Production et circulation du Fer en Lorraine (VIe siècle avant J-C - XVe siècle ap. J-C)

Alexandre Disser

▶ **To cite this version:**

Alexandre Disser. Production et circulation du Fer en Lorraine (VIe siècle avant J-C - XVe siècle ap. J-C). Autre. Université de Technologie de Belfort-Montbeliard, 2014. Français. ⟨NNT : 2014BELF0242⟩. ⟨tel-01499512⟩

HAL Id: tel-01499512

https://theses.hal.science/tel-01499512v1

Submitted on 31 Mar 2017

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.

HAL Authorization

UNIVERSITE DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBELIARD

ECOLE DOCTORALE «SCIENCES POUR L'INGENIEUR ET MICROTECHNIQUES»

Doctorat

SCIENCES POUR L'INGENIEUR

PRODUCTION ET CIRCULATION DU FER EN LORRAINE (VIe s. av. J.-C. - XVe s. ap. J.-C.)

Vol. I : texte

Thèse soutenue publiquement par

Alexandre DISSER

Le 6 novembre 2014

Sous la direction de
Philippe DILLMANN
et la codirection de
Marc LEROY et Philippe FLUZIN

Membres du jury :

M. Philippe BARRAL, Professeur à l'Université de Franche-Comté, Examinateur
M. David BOURGARIT, Ingénieur de Recherche HDR au Ministère de la Culture, Rapporteur
M. Philippe DILLMANN, Directeur de Recherche au CNRS, Directeur de thèse
M. Philippe FLUZIN, Directeur de Recherche au CNRS, Codirecteur de thèse
M. Marc LEROY, Ingénieur de Recherche au Ministère de la Culture, Codirecteur de thèse
M. Michel REDDE, Directeur d'études à l'Ecole Pratique des Hautes Etudes, Président
Mme Catherine VERNA, Professeur à l'Université Paris VIII, Rapporteur

A mes parents, ma grand-mère,

A Marie.

Remerciements

Comment ne pas ressentir un léger vertige, une fois arrivé le moment d'évoquer les personnes ayant contribué de près ou de loin, et chacune à leur manière, à la réalisation de ce travail ? Ces quatre années auront été riches en rencontres, expériences et discussions, sans lesquelles je ne serais certainement pas en mesure d'écrire ces lignes aujourd'hui, à l'issue de la rédaction de ce mémoire de thèse.

La première strophe de cette litanie est dédiée aux institutions et personnes qui m'ont accueilli, et offert tous les moyens matériels et financiers nécessaires à l'aboutissement de ce travail. Je tiens particulièrement à remercier mon co-directeur Philippe Fluzin, pour m'avoir intégré au « Laboratoire Métallurgies et Cultures » (U.M.R. 5060 – IRAMAT, Belfort-Sévenans, 90) et m'avoir offert la possibilité de bénéficier de la solide expérience acquise par ses membres dans l'étude des métallurgies anciennes. Merci également à Eric Eliot pour son accueil au sein du Service Interdisciplinaire sur les Systèmes Moléculaires et les Matériaux (U.M.R. CEA-CNRS 3299, Centre de Saclay, 91), dans le laboratoire Archéomatériaux et Prévisions de l'Altération.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à mon directeur Philippe Dillmann et mon co-directeur Marc Leroy. La complémentarité de leurs approches, ainsi que l'expertise offerte par chacun dans leurs champs de compétences propres ont très largement contribué au développement de mes réflexions. Leur suivi, leur exigence et leur rigueur m'ont beaucoup aidé dans le traitement des problématiques développées dans le cadre de ce travail. Merci pour leurs relectures pointilleuses, mais également pour m'avoir laissé une grande latitude (ce qui m'est essentiel) au cours de ces années de recherche.

Je remercie vivement Catherine Verna et David Bourgarit, pour avoir accepté de rapporter cette thèse, ainsi que Michel Reddé et Philippe Barral pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail. Les points abordés par chacun au cours de la soutenance me seront d'une aide précieuse pour la suite de mes travaux.

Les réflexions développées au fil de ce mémoire sont tributaires de nombreuses personnes, qui y ont apporté leur contribution. Je tiens à détailler les plus marquantes parmi celles-ci :

- Je remercie chaleureusement Catherine Bourgain (INSERM) pour m'avoir introduit à la régression logistique, et pour avoir encadré mes explorations dans le monde des statistiques inférentielles ! Je n'oublie pas son soutien et ses encouragements au cours de la dure période du début de rédaction.

