partir d'un procédé indirect de fonte à la cire perdue (coulées primaires), puis les pièces ont été assemblées par soudage (coulées secondaires d'assemblage). Ainsi, le Gaulois captif et la Victoire dorée d'Arles sont des témoignages précieux de l'emploi de ces procédés de fabrication, et leur étude technologique a permis une fois de plus d'accéder à de nouveaux éléments fondamentaux à leur compréhension. En particulier, dans le cadre de ces travaux de recherche, leurs assemblages constituent des supports privilégiés pour la mise en œuvre d'examens approfondis dont les résultats sont relatés dans le chapitre 2. Au-delà de ces résultats, l'étude technologique a également révélé de nombreux éléments essentiels à la compréhension historique des deux sculptures. On citera notamment la préexistence probable d'un modèle de Captif différent du Gaulois d'Arles, la présence supposée d'une deuxième Victoire au côté de la première. Cela révèle enfin une variabilité importante des techniques de fabrication des « moyens » bronzes, étant soit élaborés comme des petits (cf la statuette d'un homme portant le sagum, Neuvy-en-Sullias, fig. 1.3.), soit fabriqués comme des grands. L'interprétation de cette variabilité est probablement simple ; la technique des « moyens » bronzes dépendait vraisemblablement de l'endroit où on le fabriquait : soit dans un atelier spécialisé dans les grands bronzes, soit dans un atelier spécialisé de petits [Mille et Azéma, à paraître].

4.1.3. Apollon et Jupiter du Vieil-Evreux

4.1.3.1. Contexte d'étude

Ces deux statues en bronze font partie du dépôt de bronzes découvert sur le site de la ville sanctuaire gallo-romaine du Vieil-Evreux (cf § 4.2.1). La première représente un jeune homme nu se tenant debout. Lors de sa découverte en 1840, il a été identifié au dieu Apollon. Cependant, il ne présente aucun attribut traditionnel, ce qui amène aujourd'hui à penser qu'il s'agit peut-être d'un dieu propre à la ville dont l'image est inspirée du dieu romain [Boucher et Boucher 1988, Szewczyk 2010]. La seconde statue figure sans aucun doute, le dieu Jupiter : également nu et debout, la main droite tenait certainement un sceptre sur lequel il s'appuyait tandis que la main gauche porte le manchon du foudre. Comme pour le Gaulois captif et la Victoire dorée d'Arles, les dimensions d'Apollon et de Jupiter sont insuffisantes pour caractériser le contexte technologique de ces œuvres, que l'on classe en effet parmi les « moyens » bronzes. Dans le cadre de la conduite d'une étude archéométallurgique globale sur le dépôt de bronzes du Vieil-Evreux (cf § 4.2.1), nous nous sommes attachés à identifier les grandes étapes ainsi que les procédés impliqués dans leur chaîne opératoire de fabrication.

4.1.3.2. La statue d'Apollon

Comme pour le Captif gaulois et la Victoire dorée d'Arles, nous avons ici affaire à une sculpture appartenant à la classe des « moyens » bronzes. La statue d'Apollon élaborée en rondebosse (0,69 m, fig. 1.23 et 1.24) et datée du 2^e siècle après J.C., est conservée au musée d'Evreux (n°inv. 5405).

i. Le travail de la cire

La statue a été réalisée en creux, sauf au niveau de la partie-avant des pieds, du sexe, de la couronne et du chignon. Les parois relativement fines sont d'épaisseur très régulière (2 mm en moyenne), comme on peut le constater sur la radiographie X (Fig. 1.25). Finesse et régularité d'épaisseur témoignent ici encore du recours au procédé indirect de fonte à la cire perdue.). Le sexe constitue un cas particulier : il n'est porté que par la jambe droite, c'est-à-dire la jambe portante. Cette anomalie anatomique ne s'explique que si le sexe a été coulé en même temps que l'ensemble corps + jambe droite. Il aurait alors été directement sculpté en cire, puis rapporté sur la jambe. Par ailleurs, au moins deux pièces ont été élaborées par coulée secondaire : la couronne et les mèches

de cheveux retombant du chignon ont été sculptées en cire à part et ajoutées sur la statue en bronze (Fig. 1.24). Ce procédé permet, en une seule opération de coulée, de former la pièce et de l'assembler sur le corps; il est également attesté sur le cheval de Neuvy-en-Sullias [Mille 2007], au moins pour la réalisation du toupet au sommet de la tête.



Figure 1.23 : statue d'Apollon du Vieil-Evreux (h : 69 cm), 2^e s. ap. J.C., n°inv. 5405, musée d'Evreux, ©C2RMF, A. Chauvet.

ii. Plan de coulée

Grâces aux observations visuelles complétées par les examens radiographiques, nous pouvons établir le plan de coulée de la sculpture d'Apollon d'Evreux : l'épreuve en cire a été divisée en cinq pièces principales (tête, corps + jambe droite ou la jambe d'appui, deux bras aujourd'hui disparus, jambe gauche ou la jambe non portante). Il faut également comptabiliser la couronne et le chignon rapportés par coulée secondaire selon un procédé direct de fonte à la cire perdue. Les découpes des bras sont situées en-dessous des épaules, celui de la tête sur le corps au milieu du cou, et celui de la jambe gauche (non portante) exploite le pli de l'aine avant de remonter sur le haut du fessier dans le dos. Notons que ce dernier type de découpe, où la jambe d'appui et le corps ne font qu'un est très souvent observé sur les statues représentant des figures humaines debout, de la fin de la période hellénistique au début de la période romaine [Mille et *al* 2012].



Figure 1.24 : synthèse des relevés technologiques sur la statue d'Apollon du Vieil-Evreux (h : 69 cm), 2^e s. ap. J.C., n°inv. 5405, musée d'Evreux



Figure 1.25 : les zones d'assemblage par soudage sont signalées en rouge sur la radiographie X de la statue d'Apollon du Vieil-Evreux (h : 69 cm), 2^e s. ap. J.C., n°inv. 5405, musée d'Evreux ©C2RMF, T. Borel.

iii. Coulées primaires

Très peu de clous distanciateurs (1,8 mm de côté) ont été mis en place (trois dans le tronc, deux dans la jambe droite et un dans la jambe gauche). En plus des clous, il existait également des armatures de section carrée (4,5 mm de côté), qui ont été retirées après la coulée. Compte-tenu de leur emplacement, nous pouvons émettre l'hypothèse de la présence de six armatures traversant horizontalement la statue (mollet-tibia de droite et de gauche, cuisse avant-arrière de droite et de gauche, ventre-bas du dos et cou-nuque) et d'une verticale allant de la tête au pied soclé. Les clous distanciateurs sont le dispositif habituel pour maintenir en place le noyau dans le moule au moment de la coulée des grands bronzes antiques. Une armature verticale est quant à elle souvent utilisée pour la fabrication de grandes statuettes en creux par le procédé direct de fonte à la cire perdue, servant alors de squelette pour l'élaboration du noyau et remplaçant les clous distanciateurs (voir par exemple la statuette d'homme au sagum du dépôt de Neuvy-en-Sullias (cf fig. 1.3.). Quant à la présence conjointe d'armatures et de clous distanciateurs, elle n'est documentée que pour les statues de très grande dimension, les armatures ayant alors pour fonction de renforcer la structure du noyau [Janietz Schwarz et Rouiller 1996]. Le cas du « moyen » bronze du Vieil-Evreux est donc intéressant, et la fonction des armatures -en particulier horizontales- reste inexpliquée. La présence de gerces (infiltrations de métal dans le noyau interne) au niveau du cou, des genoux et des chevilles est l'indication de possibles jonctions entre les épreuves en cire, qui ont été ensuite assemblées pour former chacune des pièces de la statue.

Les coulées primaires sont faites d'un bronze au plomb (teneur moyenne Sn : 7,8 σ 0,9 %m, Pb : 15,2 σ 2 %m) dont le cortège d'impuretés est relativement homogène. La composition du sexe diffère quelque peu des autres coulées primaires, en particulier par sa composition plus élevée en plomb (Sn : 7,9 %m, Pb : 22,4 %m), qu'il faut sans doute imputer à un phénomène de ségrégation du plomb au moment de la solidification de cette zone, plus épaisse qu'ailleurs.

iv. Coulées secondaires d'assemblage et pièces rapportées par coulée secondaire

Les assemblages se repèrent aisément grâce à de simples observations visuelles. D'une part, la soudure de la tête sur le corps, située au milieu du cou, part d'une unique cuvette (sur le côté droit de la nuque) et semble se transformer en un cordon faisant le tour de la jonction. D'autre part, les assemblages des bras, situés au-dessous des épaules, se présentent sous la forme de cuvettes (Fig. 1.26).



Figure 1.26: détail d'une soudure en cuvette du bras gauche de la statue d'Apollon du Vieil-Evreux (h : 69 cm), 2^e s. ap. J.C., n°inv. 5405, musée d'Evreux ©C2RMF, A. Chauvet.

Enfin, la jonction de la jambe gauche (non portante) sur le corps, parfaitement détectable en radiographie, montre que le cordon de soudure passe au niveau du creux de l'aine pour remonter sur la hanche et revenir vers l'entre-jambe par le bas des reins. On y distingue en outre une préparation au soudage particulière : une plateforme de contact relativement large a été aménagée entre les deux jambes (Fig. 1.27). Nous soulignerons enfin la similitude des proportions en éléments majeurs du métal de soudure (teneur moyenne Sn : 7,1 σ 0,5 %m, Pb : 14,9 σ 0,6 %m) avec celles des coulées primaires. Par contre, le cortège d'impuretés est sensiblement différent en particulier en ce qui concerne les teneurs en zinc et en fer (%mZn : 80 fois plus élevé pour les coulées primaires que pour les coulées secondaires, %mFe : 10 fois). La teneur en soufre, en revanche, est deux fois plus élevée dans les coulées secondaires que dans les coulées primaires. Le sens de variation des teneurs en zinc et en fer n'est pas en contradiction avec l'hypothèse d'une réutilisation des restes de l'alliage des coulées primaires pour les coulées secondaires (perte de ces éléments sensibles à l'oxydation à cause des refontes) [Atkins et Shriver 2001, Mille et Bourgarit 2003, Masson 2007], celui du soufre permet de la réfuter. Ce qui nous invite à supposer que les coulées secondaires (d'assemblage mais aussi les pièces rapportées) ont été coulées à partir d'un autre métal que celui utilisé pour préparer les coulées primaires.

La composition du bronze employé pour les éléments rapportés par coulée secondaire s'apparente à celle du métal utilisé pour le soudage. Ainsi, la mèche du chignon, également riche en plomb (Sn : 7,0 %m, Pb : 20,1 %m), révèle-t-elle un cortège d'impuretés dont les teneurs sont différentes de celles de la coulée primaire, mais identiques à celles des coulées secondaires d'assemblage (Zn, Fe, S).

67



Figure **1.27** : reconstitution de l'assemblage de la jambe gauche (non portante) sur le corps de la statue d'Apollon du Vieil-Evreux (h : 69 cm), 2^e s. ap. J.C., n°inv. 5405, musée d'Evreux ©C2RMF, T. Borel.

v. Réparures et finitions

Les réparations sont très peu nombreuses et servent souvent à masquer les lacunes laissées par les emplacements d'armatures ou de clous distanciateurs ; elles prennent la forme de petites plaquettes rectangulaires (Fig. 1.24) et ont vraisemblablement été directement coulées en place (coulées secondaires). Notons la présence d'importantes accumulations de plomb dans les pieds qui doivent correspondre à des résidus du soclage de la statue. Enfin, les mamelons sont incrustés de cuivre non allié.

4.1.3.3. La statue de Jupiter

Pour les mêmes raisons que les statues du Captif, de la Victoire d'Arles et d'Apollon, celle de Jupiter est un *«moyen bronze»*. Cette sculpture de bronze en ronde-bosse (0,92 m, Fig. 1.28 et 1.29), datée de la seconde partie du 1^{er} siècle après J.C., est conservé au musée d'Evreux (n°inv. 5404).





Figure 1.28 : statue de Jupiter du Vieil-Evreux (h : 92 cm), 1^{er} siècle ap. J.C., n°inv. 5404, musée d'Evreux.

i. Le travail de la cire

La statue a été réalisée en creux (même pour ce qui concerne les mèches de la barbe et des cheveux), sauf au niveau des doigts, des orteils et du sexe. Compte-tenu de la régularité et la finesse des parois (2,7 mm en moyenne), chacune des pièces a été élaborée selon le procédé indirect de fonte à la cire perdue. Le sexe a été rapporté par coulée tertiaire à la suite de l'assemblage de la jambe droite sur le corps (Fig. 1.33 et 1.34). Pour ce faire, le sexe en cire a été placé sur la statue et directement coulé en métal. Cette méthode permet de former la pièce et de l'assembler au corps en une seule opération de coulée (principe détaillé plus loin).



Figure 1.29 : synthèse des relevés technologiques effectués sur la statue de Jupiter du Vieil-Evreux (h : 92 cm), 1^e s. ap. J.C., n°inv. 5404, musée d'Evreux

ii. Plan de coulée

Les observations visuelles complétées par les examens radiographiques restituent un plan de coulée en sept pièces (tête, corps, les deux bras, les deux jambes, et le sexe) obtenues par le procédé indirect de fonte en creux à la cire perdue (procédé direct pour le sexe) (Fig. 1.29 et 1.30). Les bras, comme pour les autres statues en ronde-bosse constituant le corpus de ces travaux, sont découpés juste au dessous des épaules. La tête, par contre, n'a pas été découpée au milieu du cou, mais plutôt au niveau du milieu du buste. Ensuite, les deux jambes n'ont pas été coupées de la même manière que celles du Gaulois captif d'Arles : la jambe droite (non portante), comme pour l'Apollon d'Evreux, épouse le pli de l'aine pour remonter dans le dos, tandis que la jambe gauche (jambe d'appui) est jointe au corps au niveau du milieu de la cuisse, comme pour le Gaulois captif. Par ailleurs, il est intéressant de remarquer le découpage non linéaire de la jonction entre le corps et la jambe gauche : la découpe en « escalier » au niveau de la mi-cuisse facilitait certainement le blocage mécanique en prévision de l'assemblage par coulée secondaire.

iii. Coulées primaires

Quelques clous distanciateurs (2 mm de côté) sont observables, mais leur détection est rendue difficile du fait de la présence de nombreuses accumulations de métal au sein de la statue. L'alliage employé pour la confection de la statue de Jupiter se distingue de celui de la statue d'Apollon, non seulement par sa composition chimique (proportion des majeurs et cortège d'impuretés différents), mais aussi par un meilleur contrôle de l'homogénéité de l'alliage d'une pièce à l'autre. Les coulées primaires sont faites d'un bronze à très forte teneur en plomb (teneur moyenne Sn : 5,3 σ 0,3 %m, Pb : 20,8 σ 0,9 %m).

iv. Coulées secondaires d'assemblage

Les assemblages par soudage, dont les teneurs en élément d'alliage étain et plomb sont légèrement inférieures à celles des coulées primaires (teneur moyenne Sn : 4,1 σ 0,3 %m, Pb : 17,7 σ 0,1 %m), se présentent sous plusieurs formes comme dans le cas d'Apollon. En premier lieu, deux de ces assemblages, ceux au niveau du bras gauche et de la cuisse gauche, correspondent à des zones dont la lecture est difficile en raison de dégradations possiblement contemporaines de la fermeture du sanctuaire [Guyard et Bertaudière 2007]. Le fait que ces zones se soient révélées plus fragiles signifie vraisemblablement que les deux soudures comptaient de nombreux défauts. De ce fait, la
statue connu, depuis sa découverte, plusieurs campagnes de restauration relativement lourdes (Bonnin en 1845, la Maison André en 1960, le C2RMF en 2007) lors desquelles le bras gauche,



Figure 1.30 : les zones d'assemblage par soudage sont signalées en rouge sur la radiographie X de la statue de Jupiter du Vieil-Evreux (h : 92 cm), 1^e s. ap. J.C., n°inv. 5404, musée d'Evreux ©C2RMF, T. Borel. NB : comme pour Apollon, les bandes rectilignes plus claires qui traversent la statue de haut en bas correspondent à des armatures modernes installées lors de la première restauration de la statue [Szewczyk 2010].

retrouvé séparément du corps, a été remonté (plaques de métal et vis observables à la radiographie) et la déchirure à l'arrière de la cuisse gauche comblée et consolidée (ensemble de plaques de cuivre soudées à l'étain à l'intérieur et à l'extérieur de la statue). C'est pourquoi, en dehors de leur localisation, il est difficile de réaliser une description détaillée de ces deux soudures. Néanmoins, on peut se rendre compte sur les radiographies, que comme pour le bras droit, le joint du bras gauche devait correspondre à une soudure en cordon (Fig. 1.31, à droite). La jonction de la tête a quant à elle été effectuée par une succession de cuvettes formant un collier autour de la base du cou (Fig. 1.31, à gauche).



Figure 1.31 : radiographies X de la statue de Jupiter du Vieil-Evreux (h : 92 cm), 1^e s. ap. J.C., n°inv. 5404, musée d'Evreux ©C2RMF, T. Borel ; à gauche : assemblage de la tête sur le corps ; à droite : assemblage du bras droit sur le corps.

La zone de soudure de la jambe droite (non portante) sur le corps semble suivre un découpage similaire à celui de la statue d'Apollon, bien que sa lecture ait parfois été rendue difficile en raison de la présence de nombreuses infiltrations de métal masquant certaines informations. Ainsi, le cordon de soudure semble remonter au niveau du creux de l'aine - on y remarquera d'ailleurs la présence d'une grande plaquette de réparure polygonale (de l'ordre de 6 à 8 cm dans sa plus grande dimension, Fig. 1.29) qui masque vraisemblablement des défauts de soudure – pour remonter au niveau de la hanche et revenir horizontalement vers l'entre-jambe. Mais surtout, l'examen radiographique de la zone de jonction a permis de mettre en évidence, à l'intérieur de la statue, un canal d'alimentation aujourd'hui en métal et à l'origine en cire, allant de l'ouverture du

pubis (le sexe n'étant pas encore réalisé) vers l'entre-jambe, et dont la fonction probable était d'acheminer le bronze nécessaire à l'assemblage par soudage de la jambe droite sur le corps. Par la suite, la partie du système d'alimentation dépassant à l'extérieur de la statue a été coupée avant l'ajout du sexe par coulée tertiaire (Fig. 1.32 et 1.33). Comme dans le cas de la statue d'Apollon, l'entre-jambe a été préparé au soudage par l'aménagement d'une plateforme.



Figure 1.32 : le canal d'alimentation pour l'assemblage de la jambe droite (non portante) sur le corps est visible sur la radiographie X, à droite ©C2RMF, T. Borel, et a été photographié lors de la dernière restauration de l'œuvre, ©C2RMF, M. Leroux [Leroux 2007].

v. Réparure et finitions

Comme nous l'avions déjà signalé, la tête offre un remarquable témoignage de maîtrise de la fonte à la cire perdue de par l'absence de réparations, et ce, malgré une chevelure complexe, dont les boucles sont complètement creuses. En revanche, nous avons relevé une grande quantité de plaquettes de réparure (coulée secondaire de réparation de composition: Sn : 6,6 %m, Pb : 15,6 %m). De forme rectangulaire pour les plus petites, polygonales pour les plus grandes, elles sont essentiellement localisées au niveau du haut du dos et des jonctions entre les différentes pièces, dans le but de masquer les défauts de coulée ou de soudage. Enfin, les yeux sont incrustés d'argent, les lèvres et les aréoles de cuivre non allié (Fig. 1.34).



Figure 1.33 : processus d'assemblage de la jambe droite (non portante) sur le corps:

1. Préparation du soudage : les deux pièces à souder sont mises en contact, un système d'alimentation constitué d'un canal et d'un entonnoir est construit en cire.

2. Le soudage est réalisé par une coulée secondaire de bronze.

3. La partie externe du système d'alimentation est coupée.

4. Le sexe est ajouté en cire. 5. Il est converti en métal par une coulée tertiaire.

NB : les réfractaires mis en place pour contenir les métaux des coulées secondaires et tertiaires n'ont pas été représentés.

Statue de Jupiter du Vieil-Evreux (h : 92cm), 1^e s. ap. J.C., n°inv. 5404, musée d'Evreux.



Figure 1.34 : les yeux sont incrustés d'argent el les lèvres de cuivre. Statue de Jupiter du Vieil-Evreux (h : 92 cm), 1^e s. ap. J.C., n°inv. 5404, musée d'Evreux.

4.1.3.4. Synthèse sur les moyens bronzes du Vieil-Evreux

La situation des statues d'Apollon et de Jupiter du Vieil-Evreux est en tout point comparable à celle du Gaulois captif et de la Victoire dorée d'Arles : ce sont des « moyens » bronzes dont les techniques de fabrication n'ont rien à envier à celles des grands. Deux qualités de facture se distinguent ici. La statue de Jupiter est exceptionnelle, tandis que la statue d'Apollon témoigne d'un investissement technique moindre. Quoiqu'il en soit, dans les deux cas, la technique des grands bronzes a été mise en œuvre. Notons ici que l'on connaît aussi, pour les grands bronzes, diverses qualités de fabrication. Enfin, rappelons que ces deux sculptures font partie d'un dépôt de bronze comportant un nombre conséquent d'objets. Par conséquent, leur étude technologique apparaît également comme un adjuvant à la résolution d'une problématique ici d'ordre archéologique qui vise à évaluer l'importance des grands bronzes dans les sanctuaire de Gaule romaine comme celui du Vieil-Evreux (cf ci-après).

4.2. Réaliser des études technologiques pour :

4.2.1. Répondre à une question archéologique : détermination du nombre minimal de statues au sein du dépôt de grands bronzes du Vieil-Evreux

4.2.1.1. Le dépôt de grands bronzes du Vieil-Evreux

Un important dépôt de bronzes a été découvert en 1840 lors des premières fouilles réalisées sur le site de la ville sanctuaire gallo-romaine du Vieil-Evreux. Ce mobilier, aujourd'hui conservé au Musée municipal d'Evreux, comprend les deux statues précédemment étudiées (Jupiter et Apollon, § 4.1.3) en plus d'une centaine de fragments issus d'une ou plusieurs statues monumentales, la statue, un fragment de plaque gravée d'une inscription (41x60 cm²), un fragment de corniche (14x7 cm²), et quatre bras (échelle ¼ et ½). Les fouilles du site gallo-romain ont aujourd'hui repris sous la direction de la Mission Archéologique Départementale de l'Eure (MADE). La découverte de nouveaux fragments au sein du sanctuaire, ainsi qu'une relecture des données d'archives, invitent à réactualiser l'interprétation de la nature et du contexte de ce dépôt. Une étude archéométallurgique a été réalisée par le C2RMF en partenariat avec la MADE et le CEA Le Ripault de Tours. Les résultats de cette étude ont fait l'objet d'une publication dans Archéosciences, revue d'Archéométrie [Azéma et *al* 2012 (a)].

4.2.1.2. Etude technologique des fragments de bronze monumental

En sus des statues d'Apollon et de Jupiter, des fragments découverts au 19^e siècle ainsi que d'autres issus de fouilles récentes constituent un ensemble d'une centaine de pièces qui portent souvent des déchirures et des déformations, témoignant d'une destruction volontaire avant l'enfouissement, probablement liée au rite spécifique de fermeture du sanctuaire. A l'exception de quatre bras provenant de statues de taille modeste (inférieures ou égales aux statues d'Apollon et de Jupiter), il est difficile d'identifier précisément l'iconographie de la plupart des pièces de ce dépôt ; trois remontages seulement ont été retrouvés. Il faut ici rappeler que ces fragments proviennent d'une ou plusieurs statues de dimensions conséquentes, probablement monumentale(s). Une quarantaine de fragments représentatifs du lot (annexe n°01) ont été sélectionnés pour l'étude approfondie en laboratoire. Comme pour les statues de Jupiter et d'Apollon, des relevés technologiques et des prélèvements ont été réalisés sur chacun (Fig. 1.35). Deux exemples sont présentés en figure 1.36, le reste des résultats étant rassemblé en annexe n°02. Cependant, même si les résultats obtenus nous permettent d'identifier les grandes étapes de fabrication (en distinguant entre autre les coulées primaires et secondaires), nous ne sommes pas en mesure de parler de

chaîne opératoire puisqu'il manque clairement de nombreux fragments pour pouvoir espérer décrire significativement la fabrication de cette (ces) statue(s). En outre, les informations recueillies ont été utilisées comme de véritables marqueurs technologiques afin de tenter de retrouver d'autres rapprochements entre fragments.



Figure 1.35 : étude préliminaire des fragments de grands bronzes d'Evreux au sein des locaux de la MADE (examens visuels, mesure des dimensions, couverture photographique...).

i. Le travail de la cire

Les pièces d'où proviennent ces fragments ont été élaborées à partir du procédé de fonte en creux à la cire perdue. Pour la plupart en effet, la finesse et la régularité de l'épaisseur des parois plaident ici encore en faveur du recours au procédé indirect. Quelques parties de fragments, plus épaisses, correspondant souvent à des ajouts de détails (poils/cheveux), ont été visiblement ajoutées en positif ou réalisées en fonte pleine.



Figure 1.36 : synthèse des relevés technologiques sur les fragments n°inv. 4864 et n°inv. 214.205.002 de statue monumentale issu du dépôt de bronze du Vieil-Evreux, musée d'Evreux et MADE.

•••

ii. La coulée

Des emplacements de clous distanciateurs de 2 mm de côté sont détectables sur une dizaine de pièces. D'autres lacunes, correspondant à des traces laissées par des armatures circulaires (5 mm de diamètre) et/ou carrées (8 mm de coté), sont présentes sur plusieurs fragments. Les épaisseurs de paroi des coulées primaires sont en moyenne de 3,2 σ 1,4 mm. Concernant les alliages utilisés, 34 coulées primaires sur 53 analysées possèdent entre 15 et 25 %m en plomb et entre 6 et 10 %m en étain : ce groupe est majoritairement constitué de fragments d'une ou plusieurs statues monumentales, sur lesquels nous allons revenir de manière plus approfondie (cf. § 4.2.1). D'autres pièces en revanche peuvent être considérées chacune comme seule représentante de l'objet dont elles proviennent de par leur composition en éléments majeurs. C'est le cas des fragments de statuettes (échelle ¼) tels que le bras décoré (1,1 %m en Pb et 12,3 %m en Sn, C2RMF 69343), le bras cuirassé (7,7 %m en Pb et 8,2 %m en Sn, FZ 1515) [Gury et Guyard, 2006] et le fragment de pied (15,5 %m en Pb et 12 %m en Sn, C2RMF 69507) mais aussi celui du bras plié (3,7 %m en Pb et 24,2 %m en Sn, FZ 1517), qui est à associer à une statue de taille moyenne (échelle ½). Un fragment de drapé qui appartenait à un grand bronze ne peut être associé à aucune autre statue (2,3 %m en Pb et 4,5 %m en Sn, C2RMF 69365).

iii. Le soudage

Comme pour les statues d'Apollon et de Jupiter, des assemblages par soudage sont observables sur de nombreux fragments. Il s'agit majoritairement de soudures en cuvettes. Par exemple, le fragment représenté sur la figure 1.37 (fragment issu de fouilles récentes) résulte de l'assemblage de deux pièces dont la jonction est constituée d'une succession de larges cuvettes (jusqu'à 4,5 cm) se chevauchant partiellement.

L'autre fragment présenté (fig. 1.38) (issu de fouilles anciennes), également réalisé en deux parties, possède une fine cuvette de soudure (1,5 cm de large) sur une moitié de la jonction tandis que l'autre moitié, non soudée, est masquée par une plaquette de réparure.

On notera par ailleurs la présence de nombreux épanchements de métal de soudure sur la surface interne des fragments, qui sont probablement la conséquence d'un travail peu soigné lors du processus d'assemblage. Des épanchements de plomb, situés au niveau des emplacements des plaquettes de réparure, sont également fréquents et correspondraient, comme pour les emplacements d'armatures, à un renfort de fixation des réparations par brasage. Les résultats issus des analyses par ICP-AES de la composition élémentaire des coulées secondaires d'assemblage

montrent que l'on a eu recours à un métal d'apport de composition en éléments majeurs similaire à celui des coulées primaires pour la plupart des fragments étudiés.



Figure 1.37 : fragment de statue monumentale en ronde bosse, issu du dépôt de bronze du Vieil-Evreus, n°inv. 214.205.002 (n° laboratoire C2RMF69516), MADE ; à gauche, photographie de la surface externe du fragment, ©C2RMF, D. Bagault ; à droite, les cuvettes de soudures sont délimitées en rouge sur la radiographie X, ©C2RMF, T. Borel.



Figure 1.38 : fragment de statue monumentale en ronde bosse, issu du dépôt de bronze du Vieil-Evreux, n°inv. 4864 (n° laboratoire C2RMF69362), musée d'Evreux ; à gauche, photographie de la surface externe du fragment, ©C2RMF, D. Bagault ; à droite, une cuvette de soudures est délimitée en rouge sur la radiographie X, ©C2RMF, T. Borel

iv. Réparure et finitions

Les lacunes correspondant à des traces laissées par des armatures circulaires (et/ou carrées) (Fig. 1.39) sont souvent masquées par des plaquettes de réparure dont la fixation est renforcée par une brasure au plomb au revers. Cette dernière est effectuée depuis l'intérieur de la statue dans les emplacements laissés vides à la suite du retrait des armatures. D'autres plaquettes de réparure, de taille et de forme variables (de quelques mm² à quelques cm², rectangulaires ou polygonales), sont aussi utilisées pour masquer des défauts de fonderie (coulée primaire) ou de soudure (coulée secondaire) (Fig. 1.38 et 1.39).



Figure 1.39 : à gauche, la lacune laissée par une armature carrée de 8 mm de côté était masquée par une plaquette de réparure dont ne reste que l'emplacement, fragment de statue monumentale en ronde bosse, issu du dépôt de bronze du Vieil-Evreux, n°inv. 4853, musée d'Evreux, ©C2RMF, D. Bagault ; à droite, revers d'une grande plaquette de réparure sur lequel on observe les restes de la brasure au plomb permettant sa fixation sur la statue, fragment de statue monumentale en ronde bosse, issu du dépôt de bronze du Vieil-Evreux, ©C2RMF, D. Bagault ; à droite, revers d'une grande plaquette de réparure sur lequel on observe les restes de la brasure au plomb permettant sa fixation sur la statue, fragment de statue monumentale en ronde bosse, issu du dépôt de bronze du Vieil-Evreux, n°inv. 4861, musée d'Evreux, ©C2RMF, D. Bagault.

De même que pour les coulées secondaires d'assemblage, le métal utilisé pour les réparations a une composition en éléments majeurs proche de celle des coulées primaires, sauf dans le cas du fragment C2RMF 69373 (coulée primaire 12,4 %m en Sn et 10,2 %m en Pb) coulée secondaire de réparation 4,3 %m en Pb et 4 %m en Sn), ce qui nous invite à considérer ce fragment séparément du reste du dépôt.

4.2.1.3. Détermination du nombre minimal de statues au sein du dépôt de grands bronzes du Vieil-Evreux

L'étude technologique précédente a déjà permis de fournir non seulement une description de chacune des pièces du dépôt, mais aussi de mettre en évidence les différences existant entre certains objets ou lots de fragments : le fragment de plaque gravée et sa corniche, Jupiter, Apollon, les trois bras de statuettes (le bras décoré, le bras cuirassé et le bras tendu, échelle ¼), le pied (échelle ¼), le bras de statue (échelle ½) et les deux fragments attribués à de la grande statuaire (C2RMF 69365 et C2RMF 69373). Cela nous permet d'ores et déjà d'affirmer l'existence de six statues, d'une base gravée (cf annexe n°02), et de quatre statuettes indépendantes. Il reste maintenant à discuter le cas du groupe de fragments correspondant à une ou plusieurs statues monumentales. Nous avons remarqué de fortes similitudes lors des relevés technologiques et des analyses élémentaires de la composition des alliages sur une grande partie de ces fragments. Correspondent-ils à une seule et même statue ? Afin de prendre en compte de manière simultanée l'ensemble des données fournies par notre étude, une analyse statistique exploratoire multi-variée [Bouroche et Saporta 2006] a été entreprise sur les concentrations élémentaires des coulées primaires (les éléments pris en compte sont : Ag, As, Au, Co, Fe, Ni, S, Zn, Pb, Sb, Sn) dans le but de vérifier plus précisément l'existence de liens entre ces fragments. Dans un premier temps, une classification ascendante hiérarchique (CAH) sur les données centrées-réduites a permis de tester la similarité de composition de ces pièces (mesure de la distance séparant chaque fragment dans la CAH). A titre de comparaison, les données concernant la statue de Jupiter ont été incluses au sein de l'analyse statistique afin de fournir une référence pour la détermination du nombre de groupement statuaire (Jupiter devant nécessairement en former un). L'hypothèse de l'existence de cinq classes au maximum a alors été proposée, à partir de laquelle un algorithme de K-moyennes (nuées dynamiques) a été appliqué. Cinq groupes aussi différents que possible les uns des autres ont été générés en maximisant la variance inter-groupe et en minimisant la variance intra-groupe. La figure 1.40 présente les groupes ainsi constitués, auxquels ont été ajoutées des données issues des relevés technologiques (clous distanciateurs et armatures, épaisseur des parois).



Figure 1.40: confrontation des résultats de l'étude statistique (nuées dynamiques) des compositions élémentaires des coulées primaires obtenues par le CEA Le Ripault avec les marqueurs technologiques les plus discriminants (emplacements de clous distanciateurs et d'armatures, épaisseur des parois). Les algorithmes de nuées dynamiques ont été appliqués en tenant compte des éléments chimiques les plus discriminants (Ag, As, Au, Co, Fe, Ni, S, Zn, Pb, Sb, Sn).

La classe 5 correspond aux prélèvements effectués sur Jupiter. Le groupe 4 est constitué de 14 fragments, dont certains ont fait l'objet de deux prélèvements qui correspondent à chaque pièce les constituant (G4 : teneur moyenne Sn : 9,2 σ 1,1 %m, Pb : 20,5 σ 2,4 %m) et rassemble en particulier toutes les pièces sur lesquelles on a pu observer des emplacements d'armatures carrées de 8mm de côté. Par ailleurs, compte-tenu de la présence des marqueurs technologiques identiques (armatures circulaires de 5 mm de diamètre et clous distanciateurs de 2,5 mm de côté), on en déduit que les groupes 4 (G4), 3 (G3 : 10 fragments, teneur moyenne Sn : 7,9 σ 1,2 %m, Pb : 24,2 σ 3,9 %m) et 2 (G2 : 2 fragments, teneur moyenne Sn : 8 σ 0,06 %m, Pb : 20,7 σ 0,05 %m) sont issus d'un même ensemble. Du seul point de vue de la composition des coulées primaires, les différences entre les groupes G2, G3 et G4 sont en réalité minimes et résident principalement dans les teneurs en zinc, fer, soufre. Ces impuretés sont particulièrement sensibles à l'oxydation, et les écarts peuvent être expliqués par des pertes qui auraient eu lieu lors de refontes répétées d'un même métal au sein de l'atelier. Le groupe 1, constitué de deux pièces formant un des remontages identifiés, se différencie clairement des autres par les teneurs en éléments majeurs de l'alliage employé (G1: teneur moyenne Sn : 4,9 σ 0,8 %m, Pb : 10,4 σ 1,7 %m). Pourtant, le spectre d'impuretés reste identique à celui des autres groupes de fragments, si on ne prend en compte que les éléments restant stables lors des refontes (Sb, As, Ag, Au) (Fig. 1.41).



Figure 1.41 : Statistiques descriptives sur les groupes formés lors de l'application de l'algorithme des nuées dynamiques en tenant compte des éléments chimiques les plus discriminants (Ag, As, Au, Co, Fe, Ni, S, Zn, Pb, Sb, Sn). Les quatre éléments les plus discriminants sont seulement représentés ici : les deux éléments d'alliage étain et plomb ainsi que deux éléments traces l'antimoine et l'arsenic.

Les fortes variations en éléments majeurs par rapport aux trois autres groupes ne signifient pas forcément que tous ces fragments ne font pas partie d'une même statue, mais peuvent témoigner d'un choix volontaire de la part du fondeur, dépendant de la nature de la pièce et donc de son emplacement sur la statue. En effet, si l'on compare les aspects des fragments constituant chacun des groupes, on remarque que G3 regroupe majoritairement des pièces à parois fines et à figuration de poils. G4, quant à lui, est constitué de pièces souvent lisses et à emplacement d'armatures carrées, qui sont aussi les plus épaisses. Dans le cas de G2, un des deux fragments peut être identifié comme le bas d'un vêtement. Enfin, si l'on revient au cas de G1, on reconnaît clairement les testicules d'un animal pouvant être un cheval. On connaît plusieurs exemples de chevaux et de statues équestres monumentales où les organes génitaux formaient une pièce à part entière avant d'être assemblés sur le reste du corps : le Cheval conservé au Palais des Conservateurs (musées du Capitole)[Perrella et al 2007], le groupement équestre monumental de Cartoceto [Marini 1987, Perocco 1979], les fragments des deux chevaux d'Augst [Janietz Schwarz et Rouiller 1996], ou encore la statue équestre récemment découverte lors des fouilles du Parc-Saint-Georges à Lyon [Darblade-Audoin et Mille, à paraître]. Il semble donc que la très grande majorité des fragments du dépôt de bronze, issus des fouilles anciennes mais aussi récentes, provient d'une seule et même statue monumentale, probablement équestre.

Finalement, en prenant en compte l'ensemble du dépôt, nous pouvons désormais affirmer qu'il est composé d'une base gravée (plaque et sa corniche), de trois « moyens » bronzes (Jupiter, Apollon et la statue dont est issu le bras plié), de quatre statuettes (échelle ¼) représentées par trois bras (le bras décoré, le bras cuirassé et le bras tendu) et un pied, mais aussi de deux grandes statues (représentées d'une part par le fragment de drapé C2RMF 69365, et d'autre part par le fragment C2RMF 69373) dont il ne reste pour chacune qu'un fragment, et enfin d'une statue monumentale probablement équestre.

4.2.2. Réaliser des rapprochements : le doigt colossal du musée de Louvre vs la main de Constantin des musées du Palais des Conservateurs (musées du Capitole, Rome)

4.2.2.1. Contexte

L'œuvre Br 78 conservée au Musée du Louvre (dimensions : 0,38 m x 0,14 m x 0,08 m, collection Campana) au sein du département des AGER (Antiquités Grecques, Etrusques et Romaines) est un fragment de statue colossale, d'abord inventorié comme orteil [De Ridder 1913], mais qui représente en réalité les phalanges distale et intermédiaire d'un doigt (Fig. 1.42 et 1.43). L'hypothèse que ce fragment puisse appartenir aux restes de la statue colossale de Constantin

conservée au Palais des conservateurs (musées du Capitole, Rome) (voir ci-après) est à l'origine de la conduite de cette étude technologique.



Figure 1.42 : doigt fragmentaire colossal (I : 38 cm), époque romaine, n°inv. Br78, musée du Louvre, ©C2RMF, D.Bagault.

Chapitre 1 : La technique de fabrication de la grande statuaire antique en bronze: méthodologie d'étude et applications



Figure 1.43 : Synthèse des relevés technologiques sur le doigt fragmentaire colossal (I : 38 cm), époque romaine, n°inv. Br78, musée du Louvre.

Il s'agit d'une pièce en ronde-bosse, coulée en un seul jet, comme le confirment les radiographies (Fig. 1.44). La présence d'une fracture au niveau de l'articulation inter-phalangienne proximale confirme qu'il devait être assemblé sur une statue. Compte-tenu des dimensions du fragment, la taille de la statue - si l'on suppose que le personnage représenté se tient debout - peut être estimée aux alentours de 12 mètres.





Figure 1.44 : radiographies X du doigt fragmentaire colossal (face et profil) (I : 38 cm), époque romaine, n°inv. Br78, musée du Louvre ©C2RMF, T. Borel

Face au gigantisme d'une telle statue, en comparaison avec les autres sculptures étudiées lors de ces travaux de thèse, il est légitime de s'interroger sur la mise en œuvre des procédés impliqués dans sa fabrication. C'est-à-dire, l'élaboration d'une statue colossale nécessite-t-elle le recours à des techniques spécifiques du travail de la cire mais aussi d'assemblage ? Les examens réalisés sur le fragment de pied de Clermont-Ferrand [Darblade-Audoin et Mille 2008, Mille et Darblade-Audoin 2012], constituent sans doute l'étude technologique la plus approfondie d'un bronze colossal antique, que nous pouvons trouver dans la littérature. Mais, même si les proportions de ce pied (0,58

m x 0,215 m) donnent pour la statue dont il faisait partie une hauteur approximative de 3,50 m (dans le cas où elle est représentée debout), le doigt fragmentaire du musée du Louvre est à une échelle bien supérieure, si l'on suppose qu'il appartenait à un personnage représenté dans son intégrité (d'une hauteur de plus de 10 m).

Par conséquent, même fragmentaire, cet objet constitue un élément très intéressant pour ce qui concerne sa technique d'élaboration dont nous rendons compte dans ce paragraphe.

Qui plus est, les seuls restes de statue colossale réellement comparables en termes de dimension sont les fragments (la tête, la main gauche et un globe) attribués à une statue colossale de Constantin [Ferretti et *al* 1995, Altamura et *al* 1996, Lahusen et Formigli 2001] (Fig. 1.49) conservés au musée du Palais des Conservateurs (musées du Capitole). Les résultats de l'étude technologique du doigt fragmentaire, confrontés à une étude préliminaire de la main révèlent de troublantes similitudes qui convergent vers une probable origine commune.

4.2.2.2. Etude technologique

i. Le travail de la cire

Le doigt fragmentaire a été réalisé en creux. La paroi fine compte tenu de la taille de la statue (4,5 mm en moyenne) est d'épaisseur régulière. Les contours de la paroi interne suivent parfaitement ceux de la paroi externe (Fig. 1.44). Ces deux faits sont des arguments en faveur du recours au procédé indirect de fonte à la cire perdue. Des coulures sont observables sur la surface interne (Fig. 5). Elles peuvent témoigner de l'utilisation de la cire sous forme liquide (cas de d'application de la cire dit « au renversé » ou bien traces de la réalisation d'un joint entre deux pièces de cire). Mais nous ne pouvons pas être certains que ces coulures ne proviennent pas en réalité de fuites au moment de l'assemblage par soudage ou bien des réparations par coulée secondaire.

ii. Préparation du moule et réalisation de la coulée

Treize clous distanciateurs (4 mm de section, 23 mm de longueur) ont été répartis en vis-à-vis sur chaque face ou côté considéré (Fig. 1.43 à 1.46). Pour la plupart, ils ont été sectionnés de part et d'autre de la paroi, sauf pour un encore en place au niveau de la pulpe du doigt (dont l'accès devait être trop difficile). Leur présence est trahie par le phénomène de corrosion (oxydes de fer - couleur orange).

Le métal élaboré pour la coulée primaire de la pièce est un bronze au plomb (Sn : 7,13 σ 1,4 %m et Pb : 11 σ 1,73 %m) (cf annexe n°05).

Deux gerces (infiltrations de métal dans le noyau interne) sont observables sur la paroi interne (Fig. 1.43 à 1.46). L'une d'elles a vraisemblablement été causée par la mise en place d'un des clous distanciateurs. Ce dernier a en effet probablement induit une fissure du noyau.



Figure 1.45: Le clou distanciateur encore en place ainsi que les traces de coulée de cire ou de métal sont visibles depuis la surface interne du doigt fragmentaire colossal (I : 38 cm), époque romaine, n°inv. Br78, musée du Louvre.



Figure 1.46 : Les deux gerces ainsi que les restes de clous distanciateurs sont observables depuis la paroi interne du doigt fragmentaire colossal (l : 38 cm), époque romaine, n°inv. Br78, musée du Louvre.

iii. Des traces d'assemblage

L'objet fragmentaire ici étudié devait être assemblé sur une main au niveau de l'articulation interphalangienne proximale (IPP). Des traces de soudage ne sont que partiellement observables le long de la ligne de fracture (il est envisageable que l'objet ait subi un nettoyage, sont histoire avant son arrivée au musée du Louvre n'étant que très partiellement connue). La paroi interne est parfaitement lisse et les radiographies ne révèlent pas clairement les soudures que l'on attendrait. Il n'est donc pas possible de délimiter entièrement la zone de jonction initiale entre les deux pièces et donc de donner une description précise de la morphologie de la soudure réalisée. Cependant, le métal de soudure est tout de même identifiable, en particulier au niveau de la bordure gauche (Fig. 1.47). En outre, si la zone de fracture semble correspondre aux limites initiales de la pièce côté paume, la présence de deux clous distanciateurs au niveau de la fracture côté dos laisse supposé que l'arrachement se soit produit en dehors de la zone de soudure.

Le métal d'assemblage possède une teneur en étain légèrement plus faible que la coulée primaire (Sn : 6,14 %m) tandis que celle en plomb est un peu plus élevée (Pb : 16 %m). Malgré ces différences, les propriétés thermiques ($T_{liquidus primaire} \sim 980$ °C, $T_{liquidus secondaire} \sim 970$ °C) des deux alliages (primaire et secondaire d'assemblage) sont équivalentes, ce qui est en accord avec ce que l'on observe généralement sur les grands bronzes antiques.



Figure 1.47 : vue de détail au niveau de la zone d'arrachement : la découpe de la pièce est ici clairement visible (bords francs). La surépaisseur de la paroi (en rouge) est due à la présence de restes de métal de soudure témoignant de l'existence d'un assemblage passé. Doigt fragmentaire colossal (I : 38 cm), époque romaine, n°inv. Br78, musée du Louvre.

iv. Réparations et finitions

De nombreuses plaquettes de réparure quadrangulaires (de 0,5 cm x 1 cm à 3 cm x 4 cm) sont réparties sur l'objet. Elles masquent les emplacements de clous distanciateurs (Fig. 1.43 et 1.48) ainsi que les défauts de fonderie. Une grande plaquette polygonale permet de masquer un important défaut de fonderie localisé au niveau de la pulpe du bout du doigt (dimensions maximales 11,5 cm x 5,5 cm) (Fig. 1.44, en haut). Le métal élaboré pour la réalisation des plaquettes est un bronze deux fois plus riche en plomb que celui utilisé pour la coulée primaire (Sn : 6 %m et Pb : 23 %m) (cf annexe n°05). Cependant le cortège d'impuretés est identique si l'on raisonne en termes de présence/absence. Les variations de certaines teneurs sont ici encore caractéristiques du phénomène d'oxydation provoqué par les multiples refontes de l'alliage initialement élaboré pour la fabrication des pièces principales (coulées primaires) [Mille & Bourgarit 2003].



Figure 1.48 : plaquette de réparure (à gauche) masquant un reste de clou distanciateur (à droite) du doigt fragmentaire colossal (l : 38 cm), époque romaine, n°inv. Br78, musée du Louvre.

Enfin, l'objet présente des restes de dorure, exclusivement observables au dos du doigt. Des examens PIXE et RBS sur l'accélérateur AGLAE ont montré qu'il s'agit du procédé de dorure à la feuille dont l'épaisseur est évaluée à 3,6 µm [Azéma, Aucouturier, Mille, Robcis, rapport C2RMF 21406 2012].

4.2.2.3. La statue de Constantin du Palais des Conservateurs (musées du Capitole, Rome) vs le doigt du musée du Louvre

i. La statue colossale de Constantin du Palais des Conservateurs (musées du Capitole, Rome)

Seules trois parties de cette statue colossale de bronze doré, datée du IVe siècle après J.C. et estimée à 10-12 m de hauteur en position debout, demeurent conservées au Palais des Conservateurs (musée du Capitole). Il s'agit de la tête, de la main gauche et du globe (Fig. 1.49 et 1.50). Faisant partie des collections conservées au palais du Latran, elles ont été données par le pape Sixte IV en 1471. La main gauche est lacunaire en trois endroits principaux : la paume de la main, sur laquelle venait se fixer le globe ; la phalange distale du majeur ; et les phalanges distale et intermédiaire de l'index. Les premières caractéristiques de cette statue énumérées ci-dessus légitiment la mise en œuvre d'une étude comparative avec le doigt colossal conservé au Musée du Louvre : en effet, ce dernier pourrait correspondre aux deux phalanges manquantes de l'index de la main gauche.



Figure 1.49 : restes (tête, main gauche et globe) de la statue colossale de Constantin, IVe s. ap. J.C., Palais des Conservateurs (musées du Capitole, Rome).



Figure 1.50 : vues de la paume et du dos de la main de la statue colossale de Constantin (1.50 m), IVe s. ap. J.C., inv MC 1070, du Palais des Conservteurs (musées du Capitole, Rome).

Des examens radiographiques et de composition des alliages ont été réalisés lors de la restauration des fragments conservés aux musées du Capitole [Ferretti & al 1995, Altamura & al 1996]. Les résultats de ces études combinés à des observations visuelles permettent de comparer la statue des musées du Capitole avec le doigt conservé au musée du Louvre.

La statue, comme le doigt fragmentaire, semble avoir été obtenue à partir du procédé indirect de fonte en creux à la cire perdue. Des emplacements de clous distanciateurs (nous les estimons à 4-5 mm de côté) sont répartis sur l'ensemble de l'œuvre.

Les prélèvements de métal ont été peu nombreux et mettent en évidence une certaine hétérogénéité d'une pièce à l'autre. Si nous nous intéressons uniquement à ceux réalisés sur la main (trois prélèvements : base du majeur et poignet côté dos de la main et soudure de l'annulaire), l'alliage employé est un bronze au plomb de composition moyenne : Sn : 6,9 %m / Pb : 13,2 %m pour les coulées primaires ; et : Sn : 3,8 %m Pb : 8,7 %m pour la coulée secondaire d'assemblage.

Des radiographies réalisées sur les doigts de la main ont montré qu'ils présentaient tous une zone de jonction au niveau du pli entre la phalange médiane et celle qui appartient à la main. Le type de soudure est supposé en cuvette.

Comme dans le cas du doigt fragmentaire du Louvre, les fondeurs antiques ont eu recours aux plaquettes de réparure afin de masquer les défauts. Lorsque ces derniers sont de taille modeste (emplacement de clous distanciateurs, porosités, défauts d'assemblage...), les plaquettes sont quadrangulaires. Lorsque les défauts de fonderie sont beaucoup plus conséquents, des plaquettes de réparure de forme polygonale permettent de les masquer. Enfin, la main est également dorée. Même si la dorure n'est que partiellement visible, on remarquera qu'elle est essentiellement localisée sur le dos de la main.

ii. Comparaison technologique entre le doigt du musée du Louvre et la main du Palais des Conservateurs (musées du Capitole, Rome)







Graphique des teneurs cumulées en éléments d'impureté, valeurs exprimées en pourcentage massique. *résultats d'analyses par ICPOES sur prélèvements extraits d'Altamura & al 1996. **résultats d'analyses par PIXE sur prélèvements.

- Doigt :
 - Coulée primaire : bronze au plomb Sn : 7,13 %m Pb : 11 %m
 - Coulée secondaire d'assemblage : bronze au plomb Sn : 6,14 %m Pb : 16%m
- Main :
 - Coulée primaire : bronze au plomb Sn : 6,86 %m Pb : 13,16 %m
 - Coulée secondaire d'assemblage : bronze au plomb Sn : 3.82 %m Pb : 8.69 %m

Les coulées primaires sont similaires ; les variations de quelques unités sont normales étant donné la taille de l'objet et donc le nombre pièces coulées séparément pour sa fabrication.

Le cortège des impuretés est également très proche.

Les résultats des analyses des prélèvements de coulée secondaire révèlent en revanche des teneurs en éléments majeurs différentes. Mais rappelons que nous n'avons pas d'information sur la localisation précise du prélèvement réalisé sur la main ; c'est pourquoi resterons prudents quant à nos interprétation pour le moment.



A. Le doigt

B. La main

Des emplacements de clous distanciateurs masqués par des plaquettes de réparure :

A. Un emplacement de clou distanciateur de section carrée (4 mm de côté), masqué par une plaquette de réparure est mis en évidence en radiographie.

B. Un emplacement de clou distanciateur de section carrée (estimation : entre 4 et 5 mm de côté) avait été masqué par une plaquette de réparure aujourd'hui disparue.



Réparures







B. La main

Des plaquettes de réparure polygonales de grandes dimensions masquent les défauts de fonderie :

A. Sur la pulpe du doigt une plaquette toujours en place masque une large lacune visible en radiographie

B. Les lacunes étaient masquées par des plaquettes de réparure polygonales aujourd'hui disparues dont on peut clairement identifier les emplacements.



iii. Conclusion sur la comparaison entre le doigt fragmentaire du musée du Louvre et la statue de Constantin du Palais des Conservateurs (musées du Capitole, Rome)

Cette première étude technologique comparative a fourni des éléments qui légitiment le rapprochement entre le doigt fragmentaire conservé au musée du Louvre et la main fragmentaire attribuée à la statue colossale de l'empereur Constantin. Ainsi les deux phalanges correspondentelles très probablement à celles manquant sur l'index de la main gauche. Un travail d'archive serait nécessaire à la reconstruction du parcours du doigt fragmentaire avant son acquisition par le Louvre, et une analyse technologique approfondie des deux œuvres mises en confrontation contribuerait à améliorer notre connaissance des étapes ainsi que des procédés mis en œuvre pour la fabrication de statues colossales. Nous pouvons néanmoins déjà constater que les techniques mises en œuvre sont identiques à celles employées pour l'élaboration de bronze de 1 à 2 m, auxquelles s'ajoutent quelques adaptations spécifiques. Par exemple, dans le cas du doigt fragmentaire du Louvre, l'épaisseur des parois sont relativement élevées pour une statue de l'époque romaine. Le pied colossal de Clermont-Ferrand possède, quant à lui un renfort de structure via la mise en place d'entretoises [Darblade-Audoin et Mille 2008, Mille et Darblade-Audoin 2012].

5. Conclusion

Les études présentées dans ce chapitre ont particulièrement montré l'intérêt de déterminer les étapes de la conception les grandes sculptures de bronze antiques si l'on souhaite mener une discussion sur leur datation, conduire une réflexion d'ordre stylistique, ou encore répondre à une problématique d'ordre archéologique. Les objets ici étudiés se révèlent être de précieux témoignages de l'élaboration des grandes sculptures de bronze de l'Antiquité, aussi bien du point de vue technique qu'historique. Par conséquent, ils constituent notre point de départ privilégié sur lequel se basent nos travaux de recherche qui concernent particulièrement le procédé de soudage mis en œuvre par les fondeurs de l'Antiquité.

Ce premier chapitre offre en outre une présentation détaillée de la méthodologie d'étude des grands bronzes antiques développée par le C2RMF : sa mise en œuvre nécessite le rapprochement de compétences interdisciplinaires (celles des archéologues, des radiologues, des métallurgistes, des physico-chimistes, des historiens de l'art...) portées par les collaborations entre les musées (le musée du Louvre, le musée d'Evreux, le musée départemental d'Arles antique), le CEA Le Ripault, ou encore l'Institut de Soudure.

Chapitre 2

Les assemblages des grands bronzes antiques : un procédé de soudage par fusion ?

1. Introduction	
2. Soudage et brasage : vocabulaire et procédés d'aujourd'hui	
3. Le bronze de la grande statuaire antique	
4. Procédés d'assemblage employés pour la fabrication de la grande stat bronze : état des connaissances	tuaire antique en 130
5. Le soudage antique : réinterprétation des données et nouvelles études	142
6. Conclusion	

1. Introduction

Le chapitre 1 visait à établir le contexte de ces travaux de thèse au sein de la recherche concernant les techniques de fabrication de la grande statuaire antique en bronze. L'importance de la maîtrise des procédés d'assemblage a en particulier été mise en évidence à travers les études technologiques conduites sur plusieurs objets. Ce procédé d'assemblage, dont l'existence n'est aujourd'hui plus contestée, n'a pas fait l'objet de beaucoup d'études approfondies et soulève encore de nombreuses interrogations, non seulement en ce qui concerne la définition du procédé, les mécanismes physico-chimiques mis en jeu, mais aussi le détail de sa mise en œuvre et la question de la variabilité de cette technique au sein de la période et de la zone considérée.

Du point de vue de la métallurgie moderne, parmi les techniques d'assemblage, seuls le soudage et le brasage sont concernés par l'emploi d'un métal d'apport en phase liquide [Brandon et Kaplan 1997].

Dans ce deuxième chapitre, nous nous attacherons à définir le procédé appliqué pour assembler les différentes parties d'un grand bronze antique, d'une part à la lumière des connaissances que nous avons sur les différentes techniques d'assemblage des métaux par soudage et par brasage en phase liquide employées aujourd'hui, et d'autre part sur la base d'études technologiques approfondies des statues.

Nous effectuerons tout d'abord un bilan des connaissances que nous avons des techniques relatives au soudage, car ce n'est qu'à partir d'un vocabulaire correctement défini que nous pourrons réaliser une description précise et juste des joints antiques. Ensuite, nous établirons une analyse critique des descriptions données par les auteurs qui s'étaient déjà intéressés au sujet. Enfin, nous réaliserons une étude approfondie des assemblages antiques à partir des données issues des statues analysées dans le cadre de ces travaux de thèse et présentés au chapitre 1, mais aussi de celles collectées dans la littérature.

2. Soudage et brasage : vocabulaire et procédés d'aujourd'hui

2.1. Le « soudage » dans le langage courant

Le dictionnaire d'étymologie [Dauzat et *al* 1971] situe l'origine du mot « souder » dans la langue latine à travers le mot « solidare » qui signifie « affermir ». Le terme « soudure » apparaît au XIe siècle, le mot « soudeur » au début du XIVe siècle, et le « soudage » au milieu du XVe siècle. Le terme « souder » est couramment utilisé à partir du XIV^e siècle pour désigner l'opération de jonction elle-même. Dans la langue française, le mot « soudage » est souvent employé comme un terme général désignant un vaste ensemble de procédés. Et il convient en particulier de remarquer que les procédés de soudage par fusion et de brasage sont souvent confondus, à tort, dans le langage commun.

2.2. Définitions

A la suite des constats établis dans le paragraphe précédent, il est apparaît nécessaire de donner en premier lieu une définition générale des principes du soudage et du brasage, ainsi que des termes qui leur sont associés, avant de décrire précisément les mécanismes sur lesquels ils se basent.

2.2.1. Métal de base, métal d'apport

Le métal de base (base metal) [Granjon 2005] correspond au métal dont sont constituées les pièces à assembler. Dans la majorité des cas, l'assemblage est réalisé entre deux (ou plusieurs) pièces de composition chimique identique. Si les pièces sont différentes, il y aura donc deux métaux de base.

Les procédés de brasage ainsi que certains procédés de soudage font intervenir un métal « étranger » au métal de base, appelé *métal d'apport (filler metal)* (sauf dans le cas d'un procédé de soudage par fusion autogène). Celui-ci fait référence au complément de métal déposé sous forme liquide, en une ou plusieurs couches, participant à l'établissement de la liaison entre les deux pièces à joindre (métal de base).

2.2.2. Soudage, soudure

Le *soudage* [Murry 1994] est défini comme un ensemble de processus d'assemblage qui consistent « à réunir deux ou plusieurs parties constitutives d'un assemblage, de manière à assurer la continuité entre les parties à assembler (continuité de la nature des matériaux assemblés : matériau métallique, matière plastique...), soit par chauffage, soit par intervention de pression, soit par l'un et l'autre, avec ou sans (soudage autogène) emploi d'un produit d'apport dont la température de fusion est du même ordre de grandeur que celle du matériau de base ». Le soudage se caractérise donc par l'effacement des contours primitifs des bords à assembler. C'est un moyen d'assemblage permanent, c'est-à-dire qu'il est nécessaire de déformer ou de détruire au moins l'une des pièces jointes pour supprimer cette liaison.

La soudure est le joint qui résulte de l'opération de soudage.

2.2.3. Brasage, brasure

Le brasage [Develay 1992] est une technique connexe du soudage, sa finalité étant également de réaliser la continuité métallique entre les deux pièces à assembler. Il est généralement défini comme « opération consistant à assembler des pièces métalliques à l'aide d'un métal d'apport à l'état liquide ayant une température de fusion inférieure à celle des pièces à réunir et mouillant le métal de base qui ne participe pas, par fusion, à la construction du joint».

Ce procédé conserve donc les contours primitifs. Contrairement aux procédés de soudage, le brasage peut être considéré comme mode d'assemblage non permanent.

La brasure est le joint qui résulte de l'opération de brasage.

2.2.4. Soudabilité, aptitude au brasage

La soudabilité [Murry 1994](aptitude au brasage) est définie comme suit : « on considère qu'un matériau métallique est soudable (apte au brasage) à un degré donné par un procédé et pour un type d'application donnés, lorsqu'il se prête, moyennant les précautions correspondant à ce degré, à la réalisation d'une construction entre les éléments de laquelle il est possible d'assurer la continuité métallique par la constitution de joints soudés (brasés) qui, par leurs caractéristiques locales et les conséquences globales de leur présence, satisfont aux propriétés requises et choisies comme base de jugement ».

2.3. Les procédés de soudage et de brasage

Les procédés de soudage, tout comme les procédés de brasage sont souvent classés par technique, et plus rarement selon le type de liaison obtenue.

Dans le cadre de nos travaux, le second classement est clairement plus approprié. Ainsi, la présentation de ces procédés, réalisée ci-après, est avant tout basée sur l'analyse des phénomènes métallurgiques à partir desquels la liaison est créée, tout en étant accompagnée d'une description succincte des techniques qui leur sont associées.

2.3.1. Conditions de création de la liaison métallurgique

2.3.1.1. Activation des surfaces à joindre

A l'état solide [Haudin et Montheillet 1984], les métaux et alliages (combinaison d'un métal avec un ou plusieurs autres éléments chimiques) sont organisés sur la base d'une structure cristalline (les atomes sont répartis selon un motif géométrique, la maille, qui répétée à l'infini, constitue le cristal). Pour des raisons thermodynamiques et cinétiques, ces matériaux sont généralement polycristallins, c'est-à-dire qu'ils sont constitués de grains (monocristaux) d'orientations différentes séparés par des interfaces appelées « joints de grain ».

Créer une liaison métallurgique entre deux pièces [Murry 1994] signifie rapprocher suffisamment leur surface de telle sorte que la distance entre leurs atomes superficiels respectifs devienne du même ordre de grandeur que celles établies entre les atomes constitutifs de leur système cristallin propre. La création de la liaison métallurgique n'est pas réalisable si les surfaces à joindre ne sont pas activées. L'augmentation de la température des surfaces à joindre, si elle doit souvent être accompagnée d'une action mécanique (pression), est le principal moyen d'activation des surfaces, sur lequel sont basés les procédés de soudage et de brasage. On distingue trois grandes méthodes d'activation par la température :

- la fusion : elle permet simultanément d'assurer le nettoyage des surfaces et de créer la liaison métallurgique par solidification.

- l'échauffement sans fusion, en général complété par une action mécanique permettant certes le nettoyage des surfaces, mais surtout l'amélioration du contact des surfaces à assembler.

- l'action mécanique sans échauffement global des pièces à joindre, qui provoque une plastification de
l'extrême couche de chaque surface entraînant un échauffement très localisé.
2.3.1.2. Mécanismes de création de la liaison métallurgique

Une fois les surfaces activées, cinq principaux mécanismes [Granjon 2005, Blondeau 2001] participent, seuls ou conjointement, à l'établissement de la liaison métallurgique entre les deux pièces à joindre. Leur intervention et leur prédominance dépendent des procédés employés, c'est-à-dire de la nature de la source de chaleur et de l'action mécanique, ainsi que du recours ou non à un métal d'apport.

i. Rapprochement atomique

Il s'agit d'un rapprochement qui est accompagné d'une déformation plastique localisée de telle sorte que les atomes étrangers soient éliminés de l'interface, et qui, l'attraction mutuelle aidant, devient finalement définitif.

ii. Recristallisation

Sous l'effet de la température et d'une déformation plastique localisée de l'interface, les dislocations provoquent le mouvement d'atomes issus des deux pièces à joindre dont la réorganisation conjointe forme un nouveau réseau cristallin qui réalise ainsi la jonction.

iii. Diffusion de matière

Les phénomènes de diffusion [Lesueur et Novion 1979, Guiraldenq 1992] à l'état solide correspondent à des sauts effectués par les atomes dans des défauts du cristal sous l'effet de l'agitation thermique. Si les pièces à joindre sont maintenues suffisamment proches, les atomes de l'une migreront vers l'autre et inversement. Cette interpénétration au niveau de la zone de jonction, de part et d'autre de la surface initiale, engendre la formation de solutions solides suivant l'axe normal au plan de jonction.

iv. Action des forces capillaires

Elle a lieu entre une phase liquide A et une phase solide B [Develay 1992]. Le métal liquide A s'infiltre sous l'action des forces capillaires dans les interstices du métal solide B. Notons que le degré d'infiltration (donc la force de la liaison créée) dépend du mouillage de la surface du solide B par le

liquide A (degré d'étalement). Après refroidissement, le solide A se retrouve alors imbriqué dans le solide B.

v. Croissance par épitaxie

La croissance par épitaxie résulte de la solidification d'un liquide sur un solide qui lui a donné naissance, ou tout au moins qui a participé à la fusion [Biloni 1992]. Dans ce cas, les cristaux de solidification adoptent, en prenant naissance à l'interface, l'orientation des cristaux du métal solide support. Les grains et les joints sont alors communs au métal de base demeuré solide et au métal fondu solidifié. A l'échelle de la microstructure, les joints de grain du métal de base traversent sans discontinuité l'interface, qui est devenue la zone de liaison.

2.3.2. Les procédés de soudage

Les procédés de soudage se classent en deux grandes catégories : ceux qui ne font pas intervenir la fusion locale des pièces à assembler d'une part et ceux qui la provoquent d'autre part. Le choix du procédé appliqué est dépendant du domaine d'application (nature des matériaux, dimensions, résistance requise, coût...)[Cazes 1995]. Ce paragraphe a pour objectif de fournir un aperçu des principales techniques existantes, sans en détailler la mise en œuvre.

2.3.2.1. Les procédés de soudage à l'état solide (en anglais : solid-state welding)

Ces procédés [Murry 1994] ne provoquent pas la fusion locale des pièces à assembler et n'impliquent pas non plus l'utilisation d'un métal d'apport. Ils résultent en général de l'association d'une action thermique et d'une action mécanique et diffèrent entre eux de par l'importance relative de chacune de ces deux actions. Dans tous les cas, la liaison créée implique les mécanismes relatifs au rapprochement atomique, à la diffusion, et à la recristallisation.

i. Echauffement et action mécanique statique :

Les pièces à assembler sont maintenues en contact sous une pression adaptée et portées à une température suffisamment élevée pour permettre la diffusion des atomes à travers le plan de joint. La température appliquée est inférieure à la température de fusion des pièces à joindre et la pression est inférieure au seuil de leur déformation plastique.

ii. Echauffement et action mécanique dynamique : le soudage à la forge et le soudage par friction

- *Soudage à la forge* : les pièces à assembler sont chauffées à une température suffisante avant d'être martelées pour provoquer la liaison par déformation plastique à l'interface. Cette méthode est souvent considérée comme l'un des procédés de soudage les plus anciens connus. Notons que le martelage a pour objectif de briser la couche d'oxyde pouvant faire barrière à la création de la liaison entre les deux pièces [Patchett 2003].

- *Soudage par friction* : dans ce cas, l'échauffement de la surface de contact entre les deux pièces est provoqué par les frottements issus de leur rotation l'une par rapport à l'autre sous une pression suffisante. Ensuite, comme pour le forgeage, la pression entre les deux pièces est fortement augmentée pour réaliser la liaison.

iii. Action mécanique dynamique seule : le soudage par ultrasons

Les deux pièces à assembler, maintenues en contact sous une pression adaptée, sont mises en mouvement l'une par rapport à l'autre par application d'ultrasons (15 à 60 kHz). Un infime volume de métal est alors porté à température de recristallisation, ce qui permet d'assurer la liaison.

2.3.2.2. Les procédés de soudage par fusion (en anglais : fusion welding)

Tous les procédés impliquent la fusion partielle des pièces à assembler : si le soudage est autogène, le bain de fusion est uniquement constitué de métal de base fondu tandis que dans le cas où l'on a eu en plus recours à un métal d'apport, le bain de fusion est alors un mélange du métal de base fondu et du métal d'apport. Hormis le critère du métal d'apport, la différence entre les divers procédés de soudage par fusion provient essentiellement de la nature de la source de chaleur qui induit la fusion. Ils sont d'ailleurs généralement désignés, voire identifiés, à partir du type d'énergie employé. En outre, la participation du métal de base dans la formation d'une phase liquide annonce la prédominance d'un mécanisme de création du joint métallurgique étroitement lié à un phénomène de solidification par épitaxie. Le joint peut être réalisé avec ou sans métal d'apport (soudage autogène). Notons que la majorité de ces procédés ne permet pas de souder toute la longueur du joint en même temps. En pratique, la source de chaleur utilisée pour fondre une petite surface est ensuite déplacée le long de la ligne du joint, faisant fondre progressivement le métal de base en amont du bain de fusion tandis que le métal situé en aval se solidifie.

i. Procédés de soudage par fusion où la source de chaleur est externe

De nombreuses méthodes de focalisation de la chaleur ont été utilisées en soudage par fusion. Les plus importantes sont les suivantes :

- *Soudage par effet Joule (par résistance)* (procédé autogène) : les pièces à souder sont superposées et maintenues localement entre deux électrodes. Cet ensemble est traversé par un courant qui provoque une élévation de température par effet Joule, et donc la fusion localisée des deux pièces.

- *Soudage à l'arc* (procédé autogène ou non): la chaleur est issue d'un arc électrique formé soit entre les deux pièces à joindre, soit entre une électrode et ces mêmes pièces. Dans le cas de l'utilisation d'une électrode, celle-ci peut être de nature fusible (électrode enrobée, fil fourré) ou réfractaire.

- *Soudage au gaz* (procédé autogène ou non) : la chaleur est apportée par un chalumeau dont la flamme est produite grâce à la combustion d'un gaz avec, en général dans un mélange enrichi en dioxygène (flamme oxyacétylénique par exemple).

- Soudage « à haute énergie » (faisceau laser, faisceau d'électrons) : l'énergie nécessaire à la fusion des pièces à assembler est fournie par un faisceau d'électrons ou laser. Le faisceau crée un trou sur l'épaisseur de la pièce et le métal fondu est rejeté dans le sens inverse de la progression du faisceau avant de se solidifier pour former le joint.

-Soudage plasma : la fusion est réalisée par chauffage à l'aide d'un jet de plasma qui engendre une très forte élévation de température (laquelle peut dépasser 10 000°C).

ii. Procédés de soudage par fusion où la source de chaleur est le métal d'apport

Cette catégorie est basée sur le procédé que l'on nomme « soudage à la poche » ou « soudage en poche » (« flow welding » en anglais, [Moureau et Brace 2008], qui consiste à verser un métal apporté sous forme liquide sur les pièces à joindre. Le métal d'apport constitue à la fois la source de chaleur et la source de matière nécessaires à la création de la liaison. Il n'est pas réparti dans le joint par capillarité¹ [McGraw-Hill Dictionary of Scientific et Technical Terms 2003, Hanifan R. 2010]. Mais cette définition ne mentionne pas les propriétés du métal de base ni la nature de la liaison créée.

¹ Définition extraite de Hanifan R., 2010 : "Welding process that produces coalescence of metals by heating them with molten filler metal poured over the surface to be welded until the welding temperature is attained and until the required filler metal has been added. The filler metal is not distributed in the joint by capillary attraction."

L'emploi du mot « soudage » (= « welding ») à l'instar de brasage (« brazing ») ainsi que le recours à un métal d'apport sous forme liquide suggérent qu'il s'agit d'un procédé de soudage par fusion, mais le mécanisme n'est jamais décrit. Le « soudage en poche » n'est jamais mentionné parmi les procédés d'assemblage courants, mais il est parfois préconisé pour la réparation de pièces présentant de gros défauts de fonderie : ce fut par exemple le cas d'une hélice destinée au porte-avions Charles de Gaulle (cf rapport d'enquête DGA N°152 2000). Cette utilisation ne relève alors plus de l'assemblage de deux pièces à proprement parler puisque le métal versé joue à la fois le rôle de matière qui comble le défaut et de métal d'apport qui, en terme de soudage, permet sa fixation sur l'objet à réparer.

Il existe en outre un procédé d'assemblage couramment utilisé aujourd'hui dont la mise en œuvre correspond à la définition du soudage à la poche : ce procédé se nomme *soudage par aluminothermie* [Granjon 2005]. Son application concerne principalement l'assemblage des rails lors de la construction de chemins de fer : un moule est construit autour de la zone de jonction entre les deux rails. Le métal en fusion y est apporté, auquel on a ajouté de la poudre d'aluminium qui, réagissant avec les oxydes du métal, génère une réaction fortement exothermique. Cette dernière fournit alors l'énergie calorifique nécessaire à la fusion partielle des bords des deux rails à joindre. Le métal d'apport étant versé en large excès, un travail de finition est donc nécessaire pour retirer le surplus de matière. La zone de soudure obtenue se caractérise par des bourrelets résiduels que l'on peut facilement observer sur les rails.

2.3.3. Le brasage

Le brasage [Noël 1984, Macel 2010] est un procédé unique dans le sens où la liaison métallurgique résulte de la fusion, de la répartition, puis de la solidification du seul métal d'apport, c'est-à-dire qu'il s'agit d'un procédé qui ne provoque pas la fusion des pièces à joindre. La création de la liaison métallurgique est principalement basée sur l'action des forces capillaires et sur les mécanismes de diffusion. La distinction entre brasage fort et brasage tendre réside au niveau de la température de fusion du métal d'apport. Enfin, la différence entre les divers procédés de brasage fort/tendre existants réside en la nature de la source de chaleur appliquée.

2.3.3.1. Le brasage tendre

Le brasage est dit tendre (soldering) [Schwartz 1993, Jacobson et Humpston 2004] si la température de fusion du métal d'apport est inférieure à 450°C. Le métal d'apport réagit avec une petite quantité du métal par la formation d'un composé intermétallique. Cette réaction est le principal facteur de mouillage du métal de base par le métal d'apport, auquel s'ajoutent les attractions capillaires. Notons l'importance de la préparation des surfaces pour que ces mécanismes puissent avoir lieu.

Comme dans le cas du soudage par fusion, les procédés de brasage tendre diffèrent de par la source de chaleur utilisée, mais aussi selon la méthode de dépôt du métal d'apport. A titre d'exemple [Macel, 2010], nous citerons le brasage par immersion ou encore le brasage en four à passage.

2.3.3.1. Le brasage fort

Le brasage est dit fort (brazing) [Schwartz 1993, Jacobson et Humpston 2005] si la température de fusion du métal d'apport est supérieure à 450°C. Les forces d'attraction capillaires sont le phénomène principal qui régit la liaison métallurgique créée. On assiste également à la formation d'un composé intermétallique et à la diffusion des métaux. Comme pour le brasage tendre, les surfaces doivent être propres pour faciliter le mouillage du métal de base par le métal d'apport. De même que pour le brasage faible et le soudage par fusion, diverses sources de chaleur sont employées pour déposer le métal d'apport sous forme liquide sur le métal de base. Citons par exemple [Macel, 2010], le brasage fort au chalumeau, par induction, par résistance, en four...

2.3.4. Tableau bilan sur les procédés de soudage et de brasage

Ce tableau 2.1 résume cette première partie en confrontant les quatre grands procédés d'assemblage par soudage et par brasage en fonction des trois paramètres-clés qui les définissent.

	Procédé						
Conditions	Brasage			Soudage			
	Brasage tendre	Brasage fort		Soudage par fusion	Soudage à l'état solide		
Métal d'apport	oui	oui		oui (si non, soudage par fusion autogène)	non		
Température de travail T _{fusion}	<450 T _{fusion} du métal d'apport (°C)	>450 T _{fusion} du métal d'apport (°C)		~ T _{fusion} du métal de base	hautes températures (<t<sub>fusion du métal de base)</t<sub>		
Métal de base	ne doit pas fondre	ne doit pas fondre		doit fondre			
Joint formé	Création de composés intermétalliques entre le métal de base et le métal d'apport.	Pénétration par capillarité du métal d'apport dans les interstices du métal de base.		Le métal de base partiellement fondu se mélange au métal d'apport. La solidification forme le joint.	Coalescence des surfaces en contact		
Techniques (liste non exhaustive)	- par immersion - en four à passage - fer à souder	- au chalumeau - par induction - par résistance - en four	-	 aluminothermie par résistance au chalumeau à l'arc électrique par faisceau laser, d'électrons 	 par diffusion par friction par ultrasons par explosion 		
Exemples	En électronique : assemblage de composants sur des circuits imprimés	En tuyauterie : assemblage des conduites d'alimentation en gaz		En automobile, aéronautique : construction de charpente métalliques	Structures nécessitant une une grande résistance aux contraintes mécaniques : boîtes de vitesses, leviers sur axes		

Tableau 2.1 : Bilan comparatif des procédés de soudage et de brasage.

2.3.5. Procédures relatives aux procédés d'assemblage par soudage et par brasage

2.3.5.1. Préparation au soudage/brasage des pièces à joindre

La géométrie du joint ainsi que son épaisseur influencent le flux calorifique de la zone d'assemblage vers le métal de base et donc la vitesse de refroidissement.

La préparation des pièces (joint design) en vue de l'assemblage par soudage ou par brasage nécessite différentes opérations de coupage, d'usinage et de façonnage du métal. Il existe trois configurations de base des pièces à joindre [Weman 2003].

les assemblages *bout-à-bout* (« butt joining ») qui réunissent deux pièces dans l'exact prolongement
l'une de l'autre. L'existence ou non d'un espace entre les deux pièces dépend du procédé
d'assemblage appliqué.

- les assemblages à recouvrement (« lap joining ») qui réunissent de pièces dont les extrémités reposent l'une sur l'autre.

- les assemblages d'angle (« corner joining ») qui réunissent deux pièces qui font un angle entre elles.

Ensuite, leurs bords sont usinés selon la morphologie du type de joint que l'on souhaite obtenir. A titre d'exemple, les préparations les plus simples et courantes sont données dans le tableau 2.2 ci-après.



Tableau 2.2 : principaux types de préparation au soudage.

2.3.5.2. Préchauffage des pièces à assembler

Préchauffer les pièces à joindre (métal de base) signifie que l'on augmente leur température sans provoquer pour autant de changement significatif de leur structure. Cette procédure abaisse le gradient de température entre la zone d'assemblage et le métal de base [Cieslak 1993]. Elle permet ainsi de :

- réduire la vitesse de refroidissement et éviter par exemple la formation de certaines phases

- limiter les risques de déformations dues aux tensions internes

- selon l'alliage concerné, faciliter l'évacuation de gaz

Le préchauffage sera plus souvent entrepris si les pièces à joindre sont épaisses.

2.3.5.3. Utilisation d'un flux de soudure

Le flux est une substance qui, à température de travail, agit à différents niveaux lors du processus de soudage ou de brasage [Olson et *al* 1993, Jacobson et Humpston 2004, Weman 2003]:

- éliminer les oxydes et autres films qui se présentent sur les surfaces à joindre et désoxyder et purifier
le bain de fusion,

- ajouter des éléments d'alliage au bain de fusion afin d'abaisser localement la température de fusion du métal

- mouiller les surfaces à joindre.

- jouer sur la fluidité du bain de fusion.

Le flux peut être apporté sous forme liquide, solide ou gazeuse (argon, hélium). Suivant les propriétés recherchées et l'application considérées, il peut contenir des agents désoxydants (aluminium, manganèse), des adjuvants à la résistance à la corrosion et à la traction (carbone, nickel...)...

2.4. Phénomènes thermiques et conséquences

Lors d'une opération de soudage et de brasage, d'énormes quantités d'énergie thermique sont transmises aux pièces à assembler, engendrant des élévations plus ou moins importantes de la température selon la zone considérée [Murry 1994, Blondeau 2001, Granjon 2005]. Ces transferts de chaleur provoquent des phénomènes métallurgiques et mécaniques directement liés à la création de la liaison. Parmi les paramètres principaux qui en sont la cause, on peut citer :

- l'énergie apportée par la source de chaleur ; plus elle est importante, plus le volume de métal chauffé augmente, plus le temps de séjour dans le domaine des hautes températures est long.

- la température initiale des pièces à joindre ; comme pour l'énergie issue de la source de chaleur principale, plus elle est élevée, plus le temps de séjour dans le domaine des hautes températures est long et plus le refroidissement est lent.

 la masse, l'épaisseur, la forme des pièces à joindre et leur environnement dont dépend le transfert de la chaleur. Ce dernier se fait essentiellement par conduction, sauf quand il y a création d'un bain de fusion où interviennent également des mouvements de convection.

2.4.1. Cycles et répartitions thermiques

Le cycle thermique du soudage rend compte des variations de la température au cours du temps, en un point donné. Il se compose de deux grandes phases : la première, se caractérisant par une forte élévation de la température sur une durée très brève, correspond à l'action de la source de chaleur sur les pièces à joindre. La seconde succède immédiatement à l'arrêt du chauffage. Il s'agit d'un refroidissement progressif, libre ou forcé. La figure 2.1 schématise les cycles thermiques de trois points (A, B, et C) appartenant à une même coupe transversale par rapport à la direction de soudage, et situés à des distances croissantes du centre du cordon de soudure. Si la température appliquée est supérieure à la température de fusion du métal (c'est-à-dire, s'il y a formation d'un bain de fusion), celui-ci passe de l'état solide à l'état liquide et y est maintenu pendant un certain temps avant de se solidifier de nouveau.



Figure 2.1 : Schéma des enregistrements des cycles thermiques de soudage : en haut, localisation des prises de température A, B et C lors du processus de soudage ; en bas, évolution de la température des points A, B et C en fonction du temps (figure adaptée de Varisellaz 1987 et Murry 1994).

C'est à partir de la construction de ces cycles en un nombre suffisant de points, répartis de manière homogène aux alentours du cordon de soudure, qu'une description spatiale de l'état thermique à un instant donné a été proposée pour la première fois par Portevin et Seferian [Portevin et Seferian 1934]. Cette description, nommée «solide thermique», est une représentation de l'état thermique du métal selon les trois axes suivants : temps, température et distance par rapport au centre du cordon (Figure 2.2). La morphologie du solide thermique est applicable à toute coupe transversale par rapport à l'axe de soudure, mais l'intensité (T_{max}) pourra varier si la quantité d'énergie transmise par la source de chaleur n'est pas identique sur toute la longueur du cordon de soudure.



Figure 2.2 : Evolution de la température en fonction du temps et de la distance par rapport au centre du cordon de soudage (concept du solide thermique) [à partir d'une figure extraite de la thèse de Saint-Germain B. 2006].

Ainsi, en une seule représentation, sont rassemblés, non seulement les cycles thermiques de soudage nécessaires à la compréhension des phénomènes métallurgiques qu'ils engendrent, mais aussi, la répartition thermique permettant d'interpréter l'étendue de ces phénomènes et de leurs conséquences.

2.4.2. Solidification et microstructures

Le tracé des isothermes selon une coupe transversale de la zone de soudure permet de définir les grandes zones généralement considérées dans un joint soudé (Figures 2.3):

- la zone fondue (et solidifiée) si le procédé en question l'implique
- la Zone Affectée Thermiquement (ZAT)
- le métal de base non affecté thermiquement

Ces zones se repèrent grâce à leur microstructure (de solidification, de recristallisation), nous permettant ainsi de délimiter les domaines d'influence de la température dans la zone de soudure



Figure 2.3 : coupe transversale d'une soudure par fusion ; les différentes zones du joint obtenu avec fusion d'un métal : la zone fondue, la Zone Affectée Thermiquement (ZAT) et le métal de base non affecté [Murry 1994].

2.4.2.1. Définitions des zones constituant le joint soudé

i. La zone fondue ou zone composite

Si elle existe (ce qui n'est pas le cas pour les procédés de soudage en phase solide), elle se trouve au centre du joint et correspond à la zone de remplissage. La section de cette dernière dépend directement de la configuration de la préparation au soudage (chanfrein, épaisseur à souder...). Elle est uniquement composée de métal d'apport dans le cas des procédés de brasage et, d'un mélange du métal d'apport avec la portion de métal de base refondu dans le cas des procédés de soudage par fusion. L'état liquide de la zone fondue est transitoire et la solidification débute dès que l'alimentation en énergie thermique n'est plus suffisante pour le maintenir [Murry 1994, Blondeau 2001, Granjon 2005].

ii. Zone de liaison

La zone de liaison se trouve de part et d'autre de la zone fondue [Biloni 1992] (Figure 2.4). N'existant que pour les procédés de soudage par fusion impliquant un métal d'apport, elle correspond à la partie du métal de base qui participe à la réalisation du joint. Elle est généralement elle-même constituée des deux zones suivantes :

- la zone fondue non mélangée ; elle est composée de métal de base qui a fondu et qui s'est solidifié à nouveau sans s'être mélangé au métal d'apport. Même si le bain de fusion est en mouvement, il existe souvent une couche stagnante sur ses bords qui peut être détectée en métallographie [Savage et Szekeres 1967].

- la zone partiellement fondue : lors du procédé de soudage, dans les cas où le métal de base est un alliage polyphasé, les phases qui le composent ont des points de fusion différents. Par exemple, le bronze (alliage Cu-Sn) peut-être constitué de dendrites de phase α et d'une phase eutectoïde (α + δ) (cf paragraphe 3.2. L'alliage binaire Cu-Sn). La phase eutectoïde possédant un point de fusion plus

bas que la phase dendritique, passera sous forme liquide bien avant le reste du métal. Ces phénomènes sont importants car la re-solidification de ces liquides, accompagnée des contractions intervenant lors du refroidissement, peut être source de micro-fissures.



Figure 2.4 : localisation schématique de la zone de liaison sur la coupe transversale d'une soudure.

iii. Zone affectée thermiquement

Au-delà de la zone de liaison, le métal de base, qui a subi le cycle thermique de soudage sans avoir été pour autant porté à fusion, subit des transformations de phase à l'état solide qui sont fonction de la température et du temps, dans une zone plus ou moins étendue appelée la zone affectée thermiquement (Z.A.T.). Sa largeur est donc fonction du matériau utilisé, du procédé de soudage employé et des conditions opératoires. La vitesse de refroidissement conditionnant la structure cristalline de cette zone, le résultat final est souvent un mélange de grains de tailles différentes [Biloni 1992, Blondeau 2001, Granjon 2005].

iv. Zone non affectée

Au-delà de la zone affectée thermiquement se trouve le métal de base non affecté par le soudage [Murry 1994], c'est-à-dire qu'il n'a pas été porté à une température suffisante pour subir une quelconque transformation de structure.

2.4.2.2. Microstructure dendritique et orientation

La théorie de la croissance par épitaxie affirme qu'un bon mouillage du substrat par le métal fondu favorise la nucléation [Savage et *al* 1965]. Si cette condition doit être contrôlée dans le cas du

brasage, elle est *a priori* systématiquement vérifiée dans le cas du soudage par fusion où le mouillage est parfait, puisque le substrat est issu de la fusion partielle du métal de base. La solidification débute en cette zone et la croissance des cristaux se fait selon la même orientation que celle des grains partiellement fondus. Les conditions thermiques de solidification sont dans la plupart des cas proches de celles d'une coulée en lingotière (vitesse de refroidissement très rapide) [Solomon 1993]. La nature de la microstructure (dendritique/cellulaire) ainsi que la texture des grains obtenus (colonnaire/équiaxe) sont dépendants des phénomènes intervenant au niveau de l'interface liquidesolide (front de solidification), en particulier ceux liés à la forme du bain de fusion et aux gradients de concentration et de température qui y règnent [Reinhart 2006, Rayamyaki et *al* 2007]. Au début de la croissance par épitaxie, l'interface liquide-solide tend à être plane, mais devient rapidement instable, ce qui favorise la croissance dendritique. Différentes classifications de macrostructure des soudures sont relatées dans la littérature. La figure 2.5 en est une représentation générale. L'orientation globale des cristaux est également influencée par le sens du soudage, c'est-à-dire le sens de déplacement de la source de chaleur.



Figure 2.5 : variation schématique des microstructures d'une soudure en fonction des différences de solidification intervenant au sein du bain liquide [adapté de Solomon 1993].

La prédominance d'une microstructure sur une autre est dépendante de la quantité de chaleur fournie et de la vitesse de soudage (c'est-à-dire de la vitesse de déplacement de la source de chaleur) (Figure 2.6).



Figure 2.6 : illustration schématique des effets de variation de source de chaleur et de vitesse de soudage. (a) faible apport de chaleur, faible vitesse de soudage ; (b) apport de chaleur moyen, vitesse de soudage moyenne ; (c) apport de chaleur élevé, vitesse de soudage élevée [Solomon 1993].

2.4.3. Défauts fréquents

L'expérience montre que les opérations de soudage génèrent à la fois des déformations (pressions et température élevées, retrait du métal lors de la solidification...) et des contraintes permanentes qui sont à l'origine des principaux défauts suivants [Dallam et Damkroger 1993] (Figure 2.7):

 les fissurations : elles peuvent intervenir à froid ou à chaud et être localisées aussi bien dans le métal d'apport que dans le métal de base.

 les porosités : elles traduisent une mauvaise évacuation des gaz ou encore une différence de vitesse de diffusion (effet Kirkendall) entre deux éléments constitutifs de l'alliage [Guiraldenq 1992]

- les inclusions : ce sont des particules de corps étrangers à la soudure qui proviennent par exemple du flux de soudure.

- le manque de fusion (ou collage) : le métal de base n'a pas fondu empêchant ainsi la création de la liaison via le métal d'apport. Ce type de problème intervient si la vitesse de soudage est trop grande.



Figure 2.7: schéma illustrant les défauts pouvant intervenir au sein des différentes zones de soudure [Taylor et Guesnier 2008].

3. Le bronze de la grande statuaire antique

Le bronze est avant tout un alliage binaire de cuivre avec addition d'étain, mais selon la normalisation [Arnaud et *al* 1985], ce terme s'applique à tout alliage contenant au moins 65 %m de cuivre. Ainsi cette dénomination est-elle également employée par extension lorsque sont ajoutés d'autres éléments d'alliage tel que le plomb.

3.1. Une composition contrôlée

On constate très souvent que le bronze au plomb est employé pour la fonte des grands bronzes antiques à partir de la fin de la période hellénistique et pour l'ensemble de la période romaine. Un graphique, réalisé par B. Mille à partir d'une sélection de données répertoriées au sein de la base HEPHAÏSTOS (cf chap. 1, § 2.1), confronte la composition des alliages de 165 statues avec leur datation stylistique. Il fournit ainsi une vision très globale de cette évolution (Figure 2.8) [Mille et *al* 2012], même si les teneurs en plomb et en étain ne peuvent en aucun cas permettre de proposer à elles seules une datation de la statue considérée. De manière générale, les compositions des alliages des grands bronzes sont très contrôlées : le zinc est totalement exclu (sauf le cas particulier de l'Apollon de Lillebonne²) pour l'élaboration de l'alliage des grands bronzes, contrairement à ce qui peut être observé sur la petite statuaire qui montre une extrême diversité des alliages [Marti-Clercx et Mille 2002]. Cette homogénéité de composition est également remarquable à l'échelle de la statue elle-même. En effet, l'alliage des pièces constitutives (bras, jambes, tronc, tête) est généralement peu variable d'une pièce à l'autre au sein d'une même statue, comme l'illustrent bien les sculptures étudiées au chapitre 1³.

Sur le graphique, la tendance générale montre que la teneur moyenne en étain décroît au cours du temps, mais l'extrême dispersion des valeurs ne permet pas de discuter l'attribution

² L'Apollon de Lillebonne (n°inv. Br 37), conservé au musée du Louvre, est certainement la plus grande statue en bronze doré conservée d'un dieu en Gaule. Même si une première étude réalisée en 1966 par le LRMF (rapport C2RMFn°527) a permis de fournir ces données de composition, une simple observation visuelle soulève de nombreuses questions quant à ses étapes de fabrication. Cette statue mériterait donc une étude technologique approfondie.

³ Ce n'est pas forcément le cas de certaines petites pièces rapportées (c'est-à-dire qui ne constituent pas le corps principal de la sculpture) : citons par exemple la mèche du chignon d'Apollon d'Evreux, la patte de fixation de la Victoire dorée d'Arles ou bien des mèches de cheveux du Guerrier A de Riace [Formigli 1984].

chronologique d'une statue sur cette seule base. La teneur en plomb est comprise dans un intervalle plus large (jusqu'à 38 %m), et a plus clairement évolué avec la chronologie. On constate en effet que, sauf dans un cas, cette dernière ne dépasse pas les 5 %m pour les statues antérieures au 3^e siècle avant J.C.. Notons enfin que de tels alliages présentent souvent des impuretés qui se manifestent sous la forme d'inclusions au sein de la microstructure de base de la matrice bronze (oxydes, sulfates...) [Pernot 1999].



Figure 2.8: Teneur en plomb et en étain en fonction de la datation stylistique des grands bronzes sur les périodes antiques grecque et romaine (obtenus à partir de différentes techniques d'analyses). Résultats compilés à partir des données HEPHAÏSTOS, 165 statues sont ici représentées [Mille et *al* 2012].

3.2. L'alliage binaire Cu-Sn

Les microstructures observées sur les bronzes antiques résultent de procédés de fonderie (bruts de coulée), c'est-à-dire que certaines phases, que l'on obtiendrait dans le cadre d'un refroidissement très lent et à la suite de recuits de plusieurs centaines d'heures, ne sont pas observées [Arnaud 1989]. C'est pourquoi, on est amené à travailler sur un diagramme non pas « à l'équilibre » mais dit « industriel » (Figure 2.9). Compte-tenu des compositions moyennes en étain des grands bronzes antiques, la microstructure résultante est constituée des dendrites de phase α et d'une phase eutectoïde (α + δ) [Steinberg 1973, Pernot 1999].

3.2.1. Etude du chemin de refroidissement d'un alliage binaire CuSn10

Le refroidissement de l'alliage CuSn10 implique une série de réactions qui se succèdent pour aboutir à la microstructure finale.

Point de départ : état liquide à 1100°C.
 1100°C>T>T_A : refroidissement du liquide.
 T=T_A : début de précipitation de la phase α.
 T_A>T>T_B : croissance dendritique de la phase α (phase riche en cuivre) ; le liquide s'enrichit en étain.
 T=T_a : fin de la croissance de la phase α :

5. $T=T_B$: fin de la croissance de la phase α ; début de précipitation de la phase β .

6. $T_B > T > T_C$: croissance de la phase β en équilibre avec la phase α .

7. T=T_c : début de précipitation de la phase γ selon la réaction eutectoïde : $\beta \rightarrow \alpha + \gamma$

8. $T_C > T > T_D$: croissance de la phase γ

en équilibre avec la phase α .

9. T=T_D : précipitation de la phase delta selon la réaction eutectoïde : $\gamma \rightarrow \alpha + \delta$

10. T_D >T : croissance de la phase δ en équilibre avec la phase α .



Figure 2.9 : Diagramme de phase binaire Cu-Sn dans les conditions pratiques de fonderie [Arnaud 1989].

Les premiers monocristaux de phase α formés à la température T_A ont une morphologie dendritique (forme arborescente) (Figure 2.10). Ils sont constitués d'une épine dorsale (primaire) et de branches latérales (secondaires) qui se développent dans des directions perpendiculaires. De même, des branches tertiaires peuvent se former à partir des branches secondaires (Figure 2.10, à gauche) (1). Au fur et à mesure que la température diminue, la composition de la phase α s'enrichie en étain et la solidification qui a lieu sur les branches des dendrites forme alors des stratifications successives correspondant à la ségrégation primaire (2). Ce phénomène s'observe aisément sur des coupes métallographiques au microscope optique ou électronique à balayage. Finalement, les différentes dendrites croissent jusqu'à rentrer en contact les unes avec les autres pour former les grains séparés par les joints de grain (3) [Haudin et Montheillet 1984].





Figure 2.10 : à gauche, schéma de formation de la microstructure dendritique au cours du refroidissement ; à droite, image en électrons rétrodiffusés d'une coupe métallographique d'un alliage Cuivre-Etain (10 %m) faite sur une pièce usinée dans le cadre des expérimentations de soudage relatées dans le chapitre 3.

Rappelons par ailleurs qu'un alliage, contrairement à un métal non allié, ne possède pas une température de fusion à proprement parler puisque chacune des phases qui le constitue en possède une qui lui est propre [Pelton 1992]. Ainsi la fusion d'un alliage s'étale-t-elle sur un intervalle de température ($T_{solidus}$ - $T_{liquidus}$) (= intervalle de solidification) variable selon l'alliage considéré. La température du *liquidus* correspond à la température à laquelle l'alliage est complètement fondu. Par exemple, un bronze binaire à 10 %m en étain commence à fondre à 800°C ($T_{solidus}$) et sera totalement liquide à partir de 1025°C ($T_{liquidus}$) (lecture des températures sur la figure 2.9, courbe « brut de coulée »).

3.2.2. Vitesse de solidification et espacements entre les branchements secondaires des dendrites

La croissance d'une dendrite dépend de la vitesse de refroidissement imposée à l'alliage. C'est pourquoi, pour une vitesse de solidification donnée, l'espacement entre les branchements secondaires des dendrites sera constant. La relation entre ces deux paramètres peut être approximée par la relation suivante, établie à partir des lois de grossissement des particules [Lesoult 1986].

 $d = M * R^{n}$

d : espacement entre les branchements secondaires (µm)

R : vitesse de refroidissement (°C/min)

M et n sont des constantes propres à l'alliage.

3.2.3. L'alliage ternaire Cu-Sn-Pb

Le plomb est insoluble dans le bronze à l'état solide. Etant donné qu'il est l'élément le plus fusible de l'alliage, il précipite en dernier, et ce sous forme de globules dont la taille et la distribution dépendent de la quantité totale, de sa dissémination et de la vitesse de solidification [CICLA (a) 1951-1969]. La microstructure finale est, comme dans le cas de l'alliage binaire Cu-Sn, composée de dendrites de phase α , mais l'espace interdendritique est occupé à la fois par la phase eutectoïde (α + δ) et par les nodules de plomb (Figure 2.11) [Korojy et *al* 2009].



Figure 2.11 : Image en électrons rétrodiffusés d'une coupe métallographique d'un alliage cuivre-étain-plomb (prélèvement réalisé sur un fragment de bronze antique issu du dépôt du Vieil-Evreux (cf 5.3.2).

3.3. Soudabilité et aptitude au brasage du bronze

Le soudage et le brasage du cuivre et de ses alliages, comme pour tout autre élément métallurgique, sont toujours possibles à partir du moment où les caractéristiques des pièces à joindre (composition du métal, forme, épaisseur, ...) sont connues et que sont contrôlés les facteurs pouvant être défavorables à la création de la liaison métallurgique. Le comportement du cuivre et de ses alliages lors du soudage est fortement influencé par leur conductivité thermique. Par conséquent, le choix du procédé à employer repose particulièrement sur sa capacité à fournir un maximum de chaleur permettant ainsi de s'opposer à sa dissipation rapide hors de la zone de soudure. Selon l'épaisseur de la pièce, le préchauffage est généralement conseillé pour le soudage des alliages à base de cuivre. Les phénomènes d'oxydation sont également un facteur important à considérer lors de ce type de soudage. Dans le cas des alliages de notre étude (Cu-Sn ou Cu-Sn-Pb) et compte-tenu des hautes températures devant être appliquées pour leur assemblage (plus de 900°C), la formation d'oxydes de chacun des éléments est inévitable [Kofstad 1988]. Leur développement au niveau des joints de grain entraîne une fragilisation de l'ensemble [Arnaud et al 1985]. Par ailleurs, si la teneur en étain est comprise entre 1 et 10 %m, les risques de fissuration à chaud augmentent [CICLA 1951-1969 (b et c)]. Enfin, la présence de plomb à une teneur supérieure à 2 %m, de par son caractère non miscible à l'état solide, semble être un obstacle au soudage.

4. Procédés d'assemblage employés pour la fabrication de la grande statuaire antique en bronze : état des connaissances

4.1. Des assemblages par coulée secondaire : assemblage mécanique ou création de la liaison métallurgique ?

Les coulées secondaires incluent toutes les opérations de fonderie qui interviennent après l'élaboration des pièces principales (coulées primaires) constituant l'objet, obtenues via les procédés de fonte à la cire perdue (cf chap. 1). Il peut donc s'agir autant d'un assemblage en coulant du métal dans un espace prévu à cet effet entre une pièce déjà existante (coulée primaire) et une pièce que l'on forme directement par-dessus, d'un assemblage entre deux pièces obtenues au préalable (coulées primaires), que de réparations de défauts. La technique qui consiste à rapporter une pièce par coulée secondaire (« Überfanguss » en allemand [Drescher 1958], « casting-on » en anglais [Lechtman et Steinberg 1970]) est courante en Europe Occidentale à l'âge du Bronze (1800-700 av. J.C.) ainsi qu'en Chine, comme en témoigne par exemple la production de vaisselle à anses et/ou à pied durant les dynasties Xia, Shang et Zhou (2205-256 av. J.C.) [Gettens 1965, Chase 1991, Veber et al 2007]. Afin d'illustrer la mise en œuvre de cette technique, prenons l'exemple de la fabrication d'une épée constituée de deux pièces : la soie et la poignée. La soie est d'abord obtenue par le procédé indirect de fonte à la cire perdue (cf chap. 1). En parallèle, la poignée est façonnée en cire. Elle est ensuite enrobée d'argile pour constituer le moule de coulée. La cuisson de l'ensemble permet d'évacuer la cire, qui a laissé son empreinte dans l'argile. Il s'agit jusqu'ici du procédé de fonte à la cire perdue, mais avant de couler le métal dans le moule de la poignée, la partie supérieure de la soie « précoulée » est positionnée à l'intérieur. Le métal peut alors être versé, permettant en un seul jet de former la poignée et de la fixer sur la soie. Même si le métal d'une coulée secondaire est apporté sous forme liquide, la création de la liaison métallurgique avec les coulées primaires n'est pas nécessaire car le fondeur a toujours pris soin de préparer ses pièces de telle façon qu'un assemblage mécanique est obtenu (« interlock casting », [Gettens 1965]) toujours parfois suffisant (Figure 2.12).



Figure 2.12 : coupe transversale d'une zone d'assemblage mécanique par coulée secondaire « casting interlocked » entre un récipient et l'un de ses pieds (vaisselle d'apparat chinoise), SC587, fin de la dynastie Chou, Freer Gallery of Art [Gettens 1965]. Les bords supérieurs du pied sont imbriqués dans la paroi du vase ; les deux coulées se distinguent parfaitement l'une de l'autre, il n'y a aucune zone continue de matière.

Si la fusion est intervenue lors de cette procédure d'assemblage, elle est considérée comme « accidentelle » [Drescher 1958], sans pour autant nuire à la qualité de l'objet réalisé. L'épée en bronze présentée ci-dessous, témoigne de cette situation (Figure 2.13) : la coulée de la poignée sur la soie a provoqué la fusion partielle de cette dernière, réalisant ainsi la continuité métallurgique entre les deux pièces.



Figure 2.13 : Epée en bronze (L : 49,5 cm), n°lg 4146a, première moitié du II^e s. av. J.C., museum für Vor- und Frühgeschichte, Berlin. La poignée a été rapportée par coulée secondaire. Cette dernière a visiblement provoqué la fusion partielle de la partie de la soie qui était en contact [Hermann 1985].

Pour l'élaboration des grandes statues en bronze antiques, on a eu également recours a des assemblages par coulée secondaire [Bol 1978]. En effet, malgré une remarquable maîtrise du procédé indirect de fonte à la cire perdue, les fondeurs antiques ne concevaient pas de grandes statues de bronze en une seule coulée (cf chap. 1). Ces statues étaient donc d'abord fondues en plusieurs parties (« Stückungstechnik » [Zimmer 2011]) avant d'être assemblées de manière à constituer l'objet dans

son intégrité. Dans ce cas précis, d'après les descriptions de différents auteurs, il semble que la création d'une soudure ait été spécifiquement recherchée. Le procédé est en effet nommé *flow welding* (« soudage à la poche »)[Steinberg 1973 p 104], *saldatura per <u>colata</u> ou <u>per colaggio</u> (« soudure par coulée »)[Formigli 1984 p 123, et 1999 (b) p 317], <u>Gussverbindung</u> (« assemblage par coulée »)[Janietz Schwarz 1996 p 80], « Verschweissen[...] mit flüssiger bronze »[Bol 1978, p 84] ou encore <i>soudure* [Rever 1827 p 7] et *soudure au bronze liquide* [Mille 2007 p 95], en référence à la technique qui consiste à <u>couler</u> du bronze en fusion (coulée secondaire d'assemblage) entre les pièces à joindre (coulée primaire), préalablement obtenues via le procédé indirect de fonte en creux à la cire perdue. Même si la période ainsi que l'aire géographique considérées sont assez larges pour qu'il y ait eu des évolutions et une certaine variabilité, cette pratique semble avoir perduré depuis la deuxième moitié du VI^e siècle avant J.C. jusqu'au V^e ou VI^e siècle après J.C [Mille et *al* 2012].

4.2. La technique d'assemblage de la grande statuaire antique en bronze : un procédé de soudage?

Parcourir la littérature en se focalisant sur ce sujet en particulier, c'est aussi se rendre compte à quel point il pose problème. Si le principe du « joint coulé » ou « coulée secondaire d'assemblage » est reconnu par tous, sa mise en œuvre ainsi que les mécanismes qu'il implique restent trop peu souvent décrits et variables d'un auteur à l'autre. En outre, ces incertitudes sont d'autant plus grandes qu'à ce jour, aucun atelier bronzier mis au jour n'a révélé de traces évidentes de ce procédé et que les sources écrites connues, si elles font référence à la coulée des statues en plusieurs pièces, ne décrivent pas explicitement leur processus d'assemblage [Mattusch 1988]. Seule la coupe de Berlin (cf figure 1.1 du chap. 1) témoigne de la fabrication en plusieurs pièces des statues sans pour autant fournir des éléments d'interprétation plus précis sur la (les) technique(s) d'assemblage employée(s). Les statues elles-mêmes sont donc clairement la meilleure source d'information. Compte-tenu des définitions présentées en première partie de ce chapitre, nous pouvons déjà établir que le procédé antique se classe dans la catégorie de ceux qui impliquent l'utilisation d'un métal d'apport.

4.2.1. Quelles définitions pour quel procédé?

Force est de constater que dans la littérature, les deux techniques relatives au soudage en phase liquide sont mentionnées : le soudage par fusion et le brasage. Si certains auteurs montrent une

cohérence entre le vocabulaire qu'ils emploient et les observations qu'ils font [Steinberg 1973, Janietz Schwartz 1996, Mille 2007], d'autres effleurent le sujet et adoptent une terminologie relative aux procédés de soudage sans rigoureusement la justifier [Bol 1978, Mattusch 1988, Heilmeyer 1996]. Mais de manière générale, deux grandes tendances se dégagent : la technique d'assemblage des grands bronzes antiques correspondrait soit à un procédé de brasage fort, soit à un procédé de soudage par fusion.

Rappelons ici que les définitions de ces deux procédés se basent sur deux points essentiels (cf paragraphe précédent):

- d'une part dans la nature du métal d'apport : sa température de fusion est-elle inférieure (brasage) ou équivalente (soudage) à celle du métal de base ?

- d'autre part dans le mécanisme impliqué, c'est-à-dire qu'il s'agit de savoir si l'assemblage est provoqué par la fusion partielle du métal de base (soudage) ou par l'action des forces capillaires et de la diffusion (brasage).

4.2.1.1. La nature du métal d'apport

Il existe un intérêt certain pour la composition élémentaire des alliages employés lors de la fabrication des grands bronzes et de très nombreuses analyses ont été effectuées. Néanmoins les résultats des analyses se limitent généralement à un ou deux points par objet ; qui plus est, il s'agit plus généralement d'une coulée primaire, et les coulées secondaires ne sont pas documentées [Craddock 1977, Mattusch 1996 et 2005]. Compte tenu du nombre de coulées (primaires et secondaires) qu'un fondeur est amené à réaliser (cf chap. 1), une documentation analytique s'impose. C'est en s'intéressant plutôt à des études monographiques que l'on peut accéder aux compositions à la fois des coulées primaires (métaux de base) et des coulées secondaires (métaux d'assemblage et de réparation) d'une même statue [Formigli 1984, Janietz Schwartz 1996 et 2000]. Mais ce sont les études conduites selon la méthodologie développée par Mille [Bouquillon et al 2006, Caumont et al 2006, Mille 2007, Darblade-Audoin et Mille B 2008, Mille B. et Robcis 2009, Mille et al 2012, Mille et Azéma 2012] qui se révèlent à l'heure actuelle les plus complètes puisque elles documentent systématiquement les métaux de chaque pièce et de chaque assemblage (dans la mesure où le prélèvement a été possible). L'importance de ces analyses se révèle en particulier dans l'identification des étapes de la chaîne opératoire de fabrication de l'objet concerné. Seules les personnes qui se sont intéressées de près au sujet (documentation systématique de toutes les coulées des statues mais surtout mise en place d'essais expérimentaux en laboratoire) (cf chap. 3) [Steinberg 1973, Zwickler 1993, Formigli 1999 (b), Azéma et Mille 2010, Zimmer et al 2011, Lehner et Rossman in Peltz et Schalles 2011] se sont le plus penchées sur la question de l'alliage du métal d'apport. Steinberg [Steinberg 1973], le premier, précise qu'il s'agit d'un bronze de composition proche (« similar ») de celui des pièces qu'il assemble dans la définition générale qu'il donne du procédé [Steinberg 1973]. Les études technologiques que nous avons réalisées au chapitre 1 nous permettent de confirmer cette tendance (sauf dans le cas particulier des bronzes d'applique), que nous justifions pour des raisons d'homogénéité (couleur et comportement des matériaux). De plus, des compositions chimiques proches impliquent des températures de fusion (*liquidus* pour un alliage) voisines pour les métaux de base et d'apport. Mais voisines à quel point ? En effet, selon la définition, un procédé de brasage fort implique un métal d'apport dont la température de fusion au minimum de 450°C, mais quelle est la température à ne pas dépasser si l'on ne veut pas que le métal de base fonde. Finalement, le raisonnement en termes de composition élémentaire des alliages est insuffisant pour espérer caractériser pleinement la nature des propriétés du métal d'apport par rapport à celles du métal de base. C'est pourquoi, il est nécessaire de raisonner plutôt en termes thermiques, ce que nous ferons au paragraphe 5.2 de ce présent chapitre.

4.2.1.2. La nature du mécanisme de création de la liaison

Le concept de fusion partielle des deux pièces à joindre est mentionné chez la majorité des auteurs. Steinberg décrit le premier le « flow welding » comme une sorte de soudage par fusion (« …a kind of fusion welding… ») parce qu'il provoque la fusion partielle du métal de base (« …in order to bring about a fusion between them (the parts)…), [Steinberg 1973]. Ce point de vue est également partagé par Janietz Schwarz (« …intentionierte Schmelzschweissverbindung… ») [Janietz Schwartz 1996] et Lie (« The degree of metallurgical fusion,…) [Lie in Mattusch 1996], mais aussi par Mille (« …provoquée la fusion superficielle du bord des pièces à souder… ») [Mille 2007]. Les arguments en faveur d'un mécanisme de soudage par fusion sont parfois illustrés par des coupes métallographiques d'assemblages antiques [Steinberg 1973, Janietz Schwartz 1996, Caumont et *al* 2006, Mille 2007]. Mais l'interprétation des microstructures et l'identification des zones typiques d'un joint soudé sont rarement approfondies.

En parallèle, certains auteurs eurent plutôt recours au vocabulaire du brasage pour caractériser le procédé d'assemblage des grands bronzes antiques. C'est le cas par exemple de Gettens [Gettens 1965] et Mattusch [Mattusch 1994] lorsqu'ils emploient « hard soldering » ou d'Heilmeyer avec « die Lötung » [Heilmeyer 1996]. Mais le mécanisme qui intervient n'est pas explicité. Précisons ici que le terme « hard soldering » (« *brasage tendre dur* ») correspond en fait à une ancienne dénomination du mot « brazing » (brasage fort).

De son côté, Formigli, s'il emploie toujours le mot « saldature » (équivalant à « soudure » en français), assimile la « saldatura per colata » à du brasage fort « brasatura forte » (« La saldatura metallurgica, cioè la cosidetta brasatura forte del bronzo con bronzo ») [Formigli 1999 (a)], alors que le mécanisme qu'il décrit lors de son étude des bronzes de Riace se rapprocherait plutôt d'un procédé de soudage par fusion («... una fusione locale tra metallo colato...»)[Formigli 1984].

4.2.1.3. La (Les) source(s) de chaleur

Nous avons vu en première partie de ce chapitre qu'un procédé de soudage ou de brasage est également défini par la source de chaleur employée (soudage à l'arc électrique, brasage au chalumeau...). Or dans la littérature relative aux techniques d'assemblages employées sur les grands bronzes antiques, elle n'est clairement jamais mentionnée. Pourtant, elle existe forcément puisqu'il est notamment question de la fusion des bords des pièces à joindre [Steinberg 1973, Mille 2007, Janietz Schwartz 1996, Lie in Mattusch 1996].

On en déduit en fait qu'il ne peut s'agir que du métal d'apport lui-même car, selon Steinberg, **«molten** (filler) bronze [...] was poured on the parts to be joined in order to bring about a fusion between them » [Steinberg 1973, p 104], d'après Mille «en versant du bronze liquide [...], ce qui a provoqué la fusion superficielle des bords à assembler » [Mille 2007, p 95]. De plus, Lie relie le degré de fusion obtenu à la température et à la nature du métal d'apport (« The degree of metallurgical fusion [...] is determined by the heat achieved during the pour and by the alloy of the bronze used for the flow welds) [Lie in Mattusch 2005 p 135].

Finalement le métal de coulée secondaire jouerait à la fois le rôle de métal d'apport et de source de chaleur principale. Or, les premiers essais en laboratoire [Steinberg 1973, Zwickler 1993, Formigli 1999 (b), Azéma et Mille 2010] ont particulièrement montré la difficulté d'aboutir à la création d'une liaison métallurgique en versant simplement du bronze liquide sur les pièces à joindre (cf chap. 3). Ainsi, soulève-t-on ici un point délicat de la mise en œuvre du procédé d'assemblage antique.

4.2.1.4. La préparation au soudage

La disposition des pièces à assembler ainsi que le type de joint à réaliser influent aussi sur la mise en œuvre d'un procédé de soudage ou de brasage : quantité de chaleur à fournir, volume de métal d'apport.... Si l'existence des joints d'une statue est en général signalée, rares sont les études technologiques qui les localisent de telle sorte qu'on puisse en détailler le plan de coulée [Formigli 1984, Heilmeyer 1996, Lehner et Rossman in Peltz et Schalles 2011, Mille et *al* 2012]. Encore plus rare

sont celles au cours desquelles il y eu une observation suffisamment poussée pour qu'une description de leur forme dans les trois dimensions de l'espace puisse être donnée. Steinberg [Steinberg 1973] fut le premier à rassembler ses observations pour proposer sous forme schématique six types de joints en fonction de la géométrie des pièces à assembler. (Figure 2.14, à gauche). On y retrouve notamment la préparation « bout-à-bout » qui est nommée « en cordon » chez Mille [Mille et Robcis 2009, Mille et *al* 2012].



Figure 2.14 : les différents types de joints proposés par Steinberg, à gauche [Steinberg 1973] et par Bol [Bol 1978 et 1985].

Bol [Bol 1978 et 1985] proposa également plusieurs configurations des pièces à joindre (Figure 2.14, à droite). Ensuite, Formigli identifia sur les deux guerriers de Riace [Formigli 1984] un type de préparation au soudage particulièrement caractéristique des périodes grecque et romaine. Cette préparation est dite « en cuvettes » (en italien « vaschette ») : les bords juxtaposés des deux pièces à joindre sont creusés à mi-épaisseur en vis-à-vis pour former une série de cuvettes (Figure 2.15). Leur rôle serait d'augmenter la surface de contact entre le métal d'apport et le métal de base.



Figure 2.15 : Préparation au soudage d'un assemblage en cuvettes [Formigli 1984, fig. 24, p125].

Un autre type de préparation a été mis en évidence pour l'assemblage des têtes sur le corps [Lehner et Rossman in Peltz et Schalles 2011, Mille et *al* 2012] : des plateformes sont aménagées de manière à augmenter la surface de contact entre les deux pièces à joindre (Figure 2.16).



Figure 2.16 : Préparation au soudage d'un assemblage en plateforme [Mille et *al* 2012], statue d'Eros (h : 0,63 m), 1^{er} siècle av. J.-C., n°inv. 2888, musée de l'Éphèbe.

La reconstitution d'une préparation au soudage suppose d'identifier clairement les morphologies externes mais aussi internes des joints, ce qui n'est pas toujours évident comme nous l'avions fait remarqué au chapitre 1. C'est pourquoi, l'existence d'autres types de préparations est à soupçonner. Comme dans le cas de la nature du métal d'apport, les réflexions les plus approfondies dans ce domaine des diverses préparations sur la mise en œuvre du soudage antique proviennent des recherches qui ont procédé à des essais en laboratoire [Zimmer et *al* 2011] (cf chap. 3).

Enfin, nous avons vu qu'en soudage ou brasage, les pièces à joindre étaient généralement préchauffées. Cette procédure n'est presque jamais mentionnée : il est en effet difficile d'en démontrer le recours à partir des études technologiques des statues. Pourtant, encore dans le cadre d'essais en laboratoire, les pièces à joindre sont systématiquement préchauffées sans que l'on en caractérise clairement l'influence sur le procédé de soudage antique.

4.2.1.5. Des traces de l'utilisation d'un « flux » ?

Certaines traces retrouvées dans les soudures nous invitent à soupçonner l'ajout volontaire de substances particulières lors du processus d'assemblage par soudage. Compte- tenu des problèmes qui sont susceptibles de nuire à l'établissement de la liaison métallurgique, il est légitime de penser que les fondeurs antiques aient eu aussi recours à des produits dont la fonction peut être assimilée à celle d'un flux de soudage.

Ainsi, une étude menée sur le pied colossal de Clermont-Ferrand (Figure 2.17) [Darblade-Audoin et Mille 2008] a montré que les coulées secondaires (d'assemblage et de réparation), outre le fait d'avoir été effectuées avec le même alliage, possédaient exactement le même cortège d'impuretés que celui des coulées primaires, sauf à l'exception du phosphore. En effet, une concentration de quelques

centaines de ppm a été mesurée au sein des coulées secondaires, qui laisse supposer qu'une substance particulière, source de phosphore, a été volontairement ajoutée.



Figure 2.17 : les alliages d'apport élaborés pour les coulées secondaires de soudage et de réparure possèdent un cortège d'impuretés identique à celui des coulées primaires à l'exception du phosphore (50 à 300 ppm dans les coulées secondaires), pied colossal de Clermont-Ferrand [Darblade-Audoin et Mille 2008] (L = 0,58 m), 1er s. ap. J.C., musée gallo-romain de Fourvière.

L'examen métallographique d'un prélèvement réalisé sur le bras d'Essegney (Figure 2.18) [Caumont et al 2006] a également révélé une anomalie dans la composition du métal de soudure. Des nodules de cuivre non alliés au sein de la matrice bronze. Ces nodules étaient situés dans une coulée secondaire de réparation. Cela signifie-t-il que du cuivre non allié a été apporté sous la forme de copeaux et que n'ayant pas atteint une température de fusion suffisante, il n'a pas eu le temps de se dissoudre dans la matrice bronze ? Ou bien cela provient-il d'un élément contenant du cuivre (par exemple un sel ou un oxyde de cuivre) et qui se serait transformé en métal sous l'action de la chaleur?



Figure 2.18 : la coupe métallographique du métal de soudure (vue en microscope optique en champ clair) révèle la présence de nodules de cuivre non alliés au sein de la matrice bronze ; Bras fragmentaire d'Essegney, (L = 0,43 m), 1^{er}-3^e s. ap. J.C., musée départemental d'Epinal [Caumont et *al* 2006]

4.2.1.7. Conclusion

En fin de compte le problème est de savoir si les fondeurs antiques cherchaient à obtenir la liaison métallurgique entre les deux pièces, avec fusion (soudage par fusion) ou sans fusion (brasage fort). Ces descriptions de mécanismes, chaque auteur les doit à ses propres observations faites sur leurs objets d'étude. Certains ont d'ailleurs entrepris des essais en laboratoire qui ont particulièrement montré la difficulté de bien réaliser la liaison métallurgique en versant simplement du bronze liquide sur les pièces à joindre (cf chap. 3). Et comme nous l'avons souligné dans le chapitre 1, l'étude des joints antiques n'est pas toujours évidente : dans les cas de figure où nous arrivons à les localiser, il n'est pas toujours possible d'identifier la préparation au soudage dont ils résultent ainsi que de caractériser la nature du mécanisme ayant créé la liaison. Le rôle du métal d'apport n'est pas bien identifié, alors qu'il semble pourtant jouer un rôle majeur dans la réussite d'un assemblage. Il faut donc rassembler les données existantes et pertinentes relevées lors des nombreuses études monographiques de statues et en faire une relecture complète à la lumière des connaissances sur lesquelles se basent les procédés de soudage d'aujourd'hui.

4.2.2. Tableau bilan

Le tableau 2.3 rassemble les descriptions des différents auteurs concernant les procédés d'assemblage de la grande statuaire antique en bronze.

Chapitre 2 : Les assemblages des grands bronzes antiques, un procédé de soudage par fusion ?

	Objet(s)(datation, musée) si spécifié		Thèmes abordés /analyses et examens					
Auteurs/dates		Vocabulaire/description de la technique d'assemblage	Comparaison métal d'apport et métal de base	Examens de coupes métallographiques sur prélèvements d'assemblage	Préparation au soudage	Flux	Essais de soudage en laboratoire	
Rever p 7 1827	Apollon de Lillebonne (II ^e s. ap. J.C., n°inv. Br37, musée du Louvre, Paris)	"[] l'étude des procédés que suivaient les anciens dans l'établissement des statues en bronze, le jet de chaque pièce à part [] les réunir par soudure . Au surplus, pour m'assurer si du cuivre fondu et versé sur deux pièces de pareil métal, mises en approche et tenues froides, pourrait s'y attacher, les réunir et les souder, j'en ai fait l'essai, et cela m'a réussi"					x	
Drescher p 9 <i>1958</i>	Objects de l'Âge du Bronze et de l'Âge du Fer (outils, armes, objets du quotidien)	" [] dass es sich bei dem hier behandelten Überfangguss in der Regel um eine mechanische und nicht um eine metallische Verbindung handelt."	x					
Gettens p 216 <i>1965</i>	Vaisselle d'apparat chinoise en bronze au cours des Trois Dynasties traditionnelles (Xia, Shang, Zhou) (de 2205 à 256 av. J.C., National Gallery of Art, Washington)	"The handles of a Middle Chou dynasty kuei are cast separately and joined to the vessel with hard solder "	x	x				
Steinberg p 104 <i>1973</i>	Ephèbe d'Agde (I ^{er} s. ap. J.C., n°inv. 839, musée du Louvre, Paris) Fragment de drapé masculin (II ^e s. ap. J.C., n°inv. 01.7524, musée des beaux-arts, Boston) Statue fragmentaire d'empereur romain (200-225 ap. J.C., n°inv.01.7524, musée des beaux-arts, Houston) Tête de Chatsworth (460 av. J.C., n°inv. GR 1958.4-18.1, British Museum, Londres) Grande Artemis du Pirée (330 av. J.C., n°inv. 4647, musée du Pirée) Fragment de femme voilée, "Lady from the sea" (300 av. J.C., musée archéologique d'Izmir, Turkey) Arringatore ou l'Orateur (I ^{er} s. av. J.C., musée archéologique, n°inv. CAL-F- 004303.0000, Florence) Ephèbe de Toledo, (Iter s. av.J.Cler s. ap. J.C., n°inv. 1966.126, musée d'art de Toledo, Toledo, Ohio) Athena du Pirée (350 av. J.C., n°inv.4646, musée du Pirée)	"a kind of fusion welding known as flow welding was attempted the main principle involved is that molten (filler) bronze of similar composition to the casting was poured on the parts to be joined in order to bring about a fusion between them, with the molten bronze acting both as filler metal and as heat source"	x	x	x		x	
Bol		"[] das Verschweissen der Bronze [] und entsprechend hat man						
p 84 <i>1978</i>	Fragments de grands bronzes datés de l'Antiquité classique retrouvés à Olympie (Grèce).	sich damit begnügt die Fugen einfach mit flüssiger Bronze zu übergiessen"			х			
p 137 <i>1985</i>	Grandes statues en bronze de l'Antiquité classique.	"Die Method erinnert letzlich an den traditionellen Uberfangguss. Die beiden Teile wurden provisorisch miteinander verbunden und die Fuge dann mit Wachs ausgespachtelt. Dieses Wachs hüllte man Formerde, schmolz es aus und goss in der Hohlraum flüssige Bronze."			х			
Craddock p 111 et p 113 <i>1977</i>	Tête de l'Apollon Chatsworth (V ^e s. av. J.C., n°inv. 1958.4-18.1, British Museum, Londres) Statues Grecques, Etrusques et Romaines de l'Antiquité	"[] and cast separately by the lost wax process and hard soldered to the completed bronze head []" "[]there were metallurgical joins in witch either the sections were soldered together with a metal alloy of lower melting point, or fusion welding was achieved by pouring superheated metal of the same composition onto the join and thus supplying sufficient heat to the edges of the join to melt them."	х					
Formigli	Guerriers A et B de Riace (guerrier A, 460 av. J.C. ; guerrier B, 430 av. J.C.	"saldatura per colaggio [] Si ottiene in questo modo una fusione						
p 123 <i>1984</i>	musée national archéologique de Reggio de Calabre, Italie)	locale tra metallo colato ed una piccola zona superficiale del bronzi da congiungere"	×		x			
p 83 1999(a)	Les grandes statues de bronze de l'antiquité classique dont : Poséidon du Cap Artemision (460 av. J.C, n°inv. 15161 musée national	"La saldatura metallurgica, cioè la cosiddetta brasatura forte del bronzo con bronzo"	х					
p 317-318 <i>1999(b)</i>	d'Athènes) Statue équestre de Marc Aurèle (161-180 ap. J.C, n'inv. MC 3247, Palais des Conservateurs, musées du Capitole, Rome) Tête colossale de Constantin (IVe s. ap. J.C, n'inv. MC 3247, Palais des Conservateurs, musées du Capitole, Rome) Torse masculin (époque romaine, n'inv. 15053, Antiquités Romaines des musées du Vatican) Kouros du Pirée (400-500 av. J.C, n'inv. 4645, musée national d'Athènes)	" saldatura per colata : [] saldature (brasature forti) di bronzo con bronzo"	x					
Zwicker p 141 in Formigli 1993	Grande statuaire en bronze de l'Antiquité classique.	"the junction was done by casting bronze between the two pieces to be joined. The fusion welding []."	х	х		x	x	
Chase p 29 <i>1991</i>	Vaisselle d'apparat en bronze produite pendant les trois dynasties traditionnelles (Xia, Shang, Zhou) (2205 à 256 av. J.C., National Gallery of Art, Washington)	"Pieces could also be added by brazing (running hot bronze between the two parts until fusion was achieved) or by soft soldering , using a molten mixture of lead and tin to wet the two surfaces and hold them togetherupon cooling of the mixture. The temperature required by soft soldering is much lower than that required by brazing or casting on."	х					
Mattusch								
p 230 <i>1975</i>	Les grandes statues de bronze grecques de l'Antiquité classique dont : Tête de l'Apollon Chatsworth (V ^e s. av. J.C., n°inv. 1958.4-18.1, British Museum, Londres)	"these ledges indicate that the neck was once metallurgically joined, that is, welded to the body."						
p 65 <i>1988</i>	A propos de la coupe dite "de la fonderie"(Erzgießerei-Schale) (490-480 av J.C., n° inv. 204340, Antikenmuseen, Berlin	the purpose [] is to melt the bronze needed to hard-solder the pieces of the statues together"						

Chapitre 2 : Les assemblages des grands bronzes antiques, un procédé de soudage par fusion ?