- Plusieurs séances d'analyse en LA-ICP-MS auraient été impossibles sans l'aide de Bernard Gratuze (directeur du Centre Ernest Babelon, IRAMAT) et son adresse à juguler l'humeur parfois capricieuse du spectromètre ! Merci également de m'avoir accueilli si souvent au sein de son laboratoire, et pour ses conseils avisés en termes de traitement des données analytiques.

- Merci à Emmanuelle Delqué-Kolic et Bernard Bertier (Laboratoire de Mesure du Carbone 14, CEA Saclay) pour les datations effectuées sur plusieurs crampons de la tour de Mutte, et à Stéphanie Leroy pour le prélèvement des analytes. Ces datations m'auront été d'un grand secours pour la validation de l'approche développée sur ce bâtiment ! Qui par ailleurs…

- … n'aurait pas été possible sans le prélèvement et la caractérisation chimique de centaines de plombs de scellements, réalisés par Adrien Arles (Arkemine Sarl, chercheur associé au Centre Ernest Babelon, IRAMAT). J'ai également beaucoup profité des discussions que nous avons développées autour de ces analyses.

- Je remercie vivement Paul Merluzzo (Laboratoire d'Archéologie des Métaux, Nancy-Jarville) pour m'avoir patiemment enseigné la métallographie dans un cadre de travail…ma foi, stimulant !

- Merci à Enrique Vega pour la caractérisation chimique de quelques éléments de renfort de la tour de Mutte, et surtout pour m'avoir accompagné sur le terrain lors de missions de prélèvement, dans des conditions climatiques parfois peu engageantes. Mais également pour avoir su exprimer avec tant de lyrisme toute la beauté des paysages meusiens drapés dans leur manteau immaculé !

- Je tiens à remercier Christophe Colliou pour m'avoir initié à l'expérimentation archéologique, et particulièrement ma première réduction avec « Suzanna, prête à tout ». Mais également les deux comparses, Charles Torrès et Simon Pellequer, hommes de toutes les situations (tu excuseras, Christophe, la reprise de ce qualificatif que je trouve tout à fait approprié), ainsi que Jon Brugnot. Merci à Florian Téreygeol de nous avoir accueillis sur la plateforme expérimentale de Melle. Un grand merci également à Thierry, qui m'a enseigné tant de choses sur la forge !

- Merci à Eddy « Mc Foy » Foy pour la caractérisation structurale en DRX des minerais issus des prospections réalisée dans la bonne humeur !

- J'exprime par ailleurs toute ma gratitude à Stéphanie Leroy et Sylvain Bauvais (LMC et LAPA) pour les discussions menées respectivement sur le traitement statistique multivarié de l'information chimique et sur les problématiques ayant trait aux usages du métal aux âges du Fer. Ces apports immatériels se sont avérés essentiels au développement de mes réflexions.

- Enfin, je tiens à adresser des remerciements tout particuliers à Maxime L'Héritier (Université Paris 8). Des campagnes de terrain à la relecture d'une partie de ce mémoire en passant par les analyses et discussions, tu as beaucoup contribué à l'aboutissement de ce travail.

De nombreuses personnes ont participé aux campagnes de terrain, menées entre 2011 et 2013. Merci à Stéphanie (SRA Lorraine) et Denis Jacquemot de m'avoir associé à leurs prospections menées dans le cadre de l'OPE mis en place par l'Andra dans le secteur de Bure, et à Jean-Paul Fizaine pour sa participation et son point de vue de géologue. Je tiens également à remercier Christophe Bottineau (Architecte en Chef des Monuments Historiques) et Nathalie Aubin (2BDM) de nous avoir offert l'opportunité d'étudier l'intégralité des renforts métalliques de la tour de Mutte, ainsi que François Trunkenwald (chef de chantier, Chanzy-Pardoux) pour son assistance logistique et le soin tout particulier qui a été apporté à la préservation des objets archéologiques. Merci à Dédé, Roby, Jo et Paulo de m'avoir accompagné dans les prospections effectuées dans la vallée de la Bruche. Je remercie également Jean-Thomas Casarotto d'avoir participé aux prélèvements effectués avec Marc Leroy dans le Pays-Haut.