	Objet (datation, musée)		Thèmes abordés /analyses et examens					
Auteurs/dates		Vocabulaire/description de la technique d'assemblage	Comparaison métal d'apport et métal de base	Examens de coupes métallographiques sur prélèvements d'assemblage	Préparation au soudage	Flux	Essais de soudage en laboratoire	
Mattusch	Les grandes statues de bronze grecques et romaines de l'Antiquité							
p16 1996	classique dont : Poséidon du Cap Artemision (460 av. J.C., n°inv. 15161 musée national d'Athènes) Pugliiste de Rome (III ⁶ -II ⁶ . av. J.C., n°inv. 1055, Palais de Massimo alle Terme, musée national romain) Prince hellénistique (Attale II de Pergame?) (III ⁶ -II ⁶ s. av. J.C. n°inv. 1049, Palais de Massimo alle Terme, musée national romain) Fragment de femme voilée, "Lady from the sea" (300 av. J.C., musée archéologique d'Izmir, Turkey) Athiete (50-80 av. J.C., n°inv. 13396, musée national d'Athènes) Kouros du Pirée (430-500 av. J.C., n°inv. 4645, musée national d'Athènes) Athena du Pirée (350 av. J.C., n°inv. 4645, musée du Pirée) Grande Artemis du Pirée (330 av. J.C., n°inv. 4647, musée du Pirée) Eros endormi (III ⁶ -II ⁶ s. av. J.C., n°inv. 43.11.4, Metropolitan Museum of Art, New-York) Torse d'un éphèbe (II ⁶ s. av. J.C., n°inv. 2:996-43, musée national de Géorgie, Tbilisi, Géorgie)	"After casting the parts of the statue were fitted together, and also soldered , for a metallurgical join ensured a much firmer fit than a mechanical join"	x					
Heilmeyer p 24 <i>1996</i>	L'Ephèbe de Salamine (I ^{er} s. av. J.C., n'inv Sk1., ancien musée, musées de Pergame, Berlin) en comparaison avec : Ephèbe de Antequera (Ier s. ap. J.Cmusée municipal d'Antequera, Espagne) Ephèbe Lychnophore (I ^{er} s. av. J.C., n'inv. 125 348, musée national de Naples) Bacchus du Tibre (n'inv. Nr. 1060, Ier s. av. J.C., musée national des thermes, Rome)	"Die Lötung [] : Die Verlötung geschah, wie seit der Erfindung des griechieschen Bronzegusses üblich, mit einer bronzelegierung, die in die rundum vom Geschlechtansatz leicht steigendbis zur oberen Glutäusspalte vorbereitete Fuge gegeben wurde."						
Lie								
1996 p 168 (in Mattusch)	Grands bronzes antiques des collections nord-américaines (du V [®] s. av. J.C. au 2 ^e s. ap. J.C. dont : Statue de Lucius Verus (III [®] -III [®] s. ap. J.C., n°inv. 267, Collection de Shelby White et de Léon Levy) Artémis au cerf (I [®] - II [®] s. av., n°inv. 53:1, Galerie d'art Albright-Knox, New- York) Ephèbe de Toledo (I [®] s. av.J.C. ^{I[®]} s. ap. J.C., n°inv. 1966.126, musée d'art de Toledo, Toledo, Ohio) Fragment de drapé masculin (IIe s. ap. J.C., n°inv. 01.7524, musée des beaux-arts, Boston) Torse d'un éphèbe (V [®] s. av. J.C., n°inv. 20.194, Metropolitan museum of art, New-York) Ephèbe en mouvement (Ier s. av.J.C., n°inv. 23.71, galerie d'art Walters, Baltimore, USA)	"Clear evidence of flow welding [] involves pouring molten bronze into the juncture between two previously cast components. The degree of metallurgical fusion, and thus the strength of the joins, depends upon the heat achieved during the pour process and upon the alloy of the bronze."	х					
2005 p 135 (in Mattusch)	Bronzes de la Villa des Papyrus d'Herculanum (1er s. av. J.C. musee archéologique de Naples) dont : Deux jeunes athlètes (n°inv. NM 5626 et 5627) Six peplophores (n°inv. NM 5604, 5605, 5619, 5620, 5621, 5603) Hermes asis (n°inv. NM 5825) Deux cerfs (n°inv. NM 4886 et 4888) Porcelet (n° inv. NM 4893) Deux satyres (MN 5624 et 5628)	"The degree of metallurgical fusion, [], is determined by the heat achieved during the pour and by the alloy of the bronze used for the flow welds"						
Janietz Schwarz 1996 p 80	Dépôt de fragments de grands bronzes d'Augusta Raurica (Chevaux I et II, Statues A,B,C et D, Têtes 1 à 5, main droite) (3e s. ap. J.C., Römermuseum, Augst, musee, Suisse)	"Demzufolge liegen in fast allen erhaltenen Gussverbindung intentionierte Schmelzschweissverbindung vor"	х	x	x			
Hemingway p 2004	Jocket de l'Artémision (140 av. J.C., n°inv.15177, musée national d'Athènes)	"One of the most common metallurgical techniques for joining in known as flow weld. []Molten bronze is poured onto the join, into the gaps, and on the edges, creating a metallurgical bond."						
Mille 2006 p 243 (in Bouquillon et al)	Jambe de l'Apollon Chatsworth (V ^e s. av. J.C., n°inv. Br 69, musée du Louvre, Paris)	présence d'un métal d'apport, introduit à l'état liquide pour souder la jambe au torse[]l'alliage de soudure et l'alliage de coulée sont strictement identiques	х		x	x		
2007 p 95	Cheval de Neuvy-en-Sullias (II [°] s. ap. J.C., n°inv. A 6286, Musée historique et archéologique de l'Orléanais, Orléans, France)	"Soudure au bronze liquide [] qui a provoquée la fusion superficielle du bord des pièces à souder"	x	х	x			
2006 p 18 (in Caumont et al)	Bras d'Essegney (fin du I ^{er} sdébut du III ^e s. ap. J.C., sans n°inv., Musée départemental d'Epinal, France)	"Le bras a été assemblé au torse par soudure la frontière entre les deux alliages n'est plus clairement discernable, la fusion localisée du mètal du bras ayant provoqué leur interdiffusion"	х	х	x	x		
2008	Pied colossal de de Clermont-Ferrand (Ier s. ap. J.C., musée gallo-romain de Fourvière.	"[] du bronze liquid e a été coulé sur les deux pièces à joindre [] la soudure a été obtenue par fusion superficielle des pièces à joindre."	x			x		
2012 p 33 (in Mille et al)	Eros d'Agde (I ^{er} s. av., n°inv. 2888, musée de l'éphèbe, Agde, France) Enfant royal d'Agde (I ^{er} s. avI ^{er} s. ap. J.C), musée de l'éphèbe, Agde, France)	"Le procédé [] fait appel au soudage par fusion au bronze liquide"	х	х	x			
2012	Statue Hawtar'athat (fin du VII° s VI° s. av. J.C, n°inv. YM 23206, musée national de Sanaa, Yémen)	"[] the use of a flow fusion welding process"	х		х			
Zimmer p 152	Statuaire grecque en bronze de l'Antiquité	"Die Arbeit nach dem Gussvorgang, das Montieren und Zusammenschweissen der Einzelteile sowie Reinigung der Oberfläche bezeichnen wir zusammenfassend die Kaltacheit "						
p 267 2011	Expérimentations en laboratoire à partir des observations faites sur les bronzes de Riace, et la statue du "garçon en prière" (Betende Knabe) (III" s. av. J.C., Pk 18g., ancien musée, musée de Pergame. Berlín)	"die Schweissverbindung technisch"	х		x		х	
Peltz p 49 2011 (in Peltz et Schalles)	L'Ephèbe de Xanten (II ^e s. ap J.C.,n ^e inv. Sk 4 ,nouveau musée, Berlin)	"Beim Angussschweißen wird eine Bronze schmelze (Schweißguss) in den Nahtbereich der zu verbindenen Werkstücke eingegossen. Dabei schmelzen die Randbereich der Teilguss durch die hohe Eigentemperature des Schweißgutes"	x		x		x	

 Tableau 2.3 : Bilan bibliographique des descriptions des procédés d'assemblage des grands bronzes antiques.

5. Le soudage antique : réinterprétation des données et nouvelles études

A la lumière des connaissances établies des procédés de soudage d'aujourd'hui, notre objectif est de réaliser une description plus claire des soudures antiques. Pour ce faire, nous nous attacherons dans ce chapitre à approfondir les trois principaux aspects du soudage que sont :

- les différentes préparations au soudage identifiées

- la nature de l'alliage d'apport par rapport à celle du métal de base sur la base de considérations thermiques

- la nature du mécanisme de création de la liaison, à partir de l'examen de coupes métallographiques

Nous nous baserons à la fois sur les études technologiques approfondies que nous avons menées sur le corpus d'objets de cette thèse (cf chap. 1), mais aussi sur de simples observations faites directement dans les salles des musées (la salle des bronzes du Louvre en particulier). Enfin, nous approfondirons et réinterpréterons les données de certaines études précédemment publiées afin de tirer le meilleur parti des travaux relatifs à ce sujet.

5.1. La question de la préparation au soudage

La disposition des pièces à assembler ainsi que le type de joint à réaliser dépendent de leur forme d'une part, mais elles influent aussi sur la mise en œuvre du procédé de soudage ainsi que sur la manière de créer la liaison métallurgique. Les soudures des grands bronzes antiques se matérialisent essentiellement sous deux formes dominantes : les soudures en cordon d'une part et les soudures en cuvettes d'autre part.

Les assemblages en cordon se caractérisent par une largeur régulière sur toute la longueur du joint (Figure 2.19, à gauche) : c'est le cas par exemple de la soudure de la tête sur le corps du Gaulois captif d'Arles.

Les assemblages en cuvettes, décrits pour la première fois par Formigli sur les bronzes de Riace [Formigli 1984], se repèrent sous la forme ovale. Un tel joint est généralement constitué par une succession de cuvettes régulièrement espacées, comme nous l'avons constaté sur le Gaulois captif d'Arles (Figure 2.19, à droite).



Figure 2.19 : à gauche, soudure en cordon entre la tête (©C2RMF, D. Bagault) et le corps ; à droite, soudure en cuvettes de la jambe droite sur le la partie supérieure de la cuisse droite. Le Gaulois captif d'Arles, (h : 0,63 m), 1er s. av. J.C., n°inv. Rho.2007.06.1962, MDAA.

Ce constat résulte d'observations faites depuis la surface externe des statues : elles ne fournissent donc qu'une vision partielle de la forme de la soudure. Or, en soudage, il existe plusieurs possibilités de configuration des pièces à joindre, qui dépendent également du profil interne.

5.1.1. Soudures en cordon

5.1.1.1. Cas des soudures en cordon traversant

Les soudures en cordons traversants se repèrent facilement si l'on a accès à la paroi interne de l'objet. C'est le cas de l'assemblage de la tête sur le corps du Gaulois captif (Figure 2.20, à gauche) que l'on observe par endoscopie [Mille et Robcis 2009]. La soudure de l'enfant royal d'Agde [Mille 2012] se présente sous la même forme. Les cordons traversants sont également observés sur des plus grands bronzes comme par exemple au milieu du pied droit du Guerrier A de Riace (Figure 2.20, à droite) ou encore sur la statue de Poséidon du cap Artémision (H = 2,1 m, 460 av. J.C., n°inv.15161, musée archéologique national d'Athènes, Grèce).


Figures 2.20 : à gauche, vue de la paroi interne de la soudure de la tête sur le corps du Gaulois captif d'Arles (h : 0,63 m), 1er s. av. J.C., n°inv. Rho.2007.06.1962, MDAA (image endoscopique issue de [Mille et Robcis 2009], à droite, vue de la paroi interne de la soudure de l'avant du pied sur le reste de la jambe du Guerrier A de Riace (h = 1,98 m), 460 av. J.C., musée national de Reggio de Calabre (Italie) (photographie issue de [Formigli 1984]).

Une identification d'assemblage assez proche avait été proposée lors de l'étude de la jambe d'Apollon Chatsworth [Bouquillon et al] (Figure 2.21).



Figure 2.21 : à gauche, jambe attribuée à la statue d'Apollon Chatsworth (H : 1,07 m), Br 69, première moitié du V^e s. av. J.C., musée du Louvre, AGER ©Musée du Louvre ; au milieu, partie supérieure : détail du ressaut. La flèche blanche désigne le seul emplacement où l'on puisse apercevoir une portion du bord originel de la jambe, tel qu'il a été préparé pour recevoir le métal de soudure ©Musée du Louvre, D. Lebée ; à droite, proposition de restitution de l'assemblage de la jambe sur le corps aujourd'hui disparu [Bouquillon et *al* 2006].

5.1.1.2. Cas des soudures en cordon non traversant ?

Ce type de soudure en cordon, même s'il n'a pu encore être observé à l'œil nu, est fortement suspecté à la suite des examens radiographiques. Prenons le cas des assemblages entre la jambe et le corps sur les statues d'Eros (groupe d'Eros et Psyché du musée du Louvre) et de l'Apollon d'Evreux (Figure 2.22). Remarquons avant tout que les pièces jointes ont d'abord dû être disposées bord à bord comme en témoignent leurs limites respectives accolées l'une à l'autre. Ensuite, si ces images donnent l'impression que la soudure n'est pas effective sur toute la longueur du joint, il est important de préciser que d'un point de vue extérieur, la continuité de la matière est parfaitement exécutée puisqu'il est impossible de distinguer à l'œil nu la rupture entre les deux pièces (regarder en particulier dans la zone encadrée en jaune). On pourrait expliquer cette observation par le fait que du métal de soudure a été versé sur les deux pièces à joindre, mais qu'il n'a pas provoqué la fusion de leur bord sur toute l'épaisseur des parois (uniquement la surface externe). Notons également que quelques épanchements de métal de soudure sur la surface interne témoignent de l'existence de fuites.



Figure 2.22 : à gauche, radiographie de l'assemblage de la jambe droite (non portante) sur le corps de la statue d'Eros du groupe d'Eros et Psyché (H : 72,5 cm), n°inv. Br 4105, époque romaine, département des AGER, musée du Louvre ; à gauche ©C2RMF, T. Borel ; à droite, radiographie de l'assemblage de la jambe gauche (non portante) sur le corps de la statue d'Apollon du Vieil-Evreux (h : 0,69 m), 2^e s. ap. J.C., n°inv. 5405, musée d'Evreux (cf chap. 1), ©C2RMF, T. Borel

Enfin, même s'il n'est actuellement pas possible le démontrer précisément pour ces cordons de soudure, le recours à cette préparation particulière décrite par Formigli pour les cuvettes (voir-ci après) qui consiste à creuser à mi-épaisseur les parois des pièces à joindre de manière à former un canal, pourrait être envisageable, tout comme une préparation en chanfrein (Figure 2.23). En effet, cette méthode permet d'une part de contrôler la circulation du métal de soudage apporté sous forme liquide et d'autre part de faciliter le travail de reprise de la paroi externe en limitant les

surépaisseurs. Les soudures observées sur les radiographies présentées ci-dessus peuvent très bien résulter de ce type de préparation au soudage.



Figure 2.23: proposition d'aménagement des pièces pour la préparation au soudage en cordon non traversant (vue transversale) : à gauche en chanfrein ; à droite, en bords droits.

5.1.2. Soudures en cuvettes

5.1.2.1 Soudures en cuvettes non traversantes

Rappelons que ce type de soudure a été identifié pour la première fois par Formigli [Formigli 1984] sur les bronzes de Riace (Fig. 2.24).



Figure 2.24 : Préparation au soudage d'un assemblage en cuvette [Formigli 1984, fig. 24, p 125].

Nous n'avons pas identifié ce type de préparation sur les objets constituant le corpus de ces travaux (cf chap. 1), qui semble être une variante moins fréquente que la soudure en cuvettes traversantes. Cette préparation a également a également été repérée sur l'Enfant Royal d'Agde [Mille 2012].

5.1.2.2 Soudures en cuvettes traversantes : mise en évidence par ultrasons sur le Gaulois captif d'Arles

L'existence du modèle traversant des cuvettes de soudure était déjà soupçonnée comme on peut le constater sur la coupe métallographique du cheval de Neuvy-en Sullias [Mille 2007]. Cependant, nous l'avons déjà souligné, sa confirmation nécessite d'avoir accès au profil de la paroi interne, ce qui est le plus souvent impossible (il n'est pas fréquent de réussir à glisser l'endoscope dans une statue comblée par le noyau, les armatures, les matériaux de restauration....). Si radiographies et tomographies sont à ce jour les méthodes les plus satisfaisantes pour y accéder, elles nécessitent le déplacement des objets du musée vers le laboratoire ou bien le recours à du matériel portable dont la mise en œuvre peut s'avérer complexe en termes de sécurité des personnes dans l'environnement d'un musée. Ensuite, si on se focalise sur le cas particulier de l'étude des assemblages, elles ne permettent pas toujours de caractériser avec précision la zone de soudure.

La mise en œuvre d'analyses par ultrasons est apparue comme une approche intéressante, à la fois globale et locale des joints soudés. C'est dans le cadre de l'exposition « Arles, les fouilles du Rhône, un fleuve pour mémoire » organisée par le Musée Départemental Arles Antique et le musée du Louvre, et grâce à un partenariat entre le C2RMF et l'Institut de soudure, qu'une telle étude a pu être conduite sur la statue du Gaulois captif. Cette étude (cf annexe n°07) fait l'objet d'une publication dans la revue Welding In the world [Azéma et *al* soumis et accepté en 2012] et dans la revue Soudage et Techniques connexes [Azéma et *al* 2012 (b)].

Les zones de soudure de la statue du Gaulois captif sont pour la plupart visibles à l'œil nu. Ainsi, l'objectif des examens par ultrasons (cf annexe n°07 pour une description de cette technique d'examen) n'était-il pas de les localiser, mais plutôt d'en donner une caractérisation morphologique en trois dimensions par combinaison des différentes séquences scannées.

Un premier examen a été réalisé dans la zone d'une cuvette de soudure située à l'arrière de la cuisse droite (Figure 2.25, à gauche).



Figure 2.25: C-Scan (cartographie) représentant les variations d'épaisseur de la paroi de bronze au niveau de la jonction jambe droite-partie supérieure de la cuisse droite du Gaulois captif, ©Institut de Soudure/C2RMF.

Le balayage ultrasonore de l'ensemble de cette zone résulte de la fusion de bandes parallèles scannées successivement. L'axe de l'encodeur était orienté selon la direction principale de la cuisse. Le C-scan obtenu représente les variations d'épaisseur de la surface balayée (Figure 2.25 à droite). Deux zones majeures sont identifiables :

- une zone homogène (couleur verte) dont l'épaisseur varie entre 6 et 8 mm ; elle correspond au métal de base (coulée primaire), c'est-à-dire le corps et la jambe pour les parties respectivement supérieure et inférieure.

 - une zone dont la couleur varie de l'orange (épaisseur de 10 mm sur une surface de 30x15 mm²) au rouge (épaisseur de 14 mm sur une surface d'environ 25x15 mm²) correspond à la soudure (coulée secondaire d'assemblage).

Les résultats de ces examens peuvent aussi être présentés sous forme de coupes transversales et longitudinales qui permettent de visualiser avec précision le profil de la soudure (Figure 2.26). Cet examen, en plus de confirmer la présence d'une surépaisseur de la paroi interne au niveau des zones soudées (cf tomographie chap. 1), fournit une morphologie précise dans les trois dimensions de l'espace.

Nous pouvons en déduire que les deux pièces à assembler étaient positionnées côte à côte tout en maintenant un espace vacant entre elles, ponctué d'élargissements ovales (cuvettes), destinés à recevoir le métal de soudure (Figure 2.27). Un système de réfractaire devait être mis en place pour éviter les fuites de métal à l'intérieur de la statue. Si on la compare au soudage moderne, cette technique est assimilable au soudage sur latte, cette dernière ayant pour fonction de canaliser le bain de soudure.



Figure 2.26 : Profilométrie d'une cuvette (coupe longitudinale en haut à droite, coupe transversale en bas à droite) ©Institut de Soudure/C2RMF.



Figure 2.27 : Reconstitution schématique de la préparation au soudage mise en œuvre sur la statue du Gaulois captif d'Arles. A droite, deux cuvettes successives sont représentées.

5.1.2.3. Les cuvettes sont-elles reliées entre elles ?

i. Des cuvettes communicantes : mise en évidence par ultrasons sur le Gaulois captif d'Arles

Dans le cadre d'un second examen par ultrasons du Gaulois captif d'Arles, des balayages électroniques sectoriels (ondes de cisaillement de 40 à 65°) (système P2) ont été réalisés au niveau la zone soudée à l'avant de la cuisse droite (Figure 2.28) :

- sur une cuvette de soudure : l'écho est renvoyé au niveau d'une épaisseur de 10 mm
- sur l'espace entre deux cuvettes de soudure : aucun écho n'est enregistré.



Figure 2.28: Balayage sectoriel de l'avant de la cuisse droite du Gaulois captif ©Institut de Soudure/C2RMF.

Pourtant, étant donné qu'il existe forcément une limite entre les deux pièces, la seule explication est que les cuvettes sont connectées les unes aux autres par un canal à travers lequel le métal d'apport peut circuler lors du soudage. Il doit donc exister un fin cordon de soudure entre deux cuvettes consécutives, dont l'épaisseur interne approxime celle des parois des pièces jointes. L'absence d'écho peut ici être expliquée par le fait qu'aucun défaut n'a pu être enregistré lors de l'analyse. Au vu de simples examens visuels, ce type de préparation est fortement soupçonné sur les statues du « Putto » Carrara (Figure 2.29, au milieu), et de l'Ephèbe d'Agde (Figure 2.29, à droite) par exemple.



Figure 2.29 : à gauche, assemblage en cuvettes successives de la jambe droite sur la partie supérieure de la cuisse droite du Gaulois captif (1^{er} siècle A.D), n°inv. RHO.2007.06.1962, MDAA, ©C2RMF; au milieu, assemblage en cuvettes successives de la jambe droite sur le corps du « Putto », n°inv. 12108 (H : 32,7 cm), 1^e moitié du lle s. avant J.C., Musée du Vatican ; à droite, assemblage en cuvettes successives du bras droit sur le corps de l' Ephèbe d'Agde (140 cm), n°inv. 839, 1^{er} s. ap. J.C., musée de l'Ephèbe, Agde ©C2RMF, A. Chauvet, ©C2RMF, D. Bagault.

Dans chacun de ces exemples, les deux cuvettes successives sont être reliées par un cordon.

ii. Des cuvettes non communicantes : mise en évidence sur le fragment XX de statue monumentale du dépôt du Vieil-Evreux

Cette technique se caractérise par des cuvettes isolées. C'est-à-dire que les deux pièces jointes ne sont réellement soudées que par point. Entre ces points, on peut observer un ajustage bord à bord, mais les pièces ne sont pas assemblées (Figure 2.30).



Figure 2.30 : Les pièces 1 et 2 sont assemblées par soudure en cuvette (en rouge) sur la moitié de leur zone de jonction. L'autre moitié non soudée (ligne noire) est révélée par la disparition d'une des deux plaquettes de réparure (en vert) qui la masquaient. Fragment issu d'une statue équestre monumentale (L : 13 cm), C2RMF 69362, 1^{er} s. ap. J. C., musée d'Evreux, Evreux.

La morphologie aléatoire du fragment laisse supposer que les deux pièces dont il est issu étaient plus grandes. Leur zone de jonction devait donc être plus longue et comporter d'autres cuvettes espacées les unes des autres, à la manière des assemblages observables sur la statue de Septime Sévère présentée dans l'article de Steinberg [Steinberg 1973] (Figure 2.31, à gauche), sur la tête de la statue colossale de Constantin [Formigli 1999 (a)] (Figure 2.31, à droite), la statue équestre de Marc-Aurèle du Palais des Conservateurs (musées du Capitole, Rome) [Janietz Schwarz 1996], mais aussi sur l'Hermès assis de la Villa des Papyrus [Mattusch et Lie 2005]...



Figure 2.31 : à gauche, vue de la paroi externe d'une probable statue de Septime-Sévère, collection privée [Steinberg 1973] ; à droite, vue de la paroi interne de la tête colossale fragmentaire de Constantin (1,77 m), n°inv. MC1072, IV^e s. ap. J.C. Palais des Conservateurs (musées du Capitole, Rome) [Formigli 1999 (a)]. Entre deux cuvettes de soudure, la jonction des deux pièces jointes, disposées bord à bord, est clairement visible.

iii. Des cuvettes qui se chevauchent

Contrairement à la technique précédente, les cuvettes successives d'une même jonction se chevauchent (Figure 2.32). Ces observations nous invitent à penser que chaque soudure en cuvette a pu être réalisée individuellement, c'est-à-dire que l'assemblage entre les deux pièces concernées se fait en plusieurs coulées.

iv. Schéma bilan sur les cuvettes

Chaque type d'aménagement (Figure 2.33) adopté requière la mise en place d'un système d'alimentation adapté et peut nécessiter la réalisation de l'assemblage des deux pièces en plusieurs coulées (cas des cuvettes non communicantes et se chevauchant).



Figure 2.32 : à gauche, fragment de drapé (polygatus) (H : 152 cm), n°inv. 01.7524, 2^e s. ap. J.C., museum of Fine Art de Boston [à partir de Steinberg 1973]; à droite, soudure en cuvette de la jambe gauche sur le corps de l'Ephèbe d'Agde (140 cm), n°inv. 839, 1^{er} s. ap. J.C., musée de l'Ephèbe, Agde ©C2RMF, D. Bagault. Sur ces deux exemples, la cuvette de gauche chevauche celle de droite.



Figure 2.33 : schéma bilan des différentes préparations au soudage identifiées.

Nous pouvons par exemple proposer un schéma impliquant la préparation au soudage mise en œuvre par les fondeurs antiques lors de l'assemblage des six pièces dont est constituée la statue du Gaulois captif (Figure 2.34): les deux pièces à joindre (métal de base/coulée primaire) sont usinées de manière à former un canal ponctué de cuvettes. Un système de réfractaire devait être placé en dessous de la zone de coulée de manière à prévenir les fuites de métal à l'intérieur de la statue (Figure 2.34, 1). Le métal de soudure (coulée secondaire) est versé en simultané dans chaque cuvette grâce à un système d'alimentation élaboré et circule de l'une à l'autre via le cordon qui les relie (Figure 2.34, 2). Les deux pièces sont assemblées par le procédé de soudage par fusion au bronze liquide (Figure 2.34, 3).



Figure 2.34 : proposition de reconstitution de la mise en œuvre du procédé de soudage par fusion au bronze liquide sur la statue du Gaulois captif.

v. Les cuvettes : accumuler le métal d'apport pour fournir plus de chaleur ?

Plusieurs modes de préparation au soudage ont été mis en évidence ; si ceux-ci semblent particulièrement dépendants de la forme et de la nature des pièces à joindre, les élargissements que nous nommons « cuvettes » sont presque systématiquement observés. Leurs dimensions paraissent parfois un peu démesurées par rapport à celles des pièces qu'elles assemblent. A titre de comparaison, lors d'un procédé de soudage à l'électrode, le diamètre de l'électrode utilisée détermine la largeur du cordon de soudure et doit être inférieur ou équivalent à l'épaisseur des pièces à joindre [ESAB 2006]. Si l'on considère le cas du Gaulois captif, la largeur des cuvettes de soudure de la cuisse droite mesure entre 2,5 et 3 cm pour une épaisseur de pièce située entre 4 et 6 mm en moyenne, ce qui correspond à 6 fois plus que dans le cadre d'un soudage à l'électrode. Il faut considérer cette comparaison à titre indicatif puisqu'elle ne mentionne pas tous les calculs de contraintes relatives aux paramètres structuraux des pièces à joindre, qui conditionnent également le choix des dimensions de la soudure à réaliser. Cependant, il est important de se rappeler que la technique de soudage des grands bronzes antiques implique que le métal d'apport joue également le rôle de la source de chaleur principale qui permet la fusion partielle des bords des pièces à joindre. Aujourd'hui, dans le cas des tuyaux, un chalumeau ou un arc électrique remplirait cette fonction. Or, la fusion du bronze nécessite l'application de températures très élevées. A la lumière de ce constat, la fonction de ces cuvettes se devine assez aisément : outre le fait d'offrir une surface de contact plus importante, elles permettraient de stocker le métal d'apport, comme un réservoir de chaleur. Nous verrons en effet au chapitre 3 que l'apport suffisant d'énergie thermique via le métal d'apport qui conditionne la réussite du soudage, relève d'une prouesse technique que les fondeurs antiques réussirent à accomplir grâce à des « astuces » dont fait probablement partie la méthode de préparation des pièces en cuvettes.

Par ailleurs, l'examen technique du revers des Grands Dauphins de Vienne, fait apparaître en particulier une soudure en cordon de plus de 1 m de long, qui constitue un témoignage supplémentaire de la création volontaire de zones d'accumulation de métal d'apport au cours du soudage (Figure 2.35).



Figure 2.35 : à gauche, image numérique de reconstruction 3D ©Archéotransfert ; à droite, image numérique de reconstruction 3D du revers ©C2RMF, D. Kolin et G. Blaise. Le cordon de soudure (en rouge) de plus de 1 m de long présente une zone d'accumulation de métal (pointillés) reconnaissable par la surépaisseur qu'elle génère, que nous interprétons comme le bassin d'entrée du métal de soudure. Les Grands Dauphins dorés de Vienne (L : 2,18 m), n°inv. R1998.2.43, 2^e s. après J.C., musée municipal de Vienne.

5.1.3. Aménagements de « plateformes de contact »

5.1.3.1. Assemblages des têtes

Dans les cas des statues étudiées qui présentent la découpe où : la limite tête-corps passe au niveau du pli du menton à l'avant, et à la base du cuir chevelu à l'arrière (Figure 2.36 et 2.37), l'existence de plateforme de contact a systématiquement été observée. Les plateformes ont été réalisées directement sur le modèle en cire en repliant les parois vers l'intérieur de la statue. Au moment de l'assemblage, la tête est posée sur le corps.



Figure 2.36 : Apoxyomène de Croatie (H = 1,92 m), Ile s. av. J.C. (?), découverte en 1994 au large de l'île croate Vele Orjule (à proximité de Lošinj), photographies prises au cours de la préparation de l'exposition « L'Apoxyomène de Croatie. Un athlète en bronze » au musée du Louvre, novembre 2012-février 2013. A droite ©Ministère de la Culture croate-Institut de Restauration.

On pourrait assimiler ce type de préparation à celle réalisée pour un joint à recouvrement (cf tableau 2.2). Nous avons eu l'occasion d'observer ce type de préparation aussi bien sur des grands bronzes

(Figure 2.36) que sur des « moyens » bronzes (Figure 2.37) (voir aussi Vénus (H = 0,84 m), n°inv. Br 4430, époque romaine et Eros endormi (H = 0,63 m), n°inv. Br 4388, 2^e s. ap. J.C, département des AGER, musée du Louvre)



Figure 2.37 : à gauche, vue d'ensemble de la sculpture ©C2RMF ; à droite, détail de la jonction tête-corps d'Eros, une fois la tête remontée ; Eros et Psyché, (H : 72,5 cm), n°inv. Br 4105, époque romaine, département des AGER, musée du Louvre. Statues dont l'assemblage de la tête sur le corps a été préparé en « plateformes ».

A cette catégorie de joint semble toujours être associée une ouverture trapézoïdale en haut de la nuque (Figure 2.38 et 2.39) [Mille et *al* 2012], souvent masquée par la chevelure, et dont la fonction très probable était de fournir un accès à l'intérieur de la statue et donc de faciliter le soudage. Le métal d'apport versé sur ces pièces devait circuler par capillarité dans le mince espace entre les deux plateformes qui permettaient d'augmenter considérablement la surface de contact entre les deux pièces. Cependant, force est de constater que les statues correspondantes qui présentaient ce type d'assemblage, ont fréquemment perdu leur tête. Et si cette dernière n'est pas absente, elle est maintenue sur le corps grâce à des restaurations récentes (résine, armatures et vis...). Enfin, dans certains cas, la soudure est effectuée au bronze (Eros d'Agde, Mille et *al* 2012, fig. 2.38), dans d'autres (et qui paraissent nombreux), il s'agit d'une brasure tendre [Apoxyomène de Croatie, Michelucci 2006] Nous ne pouvons donc pas conclure quant à la nature exacte de l'assemblage initialement réalisé par les fondeurs antiques.



Figure 2.38 : Préparation au soudage d'un assemblage en plateforme [Mille et *al* 2012], statue d'Eros (h : 0,63 m), 1^{er} siècle av. J.-C., n°inv. 2888, musée de l'Éphèbe.



Figure 2.39 : à gauche, statue de Vénus ; à droite, ouverture trapézoïdale sur la nuque ayant facilité l'assemblage de la tête sur le corps de Vénus (H : 84 cm), n° inv. Br 4430, époque romaine, Mithraeum de Sidon (Syrie), musée du Louvre, département des AGER ©C2RMF, B. Mille.

5.1.3.2. Assemblages des jambes

D'autres assemblages avec préparation en plateforme sont souvent observés sur les statues debout et dont l'une des jambes est assemblée au niveau de l'entre-jambe (et non au niveau des cuisses comme c'est le cas par exemple pour le Gaulois captif, cf chap. 1). L'existence de cette plateforme se devine à l'œil nu lorsque les jambes sont solidaires à un endroit où elles ne devraient pas l'être (Figure 2.40) et sinon, elles se visualisent bien sur les radiographies et les endoscopies.



Figure 2.40: assemblage de la jambe droite sur le corps de la statue d'Eros du groupe d'Eros et Psyché (H : 72,5 cm), n°inv. Br 4105, époque romaine, département des AGER, musée du Louvre ; à gauche vue de face de l'entre-jambe solidaire ©C2RMF A. Azéma ; à droite, vue de profil en radiographie de la plateforme de contact, délimitée par les tirets rouge, ©C2RMF, T. Borel

Ce type d'aménagement, de taille variable, a également été observé Apollon du Vieil-Evreux (Fig.2.41), mais aussi sur le jeune homme de Salamine [Heimeyer, 1996] ou encore sur Apollon Chatsworth [Bouquillon et *al* 2006].



Figure 2.41: reconstitution de l'assemblage de la jambe gauche (non portante) sur le corps de la statue d'Apollon du Vieil-Evreux (h : 69 cm), 2^e s. ap. J.C., n°inv. 5405, musée d'Evreux ©C2RMF, T. Borel.

5.2. Composition du métal de base et composition du métal d'apport

Comme nous l'avons présenté dans la première partie de ce chapitre, les assemblages par soudage et par brasage impliquant un métal d'apport se définissent selon les trois caractéristiques principales suivantes : le type de source de chaleur, la composition du métal d'apport ou plus précisément sa température de fusion, et la nature de la transformation subie par le métal de base dans la zone d'assemblage. Nous avons mis en évidence que, dans le cas du procédé d'assemblage employé par les fondeurs antiques, la principale source de chaleur était fournie par le métal d'apport lui-même. C'est pourquoi la quantité, ainsi que la température du métal d'apport versé sous forme liquide déterminent la quantité d'énergie calorifique fournie. Cette dernière influence la nature de la liaison métallurgique qui s'établit, suivant le mécanisme (fusion partielle ou non des pièces à joindre) qu'elle induit.

A la lumière des données issues de leurs études de grands bronzes antiques [Steinberg 1973, Formigli 1984, Mille 2007, Mille et *al* 2012], la majorité des auteurs s'accordent sur ce constat : le procédé d'assemblage des grands bronzes antiques implique l'utilisation d'un métal d'apport de composition proche, sinon identique, à celle du métal des pièces à joindre (métal de base). Dans la présente partie, nous proposons de comparer entre eux les différents alliages des métaux constituants les assemblages antiques (coulées primaires et coulées secondaires d'assemblage) qui ont été documentés avec précision.

5.2.1. Construction des graphiques

Au sein de la base HEPHAÏSTOS, parmi les œuvres répertoriées, 334 bénéficient d'une ou plusieurs analyses de composition élémentaire de métal (ce qui représente 980 analyses au total). Cependant, ces dernières documentent majoritairement les coulées primaires (en particulier les pièces principales constitutives des statues) et la localisation des prélèvements manque parfois de précision. Les statues étudiées plus récemment ont en général fait l'objet d'une observation technique approfondie permettant d'établir, avant tout prélèvement, leur *plan de coulée* (cf chap. 1). Ainsi, quand cela a été possible, chaque pièce constitutive de la statue étudiée ainsi que le métal ayant servi à son assemblage ont été analysés.

Les graphiques ci-dessous (Figure 2.41, 2.42, 2.44, 2.45) sont construits à partir des analyses de coulées primaires et de coulées secondaires d'assemblage qui leur sont associées, données issues de

la base HEPHAÏSTOS et des études réalisées dans le cadre des travaux de la présente thèse (les bronzes du Vieil-Evreux, les bronzes d'Arles,...cf chap. 1). Ces données sont projetées sur un diagramme de phase ternaire (Cu-Sn-Pb) [Chattopadhyay et Srikanth 1994] où sont représentés les isothermes de la surface des *liquidii*. Cette confrontation offre de nouvelles perspectives d'interprétation en termes de température des relations entre les coulées primaires et les coulées secondaires associées, les échanges de chaleur apparaissant comme fondamentaux dans le contrôle des procédés de soudage et de brasage.

Deux cas de figure se présentent (Figure 2.41):

- les paires : la coulée primaire (métal de base) et la coulée secondaire d'assemblage (métal d'apport) qui lui permettait d'être fixée sur une autre coulée primaire aujourd'hui disparue. Par exemple le bras d'Essegney, qui est une pièce coulée en un seul jet, présente des restes de métal apporté pour son assemblage sur le corps, ce dernier étant aujourd'hui disparu. Nous disposons donc de l'analyse de la coulée primaire d'une part, et de l'analyse du métal d'apport pour l'assemblage d'autre part.

- les triplets (: deux coulées primaires (métal de base) et la coulée secondaire d'assemblage qui les réunit. Par exemple, pour le cheval de Neuvy-en-Sullias, l'encolure (coulée primaire 1) et le tronc (coulée primaire 2) sont unis par l'intermédiaire d'un joint coulé (coulée secondaire d'assemblage).

Les coulées primaires sont représentées par des ronds tandis que les coulées secondaires d'assemblage sont symbolisées par des carrés (sauf une coulée secondaire pour laquelle nous ne pouvons dire avec certitude s'il s'agit d'un assemblage ou d'une réparation ; elle est représentée par une étoile). Chaque triplet ou doublet a une « couleur » qui lui est propre même s'il s'agit de la même statue (plusieurs zones d'assemblage ont parfois été documentées sur une même statue ; par exemple dans le cas du Gaulois captif, deux assemblages sont répertoriés : la jambe gauche sur le corps et le bras gauche sur le corps).

Les cas sélectionnés respectent impérativement ces conditions. Ne sont pas pris en compte les analyses de prélèvement dont la localisation n'est pas suffisamment précise et les analyses publiées résultant d'une moyenne faite sur plusieurs coulées primaires et/ou secondaires.

Un tableau bilan regroupant ces données est disponible en annexe n°06. Au total, 36 zones d'assemblage sont représentées pour 21 objets.



Figure 2.41: construction du graphique sur le diagramme de phase ternaire Cu-Pb-Sn ; les coulées primaires sont représentées par des cercles tandis que les coulées secondaires qui les assemblent sont représentées par des carrés ; exemple pour un triplet et un doublet ; les lignes bleues correspondent aux isothermes *liquidus*.

5.2.2. Cas général des grands bronzes antiques

5.2.2.1. Graphique



Figure 2.42 : Compositions des alliages des coulées primaires comparées aux compositions des alliages des métaux d'apport correspondant employés dans la fabrication de grands bronzes antiques. Compilation de données issues de la base HEPHAISTOS et des études réalisées dans le cadre de ces travaux de thèse. Un tableau rassemblant les références dont sont issues les données est disponible en annexe n°06

5.2.2.2. Interprétation

Hormis le cas de la vaisselle d'apparat chinoise que l'on a choisi de placer sur le diagramme à titre d'exemple d'assemblage par brasage attesté, les 35 autres assemblages analysés appartiennent à des grands bronzes antiques. Dans un premier temps, nous pouvons confirmer qu'en termes de composition, les coulées secondaires sont généralement très proches de celles des coulées primaires qu'elles joignent (Figure 2.43). La couleur de l'alliage obtenu est donc similaire d'une coulée à l'autre, ce qui permet de donner l'illusion que la statue a été fondue en un seul jet.

Ensuite, selon les considérations thermiques (Figure 2.43), la majorité des assemblages (29) présente un métal d'apport dont la température du *liquidus* est supérieure (la grande majorité) ou équivalente à celles des pièces (métal de base) qu'il joint. Ensuite, seulement 6 comportent un métal d'apport dont la température de *liquidus* est inférieure à celles des coulées primaires associées. Mais remarquons en outre que, malgré cette différence, la température du *liquidus* du métal de base ne dépasse pas de plus de 23°C en moyenne celle du métal de base. Or dans cette zone, l'intervalle de solidification s'étale généralement sur plus de 100°C (sauf si l'on se situe à proximité de la jonction entre les nappes de solidification). Par conséquent, le métal de base est forcément déjà partiellement fondu lorsqu'il est soumis à la température du *liquidus* du métal d'apport [Davis 2001, ASM Ready References 2002].

Compte-tenu des définitions données en début de chapitre, les propriétés des métaux d'apport et de base constatées sur ces assemblages, nous placeraient donc dans les conditions d'un procédé de soudage par fusion.



Figure 2.43 : pour chaque assemblage : comparaison des températures des *liquidii* des coulées primaires avec la température du *liquidus* de la coulée secondaire qui les assemble. Les assemblages ont été classés en abscisses selon la datation de la statue.

5.2.3. Cas particuliers

5.2.3.1. Les appliques dorées

Les appliques sont des ornements muraux réalisés en haut relief. Si elles s'opposent aux statues réalisées en ronde-bosse en termes de géométrie, les techniques mises en œuvre pour leur fabrication permettent de les classer parmi les grands bronzes [Mille et Robcis 2009]. Deux statues antiques de ce type ont été étudiées en France : il s'agit de la Victoire dorée d'Arles (cf chap. 1) et des Grands Dauphins dorés de Vienne. La technique d'assemblage de ces appliques se distingue de celle des autres grands bronzes puisque la composition du métal d'apport est systématiquement beaucoup plus faiblement alliée en étain que les pièces qu'il joint (Figure 2.44). La couleur des assemblages se différencie alors nettement de celle du métal des pièces constituant l'objet. Mais cette contrainte est ici sans objet puisque la surface externe des appliques était ensuite dorée. Remarquons en outre que pour les Grands Dauphins, la teneur en plomb semble régulière d'une coulée secondaire d'assemblage à l'autre, ce qui n'est pas le cas pour la Victoire. Néanmoins, la théorie de l'emploi d'un métal d'apport moins fusible que le métal de base dans le processus d'assemblage par coulée secondaire est ici encore vérifiée pour les deux œuvres, excepté pour l'un des assemblages de la Victoire (corps-pièce sur l'épaule droite). Les choix effectués par les fondeurs sont selon une logique qui n'est pas celle du brasage.



Figure 2.44 : Compositions des alliages des coulées primaires comparées aux compositions des alliages des métaux d'apport correspondant, employés dans la fabrication des grands bronzes antiques. Cas des appliques en bronze doré.

5.2.3.2. Les bronzes du Yémen

Un groupe de grands bronzes antiques découverts en Arabie du Sud (Yémen), couvrant la période du VII^e siècle avant J.C. au III^e siècle après J.C., a récemment fait l'objet d'une étude technologique approfondie [Mille 2012 (a)]. Cette dernière a montré que leur fabrication reposait, comme pour les grands bronzes grecs et romains, sur la maîtrise du procédé indirect de fonte en creux à la cire perdue et d'un procédé d'assemblage par coulée secondaire. Cependant, la mise en œuvre est différente. La virtuosité des fondeurs sudarabigues réside, par exemple, dans la capacité à réaliser des statues dont l'épaisseur des parois est extrêmement fine (trois fois plus fine que pour la statuaire grecque et romaine). En ce qui concerne les procédés d'assemblage, la confrontation entre la composition des coulées primaires et celle des coulées secondaires (Figure 2.45) dévoile que, pour les bronzes yéménites, le métal d'apport, a toujours une composition différente du métal de base et tend à avoir une composition intermédiaire entre les deux pièces qu'il unit. Cependant, du point de vue de la température de liquidus, les différences sont peu marquées. Les coulées secondaires sont d'ailleurs souvent plus fusibles que les coulées primaires qui leur sont associées. Néanmoins, comme nous l'avions fait remarquer ci-dessus, métal de base et métal d'apport sont toujours suffisamment proches pour que, compte-tenu de l'écart entre le solidus et le liquidus, l'on considère que les coulées primaires puissent être portées à fusion au moins partiellement lors de la coulée secondaire d'assemblage. De plus, les examens techniques témoignent de l'emploi d'une grande quantité de métal d'apport, garantissant ainsi une alimentation en énergie calorifique conséquente et visiblement suffisante pour l'établissement de la liaison métallurgique entre les deux pièces à joindre.



Figure 2.45 : Compositions des alliages des coulées primaires comparées aux compositions des alliages des métaux d'apport correspondant, employés dans la fabrication de grands bronzes antiques. Cas des bronzes du Yémen (graphique construit à partir des données issues de Mille 2012).

5.3. Etude métallographique de soudures antiques

L'examen métallographique reste la technique de référence pour la caractérisation approfondie d'une soudure. Mais cette méthode requiert un prélèvement de taille non négligeable puisqu'une zone d'assemblage par soudage ou par brasage sur un grand bronze antique dépasse fréquemment le centimètre (cf chap. 1). Par conséquent, et fort logiquement, ce type d'investigation est rarement envisagé et donc entrepris sur les objets du patrimoine. Il nécessite une réflexion approfondie entre le chercheur et le conservateur sur la portée des informations qui pourraient en résulter et ainsi contribuer à une meilleure connaissance des procédés d'assemblage antiques.

L'objectif de cette partie est de mettre en relation les microstructures du métal observées sur les coupes antiques avec les procédés et les mécanismes spécifiques de soudage ou de brasage dont elles résultent.

5.3.1. Préparation de coupes métallographiques

Lorsqu'un prélèvement macroscopique est permis sur un objet du patrimoine, celui-ci nécessite une longue réflexion préalable à toute intervention. Il doit nécessairement faire suite à une étude complète de l'objet (cf chap. 1). Ainsi la décision d'effectuer un prélèvement ainsi que le choix du lieu d'échantillonnage doivent-ils reposer sur une problématique précise et sur la garantie d'accéder à des informations essentielles.

La coupe est exécutée avec précaution de manière à ne pas endommager le reste de l'objet. Son examen métallographique impose ensuite une préparation rigoureuse et soignée (cf annexe n°09) : l'échantillon est enrobé dans une résine afin de faciliter son appréhension. Il est ensuite poli jusqu'à obtention d'une surface-miroir, condition nécessaire à l'observation de la microstructure. L'attaque chimique permet de révéler les éléments constitutifs de la microstructure (nature des phases, texture, grains...). Une fois la préparation achevée, l'examen métallographique s'effectue par microscope optique et par microscope électronique à balayage (cf annexe n°11).

5.3.2. Etudes de cas

Les examens métallographiques détaillés de deux coupes que nous avons effectuées sont le support principal de notre réflexion. Ces examens sont complétés par une réinterprétation des autres métallographies publiées sur le sujet, que nous avons ici rassemblées et confrontées.

5.3.2.1. Le fragment du Vieil-Evreux



Figure 2.46 : Fragment issu d'une statue équestre monumentale (L_{max} = 0,14 m), 1^{er} s. ap. J. C., musée d'Evreux, Evreux, ©C2RMF, D. Bagault.

i. Localisation du prélèvement

La coupe étudiée ci-dessous a été prélevée sur un fragment de grande statue, probablement monumentale (C2RMF 69362) (Figure 2.46), issu du dépôt de bronze découvert au Vieil-Evreux, et qui a fait l'objet d'une étude approfondie (cf chap. 1 et Azéma et *al* 2012 (a)). Elle est localisée au niveau de la zone d'assemblage entre deux pièces distinctes (Figure 2.47 et 2.48).



Figure 2.47 : localisation de la coupe sur radiographie (©C2RMF, T. Borel), fragment issu d'une statue équestre monumentale (L_{max} = 0,14 m), 1^{er} s. ap. J. C., musée d'Evreux, Evreux.

Ce prélèvement d'une zone de soudure est exceptionnel, non seulement parce que nous connaissons exactement sa localisation, ses dimensions, la composition des alliages impliqués (coulée primaire et coulée secondaire), mais aussi parce qu'il s'agit d'une coupe transversale complète : chacune des zones peut être clairement observée et décrite (Figure 2.49).



Figure 2.48 : à gauche, localisation du prélèvement sur le fragment C2RMF 69362 ; à droite, le prélèvement est une coupe transversale d'une soudure en cuvette ©T. Borel ; fragment issu d'une statue équestre monumentale (Lmax = 0,14 m), 1er s. ap. J. C., musée d'Evreux, Evreux.

<u>2 mm</u> <u>A1 B1 C D B2 A2</u>

ii. Description des différentes zones de la microstructure

Figure 2.49: Localisation des différentes zones, image au microscope optique optique, après attaque chimique au chlorure ferrique ; fragment issu d'une statue équestre monumentale, C2RMF 69362, 1^{er} s. ap. J. C., musée d'Evreux, Evreux.

Le métal de cette coupe possède une microstructure caractéristique d'un alliage brut de coulée. Cependant, différentes microstructures et compositions se distinguent, délimitant des zones bien différenciées et très caractéristiques (Figure 2.49).

- **Zone A1** (Figure 2.50): Il s'agit d'un bronze au plomb (Sn : 8,1 %m, Pb : 28,4 %m). Les nodules de plomb occupent la majorité de l'espace interdendritique et possèdent des tailles très variées (de moins de 5 μ m jusqu'à 80 μ m). La phase eutectoïde (α + δ) est très peu discernable. La

microstructure est formée par des cristaux dendritiques primaires dont la taille (jusqu'à 400 μ m ; espacement des branchements secondaires : 16 μ m environ) laisse supposer un refroidissement lent subi par cette zone.



40Cum

Figure 2.50 : Microstructure de la zone A1 ; à gauche, image en électrons rétrodiffusés ; à droite, vue au microscope optique en champ clair, après attaque chimique au chlorure ferrique ; fragment issu d'une statue équestre monumentale, C2RMF 69362, 1^{er} s. ap. J. C., musée d'Evreux, Evreux.

- **Zone A2** (Figure 2.51): La microstructure (Sn : 6,3 %m, Pb : 20,5 %m) observée est semblable à celle de A1. L'espace interdendritique est occupé par les nodules de plomb, mais aussi par la phase eutectoïde (α + δ). La microstructure est également constituée de cristaux dendritiques primaires (de 500 µm en moyenne ; espacement des branchements secondaires : 13 µm environ).



300µm

Figure 2.51 : Microstructure de la zone A2 ; à gauche, image électronique (MEB) ; à droite, vue au microscope optique en champ clair, après attaque chimique au chlorure ferrique ; fragment issu d'une statue équestre monumentale, C2RMF 69362, 1^{er} s. ap. J. C., musée d'Evreux, Evreux.

Zones B1 et B2 (Figure 2.52): il s'agit respectivement des extrémités des zone A1 et A2, au niveau de leur limite avec les zones C1 et C2. D'une microstructure similaire aux zones A1 et A2, les zones B1 et B2 s'en distinguent néanmoins par la présence de petits cristaux polygonaux (25 μm en moyenne) témoignant de la recristallisation subie par ces zones. Enfin, certains de ces grains comportent des macles mécaniques pouvant être issus d'un écrouissage qui a précédé la recristallisation.



Figure 2.52 : Microstructure de la zone B2 , vue au microscope optique en champ clair après attaque chimique au chlorure ferrique ; fragment issu d'une statue équestre monumentale, C2RMF 69362, 1er s. ap. J. C., musée d'Evreux, Evreux.

- **Zone C1** : Il s'agit également d'un bronze au plomb. L'espace interdendritique est occupé par la phase eutectoïde (α + δ) et par de petits nodules de plomb (10 µm en moyenne) répartis de manière très homogène (Figure 2.53). L'étroitesse des axes dendritiques comparée à celle des zones A1 et A2 révèle un refroidissement plus rapide de la zone B1 (espacement des branchements secondaires : 10 µm environ).

- **Zone C2** : la description de sa microstructure est en tout point identique à celle de la zone C1 (espacement des branchements secondaires : 10 μm environ).



Figure 2.53 : Microstructure de la zone C1 ; à gauche, image en électrons rétrodiffusés ; à droite, vue au microscope optique en champ clair, après attaque chimique au chlorure ferrique ; fragment issu d'une statue équestre monumentale, C2RMF 69362, 1^{er} s. ap. J. C., musée d'Evreux, Evreux.

- **Zone D** (Figure 2.54): elle correspond à un bronze au plomb dont l'espace interdendritique est occupé par la phase eutectoïde ($\alpha + \delta$) et par des nodules de plomb de taille variable (espacement des branchements secondaires : 13 µm environ).



Figure 2.54 : Microstructure de la zone D ; à gauche, image en électron rétrodiffusés ; à droite, vue au microscope optique en champ clair, après attaque chimique au chlorure ferrique ; fragment issu d'une statue équestre monumentale, C2RMF 69362, 1er s. ap. J. C., musée d'Evreux, Evreux.

iii. Interprétation de la zone d'assemblage

La description réalisée au paragraphe précédent permet d'identifier les différentes zones typiquement observées sur une soudure (Figure 2.55).



Figure 2.55 : Identification des différentes zones de soudure, vue au microscope optique en champ clair, après attaque chimique au chlorure ferrique ; fragment issu d'une statue équestre monumentale, C2RMF 69362, 1^{er} s. ap. J. C., musée d'Evreux, Evreux.

- le **Métal de Base** correspond aux zones **A1** et **A2** (ou coulées primaires) que constituent les deux pièces assemblées (A1 et A2 sont respectivement des fractions des pièces 1 et 2), préalablement obtenues par le procédé indirect de fonte à la cire perdue. Leur microstructure ne présente pas de trace notable d'affectation thermique.

- la **Zone Affectée Thermiquement** (ZAT) coïncide avec les zones **B1 et B2**. Il s'agit du métal de base qui a été affecté thermiquement du fait de sa proximité avec la zone de soudure. La chaleur transférée a été suffisante pour le recristalliser partiellement. La présence de macles témoigne certainement d'une préparation mécanique des bords de chaque pièce avant l'assemblage.

- la **Zone Fondue** est constituée par **C1**, **C2 et D** : il s'agit du mélange entre le métal d'apport (coulée secondaire d'assemblage) et le métal de base fondu (coulée primaire). Sa microstructure est plus fine que celle des zones A1, A2, B1, et B2 (métal de base non fondu). La vitesse de solidification du métal a donc été plus rapide lors de l'assemblage que lors du procédé de fonte à la cire perdue. Par ailleurs, deux domaines se distinguent au sein même de la zone fondue : à proximité de la zone de liaison (cf ci-après), la microstructure est extrêmement fine et homogène tandis que lorsqu'on s'en éloigne, apparaissent notamment des nodules de plomb plus larges (Figure 2.56). Ainsi le métal d'apport qui a été en contact direct avec le métal de base a-t-il refroidi encore plus vite qu'au centre du cordon de soudure.



Figure 2.56 : Microstructure de la zone de soudure, vue au microscope optique en champ clair, après attaque chimique au chlorure ferrique ; fragment issu d'une statue équestre monumentale, C2RMF 69362, 1er s. ap. J. C., musée d'Evreux, Evreux.

- les **Zones de Liaison** entre B1-C1 d'une part et B2-C2 d'autre part : il s'agit du secteur d'interpénétration entre le métal de base et le métal d'apport (Figure 2.56). Les grains partiellement fondus à la limite B1/C1 (ou B2/C2) agissent comme des nucleis à partir desquels se connectent et se développent les dendrites du métal d'apport au cours de sa solidification.

Notons enfin que la composition de l'alliage du métal d'apport (Sn : 8,25 %m en moyenne ; Pb : 14,4 %m en moyenne, analyses EDS) est clairement différente de celle des pièces à joindre (pièce 1 : Sn 6,3 %m et Pb : 20,5 %m ; pièce 2 : Sn 8,2 %m et Pb : 28,4%m, analyses par IC-PAES, cf chap. 1). Mais si l'on raisonne en termes thermiques, la température de liquidus du métal de soudure (962°C environ) est équivalente à celle des pièces qu'il assemble (respectivement 960°C et 880°C environ).

Ainsi l'étude métallographique de la coupe réalisée sur le fragment de bronze du Vieil-Evreux démontre-t-elle que la jonction des pièces 1 et 2 résulte du recours à un procédé d'assemblage avec métal d'apport de composition équivalente et provoquant la fusion partielle des bords du métal de base, comme en témoignent les variations de taille des dendrites ainsi que leurs interconnections. En outre, les différentes zones obtenues sont bien spécifiques d'un procédé de **soudage par fusion**.

5.3.3.2. L'Ephèbe d'Agde

i. Localisation du prélèvement



Figure 2.57 : Ephèbe d'Agde (1,40 m), n°inv. 839, 1^{er} s. ap. J.C., musée de l'Ephèbe, Agde ©C2RMF, A. Chauvet

Un fragment de bronze (Figure 2.57) avait été prélevé à l'occasion de l'étude en laboratoire réalisée sur la statue de l'Ephèbe d'Agde (Figure 2.59) en 1965 [Delbourgo 1966, Steinberg 1973]. Sa localisation est malheureusement imprécise, mais il s'agit avec certitude d'un fragment issu de l'une de ces nombreuses auréoles en relief précédemment décrites, et qui correspondent soit à des cuvettes de soudure, soit à la réparure par coulée secondaire de défauts de fonderie (Figures 2.58). Cette coupe a fait l'objet d'une nouvelle préparation et étude métallographique.



Figure 2.58 : à gauche, coulée secondaire d'assemblage (cuvettes de soudure) entre la tête et le corps de l'Ephèbe d'Agde, ©C2RMF, D. Bagault ; à droite, coulées secondaires de réparation sur le corps, au niveau du côté gauche, ©C2RMF, photo prise en 1965, avant restauration [Mille et Azéma 2012] ; Ephèbe d'Agde (1,40 m), n°inv. 839, 1^{er} s. ap. J.C., musée de l'Ephèbe, Agde ©C2RMF, A. Chauvet.

Contrairement à l'échantillon précédemment étudié, nous ne disposons pas d'une coupe «complète » de la zone d'assemblage ou de réparation, mais uniquement de la moitié (Figure 2.59). Cependant, nous pouvons aisément supposer que l'autre moitié est parfaitement semblable, symétriquement par rapport au centre de la coulée secondaire, néanmoins, nous ne pouvons la deuxième coulée primaire.



Figure 2.59 : schéma montrant le repositionnement du prélèvement effectué en 1965 ; il provient de l'une des auréoles en relief (cuvette), et correspond soit à une coulée secondaire de soudure, soit à une coulée secondaire de réparure. La coupe a été effectuée de façon à obtenir une section transversale ; Ephèbe d'Agde (140 cm), n°inv. 839, 1^{er} siècle ap. J.C., musée de l'Ephèbe, Agde ©C2RMF, A. Chauvet.

ii. Interprétation des différentes zones



Figure 2.60 : Identification des différentes zones de soudure, vue au microscope optique en champ clair, après attaque chimique au réactif de Klemm 3. Ephèbe d'Agde (1,40 m), n°inv. 839, 1er s. ap. J.C., musée de l'Ephèbe, Agde ©C2RMF, A. Chauvet.

Malgré l'état avancé de corrosion de l'échantillon, il est possible de caractériser les différentes zones (Figure 2.60). La microstructure générale est bien caractéristique d'un alliage brut de coulée (dendrites de phase α et de phase eutectoïde (α + δ) qui comblent les espaces interdendritiques). Les nodules de plomb de taille diverse sont répartis au sein de cette microstructure.

- le **Métal de Base** (Figure 2.61) correspond à une fraction d'une partie anatomique de la statue obtenue par le procédé indirect de fonte à la cire perdue (coulée primaire). L'espace interdendritique

est occupé par la phase eutectoïde ($\alpha + \delta$) ainsi que les nodules de plomb de taille très variable (jusqu' à 200 µm). La microstructure est formée par des cristaux dendritiques primaires (espacement des branchements secondaires : 20 µm).



Figure 2.61 : Microstructure du métal de base; à gauche, image en électrons rétrodiffusés ; à droite, vue au microscope optique en champ clair, après attaque chimique au réactif de Klemm 3 ; Ephèbe d'Agde (1,40 m), n°inv. 839, 1^{er} s. ap. J.C., musée de l'Ephèbe, Agde ©C2RMF, A. Chauvet.

- la **Zone Affectée Thermiquement** (ZAT) (Figure 2.62): comme pour l'exemple précédent, elle s'identifie par la présence de petits cristaux homogènes polygonaux induits par un phénomène de recristallisation.



Figure 2.62: microstructure du métal de base affecté thermiquement, vue au microscope optique en champ clair après attaque chimique au chlorure ferrique ; les flèches pointent les petits cristaux polygonaux formés ; Ephèbe d'Agde (1,40 m), n°inv. 839, 1^{er} s. ap. J.C., musée de l'Ephèbe, Agde ©C2RMF, A. Chauvet.

- la **Zone Fondue** (Figure 2.63); il s'agit du mélange entre le métal d'apport (coulée secondaire de soudure ou de réparation) et le métal de base fondu. Sa microstructure est plus fine que celle de la coulée primaire (espacement moyen des branchements secondaires dendritiques : coulée secondaire, 11 μ m / coulée primaire, 20 μ m). La vitesse de solidification du métal a donc été plus rapide lors du soudage que lors du procédé de fonte à la cire perdue. Par ailleurs, comme nous l'avions remarqué sur la coupe du fragment du Vieil-Evreux, deux domaines se distinguent au sein même de la zone fondue : à proximité de la zone de soudure, la microstructure est extrêmement fine et homogène (elle correspond aux limites des zones circulaires plus foncées et plus épaisses de la paroi de la statue) tandis que lorsqu'on s'en éloigne, apparaissent notamment des nodules de plomb plus larges. Ainsi peut-on en déduire que le métal d'apport qui a été en contact direct avec le métal de base a refroidi encore plus vite qu'au centre du cordon de soudure.



Figure 2.63 : délimitation des deux phases de solidification dans le zone fondue, vue au microscope optique en champ clair, après attaque chimique au réactif de Klemm 3.; Ephèbe d'Agde (1,40 m), n°inv. 839, 1^{er} s. ap. J.C., musée de l'Ephèbe, Agde ©C2RMF, A. Chauvet.

 - la Zone de Liaison (Figure 2.64), c'est-à-dire le secteur d'interdiffusion entre le métal de base et le métal d'apport. Les dendrites du métal fondu se sont développées à partir des cristaux partiellement fondus du métal de base affecté thermiquement.

Des analyses élémentaires ont été effectuées en différentes zones de cette coupe grâce au système de microanalyse EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) couplé au microscope électronique à balayage. Les résultats obtenus sont conformes aux tendances précédemment décrites : le métal utilisé pour réaliser la coulée primaire est ici un bronze de composition Sn 8,8 % et Pb 24,8 %. Pour la coulée secondaire, il s'agit d'un alliage de composition proche de la précédente, puisqu'il affiche en moyenne Sn 8,8 % et Pb 20,15 %.
Ce prélèvement témoigne donc du recours à un procédé d'assemblage ou de réparation qui implique un **mécanisme de fusion** des pièces concernées.



Figure 2.64 : Zone de liaison entre le métal de base affecté thermiquement et le métal fondu, image optique après attaque chimique au chlorure ferrique : la ZAT est reconnaissable par la présence de petits cristaux polygonaux qui se sont formés autour des eutectoïdes, sous l'action de la chaleur apportée par le métal de soudure ; Ephèbe d'Agde (1,40 m), n°inv. 839, 1^{er} s. ap. J.C., musée de l'Ephèbe, Agde ©C2RMF, A. Chauvet.

5.3.2.3. Relecture de coupes précédemment publiées

Ce paragraphe regroupe les principales coupes métallographiques publiées dans la littérature, issues de prélèvements macroscopiques qui ont été réalisés dans les zones d'assemblage de certains grands bronzes antiques [Steinberg 1973, Formigli et *al* 1990, Janietz Schwarz 2000, Caumont et *al* 2006, Mille et *al* 2012]. Elles n'ont jamais été interprétées en détaillant chaque zone propre à une soudure/brasure comme nous venons de le faire sur les coupes du fragment de statue monumentale d'Evreux et de l'Ephèbe d'Agde : leur description se limitait très souvent au repérage du métal de base et du métal d'apport. En outre, peu de prélèvements de ce type existent. Les deux coupes étudiées précédemment, ainsi que celles publiées dans la littérature (rassemblées dans le tableau 2.4) constituent donc notre seule base de réflexion métallographique pour discuter du mécanisme de création de la liaison impliqué lors du procédé d'assemblage antique. Même si la réinterprétation des coupes publiées ne peut pas toujours faire l'objet d'une description complète, comme dans le cas des exemples précédents, à cause de l'absence de certaines données, nous pouvons quand même conclure sur la question du mécanisme de liaison.

Le mécanisme de soudage par fusion est clairement prédominant même si certains cas de figure nous invitent à nuancer ce propos :

Dans certains cas, la zone de liaison est difficilement identifiable (voir le bras d'Essegney, l'Eros d'Agde, le fragment de drapé, le torse romain ainsi que le fragment du Vieil-Evreux et l'Ephèbe d'Agde) : elle se caractérise par une totale interconnexion entre les dendrites du métal d'apport et du métal de base. C'est-à-dire que ce dernier a reçu suffisamment de chaleur pour pouvoir fondre sur une épaisseur significative et être mélangé au métal d'apport avant la solidification de l'ensemble. Il s'agit bien d'un mécanisme de soudage par fusion.

Pour d'autres en revanche, la zone de jonction est facilement délimitable (voir les fragments de la statue A n°inv. 1961.3147 et n°inv.1961.2754, Cheval de Neuvy-en-Sullias) : le métal d'apport s'est solidifié très rapidement, ce qui se traduit par une variation très marquée de la taille de sa microstructure par rapport à celle du métal de base. Sur un détail de ce type de zone (fragments de la statue A n°inv. 1961.3147), on constate que même à proximité de la zone de liaison, les dendrites du métal de base n'ont pas fondu : la formation de petits cristaux primaires en leur cœur montre qu'elles ont seulement été affectées thermiquement. Par contre, la phase interdendritique, plus fusible (cf § 3.2), semble se mêler au métal d'apport. Les températures appliquées lors du processus d'assemblage ont donc dépassé le *solidus* mais pas le *liquidus* de l'alliage constituant le métal de base. Les bords des pièces à joindre n'ont donc pas réellement fondus. Même si les compositions du métal d'apport est du métal de base sont semblables du point de vue du mécanisme, il ne s'agit pas strictement d'un mécanisme de soudage par fusion, mais plutôt d'une sorte de « brasage fort ».



Fros d'Agé (H: 0,63 cm), n'inv. 2888, 1" s. avant J.C., musée de l'Éphèbe, Agée M. Pernot (Mille et al 2012) Image: Agée Image: Agée Image: Agée Coulée secondaire d'assemblage et coulée secondaire d'reparre du bras droit sur le corps Image: Agée Image: Agée Image: Agée Coulée secondaire d'assemblage et coulée secondaire d'reparre du bras droit sur le corps Image: Agée Image: Agée Image: Agée Prélevement (en rouge) dans la coulée secondaire de réparroit (hachurée) de la pièce 1-2, le fragment n° 1961.2761. Prélevement (en rouge) dans la coulée secondaire de réparroit (hachurée) de la pièce 1-2, le fragment n° 1961.2761 Image: Agée Image: Agée Image: Agée Image: Agée Image: Agée Image: Agée <td< th=""><th>Objet/Auteurs</th><th></th><th>Localisation coupe</th><th>Réinterprétation de la coupe métallographique</th></td<>	Objet/Auteurs		Localisation coupe	Réinterprétation de la coupe métallographique
OArc'Antique, J-G Aubert Prélèvement (en rouge) dans la coulée secondaire de réparation (hachurée) de la pièce 1-2, le fragment n° 1961.2761 2nd phase de unicroscope optique Fragment du poitrail du Cheval II du dépôt de grands bronzes d'Augusta Raurica (L _{max} = 4 cm), n°inv. 1961.2761, 3° s. ap. J.C. Prélèvement (en rouge) dans la coulée secondaire de réparation (hachurée) de la pièce 1-2, le fragment n° 1961.2761 2nd phase de solidification Image au microscope optique Zone de Liaison Zone de Liaison Image au microscope optique Image au microscope optique Image au microscope optique Image au microscope optique Prélèvement (en rouge) dans la coulée secondaire de réparation (hachurée) de la pièce 1-2, le fragment n° 1961.2761 Image au microscope optique Image au microscope optique Image au microscope optique Image au microscope optique Image au microscope optique Image au microscope optique Image au microscope optique Image au microscope optique Image au microscope optique Image au microscope optique Image au microscope optique Image au microscope optique Image au microscope optique Image au microscope optique Image au microscope optique Image au microscope optique Image au microscope optique Image au microscope optique Image au microscope optique Image au microscope optique I	Eros d'Agde (H : 0,63 cm), n°inv. 2888, 1 ^{er} s. avant J.C., musée de l'Ephèbe, Agde	M. Pernot [Mille et <i>al</i> 2012]	Coulée secondaire d'assemblage et coulée secondaire de réparure du bras droit sur le corps	Coulée secondaire de reparation Métal sile base/ ZAT Zone fondue
Image: ending in the 1901/2701/03 study. St. dip. St.	©Arc'Antique, JG Aubert Fragment du poitrail du Cheval II du dépôt de grands bronzes d'Augusta Raurica (I = 4 cm) n°iny 1961 2761 3° s an LC	E. Schaller [Janietz Schwarz 1996]	Prélèvement (en rouge) dans la coulée secondaire de réparation (hachurée) de la pièce 1-2, le fragment n° 1961 2761	Zone de liaison Image au microscope optique
(Permernuscum Auget			©Römermuseum Augst	1ere phase de solidification Zone Fondue en 17,8 9 m, Pb : 22,4 9 m Métal de base/ZAT Sn : 6,5 %m, Pb : 24,9 %m Imme

Objet/Auteurs		Localisation coupe	Réinterprétation de la coupe métallographique	
Fragment de drapé de la Statue A du dépôt de grands bronzes d'Augusta Raurica (L = 16,5 m), n°inv. 1961.3147, 3 ^e s. ap. J.C.	[Janietz Schwarz 2000]	Prélèvement d'une coulée secondaire d'assemblage (hachurée), partie 39.	Métal de Base/ ZAT Sn : 13,3 %m/Pb : 0,75 %m Zone de liaison Sn : 14,5 %m/Pb : 1,5 %m	
CLE 10,5 m), m mv. 1501.5147, 5 3. dp. s.c.		Cussverbindung 74 75 75 75 75 75 75 75 75 75 75 75 75 75	I mm I mm I mm I mm I mm I mm I mm I mm	
Fragment de drapé de la Statue A du dépôt de grands bronzes d'Augusta Raurica (L = 17 cm), n°inv., 1961.2754, 3 ^e s. ap. J.C.	[Janietz Schwarz 2000]	Prélèvement (en rouge) sur une pièce rapportée par coulée secondaire (hachurée) sur une autre déjà existante, partie 44	coulée secondaire de réparation	
©Römermuseum Augst		559 566 564 564 560 551 Anguss 1 563 560 552 Anguss 1 563 560 560 552 Anguss 1 552 Flicken 2 Flicken 1 ©Römermuseum Augst	Pièce 2 (rapportée par coulée secondaire) Sn : 12,3 %m Pb : 0,44%m 1 mm Image au microscope optique, attaque chimique ??	

Objet/Auteurs		Localisation coupe	Réinterprétation de la coupe métallographique
Statue fragmentaire d'empereur romain (Houston Ruler), (H : 2 m), n°inv. ?, 2 ^e s. ap. J.C., museum of Fine Arts de Boston	A. Steinberg [Steinberg 1973]		
©museum of Fine Arts de Boston		Coulée secondaire d'assemblage de la tête sur le corps.	Métal de base /ZAT Image au microscope optique, attaque chimique ??
Fragment de drapé (Cloaked body-polygatus), (H : 1,52 m), n°inv. 01.7524, 2 ^e s. ap. J.C., museum of Fine Arts de Boston	A. Steinberg [Steinberg 1973]	Coulée secondaire d'assemblage (cuvette) entre deux pièces du drapé.	Zone de liaison
©museum of Fine Arts de Boston		Surface observée Metalde base /ZAT Zone fondue Metal de base /ZAT	Sn : 3,10 %m Pb : 19,90 %m Sn : 3,70 %m Pb : 38,50 %m Image au microscope optique, attaque chimique ??

Objet/Auteurs		Localisation coupe	Réinterprétation de la coupe métallographique
Torse romain (H : 0,76 m), n°inv. 15053, époque romaine impériale, Musées du Vatican	Formigli [Formigli et <i>al</i> 1990] et [Formigli 1999 (b)]	Coulée secondaire d'assemblage la jambe gauche sur le corps (côté dos)	Métal Zone de libison
© Musées du Vatican		© Musées du Vatican	Sn: 3,7 %m Pb: 27,7%m Zone Fondue Sn: 12,2 %m Pb: 25,5%m Image au microscope optique, attaque chimique ??

Tableau 2.4 : relecture de coupes métallographiques de prélèvements de coulées secondaires d'assemblage et de réparure ou réparation réalisés sur des grands bronzes antiques.

5.4. Le soudage antique : un procédé de soudage par fusion au bronze liquide

A l'issue des nouvelles études réalisées, de la réinterprétation des données de la littérature, et à l'aide des connaissances que nous avons des procédés de soudage et brasage d'aujourd'hui, nous sommes désormais capables de mieux définir la technique d'assemblage des grands bronzes antiques que l'on peut résumer comme suit :

- un métal d'apport et une source de chaleur confondus :

En brasage et en soudage, par définition, le métal d'apport possède respectivement une température de fusion inférieure ou au plus équivalente à celle du métal de base. Or pour la majorité des soudures antiques étudiées, la composition élémentaire du métal d'apport (coulée secondaire) semble élaborée de manière à ce que sa température de fusion soit supérieure à celle du métal de base (coulée primaire). Une telle propriété du métal d'apport, situe en quelque sorte le procédé antique « hors classement » des définitions des procédés actuels.

Ensuite, nous avons fait remarquer que le métal d'apport joue également le rôle de source chaleur principale du procédé, d'où la dénomination « au bronze liquide » employée par Mille [Mille 2007]. Rappelons d'ailleurs que de tels procédés sont classés dans la catégorie des techniques de soudage par fusion mais nous ne pouvions en acquérir la certitude qu'en examinant les transformations subies ou non par métal de base.

- la prédominance d'un mécanisme de fusion :

La prédominance du mécanisme de fusion est confirmée grâce aux examens métallographiques réalisés sur des prélèvements d'assemblages antiques : les bords des pièces à joindre, c'est-à-dire le métal de base, ont été partiellement portés à fusion. La liaison créée se caractérise par une parfaite continuité de la matière. Malgré certains exemples de coupes métallographiques (le cas du fragment n°1961.3147 de la statue A du dépôt de bronze d'Augst et probablement celui du cheval de Neuvy-en-Sullias s'apparentent plutôt à du brasage fort) qui nous obligent à nuancer l'établissement d'une liaison via un tel mécanisme, il est légitime de penser les fondeurs antiques cherchaient à obtenir des assemblages par soudage par fusion. Ainsi, la dénomination « soudage par fusion au bronze liquide » proposée par Mille [Mille 2007], est-elle suffisamment précise pour décrire le procédé d'assemblage de la grande statuaire antique. En anglais, l'expression « flow welding », s'apparentant au « soudage à la poche » en français, n'apparait pas suffisant pour décrire ce procédé, d'autant plus que, comme nous l'avons souligné, les rares définitions

qui s'y rapportent sont relativement ambiguës quant aux mécanismes qu'il implique. C'est pourquoi, nous proposons de le compléter comme suit : «bronze flow fusion welding ».

- plusieurs préparations au soudage :

Les grands bronzes antiques semblent receler une grande diversité de modes de préparation au soudage, mais il ne s'agit en fait que de variantes de deux principaux types de joint :

soit il est contenu latéralement par les bords respectifs des pièces à assembler, et en dessous, par un réfractaire (cas de la préparation *en bord droit* dans le cadre d'un soudage *sur latte/sur réfractaire*).
Cette catégorie de préparation au soudage se reconnaît par la présence de surépaisseurs de métal au revers des soudures, d'où la dénomination cordon et cuvettes traversants.

- soit le métal d'apport est contenu dans un espace principalement délimité par les bords des pièces à joindre (cas de la préparation *en bords droits* dans le cadre d'un soudage *sur fond de métal*), ce qui correspond au cas de figure des cordons et cuvettes non traversants.

Quelle que soit la variante considérée, l'aménagement en cuvettes a très souvent été employé. Rappelons ici encore que le métal d'apport joue le rôle de la source de chaleur principale du procédé d'assemblage. Or les premiers essais en laboratoire (cf chap. 3) ont montré la difficulté d'obtenir une soudure rien qu'en versant le métal d'apport sur les pièces à joindre. L'aménagement des pièces en cuvette constitue un moyen astucieux découvert par les fondeurs antiques pour accumuler de grandes quantités de bronze en fusion et donc de chaleur. Malgré l'avancement de ces hypothèses quant au rôle des cuvettes dans le procédé de soudage antique, se pose le problème de la mise en œuvre : construction du système de coulée, nombre de coulées,...

6. Conclusion

Ce chapitre, s'il confirme les intuitions et observations de certains auteurs quant à la nature du procédé de soudage employé lors de la fabrication des grands bronzes antiques, en fournit également et pour la première fois, une description détaillée en accord point par point avec les connaissances et les définitions actuelles des différentes techniques de soudage : préparation particulière au soudage, nature de la source de chaleur, propriétés du métal d'apport, type de transformations subies par le métal de base, mise en évidence des zones attendues dans le cas du soudage par fusion (ZAT, Zone Fondue, Métal de Base). On en déduit que le soudage antique correspond à un procédé de soudage par fusion au bronze liquide [Mille 2007]. Cette dénomination permet de décrire à la fois le mécanisme de création de la liaison ainsi que la source de chaleur principale impliquée. Mais l'étude des soudures antiques, pratiquée directement sur les statues, ne permet pas de décrire la manière dont procédaient les fondeurs antiques et soulève au contraire de nombreuses interrogations, en particulier en ce qui concerne :

- le mode l'alimentation du métal d'apport.

- le contrôle du transfert de la chaleur pour porter à fusion les bords des pièces à joindre.

Enfin, l'application à l'étude des objets du patrimoine de techniques d'analyses par ultrasons élaborées s'est montrée prometteuse, non seulement à travers leur mise en œuvre, mais aussi en ce qui concerne les informations apportées sur la préparation au soudage en particulier : les informations acquises lors de l'étude sur le Gaulois captif ont notamment permis, pour la première fois, de fournir une description précise d'une préparation au soudage effectuée par les fondeurs antiques. Il faut cependant rappeler que pour ce cas, les soudures avaient déjà été localisées et leur surépaisseur au niveau de la paroi interne avait déjà été décelée en tomographie. Ainsi les examens par ultrasons ontils été conduits en comparaison systématique avec les résultats obtenus via les autres techniques d'analyse. Nous avons pu constater particulièrement que l'interprétation s'avérait parfois difficile dans certaines zones du fait non seulement qu'une statue est un objet à formes complexes (par opposition à un tuyau), mais aussi à cause de la présence de défauts de fonderie, d'une microstructure de l'alliage particulière (le parcours des ultrasons dépend aussi de la forme, de la taille et de la composition de la microstructure traversée), ou encore d'éventuels restes de noyau générant des signaux parasites. Ainsi, si ce type d'analyses CND a révélé un potentiel prometteur autant du point de vue analytique que de celui d'une mise en œuvre pratique et efficace même dans l'environnement d'un musée, il n'en nécessite pas moins un travail d'adaptation plus approfondi si l'on souhaite appliquer une routine de ce type de CND pour l'étude des bronzes antiques et plus généralement des objets du Patrimoine.

Chapitre 3

Détermination expérimentale des paramètres thermiques et chimiques contrôlant le soudage par fusion au bronze liquide

1. Introduction	193
2. Quelques tentatives de compréhension du procédé de soudage antique par des expérimentaux : bibliographie	essais 194
3. Essais en laboratoire : conditions expérimentales	207
4. Méthodes de caractérisation	217
5. Résultats	224
6. Discussion	253
7. Conclusion	272

1. Introduction

Les deux premiers chapitres ont essentiellement été consacrés aux études menées sur le corpus d'objets antiques qui ont servi de support à ces travaux de thèse.

Le premier, intitulé « La technique de soudage de la grande statuaire antique en bronze : méthodologie d'étude et applications » a situé le sujet de recherche dans son contexte initial et mis en relief l'importance de l'étude de la chaîne opératoire de fabrication des grands bronzes antiques.

Le deuxième, intitulé « Les assemblages des grands bronzes antiques : un procédé de soudage par fusion ? » quant à lui, s'est attaché à définir les assemblages antiques à partir d'études technologiques approfondies et à la lumière des connaissances des procédés de soudage d'aujourd'hui. Mais la description du résultat (la soudure) d'un procédé (le soudage), ne permet pas d'accéder à une compréhension exacte des mécanismes dont il résulte ni de leur mise en œuvre technique. Aussi proposons-nous, dans ce troisième chapitre, de procéder à des essais de soudage en laboratoire afin d'approfondir nos connaissances sur ce sujet. Ces tests nécessitent d'impliquer les paramètres dont la configuration ainsi que les effets nous font défaut, mais dont l'existence est néanmoins indiscutable dans la cadre d'un procédé de soudage par fusion.

Ce travail n'est pas le premier du genre à expérimenter les techniques de soudage de la grande statuaire antique en bronze. Aussi, dans un premier temps, nous rendrons compte des travaux de plusieurs auteurs qui se sont également consacrés à ce sujet. Ensuite seront présentés le modèle choisi pour les essais en laboratoire ainsi que le matériel impliqué, aussi bien dans sa mise en œuvre que dans les méthodes employées pour la caractérisation des données produites. Enfin, une analyse approfondie des résultats obtenus constituera le bilan des connaissances acquises à l'issue de ces campagnes d'essais en laboratoire sur le procédé de soudage par fusion au bronze liquide.

2. Quelques tentatives de compréhension du procédé de soudage antique par des essais expérimentaux : bibliographie

2.1. Essais de soudage en laboratoire

2.1.1. Rever 1827

Nous l'avons déjà mentionné aux chapitres 1 et 2, François Rever avait donné, dès 1824, une description singulièrement juste de la fabrication des grandes statues de bronze, au moment de la découverte de l'Apollon de Lillebonne [Rever 1824].

A la suite de cela, deux ans plus tard, il procéda lui-même à des essais de soudage [Rever 1827, p7]: « Au surplus, pour m'assurer si du cuivre fondu et versé sur deux pièces de pareil métal, mises en approche et tenues froides, pourrait s'y attacher, les réunir et les souder, j'en ai fait l'essai, et cela m'a réussi. Les deux petites plaques de cuivre jaune que j'ai soudées par ce procédé sont déposées au Muséum ».

Ces expérimentations se limitent à un seul essai et nous ne pouvons avoir aucune certitude quant à la nature de la liaison établie entre les deux pièces métalliques assemblées (l'appellation « cuivre jaune » laisse entendre qu'il s'agit du laiton). Mais malgré tout, François Rever peut être considéré comme la première personne à avoir réalisé des essais de soudage en laboratoire dans le but de comprendre les procédés d'assemblage des grands bronzes antiques.

2.1.2. Steinberg 1973

Si Arthur Steinberg n'est pas le premier à avoir proposé de voir des assemblages soudés sur les grands bronzes antiques (cf chap. 1), personne avant lui n'en avait véritablement fait un sujet de recherche. Cependant, il n'écrivit que deux articles [Lechtman et Steinberg 1970 et Steinberg 1973] sur ce thème. Le second article rend particulièrement compte d'essais de soudage qu'il conduisit en laboratoire (« experiments in flow-welding bronze »).

Un tel essai se déroulait comme suit : deux petites plaques de bronze de 9,5 mm d'épaisseur (métal de base/coulée primaire) étaient disposées côte à côte et recouvertes de terre réfractaire. Une ouverture de 16 mm de diamètre était laissée au-dessus de la zone de jonction entre les deux pièces. Un canal partait de cette ouverture jusqu'à un trou d'évacuation de l'excès de métal d'apport. Ce dernier (coulée secondaire, dont la composition est identique à celle du métal de base) était alors versé sur les pièces à joindre. Sept alliages (Cu-Sn ou Cu-Sn-Pb) ont été testés, et pour chacun d'eux, trois essais, se

différenciant par la température du métal d'apport, ont été réalisés (ce qui fait un total de 21 essais). La longueur et la largeur du joint ne sont pas indiquées, de même que le mode de préparation des bords à joindre. Notons que le choix de la composition des alliages, en plus de se baser sur les ratios moyens établis à partir des analyses des statues antiques, avait aussi pour objectif de tester l'influence de l'ajout de plomb sur la soudabilité du bronze. A l'issue de ces essais, les données fournies par Steinberg pour chacun d'eux sont : la quantité de métal d'apport qui a été fondue, la durée de sa coulée et enfin les commentaires quant au succès ou non de la soudure. Seuls sept des essais sont considérés comme débouchant sur un assemblage par soudage par fusion (« weld-through »), mais l'auteur ne mentionne pas si la soudure est réellement effective sur toute la longueur du joint. Dans cinq des essais, les pièces semblent être partiellement jointes, sans certitude qu'il s'agisse bien d'une soudure par fusion. Dans les 12 autres, les pièces n'ont pas été soudées. La première conclusion tirée par Steinberg est que le soudage est d'autant plus facile que la température du métal d'apport est élevée, et plus précisément lorsque celle-ci dépasse de plus de 100°C la température de fusion du métal. Effectivement, nous avons montré au chapitre 2 (cf chap. 2, § 5.2), qu'une des particularités du soudage antique est le double rôle du métal d'apport : en plus de fournir la matière constituant le joint, il agit comme la source principale de chaleur. Et un transfert d'énergie thermique suffisant est fondamental à la réussite d'une soudure par fusion. En outre, Steinberg relie le succès de l'assemblage à la quantité de métal d'apport versé : « Thus a bronze of composition 93 %wt, 7 %wt tin (melting point 1050°C), required 4^{3/4} pounds of bronze at 1125°C poured for 12 seconds to attain enough surface wetting for even a partial bond. ». Mais remarquons que la seconde partie de cette phrase, qui mentionne la création de la liaison, nous laisse un peu perplexes quant à la compréhension précise du mécanisme auquel il est fait référence : la liaison partielle (« partial bond ») fait-elle référence à une liaison de type brasage (le métal d'apport se lie par capillarité au métal de base sans que ce dernier ne fonde) (cf chap. 2, § 2) ou bien à un soudage par fusion qui n'est que ponctuel sur la longueur du joint ? Une seule métallographie de soudure expérimentale est publiée dans cet article (Fig. 3.1). Mais l'absence d'échelle et d'annotations rendent difficile sa lecture même si la zone de liaison peut être devinée grâce à la légère variation de microstructure entre le métal de base et le métal d'apport. L'auteur affirme y observer deux phases de solidification du métal d'apport. La première, caractérisée par une microstructure très fine correspondrait au métal d'apport qui s'est mélangé avec le métal de base fondu et dont la solidification a été très rapide. La seconde, de microstructure plus large, coïncide avec le centre du joint de soudure qui aurait refroidi plus lentement. Enfin l'auteur évoque, pour les alliages riches en plomb et en étain, la formation de fines couches d'oxydes de ces éléments à la surface du métal.



Figure 3.1 : coupe métallographique de la zone soudée d'un essai en laboratoire réalisé par A. Steinberg [Steinberg 1973].

2.1.3. Zwicker 1993

Des essais de soudage en laboratoire ont été réalisés par U. Zwicker à l'occasion du séminaire d'étude et d'essais de Murlo (26-31 juillet 1991) et sont publiés dans « Antichi officine del bronzo : materiali, strumenti, tecniche » de Formigli.

Des plaques (35 x 63 x 3 mm) de bronze CuSn10 ont été coulées au préalable. Les essais 1 à 6 ont été réalisés avec un métal d'apport de composition CuSn12, les suivants avec des alliages de teneur croissante en étain (donc différente de celle du métal de base). Les essais 1 et 2 furent des échecs, car pour l'un, la solidification du métal d'apport fut trop rapide et pour l'autre, la formation d'une couche d'oxyde sur les pièces à assembler a gêné l'établissement de la liaison. Dans le cas de l'essai 3, qui a été réalisé sous atmosphère réductrice et avec ajout de borax, il y aurait eu soudage des pièces. Pour les autres essais, les pièces à joindre ont été disposées sur un lit de charbon au sein d'un four dont la température de chauffe s'élevait au dessus de 800°C. Si ce préchauffage semble avoir aidé au soudage lors de la réalisation de l'essai 4, les températures impliquées ont été beaucoup trop élevées (le bronze à CuSn10 commence à fondre autour de 845°C !) dans le cas du sixième puisque les plaques ont commencé à fondre... Quelques assemblages (7 à 10) réalisés avec un métal d'apport de composition CuSn20 (celle du métal de base ne change pas), et avec ou sans flux, auraient donné une liaison assez bonne (« a fairly good bond »). Mais la nature de cette dernière n'est pas explicitée par l'auteur. Comme le métal d'apport est versé à une température de 950°C et que la température du liquidus dans le cas d'un bronze à 20 %m est de 985°C environ (cf, chap. 2, § 3.2), nous nous attendrions plus à l'établissement d'une liaison selon un mécanisme de brasage plutôt qu'à du soudage par fusion.

Finalement, de manière générale, les observations rapportées par l'auteur à l'issue de ces essais en laboratoire manquent de précision pour pouvoir réaliser une interprétation plus claire des résultats.

2.2. Essais à partir de reproductions de statues

2.2.1. Formigli 1999 (b) et Peltz 2010

Un essai de soudage a été réalisé par F. Willer, U Sobottka-Braun et U. Peltz, durant le séminaire d'étude et d'essais de Murlo (24-30 juillet 1993 et 1^{er}-7 juillet 1995) intitulé « I grandi bronzi antichi : le fonderie e le tecniche di lavorazione dall'età arcaica Rinascimento ».

Il s'agissait d'une jambe en bronze, grandeur nature, coulée en deux parties, la section étant localisée à mi-mollet. Les deux pièces à joindre ont été usinées de manière à former une cuvette creusée dans l'épaisseur du bronze (cf chap. 2, § 5.1.2). Elles étaient maintenues en contact l'une avec l'autre grâce à un système d'attache avec des fils de fer. D'après Formigli [Formigli 1999 (b)], la surface à souder avait été préalablement traitée par un flux dont il ne mentionne pas clairement la nature (mais on suppose qu'il s'agit de borax d'après une note de bas de page), afin d'éviter la formation d'oxydes. Un moule en terre réfractaire a ensuite été construit autour de la cuvette. Deux trous y ont été aménagés : l'un pour l'entrée du métal d'apport dans la cuvette, l'autre pour l'évacuation de son excès. Tandis que cet ensemble était préchauffé dans un lit de charbon, le métal d'apport était porté à fusion. Ce dernier a ensuite été versé au niveau de l'entrée percée dans le moule. Mais le moule en terre réfractaire s'est écroulé. Finalement, le métal d'apport a directement été versé dans la cuvette, mais aucune description du résultat n'est proposée. Remarquons enfin que pour cet essai, nous ne connaissons ni la composition des alliages des métaux de base et d'apport, ni la température de préchauffage de pièces à joindre, ni la température de coulée du métal d'apport...

2.2.2. Zimmer et al 2011

Des essais en laboratoire (simulations expérimentales) accompagnés de simulations thermiques ont été réalisés en partenariat avec le Giesserei Institut (université RWTH Aachen) (Institut de Fonderie). Ces résultats sont publiés dans un article de la revue Giesserei, intitulé « Stückungstechnik griechischer Bronzestatuen-Kunst und technologischer Fortschritt ». L'ensemble des tests sont modélisés à partir des assemblages de la statue du « garçon en prière » (Betender Knabe) [Rohnstock 1998] conservée au musée de Berlin. En plus des simulations, la particularité de ces essais repose sur la prise en compte de la préparation des pièces à joindre lors de la mise en œuvre du procédé de soudage antique.

2.2.2.1. Soudage avec préparation sur fond de métal

Dans la première simulation numérique, les deux pièces sont modélisées par deux cylindres creux disposés bout à bout. La zone de jonction est creusée à mi-épaisseur des deux parois de manière à former un canal d'une largeur donnée (type de préparation au soudage « sur métal », cf chap. 2, § 5.1) (Fig. 3.2). Les variables testées sont la température initiale des pièces à joindre (c'est-à-dire la température de préchauffage), ainsi que la température de coulée du métal d'apport, la durée de la coulée et la quantité du métal d'apport versé. Notons que les compositions des alliages des métaux de base et d'apport sont identiques (CuSn10). La simulation a permis de connaître, dans chaque cas, la température maximale atteinte par les bords des pièces à joindre (coulée primaire/métal de base). Or cette première série de tests montre qu'ils ne sont jamais portés à fusion, ce qui signifie que le transfert thermique est insuffisant pour qu'un soudage par fusion soit possible.

En parallèle, un essai réel a été entrepris. Les deux cylindres (CuSn10) à joindre ont été préchauffés à 100°C, tandis que 2 kg de métal d'apport de même composition ont été portés à 1100°C. Cependant l'intégralité du métal liquide ne put être versée puisque la circulation a été stoppée par une solidification trop rapide : le canal n'a pas pu être rempli sur toute la longueur du joint. En outre, sur une coupe métallographique, on constate clairement que le métal de base n'a pas réellement fondu.



Figure 3.2 : à gauche, simulation des variations thermiques intervenant sur une pièce préparée en cordon « sur métal » lors de la coulée du métal d'apport ; au milieu, essai en laboratoire correspondant à la simulation : le métal d'apport s'est solidifié avant d'avoir rempli le canal sur toute la longueur du joint ; à droite, coupe métallographique transversale de l'assemblage résultant : le métal de base est en bas (large microstructure) tandis que le métal d'apport se situe en haut à droite (fine microstructure) [à partir de Zimmer et *al* 2011].

2.2.2.2. Soudage avec préparation sur fond de réfractaire

i. soudage en simple cordon

Pour la deuxième simulation numérique, les pièces à joindre, toujours modélisées par deux cylindres sont disposées côte à côte de manière à laisser un espace vacant entre elles. Les autres conditions testées sont les mêmes que dans le cas de la première simulation. Et la conclusion est également la même puisque les bords des pièces à joindre n'atteignent pas non plus les températures requises pour un soudage par fusion.

ii. soudage en cordon dissymétrique

L'auteur émet alors une hypothèse quant à une préparation au soudage particulière : le métal d'apport serait versé en excès de telle sorte que non seulement il remplisse l'espace vacant entre les deux pièces à joindre, mais aussi qu'il les recouvre partiellement sur la surface interne (cas a) ou la surface externe (cas b) (Fig. 3.3), le flux de métal étant canalisé par un montage en terre réfractaire autour du joint. Cet excès, se présentant sous la forme d'un bourrelet, serait ensuite retiré à froid dans le premier cas de figure, précaution non nécessaire pour le second. Remarquons ici que nous avons-nous-même mis en évidence la présence d'un bourrelet interne au niveau de soudures de statues antiques (cf chap. 2, § 5.1). La troisième et la quatrième simulations numériques concernent encore ces deux cas de figure Si la plupart des paramètres sont les mêmes que ceux des simulations précédentes, les quantités de métal d'apport versé ont été revues à la hausse. D'après les résultats fournis par ces tests, les bords des pièces à joindre peuvent être portés à fusion, ce qui signifie qu'il est possible de les assembler par soudage par fusion.

Deux essais réels de soudage en laboratoire dans les conditions du cas de figure n°2 (bourrelet externe) ont confirmé les résultats prédits par les simulations numériques. D'abord la coupe métallographique transversale de l'assemblage d'une main sur un avant-bras révèle une parfaite continuité de la matière. Le second essai concernait l'assemblage de la tête du « garçon en prière » (Betender Knabe) sur son buste (copies à partir de l'original). Le principe est le même si ce n'est que l'assemblage est réalisé en deux soudures (deux coulées distinctes) à cause de la taille et de la géométrie plus complexe de ces pièces : l'une au niveau de la nuque, l'autre en dessous du menton.



Figure 3.3 : à gauche, dessin 3D de la géométrie du joint avec bourrelet interne (a) et externe (b) ; en haut à droite, coupe métallographique transversale de l'essai d'assemblage entre une main et un avant bras : il n'existe plus de frontière entre le métal de base (microstructure constituée de larges grains) et le métal d'apport (microstructure constituée de petits grains, présente au centre de la métallographie et dans le bourrelet sur la surface externe des parois jointes) [à partir de Zimmer et *al* 2011].

2.2.3. Lehner et Rossman in Peltz et Schalles 2011

2.2.3.1. Les essais de Saint Gallen

Trois essais expérimentaux ont été réalisés à la fonderie d'Art de Saint Gallen en 2002. Deux pièces (Zn : 5%m, Sn : 5%m, Pb : 5%m, $T_{liquidus} = 1010^{\circ}$ C) à assembler ont été modélisées par deux cylindres disposés côte à côte et préalablement joints grâce à un cordon de cire de 3 mm de large. Deux canaux étaient fixés en cire : l'un pour l'alimentation en métal, l'autre pour l'évacuation de son excès.

Dans les deux premiers essais, un large cordon de cire était formé autour de la jonction entre les deux pièces. Leur différence résidait dans la nature de la terre réfractaire utilisée pour enrober le système d'alimentation en cire. Une fois la cire éliminée par chauffage (plusieurs heures à 600°C), l'ensemble a été refroidi jusqu'à 100°C environ. Puis 10 kg de métal d'apport porté à 1140°C ont été versés dans l'espace initialement occupé par la cire. Une coupe transversale de chaque essai révèle la présence d'une couche d'oxyde, dont la formation est supposée être intervenue lors de la cuisson du moule et du décirage, qui sépare le métal de base du métal d'apport. Les assemblages obtenus relèvent ainsi plus du blocage mécanique que de soudage. Par ailleurs, la cause de l'absence de soudure est attribuée par les auteurs à cette couche d'oxyde qui a empêché le contact entre le métal d'apport et le

métal de base. Mais rappelons-nous ici que si le mouillage du métal de base par le métal d'apport doit exister pour que la liaison s'établisse : le soudage par fusion nécessite avant tout la fusion partielle des bords des pièces à joindre. Si elle est réalisée, la couche d'oxyde disparait naturellement. Or le phénomène de fusion n'est pas observé pour ces essais. Ainsi l'absence de soudure s'explique-t-elle ici plus vraisemblablement par le manque de chaleur transférée vers le métal de base (Fig. 3.4).

Un troisième essai a été réalisé dans les mêmes conditions de préparation au soudage, à la différence près que le cordon n'était pas sculpté en cire. Son empreinte a été préalablement réalisée dans le moule en argile qui était alors placé au-dessus de la zone de jonction entre les cylindres. Une fois le montage préchauffé à 200°C, 12 kg de métal d'apport ont alors été versés à 1160°C. Cette fois, les coupes métallographiques montrent une parfaite soudure par fusion.



Figure 3.4 : coupes transversales des zones de soudure des trois essais réalisés à la fonderie d'art de Saint Gallen [à partir de Lehner et Rossman 2011].

2.2.3.2. Copie de la statue de l'éphèbe de Xanten

Le type de préparation au soudage correspond à celui décrit au chapitre 2 qui concerne l'aménagement de plateforme pour certains assemblages tête-corps (cf chap. 2, § 5.1.3). Des reproductions de la tête d'une part et du buste d'autre part de l'éphèbe de Xanten ont été coulées pour cet essai (CuSn10). Les plateformes de la tête et du cou ont été disposées l'une sur l'autre (cf, chap.2 Fig., 2.38). L'accès à l'intérieur de la statue se faisait grâce à deux petites ouvertures aménagées au niveau de la nuque en dessous de chaque oreille (ces ouvertures sont aujourd'hui masquées par des plaquettes de réparure polygonales). Le canal accueillant le métal de soudure était directement creusé dans le noyau d'argile de la statue. Grâce à un système d'alimentation semblable à celui élaboré pour les essais de St Gallen, 5 kg (sur 40 kg initialement fondus) ont été versés à une température de 1170°C. Les coupes métallographiques révèlent un joint dont la soudure n'est effective partout, mais point par point. Le métal de base n'a fondu que sur un minimum d'épaisseur (Fig. 3.5).



Figure 3.5 : coupes transversales des zones de soudure de l'essai de reconstitution de l'assemblage par soudage de la tête sur le corps de la statue de l'éphèbe de Xanten [à partir de Lehner et Rossman 2011].

En parallèle, un autre essai a été réalisé sur deux pièces cylindriques creuses, avec le même type de préparation au soudage (plateforme et moule en terre réfractaire) dans le but de connaître les variations thermiques subies par les différents constituants impliqués dans le procédé de soudage par fusion. Il a été remarqué en particulier que le métal d'apport ne perdait que 15°C entre son entrée dans le canal et sa sortie, et que la surface des pièces à joindre recevait suffisamment d'énergie calorifique pour pouvoir être portée à fusion. Mais aucune métallographie exploitable n'est présentée.

2.3 Bilan

Comme nous l'avons déjà signalé dans les deux chapitres précédents, la reconnaissance des assemblages soudés sur la grande statuaire antique en bronze n'est pas une nouveauté en soi. En revanche, l'examen approfondi de ces assemblages est relativement récent et les tentatives de compréhension des techniques mises en œuvre à travers des essais en laboratoire sont extrêmement rares. En effet, nous avons ici rendu compte de seulement six publications sur le sujet, dont trois sont contemporaines de ces travaux de thèse. Ces simulations expérimentales et numériques se sont focalisées sur huit aspects impliqués dans le procédé de soudage par fusion au bronze liquide que nous avions mis en évidence au chapitre 2 .Ces huit aspects n'ont pas été entièrement résolus, et c'est l'objectif de notre travail expérimental que de tenter de combler ces lacunes.

• la question de l'alliage

Seuls Steinberg et Zwicker [Steinberg 1973 et Zwicker 1993] ont entrepris de faire varier la composition élémentaire du bronze d'un essai à l'autre. Le premier employait systématiquement un métal d'apport identique au métal de base conformément aux observations faites sur les statues antiques. En revanche, le second a eu recours à un métal d'apport à teneur en étain de plus en plus élevée par rapport à celle du métal de base. Ce choix apparaît ici difficilement justifiable dans le cadre d'une recherche sur les techniques de soudage des grands bronzes antiques. Enfin, notons que Steinberg fut le seul à réaliser des essais de soudage avec des bronzes au plomb.

Pour nos simulations expérimentales, nous nous attacherons à employer un métal d'apport de composition élémentaire identique à celle du métal de base.

• la question du transfert thermique via le métal d'apport

La majorité des auteurs relient en partie le succès du soudage à la température du métal d'apport, ainsi qu'à la durée et/ou à la quantité coulée, et donc, indirectement, au transfert de chaleur, même si ce paramètre n'est jamais clairement identifié. Apparaissent notamment de façon récurrente non seulement l'incapacité à fournir suffisamment de chaleur pour pouvoir fondre partiellement les bords du métal de base (et donc réaliser une soudure par fusion), mais aussi la difficulté de faire circuler le métal d'apport sur toute la longueur des surfaces à assembler et au-delà. Ainsi, plusieurs températures de coulée du métal d'apport ont été testées et une réflexion a parfois été menée sur la manière d'alimenter le joint en métal d'apport afin d'augmenter le transfert thermique (par exemple, réaliser un joint « recouvrant » les pièces à joindre).

L'optimisation du transfert thermique du métal d'apport vers le métal de base constitue l'objectif vers lequel s'orientent nos essais en laboratoire.

• la question du préchauffage

Dans la majorité des essais, les pièces à joindre ont été préchauffées. Si la plupart du temps, la température de préchauffage est contrôlée (sauf dans le cas des essais de Zwicker où un préchauffage excessif a provoqué la fusion des pièces à joindre), le choix de sa valeur ainsi que sa durée d'application ne sont jamais justifiés. Même si le recours à cette procédure peut paraître évident parce qu'il est habituel lors de la mise en œuvre d'une grande majorité des procédés de soudage, la portée réelle de son influence sur le procédé de soudage antique n'a encore jamais été abordée, ni donc décrite.

Pour notre part, la température de préchauffage fait partie des paramètres dont nous testons l'influence dans le cadre de nos soudures expérimentales.

• la question du flux

Hormis l'emploi du borax (Na₂B₄O₇•10H₂O) dans certains essais, aucun autre composé n'est mentionnée. Souvent utilisé en soudage et en brasage dans les procédés modernes, le borax permet de décaper les surfaces à joindre en dissolvant les oxydes métalliques et d'abaisser la température de fusion du métal auquel il est ajouté. Cependant, son utilisation n'est *a priori* pas connue chez les fondeurs antiques et l'on n'a encore jamais retrouvé (et même recherché) de traces de bore ou de sodium résiduel lors de l'analyse élémentaire de prélèvements de métal. En revanche, deux études de grands bronzes antiques (cf chap. 2 pour § 4.2.1.5) [Caumont et *al* 2006, Darblade-Audoin et Mille 2008] révèlent des traces suspectes dans le métal d'apport (et pas dans le métal de base) qui nous amènent à soupçonner fortement l'ajout d'autres types de composés lors du soudage.

Lors de nos essais en laboratoire, nous nous intéressons particulièrement à identifier les composés qui pourraient conduire à ces traces et à caractériser leur action lors du procédé de soudage par fusion au bronze liquide.

• la question de la préparation au soudage

Même si les deux principales variantes (« sur métal » et « sur réfractaire », cf chap. 2, § 5.1) ont été abordées, elles ne l'ont jamais été en même temps. Seul Zimmer [Zimmer et *al* 2011] en fait une brève comparaison via des simulations thermiques numériques. En outre, Lehner et Rossman [Lehneret Rossman in Peltz et Schalles 2011] consacrent deux de leurs expérimentations à la préparation particulière en plateforme que l'on observe souvent sur les statues antiques pour l'assemblage de la tête sur le corps. Lors de nos essais expérimentaux, nous comparerons l'influence des deux grandes variantes de préparation au soudage lors du processus de soudage par fusion au bronze liquide.

• la question du système d'alimentation en métal d'apport et du moule de coulée

Dans tous les essais, un montage en matériau réfractaire a été réalisé de manière à canaliser le métal d'apport lors de sa circulation au sein du joint. Les propriétés de différentes terres ont d'ailleurs fait l'objet d'une comparaison à l'occasion d'une de ces campagnes d'essais [Lehneret Rossman in Peltz et Schalles 2011]. Par ailleurs, on creuse en général deux petites ouvertures qui tiennent lieu d'une part

d'entrée du métal d'apport et d'autre part de sortie pour l'évacuation de son excès éventuel. Pour certains essais [Lehneret Rossman in Peltz et Schalles 2011], l'espace au sein duquel devait circuler le métal de base fut préalablement formé en cire avant d'être enrobé avec la terre réfractaire (moule de coulée). Ce système, dérivé de la fonte à la cire perdue, est clairement envisageable non seulement parce qu'il permet de donner à la soudure la forme que l'on souhaite (en particulier dans le cas où un décor doit être conservé), mais aussi parce qu'il faciliterait l'apport de métal de soudure au sein de certaines zones à joindre difficiles d'accès (par exemple le joint entre deux jambes coulées séparément).

• la simulation thermique numérique

Il n'en est question que dans la dernière publication de Zimmer [Zimmer et *al* 2011]. Si les paramètres testés ainsi que la démarche générale sont plutôt bien justifiés, il n'est en revanche pas rendu compte des calculs qui conduisent au modèle supportant la simulation. Les hypothèses relatives aux lois thermiques prises en compte ainsi qu'une partie des données nécessaires aux calculs ne sont pas détaillées.

les mécanismes de création de la liaison métallurgique

Nous l'avions déjà constaté au chapitre 2, le vocabulaire employé pour décrire le procédé d'assemblage des grands bronzes antiques varie d'un auteur à l'autre. Pour les essais en laboratoire, même si le discours s'oriente essentiellement vers un procédé de soudage par fusion, très peu de métallographies sont présentées, et celles qui ne le sont jamais, ne sont jamais interprétées de manière très approfondie. Ainsi, aucune description du (des ?) mécanisme(s) conduisant au soudage par fusion au bronze n'a-t-elle jamais été réellement proposée.

Chacun des essais de soudage que nous menons en laboratoire fait l'objet d'une étude métallographique approfondie.

Au-delà du fait que cette recherche est récente, le nombre réduit d'essais de soudage par fusion au bronze liquide s'explique également par l'aspect contraignant de la mise en œuvre. En effet, de tels nécessitent une préparation longue et minutieuse (élaboration des alliages, coulée et usinage des pièces à assembler, conception du montage, instrumentation...), un espace équipé pour les manipulations à hautes températures et leur suivi (four de fusion, matériel de mesure...), et une phase d'exploitation des résultats produits. Une bonne majorité de ces essais (sauf ceux de Steinberg et de Zwicker et hors simulations) a été réalisée « grandeur nature » afin d'aboutir à des reproductions de

statues antiques : cette manière de procédé nécessite une longue préparation ainsi qu'une mise en œuvre complexe. Or l'étude de certains paramètres contrôlant le procédé de soudage par fusion au bronze liquide peut très bien être conduite à échelle réduite, dans des conditions modélisantes, rendant ainsi la multiplication des essais plus aisée, et donc la production de données plus fiables [Bourgarit et Thomas 2011].

3. Essais en laboratoire : conditions expérimentales

3.1. Mise en place du modèle expérimental

Les essais expérimentaux réalisés dans le cadre de ces travaux n'ont pas pour objectif de reproduire une soudure antique. Il s'agit ici de modéliser. Le but est de déterminer expérimentalement les paramètres qui contrôlent le procédé de soudage par fusion au bronze liquide.

La modélisation nous permet de (d') :

simplifier : les deux pièces à joindre sont modélisées par des plaquettes planes (on travaille en 2D),
 de dimensions (25 x 50 mm) et d'épaisseur (5 mm) constantes d'un essai à l'autre (Fig. 3.7).

- travailler plus vite (et donc multiplier le nombre d'essais) : la longueur de la zone à souder (et donc à caractériser) se limite à 50 mm, le métal d'apport est porté à fusion dans un four à chambre, le préchauffage est assuré par une plaquette électrique élaborée par le CEMHTI (UPR 3079, Conditions extrêmes et Matériaux : Hautes températures et Irradiations).

- être plus reproductibles (contrôle plus facile des paramètres) : un porte-échantillon a été construit pour une mise en place des pièces à joindre toujours identique. Des cônes de coulée permettent de faciliter l'alimentation en métal d'apport. La température de préchauffage est contrôlée par des thermocouples tandis que la température de coulée du métal d'apport est mesurée par la thermographie infrarouge.

- être représentatif des constats établis lors de l'étude des soudures antiques : nous avons testé les deux grandes variantes de préparation au soudage (« sur métal » et « sur réfractaire »), le métal d'apport est identique au métal de base, et nous avons eu recours à des flux de soudure.

3.1.1. Paramètres à tester

3.1.1.1. Organisation des essais en laboratoire

Le nombre d'essais de soudage par fusion au bronze liquide en laboratoire effectués lors de ces travaux de thèse (n=73) dépasse à ce jour largement ceux de toutes les campagnes

d'expérimentation qui ont pu être réalisées sur ce sujet. Cependant, les contraintes matérielles de préparation, de réalisation et d'exploitation qu'ils imposent ainsi que le nombre de paramètres à tester ne nous ont pas permis de les mettre en œuvre selon un plan d'expérience [Goupy 1997]. En effet, cinq paramètres (= facteurs) comportant chacun au minimum trois niveaux étaient à prendre en compte. Dans le cas d'un plan complet, environ 1000 essais auraient été nécessaires. Par ailleurs, l'élaboration d'un plan réduit aurait impliqué de réaliser un nombre conséquent d'essais préliminaires afin de déterminer les interactions existantes entre certains facteurs et donc de simplifier le modèle mathématique initial. C'est-à-dire qu'effectuer ces essais de soudage selon un plan d'expérience n'aurait pas pu être réalisable aussi bien en terme de matériel qu'en terme de temps lors de cette thèse.

Cependant tout au long de ces campagnes d'expérimentation, nous avons pris soin d'une part de nous affranchir de l'influence de certains paramètres « parasites » en nous efforçant de les rendre les plus constants possible : c'est le cas par exemple du facteur « versée du métal d'apport » dont les variations ont été fortement minimisées grâce à l'introduction des cônes-entonnoirs en céramique. D'autre part, la plupart des configurations de paramètres testées ont été réalisées trois fois.

Rappelons enfin que l'objectif de ces essais en laboratoire n'est pas tant de reproduire une « soudure antique » que d'étudier les paramètres qui contrôlent le procédé de soudage par fusion au bronze liquide et donc de comprendre comment les fondeurs antiques réussirent à les maîtriser, savoir-faire sur lequel reposait la fabrication de la grande statuaire en bronze.

3.1.1.2. La composition de l'alliage du métal de base et du métal d'apport

Des plaques de bronze de trois alliages binaires ont été coulées à la fonderie de Coubertin : CuSn5, CuSn10, CuSn15. C'est à partir d'elles qu'ont été usinées les éprouvettes de métal modélisant les deux pièces à joindre et qu'a été préparé le métal d'apport pour le soudage.

3.1.1.3. La température de coulée du métal d'apport

Nous faisons varier la température de coulée, Tc, du métal d'apport lorsqu'il est versé entre les deux pièces à joindre.

3.1.1.4. La température de préchauffage du métal de base

Le préchauffage des pièces à joindre se fait au moyen du dispositif chauffant fabriqué par le CEMHTI. Le réglage de la tension s'effectue en fonction de la mesure de la température des pièces via les thermocouples. Le préchauffage des pièces doit être limité aussi bien du point de vue de la durée que de la température appliquée. En effet, il peut provoquer le recuit du bronze qui se traduit par sa recristallisation. Or, si les examens métallographiques de macro-prélèvements réalisés sur des bronzes antiques révèlent que ce phénomène est observable dans la zone affectée thermiquement à proximité de la zone de soudure, il n'est jamais généralisé à l'ensemble de la coulée primaire. Compte-tenu de cette remarque, les pièces sont préchauffées au dernier moment (juste avant la réalisation d'une soudure) et à une température comprise entre 100 et 400°C environ, sachant que le recuit complet d'un bronze à 10%m en étain peut débuter à partir de 500°C [Barbery 1991].

3.1.1.5. Flux de soudure

Le choix des substances est avant tout fonction des découvertes faites lors des études technologiques du pied colossal de Clermont-Ferrand (traces de phosphore dans le métal de soudure) [Darblade-Audoin et Mille 2008], du bras d'Essegney (présence de nodules de cuivre non allié dans le métal de soudure) [Caumont et *al* 2006]. En outre, l'utilisation de ces matériaux doit être considérée comme plausible avec la période antique.

- les sources possibles des nodules de cuivre non alliés : la malachite $(Cu_2(CO_3)(OH)_2)$, la turquoise $(CuAI_6(PO_4)_4(OH)_8 \bullet 4(H_2O))$, oxydes de cuivre (Cu_2O) , du cuivre non allié en copeaux.

- les sources possibles de phosphore : guano (comportant des phosphates d'ammonium NH_3HPO_4 entre autre), cendres d'os, la turquoise (CuAl₆(PO₄)₄(OH)₈•4(H₂O)), NH_3HPO_4 pur.

Ces substances sont déposées sur les surfaces des pièces à joindre qui sont en contact avec le métal d'apport (Fig.3.8). Ce dépôt a souvent nécessité le recours à des liants tels que de l'eau, de l'huile d'olive, ou encore de l'huile de lin.

Même si la liste des substances testées n'est visiblement pas exhaustive et peut paraître très arbitraire, la caractérisation de leurs actions sur le procédé soudage par fusion au bronze liquide nous permet d'accéder à une meilleure compréhension des mécanismes qui le contrôlent.

3.2. Protocole opératoire des simulations expérimentales

3.2.1. Métal de base (coulée primaire) : préparation des plaquettes de bronze

3.2.1.1. Elaboration des pièces de bronze

De grandes plaques de bronze binaire (50 x 80 x 0,5 cm) à 5, 10, 15 %m en étain ont été coulées par la fonderie de Coubertin (Fig. 3.6), à partir de cuivre et d'étain non alliés et quasiment purs [Yang S 2007]. Les compositions élémentaires ont été choisies de manière à représenter les différents alliages élaborés pour la fabrication des grands bronzes antiques (cf chap. 2), en demeurant dans les cas simples des alliages sans plomb.

Les pièces à assembler (coulées primaires) sont modélisées par des éprouvettes de bronze de 50 mm x 25 mm découpés dans ces plaques.



Figure 3.6 : à gauche, coulée d'une plaque de bronze à la Fonderie de Coubertin (B. Mille et Ch. Bery) ; à droite, pré-découpage de la plaque à 10%m en étain en bandes de 2,5 cm de largeur.

3.2.1.2. Préparation au soudage : usinage

Dans le chapitre 2, nous avons classé les différents types de jonctions soudées de la grande statuaire antique en bronze selon deux grandes catégories : « sur métal » ou « sur réfractaire ». Les éprouvettes sont usinées de manière à pouvoir mettre en œuvre ces deux variantes (Fig. 3.7) :

Notre modèle est simplifié géométriquement parlant, puisque nos pièces ne sont pas tridimensionnelles comme les celles d'une statue par exemple. Grâce à cela, la mise en œuvre d'une soudure est beaucoup plus facile et rapide, ce qui a permis de multiplier les essais. Par ailleurs, la longueur du joint soudé est largement inférieure au cas général. Il apparaît ici que cela nous place dans des conditions plus défavorables que pour les statues antiques. En effet, étant donné la faible longueur

du canal, les quantités de métal qui vont y circuler sont beaucoup plus limitées, ce qui implique une inertie thermique moins influente. De plus, nous ne testons pas les élargissements en cuvette qui auraient permis l'accumulation de métal et donc un meilleur de transfert de chaleur.









Préparation pour un soudage "sur réfractaire"



Figure 3.7 : deux principales variantes de préparation au soudage sont pour l'heure reconnues. - la préparation au soudage « *sur métal* » (Fig. **3.7**, à gauche) : le métal de base des deux pièces à joindre est préparé en creusant le bronze dans son épaisseur pour la réalisation d'un canal dans lequel le métal d'apport est versé. On pourrait assimiler cette procédure à une préparation en chanfrein.

- la préparation au soudage « *sur réfractaire* » (Fig. **3.7**, à droite) : un espace est laissé entre les deux pièces à joindre et l'on vient directement y couler le métal de soudure. Un lit réfractaire devait donc être mis en place pour empêcher les fuites de métal à l'intérieur de la statue. En termes modernes, on parlerait de soudage sur latte.

3.2.1.3. Nettoyage des surfaces

Le bronze (Cu-Sn) se recouvre d'une couche d'oxydes de cuivre et d'étain qui peut gêner l'action du métal d'apport sur le métal de base [Arnaud et *al* 1985, Bramat 2007]. Les surfaces des pièces participant à l'élaboration du joint subissent alors un nettoyage mécanique (fraisage) suivi d'un dérochage afin de l'éliminer. Le choix du réactif de dérochage est dépendant de la nature du métal. Le dérochage consiste en l'immersion des surfaces dans une solution d'acide nitrique (30%), accompagnée d'un nettoyage mécanique à l'aide d'une éponge grattoir.

Une fois la couche d'oxyde dissoute, les pièces sont enfin rincées abondamment à l'eau distillée et séchées afin de stopper la réaction.

Cette procédure intervient juste avant le dépôt éventuel d'un flux (Fig. 3.8), et sinon, juste avant la réalisation d'un essai de soudure afin de limiter une nouvelle formation d'oxyde, à la suite d'une exposition prolongée à l'air.





Figure 3.8 : de gauche à droite, avant et après dépôt de turquoise finement broyée sur les bords des pièces à assembler

3.2.2. Métal d'apport (coulée secondaire) : composition et fusion

3.2.2.1. Elaboration du métal d'apport

Le métal d'apport est élaboré à partir des chutes des plaques servant à la fabrication des éprouvettes. Une masse connue de bronze est placée dans un creuset en graphite. Quelques morceaux de charbon y sont ajoutés afin de prévenir l'oxydation à haute température. Le charbon brûle avec l'oxygène (production de monoxyde de carbone CO), constituant ainsi une atmosphère réductrice localisée au niveau de l'interface métal-air.

La fusion du bronze est réalisée dans un four à chambre Nabertherm LH 15/14 ($T_{maximale} = 1400$ °C qui est associé à un programmateur C250 (Mb1) du même constructeur. La température de travail est l'un des paramètres que nous faisons varier (cf plus loin).

3.2.2.2. Ajout d'un marqueur chimique, le Nickel

Un marqueur chimique [Deans et Carlisle 2007] est un élément ou une molécule facilement détectable par les techniques d'analyses physico-chimiques. Son ajout au sein du métal d'apport doit nous permettre de suivre les déplacements de matière qui sont intervenus lors du soudage par fusion au bronze liquide. Ainsi, le marqueur doit être apporté en quantité suffisante pour pouvoir être détecté tout en n'induisant pas de modification significative de l'alliage Cu-Sn. Le nickel (Z=28) est un métal qui ressemble beaucoup au cuivre (Z=29) [Schumacher 1986]. Ces deux métaux vérifient les règles empiriques établies par Hume-Rothery [Narula et *al* 1989] : leur différence de rayon atomique est inférieure à 15%, ils possèdent les mêmes structures cristallines (cfc), ils ont une valence identique (II) et leur électronégativité est proche. Aussi, nickel et cuivre sont solubles à l'état solide à température ambiante. Cette propriété est confirmée par le diagramme de phase associé.

L'ajout de nickel ne modifie pas la microstructure du bronze à 10%m en étain (dendrites de phase α et phase eutectoïde (α + δ)) jusqu'à 3 %m de nickel environ, dans les conditions de fonderie. Au-delà, il y a, en plus de la phase α , apparition des phases γ et β [ASM Handbook 1973].

3.2.3. Matériel de coulée

3.2.3.1. Porte-échantillon

Le porte-échantillon (Fig. 3.9) a été construit en collaboration avec le CNAM (Conservatoire National de Arts et Métiers) de telle sorte qu'il réponde aux contraintes suivantes : le maintien des éprouvettes pendant le soudage et la circulation du métal dans le canal, avec la possibilité de modifier le débit via l'inclinaison du plan de coulée.



Figure 3.9 : Porte échantillon élaboré pour les essais en laboratoire de soudage par fusion au bronze liquide ©C2RMF, B. Mille

3.2.3.2. Plaquette préchauffante

Grâce à une collaboration avec le CEMHTI (UPR 3079, Conditions extrêmes et Matériaux : Hautes températures et Irradiations) et dans le cadre d'un stage ingénieur en préalable à nos travaux, un dispositif chauffant a été construit de telle sorte qu'il puisse préchauffer jusqu'à 400°C les pièces de bronze à joindre, tout en étant adapté au porte échantillon (Fig. 3.10). Il est constitué d'une plaque de céramique comportant des cavités à l'intérieur desquelles est entrelacée une résistance. Le dispositif est relié à l'alimentation par l'intermédiaire de deux fils isolés thermiquement. Le réglage de température s'effectue en faisant varier la tension aux bornes d'un générateur de tension continue, et est contrôlé grâce à des thermocouples placés sur ou dans les pièces à préchauffer (cf § 4.1).



Figure 3.10 : le dispositif préchauffant (en noir) est monté sur une pièce de réfractaire adaptée aux dimensions du porte-échantillon. Les deux fils sortant de la plaquette permettent l'alimentation en électricité de celle-ci.

3.2.3.3. Disposition des pièces au sein du porte-échantillon

Les pièces de bronze préalablement préparées sont disposées (Fig. 3.11) entre deux plaques de céramique réfractaire de 15 mm d'épaisseur, recouvrant toute leur surface. Rappelons que le dispositif préchauffant est intégré au réfractaire inférieur. L'ensemble est maintenu grâce à une barre venant directement se visser sur le porte-échantillon. Le réfractaire supérieur est percé au niveau de l'entrée du canal. L'ensemble est placé au dessus d'un bac de sable pour la récupération du métal éjecté depuis l'extrémité distale du canal (cf § 5.1).



Figure 3.11 : en haut à gauche, les deux pièces de bronze à assembler sont placées au sein du porte-échantillon au dessus de la plaquette préchauffante ; en bas à gauche (vue du dessus) et à droite (vue de face), les pièces de bronze sont recouvertes d'un morceau de réfractaire. Des thermocouples permettent de suivre les variations de température subies par les pièces de bronze.

3.2.3.4. L'inclinaison du porte-échantillon

Pour la grande majorité des essais, le porte-échantillon est maintenu à l'horizontal ou bien légèrement incliné vers le bas (angle max : 6°) dans le sens de la coulée du métal d'apport afin d'en faciliter la circulation grâce à la gravité. Mais dans le cas des essais E44, E45 et E50, l'inclinaison fut inversée (vers le haut) afin de tenter de ralentir le débit du métal d'apport et d'obtenir un meilleur remplissage du canal.

3.2.3.5. Cônes de coulée

Les premiers essais de soudage (E1 à E37) ont été réalisés en versant le métal d'apport par une simple ouverture creusée dans le réfractaire (1,5 cm x 1 cm environ) (Fig. 3.11, en bas à gauche) à l'entrée du canal. Cependant, cette opération requérait adresse et précision. Elle nécessitait donc un certain temps d'ajustement afin de viser correctement d'une part, et ne permettait pas un réel contrôle de la vitesse du flux de matière, d'autre part. C'est pourquoi, des cônes en fibre céramique réfractaire (à usage unique) utilisés en fonderie ont été placés en guise d'entonnoir de coulée au niveau de l'entrée du canal (Fig. 3.12). Notons que quelques essais ont été réalisés avec d'autres cônes en céramique fabriqués à la Fonderie de Coubertin.
L'ouverture supérieure des cônes possède un diamètre entre 5 et 6 cm suivant le type considéré, pour une ouverture inférieure (entrée du métal dans le canal) d'environ 1,5 cm de diamètre, que nous nous sommes appliqués à maintenir constante d'un cône à l'autre. Enfin, la hauteur varie entre 5 et 7 cm selon la catégorie de cône.



Figure 3.12 : un cône en fibre céramique est placé au niveau de l'ouverture creusée dans le réfractaire, au dessus de l'entrée du canal.

L'utilisation de ces cônes nous permet non seulement de nous affranchir des conditions de coulées dues à l'opérateur d'une part, car le bronze liquide peut être versé plus facilement et rapidement grâce au cône (principe de l'entonnoir), et, d'autre part, de contrôler le débit d'alimentation. En effet, « l'effet entonnoir » régule le flux d'entrée du métal liquide au sein du canal aménagé entre les deux pièces à joindre.

4. Méthodes de caractérisation

4.1. Données thermiques

Comme nous l'avons constaté au chapitre 2, la température est l'un (si ce n'est *le* !) des paramètres clés présidant aux mécanismes des différents procédés de soudage et de brasage. Ainsi le suivi de ses variations apparaît-il comme incontournable pour pouvoir mener à bien notre étude du procédé de soudage par fusion au bronze liquide, employé par les fondeurs antiques lors de la fabrication de grands bronzes.

La première manière de mesurer la température est le contact entre le corps chaud et un thermocouple par exemple. Mais l'inconvénient majeur réside dans la vitesse de réaction d'un thermocouple qui ne peut pas mesurer suffisamment rapidement les brutales variations de températures que nous imposons au système. De plus, des problèmes d'accessibilité peuvent également intervenir. Une deuxième méthode de mesure de la température est la thermographie infrarouge.

4.1.1. Suivi thermique des éprouvettes de métal de base

4.1.1.1. Localisation des thermocouples

Les thermocouples [Bentley 1998] sont utilisés pour la mesure des températures. Leur principe de fonctionnement se base sur l'effet Seebeck. Ceux que nous employons pour suivre les variations de température de pièces de bronze à joindre sont de type S : ils sont constitués d'un alliage platine-rhodium (13%), adapté aux températures situées dans l'intervalle théorique [0°C – 1600°C] [NIST ITS-90].

Deux thermocouples sont placés sur (E1 à E37) ou dans (E38 à E73) chacune des deux pièces de bronze à joindre. Dans le premier cas, ils sont positionnés entre la surface supérieure des éprouvettes et le morceau de réfractaire qui les recouvre, à mi-longueur, tandis que dans le second cas, ils sont insérés dans des cavités creusées à mi-épaisseur et mi-largeur, sur 1 cm de profondeur environ (Fig. 3.13).



Figure 3.13 : localisation des thermocouples sur les pièces à joindre.

4.1.1.2. Mesure de la température de préchauffage et de la température maximale atteinte par les pièces à joindre durant le processus de soudage

Si les thermocouples nous permettent tout d'abord de contrôler la température initiale des pièces à joindre et la température de préchauffage s'il y a lieu (T₀). Ils renseignent ensuite sur leur évolution thermique au moment de la coulée du métal d'apport au sein du canal. On observe en particulier systématiquement pour chaque éprouvette un pic de température qui correspond à la température maximale atteinte (T_{max1} et T_{max2}) (Fig. 3.14). Même si elle ne nous donne pas directement accès au pourcentage de fusion des bords du métal de base, il est clair que l'intensité de ce maximum est directement reliée à l'efficacité du transfert thermique. Ces données sont particulièrement utilisées lors de l'étude comparative des effets de chaque paramètre testé qui sera développée dans les paragraphes ci-après.



Figure 3.14 : graphique du suivi thermique des deux pièces à assembler (essai E54, sans préchauffage). La voie 1 (bleu) et la voie 2 (rouge) correspondent aux prises de température des deux pièces à assembler.

4.1.2. Mesure de la température de coulée du métal d'apport par thermographie infrarouge

Le four de fusion est programmé selon une température de consigne. La chambre est chauffée par résistances jusqu'à cette température, sous le contrôle des thermocouples internes. Si ces derniers mesurent la température atmosphérique de la chambre, ils ne permettent pas de connaître la température du métal fondu à l'intérieur du creuset. De plus, entre la sortie du creuset du four et le processus de soudage intervient un certain délai plus ou moins contrôlable qui provoque un abaissement de la température du métal d'apport.

Le comportement thermique du métal d'apport est enregistré par une caméra thermique Thermacam SC 3000, qui nous a été prêtée dans le cadre de notre collaboration avec le CEMHTI d'Orléans (cf annexe n°08). Nous pouvons ainsi accéder à sa température au moment où il est versé entre les deux pièces à joindre (Fig. 3.15). Néanmoins, ne connaissant pas la valeur exacte de l'émissivité du bronze en fusion dans l'infrarouge, l'intensité d'émission mesurée ne nous permet d'accéder en réalité qu'à une température apparente du métal d'apport.



Figure 3.15 : localisation de la prise de température apparente du métal d'apport sur l'enregistrement d'un essai de soudage en laboratoire.

4.1.3. Quantité et débit de métal d'apport ayant circulé dans le canal

L'efficacité du soudage par fusion est indissociable de la quantité de chaleur transférée. Rappelons qu'au chapitre 2 nous avons mis en évidence que le métal d'apport constitue la source principale de chaleur du procédé de soudage antique. Par conséquent, plus la quantité de métal en fusion ayant circulant dans le canal est grande, plus le transfert thermique vers les surfaces à souder sera important. Pour chaque essai, la quantité de bronze qui a circulé comprend le métal présent dans le canal et celui qui en est ressorti (si il y en a eu) (Fig. 3.16). Connaissant la géométrie et les dimensions du canal, la densité des différents bronzes (d(CuSn5) = 8,84; d(CuSn10) = 8,76; d(CuSn15) = 8,68) et la masse de bronze éjecté, nous avons évalué la quantité de bronze qui a circulé au sein du canal.



Figure 3.16 : métal d'apport considéré comme ayant circulé au sein du canal entre les deux pièces à joindre.

Lors de la réalisation des essais, nous nous sommes rendus compte que pour une même quantité de bronze d'apport versé, la durée de sa coulée n'était pas forcément régulière et devait donc aussi dépendre des différents paramètres testés (en particulier les flux). Ainsi, à l'aide des enregistrements effectués avec la caméra thermique, avons-nous également relevé la durée de chaque coulée afin d'en calculer le débit (en g/s). Il s'agit du temps s'écoulant entre la sortie de la première goutte de métal et celle de la dernière.

4.2. Radiographie

Les grands principes de fonctionnement de la radiographie sont exposés au chapitre 1.

Pour les essais de soudure, le paramétrage reposait sur :

- la distance entre la source de rayonnement et l'objet : 1 m
- le temps d'exposition : 6 min
- la tension : 120 kV

Sur les radiographies (essais 47 à 73 uniquement), la zone soudée par fusion se distingue par la disparition plus ou moins complète des bords des pièces à joindre. Sa longueur est mesurée et évaluée en pourcentage par rapport à la longueur initiale à joindre (Fig. 3.17).

Remarquons que nous ne prenons ici en considération que la zone parfaitement soudée par fusion alors que, comme le révèlent les études métallographiques, une grande partie des essais sont en réalité soudés ou brasés ponctuellement sur toute la longueur du joint, (cf § 5.3). Mais ces points d'assemblage sont trop petits pour pouvoir être constatés par simple observation des radiographies.

longueur de la :	zone soudée	

Figure 3.17: mesure de la zone entièrement soudée par fusion sur la radiographie de l'essai E59, ©C2RMF, T.Borel.

En plus de fournir une vue d'ensemble de l'assemblage réalisé, les radiographies de ces soudures expérimentales peuvent aussi être considérées comme un premier élément de comparaison avec les clichés des soudures réalisés sur les grands bronzes antiques (Fig. 3.18).