Le MNT constitué par Murielle Georges-Leroy (Conservatrice Régionale de l'Archéologie – Lorraine) et Pierre Machut (géomaticien indépendant) a été largement mis à contribution pour réaliser les figures cartographiques de ce mémoire. Je les remercie vivement de m'avoir donné la possibilité de l'exploiter.

Je ne peux que sincèrement remercier le personnel administratif : Florence Tanguy (LMC), Valérie Méline (LAPA) et Danielle Bertrand (secrétariat troisième cycle de l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard), pour leur travail et surtout pour leur disponibilité, qui ont grandement facilité mes démarches administratives.

Au-delà de ces contributions directes au bon déroulement de ce travail, je ne saurais oublier tous ceux, collègues, amis ou famille, qui m'ont soutenu tout au long de ces quatre années.

Je tiens à saluer en premier lieu tous les membres du LMC et du LAPA qui ont toujours su, au détour d'un couloir ou autour d'un café, entretenir des rapports amicaux avec un thésard parfois grincheux ! Outre les membres déjà évoqués, merci notamment à : Jean-Charles, Jojo, Jean-Paul, Lulu, Emeline, Yoanna, Marie-Pierre, Marine, Marie, Gaspard, Anne, Kergoul', Andréa, Mickael, Mandana, Michel, Marion, Camille, Delphine, Didier et François. Une pensée toute particulière pour tous les moments passés avec mon « collègue de bureau » Hugues, dont l'imagination si fertile a su susciter tant de discussions hautes en couleur.

Merci aux amis qui m'ont offert leur toit, chaque fois que mes déplacements en Lorraine ou au Centre Ernest Babelon l'ont nécessité. Que ce soit en compagnie de Guillaume, des Hamsters et des Chachas à Orléans, Simon et Thérèse à Metz, ou de Mathieu, Amandine, Pauline et Aline à Strasbourg, les soirées passées ensemble ont offert des moments de détente bienvenus. Je remercie également à tous les autres amis proches rencontrés sur les bancs de la fac ou en fouilles : Myriam, Virginie, Mélanie, Matthieu, Arnaud, Ludo. Votre amitié ne m'aura pas fait défaut. La place manque, mais tous les autres amis d'Alsace, de Moselle (Chico, Cartouche, Maly, Rémy, Jess,…) et de Paris

(Archie, Vince, Aurélia, Michel Disco, Guigui, Laura, Bertrand, « Maman » Carole, Sylvestre, Greg,…), ainsi que ceux rencontrés à Sainte-Marie-aux-Mines ou Aulus, ne sont pas oubliés.

Je conclurais ces remerciements en exprimant ma plus grande reconnaissance à mes proches qui ont toujours su m'appuyer, par leurs encouragements et leurs attentions. Merci à mes parents et ma grand-mère qui m'ont accordé leur confiance indéfectible. Merci à Romain et Patrice (merci pour tes relectures !), mes colocataires, pour tous les bons moments quotidiens passés ensemble. J'adresse enfin une pensée toute particulière à Marie, aux deux dernières années passées à se soutenir mutuellement et conclues par l'achèvement simultané de nos thèses.

Sommaire

REMERCIEMENTS **5**
TABLE DES MATIERES **13**
INTRODUCTION **25**

CHAPITRE 1
ETAT DES CONNAISSANCES

1.1. **Les ressources ferrifères lorraines, des contextes gîtologiques variés** **34**

1.2. **Les recherches sur la sidérurgie ancienne en Lorraine (1989-2005)** **38**

1.3. **La chaîne opératoire en réduction directe : description des systèmes opératoires et introduction à la notion d'héritage chimique** **55**

1.4. **L'héritage chimique du minerai en sidérurgie ancienne : principe et démarches archéométriques** **69**

1.5. **Les spécificités de la chaîne opératoire selon la filière indirecte** **82**

1.6. **Problématiques ayant trait à la provenance des produits sidérurgiques de la filière directe : bilan des recherches** **86**

1.7. **Le traitement multivarié des données chimiques appliqué à la recherche en sidérurgie ancienne** **112**