Figure 3.18 : à gauche, radiographie de l'essai E73 ©C2RMF, J. Marsac ; à droite, radiographie d'une soudure en cuvette d'un fragment (C2RMF 69362) issu d'une statue équestre monumentale, 1^{er} s. ap. J. C., musée d'Evreux, Evreux ©C2RMF, T. Borel

4.3. Etude des coupes métallographiques

Même si, avec la radiographie, on accède à une vision globale des soudures obtenues en laboratoire selon le procédé de soudage par fusion au bronze liquide, l'examen métallographique reste la source d'information la plus précise pour caractériser l'influence des paramètres physico-chimiques qui le contrôlent.

Les échantillons doivent avant tout subir une préparation minutieuse (cf annexe n°09) afin de permettre d'en réaliser une analyse juste et efficace. La plupart de coupes métallographiques ont été préparées au C2RMF. Cependant une vingtaine de préparations (E46 à E69) ont été conduites au de Gênes lors d'une formation (d'un mois en février-mars 2012) financée grâce à une bourse délivrée par le réseau CAIRN dans le cadre du programme d'Incitation au Transfert de Compétences (ITC) [Azéma 2012].

Pour chaque échantillon issu des essais de soudage en laboratoire, la découpe a été orientée de manière à accéder aux trois zones suivantes (Fig. 3.19):

- la *Zone 1* se situant au niveau de l'entrée du métal d'apport dans le canal : la découpe est réalisée dans une zone où nous avons la certitude qu'il y a eu fusion partielle du métal de base et donc là où on peut considérer que le soudage a réussi. Ce choix se fait à partir des observations directes de l'essai (au dessus et en dessous des plaques soudées) mais aussi à partir des radiographies. La coupe est transversale.

- la *Zone 2* correspondant à la partie médiane de l'essai : la coupe est longitudinale afin d'évaluer la proportion de zone soudée. Deux variantes ont été réalisées : dans le cas d'un soudage sur réfractaire, la section observée correspond à une vue du dessus du canal, c'est-à-dire que l'on pourra observer ses parois droite et gauche. Dans le cas d'un soudage sur fond de métal, la coupe longitudinale est réalisée de manière à examiner le fond du canal.

- la *Zone 3* se situant vers la sortie du métal de soudure : cette zone a été beaucoup moins affectée thermiquement que la zone 1. On s'attend particulièrement à retrouver des traces de flux non transformé. La coupe est transversale.



Figure 3.19 : schéma général de découpe sur essais de soudure obtenus en laboratoire.

NB : Certaines coupes n'apparaissent pas dans l'étude métallographique (parfois la zone 2, et souvent la zone 3). Cela est dû au fait que les pièces à joindre (métal de base) ainsi que le joint formé par le métal d'apport se sont complètement dissociés (aucun point de soudure).

Chaque coupe est ensuite enrobée dans une résine afin de faciliter son appréhension, avant d'être poli jusqu'à obtention d'une surface-miroir, condition nécessaire à l'observation de la microstructure. L'attaque chimique permet de révéler les éléments constitutifs de la microstructure (nature des phases, texture, grains...). Une fois la préparation achevée, l'examen métallographique s'effectue par microscope optique et par microscope électronique à balayage (cf annexe n°10 et n°11). L'étude est complétée avec des microanalyses élémentaires EDS et PIXE (cf annexe n°11 et 12).

5. Résultats



5.1. Déroulement d'un essai de soudage en laboratoire

Figure 3.20 : organisation du montage pour les essais de soudage par fusion au bronze liquide au sein de la plateforme « hautes températures » du C2RMF.

Une fois le montage (installation de pièces à joindre, du système de réfractaire, du cône de coulée...) ainsi que les appareils de suivi (caméra infrarouge, thermocouples, caméra) mis en place (Fig. 3.20), les essais de soudage peuvent être réalisés :

Une masse donnée de bronze, de composition identique à celle des pièces que l'on souhaite joindre, est fondue dans un four à chambre. Une fois le montage réalisé autour des éprouvettes (Fig. 3.21, A) et le métal d'apport porté à la température souhaitée, ce dernier est retiré du four par l'opérateur pour être versé rapidement dans le cône de coulée (Fig. 3.21, B). Dans une première phase, le bronze en fusion circule au sein du canal et s'écoule dans le bac de récupération (Fig. 3.21, C). Ce faisant, il porte progressivement les bords des pièces à joindre à la température requise pour obtenir la soudure. Ensuite, deux cas de figures peuvent se présenter. L'écoulement du métal est stoppé soit directement par sa solidification et le canal s'obstrue spontanément (Fig. 3.21, D), soit par un second opérateur qui bouche la sortie du canal avec un piston au bout duquel est fixé un réfractaire (Fig. 3.21, E). Cette seconde manœuvre n'a pu être appliquée que dans le cas d'essais lors desquels nous avions été capables de mieux maîtriser l'écoulement du métal d'apport, et donc le transfert thermique nécessaire à l'obtention d'une soudure par fusion. Enfin, après refroidissement, la soudure est récupérée après

démontage de l'ensemble. L'excès de métal contenu dans le cône est retiré des pièces soudées avant leur examen (Fig. 3.21, F).



Figure 3.21 : déroulement en images d'un essai de soudage par fusion au bronze liquide au sein de la plateforme « haute-températures » du C2RMF.

5.2. Tableau de résultats bruts

Le tableau présenté ci-après rassemble les paramètres ainsi que les données récoltées ou calculées à partir des différents essais de soudage par fusion au bronze liquide conduits en laboratoire.

Essai	%Sn	%Ni	Température apparente de coulée (°C)	Température de consigne du four (°C)	Température maximale atteinte par les pièces à joindre	Masse de bronze fondu (g)	Masse de bronze ejecté (g)	Volume du canal vide (cm3)	Taux de remplissage du canal (%)	Masse de bronze ayant circulé (g)	Durée de la coulée (s)	Débit (g/s)	Température initiale des éprouvettes (°C)	Nature du flux	Préparation au soudage	Cônes de coulée	Coulée stoppée	Longueur de la zone de soudure effective (mm)	Taux de soudage par fusion sur la longueur du cordon (%)	Remarques	épaisseur MB fondu à 1,5 cm	Préparation au soudage et autre
E1	15		930	ND	ND	ND	0.00	0.83	200	ND	ND	ND	20.00	-	sur métal	-	-	ND	ND	Pas de couvercle réfractaire: débordement de métal/métal d'apport (15%Sn) différent métal de base (5%Sn)	ND	sur métal
E2	15	-	1050	ND	ND	ND	ND	0.83	100	ND	ND	ND	20.00	-	sur métal	-	-	ND	ND	-	ND	sur métal
E3	15	-	1000	ND	ND	ND	0.00	0.83	80	ND	ND	ND	20.00		sur métal	-	-	ND	ND	-	ND	sur métal
E4	15	-	1082	ND 1225	ND 270	ND	0.00	0.83	30	ND	ND	ND	20.00	-	sur metal	-	-	ND	ND		ND	sur métal
EIDIS	10	-	ND	1225	370	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	20.00	-	sur metal	-	-	ND	ND	déplacement du couvercle	ND	sur metal
F3his	10	-	ND	1225	246	ND	0.00	1.50	89	11.69	ND	ND	20.00	-	sur métal		-	ND	ND	deplacement du couvercle	ND	sur métal
F4his	10	-	ND	1225	274	ND	0.00	1.55	96	13.03	ND	ND	20.00	-	sur métal	-	-	ND	ND	-	ND	sur métal
ES	5	-	ND	1275	290	41	5.00	1.75	100	20.33	ND	ND	20.00	-	sur métal	-	-	ND	ND	-	ND	sur métal
EG	5	-	ND	1220	239	38	3.00	0.83	99	10.15	ND	ND	20.00	-	sur métal	-		ND	ND	pas de coupe metallo	ND	sur métal
E8	5		ND	1270	_	56	0.00	1.00	52	4.56	ND	ND	20.00		sur métal	_	-	ND	ND	pas de coupe metallo	ND	sur métal
E9	5		ND	1260	236	54	0.00	1.00	37	3.24	ND	ND	20.00	_	sur métal	_	_	ND	ND	pas de coupe metallo	ND	sur métal
E10	5	- 27	ND	1310	305	103	3.00	1.05	100	12.20	ND	ND	20.00		sur métal		-	ND	ND	pas de coupe metallo	ND	sur métal
E11	5	-	ND	1310	257	104	0.00	0.45	69	2.72	ND	ND	20.00	_	sur métal	-	_	ND	ND	pas de coupe metallo	ND	sur métal
E12	10	_	1089	1150	197	103	5.80	1.20	100	16.31	0.33	49.43	20.00	_	sur métal	-	_	ND	ND	pas de coupe metallo	ND	sur métal
E13	10	-	ND	1200	264	104	14.70	0.79	100	21.62	0.40	54.05	20.00	-	sur métal	-	-	ND	ND	pas de coupe metallo	ND	sur métal
E14	10	-	ND	1200	78	109	44.00	1.49	32	48.18	ND	ND	20.00	malachite	sur métal	-	-	ND	ND	Le métal d'apport à circulé dans le canal sans y rester, d'où le remplissage partiel	ND	sur métal
E15	10	-	ND	1200	153	102	25.00	1.14	80	32.99	ND	ND	20.00	malachite	sur métal	-	-	ND	ND	Le métal d'apport à circulé dans le canal sans y rester, d'où le remplissage partiel	ND	sur métal
E16	10	-	ND	1200	198	103	30.00	1.31	72	38.26	ND	ND	20.00	malachite	sur métal	-	-	ND	ND	Le métal d'apport à circulé dans le canal sans y rester, d'où le remplissage partiel	ND	sur métal
E17	10	-	1098	1200	219	101	0.00	0.83	ND	ND	ND	ND	103.00	-	sur métal	-	-	ND	ND	Un morceau de charbon a bouché le canal de coulée et a empéché le bronze de circuler	ND	sur métal
E18	10		ND	1200	468	100	9.11	1.30	100	20.50	ND	ND	329.00	_	sur métal	_		ND	ND		ND	sur métal
E19	10	_	1118	1200	477	100	3.25	1.40	100	15.51	0.48	32.32	307.00	_	sur métal	_	_	ND	ND		ND	sur métal
E20	10	-	1115	1200	444	100	18.60	1.30	100	29.99	0.50	59.98	298.00	_	sur métal	_	-	ND	ND	Ĵ.	ND	sur métal
E21	10	_	1123	1200	386	102	5.60	1.27	100	16.73	0.30	55.75	201.00		sur métal	_	-	ND	ND		ND	sur métal
E22	10	- 27	ND	1200	363	100	18.51	0.90	100	26.36	ND	ND	201.50	-	sur métal	-		ND	ND	-	ND	sur métal
E23	10	_	1127	1200	264	101	2.69	0.85	100	10.15	0.20	50.77	100.50		sur métal	-	-	ND	ND	-	ND	sur métal
E24	10		ND	1200	180	101	0.00	0.83	ND	ND	ND	ND	101.00		sur métal	-	-	ND	ND	Le métal n'a pas circulé	ND	sur métal
E25	10	-	1140	1200	189	101	1.00	0.91	100	8.97	0.14	64.08	99.60	-	sur métal	-	-	ND	ND	-	ND	sur métal
E26	10	-	1128	1200	348	101	0.00	0.83	100	7.29	0.02	364.42	198.00	-	sur métal	-	-	ND	ND	-	ND	sur métal
E2/	10	-	1056	1200	255	101	0.83	0.83	100	8.06	0.07	115.10	101.00	-	sur metal	-	-	ND	ND	-	ND	sur metal
E28 E20	10	-	1105	1200	1/2	101	0.00	0.83	100	7.11	0.00	71.12	29.00	-	sur metal	-	-	ND	ND	-	ND	sur metal
F30	10	-	1105	1200	237	100	1.20	0.91	100	9.17	0.10	91.72	25.00	-	sur métal	-	-	ND	ND	-	ND	sur métal
E31	10	-	1051	1200	215	100	2.51	0.74	100	9,01	0.15	60.07	29.00	-	sur métal	-	-	ND	ND	-	ND	sur métal
E32	10	-	ND	1200	ND	101	0.00	ND	ND	ND	ND	ND	20.00	-	sur métal	-	-	ND	ND	– Montage détruit	ND	sur métal
E33	10	-	1108	1200	ND	100	0.92	0.86	100	8.41	0.12	70.08	20.00	-	sur métal	-	-	ND	ND		ND	sur métal
E34	10		1115	1200	201	100	26.44	0.80	100	33.40	0.90	37.12	29.00	colle de poisson	sur métal	_	_	ND	ND	-	ND	sur métal
E35	10	_	1138	1200	ND	100	27.27	0.90	70	32.79	0.58	56.53	23.00	colle de poisson	sur métal			ND	ND		ND	sur métal
E36	10		1113	1200	290	101	17.20	0.87	100	24.82	0.44	56.41	24.50	huile d'olive	sur métal		-	ND	ND	-	ND	sur métal
E37	10	-	1104	1200	267	100	22.00	0.93	100	30.15	0.62	48.62	27.20	malachite+huile d'olive	sur métal	-	-	ND	ND		ND	sur métal
E38	10	2	ND	1200	434	300	4.00	0.83	100	11.27	ND	ND	343.00	-	sur métal	cône fibre avec filtre	÷-	ND	ND	Oxydation trop forte (préchauffage trop long?) et le filtre gène la coulée	ND	sur métal/cône avec filtre/dérochage HNO3
E39	10	2	ND	1200	456	300	15.00	0.83	100	22.27	ND	ND	353.00	-	sur métal	cône fibre	-	ND	ND	-	ND	Sur
E40	10	2	ND	1200	533	300	289.00	1.25	98	299.73	ND	ND	380.00	_	sur réfractaire	cône fibre	_	36.40	72.80		10.00	coulée sur
E41	10	2	1160	1200	468	300	25.00	0.83	96	31.94	0.80	39.92	384.00	huile d'olive	sur métal	cône fibre	-	16.10	32.20	Huile brulée : grosse couche d'oxydation	0.03	sur métal/cône/dérochage HNO3

Essai	%Sn	%Ni	Température apparente de coulée (°C)	Température de consigne du four (°C)	Température maximale atteinte par les pièces à joindre	Masse de bronze fondu (g)	Masse de bronze ejecté (g)	Volume du canal vide (cm3)	Taux de remplissage du canal (%)	Masse de bronze ayant circulé (g)	Durée de la coulée (s)	Débit (g/s)	Température initiale des éprouvettes (°C)	Nature du flux	Préparation au soudage	Cônes de coulée	Coulée stoppée	Longueur de la zone de soudure effective (mm)	Taux de soudage par fusion sur la longueur du cordon (%)	Remarques	épaisseur MB fondu à 1,5 cm	Préparation au soudage et autre
E42	10	2	1161	1200	524	300	95.00	0.83	67	99.84	2.10	47.54	403.00	malachite + huile d'olive	sur métal	cône fibre	-	35.00	70.00	-	0.05	sur
E43	10	2	1163	1200	473	300	275.00	0.83	98	282.08	4.40	64.11	343.00	poudre d'os + eau	sur métal	cône fibre	_	14.00	28.00	-	0.02	Sur
E44	10	2	ND	1200	483	300	180.00	0.83	98	187.08	0.92	203.35	374.00	malachite broyée + eau	sur métal	cône fibre	-	8.90	17.80	Inclinaison du porte-échantillon inversée	0.01	métal/cône/dérochage HNO3
E45	10	2	1162	1200	534	300	292.00	0.83	99	299.15	3.40	87.99	392.00	malachite broyée + huile d'olive	sur métal	cöne fibre	-	20.00	40.00	Inclinaison du porte-échantillon inversée	10.80	sur métal/cône/dérochage HNO3
E46	10	2	1161	1200	478	300	33.00	0.83	99	40.15	1.00	40.15	382.00	fins copeaux de Cu non allié + colle de poisson	sur métal	cône fibre	-	ND	ND	Le flux s'est transformé en une épaisse couche noire	ND	sur métal/cône/dérochage HNO3
E47	10	2	1135	1200	466	300	40.00	0.83	ND	40.00	1.10	36.36	370.00	beurrage au Cu non allié	sur métal	cône fibre	-	11.00	22.00		0.01	sur
E48	10	2	nd	1200	678	300	30.00	0.83	100	37.23	1.00	37.23	481.00	malachite broyée + huile	sur métal	cône fibre	-	3.00	6.00	Trop oxydée/trop d'huile?	0.00	Sur
E49	10	2	1154	1200	249	300	86.00	0.83	100	93.23	1.74	53.58	20.00	malachite broyée + huile d'olive	sur métal	cône fibre	-	13.00	26.00	-	0.02	sur métal/cône/dérochage HNO3
E50	10	2	1068	1200	395	300	16.00	0.83	100	23.23	0.62	37.46	20.00	malachite broyée + huile de	sur métal	cône fibre	-	4.50	9.00	Inclinaison du porte-échantillon	0.00	sur
E51	10	2	1100	1200	488/473	300	294.00	0.83	75	299.42	9.10	32.90	245.00	guano marin dans de l'huile	sur métal	cône fibre	-	6.00	12.00		0.00	sur
E52	10	2	1110	1200	608	300	292.70	0.83	100	299.93	9.00	33.33	316.00	turquoize broyée + eau	sur métal	cone fibre	-	0.00	0.00	-	0.00	sui
E53	10	2	1078	1200	394	300	294.00	0.83	75	299.42	7.34	40.79	286.00	turquoize broyée + eau	sur métal	cône fibre	-	11.00	22.00	-	0.00	sur métal/cône/dérochage HNO3
E54	10	2	ND	1200	436	300	0.00	0.83	25	1.81	ND	ND	394.00	(NH4)2HPO4 en poudre/canal rempli	sur métal	cône fibre	-	0.00	0.00	Le metal a completement ete stoppé par le flux : canal non rempli	0.00	sur métal/cône/dérochage HNO3
E55	10	2	1145	1200	400	300	6.00	0.83	35	8.53	0.60	14.22	289.00	(NH4)2HPO4 en	sur métal	cône fibre	-	4.00	8.00		0.00	Sul
E56 E57	10	2	1134	1200	534 ND	300	83.00	0.83	100	90.23	2.00	33.42	263.00 ND	turquoize broyee + eau	sur métal	cône fibre	X	9.80	13.00	-	0.00	sur
E58	10	2	1114	1200	536	300	240.00	0.83	100	247.23	2.10	117.73	266.00	turquoize broyée + eau	sur métal	cône fibre	x	11.70	23.40	-	0.00	sur
E59	10	2	1176	1200	561	300	260.00	0.83	100	267.23	3.40	78.60	306.00	malachite broyée + eau	sur métal	cône fibre	x	16.70	33.40		0.80	sur
E60	10	2	1122	1200	510	300	161.00	0.83	100	168.23	2.70	62.31	311.00	malachite broyée + eau	sur métal	cône fibre	х	12.70	25.40		0.03	sur
E61	10	2	1174	1200	498	300	220.00	0.83	100	227.23	4.10	55.42	273.00	malachite broyée + eau	sur métal	cône fibre	×	14.20	28.40	-	0.03	sur métal/cône/dérochage HNO3/coulée stoppée
E62	10	2	1191	1200	461	300	4.00	0.83	76	9.49	0.30	31.64	221.00	(NH4)2HPO4 appliqué sous forme liquide au pinceau	sur métal	cône fibre	-	0.00	0.00	Préchauffage trop long: pièces trop oxydées	0.00	sur métal/cône/dérochage HNO3/coulée stoppée
E63	10	2	1175	1200	438	300	1.00	0.83	67	5.84	0.10	58.42	151.00	(NH4)2HPO4 appliqué sous forme liquide au pinceau	sur métal	cône fibre	-	0.00	0.00	-	0.00	sur métal/cône/dérochage HNO3/coulée stoppée
E64	10	2	1081	1200	550	600	189.00	0.83	125	198.03	2.30	86.10	261.00	malachite broyée + eau	sur métal	cône fibre	-	12.60	25.20	La coulée a été perturbée car le bec du creuset était mal positionné	0.00	dans réfractaire au dessus du canal/cône/dérochage
E65	10	2	1040	1200	722	600	540.00	1.25	80	548.76	6.70	81.90	318.00	malachite broyée + eau	sur réfractaire	cône céramique de Coubertin	-	30.80	61.60	Un morceau de charbon tombé dans le cône a géné la coulée	21.00	réfractaire/espace vidé dans réfractaire au dessus du
E66	10	2	1135	1200	476	600	30.00	0.83	110	37.95	2.10	18.07	279.00	malachite broyée + eau	sur métal	cône céramique de Coubertin	-	7.00	14.00	le métal a crépité à cause de l'humidité du cône	0.00	dans réfractaire au dessus du canal/dérochage
E67	10	2	1062	1230	580	600	202.00	0.83	105	209.59	2.30	91.13	225.00	malachite broyée + eau	coulée sur réfractaire	cône céramique de Coubertin	-	21.40	42.80	-	5.00	coulée sur réfractaire/espace vidé dans réfractaire
E68	10	2	1081	1230	436	600	30.90	0.83	110	38.85	1.50	25.90	189.00	oxyde de cuivre + eau	sur métal	cône céramique de Coubertin	-	5.70	11.40	_	0.00	chanfrein/espace vidé dans réfractaire au dessus du
E69	10	2	ND	1230	416	600	260.00	0.83	105	267.59	ND	ND	264.00	malachite broyée + eau	sur métal	cône céramique de Coubertin	-	6.50	13.00	-	0.00	chanfrein/espace vidé dans réfractaire au dessus du
E70	10	2	1137	1200	433	600	26.20	0.83	98	33.28	0.50	66.56	270.00	-	sur réfractaire	cône céramique de Coubertin	-	4.90	9.80	Préchauffage trop long: pièces trop oxydées	0.05	coulée sur réfractaire/dérochage HNO3/cônes
E71	10	2	1145	1200	730	600	440.00	1.25	96	450.51	7.60	59.28	309.00	oxyde de cuivre + eau	sur réfractaire	cône céramique de Coubertin	×	30.00	60.00	-	8.90	coulée sur réfractaire/dérochage HNO3/cônes
E72	10	2	1120	1200	ND	600	20.00	0.83	100	27.23	0.30	90.76	20.00	oxyde de cuivre + eau	sur métal	cône céramique de Coubertin	x	4.00	8.00	_	0.00	sur métal/cône/dérochage HNO3/coulée stoppée
E73	10	2	1090	1200	451	600	285.00	1.25	100	295.95	3.00	98.65	190.00	oxyde de cuivre + eau	sur réfractaire	cône céramique de Coubertin	x	26.00	52.00	-	4.80	coulée sur réfractaire/dérochage HNO3/cônes Coubertin/coulée

Tableau 3.1 : tableau bilan relatif aux essais expérimentaux de soudage en laboratoire.

5.3. Microstructures de solidification observées

Les descriptions et interprétations développées ci-après sont basées sur les examens de coupes métallographiques des différents essais de soudage, au microscope optique (avec ou sans attaque chimique) (cf annexe n°10) et au microscope électronique à balayage (cf annexe n°11) qui ont été confrontés aux analyses et cartographies élémentaires effectuées par EDS (couplée au microscope électronique à balayage) et par PIXE sur l'accélérateur AGLAE (cf annexe n°12). Une seule coupe métallographique a pu être étudiée via cette dernière technique : il s'agit de la zone 2 de l'essai E71 (Fig. 3.22).

Sur les coupes transversales et longitudinales des soudures expérimentales, nous avons identifié les différentes zones caractéristiques que sont le métal de base, la zone affectée thermiquement (ZAT), le métal d'apport ou la zone fondue (mélange entre le métal d'apport et le métal de base fondu).

En outre, nous avons mis en évidence trois cas de figures que nous avons rencontrés, parfois sur un même essai : des zones non soudées, des zones soudées par fusion et des zones brasées.



Figure 3.22 : à gauche, localisation de la cartographie du Ni sur la coupe métallographique de l'essai E71 (zone 2, attaque chimique au chlorure ferrique, image optique) ; à droite, cartographie PIXE du nickel (en bleu) : son intensité est proportionnelle à sa concentration.

5.3.1. Hors zone de soudure : cas général pour l'ensemble des essais

5.3.1.1. Métal de base non affecté thermiquement

Les éprouvettes utilisées pour modéliser les deux pièces à assembler (coulée primaire) par soudage ont été usinées à partir de plaques de bronze coulées à la fonderie Coubertin. Il s'agit d'un bronze binaire dont la teneur en étain s'élève à 10% en masse. La coulée primaire possède une structure dendritique de morphologie grossière (cristaux larges de plus de 500 μ m). La phase eutectoïde ($\alpha + \delta$) occupe l'espace interdendritique (Fig. 3.23).



Figure 3.23 : microstructure du métal de base à partir duquel sont usinées les pièces à joindre.

5.3.1.2 Métal d'apport

Le métal d'apport (coulée secondaire) est un bronze comportant 10% massique d'étain et environ 2% massique de nickel (utilisé comme marqueur chimique, pour les essais E38 à E73 uniquement). Une microstructure dendritique de taille et de morphologie variables est observée d'un essai à l'autre et suivant la zone du cordon de soudure considérée (cf paragraphes suivants). Néanmoins, elle est toujours plus fine que celle de la coulée primaire, ce qui traduit un refroidissement plus rapide. La phase eutectoïde ($\alpha + \delta$) occupant l'espace interdendritique forme de petits nodules répartis de manière homogène à l'intérieur des grains (Fig. 3.24).



Figure 3.24 : microstructure du métal d'apport ; à gauche la forme de la microstructure varie suivant la zone considérée ; à droite microstructure au centre du cordon (loin de la zone de soudure).

5.3.2. Zone Affectée Thermiquement (ZAT)

En partant du métal de base non affecté thermiquement, la ZAT (Fig. 3.25) débute lorsque, dans la microstructure du métal de base initialement de morphologie grossière et hétérogène, la phase eutectoïde se dissout dans les dendrites (la chaleur augmentant la solubilité de l'étain dans le cuivre). Elle continue avec la formation de nouveaux cristaux primaires de plus en plus homogènes et dont la forme polygonale s'accentue avec le temps d'exposition aux températures élevées. Notons que ce phénomène de recristallisation est particulièrement accentué en raison du fait que, rappelons-le, que les bords des pièces ont été traités mécaniquement pour leur usinage avant d'être exposés aux températures impliquées lors du procédé de soudage. La ZAT se termine avec le début de la cristallisation de la zone fondue (métal d'apport + métal de base fondu) ou du métal d'apport seul (cf paragraphes suivants).



Figure 3.25 : Zone Affectée Thermiquement (essai E66, image optique, attaque chimique au chlorure ferrique)

5.3.3. Solidification de zones non jointes

Les premiers tests, comme l'avaient déjà remarqué les différents auteurs, confirment la difficulté de réussir une soudure par fusion en versant simplement du métal liquide dans l'espace aménagé entre les deux pièces à joindre, en particulier à cause d'un transfert de chaleur insuffisant (fusion locale rare et refroidissement très rapide comme en témoigne l'espacement des branchements secondaires des dendrites du métal d'apport quatre fois plus petits que celui des dendrites du métal de base) (Fig. 3.26, à gauche). Par ailleurs, le mouillage du métal de base par le métal d'apport n'est jamais suffisant pour créer une liaison suffisamment forte qui résiste à la contraction du métal lors de la solidification (Fig. 3.26, à droite).



Figure 3.26 : à gauche, coupe métallographique d'un essai de soudage (E18, zone 1, attaque chimique colorée au réactif de Klemm 3, image optique) pour lequel il n'y a pas eu fusion du métal de base. La ZAT ne mesure que quelques micromètres (petits cristaux primaires) ; à droite, coupe métallographique d'un essai de soudage (E29, zone 1, image électronique) : la zone d'assemblage a été arrachée à cause de la contraction du métal d'apport lors de son refroidissement.

Finalement, cette situation est comparable à la coulée d'un métal dans une lingotière (Fig. 3.26)

[Bower et Granger 1998]:

- la zone de peau : lorsque la solidification débute, le refroidissement est brutal au niveau des parois des pièces à joindre. Il y a une forte surfusion permettant une germination abondante de petits cristaux qui se gênent mutuellement dans leur croissance. Ils sont fins (taille maximale 120 μm) et équiaxes (orientation aléatoire).
- la zone colonnaire ou basaltique: au fur et à mesure que la zone de peau se solidifie, le phénomène de surfusion devient moins intense alors que le gradient thermique est encore bien prononcé. En conséquence, il en résulte la croissance préférentielle de certains grains situés à la surface de la zone de peau plutôt que la germination de nouveaux grains. On assiste alors à la formation de

cristaux de forme allongée (taille~460 μ m) dont l'orientation suit le gradient thermique moyen (solidification dirigée).

la zone équiaxe centrale : la solidification du métal d'apport fait que celui-ci s'éloigne des parois du canal en raison du retrait. Le gradient thermique diminue significativement et la surfusion restante suffisent à provoquer la germination de nouveaux grains qui croissent lentement jusqu'à leur contact mutuel. Il en résulte la formation de grains grossiers équiaxes (jusqu'à 800 μm).



Figure 3.26 : coupe transversale d'un essai de soudage en laboratoire (essai E25, attaque chimique colorée au réactif de Klemm III, image optique) ; il n'existe aucune zone de liaison entre le métal de base (large microstructure) et le métal d'apport (fine microstructure).

5.3.4. Solidification de zones soudées par fusion

i. Comportement du bain de fusion : interaction entre le métal de base et le métal d'apport

Les examens révèlent la présence de zones caractéristiques d'un mécanisme de soudage par fusion. Le métal de base a clairement été porté à fusion, sur une épaisseur variable selon la quantité de chaleur qui a pu être apportée (Fig. 3.27, à gauche) : de manière générale, la zone de dilution diminue lorsqu'on s'éloigne de la zone d'entrée du métal d'apport dans le canal. Le métal de base sous forme liquide est alors parfaitement mouillé par le métal de base auquel il se mélange presque parfaitement (Fig. 3.27, à droite). En effet, sur l'exemple présenté en figure 3.27, on n'observe un gradient de concentration qui ne dépasse pas 0,5 mm environ, alors que dans cette zone, le métal de base a fondu

sur 2,5 mm. En outre, la présence de nickel au sein du métal de base non fondu à proximité de la zone fondue (ZAT) (légère croissance de la ligne de profil) implique qu'il y a eu également diffusion.



Figure 3.27 : à gauche, localisation de l'image électronique de droite sur la cartographie élémentaire PIXE du nickel ; à droite, ligne de profil du nickel réalisée par microanalyses EDS (image électronique).

5.3.4.1. Microstructure de solidification

La solidification de la zone fondue a débuté avec la croissance de nouvelles dendrites à partir de celles partiellement fondues constituant le métal de base, selon l'orientation du gradient de température des bords des pièces à joindre vers le centre du cordon de soudure (Fig. 3.28). La microstructure résultante est essentiellement colonnaire. Peu de petits cristaux équiaxes sont observables au niveau de la zone de liaison. Le phénomène de surfusion n'a donc pas été aussi intense que dans la situation « en lingotière » décrite au paragraphe précédent, et le refroidissement s'est alors opéré plus lentement.

L'ensemble se développe orienté selon le gradient thermique allant d'une part des bords vers le centre de la soudure et d'autre part vers l'entrée du canal (Fig. 3.29). Remarquons sur l'exemple donné l'absence d'une zone équiaxe centrale qui est parfois observée sur la coupe métallographique d'autres essais de soudage. La présence de cette dernière est caractéristique d'un refroidissement très rapide (cf chap. 2, § 2.4.2).



Figure 3.28 : Zone de jonction d'une soudure par fusion (E73, zone 2, image optique, attaque chimique au chlorure ferrique) : la plupart des dendrites se sont développées à partir de celles du métal de base selon la direction du gradient thermique. Il existe également quelques petits cristaux équiaxes.



Figure 3.29 : Zone de soudure par fusion (E73, zone 2, image optique, attaque chimique au chlorure ferrique).

5.3.5. Solidification de zones « brasées »

5.3.5.1. Comportement du bain de fusion : interaction entre le métal de base et le métal d'apport

Ce sont des zones où le nickel est resté « contenu » entre les bords initiaux du canal : le métal d'apport ne s'est pas mélangé au métal de base parce que ce dernier n'a pas fondu (Fig. 3.30, à gauche). Néanmoins, un agrandissement de cette zone révèle des points d'assemblage entre les deux métaux (Fig. 3.30, à droite).



Figure 3.30 : à gauche, localisation de l'image électronique de droite sur la cartographie élémentaire PIXE du nickel ; à droite, image électronique en électrons rétrodiffusés de la zone d'assemblage par « brasage ».

Ces points de liaison se caractérisent souvent par la présence d'une forte concentration en phase eutectoïde (Fig. 3.31). Elle correspond au phénomène de ségrégation inverse [Porter et Easterlin 1992] :

D'après la lecture du diagramme de phase (cf chap. 2, § 3), la solidification du bronze débute par la formation des dendrites, structures riches en cuivre et pauvres en étain. Par conséquent, au fur et à mesure de l'avancement de la solidification, le métal encore liquide circulant dans l'espace interdendritique s'enrichit progressivement en étain, pour aboutir finalement à naissance de la phase eutectoïde. Mais le refroidissement des dendrites provoque une contraction du système qui éjecte ce liquide en périphérie du métal déjà solidifié, principalement à l'origine de la concentration en phase eutectoïde que nous observons.



Figure 3.31: exemples de zones de liaison caractérisées par une forte ségrégation inverse; à gauche, cartographie élémentaire de l'étain (essai E26) réalisée au CEA Le Ripaut©J.-L. Longuet; à droite, essai E68, image optique, attaque chimique au chlorure ferrique.

Par ailleurs, la zone thermiquement affectée du métal de base est aisément délimitable de par la formation de nombreux petits cristaux polygonaux primaires. Son épaisseur (dix fois plus large que pour les zones non soudées décrites au § 5.3) traduit l'application de températures très élevées. C'est pourquoi, nous pourrions également avancer que les phases remplissant l'espace interdendritique du métal de base ont pu être portées à fusion et se mélanger au métal d'apport. En effet, nous pouvons constater la présence de nickel sur la cartographie élémentaire présentée en figure 3.32.



Figure 3.32: exemple d'une zone « brasée » de l'essai E71 : à gauche, image électronique en électrons rétrodiffusés ; au milieu, cartographie élémentaire du nickel ; à droite, cartographie élémentaire de l'étain.

Finalement, ce métal liquide semble s'être comporté comme un métal d'apport de brasage : d'une part, son enrichissement en étain a impliqué un abaissement du *liquidus* par rapport à celui du métal de base et, d'autre part, il semble avoir réalisé un mouillage suffisant du métal de base non fondu pour pouvoir créer une liaison grâce à son infiltration capillaire dans les aspérités des surfaces à joindre.

Même les concentrations en phases eutectoïdes n'ont pas été

5.3.5.2. Microstructure de solidification

La solidification des zones « brasées » semble s'effectuer en trois grandes phases (Fig. 3.33, à droite et 3.34) :

- la première phase de solidification est marquée par la formation de cristaux équiaxes (semblable à la zone de peau décrite pour une solidification en lingotière). Le refroidissement rapide de cette phase a provoqué la contraction des dendrites qui se sont alors éloignées du bord du métal de base tout en y éjectant le liquide interdendritique enrichi en étain.

- la deuxième phase de solidification concerne la croissance orientée de dendrites (solidification colonnaire ou basaltique) selon le gradient de température allant des bords vers le centre du cordon de soudure.

- la troisième phase de solidification : le liquide interdendritique éjecté lors de la première phase de solidification mouille le métal de base et se solidifie en formant de nombreux petits cristaux équiaxes.
L'appauvrissement et l'enrichissement de chacune de ces zones respectives est perceptible sur la cartographie élémentaire en étain (Fig. 3.33, à gauche).



Figure 3.33 : exemple d'une zone « brasée » de l'essai E73 : à gauche, cartographie élémentaire en étain ; à droite, image en électron rétrodiffusé.

Pour certains essais, on observe, au centre du cordon de soudure, une quatrième phase de solidification caractérisée par une microstructure composée de cristaux équiaxes grossiers.

En fin de compte, nous sommes dans la situation d'une solidification en lingotière, à la différence près que le phénomène de ségrégation inverse permet finalement la création d'une liaison métallurgique selon un mécanisme de brasage.



Figure 3.34 : exemple d'une zone « brasée » de l'essai E73, image optique, attaque chimique au chlorure ferrique.

5.4. Influence des paramètres thermiques et chimiques testés

5.4.1. Influence de la composition de l'alliage

Les essais de soudage du bronze à 15%m en étain ont été réalisés lors du stage de Master Pro de Sheng YANG (Université de Poitiers) en 2007 [Yang 2007] tandis que ceux impliquant un bronze à 5%m en étain ont été effectués par Giulia GIANELLI dans le cadre de son Master 1 (Université de Gênes) en 2008 [Gianelli 2008]. Ils ont non seulement permis d'optimiser la technique de réalisation de la coulée, mais aussi de caractériser l'influence de la composition de l'alliage (5, 10 et 15% massique en étain). Dans les conditions de fonderie (refroidissement rapide), la microstructure obtenue est identique pour chacune de ces compositions (dendrites de phase α et phase eutectoïde ($\alpha + \delta$) remplissant l'espace interdendritique). La température du solidus l'est également (T_{solidus} = 798°C). En revanche, la température du liquidus diminue avec l'augmentation de la teneur en étain ($T_{liquidus}$ (5%) = 1054°C; T_{liquidus} (10%) = 1017°C; T_{liquidus} (15%)= 958°C) (d'après la lecture du diagramme de phase présenté au chapitre 2, § 3.2). Mais quelle que soit la teneur considérée, si la soudure a souvent été obtenue (Fig. 3.35), elle est toujours restée localisée au voisinage de la zone d'entrée du métal et nous avons quel que soit la teneur en étain dû faire face au problème de transfert de chaleur insuffisant sur toute la longueur du joint. Dans le domaine considéré, la teneur en étain ne semble donc pas jouer un rôle primordial sur la soudabilité ; la nature des alliages élaborés pour la fabrication des grands bronzes antiques ne peut donc pas être directement reliée au procédé de soudage.

Il est vrai qu'au cours de ces essais, nous n'avons pas pris en considération l'élément plomb, qui, absent de la statuaire au début de la période hellénistique fut progressivement ajouté en quantité de plus en plus grande, durant la période romaine (cf chap. 2, § 3.2). Mais rappelons ici que, malgré cette diversité d'alliages, la technique d'assemblage employée a toujours été basée sur le principe du joint créé par coulée secondaire, dont le mécanisme d'assemblage par fusion a été constaté sur la plupart des coupes métallographiques de soudures antiques, et ce, pour des teneurs en plomb et en étain très variables d'une statue à l'autre.



Figure 3.35: métallographies d'essais de soudage par fusion au bronze liquide de bronze à 5, 10, et 15%m en étain (de gauche à droite) ; la soudure est obtenue quelle que soit la teneur en étain.

5.4.2. Influence de la température de coulée du métal d'apport

Sur 44 essais (bronze à 10%m en étain) dont la température de consigne du four était 1200°C, le métal d'apport subit une perte apparente de 78 °C en moyenne avant d'être coulé entre les deux pièces à joindre (Fig. 3.36). Ce qui signifie qu'il est coulé à 105°C environ au-dessus de sa température de *liquidus* ($T_{liquidus}$ (10%) = 1017°C) et 324°C au-dessus de la température du *solidus* ($T_{solidus}$ = 798°C). Notons par ailleurs que l'abaissement thermique tend à être moins fréquent et prononcé lorsque nous augmentons la quantité de bronze à fondre dans le creuset (100-300-600 g), parce qu'on accroît du même coup l'inertie thermique du système.



Figure 3.36 : température apparente du métal d'apport versé (pour les essais en laboratoire tels que : le bronze est à 10% en Sn, la température de consigne du four de fusion vaut 1200°C) ; mesure réalisée avec la caméra thermique infrarouge.

Un premier constat, qui est aisément démontré par les lois de diffusion de la chaleur, est que la quantité de chaleur transférée vers le métal de base augmente avec la température de coulée du métal d'apport (Fig. 3.37, à gauche). Par contre, même si nous nous attendons à un meilleur écoulement du métal d'apport du fait de l'abaissement de sa viscosité avec l'augmentation de la température [Lucas 1984], nous ne réussissons pas pour autant à accroître réellement la quantité de métal circulant au sein du canal (Fig. 3.37, à droite). Sa progression est encore trop rapidement stoppée pour pouvoir transférer la chaleur nécessaire à l'établissement d'un mécanisme de soudage par fusion.



Figure 3.37 : à gauche, le graphique confirme la croissance de la chaleur transférée avec la température du métal d'apport, pour un alliage donné ; à droite, la quantité de bronze. Notons que la « température maximale atteinte par les pièces à joindre » correspond à la température mesurée par thermocouples à 1 cm de la sortie du canal (cf fig. 3.13)

5.4.3. Influence de la température de préchauffage

La première fonction du préchauffage des pièces à joindre est d'abaisser la différence de température entre le métal de base et le métal d'apport. Et, premier constat, c'est en effet à partir du moment où nous avons préchauffé que les températures atteintes par les pièces à joindre lors du processus de soudage ont significativement augmenté (Fig. 3.38).



Figure 3.38 : graphique confrontant la température atteinte par les pièces à joindre lors du processus de soudage en fonction de leur température initiale (essais « sur métal », bronze à 10%m en étain, température de coulée programmée à 1200°C).

Si l'on observe davantage de zones de liaison ponctuelles entre métal de base et métal d'apport (liaisons de type brasage ou soudage par fusion), la chaleur transférée n'est pas encore suffisante pour prétendre avoir soudé par fusion, et ce, sur toute la longueur du joint (Fig. 3.39).



Figure 3.39 : à gauche, coupe métallographique d'un essai sans préchauffage (E29, zone 1, image en électrons rétrodiffusés) ; à droite coupe métallographique d'un essai avec préchauffage (E26, zone 1, attaque chimique au réactif de Klemm 3, image optique).

Ensuite, les mesures des espacements des branchements secondaires des dendrites du métal d'apport ont été réalisées loin des lieux de soudure (au cœur du massif de métal d'apport). La confrontation des résultats met en évidence une relation entre la température de préchauffage et le développement des dendrites de la coulée secondaire (Fig. 3.40, à gauche). D'après les lois de grossissement des particules, la maturation des dendrites dépend de la vitesse de solidification et donc du refroidissement (cf chap. 2, § 3.2.2; et il est clair que la température de préchauffage influe sur la vitesse de refroidissement (un objet chauffé à 100°C refroidira plus vite qu'un objet chauffé à 300°C dans les mêmes conditions de refroidissement). Apparaît donc ici la notion de contrôle de la solidification.

Par ailleurs, préchauffer ne semble pas nous permettre de manière évidente d'augmenter la quantité de bronze d'apport circulant dans le canal creusé entre les deux pièces à joindre (Fig. 3.40, à droite). En effet, si d'un côté le préchauffage permet de ralentir la solidification du métal d'apport et donc théoriquement d'aider à maintenir son écoulement plus longtemps, d'un autre côté, il accroît la mouillabilité du métal de base du fait de l'abaissement du gradient de température entre les deux métaux [CICLA (b) 1951-1969].



Figure 3.40 : à gauche, graphique confrontant la quantité de bronze ayant circulé dans le canal en fonction de la température initiale des pièces à joindre ; à droite influence du préchauffage sur la vitesse de solidification du métal d'apport à travers la mesure des espacements entre les branchements secondaires des dendrites de phase α (mesures effectuées à partir d'images électroniques en électrons rétrodiffusés)

Finalement, si à l'issue de ces essais, le préchauffage n'apparaît pas comme le paramètre déterminant permettant de contrôler le soudage par fusion au bronze liquide, son influence sur le transfert thermique n'est pas négligeable. On remarque particulièrement ces améliorations pour des températures de préchauffage d'au moins 200°C. Afin de maximiser ces effets positifs, une grande majorité des essais de soudage qui ont suivi ont été réalisés à une température de préchauffage proche de 400°C (mais toujours inférieure à 500°C afin d'éviter les changements majeurs de microstructure).

5.4.4. Le flux de soudage

Lors des premiers essais réalisés sans flux de soudage nous n'étions pas en mesure de souder par fusion au-delà de la zone d'entrée du métal d'apport au sein du canal, soit sur une longueur de l'ordre de 10 mm (c'est-à-dire 20% de la longueur totale du canal) (NB : l'absence de radiographies des premiers essais nous empêchent de reporter les données correspondantes sur le graphique ci-après). C'est pourquoi, le recours à des flux de soudage ont été envisagé afin de palier au difficultés rencontrées en termes de remplissage complet du joint et de transfert thermique.

5.4.4.1. Influence sur la longueur de la zone soudée

L'utilisation flux modifie profondément les conditions opératoires ; certains composés permettent d'augmenter significativement la longueur de la zone soudée par fusion tandis que d'autres semblent défavoriser la création de la liaison entre les deux pièces à joindre (Fig. 3.41).



Figure 3.41 : graphique montrant l'influence de l'ajout d'un flux de soudage sur la réussite du soudage par fusion au bronze liquide.

5.4.4.2. Transformation/Elimination du flux

i. Cuivre non allié

• Beurrage de cuivre

Le cuivre déposé par beurrage a créé une couche à la surface des éprouvettes (épaisseur 5 µm en moyenne) qui n'a quasiment pas été dissoute dans la matrice bronze (la température du fusion du cuivre non allié s'élève à 1083°C contre 1017°C (*liquidus*) pour le bronze à 10 %m en étain), et qui a clairement empêché le mouillage du métal de base par le métal d'apport (Fig. 3.42), gênant ainsi l'établissement de toute liaison entre ceux-ci.



Figure 3.42: à gauche (image optique) et à droite (image électronique en électrons rétrodiffusés), coupes métallographiques de l'essai E47: le cuivre déposé a créé une barrière entre le métal d'apport et le métal de base. Des fragments de cuivre pris dans la matrice bronze du métal d'apport (à droite) sont accompagnés d'un important phénomène de ségrégation inverse.

Copeaux de cuivre + colle de poisson

Le cuivre déposé à la surface des éprouvettes n'a pas toujours été dissous dans la matrice bronze du métal d'apport. Si le film organique (colle de poisson dégradée) a facilité la circulation du métal et a permis la fusion très locale des bords des pièces à joindre, il a ensuite empêché la mise en contact des alliages et la dissolution des copeaux de cuivre. En effet, ces derniers semblent systématiquement enrobés de cette couche organique (Fig. 3.43).



Figure 3.43: coupe métallographique de l'essai E46 : à gauche, zone 1 (attaque chimique au chlorure ferrique, image optique) ; à droite, zone 2 (image électronique en électrons rétrodiffusés) : transformation des copeaux de cuivre à l'interface métal de base/métal d'apport.

ii. Les composés du cuivre

• l'oxyde de cuivre

Dans les zones de contact entre le métal de base et le métal d'apport, le flux (Cu₂O) ne semble quasiment plus exister sous sa forme d'origine, sauf quelques inclusions grises à l'interface coulée primaire-coulée secondaire (Fig. 3.44). En outre, il semble avoir progressivement été dissous dans la matrice bronze par un mécanisme de réduction comme en témoigne les quelques particules restantes en fin de canal que nous avons analysées (MEB-EDX).



Figure 3.44: à gauche, reste d'oxyde prisonnier de la matrice bronze du métal d'apport (essai E68 image optique, attaque chimique au chlorure ferrique) ; à droite évolution des restes d'oxyde de cuivre (essai E70, image optique).

Des zones caractéristiques du soudage par fusion sont identifiables sur les coupes métallographiques de ces essais (Fig. 3.45, à gauche). Par ailleurs, nous pouvons distinguer très clairement dans certaines zones les deux phases de solidification qui sont plutôt issues d'un mécanisme de brasage (Fig. 3.45, à droite). La première phase mesure environ 600 μ m de large et elle est constituée de beaucoup plus petits cristaux (150 μ m en moyenne) que ceux (plus de 400 μ m en moyenne) de la deuxième phase de solidification, ce qui traduit une vitesse de solidification plus rapide.



Figure 3.45 : coupe métallographique de l'essai E73 (image optique, zone 2, attaque chimique colorée au réactif de Klemm III) : à gauche, soudure par fusion ; à droite, zone « brasée ».

la malachite Cu₂(CO₃)(OH)₂

Des grains de malachite plus ou moins dégradés sont encore présents à l'interface métal de base/métal d'apport dans les zones où il n'y a pas eu fusion effective du métal de base. Il est aussi possible de les observer à différents stades de réduction, ce qui résulte des hautes températures appliquées (Fig. 3.46). Si l'on obtient du cuivre non allié en bordure de certains grains, il est cependant difficile d'envisager que ce type de transformation puisse être réellement à l'origine des nodules de cuivre non allié dont la présence a été mise en évidence dans la matrice bronze de certains prélèvements réalisés sur des statues antiques (cf chap. 2, § 4.2.1). En effet, d'une part, nous n'avons pas observé des nodules à différents stades de la transformation sur les coupes antiques, et d'autre part, dans les zones de nos essais effectivement soudées par fusion, aucune trace de flux n'a été détectée. Ce qui signifie que celui-ci a été complètement dissous dans la matrice bronze de la zone fondue.



Figure 3.46: transformation (réduction) d'un grain de malachite sous l'action de la chaleur diffusée lors du procédé de soudage par fusion (Essai E19, image optique en fond blanc à gauche et en fond noir à droite).

Au-delà de la zone d'assemblage proche de l'entrée du métal d'apport (zone 1), les restes de malachite ont probablement empêché le mouillage du métal de base par le métal d'apport. En revanche, dans les zones de soudure, il n'y a pas de traces détectables au microscope optique de restes éventuels de flux.

On retrouve de nombreuses zones « brasées » caractérisées par un phénomène important de ségrégation inverse et où l'on constate que le métal de base a bel et bien été affecté thermiquement (petits cristaux primaires polygonaux), mais pas suffisamment pour être partiellement porté à fusion (Fig. 3.47).



Figure 3.47 : coupes métallographiques de l'essai E49 : à gauche, le métal d'apport a mouillé le métal de base sans que ce dernier ait été porté suffisamment à fusion pour qu'on puisse parler de soudage (zone 2, image optique, attaque chimique au chlorure ferrique) ; à droite, soudure par fusion (zone 1 image optique, attaque chimique au chlorure ferrique).

iii. Composés à base de phosphore et de cuivre : la turquoise CuAl₆(PO₄)₄(OH)₈·4H₂O

Comme pour la malachite et l'oxyde de cuivre, dans les zones où les bords du canal ont fondu de manière significative, il n'existe plus aucune trace de flux. Ailleurs demeurent encore à l'interface métal de base/métal d'apport, des grains qui sont pratiquement intacts (Fig. 3.48). Seule leur périphérie est appauvrie en aluminium et en phosphore tandis qu'elle s'enrichit en cuivre.

Comme dans les cas précédents, on observe des zones soudées lorsque le métal de base a suffisamment fondu et que le flux a été éliminé, mais aussi des zones « brasées » et non soudées dans le cas contraire.



Figure 3.48 : à gauche, transformation d'un grain de turquoise ; à droite, soudure partielle (Essai E56, zone 2, image optique, attaque chimique au chlorure ferrique).

iv. Composés à base de phosphore : (NH₄)₂HPO₄ pur

Des « fils », présents à l'interface métal de base/ métal d'apport sont le témoignage des restes de flux (Fig. 3.49).



Figure 3.49 : à gauche, le mouillage du métal de base par le métal d'apport est gêné par la couche de flux non évacuée (Essai E54, zone 1, image optique, attaque chimique au chlorure ferrique) ; à droite, la cartographie élémentaire du phosphore montre que le flux ne s'est pas dissous dans la matrice bronze.

La substance utilisée ici a complètement bloqué la circulation du métal d'apport au sein du canal, et a clairement empêché le mouillage entre les deux métaux (Fig. 3.50, gauche). Cependant, dans la zone d'entrée du métal, où il y a eu un apport de chaleur plus important, on observe la présence de quelques zones « brasées » marquées par un fort phénomène de ségrégation inverse (Fig. 3.50, droite).


Figure 3.50 : à gauche, manque de fusion du métal de base (essai E54, zone 1, attaque chimique au chlorure ferrique ; à droite, points d'assemblage « brasés » (essai E63, zone 1, attaque chimique au chlorure ferrique).

6. Discussion

La confrontation des résultats fournis par nos essais expérimentaux en laboratoire nous permet d'identifier les aspects clés sur lesquels repose le procédé de soudage par fusion au bronze liquide. Nous sommes alors en mesure de mieux appréhender la mise en œuvre complexe que maîtrisaient les fondeurs antiques lors de la fabrication de grandes sculptures de bronze.

6.1. Le soudage par fusion au bronze liquide : en quatre phases fondamentales

6.1.1. La phase de transfert de chaleur

La phase de transfert de chaleur du procédé de soudage par fusion au bronze liquide est assimilable à la situation de transfert de chaleur conducto-convectif : un fluide circule à la surface d'un solide en lui transférant de la chaleur [Bianchi et *al* 2004] (Fig. 3.51).



Figure 3.51 : positionnement des axes orthonormés sur le modèle des essais de soudage en laboratoire.

On suppose que les faces supérieure et inférieure des pièces à joindre sont thermiquement isolées (lors de nos essais, elles sont en effet recouvertes d'un matériau réfractaire). Les variations de température du modèle peuvent donc être considérées comme indépendantes de z.

La chaleur entrant dans le métal est ensuite diffusée par conduction (c'est-à-dire sans déplacement de matière), selon la loi de Fourier :

$$J_{Q} = -\lambda_{s} grad(T)$$
 (1)

оù

 J_Q est le vecteur densité de flux thermique (W.m⁻²)

 λ_s correspond à la conductivité thermique du bronze solide (W.m⁻¹.K⁻¹)

T(x, y, t) la température en un point donné P(x,y) et à l'instant t

Ensuite, l'équation de la chaleur (ou l'équation de la diffusion thermique) donne l'évolution temporelle et spatiale de la température dans un solide homogène et isotrope, sans production interne de chaleur:

$$\rho C(dT/dt) + div(J_Q) = 0$$
 (2)

(1) et (2) donnent
$$\rho C(dT/dt) + div(-\lambda_s grad(T)) = 0$$
 (3)

et donc, $\rho C(dT/dt) = -\lambda_s (d^2T/dx^2 + d^2T/dy^2) \quad (4)$

(compte tenu de l'indépendance en z)

où

 ρ est la masse volumique du bronze (g.cm⁻³)

C correspond à la capacité calorifique du bronze (J. kg⁻¹.K⁻¹)

Plaçons nous maintenant dans les conditions à une dimension : c'est-à-dire que l'on fixe y pour suivre l'évolution thermique en fonction de la coordonnée x et du temps t (Fig. 3.52).



Figure 3.52 : coupe transversale de la zone de contact entre le métal d'apport et le métal de base : positionnement des données relatives à la modélisation thermique.

l'équation de la chaleur devient

$$\rho C(dT/dt) = -\lambda_s(d^2T/dx^2)$$
 (5)

Conditions aux limites :

- la condition en x = 0 est donnée par la loi de Newton,

$$\lambda_{\rm s} dT/dx = h_{\rm c} (T_{\rm C}-T)$$
 (6)

où

 h_c : coefficient de transfert thermique conducto-convectif en W.m⁻².K⁻¹: il dépend de nombreux paramètres tels que l'état et la forme de la surface solide, la nature du fluide, de son écoulement et de sa température.

T_c : température du métal d'apport en K

T : température de la surface solide (en x = 0) en K et dépendante du temps t

- en x = L (pour t>0) : on suppose que la pièce est suffisamment grande pour que son extrémité la plus éloignée de la zone de soudure ne soit pas affectée thermiquement, c'est-à-dire que T = T₀.
- en t = 0 (pour x) : T = T₀

Ces préliminaires permettent de mieux identifier les mécanismes de diffusion de chaleur qu'implique un procédé de soudage par fusion au bronze liquide : le métal d'apport étant la principale source de chaleur du procédé, l'énergie qu'il véhicule doit porter à fusion les bords des pièces à joindre. La réussite d'une soudure antique par fusion dépend donc de la quantité de chaleur transmise au métal de base par le métal d'apport (Fig. 3.53).

Mais nous constatons également que le transfert thermique est directement relié à la quantité de métal d'apport que l'on fait circuler entre les deux pièces à joindre (Fig. 3.54). Pourtant, si le métal circule, c'est qu'il contient encore suffisamment d'énergie pour maintenir l'état liquide. Cela signifie donc que le transfert de chaleur vers le métal de base a été relativement lent. Cependant, dans le cas d'un transfert thermique métal d'apport-métal de base trop lent par rapport à sa diffusion dans le métal de base (λ_s), l'augmentation de température est ressentie de la même manière dans toute la pièce. Il en résulte la fusion excessive des pièces à joindre (Fig. 3.55), sur les bords latéraux mais aussi au niveau du fond du canal dans le cas des essais avec une préparation au soudage « sur métal ».







Figure 3.54 : influence de la quantité de bronze circulant dans le canal sur la chaleur transférée au métal de base (essais 1 à 73).



Figure 3.55 : à gauche, tracé des limites initiales (en blanc) des pièces à joindre en zone 1 (E56, attaque chimique au chlorure ferrique) ; à droite, la chaleur transférée par le métal d'apport a provoqué la fusion excessive des pièces à joindre, essai E41 (malachite).

Ainsi la réussite du soudage par fusion au bronze liquide repose sur un compromis entre deux conditions contradictoires :

- un transfert thermique du métal d'apport vers le métal de base relativement lent : le métal d'apport garde suffisamment d'énergie pour maintenir l'état liquide permettant ainsi d'acheminer la chaleur de manière homogène d'un bout à l'autre du canal.

- un transfert thermique du métal d'apport vers le métal de base relativement rapide pour que la fusion des pièces à joindre n'ai lieu qu'au niveau de leur bords.

Par conséquent, à géométrie identique, le transfert thermique liquide-solide dépend de :

- l'énergie thermique véhiculée par le métal d'apport, donc de sa température \mathbf{T}_{c}
- du coefficient λ_{s} qui dépend de l'alliage considéré
- du coefficient \mathbf{h}_{c} qui dépend de l'interface métal d'apport-métal de base

6.1.2. La phase d'élimination du flux

Une fois l'étape du transfert thermique achevée, il est impératif que le métal d'apport et le métal de base fondu rentrent en contact. Or nous avons constaté lors des examens de coupes métallographiques que certaines couches de flux demeuraient toujours en place entre les deux métaux. Dans certains cas la substance déposée semble intacte (par exemple le phosphate d'ammonium). Il s'agit des essais pour lesquels la longueur de la zone soudée obtenue est la plus petite (Fig. 3.53). Dans

d'autres cas, les couches de flux récalcitrantes présentent différents stades de réduction (voir la malachite, la turquoise, l'oxyde de cuivre). Ce cas de figure est clairement relié à l'étape de transfert de chaleur : on constate en effet que sur un même essai, les couches de flux ont disparu dans les zones où les bords des pièces à joindre ont fondu (zones 1). Par contre les couches de flux partiellement réduites (et dissoutes dans la matrice bronze) demeurent dans les zones où le transfert de chaleur fut moindre (zones 3), empêchant par ailleurs toute création de liaison métallurgique entre le métal d'apport et le métal de base. Parmi tous les composés testés, les flux à base d'oxydes de cuivre et de sel de cuivre sont ceux qui se transforment le plus rapidement (notons que la cinétique de transformation de l'oxyde de cuivre Cu₂O est en outre plus rapide que celle de la malachite ou de la turquoise, compte tenu de son stade initial de réduction plus élevé avant le cuivre métal).

6.1.3. La phase d'arrêt de la circulation du métal

Lorsque le flux est éliminé, le métal d'apport et le métal de base entrent en contact. Le joint de soudure ne peut se former que lorsque le métal d'apport arrête de circuler. Dans la plupart des cas, nous n'avons pas eu besoin de stopper sa circulation manuellement, sa température ayant trop baissé pour le maintenir à l'état liquide sur une durée de plus de 2 secondes. Mais le joint de soudure obtenu n'était pas entièrement rempli, en particulier en sortie de canal (Fig. 3.56, à gauche). Par conséquent, lorsque nous avons été capables de mieux maîtriser la durée d'écoulement du métal (essais E56 à E61 et E71 à E73), nous avons procédé à son arrêt manuellement en bouchant la sortie du canal. Le versement du métal d'apport en entrée de canal n'était stoppé que lorsque son niveau dans le cône de coulée ne s'abaissait plus, signe du remplissage total du joint (Fig. 3.56, à droite). L'assemblage qui en résulte peut alors être effectif sur toute la longueur des éprouvettes de bronze.





Figure 3.56 : à droite, essai E71 (oxyde de cuivre) ; à gauche, Essai E73 (oxyde de cuivre).

6.1.4. La phase création de la liaison métallurgique

Le système n'étant plus thermiquement alimenté, son refroidissement déclenche la solidification de la zone fondue. La microstructure obtenue est caractéristique d'une croissance par épitaxie : elle s'amorce à partir des cristaux du métal de base non fondu de part et d'autre de chacune des pièces à joindre et progresse vers le centre du joint.

6.2. Un fort gradient de température entre les extrémités du joint

Les examens de coupes métallographiques longitudinales d'essais de soudage révèlent une microstructure de solidification (zone colonnaire) orientée vers l'entrée du canal. Or pour une microstructure de solidification obtenue par un procédé de soudage par fusion d'aujourd'hui, nous observons le contraire : la zone la plus chaude (la source de chaleur) se déplace progressivement au fur et à mesure que l'on soude, présidant ainsi à l'orientation du gradient de température, et donc à la solidification. Ainsi, dans le cas de nos essais de soudage, la solidification (et donc la création de la liaison par soudage s'il y a lieu) s'est faite dans le sens inverse de circulation du bronze liquide (Fig. 3.57 et 3.58).



Figure 3.57 : à gauche microstructure de solidification d'un assemblage par fusion au bronze liquide (E73, zone 2, image optique, attaque chimique au chlorure ferrique) ; à droite, microstructure de solidification schématique d'une soudure par fusion obtenue avec une technique moderne.

Cette orientation s'explique comme suit : en entrée du joint, le cône de coulée (en céramique) est plus vite rempli qu'il ne se vide dans le canal. Par conséquent, l'excès de métal retenu constitue une source de chaleur non négligeable. Par contre, en sortie, le canal débouche à l'air libre, ce qui provoque une chute brutale de la température du métal d'apport (Fig. 3.58). (Notons alors que, dans le modèle défini au paragraphe 6.1.1, la température Tc doit être considérée comme dépendante de la coordonnée y).

Malgré la circulation du métal d'apport (et donc de la source de chaleur), les pertes thermiques entre les deux extrémités du joint sont tellement importantes qu'elles provoquent une répartition inégale de la chaleur transmise vers le métal de base : les bords de ce dernier ont excessivement été portés à fusion en entrée de canal tandis qu'en sortie, les limites du canal sont encore clairement apparentes. Entre les deux extrémités du joint, on observe des zones ponctuellement soudées ou bien des liaisons qui s'apparentent à un mécanisme de « brasage » (le métal de base n'a pas fondu mais l'on constate néanmoins l'existence d'une liaison) (cf § 5.3).



Figure 3.58 : Vues du dessus d'un cordon de soudure ; à gauche, cas des essais de soudage par fusion au bronze liquide : le métal d'apport diffuse la chaleur sur toute la longueur du canal, mais de manière non homogène ; la solidification débute lorsque la coulée est stoppée (naturellement ou intentionnellement) ; à droite, cas d'une soudure par fusion moderne : le métal d'apport est déposé ponctuellement au niveau de la zone d'action de la source de chaleur qui se déplace progressivement le long du cordon de soudure. La solidification débute dès que la source de chaleur quitte la zone traitée.

6.3. Favoriser le transfert thermique

6.3.1. Le recours à un flux de soudage

A l'issue des essais en laboratoire, nous avons remarqué que les substances appliquées sur les pièces à joindre ont eu une influence sur le débit de circulation du métal d'apport, mais aussi sur la quantité de chaleur transférée vers le métal de base.

6.3.1.1. Action des flux

i. Création d'une résistance thermique

Le flux déposé sur les surfaces des pièces à joindre, constitue une couche séparatrice de conductivité thermique λ_{flux} , entre le métal de base et le métal d'apport, qui modifie les conditions d'échange thermique (et donc le coefficient de transfert thermique conducto-convectif \mathbf{h}_c) La chaleur issue de ce dernier rencontre une résistance thermique lorsqu'elle diffuse vers le métal d'apport. Elle dépend de la nature chimique de la substance (via λ_{flux}), de l'épaisseur de la couche appliquée (\mathbf{e}_{flux}) et de la surface d'échange (S) : $\mathbf{R}_{th,flux} = \mathbf{e}/S\lambda_{flux}$

ii. Modification des conditions de mouillage du métal de base par le métal d'apport

Nous avons également constaté que le débit de circulation du métal d'apport au sein du canal varie d'un flux à l'autre (les variations rencontrées pour un même flux sont certainement dues au fait que nous ne maitrisions pas l'épaisseur de la couche déposée) (Fig. 3.59). Par conséquent, l'application d'un flux modifie les conditions de mouillage (contact) entre le métal de base et le métal d'apport.





Le mouillage [Quéré 2003, Bertrand 2003] correspond à l'action de mouiller quelque chose en traduisant la facilité avec laquelle une goutte de liquide s'étale sur une surface solide. Il résulte de la minimisation des tensions interfaciales en présence (relation de Young). Par exemple, dans le cas de notre expérience, le liquide est le métal d'apport, le solide correspond au métal de base et au flux éventuel, et le gaz se constitue d'air ou d'autres dégagements gazeux intervenant lors du procédé de soudage par fusion au bronze liquide (Fig. 3.60). La mouillabilité constitue alors « la faculté pour une substance solide de recevoir un liquide en lui permettant de s'étaler sur la surface la plus grande possible ». Le degré de mouillabilité se définit par l'angle θ . Si le mouillage est partiel (0° < θ < 180°), le liquide se regroupe sous forme de gouttes ou de flaques laissant une partie de la surface du solide sèche. Si le mouillage est total, le liquide s'étale sur toute la surface disponible du solide. Enfin, si le mouillage est nul, le liquide se regroupe sous forme de gouttes parfaitement sphériques qui « roulent » sur la surface sèche du solide.

Le mouillage total ainsi que l'absence de mouillage sont des cas extrêmes qui sont recherchés pour des applications diverses dans différents domaines (par exemple, les vitres autonettoyantes se caractérisent par leur absence de mouillage par l'eau de pluie, tandis que l'on cherche à appliquer des couches uniformes lorsque l'on peint un mur).



Figure 3.60 : les différents cas de mouillage d'un solide par un liquide. Ils se caractérisent par l'angle de contact θ .

Le mouillage est dépendant entre autre :

 de la température, car elle modifie les propriétés physiques des différentes phases. En général, une augmentation de ce paramètre améliore le mouillage.

- de l'état de surface du solide. En effet, les surfaces réelles ne sont pas idéalement lisses (existence de plusieurs angles de contact θ), elles comportent des hétérogénéités chimiques et topographiques qui peuvent gêner ou bien favoriser l'étalement du liquide. Tout dépend des forces prédominantes : les forces de cohésion du liquide (tension superficielle) ou bien les forces d'adhérence entre le liquide et le solide (atomiques et moléculaires).

Parmi les substances testées, certaines gênent, voire empêchent la circulation du métal d'apport (phosphates d'ammonium, huile de lin, huile d'olive): dans certains cas, nous ne réussissions même pas à remplir le canal d'une extrémité à l'autre (par exemple pour essais E54 et E55, le canal n'est rempli qu'à respectivement 25 et 35%). Le flux a donc favorisé le mouillage du métal de base par le métal d'apport : les forces d'adhérence entre le métal liquide et le solide prédominent sur les forces de cohésion du métal liquide ($\theta < 90^\circ$). Ce dernier est donc « retenu » en entrée de canal et perd rapidement l'énergie qu'il transporte (il en perdra d'autant plus si le flux possède une conductivité thermique élevée, comme le cuivre non allié par exemple) ; ce qui a pour conséquence de déclencher sa solidification avant qu'il n'ait eu le temps de non seulement de remplir intégralement le joint, mais aussi de transférer la chaleur suffisante pour pouvoir porter à fusion les bords des pièces à joindre.

D'autres substances en revanche permettent de faire circuler de très grandes quantités de métal d'apport (poudres de malachite et de turquoise, oxyde de cuivre,...) avant qu'il y ait solidification (par exemple, lors de l'essai E69, près de 270 g de métal d'apport ont circulé au sein du canal). Dans ce cas de figure, les forces de cohésion du métal liquide prédominent ($\theta > 90^\circ$), c'est-à-dire que sa surface de contact avec le métal de base a été largement diminuée par rapport au cas des flux mouillants. L'énergie thermique diffuse alors beaucoup moins vite vers les pièces à joindre, de telle sorte qu'il en reste suffisamment pour maintenir l'état liquide du métal d'apport. Ce dernier peut donc circuler d'une extrémité à l'autre du canal et au-delà.

6.3.1.2. Qu'est-ce qu'un bon flux ?

Deux problèmes majeurs ont été mis en évidence grâce aux essais en laboratoire de soudage par fusion au bronze liquide, que le recours à un flux peut aider à résoudre :

- d'un côté nous avons éprouvé des difficultés à acheminer le métal d'apport d'un bout à l'autre du canal. Un flux non mouillant permet de pallier à ce problème (Fig. 3.61).



Figure 3.61 : effet du flux sur la mouillabilité du métal de base par le métal d'apport : les forces de cohésion du métal liquide prédominent sur les forces d'adhérence entre le métal de base et le métal d'apport (la goutte de métal « roule »).

- d'un autre côté, nous avons mis en évidence l'existence d'un gradient de température sur la longueur des joints obtenus: le métal d'apport diffuse vers le métal de base plus de chaleur en entrée (accumulation de métal, donc de chaleur à cause du cône de coulée qui se rempli plus rapidement qu'il ne se vide) qu'en sortie de canal (à l'air libre).

L'application d'un flux non mouillant permet :

- d'augmenter le débit du métal d'apport circulant au sein du canal

- diminuer le transfert thermique du métal d'apport vers le métal de base

Ainsi, le métal liquide ne s'accumule plus en entrée de canal et le transfert de chaleur est homogénéisé d'un bout à l'autre du canal (sur l'axe y) pendant la montée en température des bords des pièces à joindre. Rappelons également qu'il est important que le transfert thermique ne se fasse pas trop lentement (cf paragraphe transfert de chaleur) au risque de fondre entièrement les pièces à joindre.

Par conséquent, un bon flux (Fig. 3.62) pourrait être un composé qui modifie les conditions de transfert de chaleur entre le métal de base et le métal d'apport au cours du temps (c'est-à-dire $h_c = f(t)$) :

- dans une première phase, le coefficient d'échange h_c serait suffisamment faible pour ralentir le transfert de chaleur et donc favoriser le maintient de l'état liquide du métal d'apport pour que celui-ci circule d'un bout à l'autre de l'assemblage.

- dans une deuxième phase, le flux se transformerait, de telle sorte que le transfert thermique s'accélère (h_c augmente) pour que les bords des pièces à joindre soient rapidement portés à fusion.

- enfin le flux s'éliminerait (serait dissous) pour que métal de base fondu et métal d'apport puissent entrer en contact avant le déclenchement de la solidification de l'ensemble.



Figure 3.62 : action du flux lors du procédé de soudage par fusion au bronze liquide.

Faible mouillage : le métal d'apport circule sur le métal de base tout en lui transférant de l'énergie thermique.
 Augmentation du mouillage : la surface du métal de base est portée à fusion tandis que la couche de flux disparaît.

3. Le mouillage est total entre les métaux fondus

4. Après solidification, métal de base et métal d'apport forment un ensemble continu de matière.

6.3.2. Influence du rapport surfaces à joindre /volume du canal

Deux variantes de préparation au soudage ont été testées en laboratoire : la préparation « sur métal » d'une part et la préparation « sur réfractaire » d'autre part (Fig. 3.63). A tout autre paramètre fixé, les soudures obtenues à partir d'une préparation « sur réfractaire » sont les plus réussies en terme chaleur transférée mais aussi de longueur soudée maximale, et ce, même sans avoir recours à un flux (Fig. 3.64 et 3.65)

Dans le cas des essais « sur réfractaire », le métal d'apport n'est en contact avec le métal de base que sur les bords latéraux du canal alors que pour les essais « sur métal », il l'est aussi au niveau du fond. Les géométries de chacune des variantes implique des conditions de transfert thermique différentes (tableau 3.2): même si les surfaces de contact entre le métal de base et le métal d'apport sont équivalentes (5 cm² environ), le volume de ce dernier, accueilli dans le canal préparé entre les deux pièces à joindre, est pratiquement deux fois plus élevé dans le cadre d'un essai « sur réfractaire » (1,25 cm³) que dans celui d'un essai « sur métal » (0,75 cm³). Finalement, plus le rapport surface des pièces à joindre sur le volume de métal d'apport remplissant le joint est faible, plus la quantité de chaleur transférée vers le métal de base est importante.



Figure 3.63: diffusion de la chaleur pour une coupe transversale d'une soudure sur « métal » (à gauche) et d'une soudure « sur réfractaire » (à droite).

De plus, d'après nos essais de soudage en laboratoire il est plus aisé de souder par fusion dans le cadre d'une préparation « sur réfractaire » que d'une préparation « sur métal ». Malgré tout, ces deux cas de figure coexistent. Cependant nous ne sommes pas encore en mesure d'identifier clairement si le recours à l'un ou l'autre relève d'un choix « pratique » de la part du fondeur relatif à la localisation du joint, aux dimensions de la statue (« moyen »/grand bronze), ou bien des pratiques d'ateliers, ou même d'une évolution technique...

En outre, quelle que soit la préparation au soudage considérée, les fondeurs réussissaient à souder. Face aux difficultés que nous avons rencontrées, nous ne pouvons que fortement soupçonner une mise en œuvre différente pour chaque variante de préparation des pièces à joindre, critère que nous n'avions pas pris en compte lors de nos expérimentations. Dans le cas d'un assemblage « sur métal », une manière d'abaisser le rapport S/V sans modifier la géométrie aurait été de creuser dans le réfractaire recouvrant le canal afin d'augmenter significativement le volume de remplissage du métal d'apport (Fig. 3.66). Remarquons que nous raisonnons ici par analogie avec les surépaisseurs observées pour les cuvettes du Gaulois captif d'Arles (cf chap. 2, § 5.1.1), à la différence près quelles se situent sur la paroi interne. De plus, il est légitime d'envisager qu'il y eu également une surépaisseur au niveau de la paroi externe, celle-ci ayant ensuite été retirée lors d'un travail de reprise à froid.

Préparation au soudage	Surface d'échange entre le métal de base et le métal d'apport (flèches bleues)	Volume du canal creusé entre les deux pièces à joindre (contenant le métal d'apport)	S/V
« sur métal »	S _m = 5,5 cm ²	V_{m} = 0,75 cm ³	$S_{\rm m}/V_{\rm m}$ = 7,33 cm ⁻³
« sur réfractaire »	$S_r = 5 \text{ cm}^2$	$V_r = 1,25 \text{ cm}^3$	$S_r/V_r = 4 \text{ cm}^{-3}$

Tableau 3.2 : rapport de la surface à joindre sur le volume de métal d'apport que peut contenir le canal en fonction de la préparation au soudage considérée.

NB : on considère que la diffusion de chaleur vers les matériaux réfractaires qui (flèches en blanc) est négligeable devant la diffusion de chaleur dans les éprouvettes de bronze.



Figure 3.64 : graphique représentant la température maximale atteinte par les pièces à joindre en fonction de la quantité de métal de base ayant circulé. Comparaison des essais « sur métal » avec les essais « sur réfractaire ».



Figure 3.65 : graphique représentant la température maximale atteinte par les pièces à joindre en fonction du pourcentage de zone effectivement soudée. Comparaison des essais « sur métal » avec les essais « sur réfractaire ».



Figure 3.66 : vue transversale de l'aménagement du réfractaire recouvrant le canal usiné entre les deux pièces à joindre ; à gauche, cas de nos essais en laboratoire ; à droite, proposition d'aménagement permettant d'abaisser le rapport S/V.

6.4. Limiter le gradient thermique

Même si nous avons identifié deux paramètres qui nous permettent d'améliorer significativement le transfert thermique du métal d'apport vers le métal de base, au-delà d'une certaine longueur de joint, le gradient de température entre l'entrée et la sortie du métal de soudure devient trop important. En conséquence, le système mis en place dans le cadre de nos essais en laboratoire ne nous permettrait pas d'obtenir des soudures par fusion aussi longue que celles observées sur les grands bronzes antiques. Plusieurs solutions d'aménagement du système sont envisageables :

- diminuer la longueur de la zone à souder : d'après nos essais en laboratoire, en utilisant un flux adapté, nous sommes capables de souder par fusion sur une longueur de 3.5 cm, alors que canal mesure initialement 5 cm. Une solution serait donc de procéder à un assemblage en plusieurs coulées successives de métal d'apport : par exemple, un cordon d'une longueur de 10,5 cm aura nécessité de réaliser trois soudures par fusion successives de 3,5 cm chacune.

- accumuler le métal d'apport en sortie de canal : rappelons ici que le gradient de température présent entre les deux extrémités du joint à souder est dû au fait qu'en entrée de canal, le métal d'apport à sa température de coulée (T_s), s'accumule alors qu'en sortie, le métal d'apport rencontre brutalement l'air libre à température ambiante (T_{amb}.). Afin de relâcher les contraintes de température existant entre l'entrée et la sortie du canal, la solution serait d'aménager une sortie qui permette d'accumuler le métal d'apport. Cette accumulation agirait alors comme un réservoir de chaleur ayant pour conséquence de ralentir le refroidissement du métal d'apport en sortie de canal et donc de diminuer le gradient de température entre les deux extrémités de la soudure (Fig. 3.67). C'est très certainement ce que cherchèrent à obtenir les fondeurs antiques lorsqu'ils aménagèrent l'espace entre les deux pièces à joindre en cuvettes. Ces réservoirs de chaleur permettent donc de réguler les variations de température afin d'acheminer la chaleur (et donc le métal d'apport) de la manière la plus homogène sur toute la longueur de l'assemblage.

- multiplier les alimentations en métal d'apport :

Dans la situation d'un assemblage en cuvettes communicantes (mis en évidence sur Gaulois captif d'Arles au chap. 2, § 5.1.2), il est envisageable procéder à l'assemblage de deux pièces en une seule coulée : le système est assimilable au principe des vases communicants, à la différence près que tous les vases (cuvettes) sont alimentés simultanément (Fig. 3.68).



Figure 3.67 : vue du dessus de l'assemblage par soudage. Influence de l'aménagement d'un réservoir en sortie de canal sur le gradient de température entre les deux extrémités du joint.



Figure 3.68 : proposition de reconstitution de la mise en œuvre du procédé de soudage par fusion au bronze liquide sur la statue du Gaulois captif.

6.5. Contrôle de procédé de soudage par fusion au bronze liquide : bilan sur le modèle

La maitrise du procédé de soudage par fusion repose sur le contrôle des paramètres résumés dans le tableau 3.4..



7. Conclusion

La conduite d'essais expérimentaux en laboratoire nous a tout d'abord permis de situer les points délicats sur lesquels repose la réussite d'une soudure par fusion au bronze liquide : nous avons rencontré des difficultés non seulement pour remplir le joint, mais surtout pour acheminer la chaleur nécessaire à la fusion des bords des pièces à assembler et donc à créer une liaison par fusion. Ce qui nous a conduit à comprendre que la réussite d'une soudure selon le procédé antique repose avant tout sur l'étape du transfert de chaleur vers métal de base et donc, sur la maîtrise de la source d'énergie qui la fournit. Or, l'aspect particulier du soudage antique est que la seule source principale de chaleur disponible est le métal d'apport lui-même. Et nous nous sommes rendu rapidement compte que cet aspect s'avère extrêmement contraignant si l'on souhaite obtenir une soudure par fusion.

Pourtant les fondeurs antiques réussissaient : toute la mise en œuvre élaborée reposait donc sur la manière de tirer le meilleur parti de la chaleur disponible.

Grâce aux essais expérimentaux, nous avons mieux situé les points délicats à partir desquels nous pouvons influer sur le transfert thermique : l'obtention d'une soudure par fusion repose en effet principalement sur un compromis entre deux effets contradictoires : extraire la chaleur du métal d'apport et remplir le joint (c'est-à-dire le conserver suffisamment longtemps à l'état liquide). Dans les conditions de notre modèle expérimental, nous sommes désormais capables de souder par fusion sur les 2/3 de la longueur du joint en :

- recourant à un flux adapté

- minimisant la surface à souder par rapport au volume de métal de d'apport qui y est en contact Ensuite, nous avons constaté l'existence d'un fort gradient de température entre l'entrée et la sortie du canal. Ce gradient montre qu'au-delà d'une certaine longueur de joint (3 cm dans les conditions de notre modèle), il n'est pas possible de souder par fusion de manière homogène sans risquer de provoquer la fusion exagérée des pièces à assembler. C'est sans aucun doute pour pallier à ce problème que les fondeurs antiques créèrent les cuvettes : elles sont un moyen de constituer des réserves de métal d'apport (et donc de chaleur), qui régulièrement disposées le long d'un cordon permettent de minimiser les gradients de température ; il est donc possible, avec un système d'alimentation adapté, de souder par fusion sur de grandes longueurs en une seule coulée. **Conclusion Générale**

Les techniques de soudage employées pour l'élaboration des grandes sculptures de bronze de l'Antiquité ont constitué le cœur de trois années de thèse dont nous avons rendu compte grâce à ce manuscrit. L'originalité de ces travaux de recherche réside en la double approche qu'il a fallu mettre en œuvre.

D'abord, nous avons entrepris des examens approfondis de soudures antiques sur un corpus d'objets de collections muséales et archéologiques. Les résultats de ces études nous ont permis de fournir une description détaillée de chaque aspect de la technique d'assemblage des grands bronzes, que l'on nomme procédé de soudage par fusion au bronze liquide. Ensuite nous avons eu recours à des simulations expérimentales afin d'en comprendre la mise en œuvre. Nous avons en particulier abouti à l'identification de paramètres thermiques et chimiques essentiels qui président à la réussite d'une telle soudure.

Nos recherches ont impliqué l'interaction entre acteurs de compétences très différentes (radiologues, photographe, chimistes, physiciens, archéologues, conservateurs....). L'interdisciplinarité de nos travaux s'illustre notamment par les collaborations (hors C2RMF) mise en place avec les musées (musée du Louvre, musée d'Evreux, musée départementale Arles antique/MDAA), la Mission Archéologique Départementale de l'Eure (MADE), le CEA Le Ripault de Tours, l'Institut de Soudure et le CEMHTI d'Orléans (UPR 3079, Conditions extrêmes et Matériaux : Hautes températures et Irradiations). Ce manuscrit propose ainsi des bases méthodologiques à partir desquelles peuvent être menées de manière approfondie les études technologiques des grands bronzes antiques, en particulier en ce qui concerne leurs assemblages par soudage. Son domaine d'application recouvre l'histoire des techniques métallurgiques de l'Antiquité, et forme ainsi un point de départ essentiel pour en caractériser les évolutions dans le temps et l'espace.

Synthèse des résultats

Les définitions modernes du soudage et du brasage, relatives aux procédés industriels s'appliquent dans une assez large mesure à la description des soudures antiques. Les définitions constituent donc l'armature de notre réflexion en fournissant le vocabulaire juste et les différents aspects requis à la définition précise d'un tel procédé.

275

Par conséquent, la technique de soudage employée sur la grande statuaire antique en bronze se définit par :

- **un mécanisme de fusion** : l'étude de coupes métallographiques de soudure antiques ainsi que les essais conduits en laboratoire, convergent en faveur d'un procédé impliquant la prédominance d'un mécanisme de soudage fusion.

- *un métal d'apport* : sur la base de considérations thermiques, nous avons montré que l'alliage de soudage (coulée secondaire d'assemblage) était élaboré de manière à ce que sa température de *liquidus* soit équivalente ou supérieure à celle des pièces qu'il assemble (coulées primaires).

- *une source de chaleur* : ce qui fait l'originalité du procédé de soudage antique c'est que le métal d'apport constitue finalement la principale source de chaleur disponible pouvant permettre la création d'une liaison par fusion. On comprend mieux ici les propriétés mentionnées ci-dessus : l'élaboration de l'alliage du métal d'apport, au-delà des aspects esthétiques, est directement liée à la réussite du procédé de soudage par fusion. C'est pourquoi il apparaît légitime de nommer ce procédé « soudage par fusion au bronze liquide » [Mille 2007].

- plusieurs préparations au soudage des pièces à joindre: l'examen des joints soudés des grands bronzes antiques témoigne systématiquement d'une préparation préalable des pièces à joindre par un travail à froid du métal : aménagement de plateformes de contact, polissage pour ajuster le positionnement entre les pièces, creusement des bords de manière à former des canaux (pour une soudure en cordon) et des cuvettes.

- *le recours à des « flux » :* sur la base d'observations faites lors de deux études d'œuvres [Caumont et al. 2006, Darblade-Audoin et Mille 2008] l'utilisation de composés particuliers lors du processus de soudage avait été soupçonnée. Les résultats de nos expérimentations ont expliqué leur rôle (cf. ci-dessous) et bien montré qu'ils sont absolument nécessaires.

La conduite de simulations expérimentales en laboratoire a établi que la réussite d'une soudure par fusion au bronze liquide repose sur quatre grandes étapes dont l'enchaînement est lié : - *un transfert thermique rapide et le plus homogène possible sur l'ensemble de la longueur du joint :* il s'agit de la phase clé pour obtenir une fusion des bords des pièces à joindre (et donc aboutir à une soudure par fusion). Il ne faut pas que le métal d'apport mouille le métal de base à ce stade.

276

- *le mouillage du métal de base fondu par le métal d'apport :* le contact entre les deux métaux ne doit pas être gêné pour qu'une liaison métallurgique puisse se créer.

- le remplissage du joint : le métal d'apport doit irriguer le joint d'une extrémité à l'autre.

- la solidification : elle ne doit intervenir qu'après les trois autres étapes.

Chacune de ces étapes requière en fait une maîtrise parfaite de l'utilisation du métal d'apport et donc de la source de chaleur principale. Dans les conditions de notre modèle expérimental, nous avons triplé la longueur maximale de soudure par fusion en ayant recours à :

- *des flux* : ceux-ci modifient les conditions de transfert thermique de métal d'apport vers le métal de base et empêchent le mouillage ; il en résulte d'abord une distribution plus homogène de la température d'un bout à l'autre du joint. En outre leur élimination ou leur transformation permet de rétablir le contact entre le métal d'apport et le métal de base alors partiellement fondu, conduisant ainsi à la création de la liaison métallurgique lors de la solidification de l'ensemble. Parmi les composés testés, les composés du cuivre (malachite, turquoise, oxydes) semblent présenter les meilleures propriétés.

- l'abaissement du rapport surface à souder/volume de métal d'apport : il apparaît ainsi que des géométries sont plus favorables que d'autres. Ainsi, le soudage est plus aisé pour une préparation au soudage « sur réfractaire » que pour une préparation au soudage « sur métal », ce qui explique sans doute que cette dernière est assez rarement été mise en évidence.

Ces travaux de thèse nous permettent désormais de définir plus clairement le procédé de soudage employé par les fondeurs antiques pour l'élaboration de la grande statuaire en bronze. Mais ils ont surtout révélé les points délicats dont dépend la réussite d'un tel assemblage, nous rendant plus humbles face à la haute technicité qu'avaient alors atteint ces bronziers. La confrontation des résultats issus des essais en laboratoire avec les observations faites sur assemblages antiques nous laisse néanmoins entrevoir des hypothèses prometteuses quant à la mise en œuvre d'un tel procédé, en particulier du point de vue de l'élaboration des systèmes d'alimentations et d'évacuation du métal. Les cuvettes, en plus de constituer des zones d'accumulation de métal (réservoir de chaleur), pourraient parfaitement correspondre aux zones d'entrée (et voire même de sortie ?) du métal d'apport, comme nous le proposions à l'issue des examens par ultrasons des soudures du Gaulois captif d'Arles. L'alimentation en métal de soudure, à condition que celui-ci ne soit pas gêné dans sa circulation (d'où le recours au flux) est alors maximisée, favorisant ainsi le transfert de chaleur nécessaire à l'établissement d'une soudure par fusion.

Perspectives

• Développement des analyses par ultrasons à l'étude technologique des grands bronzes antiques :

Des examens par ultrasons avaient déjà été réalisés sur un grand bronze antique - la statue équestre de Marc-Aurèle conservée au Palais des Conservateurs (musées du Capitole, Rome) - lors de sa restauration, mais l'on s'était consacré uniquement à la mesure des épaisseurs des parois [Marabelli 1994]. Les informations acquises lors de l'étude sur le Gaulois captif ont permis, pour la première fois, de fournir une description précise d'une préparation au soudage mise en œuvre par les fondeurs antiques. Il faut cependant rappeler que pour ce cas, les soudures avaient déjà été localisées et leur surépaisseur au niveau de la paroi interne avait déjà été décelée en tomographie. Ainsi les examens par ultrasons ont-ils été conduits en comparaison systématique avec les résultats obtenus via les autres techniques d'analyse. Nous avons pu constater particulièrement que l'interprétation s'avérait parfois difficile dans certaines zones du fait non seulement qu'une statue est un objet à formes complexes (par opposition à un tuyau), mais aussi à cause de la présence de défauts de fonderie, d'une microstructure de l'alliage particulière (le parcours des ultrasons dépend aussi de la forme, de la taille et de la composition de la microstructure traversée), ou encore d'éventuels restes de noyau générant des signaux parasites. Ainsi, si ce type d'analyses CND a révélé un potentiel prometteur autant du point de vue analytique que de celui d'une mise en œuvre pratique et efficace même dans l'environnement d'un musée, il n'en nécessite pas moins un travail d'adaptation plus approfondi si l'on souhaite l'appliquer régulièrement à l'étude des bronzes antiques.

Simulation thermique numérique du soudage par fusion au bronze liquide

Les conclusions tirées des essais expérimentaux réalisés au cours de cette thèse sont avant tout empiriques : nous sommes capables d'identifier les conditions qui sont favorables ou non à la réussite d'une soudure par fusion. Mais nous aurions pu aller plus loin en termes de caractérisation des différents paramètres testés, comme par exemple calculer le coefficient de transfert résultant de l'application de chaque flux. En outre, une modélisation thermique numérique permettrait d'accéder au comportement en chaque point du système : nous pourrions alors quantifier avec précision les contraintes énergétiques que nous impose le procédé de soudage par fusion au bronze liquide, et prévoir les conséquences qu'impliquerait par exemple la mise en place de cuvettes.

• Simulation expérimentale de soudage en cuvettes

A l'issue de nos essais expérimentaux en laboratoire, nous avons probablement atteint la longueur maximale de soudage par fusion dans nos conditions de modélisation. Or les soudures antiques dépassent largement ces dimensions. Etant donné que nous situons désormais beaucoup mieux les paramètres clés, nous sommes en mesure de mieux comprendre le fonctionnement de certaines mises en œuvre développées par les fondeurs antiques : en particulier la mise en place de cuvettes est certainement le meilleur moyen d'optimiser le procédé de soudage par fusion au bronze liquide. La conduite de simulations expérimentales mettant en jeu de tels assemblages est une suite logique et indispensable à ces travaux

Bibliographie

[Altamura et *al* **1996]** = Altamura V., Conte T., Ferretti M., Guidi G.F.,1996, « Il colosso bronzeo dell'imperatore Costantino: caratterizzazione analitica delle leghe », rapport ENEA INN-ART n°96/024

[ASM Handbook 1973] = American Society For Metals, 1973, « Metallography, structures and phase diagrams », *in* Metal Handbook, vol.8, 8^e ed., 427p

[Arnaud 1989] = Arnaud D., 1989, « Fonderie et moulage des alliages du cuivre », Techniques de l'ingénieur, n°M800, 10p

[Arnaud et *al***]** = Arnaud D., Barbery J., Biais R., Naudot P., Fargette B., 1985, « Propriétés du cuivre et de ses alliages », *Techniques de l'ingénieur*, n°M4640, 45p

[ASM Ready References 2002] = ASM Ready References, 2002, "Chapitre 5: Melt Properties", in Thermal Properties of Metals, ASM International, Material Properties Database Committee, Cverna F (ed), p 483-492

[Atkins et Shriver 2001] = Atkins P. W., Shriver D.F., 2001. «Partie 2 : Chimie systématique des éléments», in *Chimie inorganique*», De Boeck Supérieur, p 251-434

[Aucouturier et al] = Aucouturier M., Langlois J., Robcis D., Vandenberghe Y., 2012. « La Victoire d'Arles : une dorure à la feuille exemplaire et complexe », communication lors du colloque *Rencontres autour de la sculpture romaine conservée en France*, 18-20 octobre 2012, Musée Départemental Arles Antique, Arles.

[Azéma et Mille 2010] = Azéma, A., Mille, B., 2010. La grande sculpture antique en bronze assemblée par soudage par fusion. *Soudage et techniques connexes*, Mars-Avril, Institut de Soudure, p 20-22.

[Azéma et Mille 2011] = Azéma et Mille, 2011, «Etude archéométallurgique du dépôt de grand bronzes du sanctuaire gallo-romain du Vieil-Evreux (Eure) », rapport C2RMF

[Azéma et al 2012 (a)] = Azéma A., Mille B., Pilon F., Birolleau J-C., Guyard L., 2012 (a), Etude archéométallurgique du dépôt de grand bronzes du sanctuaire gallo-romain du Vieil-Evreux (Eure), *Archéosciences, Revue d'Archéometrie* n°36, p 153-172

[Azéma et al 2012 (b)] = Azéma A., Angelini F., Mille B., Framezelle G., Chauveau D., 2012 (b). « Le Gaulois captif d'Arles, étudié au C2RMF et analysé grâce aux ultrasons par l'IS Soudage et techniques connexes », Septembre-Octobre 2012, p 10-15

[Azéma, Aucouturier, Mille, Robcis, rapport C2RMF 21406 2012] = Azéma A., Aucouturier M., Mille B., Robcis D., 2012. «Etude technologique du fragment de doigt colossal Br78 du musée du Louvre », rapport C2RMF 21406.

[Azéma 2012] = Azéma A., 2012, Compte-rendu de mission au Dipartimento di Chimica e Chimica Industriale (DCCI), Facoltà di Scienze Matematiche, Fisiche e Naturali, Università degli Studi di Genova, Gênes, Italie, C2RMF

[Azéma et al 2013] = Azéma A., Angelini F., Mille B., Framezelle G., Chauveau D., 2013, «Ultrasonic phased array contribution to the knowledge of the fusion welding process used on roman large bronze statues», in Welding in the World.

[Balfet 1991] = Balfet H., 1991. *« Des chaines opératoires, pour quoi faire ? »,* in Balfet H. (éd.), Observer l'action technique. Des chaînes opératoires, pour quoi faire, CNRS, Paris, p 11-20

[Barbery 1991] = Barbery J., 1991, «Traitements thermiques du cuivre et de ces alliages », in *Techniques de l'Ingénieur*, M1295, p 1-20

[Bentley 1998] = Bentley R.E., 1998, « 2.5 Platinum based thermocouples (Types B, R et S) », in *Handbook of temperature Measurement: the theory and Practice of Thermoelectric Thermometry*, Springer Verlag, Singapore, p 35-41

[Bertrand 2003] = Bertrand E., 2003, *Transitions de mouillage: rôle des interactions entre interfaces*, Publibook, 200p

[Bewer et al 2008] = Bewer F., Bourgarit D. et Bassett J., 2008, 'Les bronzes français (XVIe-XVIIIe siècle): notes techniques'. *In Bronzes français de la Renaissance au Siècle des lumières*, Bresc-Bautier G. and Scherf G. d. (ed.), Paris: Musée du Louvre – Somogy, p 28-41

[Bianchi et *al* 2004] = Bianchi A.-M., Fautrelle Y., Etay J., 2004. *Transferts thermiques*, PPUR presses polytechniques, 550p

[Biloni 1992] = Biloni H, 1992, *Solidification* in *Physical Metallurgy*, édité par Cahn R. W. et Haasen P., Elsevier, 3e éd, 440p

[Blondeau 2001] = Blondeau R., 2001, *Métallurgie et Mécanique du soudage*, ed Hermes Science, Broché, 256p

[Blümmer 1874-1888] = Blümner H., 1874-1888, *Technologie und terminologie der Gewerbe und Künste bei Greichen und Römen*, Leipzig, Teubner, 4 vol.

[Bol 1978] = Bol P.C., 1978, *Grossplastik aus Bronze in Olympia*, Olympische Forschung vol 9, De Gruyter (éd.), Berlin, 72p

[Bol 1985] = Bol P.C., 1985, Antike Bronzetechnik: Kunst und Handwerk antiker Erzbildner, Beck (éd.), Munich, 211p

[Borel 1995] = Borel T., 1995, « La radiographie des objets d'art », La science au service de l'histoire de l'art et des civilisations, Techné n°10, p 146-157

[Borel 1999] = Borel T., 1999, « Techniques d'examen : application de la radiographie X et 🛛 à l'étude des objets métalliques d'art et d'archéologie », in Meyer Roudet A la recherche du métal perdu : nouvelle technologies dans la restauration des métaux archéologiques, p 54-58

[Borel 2011] = Borel T., 2011. « Techniques d'imagerie par rayons X et leurs application à l'étude des objets d'art et d'archéologie : radiographie, émissiographie et tomographie 3D », séminaire *Réalité virtuelle de la production de l'image à son interprétation : nouvelles avancées*, 14 mars 2011, Maison René Ginouvès, Nanterre

[Boss et Fredeen 1997] = Boss C.B., et Fredeen K.J., 1997, *Concepts, Instrumentation and Techniques in Inductively Coupled Plasma Optical Spectrometry*, Perkin Elmer

[Boucher et Boucher 1988] = Boucher S. et Boucher J.-P., 1988, *Bronzes antiques, I. Statuaires et inscriptions*, collections archéologiques du Musée d'Évreux.

[Bouquillon et al 2006] = Bouquillon A., Descamps S., Hermary A., Mille B., 2006 « Une nouvelle étude de l'apollon Chatsworth », *revue archéologique*, 42, p 227-261

[Bourgarit et Mille 2003] = Bourgarit D., Mille B., 2003. The elemental analysis of ancient copperbased artefacts by Inductively-Coupled-Plasma Atomic-Emission-Spectrometry (ICP-AES): an optimized methodology reveals some secrets of the Vix Crater. *Measurement Science and Technology*, 14, p 1538-1555

[Bourgarit et Mille 2010] = Bourgarit D. et Mille B., 2010. La grande statuaire en bronze au C2RMF : méthodes et études de cas. In M. Joubert (ed.), *Conférence Autour du Métal*. Ecole des Beaux Arts de Tours, Tours, 9 février 2010, p. 51-69.

[Bourgarit et Thomas 2011] = Bourgarit D., Thomas N., 2011. «The ancient brass cementation processes: from laboratory to field experiments», in *Historical metallurgy*, n° 20, p 8-16.

[Bouroche et Saporta 2006] = Bouroche J.M. et Saporta G., 2006. L'analyse des données, Presses Universitaires de France (PUF), Collection Que sais-je?, 9ème édition, 128p.

[Bower et Granger 1998] = Bower T.F, Granger D.A, 1998, «Solidification structure of copper alloys ingots», *in Metals Handbook*, volume 8, 2

[Bramat 2007] = Bramat M., 2007, « 2.1 Cuivre et alliages de cuivre », in *Technologie des métaux, contrôles et essais de soudure*, De Boeck, Canada, p 24-26

[Brisset et al 2009] = Brisset F., Repoux M., Ruste J., Grillon F., Robaut F., 2009, Microscopie à balayage et microanalyses, GN MEBA, EDP Sciences, 892p

[Caumont et al 2006] = Caumont O., Margarit X., Mille B., Piccardo P., Rolley C., 2006, "Un bras d'un empereur romain en bronze à Essegney (Voges), in Revue Archéologique de l'Est (RAE), tome 55, p 173-195

[Cazes 1995] = Cazes R. 1995, « Procédés de soudage : principes généraux et critères de choix», *Techniques de l'ingénieur*, vol. 4, n°B7700, 6p

[CICLA (a) 1951-1969] = Centre d'Information du Cuivre, Laitons et Alliages (CICLA) (a), 1951-1969, « Propriétés du cuivre et de ses alliages », extraits de la revue Cuivre, Laitons, Alliage : revue technique de vulgarisation, n° 88 à 93, Techniques Riégel (ed.), Neuilly-sur-Seine

[CICLA (b) 1951-1969] = Centre d'Information du Cuivre, Laitons et Alliages (CICLA) (b), 1951-1969, « Soudage et soudabilité du cuivre et de ses alliages », extraits de la revue Cuivre, Laitons, Alliage : revue technique de vulgarisation, n° 88 à 93, Techniques Riégel (ed.), Neuilly-sur-Seine

[CICLA (b) 1951-1969] = Centre d'Information du Cuivre, Laitons et Alliages (CICLA) (c), 1951-1969, « Brasage et soudo-brasage du cuivre et de ses alliages », extraits de la revue Cuivre, Laitons, Alliage : revue technique de vulgarisation, n° 127 à ??, Techniques Riégel (ed.), Neuilly-sur-Seine

[Chamoux 1955] = Chamoux F., 1955, L'Aurige de Delphes, in Fouilles de Delphes IV, n°5, p 57-66

[Chase 1991] = Chase T., 1991, Ancient Chinese bronze art: casting the precious sacral vessels, China Institute in America, p20-38

[Craddock 1977] = Craddock P., 1977. «The composition of the copper alloys used by the Greek, Etruscan and Roman civilizations. 2. The Archaic, Classical and Hellenistic Greeks», in Journal of Archaeological Sciences, vol. 4, issue 2, p 103-123

[Chattopadhyay et Srikanth 1994] = Chattopadhyay S., Srikanth S., 1994. «The Cu-Pb-Sn (copper-leadtin) system, Journal of phase equilibria », Vol. 15, n°5, p 553-557

[Cieslak 1993] = Cieslak J. M., 1993, «Cracking Phenomena Associated With Welding», *Metal Handbook* vol 6, ASM International , 10th, Materials Park, Ohio

[Dallam et Damkroger 1993] = Dallam C. B., Damkroger B. K., 1993, «Characterisation of welds», *Metal Handbook* vol 6, ASM International , 10th, Materials Park, Ohio

[Darblade-Audoin et Mille 2008] = Darblade-Audoin M.-P., Mille B., 2008. Le pied de bronze colossal de Clermont-Ferrand. *Monuments et mémoires de la fondation Eugène Piot*, tome 87, Académie des Inscriptions et Belles-Lettres, Paris, p. 31-68

[Darblade-Audoin et Mille, à paraître] Darblade-Audoin M-P., et Mille B., avec la collaboration de Pliska, P., à paraître. Présentation préliminaire à l'étude de la statue équestre du Parc-Saint-Georges à Lyon, *in* Ayala G. (ed.), les fouilles du Parc-Saint-Georges à Lyon, *Documents d'Archéologie Française*

[Daremberg et Saglio 1877-1919] = Daremberg C., Saglio E., 1877-1919, « Statuaria », in *Dictionnaire des antiquités grecques et romaines*, Hachette, Paris, vol. 8, tome IV, partie 2, p 1488-1505

[Darque-Ceretti et Aucouturier 2012] = Darque-Ceretti E., Aucouturier M., 2012, *Dorure : décor et sublimation de la matière*, Sciences de la Matière, Presse de l'école des Mines, Broché, 156p

[Dauzat et al 1971] = Dauzat A., Dubois J., Mitterand H, 1971, « Nouveau dictionnaire éthymologique et historique », 3^e ed, Librairie Larousse, Paris VI

[Davis 2001] = Davis J. R., 2001, Copper and Copper Alloys, ASM Handbook International, p 3-6

[De Ridder 1913] = De Ridder A. 1913-1915, Bronzes antiques du Louvre I, Paris.

[Delbourgo 1966] = Delbourgo S., 1966, L'étude au laboratoire d'une statue découverte à Agde, *Bulletin du laboratoire du musée du Louvre*, p. 7-12.

[Deans et Carlisle] = Deans H. A., Carlisle C., 2007, « 5. The Single-Well Chemical Tracer Test » in Reservoir Engineering and Petrophysics, Lake L. W (ed), Society of Petroleum Engineers, Austin (Texas), vol.5, p 615-651

[DGA rapport d'enquête N°152 2000] = Délégation Générale pour l'Armement (DGA), 2000, *Enquête « qualité » relative aux hélices du porte-avion Charles de Gaulle,* Rapport d'enquête DGA, N°152 DGA/INSP/IAE/CI/SF

[Descamps-Lequime et *al* **2008]** = Descamps-Lequime S., Mille B., Robcis D., 2008, L'enfant à la bulle : histoire moderne d'un bronze antique, Techné n°27-28, p 11-20

[Develay 1992] = Develay R., 1992, « Propriétés technologiques de l'aluminium et ses alliages corroyés », *Techniques de l'ingénieur*, n°M439, 31p

[Djindjian 1991] = Djindjian F., 1991. « Chapitre 2 : l'analyse des objets archéologiques », in *Manuel d'archéologie : méthodes, objets et concepts,* Armand Colin, 156p

[Dran et al 2000] = Dran J.-C., Calligaro T., Salomon J., 2000, « Particle-induced X-ray emission », dans Ciliberto, E., Spoto. G., *Modern Analytical Methods in Art and Archaeology*, Chichester, John Wiley, p 135-166

[Drescher 1958] = Drescher H., 1958, *Der Überfangguss ; ein Beitrag zur vorgeschichtlichen Metalltechnik,* Verlag des Römisch-Germanischen Zentralmuseums in Mainz (ed.), 192p

[Dubos 2009] = Dubos J., 2009, Fonte à la cire perdue Bronze ou Airain, communication 26/11/09, Académie des beaux arts de l'Institut de France.

[Dumont-Fillon 1996] = Dumont-Fillon J., 1996. « Contrôle non destructif », in *Techniques de l'ingénieur*, 51400, p 44

[ESAB 2006] = ESAB, 2006, « Guide pratique du soudeur, electrode enrobe (MMA) », usage interne

[Ferretti et al 1995] = Ferretti M., Guidi G ;F., Massimi M., Melchiorri A., Moioli P., Pierdominici F., 1995, Il colosso bronzeo dell'imperatore Costantino: studio radiografico della fusione e caratterizzazione dei materiali, rapport ENEA INN-ART n°95/020

[FLIR 2009] = FLIR, 2009, *Flir Reporter Professional : Manuel utilisateur*, n° 1558569, rev. A401, éd. Professionnelle version 8.R, 192p

[Formigli 1984] = Formigli E., 1984, La tecnica di costruzione delle statue di Riace, in Due Bronzi da Riace, Bolletino d'Arte, Serie speciale 3

[Formigli et al 1990] = Formigli F., Gabrielli N., Sannibale M., 1990, « Indagini sulle tecniche di esecuzione di un torso bronzeo romano dei Musei Vaticani, Monumenti Musei e Gallerie Pontificie, Bolletino X », p 5-24

[Formigli 1999] = Formigli E., 1999, *I grandi bronzi antichi: le fonderie e le tecniche di lavorazione dall' età arcaica al Rinascimento*, actes du séminaire de Murlo 24-30 juillet 1993 et 1-7 juillet 1995, Nuova imagine Siena, p439

[Formigli 1999 (a)] = Formigli E., 1999 (a), « Tecnica e creazione artistica. La saldatura nella statuaria in bronzo antica», in Formigli E., *I grandi bronzi antichi: le fonderie e le tecniche di lavorazione dall' età arcaica al Rinascimento*, actes du séminaire de Murlo 24-30 juillet 1993 et 1-7 juillet 1995, Nuova imagine Siena, p 83-90

[Formigli 1999 (b)] = Formigli E., 1999 (b), «Resoconto degli esperimenti di saldatura per colata e di rifinitura a freddo sui grandi bronzi antichi », in Formigli E., *I grandi bronzi antichi: le fonderie e le tecniche di lavorazione dall' età arcaica al Rinascimento*, actes du séminaire de Murlo 24-30 juillet 1993 et 1-7 juillet 1995, Nuova imagine Siena, p 317-330

[Formigli 1999 (c)] = Formigli E., 1999 (b), «Due millenni di storia della metallotecnica nei restauri alla statua equestre del Marco Aurelio in Roma», in Formigli E., *I grandi bronzi antichi: le fonderie e le*
tecniche di lavorazione dall' età arcaica al Rinascimento, actes du séminaire de Murlo 24-30 juillet 1993 et 1-7 juillet 1995, Nuova imagine Siena, p 147- 190

[Gaussorgue 1999] = Gaussorgue G., 1999, « Chap 3: L'émission thermique de la matière », in La *thermographie infrarouge : principes, technologies, applications*, 4^e éd. TecetDoc/Lavoisier, pp 18-61

[Gettens 1965] = Gettens R.J., 1965, Joining *Methods in the fabrication of Ancient Chinese Bronze Ceremonial Vessels*, Application of Science in Examination of Works of Art, Actes du séminaire, 6-16 septembre 1965, Museum of Fine Arts, Boston, p 205-217

[Gianelli 2008] = Gianelli G., 2008, *Reproduzione dell'antico metodo di giunzione in statue del periodo greco-romano*, mémoire de stage de Master 1 (Università degli studi di Genova), au DCCI, sous la direction de P. Piccado 49p

[Goupy 1997] = Goupy J., 1997, «Plan d'expériences », in Techniques de l'Ingénieur, 230p

[Granjon 2005] = Granjon H., 2005, *Bases métallurgiques du soudage*, 2^e édition, Institut de Soudure (éditeur), 251p

[Guiraldenq 1992] = Guiraldenq P., 1992, « Diffusion dans les métaux», Techniques de l'ingénieur, n°M55, 40p

[Gury et Guyard 2006] = Gury F., Guyard L., 2006. Le sanctuaire central du Vieil-Evreux (Eure) et le bronze à l'épaule cuirassée. *In* Brouquier-Reddé *et al.* : Mars en Occident. Actes du colloque international « Autours d'Allonnes (Sarthe), les sanctuaires de Mars en Occident ». Le Mans, Université du Main, 4-6 juin, Presses universitaire de Rennes, p 211-221

[Guyard et Bertaudière 2007] = Guyard L., Bertaudière S., 2007. Le grand sanctuaire central du Vieil-Evreux (Eure) : Résultats de la campagne 2007. *Haute-Normandie archéologie*, Bulletin n° 12 : 71-73. Centre de recherches archéologiques de Haute Normandie, Rouen

[Haynes 1992] = Haynes D.E.L., 1992, The technique of Greek bronze statuary, P. von Zabern, 156 p

[Hanifan 2010] = Hanifan R., 2010, *The Engineering Language: A Consolidation of the Words and Their Definitions,* Momentum Press, 123p

[Haudin et Montheillet 1984] = Haudin J.-M. et Montheillet F., 1984, Notions fondamentales sur les matériaux dentaires. Structures des métaux et alliages, Paris, S.N.P.M.D

[Heilmeyer 1996] = Heilmeyer W. D., 1996, *Der Jüngling von Salamis, Technische Untersuchungen zu römischen Grossbronzen*, Mayence, Ph. von. Zabern, 62p

[Hemingway 2004] = Hemingway S.A., 2004, *The Horse and Jockey from Artemision: A Bronze Equestrian Monument of the Hellenistic Period*, University of California Press, 222p

[Hermann 1985] = Hermann B., 1985, *Archäologische Bronzen im Röntgenbild*, in Archäologische Bronzen: Antike Kunst, Modern Technik, Reimer D. (ed), p 112-125

[Ioannidou et *al* **2000]** = Ioannidou E., Bourgarit D., Calligaro T, Dran J.-C., Dubus Michel, Salomon J., Walter Ph., 2000, « RBS and NRA with external beams for archaeometric applications », Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, vol. 161, p 730-736

[Jacobson et Humpston 2004] = Jacobson D. M., Humpston D., 2004, Principle of Soldering, ASM International, Materials Park, Ohio

[Jacobson et Humpston 2005] = Jacobson D. M., Humpston D., 2005, Principle of Brazing, ASM International, Materials Park, Ohio

[Janietz Schwarz et Rouiller 1996] = Janietz Schwarz B., Rouiller D., 1996, *Ein Depot zerschlagener Grossbronzen aus Augusta Raurica: die Rekonstruktion der beiden Pferdestatuen und Untersuchungen zur Herstellungstechnik*, Augst, Römermuseum, (*Forschungen in Augst*, 20), 238p

[Janietz Schwarz 2000] = Janietz Schwarz B., 2000, *Ein Depot zerschlagener Grossbronzen aus Augusta Raurica: die Rekonstruktion der Gewandfiguren*, Augst, Römermuseum, pp 208 (*Forschungen in Augst*, 30)

[Jantzen 1955] = Jantzen U., 1955, Griechische Greifenkessel, Berlin

[Kofstad 1988] = Kofstad P., 1988, High Temperature corrosion, Elsevier Applied Science

[Kolin 2011] = Kolin D., 2011. « Démonstration et application de l'utilisation de la caméra NextEngine dans le - cadre archéologique », séminaire *Réalité virtuelle de la production de l'image à son interprétation : nouvelles avancées*, 14 mars 2011, Maison René Ginouvès, Nanterre

[Korojy 2009] = Korojy B., Ekbom L., Fredriksson H., 2009, «Microsegregation and solidification shrinkage of copper lead alloys», Advances in Materials Science and Engineering, volume 2009, Hindawi Publishing Corporation 9p

[Kluge 1927] = Kluge K., 1927, Die Antiken Grossbronzen ; Die Antiken Erzgestaltung, ed Kluge K. et Lehmann-Hartleben K.

[Lahusen et Formigli 2001] = Lahusen G., Formigli E., 2001, Römische Bildnisse aus Bronze. Kunst und Technik, Munich, Hirmer, 542p.

[Lechtman et Steinberg 1970] = Lechtman H, Steinberg A., 1970, *«Bronze Joining: a Study in Ancient Technology»*, in Art and Technology, in Application of Science in examination of Works of Art, Boston, p 103-138

[Lehner et Rossman 2011] = Lehner F., Rossman S., 2011, « 7.5. Experimente zu anticken Reparatur und Schweißtechniken », in Peltz U. et Schalles H-J, *Der Xantener Knabe: Technologie, Ikonographie, Funktion und Datierung*, p 155-165

[Leroux M. 2007] = Leroux M., 2007. Rapport de traitement. C2RMF: dossier FZ1520, document n°16166.

[Lesueur et Novion 1979] = Lesueur D., Novion Ch.-H., 1979, «L'état métallique-propriétés atomiques », *Techniques de l'ingénieur*, n°M35

[Lesoult 1986] = Lesoult G., 1986, « Solidification : Cristallisation et microstructures », *Techniques de l'ingénieur*, tome M1, n°M58, 25p

[Lucas 1984] = Lucas L.-D., 1984, « Viscosité des principaux métaux et métalloïdes », in *Techniques de l'Ingénieur*, M66, p 1-10

[Macel 2010] = Macel D., 2010, « Le brasage », Soudage et Techniques Connexes, Institut de Soudure, mars-avril, p 2-3

[Marabelli 1994] = Marabelli M., 1994, «The Monument of Marc Aurelius: Research and Conservation», in Ancient and Historic Metals, Conservation and Scientific research, Proceedings of a Symposium organized by the J. Paul Getty Museum and the Getty Conservation Institute, novembre 1991, p 1-18

[Marini 1987] = Marini G.M., 1987, « La teniche di fabbricazione », In Bronzi dorati da Cartoceto, Florence, p 126-129

[Marti-Clercx et Mille 2002] = Marti-Clercx V., Mille B., 2002, « Nouvelles données sur la répartition des ateliers producteurs de vases anthropomorphes : la nature de l'alliage peut-elle déterminer la provenance ? », in : Giumlia-Mair A. (ed.) *Bronzi Antichi : produzione e technologi,* 22-26 mai 2001, Grado-Aquileia, Monographie instrumentum, M. Mergoil ed., p 385-392

[Martinez et al 2012] = Martinez J.-L., Roger D., Sintès C., Picard P., 2012, Arles, les fouilles du Rhône, un fleuve pour mémoire, musée du Louvre, 9 mars au 25 juin 2012, Broché, 48 p

[Masson 2007] = Masson J.-M., 2007, « Elaboration de l'acier moulé : analyse des processus métallurgiques », in *Techniques de l'ingénieur*, 3624, 20p

[Mattusch 1975] = Mattusch C. C., 1975, *Casting techniques of Greek bronze sculpture: Foundries and Foundry Remains from the Athenian Agora with Reference to Other Ancient Sources*, These de doctorat, University Microfilms International 640p

[Mattusch 1980] = Mattusch C. C., 1980, *The Berlin Foundry Cup: The Casting of Greek Bronze Statuary in the Early Fifth Century BC,* AJA 84, p 435-44

[Mattusch 1988] = Mattusch C. C., 1988, Greek Bronze statuary: from the beginnings through the fifth century B.C., Cornell University Press, 246p

[Mattusch 1996a] = Mattusch C. C., 1996, *Classical Bronzes: The Art and Craft of Greek and Roman Statuary*, Cornell University Press, 241p

[Mattusch 1996b] = Mattusch C. C., 1996, *The Fire of Hephaistos*, Arthur M. Sackler Museum, Harvard University Art Museums, p. 162-179

[Mattusch et Lie 2005] = Mattusch C. et Lie H., 2005, Villa dei Papiri at Herculanuem : Life ans Afterlife of a Sculpture Collection, J. Paul Getty Museum, Los Angeles, 392p

[Mattusch 2012] = Mattusch C. C., 2012 « Changing Approaches to Classical Bronze Statuary », in « *Bronzes grecs et romains, recherché récentes » — Hommage à Claude Rolley,* INHA (« Actes de colloques ») [en ligne] http://inha.revues.org/3960

[Maxwell et al 1989] = Maxwell J. A., Campbell J. L. et Teesdale W. J., 1989, The Guelph PIXE software package, *Nucl. Instr .and Meth. B* 43, p 218-230

[McGraw-Hill Companies 2003] = McGraw-Hill Companies, 2003, McGraw-Hill Dictionary of Scientific et Technical Terms, 6e edition

[Mehl 1973] = Mehl R., 1973, « Metallographic Technique for Copper and Copper Alloys », *in Metallography, Structures, and Phase Diagrams*, T. Lyman (ed.), p 130-132

[Menu et *al* 1990] = Menu M., Calligaro T., Salomon J., Amsel G. et Moulin J., 1990, «The dedicated accelerator-based IBA facility AGLAE at the Louvre», *Nucl. Instr. and Meth. B* 45, p 610-614

[Michelucci 2006] = Michelucci M., 2006. Apoxyomenos : The Athlete ot Croatia, Guinti, 127p

[Mille et Bourgarit 2000] = Mille B. et Bourgarit D., 2000. L'analyse des alliages anciens à base de cuivre : état des connaissances et développement d'un protocole d'analyse par ICP-AES, Revue d'archéométrie, 24, p 13-26

[Mille 2007] = Mille B., 2007, « Etude technique du cheval de bronze de Neuvy-en-Sullias », (éd.) *Le cheval et la danseuse, à la redécouverte du trésor de Neuvy-en-Sullias*, musée des Beaux-Arts d'Orléans, 13 mars au 26 août 2007, Paris: Somogy Paris: Somogy, p 88-99 et p 264-265

[Mille et Borel 2007] = Mille, B. et Borel, T. 2007, « Composition élémentaire et radiographie des statuettes de Neuvy-en-Sullias », In Gorget, C. et Guillaumet, J.-P. (éd.) Le cheval et la danseuse, à la redécouverte du trésor de Neuvy-en-Sullias, musée des Beaux-Arts d'Orléans, 13 mars au 26 août 2007, Paris: Somogy, p 194-199 et p 268-269

[Mille et Robcis 2009] = Mille B. et Robcis .D, 2009, « Note sur la technique de fabrication du captif », In Picard P., et Long L. (éd), César, le Rhône pour mémoire, vingt ans de fouilles dans le fleuve à Arles, MDAA, 24 octobre 2009 au 19 septembre 2010, Actes Sud, Arles, p 162-165.

[Mille et al 2009] = Mille B., Nicot F., Robcis D., 2009, « Traitements de restauration et étude technique de la victoire en bronze doré », *In* Picard P., et Long L. (éd), *César, le Rhône pour mémoire, vingt ans de fouilles dans le fleuve à Arles*, MDAA, 24 octobre 2009 au 19 septembre 2010, Actes Sud, Arles, p 172-178.

[Mille et *al* 2010] = Mille B., Gajda I., Demange F., Pariselle C., Coquinot Y., Porto E., Tavoso O. et Zink A., 2010. Hawtar'athat, fils de Radaw'il du lignage de Shalalum, une grande statue de bronze du royaume de Saba' (Yémen). *Monuments et mémoires de la fondation Eugène Piot, Académie des Inscriptions et Belles-Lettres*, 89, p. 5-68.

[Mille et Robcis 2012] = Mille B. et Robcis .D, 2012, « Le cas des grands bronzes antiques. Étudier pour restaurer ou restaurer pour étudier ? », *La restauration des peintures et des sculptures : connaissance et reconnaissance de l'œuvre*, Armand-Colin, p 101-116

[Mille et *al* 2012] = Mille B., Rossetti L., Rolley C., Bourgarit D., Formigli E., Pernot M., 2012, « Les deux statues d'enfant en bronze (Cap d'Agde) : étude iconographique et technique », in Martine Denoyelle, Sophie Descamps-Lequime, Benoît Mille et Stéphane Verger (dir.), Actes du Colloque « *Bronzes Grecs et Romains, recherches récentes », Hommage à Claude Rolley* du 16-17 juin 2009, INHA

[Mille 2012 (a)] = Mille B. (a), 2012. *«The casting techniques of Antique South-Arabian Large Bronze Statues »*, Actes du colloque *Studies of Ancient Asian Metallurgy using Scientific Methods,* Fifth Forbes symposium at the Freer Gallery of Art, 28-29 octobre 2010, Washington.

[Mille 2012 (b)] = Mille B. (b), 2012. «Casting a large bronze statue: why such a diversity of chaînes opératoires? », communication lors du colloque *Bronzes Français, matériaux et techniques de la*

sculpture en bronze du XVI^e s. au XVIII^e s, 9-12 juin 2012 , Musée du Louvre et Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France.

[Mille et Azéma 2012] = Mille B., Azéma A., 2012, Nouvelles données de laboratoire sur l'Ephèbe d'Agde, in *De l'éphèbe à Alexandre d'Agde*, Musée de l'Ephèbe, Agde

[Mille et Darblade-Audoin 2012] = Mille B. et Darblade-Audoin M.-P.. 2012. «Le pied colossal de Clermont-Ferrand et la question de l'atelier de Zénodore», in Actes du colloque Bronzes grecs et Romains, recherches récentes, hommage à Claude Rolley, (M. Denoyelle, S. Descamps, B. Mille, S. Verger), 16-17 juin 2009, INHA.

[Mille et Azéma, à paraître] = Mille B. et Azéma A., à paraître. «Le Gaulois captif et la Victoire doré d'Arles sont-ils des grands bronzes », actes du colloque *Rencontres autour de la sculpture romaine conservée en France*, 18-20 octobre 2012, Musée Départemental Arles Antique, Arles.

[Moureau et Brace 2008] = Moureau M., Brace G., 2008, Comprehensive dictionary of petroleum and other energy sources: English-French, ed Ophrys, 1099

[Murry 1994] = Murry G 1994, « Soudage et soudabilité métallurgique des métaux », *Techniques de l'ingénieur*, vol. MC2, n°M715, pp 35

[Narula et al 1989] = Narula G.K., Narula K.S., GuptaV.K., 1989, « 9. Theory of alloys: constitution and equilibrium diagrams », in *Material Science*, Tata McGraw-Hill Education, p 134-153

[NIST ITS-90 1999] = NIST ITS-90, 1999, Thermocouple Database, NIST Standard Reference Database 60, Version 2.0, http://srdata.nist.gov/its90/main/, consulté le 20/09/12

[Noël 1984] = Noël L., 1984, «Constructions soudées, Brasage », Techniques de l'ingénieur, B5195

[Olson et al 1993] = Olson D.L., Liu S., Frost R.H., Edwards G.R., Fleming D.A., 1993, «Nature and Behavior of fluxes used for welding», *Metal Handbook* vol 6, ASM International , 10th, Materials Park, Ohio

[Pajani 2001] = Pajani D., 2001. «Thermographie: principles et mesure», *Techniques de l'ingénieur*, R2740, 16p

[Pariselle et *al***, à paraître]** = Pariselle C., Timbart N., Ali Mohamed A.-R., Andrieu-Lanoë G., Aucouturier M., Baud M., Borel T. et Mille B. à paraître (soumis en 2012). A bronze statue of a Meroitic archer-king: new data. Studies in Conservation.

[Patchett 2003] = Patchett B. N., 2003. «Section I: welding metallurgy, in *Metals Blue Book. Welding Filler Metals*», Casti, Canada, 5e edition, p 17 à 20

[Pelton 1992] = Pelton H, 1992, *Phase diagram* in *Physical Metallurgy*, édité par Cahn R. W. et Haasen P., Elsevier, vol. 1, 3e éd, p 328-381

[Peltz 2010] = Peltz 2010, Die Antike Technik des Angusschweissen, http://www.uwepeltz.de/, consulté le 12/12/12.

[Peltz et Schalles 2011] = Peltz U., Schalles H.-J., 2011, *Der Xantener Knabe. Technologie, Ikonographie, Funktion und Datierung*, Philipp von Zabern Verlag, 188p

[Pernot 1999] = Pernot 1999, « Mise en forme et utilisation des alliages métalliques dans les cultures anciennes du monde occidental », in *A la recherche du métal perdu: Nouvelles technologies dans la restauration des métaux archéologiques*, Meyer-Roudet, broché, p31-38

[Perrella et al 2007] = Perrella, C., Deloga M., Parisi Presicce, C., 2007. *Il cavallo di bronzo nei Musei Capitolini : un original greco-roma*. Punctum, Italie

[Perocco 1979] = Perocco G., 1979, Horses of San Marco, Thames and Hudson, 245p

[Picard 2009 (a)] = Picard P., 2009, (a) « Le Gaulois captif », *In* Picard P., et Long L. (éd), *César, le Rhône pour mémoire, vingt ans de fouilles dans le fleuve à Arles*, MDAA, 24 octobre 2009 au 19 septembre 2010, Actes Sud, Arles, p 152-161.

[Picard 2009 (b)] Picard P., 2009, (b) « La Victoire», *In* Picard P., et Long L. (éd), *César, le Rhône pour mémoire, vingt ans de fouilles dans le fleuve à Arles*, MDAA, 24 octobre 2009 au 19 septembre 2010, Actes Sud, Arles, p 166-171.

[Pichon et al 2010] = Pichon L., Beck L., Walter Ph, Moignard B., Guillou T., 2010, « A new mapping acquisition and processing system for simultaneous PIXE-RBS analysis with external beam », in *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, n°268, p 2028-2033

[Porter et Easterlin 1992] = Porter D. A. et Easterlin K. E., 1992, *Phase transformations in Metals and Alloys,* Chapman et Hall, 2^e Edition, p 233 à 238

[Portevin et Seferian 1934] = Portevin A., Seferian D., 1934, « Etude thermique de la soudure au chalumeau et à l'arc », XI^e Congrés International de l'Acétylène et de la Soudure Autogène, Rome, vol. 3, p 269-297

[Prevost 1889] = Prevost G.-A., 1889, Le Jupiter en bronze du musée d'Evreux, Ch Hérissey, Evreux, 23p

[Prevost 1999] = Prevost S., 1999. « Développement du protocole analytique pour les alliages à base de cuivre par ICP-AES », rapport de stage au C2RMF, IUT Mesures Physiques de Saint-Denis – Option techniques instrumentales, sous la direction de D. Bourgarit et B. Mille, 19 avril - 25 juin 1999.

[Quéré 2003] = Quéré D., 2003, « Lois du mouillage et de l'imprégnation », in *Techniques de l'Ingénieur*, vol. J2, n°J2140, p 1-15

[Rayamyaki et *al* **2007]** = Rayamyaki P., Karkhin V. A., Khomich P. N., 2007, « Determination of the main characteristics of the temperature field for the evaluation of the type of solidification of weld metal in fusion welding », in *Welding International*, n° 21, p 600-604

[Reinhart 2006] = Reinhart G., 2006, Dynamique de formation de la microstructure de solidification d'alliages métalliques : caractérisation par imagerie X synchrotron, PhD, Université Paul Cézanne Aix-Marseille III, 199p

[Rever 1824] = Rever F., 1824, *Description de la statue fruste, en bronze doré, trouvée à Lillebonne,* Bibliothèque de l'Institut National d'Histoire de l'Art, collections Jacques Doucet, Evreux, 47p

[Rever 1827] = Rever F., 1827, *Mémoires sur les ruines du Vieil-Evreux, département de l'Eure*, Société libre d'agriculture, sciences, arts et belles-lettres de l'Eure, 308p

[Richter 1970] = Richter G.M.A., 1970, *The sculpture and the sculptors of the Greeks*, 4th ed., New Haven

[Rohnstock 1998] = Rohnstock U., 1998, « Die Odyssee des Betenden Knabe, Restauro », in *Restauro*, n°3, p 172-179

[Rolley 1994] = Rolley C., 1994, *La sculpture grecque I. Des origines au milieu du V^e siècle*, éd. Picard, 440p

[Rolley 2000] = Rolley C., avec la collaboration de Pernot M., 2000, Le bronze et les bronzes, le rôle de l'archéométrie, Archéométrie, les sciences appliquées à l'archéologie, n° 253, p 62-69

[Rolley 2003] =Rolley C., 2003, « La coulée des grands bronzes d'après les sources antiques », in *Le métal*, Techné n°18, p 14-19

[Sannibale 1999] = Sannibale M, 1999, Tra età classica ed ellenismo : la tecnica dei grandi bronzi e i suoi riflessi nella produzione minore, in Formigli E., *I grandi bronzi antichi: le fonderie e le tecniche di lavorazione dall' età arcaica al Rinascimento*, actes du séminaire de Murlo 24-30 juillet 1993 et 1-7 juillet 1995, Nuova imagine Siena, p 113-146

[Sannibale 2006] = Sannibale M, 2006, *Quale originale? Riflessioni sull'artigianato artistico alla luce dell'indagine tecnologica di un bronzo etrusco*, in la metallurgia italiana, p 53-59

[Savage et Szekeres 1965] = Savage W. F., Lundin C. D., Aronson A. H., 1965, «Weld metal solidification mechanics", in Welding Journal, n°44, p 175-s à 181

[Savage et Szekeres 1976] = Savage W. F., Szekeres E. S., 1967,"A mechanism for crack formation in HY-80 steel", in Welding Journal, n° 46, p 94-s à 96-s

[Schumacher 1986] = Schumacher M., 1986, « Données physico-chimiques des principaux métaux et métalloïdes. Propriétés atomiques », in *Techniques de l'Ingénieu*r, vol. MB2, pp M68.1-M68.7

[Schwartz 1993] = Schwartz Mel M., 1993, Fundamentals of brazing and soldering», *Metal Handbook* vol 6, ASM International , 10th, Materials Park, Ohio

[Scott 1991] = Scott D. A., 1991, *Metallography and microstructure of ancient and historic metals,* J. Paul Getty Museum, 185p

[Serway 1992] = Serway R.A., 1992. « chap. 10 : Introduction à la physique quantique », in Physique : physique et optique moderne, De Boeck Supérieur, 3^e ed., p 379

[Skoog et al 2003] = Skoog D.A., Holler F.J., Nieman T.A., 2003. « Chapitre 10 : Spectrométrie d'émission atomique », in *Principes d'analyse instrumentale,* De Boeck Supérieur, p 203-252

[Solomon 1993] = Solomon H.D., 1993, «Fundamentals of weld solidification», *Metal Handbook* vol 6, ASM International, 10th, Materials Park, Ohio

[Steinberg 1973] = Steinberg A., 1973, «Joining Methods on Large Bronze Statues: some experiments in ancient technology», *Application of Science in examination of works of art*, compte rendu du séminaire du 15 au 19 juin 1970, William J-Young, p 103-138

[Szewczyk 2010] = Szewczyk M., 2010. « Le Jupiter et l'Apollon, célèbres antiques du musée d'Evreux : étude de leur histoire matérielle», mémoire d'étude pour la 1^{ere} année du 2^e cycle de l'Ecole du Louvre, sous la direction de Ch. Lancestremère.

[Taylor et Guesnier 2008] = Taylor B., Guesnier A., 2008, *Métallographie des soudures*, Notes d'application fournies par Struers, Copenhague, Danemark, 8p

[Thiery 2002] = Thiery Ch., 2002. « Tomographie à rayons X », in Techniques de l'ingénieur, P950, 24p

[Thompson et Walsh 1989] = Thompson M., Walsh J.N., 1989, Handbook of Inductively Coupled Plasma Spectroscopy, 2nd edition, Chapman and Hall

[Varisellaz 1987] = Varisellaz R., 1987, « Soudage : éléments de conception et de réalisation». p.4-49 et 160-176

[Vander Voort 2004] = Vander Voort G. F., 2004, « Color Metallography », in Metallography and Microstructures, ASM Handbook, Vol.9, p 493-512

[Veber et al 2007] = Veber C., Mille B. et Pernot M., 2007. Le dépôt de Vaudrevange : études techniques et éléments d'interprétation. *Antiquités Nationales*, tome 37, p. 1-33.

[Watzeels 2009] = Watzeels A.-M., 2009. « Concevoir un extranet pour une communauté scientifique : le cas d'un extranet sur les grands bronzes antiques », mémoire pour l'obtention du titre professionnel Chef de projet en ingénierie documentaire, Institut National des Techniques de la Documentation, Conservatoire National des Arts et Métiers

[Weman 2003] = Weman K., 2003, Welding Processes Handbook, Woodhead Publishing Ltd., 193p

[Yang 2007] = Yang S., 2007, *Les techniques de soudage de la grande statuaire antique en bronze : étude expérimentale*, mémoire de stage de Master pro (Université de Poitiers), au C2RMF, sous la direction de B. Mille 48p

[Zimmer 1985] = Zimmer G., 1985, « Schriftquellen zum antiken Bronzeguss », in Archäologische Bronzen : Antike Kunst, modern Technik, H. Born (éd.), Berlin, p 38-49.

[Zimmer et *al* **2011]** = Zimmer G., Wirth M., Ellerbrok R., Bührig-Polaczek A, 2011, «Stückungstechnik griechischer Bronzestatuen-Kunst und technologischer Fortschritt», in Giesserei 98, n°6, p 264-273

[Zwicker 1993] = Zwicker U., 1993, « Investigation on antique techniques for joining and repairing of bronze casting », in Formigli, *Antichi officine del bronzo: materiali, strumenti, tecniche,* Nuova immagine (ed), actes du séminaire étude et experimentations 26-31 juillet 1991, p 137-145

Film « De bronze et d'Or » réalisé pour l'exposition au Musée du Louvre Arles, Les fouilles du Rhône, un fleuve pour mémoire (9 mars au 25 juin 2012), Coproduction du C2RMF et du Musée Départemental Arles Antique. Annexes

Annexe n°01 : Bilan de l'étude préliminaire des fragments issus du dépôt de grands bronzes du Vieil-Evreux
Annexe n°02 : Relevés technologiques sur les fragments du dépôt de grands bronze du Vieil-Evreux
Annexe n°03 : Résultats des analyses par ICP-AES du dépôt du Vieil-Evreux
Annexe n°04 : Résultats des analyses par ICP-AES des bronzes d'Arles
Annexe n°05 : Résultats des analyses par ICP-AES du doigt fragmentaire du musée du Louvre
Annexe n°06 : Données projetées sur le diagramme de phase Cu-Sn-Pb
Annexe n°07 : Analyses par ultrasons des soudures du Gaulois captif d'Arles
Annexe n°08 : La thermographie infrarouge 336
Annexe n°09 : Préparation de coupes métallographiques
Annexe n°10 : Examens au microscope optique 342
Annexe n°11 : Examens au microscope électronique à balayage (MEB) et à la microsonde électronique de Castaing (EPMA) : imagerie en SE ou en BSE
Annexe n°12 : Cartographies élémentaires 346
Annexe n°13 : Analyses par ICP-AES 350

Annexe n° 01 : Bilan de l'étude préliminaire des fragments issus du dépôt de grands bronzes du Vieil-Evreux

N° d'inventaire (et N° d'analyse)	Image	Analyses	Lieu de conservation	Epaisseur des parois (mm)	Nbre de pièces	Nbre de clous distanciateurs ou Emplacement (dimensions (mm))	Assemblage ? (soudure, brasure)	Plaquettes de réparures (dimensions (mm))
2010.0.001		х	musée d'Evreux	2,5 à 3	1	-	métal de soudure	rectangulaires
2010.0.002			musée d'Evreux	2,5 à 3	1	-	-	rectangulaires
2010.0.003			musée d'Evreux	2,5 à 3	1	_	μ	_
2010.0.004			musée d'Evreux	3,5 moy	1	1 ? mm	métal de brasure ou soudure	rectangulaires
2010.0.005	1		musée d'Evreux	6,5 à 9	1	_	_	_
2010.0.006	1		musée d'Evreux	5 à 6	1	_	métal de soudure	_
2010.0.007	1		musée d'Evreux	2 à 2,5	1	1?	_	rectangulaires
2010.0.008			musée d'Evreux	2 à 3	1	_	métal de brasure?	_
2010.0.009	1		musée d'Evreux	2,5 à 3,5	1	_	_	rectangulaires
2010.0.010	1		musée d'Evreux	2,5 moy	1	_	plaquette de réparation	_

N° d'inventaire (et N° d'analyse)	Image	Analyses	Lieu de conservation	Epaisseur des parois (mm)	Nbre de pièces	Nbre de clous distanciateurs ou Emplacement (dimensions (mm))	Assemblage ? (soudure, brasure)	Plaquettes de réparures (dimensions (mm))
2010.0.036			musée d'Evreux	?	1	-	métal de soudure	_
2010.0.037			musée d'Evreux	1,5 moy	1	-	-plaquette de réparation -métal de brasure?	_
2010.0.038			musée d'Evreux	isée ? 1 _		métal de soudure	_	
2010.0.043			musée d'Evreux	1à2	1	-	plaquette de réparation	_
2010.0.045	}		musée d'Evreux	2 moy	1	-	_	_
2010.0.051			musée d'Evreux	2 à 2,5	1	-	-plaquette de réparation -métal de brasure?	_
2010.0.056			musée d'Evreux	2,5 moy	1	_	-plaquette de réparation -métal de brasure?	_
2010.0.057			musée d'Evreux	2 à 2,5	1	-	_	_
2010.0.060			musée d'Evreux	3 moy	1	_	-plaquette de réparation - brasure?	_
2010.0.062			musée d'Evreux	1,5 moy	1	_	_	_
4699	1 >		musée d'Evreux	_	_	-	_	_

N° d'inventaire (et N° d'analyse)	Image	Analyses	Lieu de conservation	Epaisseur des parois (mm)	Nbre de pièces	Nbre de clous distanciateurs ou Emplacement (dimensions (mm))	Assemblage ? (soudure, brasure)	Plaquettes de réparures (dimensions (mm))
4830 (FZ1515)	3	х	musée d'Evreux	2 à 2,5	1	1 clou 2 mm	métal de soudure	rectangulaires (19*6 mm)
4831 (c2rmf.69343)		х	musée d'Evreux	3 moy	1	_	métal de soudure	-
4832 (FZ1516)		Х	musée d'Evreux	3 moy	1	1 clou 2 mm	métal de soudure	rectangulaires (8*6 mm)
4833 (FZ1517)		х	musée d'Evreux	2 à 3	1	2? 4,5 mm ?	métal de soudure	_
4845 (c2rmf.69346)	And the	х	musée d'Evreux	?	1	1 c. 2,5 mm	métal de soudure	rectangulaires
4846 (c2rmf.69347)		х	musée d'Evreux	2,5 à 4 bandeau 5 à 8 frange	2?	1 trou carré c. 7 mm 1 trou circulaire d. 5 mm	soudure	rectangulaires
4847		х	musée d'Evreux	2,5 à 3,5	1	1 c. 2,5 mm	_	_
4848			musée d'Evreux	6,5 à 9,2	1	_	_	_
4849			musée d'Evreux	4 à 9,5	1	_	-	_
4850			musée d'Evreux	2 à 3	1	_	métal de soudure	_
4851 (c2rmf.69349)		х	musée d'Evreux	2 à 2,5	1	1 2 mm	métal de soudure	_

Annexes

N° d'inventaire (et N° d'analyse)	Image	Analyses	Lieu de conservation	Epaisseur des parois (mm)	Nbre de pièces	Nbre de clous distanciateurs ou Emplacement (dimensions (mm))	Assemblage ? (soudure, brasure)	Plaquettes de réparures (dimensions (mm))
4852 (c2rmf.69350)		х	musée d'Evreux	4 à 8,5	1	_	-	_
4853 (c2rmf.69351)		х	musée d'Evreux	6 moy	2?	2 trous carrés c. 8 mm	métal de soudure	rectangulaires
4854 (c2rmf.69352)		x	musée d'Evreux	3 à 6,5 irrégulier	1	-	métal de soudure?	rectangulaires et polygonales
4855 (c2rmf.69353)		х	musée d'Evreux	5,6 à 8	1	clou c.2,5 mm trou carré c.7 mm trou circulaire d.5 mm	métal de brasure?	rectangulaires et polygonales
4856 (c2rmf.93354)	1	х	musée d'Evreux	2 à 7 5 moy	2	1 c. 2,5 mm	soudure	rectangulaires et polygonales
4857 (c2rmf.69355)		х	musée d'Evreux	2 à 3,5 moy	1	trou carré c.7 mm 3 clous c.2,5 mm	métal de soudure?	rectangulaires et polygonales
4858 (c2rmf.69356)		х	musée d'Evreux	2 à 2,5 moy 5 centre	1	_	_	rectangulaires
4859 (c2rmf.69357)		х	musée d'Evreux	5 moy 6,3 bord	1	1 3 mm	_	polygonales
4860 (c2rmf.69358)		х	musée d'Evreux	4 moy	1	Clou c.2,5 mm	métal de brasure (plomb- étain?)aux emplacements des décors	Décors incrusté : plaquettes
4861 (c2rmf.69359)		х	musée d'Evreux	2 à 2,5 moy	1	-	métal de brasure (plomb- étain ?)	Il s'agit d'une plaquette de réparure polygonale?
4862 (c2rmf.69360)		х	musée d'Evreux	1,5 à 3	1	Trou circulaire d.5mm	_	rectangulaires

N° d'inventaire (et N° d'analyse)	Image	Analyses	Lieu de conservation	Epaisseur des parois (mm)	Nbre de pièces	Nbre de clous distanciateurs Ou Emplacement (dimensions (mm))	Assemblage ? (soudure, brasure)	Plaquettes de réparures (dimensions (mm))
4863 (c2rmf.69361)		х	musée d'Evreux	4 moy	1	Clou c. 3mm	-	rectangulaires
4864 (c2rmf.69362)		x musée d'Evreux		2,5 à 3	2	3 trous circulaires d. 5,5 mm	soudure ou brasure	rectangulaires
4865 (c2rmf.69363)		X musée 6 moy 1 2 clous c.3mm métal de ré d'Evreux 9,6 zone 1 c.7,5 mm		rectangulaires et polygonales				
4866 (c2rmf.69364)		х	musée d'Evreux	iusée 3 moy 2 trous 2 zone 1 circulaires _ re déformée d. 5mm		rectangulaires		
4867 (c2rmf.69365)	-	х	musée d'Evreux	4,5 à 9 selon relief	1			rectangulaires
4868			musée d'Evreux	1,5	-	_	métal de soudure?	polygonales
4869 (c2rmf.69366)		х	musée d'Evreux	?	1	1 clou mais non visible sur radio 1 tige circulaire d.5mm	-	_
4870			musée d'Evreux	?	_	-	plaquette de réparation	_
4871			musée d'Evreux	2 moy	Ι	-	-	plaquette de réparation
4872	<u> </u>		musée d'Evreux	2,5 à 3	1	_	_	_
4873			musée d'Evreux	_	-	_	métal de soudure	_

N° d'inventaire (et N° d'analyse)	Image	Analyses	Lieu de conservation	Epaisseur des parois (mm)	Nbre de pièces	Nbre de clous distanciateurs ou Emplacement (dimensions (mm))	Assemblage ? (soudure, brasure)	Plaquettes de réparures (dimensions (mm))
4874 (c2rmf.69367)		х	musée d'Evreux	3 à 3,5 moy	1?	trou carré 7,5 mm	métal de soudure?	_
4875 (c2rmf.69368)		х	X musée 3 d'Evreux		1	_	métal de soudure?	_
4876 (c2rmf.69369)	1	X musée 2 à 2,5 moy 3 à 5 zone rectiligne		1	1 c.2 mm	métal de soudure?	_	
4877	*		musée 2,5 moy d'Evreux 1,5 zones		1	_	_	_
4878 (c2rmf.69370)		х	X musée 1,8 moy 1 – – d'Evreux 4,5 centre 1 – –		_	rectangulaires		
4879			musée d'Evreux	2,5 à 3	1	_	_	_
4880			musée d'Evreux	2,5 à 3	1	_	_	_
4881 (c2rmf.69371)	M.	х	musée d'Evreux	3	2?	Trous circulaires d.5mm	soudure	rectangulaires
4888 (c2rmf.69372)	N.	х	musée d'Evreux	2 à 5	2?	Clou 2,7 mm Trous circulaires d. 5mm	métal de soudure	rectangulaires
4889 (c2rmf.69373)		х	musée d'Evreux	3 à 3,5 bords 7 à 10 centre	1	_	réparation par coulée secondaire	rectangulaires
214.167-001 (c2rmf.69512 et c2rmf.69513)		x	MADE	2 creux 2,7 bosses (gd fragment) 2,3 (petit fragment)	2	1 3 mm	brasure?	rectangulaires (24*17) et (10*4)

N° d'inventaire (et N° d'analyse)	Image	Image Analyses co		Epaisseur des parois (mm)	Nbre de pièces	Nbre de clous distanciateurs ou Emplacement (dimensions (mm))	Assemblage ? (soudure, brasure)	Plaquettes de réparures (dimensions (mm))
214.205-001 (c2rmf.69515)		x	MADE	3 à 4 moy 2 à 5 reliefs	?	5 clous 2,5 mm	?	?
214.205-002 et 214.205-002b (c2rmf.69516)		x	MADE	2,5 moy 3 à 5 bord	3 + 1 olaquette de éparatio détachée	3 2,7 mm Trous circulaires d. 4,5mm	soudure	6 à 7 rectangulaires et polygonales 10 mm min 22 mm max
213.306-003		x	MADE	2,5 à 3 moy	1	-	_	_

304

Annexe n° 02 : Relevés technologiques sur les fragments du dépôt de grands bronze du Vieil-Evreux



Bronze / coulée primaire

Limites d'origine des pièces

Coulée secondaire pour l'assemblage par soudure Plaquette de réparure (masque les défauts de fonderie, les clous distanciateurs, les armatures...)

Emplacement de plaquettes de réparure aujourdhui disparues

Emplacement de clous distanciateurs Bouchage au plomb à l'emplacement d'une armature circulaire (5 mm de diamètre) Bouchage au plomb à l'emplacement d'une armature carrée (8 mm de diamètre) Coulée secondaire de réparation

Prélèvement coulée primaire 1 ~ Prélèvement coulée secondaire Prélèvement coulée secondaire -> (plaquette de réparure) \otimes ou





























































































Annexe n° 03 :	Résultats des analys	es par ICP-AES du	dépôt du Vieil-Evreux
----------------	----------------------	-------------------	-----------------------

Désignation	N°inventaire	N° d'analyse	Nature de la coulée	Epaisseur (mm)	Dim. clou distanciateur (mm)	Cu %	Pb %	Sn %	Sb %	Zn ppm	Ag ppm	As ppm	Fe ppm	Ni ppm	S ppm	Au ppm
bras cuirassé	4830	FZ 1515-1	C.P.	2 à 2.5	2	84.93	7.72	8.25	0.05	3504	384	461	770	191	217	<9
bras tendu	4832	FZ 1516-1	C.P.	3	2	73.5	15.10	7.19	0.05	<2	686	1031	6	313	235	15
bras tendu	4832	FZ 1516-2	C.S.A.	-	-	72.93	16.28	6.83	0.06	<4	818	1628	32	344	298	<6
bras plié	4833	FZ 1517-1	C.P.	2 à 3	-	67.4	24.2	3.73	0.117	79	600	446	476	270	1186	36
bras plié	4833	FZ 1517-2	C.S.A. ou C.S.R	. —	-	73.2	20.6	2.21	0.098	30	543	453	142	282	845	33
Frag. plaque	4891	FZ 1519-1	C.P.	5	-	80.8	9.6	10.09	0.125	9434	535	597	3824	246	122	7.6
Frag. plaque	4891	FZ 1519-2	C.S.A.	-	-	82.1	9.7	8.41	0.150	19629	509	690	3909	257	254	<10
Frag. corniche	4890	C 69609-1	C.P.	5	-	83.7	9.4	8.24	0.143	20302	489	680	4140	262	306	9
Jupiter pied gauche	5404	FZ 1520-1	C.P.	2.7	2	74.6	20.3	5.25	0.537	1745	693	3109	534	427	492	113
Jupiter pied droit	5404	FZ 1520-2	C.P.	2.7	2	75.6	20.4	5.16	0.502	1788	718	3060	594	431	465	109
Jupiter tête	5404	FZ 1520-3	C.P.	2.7	2	76.4	20.1	5.83	0.299	582	600	1700	209	364	411	71
Jupiter main droit	5404	FZ 1520-4	C.P.	2.7	2	73.9	20.7	5.09	0.452	1586	690	2560	472	431	397	106
Jupiter main gauche	5404	FZ 1520-7	C.P.	2.7	2	75.6	22.3	5.31	0.497	1640	747	2715	502	442	494	112
Jupiter soudure bras droit	5404	FZ 1520-8	C.S.A.		-	70.1	17.8	4.37	0.359	1240	665	1867	306	381	594	79
Jupiter soudure tête	5404	FZ 1520-5	C.S.A.	-	-	80.7	17.6	3.91	0.173	35	614	724	<2	309	675	37
Jupiter plaquette réparure	5404	FZ 1520-6	C.S.R.	-	-	69.5	15.6	6.63	0.204	356	615	2160	274	463	512	<10
Apollon pied droit	5405	FZ 1521-1	C.P.	2	1.8	71.7	19.76	8.05	0.10	6812	632	485	1309	222	315	13.7
Apollon pied gauche	5405	FZ 1521-2	C.P.	2	1.8	66.1	16.54	7.25	0.09	5344	598	395	460	175	<600	<60
Apollon couronne	5405	FZ 1521-3	C.S.A.	2	1.8	82.5	12.0	6.91	0.082	93	407	425	<3	197	800	<9
Apollon bras droit	5405	FZ 1521-4	C.P.	2	1.8	77.2	12.4	8.64	0.078	4064	463	359	931	217	253	10.6
Apollon bras gauche	5405	FZ 1521-5	C.P.	2	1.8	77.3	17.0	8.53	0.094	6811	664	475	1566	235	419	12.7

Annexe	2S
--------	----

Désignation	N° d'analyse	AI ppm	Ba ppm	Bi ppm	Cd ppm	Co ppm	Cr ppm	Ge ppm	Hg ppm	In ppm	Mg ppm	Mn ppm	Mo ppm	P ppm	Se ppm	Te ppm	Ti ppm	U ppm	V ppm
bras cuirassé	FZ 1515-1	<15	1.6	<220	<3	12	<4	<30	<30	2.1	<0,1	2	<30	<100	119	3.7	<5	<200	<2
bras tendu	FZ 1516-1	<5	0.35	330	<1	35.3	<2	<10	<10	<20	<0,1	636	<10	<35	52	13	<2	<70	<1
bras tendu	FZ 1516-2	<10	0.68	534	<2	71.4	<3	<20	<18	<40	<0,1	<0,3	<25	<70	56	12	<4	<135	<1
bras plié	FZ 1517-1	34	0.9	<80	<2	8.5	<2	<10	<10	<20	4.3	6.7	<10	<35	<18	<16	<2	<70	<1
bras plié	FZ 1517-2	13	0.1	<80	<2	1.0	<2	<10	<10	<20	<0,1	1.1	<10	<35	<18	<16	<2	<70	<1
Frag. plaque	FZ 1519-1	<7	0.1	<100	<2	13	<2	<15	<12	<30	<0,1	5.9	<15	<45	<25	<22	<2	<90	<1
Frag. plaque	FZ 1519-2	<10	0.3	<100	<2	11	<2	<15	<12	<30	<0,1	5.2	<15	<45	41	<22	<2	<90	<1
Frag. corniche	C 69609-1	9	0.4	<100	<2	12	<2	<15	<12	<30	<0,1	5.4	<15	<45	<25	<22	<2	<90	<1
Jupiter pied gauche	FZ 1520-1	<5	0.4	<80	<1	10.7	<2	<10	<10	<20	<0,1	3.6	<10	<35	<20	30	<2	<70	<1
Jupiter pied droit	FZ 1520-2	3865	0.7	<100	<2	11	<2	<15	<12	<30	34	22	<15	<45	<25	29	<2	<90	<1
Jupiter tête	FZ 1520-3	<20	1.1	<310	<4	10	<5	<40	<36	<80	<0,1	8.2	<45	<135	113	<65	<7	5.5	<3
Jupiter main droit	FZ 1520-4	<7	0.3	<100	<2	8	<2	<15	<12	<30	<0,1	4.6	<15	<45	45	<20	<2	<90	<1
Jupiter main gauche	FZ 1520-7	<15	1.6	<150	<2	9.4	<3	<20	<18	<40	<0,1	4.6	<25	<70	63	<30	<4	<135	<1
Jupiter soudure bras droit	FZ 1520-8	<10	0.85	<150	<2	7.4	<3	<20	<18	<40	<0,1	4.2	<25	<70	57	<30	<4	<135	<1
Jupiter soudure tête	FZ 1520-5	<7	0.8	<100	<2	3.5	<2	<15	<12	<30	0.4	1.1	<15	220	45	<20	<2	<90	<1
Jupiter plaquette réparure	FZ 1520-6	<20	3.4	<310	<4	14	<5	<40	<36	<80	2.2	<1	<45	<135	116	<65	<7	<90	<3
Apollon pied droit	FZ 1521-1	13	0.683	<150	<2	12.5	<3	<20	<18	<40	<0,1	0.6	<25	<70	27	29	<4	<135	<1
Apollon pied gauche	FZ 1521-2	<100	3.8	<1500	<21	<30	<27	<200	<180	<400	<0,3	<4	<230	<670	249	<330	<35	<1360	2
Apollon couronne	FZ 1521-3	<15	0.5	<220	<3	<4	<4	<30	<30	<60	<0,1	<0,5	<30	<100	92	<50	<5	<200	<2
Apollon bras droit	FZ 1521-4	<15	0.5	<150	<3	8.1	<4	<30	<30	<60	<0,1	2.3	<30	<100	86	<50	<5	<200	<2
Apollon bras gauche	FZ 1521-5	<15	0.6	<220	<3	12.4	<4	<30	<30	<60	<0,1	4.3	<30	<100	76	90	<5	<200	<2

An	ne	xes
----	----	-----

Désignation	N°inventaire	N° d'analyse	Nature de la coulée	Epaisseur (mm)	Dim. clou distanciateur (mm)	Cu %	Pb %	Sn %	Sb %	Zn ppm	Ag ppm	As ppm	Fe ppm	Ni ppm	S ppm	Au ppm
Apollon mèche	5405	FZ 1521-6	R.C.S	_	-	76.2	20.1	7.01	0.082	32	417	348	169	209	1094	9.3
Apollon sexe	5405	FZ 1521-9	C.P.	Ļ	Т	72.4	22.4	7.87	0.108	7029	627	471	1629	206	293	14
Apollon soudure bras droit	5405	FZ 1521-7	C.S.A.	-	-	78.5	14.4	6.73	0.084	26	474	356	124	212	919	15
Apollon soudure bras gauche	5405	FZ 1521-8	C.S.A.	T	Т	80.1	15.3	7.47	0.107	125	461	363	46	197	1015	14
frag. en RB	2010.0.001	c 69341-1	C.P.	2.5 à 3	-	71.4	21.5	8.5	0.08	272	432	601	1114	249	554	19
frag. en RB	2010.0.001	c 69341-2	C.S.A.	-	-	70.0	21.0	9.1	0.09	262	458	641	1093	246	711	20
bras décoré	4831	C 69343-1	C.P.	3	-	89.4	1.1	12.29	0.073	<3	342	228	130	70	<60	<6
frag. en RB	4845	C 69346-1	C.P.	7.5	2.5	65.2	25.0	10.64	0.104	164	501	674	1500	269	1000	26
frag. en RB	4845	C 69346-2	C.S.A.	-	-	66.4	25.3	7.78	0.114	479	508	826	356	343	610	22
frag. en RB	4846	C 69347-1	C.P.	2.5 à 4	-	71.8	19.3	11.84	0.129	546	534	910	1457	335	581	27
frag. en RB	4846	C 69347-2	C.P.	5à8	-	62.2	24.3	10.74	0.103	157	495	666	1607	272	682	25
frag. en RB	4846	C 69347-3	C.S.A.	-	_	72.9	16.0	10.63	0.122	586	506	857	1474	323	639	25
frag. en RB	4847	C 69348-1	C.P.	2.5 à 3.5	2.5	68.8	22.3	9.7	0.11	220	494	464	318	249	1434	34
frag. en RB	4851	C 69349-1	C.P.	2 à 2.5	2.5	66.6	23.1	9.9	0.13	110	488	444	170	244	1420	32
frag. en RB	4852	C 69350-1	C.P.	4 à 8.5	-	67.6	25.0	7.7	0.09	246	457	635	81	244	502	22
frag. en RB	4853	C 69351-1	C.P.	6	-	71.7	18.3	10.11	0.113	563	454	872	1345	299	800	20
frag. en RB	4853	C 69351-2	C.S.A. ou C.S.R	_	-	68.6	18.4	8.58	0.103	311	420	746	668	279	750	20
frag. en RB	4854	C 69352-1	C.P.	3 à 6.5	_	64.3	22.6	8.0	0.05	861	409	572	1807	230	320	<50
frag. en RB	4854	C 69352-2	C.S.R.	_	-	74.4	19.4	8.85	0.104	294	436	749	531	306	692	21
frag. en RB	4855	C 69353-1	C.P.	5.6 à 8	2.5	76.4	18.0	9.40	0.089	868	413	693	2019	290	632	21

An	ne	xes
----	----	-----

Désignation	N° d'analyse	AI ppm	Ba ppm	Bi ppm	Cd ppm	Co ppm	Cr ppm	Ge ppm	Hg ppm	In ppm	Mg ppm	Mn ppm	Mo ppm	P ppm	Se ppm	Te ppm	Ti ppm	U ppm	V ppm
Apollon mèche	FZ 1521-6	<10	0.4	<150	<2	3.9	<3	<20	<18	<40	<0,1	284	<25	<70	<40	<30	<4	<135	<1
Apollon sexe	FZ 1521-9	<15	0.9	<220	<3	12.1	<4	<30	<30	<60	<0,1	0.69	<30	<100	<50	53	<5	<200	<2
Apollon soudure bras droit	FZ 1521-7	<20	0.7	<310	<4	<6	<5	<40	<36	<80	<0,1	<1	<45	<140	<80	<70	<7	<270	2.9
Apollon soudure bras gauche	FZ 1521-8	<20	1.3	<310	<4	<6	<5	<40	<36	<80	<0,1	<1	<45	<140	<80	<70	<7	<270	<2
frag. en RB	c 69341-1	<20	<1	<50	23	24	<2	<10	<30	<30	8	1.2	<7	<30	<30	<50	2.0	<50	2.6
frag. en RB	c 69341-2	<20	1.6	<75	25	22	<3	<15	<50	<50	<2	<2	<10	<50	<50	<80	<3	<80	3.6
bras décoré	C 69343-1	76	0.7	<150	<2	<3	<3	<20	<18	<40	<0,1	398	<25	<70	157	<30	<4	<135	<1
frag. en RB	C 69346-1	<7	0.2	<100	<1	19	<2	<13	<12	<30	<0,1	1.7	<15	<45	<25	<22	<2	<90	23
frag. en RB	C 69346-2	<10	0.41	<150	<2	18	<3	<20	<18	<40	<0,1	5.7	<25	<70	<40	0.91	<4	<135	<1
frag. en RB	C 69347-1	<15	0.7	<220	<3	44	<4	<30	<26	<60	<0,1	2.4	<30	<100	<50	<46	<5	<195	<2
frag. en RB	C 69347-2	<20	0.7	<310	<4	16	<5	<40	<36	<80	0.5	1.3	<50	<135	<70	<65	<7	<270	<3
frag. en RB	C 69347-3	<10	134.0	<150	<2	48	<3	<20	<18	<40	<0,1	3.5	6.6	<70	<40	6.6	<4	<135	<1
frag. en RB	C 69348-1	100	1.6	<50	10	8	<2	<10	<30	<30	2.3	<1	<7	35	<30	<50	2.0	<60	2.5
frag. en RB	C 69349-1	<20	459	<50	18	10	<2	<10	<30	<30	<1	<1	<7	<15	<30	<50	1.3	<60	2.3
frag. en RB	C 69350-1	<20	1.1	56	25	14	<2	<10	<30	<30	<1	<1	<7	<30	<30	<50	1.6	<50	<2
frag. en RB	C 69351-1	<10	0.3	<150	<2	36	<3	<20	<18	<40	<0,1	5.5	<25	<70	<40	<32	<2	<90	<0,8
frag. en RB	C 69351-2	<5	0.1	<80	<1	29	<2	<10	<10	<20	<0,1	5	<10	<35	<18	<16	<2	<70	0.6
frag. en RB	C 69352-1	<200	7.0	<50	14	363	<20	<10	<30	<30	<1	1.2	<7	<30	<30	<50	<1	<50	10
frag. en RB	C 69352-2	<7	0.2	<150	<2	26	<3	<20	<18	<40	<0,1	0.9	<25	<70	<40	<32	<2	<90	<0,8
frag. en RB	C 69353-1	<7	0.1	<150	<2	33	<3	<20	<18	<40	<0,1	2.7	<25	<70	<40	<32	<2	<90	<0,8

An	nexes
----	-------

Désignation	N°inventaire	N° d'analyse	Nature de la coulée	Epaisseur (mm)	Dim. clou distanciateur (mm)	Cu %	Pb %	Sn %	Sb %	Zn ppm	Ag ppm	As ppm	Fe ppm	Ni ppm	S ppm	Au ppm
frag. en RB	4856	C 69354-1	C.P.	2 à 7	2.5	67.5	22.4	7.2	0.09	1955	470	654	1182	235	750	19
frag. en RB	4857	C 69355-1	C.P.	2 à 3.5	2.5	71.3	22.1	9.55	0.099	842	429	725	2166	285	558	19
frag. en RB	4857	C 69355-2	C.S.R.	_	-	69.5	22.1	8.27	0.088	305	404	677	755.3	289	475	20
frag. en RB	4858	C 69356-1	C.P.	2 à 2.5	-	69.6	23.5	8.03	0.10	1952	514	554	1311	255	1029	21
frag. en RB	4858	C 69356-2	C.S.R.	_	-	69.8	22.7	7.59	0.08	1998	508	650	1439	244	860	19
frag. en RB	4859	C 69357-1	C.P.	5	3	70.8	21.5	9.17	0.09	773	454	687	2122	270	693	20
frag. en RB	4860	C 69358-1	C.P.	4	2.5	70.2	18.1	9.23	0.102	637	416	774	1135	294	449	16
frag. en RB	4860	C 69358-2	C.S.R.	-	-	68.9	17.1	9.51	0.092	658	389	720	1686	280	400	14
plaquette réparation	4861	C 69359-1	C.S.R.	2 à 2.5	-	69.2	21.9	8.59	0.099	312	427	725	524	289	640	19
frag. en RB ou plaquette de réparure	4862	C 69360-1	C.P. ou C.S.R.	1.5 à 3	-	68.7	20.8	7.93	0.18	2837	542	511	2224	227	1570	49
frag. en RB	4863	C 69361-1	C.P.	4	3	67.4	19.2	9.0	0.07	473	434	628	1454	244	604	15
frag. en RB	4863	C 69361-2	C.S.A.	-	-	66.6	23.2	8.7	0.08	447	447	633	1300	242	594	17
frag. en RB	4863	C 69361-3	C.S.R.	-	-	66.7	23.0	8.6	0.08	223	437	591	869	235	538	19
frag. en RB	4864	C 69362-1	C.P.	2.5 à 3	-	73.2	20.5	6.33	0.149	822	462	476	959	229	1150	43
frag. en RB	4864	C 69362-2	C.P.	2.5 à 3	-	65.7	28.4	8.15	0.132	506	424	463	724	220	767	24
frag. en RB	4864*	C 69362-3	remplissage trous d'armatures	-	-	4.1	44.0	24.30	<90	<11	55	18	414	46	3110	<20
frag. en RB	4865	C 69363-1	C.P.	6	3	71.7	21.5	8.58	0.080	701	387	709	1445	285	424	15
frag. en RB	4865	C 69363-2	C.P.	6	3	69.6	22.0	7.60	0.078	714	394	669	1569	271	602	17
frag. en RB	4866	C 69364-1	C.P.	3	-	69.4	23.2	6.5	0.11	3287	470	345	633	248	383	<10
frag. en RB	4867	C 69365-1	C.P.	4.5 à 9	_	92.6	2.3	4.5	0.09	129	306	434	3448	147	364	5

An	ne	xes
----	----	-----

Désignation	N° d'analyse	Al ppm	Ba ppm	Bi ppm	Cd ppm	Co ppm	Cr ppm	Ge ppm	Hg ppm	In ppm	Mg ppm	Mn ppm	Mo ppm	P ppm	Se ppm	Te ppm	Ti ppm	U ppm	V ppm
frag. en RB	C 69354-1	158	<1	32	17	22	38	<5	<15	<15	27	<1	<4	18	<20	<30	<1	<40	2.0
frag. en RB	C 69355-1	<15	0.4	<220	<3	30	<4	<30	<36	<60	<0,1	4	<30	<96	<70	<46	<4	51	<2
frag. en RB	C 69355-2	<10	0.4	<220	<3	29	<3	<20	<18	<40	<0,1	2.9	<25	<70	26	<32	<4	<135	<1
frag. en RB	C 69356-1	729	3.4	<50	41	22	9	<10	<30	<30	60	1.4	<7	<30	<60	<50	2.4	<50	<3
frag. en RB	C 69356-2	<20	<1	66	25	21	<2	<10	<30	<30	1.5	2.7	<7	<30	<30	<50	<1	<50	<3
frag. en RB	C 69357-1	<20	1.1	<50	13	29	<2	<10	<30	<30	1.2	1.5	<7	<30	<30	<50	2.5	<50	2.6
frag. en RB	C 69358-1	<20	0.9	<310	<4	42	<5	<40	<36	<80	<0,1	1.6	<50	<135	<70	<65	<7	62	<3
frag. en RB	C 69358-2	<20	2.0	<310	<4	43	<5	<40	<36	<80	16	5.5	<50	198	<70	<65	<7	79	3
plaquette réparation	C 69359-1	<10	0.4	<150	<2	24	<3	<20	<18	<40	<0,1	1.5	<25	<70	<40	<32	<2	<90	1
frag. en RB ou plaquette de réparure	C 69360-1	<10	<1	<30	20	16	<2	<5	<15	<15	<1	1.5	<4	<15	<15	<25	<1	<25	2.3
frag. en RB	C 69361-1	90	2.3	<100	7.2	24	<2	<20	<60	<60	29	<2	<15	<60	<60	<100	<3	<100	<4
frag. en RB	C 69361-2	<20	1.1	<50	12	24	<2	<10	<30	<30	2.9	3.7	<7	49	<30	<50	1.6	<100	2.8
frag. en RB	C 69361-3	927	<1	<35	22	22	<2	<15	<30	<30	14	3	<7	67	<30	<50	<1	<50	2.6
frag. en RB	C 69362-1	<15	1.0	<220	<3	7.3	<4	<30	<26	<60	<0,1	<0,5	<30	<96	<50	<46	<4	41	<2
frag. en RB	C 69362-2	<20	0.8	<310	<4	7.2	<5	<40	<36	<80	<0,1	<0,8	<50	<135	<70	<65	<7	104	<3
frag. en RB	C 69362-3	119	7.2	<500	<7	16	<9	<70	<60	<135	<0,1	<1,3	<76	<225	<120	159	<12	<450	<4
frag. en RB	C 69363-1	<15	0.5	<220	<3	44	<4	<30	<36	<60	<0,1	3.4	<30	<96	<50	<46	<4	59	<2
frag. en RB	C 69363-2	<7	0.1	<100	<1	42	<2	<15	<12	<30	<0,1	5.2	<15	<45	<24	<22	<3	<90	<1
frag. en RB	C 69364-1	2497	2.1	<100	3.6	9.2	<2	<20	<30	<60	71	3.7	<14	<60	<60	<100	<3	<100	<4
frag. en RB	C 69365-1	12	<1	<30	16	19	<2	<5	<15	<15	2.2	12	5.5	34	<15	<25	<1	<25	42

Désignation	N°inventaire	N° d'analyse	Nature de la coulée	Epaisseur (mm)	Dim. clou distanciateur (mm)	Cu %	Pb %	Sn %	Sb %	Zn ppm	Ag ppm	As ppm	Fe ppm	Ni ppm	S ppm	Au ppm
frag. en RB	4869	C 69366-1	C.P.	-	3	72.7	18.5	7.7	0.09	1830	489	644	1337	280	340	14
frag. en RB	4874	C 69367-1	C.P.	3 à 3.5	-	87.0	9.3	4.3	0.09	34	475	460	98	302	202	19
frag. en RB	4874	C 69367-2	C.S.A.	-	-	86.9	9.6	4.45	0.096	24	457	472	83	316	<80	17
frag. en RB	4875	C 69368-1	C.P.	3 à 3.5	-	80.8	12.3	5.8	0.12	24	599	589	41	251	312	22
frag. en RB	4876	C 69369-1	C.P.	2 à 5	2	68.8	20.7	8.0	0.16	4729	518	510	2916	231	1020	45
frag. en RB	4876	C 69369-2	C.S.A. ou C.S.R	1	I	72.2	17.3	8.5	0.18	4836	526	541	2813	237	1084	47
frag. en RB	4878	C 69370-1	C.P.	1.8 à 4.5	-	58.7	34.2	6.6	0.12	613	512	394	714	198	1157	35
frag. en RB	4881	C 69371-1	C.P.	3	I	72.1	19.3	8.75	0.160	997	412	519	1576	249	1510	41
frag. en RB	4881	C 69371-2	C.P.	3	-	77.7	15.8	9.55	0.187	1026	440	574	1703	268	1449	43
frag. en RB	4888	C 69372-1	C.P.	2 à 5	Ι	67.6	22.2	8.2	0.15	842	449	480	1439	221	1085	34
frag. en RB	4889	C 69373-1	C.P.	3 à 8	-	77.8	10.2	12.4	0.16	933	693	650	1066	282	297	67
frag. en RB	4889	C 69373-2	C.S.A. ou C.S.R	Т	I	92.0	4.3	4.0	0.17	225	865	359	70	288	289	73
plaquette de réparure	212.072-001	C 69505	C.S.R.	-	-	68.1	20.3	8.4	0.09	266	448	677	534	259	598	18
frag. pied	212.478-001	C 69507-1	C.P.	-	-	74.8	15.5	12.02	0.094	<7	486	532	753	205	<112	14
frag. en RB	214.205-001	C 69515-1	C.P.	3 à 4	2.5	71.1	21.4	8.58	0.105	1752	482	551	0.69	266	173	15
frag. en RB	214.205-002	C 69515-2	C.P. ou C.S.	-	-	68.2	23.1	7.87	0.097	1673	478	521	677	252	323	15
frag. en RB	214.205-002	C 69516-1	C.P.	2.5	2.5	72.5	20.3	8.92	0.113	116	548	562	2352	290	1920	27
frag. en RB	214.205-003	C 69516-2	C.P.	2.5	2.5	69.6	21.9	8.36	0.103	116	522	527	2728	280	1438	25
frag. en RB	214.205-003	C 69516-3	C.S.A.	-	-	75.9	15.9	9.90	0.109	156	498	757	3759	293	1264	18
frag. en RB	214.205-002	C 69516-4	C.S.R.	-	_	70.8	19.0	6.30	0.104	30	525	444	396	280	939	<12

Ann	exes
-----	------

Désignation	N° d'analyse	AI ppm	Ba ppm	Bi ppm	Cd ppm	Co ppm	Cr ppm	Ge ppm	Hg ppm	In ppm	Mg ppm	Mn ppm	Mo ppm	P ppm	Se ppm	Te ppm	Ti ppm	U ppm	V ppm
frag. en RB	C 69366-1	121	1.9	64	13	25	<2	<10	<30	<30	2.3	17	<7	48	<30	<50	1.9	<50	3
frag. en RB	C 69367-1	<10	<1	<30	18	4.9	<2	<5	<15	<15	<1	<1	<4	<15	<15	<30	<1	<60	3
frag. en RB	C 69367-2	<10	0.9	<150	<2	3.7	<3	<20	<18	<40	<0,1	1	<25	<70	11	<32	<4	<135	<1
frag. en RB	C 69368-1	74	<1	<40	23	4.6	<2	<5	<15	<15	<1	<1	<4	<15	<15	<30	<1	<60	2.7
frag. en RB	C 69369-1	<20	1	<100	10	12	<2	<20	<30	<60	4	2.7	<15	<60	<60	<100	د>	<100	<4
frag. en RB	C 69369-2	103	1.1	<35	21	16	<2	<5	<20	<30	13	2.3	<7	42	<30	<50	1.4	<50	2.7
frag. en RB	C 69370-1	<20	<1	<50	16	14	<2	<10	<30	<30	<1	4.5	<7	<30	<30	<50	2.5	<50	<2
frag. en RB	C 69371-1	<5	0.2	<80	8.4	13.6	<2	<10	<12	<30	<0,1	3.7	<10	<45	<18	<16	<2	<70	<1
frag. en RB	C 69371-2	<7	0.1	<150	<2	13	<3	<20	<18	<40	<0,1	3.6	<25	<70	<40	<32	<2	<90	<0,8
frag. en RB	C 69372-1	87	<1	<50	5.6	14	<2	<10	<30	<30	12.2	1.6	<7	<30	<30	<50	<1	<50	2.4
frag. en RB	C 69373-1	<20	<1	<50	26	10	<2	<10	<30	<30	<1	4.9	<7	<30	<30	<50	1.8	55	2.7
frag. en RB	C 69373-2	14	1.6	33	7.8	<2	<2	<5	<15	<15	2.0	<1	<4	<15	<15	<30	1.2	62	3.2
plaquette de réparure	C 69505	<20	<1	<50	17	22	<2	<10	<30	<30	<1	<1	<7	<30	<30	<50	<2	<50	2.3
frag. pied	C 69507-1	73	2.3	<310	11	4	<5	<40	<36	<80	14	12	<50	<135	<72	<65	<7	<270	<3
frag. en RB	C 69515-1	<15	0.6	<220	<3	40	<4	<30	<25	<60	<0,1	3.3	<30	<96	<50	<46	<7	<195	<2
frag. en RB	C 69515-2	<7	0.5	<150	<2	27	<3	<15	<18	<40	<0,1	7.8	<15	<70	30	<32	<4	<90	<1
frag. en RB	C 69516-1	<5	1.0	<80	<1	16	<2	<10	<9	<20	<0,1	8.4	<15	57	<18	<16	<2	<70	<1
frag. en RB	C 69516-2	<7	0.7	<80	<2	15	<2	<15	6.7	<30	<0,1	21	<15	47	30	<22	<2	<90	<1
frag. en RB	C 69516-3	<10	0.4	<150	<2	12	<3	<20	<18	<40	<0,1	0.5	<25	<70	<40	<32	<2	<90	<0,8
frag. en RB	C 69516-4	<20	2.1	<310	<4	5.7	<5	<40	<36	<80	<0,1	3	<45	<135	<70	<65	<7	<270	<3

Objet N° d'inventaire	n° d'analyse	Sn	Pb	Zn	Ag	As	Fe	Ni	S	Sb	Al	Au	Ва	Bi	Cd	Co
N° d'inventaire	n° d'analyse	%	%	%	%	%	%	%	%	%	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
		11	8,7	0,053	0,054	0,040	0,16	0,023	0,0027°	0,078	nd	8,6°	nd	33	nd	23
	C2RMF70435-1	±1	±0,9	±0,005	±0,005	±0,004	±0,02	±0,002	<0,0048	±0,008	<835	<20,0	<0,4	±5	<0,2	±2
									>0,0014			>6,0				
		10	9,2	0,079	0,063	0,037	0,20	0,032	nd	0,11	nd	7,6°	nd	29	nd	12
	C2RMF70435-2	±1	±0,9	±0,008	±0,006	±0,004	±0,02	±0,003	<0,0013	±0,01	<753	<18,0	<0,3	±4	<0,2	±1
												>5,4				
		11	8,6	0,062	0,055	0,039	0,19	0,023	0,0013°	0,075	nd	8,3°	nd	30	nd	24
Caulais contif	C2RIVIF/0435-3	±1	±0,9	±0,006	±0,006	±0,004	±0,02	±0,002	<0,0043	±0,007	53</td <td><18,0</td> <td><0,3</td> <td>±6</td> <td><0,2</td> <td>±2</td>	<18,0	<0,3	±6	<0,2	±2
Gaulois captif Rho.2007.06.1962	C2RMF70435-4	11	0 6	0.050	0.051	0.027	0.27	0.022	>0,0015	0.072	nd	7 00	nd	27	nd	24
	C2PME70/25-/	11	0,0 ±0.0	+0.005	+0.005	+0.004	10.02	+0.002	<0.0029	+0.007	-602	/,0	10	52	-0.2	24 ±2
	C2RWF704354		10,9	10,000	10,005	10,004	10,03	10,002	>0.0012	10,007	<092	×10,5	<0,5	13	<0,2	12
		89	5.8	nd	0.064	0.044	0.11	0.033	0.0022	0.097	nd	9.8°	nd	30	nd	14
	C2RMF70435-5	±0,9	±0.6	<0.00068	±0.006	±0.004	±0.01	±0.003	<0.0044	±0.010	<776	<18.6	<0.3	±5	<0.2	±1
		,-	/-	.,					>0.0013	/		>5.6	-,-		-,-	
		9.3	5.7	nd	0.065	0.043	0.086	0.033	nd	0.099	nd	10°	nd	27	nd	14
	C2RMF70435-6	±0,9	±0,6	<0,00071	±0,006	±0,004	±0,009	±0,003	<0,0014	±0,010	<808	<19	<0,3	±4	<0,2	±1
												>6				
		•											•			
		Cr	Ge	Hg	In	Mg	Mn	Mo	Р	Se	Si	Те	Ti	U	v	w
Objet	n° d'analyse															
N° d'inventaire		ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
		nd	nd	nd	1,8°	nd	nd	nd	19°	28	nd	nd	8,9	nd	nd	22
	C2RMF70435-1	<1,0	<5,0	<7,2	<4,7	<1,6	<0,1	<8,0	<23	±3	<8,7	<3 935	±0,9	<12	<0,4	±2
					>1,4				>7							
		nd	nd	nd	1,9°	nd	nd	nd	21	23	nd	nd	9,2	nd	nd	18
	C2RMF70435-2	<0,9	<4,5	<6,5	<4,2	<1,5	<0,1	<7,2	±11	±2	<7,9	<3 549	±0,9	<11	<0,3	±2

Annexe n° 04 : Résultats des analyses par ICP-AES des bronzes d'Arles

Objet N° d'inventaire	n° d'analyse	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm							
		nd	nd	nd	1,8°	nd	nd	nd	19°	28	nd	nd	8,9	nd	nd	22
	C2RMF70435-1	<1,0	<5,0	<7,2	<4,7	<1,6	<0,1	<8,0	<23	±3	<8,7	<3 935	±0,9	<12	<0,4	±2
					>1,4				>7							
		nd	nd	nd	1,9°	nd	nd	nd	21	23	nd	nd	9,2	nd	nd	18
	C2RMF70435-2	<0,9	<4,5	<6,5	<4,2	<1,5	<0,1	<7,2	±11	±2	<7,9	<3 549	±0,9	<11	<0,3	±2
					>1,3											
		nd	9,9°	27	nd	nd	8,9	13°	nd	18						
	C2RMF70435-3	<0,9	<4,5	<6,5	<1,3	<1,5	<0,1	<7,2	<21,1	±3	<7,9	<3 549	±0,9	<36	<0,3	±2
Gaulois captif									>6,3					>11		
Rho.2007.06.1962		nd	nd	nd	1,7°	nd	nd	nd	7,6°	25	nd	nd	8,8	nd	nd	15
	C2RMF70435-4	<0,9	<4,2	<6,0	<3,9	<1,3	<0,1	<6,6	<19,4	±3	<7,2	<3 262	±0,9	<10	<0,3	±2
					>1,2				>5,8							
		nd	nd	nd	1,8°	nd	10	nd	25	10	nd	nd	9,7	nd	nd	25
	C2RMF70435-5	<1,0	<4,7	<6,7	<4,3	<1,5	±1	<7,4	±14	±2	<8,1	<3 657	±1,0	<11	<0,3	±3
					>1,3											
		nd	nd	nd	2,3°	nd	6,3	nd	16°	11	nd	nd	9,7	nd	nd	26
	C2RMF70435-6	<1,0	<4,9	<7,0	<4,5	<1,6	±0,6	<7,8	<23	±1	<8,5	<3 811	±1,0	<12	<0,3	±3
					>1,4				>7							

Annexes

Objet		Sn	Pb	Zn	Ag	As	Fe	Ni	S	Sb	AI	Au	Ba	Bi	Cd	Со
N° d'inventaire	n° d'analyse	%	%	%	%	%	%	%	%	%	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
		5,1	15	nd	0,070	0,11	0,11	0,044	nd	0,24	nd	8,8°	nd	37	nd	3,5
	C2RMF70436-1	±0,5	±1	<0,00055	±0,007	±0,01	±0,01	±0,004	<0,0011	±0,02	<635	<15,2	<0,3	±4	<0,2	±0,4
		4,9	17	nd	0,072	0,11	0,096	0,042	nd	0,23	nd	8,1°	nd	41	nd	3,4
	C2RMF70436-2	±0,5	±2	<0,00049	±0,007	±0,01	±0,010	±0,004	<0,00096	±0,02	<561	<13,4	<0,2	±5	<0,1	±0,3
		0.70	14	nd	0.059	0.038	0.010	0.021	nd	0.090	nd	>4,0 8.6°	nd	28	nd	0.9
	C2RMF70436-3	±0,07	±1	<0,00050	±0,006	±0,004	±0,001	±0,002	<0,00099	±0,009	<577	<13,8	<0,2	±4	<0,1	±0,2
Victoire dorée		1.00	0.6	nd	0.059	0.041	0.021	0.021	nd	0.007	a d	>4,1	nd	24	a d	1 5
	C2RMF70436-4	±0,10	9,6 ±1,0	<0,00055	±0,006	±0,041 ±0,004	±0,021	±0,021	<0,0011	±0,097	<635	8,5 <15,2	<0,3	24 ±3	<0,2	1,5 ±0,1
												>4,6				
Rho.2007.05.1961	C2PME70436-5	1,8	29	nd	0,047	0,024	0,0024	0,017	nd	0,075	nd	7,6°	nd	21°	nd	nd
	C2RIVIT70430-5	10,2	1.5	<0,00071	10,005	10,002	10,0002	10,002	<0,0014	10,008	~017	>5,9	\0,4	>7	~0,Z	~0,2
		0,93	14	nd	0,054	0,041	0,0060	0,027	nd	0,097	nd	9,4°	nd	22°	nd	nd
	C2RMF70436-6	±0,09	±1	<0,00074	±0,005	±0,004	±0,0006	±0,003	<0,0014	±0,010	<844	<20,2	<0,4	<24	<0,2	<0,2
		0,99	17	nd	0,064	0,043	0,011	0,025	nd	0,11	nd	9,5°	nd	27	nd	nd
	C2RMF70436-7	±0,10	±2	<0,00066	±0,006	±0,004	±0,001	±0,002	<0,0013	±0,01	<760	<18,2	<0,3	±3	<0,2	<0,2
		11	65	nd	0.071	0.046	0.0040	0.027	nd	0.11	nd	>5,5	nd	21°	nd	nd
	C2RMF70436-8	±0,1	±0,5	<0,00070	±0,0071	±0,046	±0,00040	±0,027	<0,0014	±0,01	<800	<19	<0,3	<23	<0,2	<0,2
	C2RWF70450-8											>6		>7		
	1	Cr	Ge	Hg	In	Mg	Mn	Mo	Р	Se	Si	Те	Ti	U	v	w
Objet	n° d'analyse	Cr	Ge	Hg	In	Mg	Mn	Мо	P	Se	Si	Те	Ti	U	V	W
Objet N° d'inventaire	n° d'analyse	Cr ppm	Ge ppm	Hg ppm	In ppm	Mg ppm	Mn ppm	Mo ppm	P ppm	Se ppm	Si ppm	Te ppm	Ti ppm	U ppm	V ppm	W ppm
Objet N° d'inventaire	n° d'analyse	Cr ppm nd	Ge ppm nd	Hg ppm nd	In ppm 2,3°	Mg ppm nd	Mn ppm nd	Mo ppm nd	P ppm 13°	Se ppm 29	Si ppm nd	Te ppm nd	Ti ppm 9,2	U ppm nd	V ppm nd	W ppm 23
Objet N° d'inventaire	n° d'analyse C2RMF70436-1	Cr ppm nd <0,8	Ge ppm nd <3,8	Hg ppm nd <5,5	In ppm 2,3° <3,6 >1,1	Mg ppm nd <1,2	Mn ppm nd <0,0	Mo ppm nd <6,1	P ppm 13° <18 >5	Se ppm 29 ±3	Si ppm nd <6,6	Te ppm nd <2 992	Ti ppm 9,2 ±0,9	U ppm nd <9,2	V ppm nd <0,3	W ppm 23 ±2
Objet N° d'inventaire	n° d'analyse C2RMF70436-1	Cr ppm nd <0,8 nd	Ge ppm nd <3,8 nd	Hg ppm nd <5,5 nd	In ppm 2,3° <3,6 >1,1 2,2°	Mg ppm nd <1,2 nd	Mn ppm nd <0,0 nd	Mo ppm nd <6,1 nd	P ppm 13° <18 >5 nd	Se ppm 29 ±3 33	Si ppm nd <6,6 nd	Te ppm nd <2 992 nd	Ti ppm 9,2 ±0,9 8,8	U ppm nd <9,2 nd	V ppm nd <0,3 nd	W ppm 23 ±2 25
Objet N° d'inventaire	n° d'analyse C2RMF70436-1 C2RMF70436-2	Cr ppm nd <0,8 nd <0,7	Ge ppm nd <3,8 nd <3,4	Hg ppm nd <5,5 nd <4,9	In ppm 2,3° <3,6 >1,1 2,2° <3,1 >0.9	Mg ppm nd <1,2 nd <1,1	Mn ppm nd <0,0 nd <0,0	Mo ppm nd <6,1 nd <5,4	P ppm 13° <18 >5 nd <4,7	Se ppm 29 ±3 33 ±3	Si ppm nd <6,6 nd <5,9	Te ppm nd <2 992 nd <2 643	Ti ppm 9,2 ±0,9 8,8 ±0,9	U ppm nd <9,2 nd <8,1	V ppm nd <0,3 nd <0,2	W ppm 23 ±2 25 ±2
Objet N° d'inventaire	n° d'analyse C2RMF70436-1 C2RMF70436-2	Cr ppm nd <0,8 nd <0,7 nd	Ge ppm nd <3,8 nd <3,4 nd	Hg ppm nd <5,5 nd <4,9 nd	In ppm 2,3° <3,6 >1,1 2,2° <3,1 >0,9 2,3°	Mg ppm nd <1,2 nd <1,1	Mn ppm nd <0,0 nd <0,0 nd	Mo ppm nd <6,1 nd <5,4 nd	P ppm 13° <18 >5 nd <4,7 5,7°	Se ppm 29 ±3 33 ±3	Si ppm nd <6,6 nd <5,9 nd	Te ppm nd <2 992 nd <2 643 nd	Ti ppm 9,2 ±0,9 8,8 ±0,9 9,4	U ppm nd <9,2 nd <8,1	V ppm nd <0,3 nd <0,2 nd	W ppm 23 ±2 25 ±2 32
Objet N° d'inventaire	n° d'analyse C2RMF70436-1 C2RMF70436-2 C2RMF70436-3	Cr ppm nd <0,8 nd <0,7 nd <0,7	Ge ppm rd <3,8 nd <3,4 nd <3,5	Hg ppm nd <5,5 nd <4,9 nd <5,0	In ppm 2,3° <3,6 >1,1 2,2° <3,1 >0,9 2,3° <3,2 <3,2	Mg ppm rd <1,2 nd <1,1 nd <1,1	Mn ppm nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0	Mo ppm nd <6,1 nd <5,4 nd <5,5	P ppm 13° <18 >5 nd <4,7 5,7° <16,2	Se ppm 29 ±3 33 ±3 11 ±2	Si ppm nd <6,6 nd <5,9 nd <6,0	Te ppm nd <2 992 nd <2 643 nd <2 722	Ti ppm 9,2 ±0,9 8,8 ±0,9 9,4 ±0,9	U ppm nd <9,2 nd <8,1	V ppm nd <0,3 nd <0,2 nd <0,2	W ppm 23 ±2 25 ±2 32 ±3
Objet N° d'inventaire	n° d'analyse C2RMF70436-1 C2RMF70436-2 C2RMF70436-3	Cr ppm nd <0,8 nd <0,7 nd <0,7	Ge ppm <3,8 nd <3,4 nd <3,5	Hg ppm nd <5,5 nd <4,9 nd <5,0	In ppm 2,3° <3,6 >1,1 2,2° <3,1 >0,9 2,3° <3,2 >1,0 2,0°	Mg ppm nd <1,2 nd <1,1 nd <1,1	Mn ppm nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0	Mo ppm rd <6,1 rd <5,4 rd <5,5	P ppm 13° <18 >5 nd <4,7	Se ppm 29 ±3 33 ±3 11 ±2	Si ppm nd <6,6 nd <5,9 nd <6,0	Te ppm nd <2 992 nd <2 643 nd <2 722	Ti ppm 9,2 ±0,9 8,8 ±0,9 9,4 ±0,9	U ppm nd <9,2 nd <8,1 10° <28 >8 nd	V ppm nd <0,3 nd <0,2 nd <0,2	W ppm 23 ±2 25 ±2 32 ±3 32
Objet N° d'inventaire	n° d'analyse C2RMF70436-1 C2RMF70436-2 C2RMF70436-3 C2RMF70436-4	Cr ppm nd <0,8 nd <0,7 nd <0,7 nd <0,8	Ge ppm <3,8 nd <3,4 nd <3,5 nd <3,8	Hg ppm rd <5,5 rd <4,9 rd <5,0 rd <5,5	In ppm 2,3° <3,6 >1,1 2,2° <3,1 >0,9 2,3° <3,2 >1,0 2,0° <3,6	Mg ppm rd <1,2 rd <1,1 rd <1,1 rd <1,1	Mn ppm nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0	Mo ppm rd <6,1 rd <5,4 rd <5,5 rd <6,1	P ppm 13° <18 >5 nd <4,7 5,7° <16,2 >4,9 nd <5,3	Se pppm 29 ±3 33 ±3 11 ±2 15 ±2	Si ppm nd <6.6 nd <5.9 nd <6.0 nd <6.6	Te ppm nd <2 992 nd <2 643 nd <2 722 4 600° <9 974	Ti ppm 9,2 ±0,9 8,8 ±0,9 9,4 ±0,9 9,7 ±1,0	U ppm nd <9,2 nd <8,1 10° <28 nd <9,2	V ppm nd <0,3 nd <0,2 nd <0,2 nd <0,2	W ppm 23 ±2 25 ±2 25 ±2 32 ±3 32 ±3
Objet N° d'inventaire	n° d'analyse C2RMF70436-1 C2RMF70436-2 C2RMF70436-3 C2RMF70436-4	Cr ppm nd <0,8 nd <0,7 nd <0,7	Ge ppm <3,8 nd<3,4nd<3,5nd<3,8	Hg ppm nd <5,5 nd <4,9 nd <5,0 nd <5,5	In ppm 2,3° <3,6 >1,1 2,2° <3,1 >0,9 2,3° <3,2 >1,0 2,0° <3,6 >1,1 >0,9 2,3° <3,1 >0,9 2,3° <3,1 >0,9 2,3° <3,1 >0,9 2,3° <3,1 >0,9 2,3° <3,1 >0,9 2,3° <3,1 >0,9 2,3° <3,1 >0,9 2,3° <3,1 >0,9 2,3° <3,1 >0,9 2,3° <3,1 >0,9 2,0° <3,1 >0,9 2,0° <3,1 >0,9 2,0° <3,1 >0,9 2,0° <3,1 >0,9 2,0° <3,1 >0,9 2,0° <3,2 >1,0 2,0° <3,2 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0° 2,0	Mg ppm nd <1.2 nd <1,1 nd <1,1	Mn ppm nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0	Mo ppm nd <6,1 nd <5,4 nd <5,5 nd <6,1	P ppm 13° <18 >5 nd <4,7 5,7° <16,2 >4,9 nd <5,3	Se ppm 29 ±3 33 ±3 11 ±2 15 ±2 12	Si ppm nd <6,6 nd <5,9 nd <6,0 nd <6,6	Te ppm nd <2 992 nd <2 643 nd <2 722 4 600° <9 974 >2 992	Ti ppm 9,2 ±0.9 8,8 ±0.9 9,4 ±0.9	U ppm nd <9,2 nd <8,1 10° <28 >8 nd <9,2	V ppm nd <0,3 nd <0,2 nd <0,2 nd <0,3	W ppm 23 ±2 25 ±2 32 ±3 32 ±3 32 ±3
Objet N° d'inventaire Victoire dorée Rho.2007.05.1961	n° d'analyse C2RMF70436-1 C2RMF70436-2 C2RMF70436-3 C2RMF70436-4 C2RMF70436-5	Cr ppm nd <0,8 nd <0,7 nd <0,7 nd <0,8 nd <1,0	Ge ppm nd <3,8 nd <3,4 nd <3,5 nd <3,8 nd <4,9	Hg ppm nd <5,5 nd <4,9 nd <5,0 nd <5,5 nd <7,1	In ppm 2,3° <3,6 >1,1 2,2° <3,1 >0,9 2,3° <3,2 >1,0 2,0° <3,6 >1,1 3,2° <4,6	Mg ppm nd <1,2 nd <1,1 nd <1,1 nd <1,2 nd <1,6	Mn ppm nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0	Mo ppm nd <6,1 nd <5,5 nd <6,1 nd <6,1	P ppm 13° <18 >5 nd <4,7 5,7° <16,2 >4,9 nd <5,3 11° <23	Se ppm 29 ±3 33 ±3 11 ±2 15 ±2 13 ±1	Si ppm nd <6,6 nd <5,9 nd <6,0 nd <6,6 nd <6,6	Te ppm nd <2 992 nd <2 643 nd <2 722 4 600° <9 974 >2 992 nd <3 852	Ti ppm 9,2 ±0,9 8,8 ±0,9 9,4 ±0,9 9,7 ±1,0 9,0 ±0,9	U ppm nd <9,2 nd <8,1 10° <28 >8	V ppm nd <0,3 nd <0,2 nd <0,2 nd <0,3 nd <0,4	W ppm 23 ±2 25 ±2 32 ±3 32 ±3 28 ±3
Objet N° d'inventaire Victoire dorée Rho.2007.05.1961	n° d'analyse C2RMF70436-1 C2RMF70436-2 C2RMF70436-3 C2RMF70436-4 C2RMF70436-5	Cr ppm nd <0,8 nd <0,7 nd <0,7 nd <0,8	Ge ppm rd <3,8 rd <3,4 rd <3,5 rd <3,8 rd <4,9	Hg ppm nd <5,5 nd <4,9 nd <5,0 nd <5,5 nd <7,1	In ppm 2,3° <3,6 >1,1 2,2° <3,1 >0,9 2,3° <3,2 >1,0 2,0° <3,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,4	Mg ppm nd <1,2 nd <1,1 nd <1,1 nd <1,2 nd <1,6	Mn ppm nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0	Mo ppm nd <6,1 nd <5,4 nd <5,5 nd <6,1 nd <7,8	P ppm 13° <18 >5 nd <4,7 5,7° <16,2 >4,9 nd <5,3 11° <23 >7	Se ppm 29 ±3 33 ±3 11 ±2 15 ±2 13 ±1	Si ppm nd <6,6 nd <5,9 nd <6,0 nd <6,6 nd <8,5	Te ppm nd <2 992 nd <2 643 nd <2 722 4 600° <9 974 >2 992 nd <3 852	Ti ppm 9,2 ±0,9 8,8 ±0,9 9,4 ±0,9 9,7 ±1,0 9,0 ±0,9	U ppm nd <9,2 nd <8,1 10° <28 >8 nd <9,2 nd <12	V ppm nd <0,3 nd <0,2 nd <0,2 nd <0,3 nd <0,4	W ppm 23 ±2 25 ±2 32 ±3 32 ±3 28 ±3
Objet N° d'inventaire Victoire dorée Rho.2007.05.1961	n° d'analyse C2RMF70436-1 C2RMF70436-2 C2RMF70436-3 C2RMF70436-4 C2RMF70436-5	Cr ppm nd <0,8 nd <0,7 nd <0,7 nd <0,8 nd <1,0	Ge ppm nd <3,8 nd <3,4 nd <3,5 nd <3,8 nd <4,9 nd <4,9 nd <5,5 nd <4,9 nd <5,5	Hg ppm nd <5,5 nd <4,9 nd <5,5 nd <5,5 nd <7,1	In ppm 2,3° <3,6 >1,1 2,2° <3,1 >0,9 2,3° <3,2 >1,0 2,0° <3,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,4 2,8° <7 3<br 3<br 3<br 3<br 3<br 3<br 3<br 3</th <th>Mg ppm nd <1,2 nd <1,1 nd <1,1 nd <1,2 nd <1,6 nd</th> <th>Mn ppm nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd</th> <th>Mo ppm nd <6,1 nd <5,4 nd <6,1 nd <6,1 nd <7,8 nd</th> <th>P ppm 13° <18 >5 nd <4,7 5,7° <16,2 >4,9 nd <5,3 11° <23 >7 13°</th> <th>Se ppm 29 ±3 33 ±3 11 ±2 15 ±2 13 ±1 9,3</th> <th>Si ppm nd <6,6 nd <5,9 nd <6,6 nd <8,5 nd</th> <th>Te ppm nd <2 992 nd <2 643 nd <2 722 4 600° <9 974 >2 992 nd <3 852 nd</th> <th>Ti ppm 9,2 ±0,9 8,8 ±0,9 9,4 ±0,9 9,7 ±1,0 9,0 ±0,9 10,0</th> <th>U ppm nd <9,2 nd <8,1 10° <28 >8 nd <9,2 nd <12 nd</th> <th>V ppm nd <0,3 nd <0,2 nd <0,2 nd <0,3 nd <0,4 nd</th> <th>W ppm 23 ±2 25 ±2 ±3 32 ±3 28 ±3 33 33</th>	Mg ppm nd <1,2 nd <1,1 nd <1,1 nd <1,2 nd <1,6 nd	Mn ppm nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd	Mo ppm nd <6,1 nd <5,4 nd <6,1 nd <6,1 nd <7,8 nd	P ppm 13° <18 >5 nd <4,7 5,7° <16,2 >4,9 nd <5,3 11° <23 >7 13°	Se ppm 29 ±3 33 ±3 11 ±2 15 ±2 13 ±1 9,3	Si ppm nd <6,6 nd <5,9 nd <6,6 nd <8,5 nd	Te ppm nd <2 992 nd <2 643 nd <2 722 4 600° <9 974 >2 992 nd <3 852 nd	Ti ppm 9,2 ±0,9 8,8 ±0,9 9,4 ±0,9 9,7 ±1,0 9,0 ±0,9 10,0	U ppm nd <9,2 nd <8,1 10° <28 >8 nd <9,2 nd <12 nd	V ppm nd <0,3 nd <0,2 nd <0,2 nd <0,3 nd <0,4 nd	W ppm 23 ±2 25 ±2 ±3 32 ±3 28 ±3 33 33
Objet N° d'inventaire Victoire dorée Rho.2007.05.1961	n° d'analyse C2RMF70436-1 C2RMF70436-2 C2RMF70436-3 C2RMF70436-4 C2RMF70436-5 C2RMF70436-6	Cr ppm nd <0,8 nd <0,7 nd <0,7 nd <0,8 nd <1,0	Ge ppm nd <3,8 nd <3,4 nd <3,5 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,5 nd <3,4 nd <3,5 nd <3,6 nd <3,7 nd <3,7 nd <3,8 nd <3,4 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd	Hg ppm nd <5,5 nd <5,0 nd <5,5 nd <7,1 nd <7,3	In ppm 2,3° <3,6 >1,1 2,2° <3,1 >0,9 2,3° <3,2 >1,0 2,0° <3,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,4 2,8° <4,6 >1,4 4,4 2,8°	Mg ppm nd <1,2 nd <1,1 nd <1,1 nd <1,2 nd <1,6	Mn ppm nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,1	Mo ppm nd <6,1 nd <5,4 nd <6,1 nd <6,1 nd <7,8 nd <8,1	P ppm 13° <18 >5 nd <4,7 5,7° <16,2 >4,9 nd <5,3 11° <23 >7 13° <24 >7 <24 >7	Se ppm 29 ±3 33 ±3 11 ±2 15 ±2 13 ±1 9,3 ±3,3	Si ppm nd <6,6 nd <5,9 nd <6,6 nd <8,5 nd <8,8	Te ppm nd <2 992 nd <2 643 nd <2 722 4 600° <9 974 >2 992 nd <3 852 nd <3 979	Ti ppm 9,2 ±0,9 8,8 ±0,9 9,4 ±0,9 9,7 ±1,0 9,0 ±0,9 10,0 ±1,0	U ppm nd <9,2 nd <8,1 10° <28 >8 nd <9,2 nd <12 nd <12	V ppm nd <0,3 nd <0,2 nd <0,2 nd <0,3 nd <0,4	W ppm 23 ±2 25 ±2 ±3 32 ±3 28 ±3 33 ±3
Objet N° d'inventaire Victoire dorée Rho.2007.05.1961	n° d'analyse C2RMF70436-1 C2RMF70436-2 C2RMF70436-3 C2RMF70436-4 C2RMF70436-5 C2RMF70436-6	Cr ppm nd <0,8 nd <0,7 nd <0,7 nd <0,8 nd <1,0 nd <1,0 nd	Ge ppm nd <3,8 nd <3,4 nd <3,5 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,1 nd <3,2 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,5 nd <3,4 nd <3,5 nd <3,6 nd <3,7 nd <3,7 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,8 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd	Hg ppm nd <5,5 nd <5,0 nd <5,5 nd <7,1 nd <7,3 nd	In ppm 2,3° <3,6 >1,1 2,2° <3,1 >0,9 2,3° <3,2 >1,0 2,0° <3,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,4 2,8° <4,6 >1,4 2,8° <4,6 >1,4 2,8° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,4 2,3° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,4 3,2° <4,6 >1,4 3,2° <4,6 >1,4 3,2° >1,4 2,8° <4,6 >1,4 2,8° <4,6 >1,4 2,8° <4,6 >1,4 2,8° <4,6 >1,4 2,8° <4,6 >1,4 2,8° <4,6 >1,4 2,8° <4,6 >1,4 2,8° <4,6 >1,4 2,8° >1,4 2,8° >1,4 2,8° >1,4 2,8° >1,4 2,8° >1,4 2,8° >1,4 1,8°	Mg ppm nd <1,2 nd <1,1 nd <1,1 nd <1,2 nd <1,6 nd <1,6 nd	Mn ppm nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,1 nd <0,1 nd	Mo ppm nd <6,1 nd <5,4 nd <5,5 nd <6,1 nd <7,8 nd <8,1 nd	P ppm 13° <18 >5 nd <4,7 5,7° <16,2 >4,9 nd <5,3 11° <23 >7 13° <24 >7 13°	Se ppm 29 ±3 33 ±3 11 ±2 15 ±2 13 ±1 9,3 ±3,3 7,8°	Si ppm nd <6,6 nd <5,9 nd <6,6 nd <8,5 nd <8,8 nd	Te ppm nd <2 992 nd <2 643 nd <2 722 4 600° <9 974 >2 992 nd <3 852 nd <3 979 nd	Ti ppm 9,2 ±0,9 8,8 ±0,9 9,4 ±0,9 9,7 ±1,0 9,0 ±0,9 10,0 ±1,0	U ppm nd <9,2 nd <8,1 10° <28 >8 nd <9,2 nd <12 nd <12 nd <12 nd	V ppm nd <0,3 nd <0,2 nd <0,2 nd <0,3 nd <0,4 nd <0,4 nd	W ppm 23 ±2 25 ±2 ±3 32 ±3 28 ±3 33 ±3 31
Objet N° d'inventaire Victoire dorée Rho.2007.05.1961	n° d'analyse C2RMF70436-1 C2RMF70436-2 C2RMF70436-3 C2RMF70436-4 C2RMF70436-5 C2RMF70436-6 C2RMF70436-7	Cr ppm nd <0,8 nd <0,7 nd <0,7 nd <0,8 nd <1,0 nd <1,0 nd <1,0	Ge ppm nd <3,8 nd <3,4 nd <3,5 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,5 nd <3,8 nd <3,4 nd <3,8 nd <3,4 nd <3,8 nd <3,4 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,9 nd <3,8 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,8 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd	Hg ppm nd <5,5 nd <5,5 nd <5,5 nd <7,1 nd <7,3 nd <6,6	In ppm 2,3° <3,6 >1,1 2,2° <3,1 >0,9 2,3° <3,2 >1,0 2,0° <3,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,4 2,8° <4,6 >1,4 2,8° <4,6 >1,4 2,8° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,4 3,2° <4,6 >1,4 3,2° <4,6 >1,4 3,2° <4,6 >1,4 3,2° <4,6 >1,4 3,2° <4,6 >1,4 3,2° <4,6 >1,4 3,2° <4,6 >1,4 3,2° <4,6 >1,4 3,2° <4,6 >1,4 3,2° <4,7 3,2° <4,6 >1,4 3,2° <4,7 3,2° <4,6 >1,4 3,2° <4,7 3,4 3,2° <4,7 3,2° 3,1 3,2° <4,6 >1,4 3,8° <4,7 3,4 3,4 3,4 3,4 3,4 3,4 3,4 3,4	Mg ppm nd <1,2 nd <1,1 nd <1,2 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,5	Mn ppm nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,1 nd <0,1	Mo ppm nd <6,1 nd <5,4 nd <5,5 nd <6,1 nd <7,8 nd <8,1 nd <7,3	P ppm 13° <18 >5 nd <4,7 5,7° <16,2 >4,9 nd <5,3 11° <23 >7 13° <24 >7 7,4° <21,7 <24 >7 7,4° <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,7 <21,	Se ppm 29 ±3 33 ±3 11 ±2 15 ±2 13 ±1 9,3 ±3,3 7,8° <\$0,0	Si ppm nd <6,6 nd <5,9 nd <6,6 nd <8,5 nd <8,8 nd <8,0	Te ppm nd <2 992 nd <2 643 nd <2 722 4 600° <9 974 >2 992 nd <3 852 nd <3 979 nd <3 585	Ti ppm 9,2 ±0,9 8,8 ±0,9 9,4 ±0,9 9,7 ±1,0 9,0 ±0,9 10,0 ±1,0	U ppm nd <9,2 nd <8,1 10° <28 >8 nd <9,2 nd <12 nd <12 nd <11	V ppm nd <0,3 nd <0,2 nd <0,2 nd <0,4 nd <0,4 nd <0,4	W ppm 23 ±2 25 ±2 ±3 32 ±3 28 ±3 *3 33 ±3 31 ±3
Objet N° d'inventaire Victoire dorée Rho.2007.05.1961	n° d'analyse C2RMF70436-1 C2RMF70436-2 C2RMF70436-3 C2RMF70436-4 C2RMF70436-5 C2RMF70436-6 C2RMF70436-7	Cr ppm nd <0,8 nd <0,7 nd <0,7 nd <0,8 nd <1,0 nd <1,0 nd <1,0 nd	Ge ppm nd <3,8 nd <3,4 nd <3,5 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,5 nd <3,6 nd <3,6 nd <3,6 nd <3,7 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,8 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,9 nd <3,8 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd <3,9 nd	Hg ppm nd <5,5 nd <4,9 nd <5,5 nd <7,1 nd <7,3 nd <6,6 nd	In ppm 2,3° <3,6 >1,1 2,2° <3,1 >0,9 2,3° <3,2 1,0 2,0° <3,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,4 2,8° <4,6 >1,4 2,8° <4,7 >1,4 1,8° <4,3 1,7°	Mg ppm nd <1,2 nd <1,1 nd <1,1 nd <1,2 nd <1,1 nd <1,2 nd <1,1 nd <1,2 nd <1,1 nd <1,2 nd <1,1 nd <1,2 nd <1,1 nd <1,2 nd <1,1 nd <1,2 nd <1,1 nd <1,2 nd <1,1 nd <1,2 nd <1,1 nd <1,2 nd <1,2 nd <1,1 nd <1,2 nd <1,2 nd <1,2 nd <1,2 nd <1,2 nd <1,2 nd <1,2 nd <1,2 nd <1,2 nd <1,2 nd <1,2 nd <1,2 nd <1,5 nd <1,5 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,5 nd <1,6 nd <1,5 nd <1,6 nd <1,5 nd <1,6 nd <1,5 nd <1,5 nd <1,6 nd <1,5 nd <1,6 nd <1,5 nd <1,6 nd <1,5 nd <1,6 nd <1,5 nd <1,5 nd <1,6 nd <1,5 nd <1,6 nd <1,5 nd <1,5 nd <1,5 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,5 nd <1,5 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,6 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd <1,7 nd	Mn ppm nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,1 nd <0,1 nd <0,1 nd <0,1 nd <0,0	Mo ppm nd <6,1 nd <5,4 nd <5,5 nd <6,1 nd <7,8 nd <8,1 nd <7,8 nd	P ppm 13° <18 >5 nd <4,7 5,7° <16,2 >4,9 nd <5,3 11° <23 >7 13° <24 >7 7,4° <21,3 >6,4° nd <16,2 >7 13° <24 >7 13° <24 >7 13° <24 >7 13° <24 >7 13° <24 >7 13° <24 >7 13° <24 >7 13° <24 >7 13° <24 >7 13° <24 >7 13° <24 >7 13° <24 >7 13° <24 >7 13° <24 >7 13° <24 >7 13° <24 >7 13° <24 >7 13° <24 >7 13° <24 >7 13° <24 >7 13° <24 >7 13° >7 13° <24 >7 7 13° <24 >7 7 13° <24 >7 7 13° <24 >7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7	Se ppm 29 ±3 33 ±3 11 ±2 15 ±2 13 ±1 9,3 ±3,3 7,8° <\$,0 >2,4 7,5°	Si ppm nd <6,6 nd <5,9 nd <6,6 nd <8,5 nd <8,8 nd <8,0 nd	Te ppm nd <2 992 nd <2 643 nd <2 722 4 600° <9 974 >2 992 nd <3 852 nd <3 979 nd <3 585 nd	Ti ppm 9,2 ±0,9 8,8 ±0,9 9,4 ±0,9 9,7 ±1,0 10,0 ±1,0 11	U ppm nd <9,2 nd <8,1 10° <28 >8 nd <9,2 nd <12 nd <12 nd <11 nd	V ppm nd <0,3 nd <0,2 nd <0,2 nd <0,2 nd <0,4 nd <0,4 nd <0,4 nd <0,3 nd	W ppm 23 ±2 25 ±2 ±3 32 ±3 28 ±3 *3 *3 *3 *3 *3 *3
Objet N° d'inventaire Víctoire dorée Rho.2007.05.1961	n° d'analyse C2RMF70436-1 C2RMF70436-2 C2RMF70436-3 C2RMF70436-4 C2RMF70436-5 C2RMF70436-6 C2RMF70436-7 C2RMF70436-7	Cr ppm nd <0,8 nd <0,7 nd <0,7 nd <0,8 nd <1,0 nd <1,0 nd <1,0	Ge ppm nd <3,8 nd <3,4 nd <3,5 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,4 nd <3,5 nd <3,6 nd <3,6 nd <3,6 nd <3,6 nd <3,6 nd <3,6 nd <3,6 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,9 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,9 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,9 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,9 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd <3,8 nd	Hg ppm nd <5,5 nd <7,9 nd <5,5 nd <7,1 nd <7,3 nd <7,3 nd <6,6 nd	In ppm 2,3° <3,6 >1,1 2,2° <3,7 <3,1 >0,9 2,3° <3,2 >1,0 2,0° <3,6 >1,1 3,2° <4,6 >1,4 2,8° <4,6 >1,4 2,8° <4,6 >1,4 1,8° <4,3 1,8° <4,3 1,7° <4,5	Mg ppm nd <1,2 nd <1,1 nd <1,1 nd <1,2 nd <1,5 nd <1,5	Mn ppm nd <0,0 nd <0,0 nd <0,0 nd <0,1 nd <0,1 nd <0,1	Mo ppm nd <6,1 nd <5,4 nd <5,5 nd <6,1 nd <7,8 nd <7,8 nd <7,3 nd <7,7	P ppm 13° <18 >5 nd <4,7 5,7° <16,2 >4,9 nd <5,3 11° <23 >7 13° <24 >7 7,4° <21,3 >6,4 nd <6,7	Se ppm 29 ±3 33 ±3 11 ±2 15 ±2 13 ±1 9,3 ±3,3 7,8° <8,0 >2,4 7,5° <8,4	Si ppm nd <6,6 nd <5,9 nd <6,6 nd <8,5 nd <8,8 nd <8,8 nd <8,8	Te ppm nd <2 992 nd <2 643 nd <2 722 4 600° <9 974 >2 992 nd <3 852 nd <3 585 nd <3 771	Ti ppm 9,2 ±0,9 8,8 ±0,9 9,4 ±0,9 9,7 ±1,0 9,0 ±0,9 10,0 ±1,0 9,7 ±1,0 11 ±1	U ppm nd <9,2 nd <8,1 10° <28 >8 nd <9,2 nd <12 nd <12 nd <11 nd <12	V ppm nd <0,3 nd <0,2 nd <0,2 nd <0,4 nd <0,4 nd <0,4 nd <0,3	W ppm 23 ±2 25 ±2 ±3 32 ±3 28 ±3 ±3 31 ±3 31 ±3 34 ±3
								1							1	
-----------------------	--------------	-------	------	---------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	------	------	------	-----	------	-----
Ohiets	n° d'analyse	Sn Sn	Pb	Zn	Ag	As	Fe	Ni	S	Sb	Al	Au	Ba	Bi	Cd	Co
00,000	in a analyse	%	%	%	%	%	%	%	%	%	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
		7,1	13	0,0075	0,050	0,11	0,074	0,040	0,091	0,10	nd	28	nd	53	nd	102
	C2RMF70141-1	±0,7	±1	±0,0007	±0,005	±0,01	±0,007	±0,004	±0,009	±0,01	<826	±3	<0,4	±5	<0,2	±10
				,			,		,							
		7,3	10	0,0081	0,052	0,11	0,074	0,041	0,088	0,11	nd	29	nd	50	nd	105
	C2RMF70141-2	±0,7	±1	±0,0008	±0,005	±0,01	±0,007	±0,004	±0,009	±0,01	<826	±3	<0,4	±5	<0,2	±11
Doigt fragmentaire Br																
78		6,0	23	0,045	0,067	0,067	0,031	0,038	0,019	0,093	nd	33	nd	57	nd	17
	C2RMF70141-3	±0,6	±2	±0,005	±0,007	±0,007	±0,003	±0,004	±0,002	±0,009	<760	±3	<0,3	±6	<0,2	±2
		7,0	10	0,014	0,051	0,11	0,071	0,041	0,086	0,10	nd	28	nd	52	nd	100
	C2RMF70141-4	±0,7	±1	±0,001	±0,005	±0,01	±0,007	±0,004	±0,009	±0,01	<582	±3	<0,3	±7	<0,1	±10
							>1,0									
Ohiets	n° d'analyse	Cr	Ge	Hg	In	Mg	Mn	Мо	Р	Se	Si	Те	Ti	U	v	w
Objets		ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
		nd	nd	nd	2,9°	nd	nd	nd	15°	19	nd	nd	9,1	nd	nd	27
	C2RMF70141-1	<1,0	<5,0	<7,1	<4,6	<1,6	<0,1	<7,9	<23	±2	<8,6	<0,0	±0,9	<12	<0,4	±3
					>1,4				>7							

nd

<0,1

nd

<0,1

nd

<0,0

nd

<7,9

nd

<7,3

nd

<5,6

nd

<6,9

9,6°

<21,3

>6,4

12°

<16

18

±2

20

±2

19

±2

nd

<8,6

nd

<8,0

nd

<6,1

nd

<0,0

nd

<0,0

nd

<0,0

nd

<1,0

nd

<0,9

nd

<0,7

C2RMF70141-2

C2RMF70141-3

C2RMF70141-4

Doigt fragmentaire Br

78

nd

<5,0

nd

<4,6

nd

<3,5

nd

<7,1

nd

<6,6

nd

<5,0

>5

2,9°

<4,6

>1,4

4,0°

<4,3

>1,3

1,9°

<3,3

nd

<1,6

nd

<1,5

nd

<1,1

Annexe n° 05 : Résultats des analyses par ICP-AES du doigt fragmentaire du musée du Louvre

9,2

±0,9

8,5

±0,8

9,2

±0,9

nd

<12

nd

<11

nd

<8,4

nd

<0,4

nd

<0,3

nd

<0,3

28

±3

26

±3

27

±3

Object	Sn (%m)	Pb (%m)	Datation/Origine
Guerrier A de Riace [Formigli 1984]			
Plante du pied droit	8.30	0.00	
Tibia droit	9.70	0.00	
Métal de soudure	12.50	0.00	460-430 av. J.C
Main	13.20	0.00	grecque
Avant-bras	11.90	0.00	
Métal de soudure	8.80	0.00	
Ephèbe d'Agde [Mille et Azéma 2012]			
Corps	7.50	23.50	
Bras	9.50	19.00	
Métal de soudure	9.50	13.50	lers an IC
Avant bras gauche	10.50	10.50	iei s. ap. j.c.
Auriculaire	10.00	10.50	
Métal de soudure	7.00	9.50	
Statue drapée (Polygatus) [Steinberg 1973]			
Pièce du haut (coupe métallographique)	6.60	24.80	
Pièce du bas (coupe métallographique)	3.70	38.50	Romain
Métal de soudure	3.10	19.90	Komani
Tête de Dionysos [Mattusch 1996]			
Partie inférieure du cou	5.79	19.99	
Tête (partie supérieure du cou)	5.79	18.75	Grecque 450 av. J.C.
Métal de soudure	3.99	18.62	
Cheval I , fragment 4/27 n° 1961.2743 [Janietz Schwarz 1996]			
Coulée primaire 1	7.88	24.78	
Coulée primaire 2	7.49	24.09	Ille s. ap. J.C.
Métal de soudure	7.52	23.93	
Statue A, fragment 39 n° 1961.3147 [Janietz Schwarz 2000]			
Coulée primaire	12.30	0.75	
Métal de soudure	14.50	1.50	life S. ap. J.C.
Cheval de Neuvy-en-Sullias [Mille 2007]			
Encolure	9.50	7.10	
Tronc	7.80	5.10	
Métal de soudure	9.70	7.20	
Base de la queue	7.40	7.20	ier s. ap. J.C.
Queue	5.90	8.90	
Métal de soudure	9.40	0.95	

Annexe n° 06 : Données projetées sur le diagramme de phase Cu-Sn-Pb

Object	Sn (%m)	Pb (%m)	Datation/Origine	
Enfant Royal d'Agde [Mille et <i>a</i> / 2012]				
Pied gauche	7.00	20.00		
Métal de soudure	6.90	20.00	ier s. av. J.C.	
Bras d'Essegney [Caumont et <i>al</i> 2006]				
Bras	11.00	6.00	fin du ler sdébut	
Métal de soudure	11.00	4.00	du IIIe s. ap. J.C.	
Apollon Chatsworth [Bouquillon et <i>al</i> 2006]				
Jambe	9.95	0.06	1ere moitié du Ve s.	
soudure de la jambe sur le corps	10.15	0.07	av. J.C.	
Pied colossal de Clermont-Ferrand [Mille 2008]				
Pied, dans le bord de la semelle	4.90	29.00	lors on LC Collo	
Entretoise	5.10	26.00	romain	
Métal de soudure	4.80	30.00	Tornain	
Fragments de statue équestre d'Evreux [Azéma et <i>al</i> 2012]				
Fragment C2RMF 69362, coulée primaire 1	8.10	28.40		
Fragment C2RMF 69362, coulée primaire 2	6.30	20.50		
Métal de soudure	8.25	14.40	ler s. ap. J.C.	
Fragment C2RMF 69516, coulée primaire 1	8.90	20.30	Gallo-romain	
Fragment C2RMF 69516, coulée primaire 2	8.40	21.90		
Métal de soudure	9.90	15.90		
Apollon d'Evreux [Azéma et <i>al</i> 2012]				
Corps (prélèvement dans le pied droit)	8.00	19.80		
Bras droit	8.60	12.40		
Métal de soudure	6.70	14.40	lle s. ap. J.C. Gallo-	
Bras gauche	8.50	17.00	romain	
Corps (prélèvement dans le pied droit)	8.00	19.80		
Métal de soudure	7.50	15.30		
Jupiter d'Evreux [Azéma et <i>al</i> 2012]				
Bras droit	5.10	20.70		
Métal de soudure	4.40	17.80	2e moitié du ler s.	
Tête 2	5.80	20.10	ap J.C. Gallo-romain	
Métal de soudure	3.90	17.60		

Object	Sn (%m)	Pb (%m)	Datation/Origine	
Ephèbe de Xanten [Peltz et Schalles 2011]				
Bras gauche	23.30	0.00		
Corps	19.53	0.00		
Métal de soudure	14.76	0.00		
Bras droit	17.14	0.00	lle s. ap. J.C. Romain	
Corps	15.23	0.00		
Métal de soudure	14.76	0.00		
Gaulois captif [Mille et Azéma à venir]				
Jambe gauche	11.00	8.70		
Torse	11.00	8.60		
Métal de soudure	8.90	5.80	fin du Ier s. av. J.C.	
Bras gauche	10.00	9.20	Gallo-romain	
Torse	11.00	8.60		
Métal de soudure	5.70	9.30		
Mars de Todi [Sannibale 1999]				
Tête-Intérieur de l'oreille	12.60	7.50		
Torse-Aisselle droite	12.00	12.10		
Métal de soudure	8.10	15.70	Ve s. av. J.C.	
Aisselles gauche	14.70	8.60	Etrusque	
Bras gauche	11.30	6.00		
Métal de soudure	11.50	8.80		
Torse romain des musées du Vatican [Formigli et <i>al</i> 1990]				
Aisselle droite	8.50	32.80	Epoque romaine	
Métal de soudure bras droit	7.10	12.73		
Aisselle gauche	5.40	33.10		
Métal de soudure bras gauche	3.90	29.70		
« Putto » Graziani [Sannibale 2006]				
Aisselle droite	9.80	23.20		
Bras droit	6.70	18.10		
Métal de soudure	8.50	7.60		
Aisselle gauche	6.10	19.20		
Bras gauche	7.50	21.00	I IIE S. av J.C. ELTUSQU	
Métal de soudure	6.80	18.20		
Cuisse droite	7.90	21.50		
Métal de soudure	7.90	14.40		

Object	Sn (%m)	Pb (%m)	Datation/Origine	
Tête de Constantin [Altamura et <i>al</i> 1996]				
Partie avant du cou, côté gauche	4.70	16.71		
Partie arrière du cou, côté droit	7.60	9.10		
Métal de soudure	5.20	25.20	Ive s. ap. J.C.	
Menton	4.90	13.10	KOMam	
Métal de soudure	4.90	9.70		
Main de Constantin [Altamura et <i>al</i> 1996]				
Dos de la main	6.50	13.30	IVe s. ap. J.C.	
Métal de soudure	3.80	8.70	Romain	
Victoire dorée de Vienne [Mille et Azéma à venir]				
Corps	5.00	16.00		
Métal de soudure	1.10	6.50	fin du lana au l C	
Pièce épaule droite	1.00	9.60	tin du ier s. av. J.C,	
Métal de soudure	1.80	29.00	LC Callo romain	
Pièce intermédiare aile gauche	0.99	17.00	J.C. Gallo-Tollialli	
Métal de soudure	0.93	14.00		
Grands Dauphins dorés de Vienne [Mille à venir]				
Tête 2	4.60	6.80		
Pièce de liaison entre tête 1 et tête 2	3.70	5.00		
Métal de soudure	0.96	6.50		
Départ queue 5	3.70	7.00		
Extrémité distale queue 5	3.00	6.10		
Métal de soudure	3.20	5.90		
Tête 2	4.60	6.80	lors on LC Collo	
Corps 7	3.70	5.80	romain	
Métal de soudure	1.20	7.20	TOTTAIT	
Corps 3	6.40	9.70		
Départ queue 3	2.90	6.30		
Métal de soudure	0.53	5.10		
Corps 3	6.40	9.70		
Tête 2	4.60	6.80		
Métal de soudure	0.50	5.70		
Vaisselle d'apparat chinoise 5e s. av. J.C. [Gettens 1965]				
Vase	7.20	22.80		
Anse	8.00	12.40	Ve s. av. J.C.	
Métal de soudure	22.90	9.40		

Object	Sn (%m)	Pb (%m)	Datation		
Statue Hawtar'athat (Mille 2012)					
Bras gauche	5.7	17			
Corps	12	11			
Métal de soudure	6.4	11			
Tête	7.9	14			
Corps	12	11	VIIe-VIe s. av. J.C.		
Métal de soudure	8.2	12			
Pied droit	6.7	7			
Corps	12	11			
Métal de soudure	7.7	13			
Applique de lion (Mille 2012)					
Tête	6	4.9			
Corps	6.8	12	ler s. av. J.C.		
Métal de soudure	6.2	7			
Statue fragmentaire d'un homme (Mille 2012)					
Plis verticaux	6.9	2.7			
Genou	7.3	12	VIIe s. av. J.CIIIe s.		
Vêtement	8.2	8.7	ap. J.C.		
Métal de soudure	7.5	11			
Statue fragmentaire d'une applique de lion (Mille 2012)					
Patte	2.9	10			
Corps	3.1	4.2			
Métal de soudure	2.9	9.1	VIIe s. av. J.CIIIe s.		
Queue	7.9	24	ap. J.C.		
Corps	3.1	4.2			
Métal de soudure	3.4	15			
Statue fragmentaire d'un léopard (Mille 2012)					
Tête	4.8	22			
Corps	5.3	23	VIIe s. av. J.CIlle s.		
Métal de soudure	5.6	19	ар. ј.С.		

Annexe n° 07 : Analyses par ultrasons des soudures du Gaulois captif d'Arles

A. Rappel du contexte

L'existence du modèle traversant des cuvettes de soudure était déjà soupçonnée comme on peut le constater sur la coupe métallographique du cheval de Neuvy-en Sullias. Cependant, nous l'avons déjà souligné, sa confirmation nécessite d'avoir accès à la paroi interne, ce qui est le plus souvent impossible avec de simples techniques telles que l'endoscopie. C'est pourquoi, le recours à des technologies poussées est de plus en plus recherché. Ce sont en général des méthodes d'abord développées dans d'autres domaines (par exemple la radiographie médicale) que l'on adapte à l'étude des objets du patrimoine parce qu'elles ont le potentiel de fournir des éléments de réponse à une problématique posée.

Dans le cas des grandes sculptures de bronze antique, si radiographies et tomographies sont à ce jour les méthodes les plus satisfaisantes pour révéler des indices de leur fabrication, elles nécessitent le déplacement des objets du musée vers le laboratoire ou bien le recours à du matériel portable dont la mise en œuvre peut s'avérer complexe dans l'environnement d'un musée. Ensuite, si on se focalise sur le cas particulier concernant l'étude des assemblages, elles ne permettent pas toujours de caractériser avec précision la zone de soudure.

La réalisation de coupes métallographiques serait adaptée si elle ne posait pas deux problèmes principaux. Tout d'abord, elle nécessite un prélèvement très large (au moins 10 mm suivant la taille de la zone de soudure observée) : ainsi ce type de prélèvement qui cause des dommages trop importants est-il rarement mis en œuvre. Ensuite, l'observation d'une seule section ne permet pas de généraliser à l'ensemble des assemblages présents sur la statue. En effet, la morphologie du joint peut varier en fonction de sa localisation sur la statue, la coupe peut aussi présenter des défauts...

La mise en œuvre d'analyses par ultrasons apparaît comme une possible approche à la fois globale et locale des joints soudés.

C'est dans le cadre de l'exposition « Arles, les fouilles du Rhône, un fleuve pour mémoire » organisée par le Musée Départementale Arles Antique et le musée du Louvre, et grâce à un partenariat entre le C2RMF et l'Institut de soudure, qu'une telle étude a pu être conduite sur la statue du Gaulois captif. Cette étude fait l'objet d'une publication dans la revue Weld In the world [Azéma et *al* 2012 (b)].

B. Principe des analyses par ultrasons

Les ultrasons sont des ondes mécaniques générées généralement à partir d'un élément piézoélectrique excité à une fréquence comprise, pour de nombreuses applications, entre 2 et 5 MHz. Dans la majorité des applications industrielles, les ultrasons sont transmis dans la pièce à contrôler par l'intermédiaire d'un milieu de couplage, et se propagent à une vitesse qui dépend du matériau. Lorsque les ultrasons rencontrent un défaut favorablement orienté par rapport à l'onde incidente, un écho revient vers le transducteur. Cette énergie mécanique réfléchie est transformée en signal électrique par l'élément piézo-électrique et se signale par un écho sur le système de visualisation de l'appareil à ultrasons. Le contrôle ultrasonore manuel nécessite du personnel très expérimenté pour interpréter les signaux observés dans le contexte du contrôle des soudures. Le contrôle ultrasonore est également très utilisé pour effectuer des mesures d'épaisseur.

Il est avantageux d'exploiter le contrôle ultrasonore en liaison avec des techniques ultrasonores dérivées de l'échographie médicale. C'est ce qui est exploité industriellement aujourd'hui avec les techniques dites « phased array » ou multiéléments. On mémorise le signal ultrasonore dans la mémoire de l'ordinateur avec la position correspondante du système mécanique qui déplace le transducteur, ce qui permet de générer une cartographie analogue à celle générée en échographie médicale. Cette technique permet d'assurer dans une certaine mesure la profilométrie intérieure.

Il existe également un moyen de générer des ultrasons sans contact (sans milieu de couplage) appelé EMAT (Effet Electro Magnéto Acoustique), qui permet d'effectuer des mesures d'épaisseur même à partir de surfaces dégradées. Couplée à un système d'imagerie ultrasonore et à un système d'encodage, cette technique est pressentie pour effectuer de la profilométrie des surfaces internes et mettre en évidence les soudures, soit du fait des variations d'épaisseur associées, soit du fait de la présence d'une zone non fondue sous la cuvette réalisée pour effectuer l'assemblage.

C. Tests préliminaires sur un fragment du dépôt de grands bronzes du Vieil-Evreux

Le premier objet testé est une soudure expérimentale obtenue en laboratoire (cf chap. 3, fig. A.1 à droite), tandis que le second est un fragment antique appartenant au dépôt de bronze découvert sur le site gallo-romain du Vieil-Evreux (Fig A.1, à gauche). La soudure expérimentale est composée de deux pièces de bronze (alliage binaire Cu-Sn, épaisseur 5 mm) que l'on a assemblées en versant du bronze liquide dans un espace aménagé entre elles (c'est-à-dire selon le procédé de soudage des grands bronzes antiques). La soudure n'est pas effective sur toute la longueur du joint, défaut qui doit être aisément détecté par ultrasons. Le fragment antique résulte également de l'assemblage par soudage de 2 pièces (alliage ternaire Cu-Sn-Pb, épaisseur moyenne 2,7 mm). A l'œil nu, la jonction entre les deux pièces est partiellement localisable. En effet, une discontinuité entre les deux fragments, correspondant aux limites des deux parties assemblées, est clairement observable. Sur le reste du fragment, la continuité de la matière entre les deux pièces est parfaite aussi bien sur la surface interne que sur la surface externe. Les limites de la soudure sont révélées par la radiographie (Fig. A.1, à gauche).

Les examens préliminaires ont été réalisés, dans un premier temps, à l'Institut de Soudure au moyen de la technique EMAT. Malheureusement, quel que soit l'échantillon analysé, aucun signal retour n'était détecté. La suite des tests ne s'est alors effectuée qu'en émission d'ultrasons via un élément piezo-électrique, par l'intermédiaire d'un gel couplant. Dans le cas de l'échantillon expérimental, un bruit très important atténuait le signal retour enregistré dans la zone soudée. En ce qui concerne le fragment antique, les ondes

ultrasonores traversaient plus facilement l'épaisseur de métal, mais il n'a pas été possible de déceler la zone de soudure : le signal reçu était trop confus pour établir une relation claire entre la nature de la zone sondée et la soudure. Cependant, la célérité des ultrasons dans le bronze antique coulé a pu être déterminée en corrélant l'épaisseur de la zone sondée avec les mesures d'ultrasons. Ainsi, la célérité longitudinale a-t-elle été estimée à 4814 m/s. La vitesse de l'onde de cisaillement alors déduite s'élève à 2400 m/s.

Compte-tenu des résultats obtenus lors de ces examens préliminaires, l'analyse par émission piezoélectrique d'ultrasons via un agent couplant a été mise en œuvre sur la statue du captif gaulois d'Arles, sous le contrôle du conservateur et du restaurateur.



Figure A.1: à gauche : fragment provenant du dépôt de bronze du site gallo-romain du Vieil-Evreux ; à droite : essai de soudure obtenu en laboratoire (cf chap. 3).

D. Appareillage

Deux types d'équipements « phased array » ont été utilisés : Olympus OmniScan 32128PR et M2M Pocket 16x64. De même, deux modèles de sondes ont été employés : [P1] (sonde linéaire 5 MHz/16 éléments /pas inter-éléments 0,6 mm/ angle de réfraction (55°en ondes transversales dans l'acier)) et [P2] (sonde linéaire 5 MHz/64 éléments/ pas inter-éléments 0,5mm). Un encodeur a permis d'enregistrer la position de la sonde tout au long du scan de la zone soudée. Enfin, l'agent couplant, un gel thixotropique (aqueux), était directement appliqué sur la surface à sonder.

Annexe n° 08 : La thermographie infrarouge

Tout corps ayant une température supérieure au zéro absolu (0°K) échange en permanence de l'énergie avec le milieu extérieur sous forme de rayonnements électromagnétiques (émission, transmission, réflexion ou diffusion, absorption) [Gaussorgue 1999]. Il émet en particulier une énergie spécifique provoquée par l'agitation moléculaire, dont l'intensité dépend de sa température. Les rayonnements thermiques opèrent en infrarouge.

La norme française A 09-400 définit la Thermographie Infrarouge comme « technique permettant d'obtenir, au moyen d'un appareillage approprié, l'image thermique d'une scène thermique dans un domaine spectral de l'infrarouge ». Elle permet en outre de déterminer la température de surface d'un objet donné et de suivre ses variations temporelles et spatiales.

L'émission thermique d'un corps est déterminée à partir de la notion de corps noir, défini comme l'objet capable d'absorber totalement tout rayonnement incident, quelle que soit sa longueur d'onde. L'émission du corps noir est décrite par la loi de Planck bâtie sur des considérations thermodynamiques statistiques. En fait, les objets réels émettent un flux toujours inférieur à celui du corps noir idéal et ce, quelle que soit la longueur d'onde et la température. Ils se définissent alors par leur émissivité propre ε comprise entre 0 et 1 ; ε =1 correspond à l'émissivité du corps noir. La connaissance d' ε pour un objet donné et une mesure de température relative permettent de remonter à la température de surface vraie de l'objet. La détermination de cette valeur est donc fondamentale en thermographie quantitative [Pajani 2001].

Dans le cadre de nos essais de soudage en laboratoire, nous souhaitons accéder à la température de coulée du métal d'apport. Nous ne connaissons pas l'émissivité du bronze en fusion. Cependant, si l'on procède à la prise de température à l'intérieur du creuset au moment où il est versé dans le canal, son émissivité peut être approximée à celle d'un corps noir ($\varepsilon = 1$) (Fig. A.2). En effet, le creuset en graphite constitue une cavité dont la paroi possède une émissivité proche de 1 ($\varepsilon_{graphite} = 0.98$); tout rayonnement pénétrant dans cette cavité va collisionner plusieurs fois et sera donc absorbée avant d'avoir pu ressortir [Serway R.A. 1992]. Ces ajustements étant approximatifs, les températures restent qualitatives et nous parlerons de « température apparente ».

Une caméra infrarouge est un radiomètre ayant comme signal d'entrée une puissance de rayonnement (W/m²) et comme signal de sortie une tension électrique proportionnelle au signal d'entrée. Cette tension est traduite en indications visuelles et numériques.

La caméra prêtée par le CEMHTI est une caméra Thermacam SC 3000 (Fig. A.3). Elle est munie d'un détecteur QWIP (AsGa) ayant une bande spectrale allant de 8 à 9 microns refroidie par un cycle Stirling à - 203°C. La vitesse d'acquisition de 50 Hz en fonctionnement standard, pouvant atteindre 750 Hz/PAL ou 900Hz/NTSC avec l'option High speed (HS), permet de larges possibilités avec une gamme de température allant de -80 à 2000°C. Enfin, elle possède trois grandes gammes d'objectifs : un objectif standard pour une

ouverture 20°, un objectif 10° LWB Champ (10° (H) x 7,5° (V)) placé à une distance minimale de mise au point de 2 m, et un objectif macro LWB 34/100 avec un champ (34mm (H) x 26mm (V)) pour une distance fixe de mise au point de 100 mm.

Dans le cadre des expérimentations, la caméra est munie de l'objectif standard avec une vitesse d'acquisition de 25 images par seconde.

Enfin, les paramétrages de la caméra, l'enregistrement des températures ainsi que le traitement des images se font à l'aide du logiciel Thermacam researcher pro.



Figure A.2. : réalisation d'une soudure par fusion au bronze liquide expérimentale (suivi thermique à la caméra Infra-Rouge).



Figure A.3. : mise en place de la caméra thermique par D. De Sousa Meneses et P. Echegut (CEMHTI) pour les essais de soudage en laboratoire.

Annexe n° 09 : Préparation de coupes métallographiques

A. Découpe

Au C2RMF, les découpes ont été réalisées avec une scie Brillant 221 d'Escil (lame diamantée) (paramètres : 3000 rpm ; vitesse de découpe 0,005 mm/s), tandis qu'au DCCI de Gênes, il s'agissait d'une scie struers secotum-10 (lame céramique) (paramètres : 3000 rpm ; vitesse de découpe 0,005mm/s).

B. Enrobage

a. enrobage à froid (au C2RMF):

Les pièces soudées sont enrobées dans une résine époxy transparente (struers). Le processus s'effectue sous vide afin de maximiser la pénétration de la résine dans toutes les aspérités de l'échantillon et ainsi d' éviter les bulles d'air qui risqueraient de gêner le polissage en agissant comme des cavités à l'intérieur desquelles s'introduisent des impuretés.

b. enrobage à chaud (au DCCI de Gênes):

L'enrobage à chaud (Fig. A.4) permet un meilleur recouvrement de la surface des échantillons (remplissage de toutes les aspérités, ce qui évite l'emprisonnement de bulles d'air) et ne requiert qu'un temps de processus court (24 min/enrobage). Qui plus est, l'emploi d'une résine conductrice se révèlera très pratique lors des examens complémentaires à réaliser au microscope électronique à balayage, la métallisation n'étant plus nécessaire.

L'enrobage à chaud (180°C) a été réalisé sur une presse (40 kN) où l'échantillon est placé dans un cylindre d'enrobage (4 cm de diamètre) recouvert successivement de la résine phénolique conductrice (Duroplast schwarz, ATM) et de la résine phénolique de remplissage (Multifast red, Struers).



Figure A.4 : De gauche à droite : appareil d'enrobage à chaud (Struers LaboPress-3) ; disposition des échantillons avant leur insertion dans le cylindre d'enrobage ; échantillons enrobés, avant polissage.

C. Polissage

L'objectif final du polissage métallographique [Mehl 1973, Scott 1991] est d'obtenir une surface « miroir » de manière à pouvoir observer des détails de la microstructure de l'ordre du micromètre (Fig. A.5). Comme pour le découpage et l'enrobage, le polissage a été effectué sur le matériel du DCCI pour une partie des échantillons. Mais les grandes étapes sont identiques.

Un pré-polissage est réalisé sur des papiers SiC de granulométrie décroissante (320, 500, 800, 1000, 4000) grâce à un bras mécanique permettant de traiter trois ou six échantillons simultanément (vitesse de rotation du plateau : 150 rpm/rotation du bras dans le même sens/force appliquée : 35 N/lubrifiant : eau). Ensuite, le polissage a été réalisé manuellement sur des draps de soie imprégnés de solutions contenant des diamants en suspension de taille décroissante ((6 μ m), 3 μ m, 1 μ m, 1/4 μ m) (vitesse de rotation du plateau : 150 rpm/rotation en sens inverse/lubrifiant à base d'alcool).



Figure A.5 : à gauche, polissage manuel d'un échantillon ; au milieu, échantillon avant polissage ; à droite échantillon après polissage

D. Attaques chimiques

Les attaques chimiques et attaques chimiques colorées [Mehl 1973, Vander Voort 2004] ont pour objectif de mettre en évidence la microstructure des métaux et des alliages grâce à des colorations (Fig. A.6). De ces dernières résultent une réaction chimique basée sur des différences de réactivité à plusieurs niveaux :

- orientation des grains
- grain et joint de grain
- gradient de concentration
- différentes phases
- impuretés

L'échantillon à étudier, poli au ¼ de micron, est immergé

soit dans une solution de chlorure ferrique (5g FeCl3 + 2 ml d'HCl, 98 ml d'alcool) entre 5 et 15 secondes.
Le chlorure ferrique réagit avec le cuivre selon une réaction d'oxydoréduction pour former des chlorures de cuivre qui partent dans la solution (Fig. A.6).

soit dans une solution composée à partir de 50 ml d'une solution saturée de thiosulfate de sodium Na₂S₂O₃, 5H₂O et de 5g de métabisulfite de potassium K₂S₂O₅, durant 20 à 30 secondes (réactif de Klemm III). Cette méthode, permet de mettre en évidence la microstructure des métaux et des alliages grâce à des colorations. Ces dernières résultent de la variation d'épaisseur d'un film stable de sulfure qui se forme à la surface de l'échantillon étudié.

L'échantillon est ensuite rincé abondamment à l'eau distillée afin de stopper l'attaque.

Notons qu'une dilution de la solution mère permettait dans certains cas de mieux contrôler l'attaque. Chaque échantillon a été attaqué une première fois avant d'être de nouveau poli au ¼ de micron et réattaqué ensuite.



Figure A.6 : à gauche, échantillon poli au ¼ de micron, avant attaque chimique ; à droite, échantillon après attaque chimique au chlorure ferrique : les grains sont visibles à l'œil nu.

Annexe n° 10 : Examens au microscope optique

Le microscope optique permet de visualiser les échantillons avec des grandissements allant de x25 à x1000 en lumière blanche ainsi qu'en fond noir.

Deux appareils ont été utilisés au cours de ces travaux. Le premier est un microscope optique Nikon Optiphot (5 objectifs de grossissement x5/10/20/40/100, oculaire x10 appartenant au C2RMF, à partir duquel l'acquisition des images se fait grâce à un appareil photo monté sur le microscope, qui est luimême relié à un ordinateur. Certains échantillons ont été observés avec l'appareil du laboratoire du Dipartimento di Chimica e Chimica Industriale (DCCI) de Gênes. Il s'agit d'un microscope inversé Leica (6 objectifs de grossissement x2,5/5/10/20/50/100, oculaire x10), couplé à une caméra Axiocam (MRC 5) (Fig. A.7).



Figure A.7 : à gauche, microscope optique inversé Leica du DCCI de Gênes ; à droite, coupe métallographique d'un essai de soudage en laboratoire (E49, Zone 2, métal de base en bas/métal d'apport en haut).

Annexe n° 11 : Examens au microscope électronique à balayage (MEB) et à la microsonde électronique de Castaing (EPMA) : imagerie en SE ou en BSE

A. Principe de fonctionnement

Ce sont des techniques de microscopie [Brisset et *al* 2009] basées sur le principe de l'interaction électron-matière permettant d'obtenir des images haute résolution à très fort grandissement (jusqu'à plus de *100 000). Selon la nature des interactions entre le faisceau incident d'électrons et la matière, les rayonnements émis (électrons secondaires, électrons rétrodiffusés, émission de photons X...) donneront accès à différentes informations. Les électrons secondaires (SE : Secondary Electron) et rétrodiffusés (BSE : Backscatter Electron) sont collectés par des détecteurs spécifiques, en synchronisant la détection (intensité) au balayage du faisceau incident. On obtient ainsi une image de la surface dont le contraste est fonction du type d'électrons sélectionnés via le détecteur, de la tension d'accélération choisie, de la nature des atomes présents dans l'échantillon. Cela donne lieu à des images avec :

- un contraste topographique (en SE), lié au taux d'électrons mesurés et à leur accès au détecteur, et dans lequel les pointes apparaissent plus brillantes que des creux par exemple ;

- un contraste chimique (en BSE), lié au facteur de diffusion de l'atome et donc à son numéro atomique.
Dans ce mode d'image, plus un atome est lourd (ou une phase), plus le nombre d'électrons rétrodiffusés est grand et plus la zone de l'image est brillante.

Le principe de la microsonde électronique est équivalent à celui du MEB. Mais contrairement au MEB qui est surtout optimisé pour l'imagerie, la microsonde, équipée de spectromètres à dispersion de longueur d'onde (WDS)), est optimisée pour l'analyse élémentaire en particulier de par son équipement.

B. Appareils

Le MEB utilisé au C2RMF est un FEI XL30 CP (Philips) équipé d'un canon à filament de tungstène (tension d'accélération entre 200 et 30 keV, courant d'émission maximal 200 µA, pression au niveau des échantillons 10-6 mbar). Le détecteur d'électrons secondaires est de type Everhart et Thornley (résolution 3,3 nm à 30 kV), le détecteur en électrons rétrodiffusés est muni de deux cadrans (résolution 6 nm à 30 kV, vide contrôlé). La taille du faisceau oscille entre 4 nm et 3 µm. La distance de travail est de 10 cm. Le grandissement s'effectue entre x10 et x 40 000.

Pour nos examens, les observations sont effectuées en mode sous vide classique avec une tension d'accélération autour de 20 keV. Elles sont toujours accompagnées de microanalyses EDS grâce à un détecteur de rayons X couplé au microscope (description ci-après).

Quelques analyses ont été réalisées sur la microsonde de Castaing du CEA Le Ripault (Fig.A.8). Il s'agit d'une microsonde CAMECA 5X50 comportant quatre spectromètres dont l'un est incliné afin d'obtenir une meilleure profondeur de champ lors de l'analyse des échantillons non polis.



Figure A.8. : Microsonde électronique de Castaing du CEA Le Ripault ©CEA, J.-L. Longuet.

Annexe n° 12 : Cartographies élémentaires

A. Microanalyses : analyses ponctuelles et imagerie par émission de rayons Xa. Microanalyse EDS (Energy Dispersive Spectroscopy)

i. Analyse élémentaire ponctuelle

Du fait des interactions du faisceau d'électrons incident avec les atomes du matériau analysé, en plus des électrons secondaires et rétrodiffusés, se produit la création de photons X (phénomène de désexcitation). La collecte de ces photons par un détecteur spécifique couplé au MEB (au C2RMF : détecteur OXFORD Inca 50 mm²) permet de compléter la partie imagerie par des analyses chimiques (EDS). En effet, l'énergie de ces photons X est caractéristique des atomes qui les ont émis, d'où la possibilité de réaliser des analyses élémentaires, qui peuvent être qualitatives (identification des éléments présents dans le matériau) ou quantitatives (pourcentage atomique et/ou massique de chaque élément). Dans le second cas, on réalise au préalable une calibration sur un échantillon de cobalt.

ii. Cartographies élémentaires

Il est également possible d'accéder à la localisation des différents éléments au sein du matériau en réalisant des cartographies élémentaires : la plage choisie est balayée avec le faisceau d'électron du MEB et l'intensité du signal est mesurée en chaque point dans les fenêtres d'énergie correspondant aux raies caractéristiques des éléments présents. Il est ensuite possible d'attribuer une couleur à un élément donné et de créer une image de sa répartition sur la surface de l'échantillon analysé. L'intensité de chaque pixel est fonction de la quantité de rayons X émis et indiquant ainsi la quantité relative de l'élément considéré. Dans le cadre de nos essais, les éléments exclusivement constitutifs de nos échantillons sont le cuivre, l'étain et le nickel. Les cartographies élémentaires sont construites à partir des intensités mesurées issues des raies Kα pour le nickel et le cuivre, et Lα pour l'étain (Tableau TA.1).

Elément/raie	N° atomique	K _{α1}	K _{α2}	K _{β1}	$L_{\alpha 1}$	$L_{\alpha 2}$	$L_{\beta 1}$
Ni	28	7.47815	7.46089	8.26466	0.8515	0.8515	0.8688
Cu	29	8.04778	8.02783	8.90529	0.9297	0.9297	0.9498
Sn	50	25.2713	25.0440	28.4860	3.44398	3.43542	3.66280

Tableau TA.1 : identification des pics d'énergie (en keV) des éléments nickel, cuivre et étain en fonction des raiesexcitées (Peak Identification Chart de Panalytical)

Nous avons rencontré quelques difficultés liées à la grande taille de la zone soudée à observer sur nos échantillons (d'1 cm² à 3 cm² environ). En effet, des tests préliminaires d'optimisation ont montré que pour des grandissements trop faibles, d'une part le faisceau d'électrons incident ne couvrait pas l'intégralité de

la surface analysée de manière homogène, et d'autre part la distance parcourue par l'énergie renvoyée entre l'échantillon et le canon de détection était trop variable d'une zone d'émission à l'autre. Il a donc fallu établir un compromis satisfaisant entre la tension, la taille du faisceau et le grandissement pour pouvoir réaliser des cartographies acceptables. En outre, si une fois les paramètres trouvés, la mise en œuvre de telles analyses est relativement rapide, les zones cartographiées ne peuvent rendre compte que des répartitions élémentaires intervenant sur des surfaces d'environ 0,16 cm² au maximum pour une résolution de 256 pixels x 256 pixels.

b. Microanalyse WDS à la microsonde de Castaing (Wavelenght Dispersive Spectroscopy)

Comme en EDS, l'analyse WDS permet de déterminer la composition élémentaire qualitative et/ou quantitative d'un échantillon, à partir de la mesure de la longueur d'onde des photons (en EDS : mesure de l'énergie des photons) émis par la zone de l'échantillon bombardée par le faisceau d'électrons incident. Cette technique est généralement utilisée pour sa capacité à réaliser des cartographies avec des conditions expérimentales parfaitement connues, ce qui permet en particulier la comparaison des différentes cartographies entre elles. Pour le cuivre, on travaille avec la raie K α sur un cristal LIF tandis que pour l'étain, on s'intéressera à la raie L α sur un cristal de PET. Les cartographies sont réalisées avec une tension de 20 keV pour une intensité de 40 nA. Les témoins quantitatifs sont du cuivre pur et de l'étain pur issus d'une platine témoin MAC. Les images obtenues possèdent une résolution de 128 pixels x 128 pixels et caractérisent une zone de 256 μ m x 256 μ m de l'échantillon étudié. Le déplacement du porte-objet se fait avec un pas de 2 μ m.

B. Analyses élémentaires PIXE sur AGLAE

a. Analyses élémentaires par faisceau d'ion

Les analyses par faisceau d'ion (IBA : Ion Beam Analysis) sont basées sur la détection et l'étude des résultats de l'interaction atomique ou nucléaire entre un faisceau de particules chargées et les atomes constitutifs des matériaux. Les produits de ces interactions sont nombreux et la détection de chacun d'entre eux a donné lieu à une méthode d'analyse différente : l'émission de rayons X induite par particules chargées (PIXE : *Particle induced X-ray emission*), l'observation directe de réaction nucléaire (NRA : *Nuclear Reaction Analysis*) et la spectrométrie de rétrodiffusion Rutherford (RBS : *Rutherford Backscattering Spectrometry*), l'émission de photon gamma (*PIGE : Particle Induced Gamma Emission*).

Dans le cadre de notre travail, les techniques du PIXE et du RBS sont principalement utilisées dans le but de déterminer les compositions élémentaires des incrustations, des dorures, mais aussi d'évaluer leur épaisseur [Dran et *al* 2000, Ioannidou et *al* 2000, Darque-Ceretti et Aucouturier 2012].

Les spectres obtenus via ces deux techniques sont dépouillés à l'aide du logiciel GUPIX [Maxwell et *al* 1989] permettant la quantification de la composition d'un échantillon avec une marge d'erreur inférieure à 5%.

347

b. Cartographies élémentaires par faisceau d'ion PIXE

De tout récents développements [Pichon et *al* 2010] nous permettent aujourd'hui de produire des cartographies élémentaires en concentration à partir de spectres PIXE et RBS. Ce système combine le logiciel de spectrométrie Genie2000 avec un programme élaboré au C2RMF pour créer des cartographies confrontant les résultats des analyses avec la position du faisceau sur l'objet. Chaque pixel issu de chaque analyse PIXE contient un spectre normalisé. Les concentrations de chaque élément présent sont obtenues après dépouillement de chaque pixel analysé à l'aide du logiciel de déconvolution Gupixwin.

Comme pour les cartographies obtenues au MEB-EDS, une couleur est attribuée à un élément donné et son intensité est proportionnelle à sa concentration.

Dans le cadre de ces travaux de thèse, et à la suite de plusieurs essais préliminaires, une cartographie élémentaire (en PIXE, haute énergie, filtre Co 30 μ m) de 1,2 x 1,5 cm², de résolution 40 x 40 μ m (taille d'un pixel) a pu être réalisée sur la coupe métallographique (Zone 2) de l'essai E71. Les cartographies élémentaires sont construites à partir des intensités mesurées issues des raies K α de chacun des éléments.

c. Appareil

Le C2RMF est doté de cet outil d'analyse depuis l'acquisition et la mise en place d'AGLAE (Accélérateur Grand Louvre d'Analyses Elémentaires) (Fig. A.9), un accélérateur de type pelletron de 2 MV de la compagnie NEC (National Electrostatic Corporation) en 1988 [Menu et *al* 1990].



Figure A.9: à gauche, l'accélérateur AGLAE du C2RMF ; à droite analyses de la dorure sur la Victoire dorée d'Arles (h : 0,76 m), 1^{er} s. av. J.C.-1^{er} s. ap. J.C., n° inv. Rho.2007.05.1961, MDAA.

Annexe n° 13 : Analyses par ICP-AES

A. Principe

La technique d'ICP-AES (Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectrosmetry) [Thompson et Walsh 1989, Boss et Fredeen 1997, Skoog et *al* 2003] permet de mesurer la concentration des atomes présents dans la solution d'extraction. C'est une méthode d'analyse par spectrométrie d'émission atomique dont la source est un plasma généré par un couplage inductif.

Le plasma est constitué d'argon partiellement ionisé. Sa température très élevée (avoisinant les 7000°C) permet d'abord de casser les liaisons moléculaires pour produire des ions et des atomes libres, et ensuite de les exciter. Leur retour à un état stable s'accompagne d'une émission de photons dans l'ultraviolet et le visible. L'intensité lumineuse diffractée est détectée et quantifiée par un système approprié afin d'accéder, par comparaison avec les signaux mesurés pour des solutions connues (élaborées à partir de matériaux de référence certifiés), à la concentration d'un élément donné présent dans l'échantillon (le nombre de photons émis est proportionnel au nombre d'atomes de l'élément considéré).

L'appareil ICP-AES est contrôlé à partir d'un logiciel permettant de créer différentes méthodes de travail. Une méthode regroupe les éléments à analyser avec leurs longueurs d'ondes d'émission mesurées ainsi que les autres paramètres qui leur sont associés (unités...) afin d'exploiter les mesures fournies par l'appareil, mais aussi d'effectuer des corrections si nécessaire (par exemple, dans le cas d'interférences entre les raies de plusieurs éléments).

B. Protocole de mise en solution

Une dizaine de milligrammes de copeaux métalliques, précisément pesés, subissent une attaque chimique à l'eau régale (2 ml, proportions en volume : 3/5 HCl, 1/5 HNO₃, 1/5 H₂O). L'ensemble est alors chauffé. Une fois les copeaux dissous, le volume est complété à 5 ml par de l'eau distillée. Les solutions ainsi obtenues sont injectées au sein de l'appareil pour analyse [Mille et Bourgarit 2000, Bourgarit et Mille 2003].

C. Appareils

Deux appareils ont été utilisés pour les analyses de métal des différents dossiers concernant les grands bronzes, qui ont été traités au cours de ces travaux de thèse.

Dans le cadre de l'étude concernant le dépôt de grands bronzes du Vieil-Evreux, les analyses élémentaires ont été effectuées par le CEA Le Ripault sur un spectromètre à plasma à couplage inductif

350

Activa de Horiba Jobin Yvon (Fig. A.10, à gauche) doté de deux réseaux pour la dispersion en longueur d'onde (4343 traits/mm et 2400 traits/mm). Le premier d'entre eux permet de couvrir le domaine 165-440 nm, le second allant jusqu'à 800 nm, le tout avec une résolution optique inférieure à 10 μm. Enfin, un détecteur CCD de 1 megapixel permet de mesurer simultanément les intensités des raies et des fonds à l'intérieur de la fenêtre spectrale.

Toutes les autres analyses ont été réalisées sur l'appareil du C2RMF, à savoir un spectromètre Perkin Elmer de la série Optima 3000 SC à émission dans l'ultraviolet (Fig. A.10, à droite) [Prevost 1999]. Le système de dispersion optique est basé sur l'association d'un prisme et d'un réseau Echelle (ce qui permet d'obtenir une dispersion en deux dimensions et donc une séparation des longueurs d'ondes selon les ordres). Il est couplé à un trieur de Schmidt qui sépare l'Ultra-Violet du Visible. L'optique permet la lecture de plus de 4500 raies d'émission en simultané entre 167 et 782 nm. Le réseau est gravé à 63,4° et à 79 lignes/mm pour des dimensions de 80 x 60 mm. On dispose donc des longueurs d'onde émises dans un plan et l'intensité de chaque raie est comptée par un détecteur SCD (Segmented charge Coupled Device) composé de 224 barrettes de photodiodes comprenant chacune de 20 à 80 pixels photosensibles, et détectant l'intensité lumineuse correspondant à une très étroite plage de longueurs d'onde.



Figure A.10 : à gauche, ICP-AES Activa de Horiba Jobin Yvon du CEA Le Ripault, à droite ICP-AES Optima 3000 SC de Perkin Elmer du C2RMF.



Résumé

Les techniques de soudage de la grande statuaire antique en bronze : étude des paramètres thermiques et chimiques contrôlant le soudage par fusion au bronze liquide

Ces travaux s'inscrivent dans une recherche interdisciplinaire qui concerne l'évolution de l'ensemble des techniques de la grande statuaire antique en bronze (de la 2nd moitié du 6^e siècle avant J.C. au 5^e siècle après J.C.). L'objectif de la thèse est de contribuer à la compréhension du procédé de soudage par fusion au bronze liquide, en mettant en œuvre une double approche : étude de soudures antiques et essais expérimentaux en laboratoire. Les statues à étudier ont été choisies parmi les œuvres des collections des musées de France (Département des Antiquités Grecques Etrusques et Romaines du musée du Louvre, Musée départemental Arles Antique, et musée d'Evreux, Mission Archéologique Départementale de l'Eure). L'étude technologique de ce corpus s'est basée sur la méthodologie développée au C2RMF en collaboration avec plusieurs partenaires. Avec le CEA Le Ripault et l'Institut de Soudure tout d'abord, mobilisant ainsi une batterie de techniques d'examens et d'analyses (contrôles non destructifs, radiographie, analyse élémentaire par ICP-AES, microscopie optique et électronique...). Avec le CEMHTI également, qui a assuré le suivi thermique des essais de soudage en laboratoire menés au sein de l'espace « hautes températures » récemment aménagé au C2RMF. Au terme de ces travaux de recherche, nous sommes en mesure de caractériser avec plus de précision la mise en œuvre du procédé de soudage employé par les fondeurs antiques, dont la réussite s'avère dépendre avant tout de la maitrise du transfert thermique.

<u>Mots-clés :</u> grande statuaire en bronze, Antiquité grecque et romaine, cire perdue, soudage par fusion au bronze liquide, analyses élémentaires, examens métallographiques.

Abstract

The joining techniques used on the Antique large Bronze Statues: study of thermal and chemical parameters which control the welding fusion processes

This work falls within an interdisciplinary research regarding the evolution of the manufacture techniques of the Ancient large bronze statuary (from the 2nd half of the 6th century BC to the 5th century AD). The purpose of the PhD is to contribute to the understanding of the flow fusion welding process, implementing a dual approach: study of ancient joins and experimental tests in laboratory. The studied statues come from french museums (Département des Antiquités Grecques Etrusques et Romaines of the Louvre museum, Musée départemental Arles Antique, the Evreux museum, Mission Archéologique Départementale de l'Eure). The technological study of this corpus is based on the methodology developed by the C2RMF, with several partners. First with the CEA Le Ripault, the Institut de Soudure, we used many analytical techniques (non-destructive testing, X-ray, elemental analysis by ICP-AES, optical and scanning electron microscopy ...). With the CEMHTI also, we studied the thermal transfer during welding tests conducted in the "high temperature room", recently developed in the C2RMF. At the end of this research, we are able to characterize more precisely the implementation of the welding process used by the ancient founders, whose success depends on the control of heat transfer.

<u>Key-words</u>: large bronze sculpture, Greek and Roman periods, lost wax process, flow fusion welding, elementary analysis, metallography.