1.8. **Bilan bibliographique** **134**

CHAPITRE 2
METHODOLOGIE D'ETUDE

2.1. Matériaux d'étude 138

2.2. Démarche analytique 170

2.3. Le traitement de l'information chimique 191

CHAPITRE 3
LES ENSEMBLES DE PRODUCTION DU FER EN LORRAINE AVANT LE XVIE S. : CARACTERISATION DE LA SIGNATURE CHIMIQUE

3.1. Description chimique de contextes de production primaire lorrains 227

3.2. Vers une redéfinition des ensembles géochimiques de production 273

3.3. Distinction des ensembles de production définis par le biais d'une approche statistique multivariée 282

3.4. Espaces de production sidérurgiques anciens en Lorraine : bilan de la démarche employée 301

CHAPITRE 4
FILIATION CHIMIQUE ENTRE SYSTEMES DE REDUCTION ET PRODUITS SIDERURGIQUES : ETUDE ARCHEOMETALLURGIQUE ET ARCHEOMETRIQUE DE SITES DE PRODUCTION DU FER EN LORRAINE

4.1. **Ateliers liés à la *minette de Lorraine* 312**

4.2. Les sites de production associés à l'emploi d'autres minerais 383

4.3. Du minerai à l'objet : une filiation chimique assurée pour plusieurs contextes de production du fer en Lorraine 404

CHAPITRE 5
L'ORIGINE D'ARTEFACTS FERREUX POTENTIELLEMENT PRODUITS AU SEIN DE L'ESPACE LORRAIN

5.1. Les éléments de renfort métalliques de la tour de Mutte, cathédrale Saint-Etienne de Metz 412

5.2. Les crampons en fer du pont carolingien de Dieulouard-*Scarponna*.....448

5.3. L'atelier de forge gallo-romain de Gondreville – *Forêt communale*.....477

5.4. Les bandages en fer de roue de char en contexte funéraire et les demi-produits bipyramidés de l'est de la France et du sud de l'Allemagne, au Hallstatt final et La Tène ancienne.....500

5.5. Bilan des études de provenance réalisées.....541

CHAPITRE 6

DEFINITION D'ENSEMBLES DE PRODUCTION SIDERURGIQUE EN LORRAINE ET CIRCULATION DU METAL – BILAN ET PERSPECTIVES

6.1. Vers un nouvel état des connaissances sur les activités sidérurgiques en Lorraine.....546

6.2. Les contextes de consommation du fer dans l'Est de la France : éléments de discussion et apports.....554

6.3. Le traitement de l'information en paléométallurgie du fer : constats et perspectives.....573

CONCLUSIONS GENERALES.....579

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....589

GLOSSAIRE…….....615

TABLE DES ILLUSTRATIONS.....621

TABLE DES TABLEAUX.....639

Table des matières

REMERCIEMENTS **5**
SOMMAIRE **9**
TABLE DES MATIERES **13**
INTRODUCTION **25**

CHAPITRE 1
ETAT DES CONNAISSANCES

1.1. Les ressources ferrifères lorraines, des contextes gîtologiques variés **34**
1.1.1. Les gîtes filoniens *34*
1.1.2. Gîtes sédimentaires *35*
1.1.3. Gîtes résiduels ou issus de processus de remaniement *37*
1.2. Les recherches sur la sidérurgie ancienne en Lorraine (1989-2005) **38**
1.2.1. La mise en évidence de l'utilisation de la Minette lorraine en sidérurgie directe *38*
1.2.1.1. Le procédé direct, une filière technique adaptée à l'utilisation de la *Minette lorraine* .. 39
1.2.1.2. Une activité sidérurgique largement dominée par l'emploi de la *Minette lorraine* 39
1.2.2. Les zones de production sidérurgique identifiées en Lorraine centrale et septentrionale, de l'âge du Fer au Moyen Age *41*
1.2.2.1. Les âges du Fer 43
1.2.2.2. La période gallo-romaine 44
1.2.2.3. Le haut Moyen Age 45
1.2.2.4. Le Moyen Age classique et le bas Moyen Age 48
1.2.3. Remise en perspective de la recherche paléosidérurgique en Lorraine *51*
1.2.3.1. Le potentiel d'autres centres de production au sein de l'espace lorrain 52
1.2.3.2. La question de la circulation du métal produit 53

1.3. La chaîne opératoire en réduction directe : description des systèmes opératoires et introduction à la notion d'héritage chimique.....55

1.3.1. Extraction et préparation du minerai..... 55

1.3.2. Réduction du minerai de fer..... 58

1.3.2.1. Principe de l'opération 58

1.3.2.2. Les déchets associés à la réduction du minerai..... 59

1.3.2.3. La scorie et les facteurs influant sur sa composition chimique..... 60

1.3.3. Les opérations de post-réduction..... 62

1.3.3.1. Epuration - description de l'opération 62

1.3.3.2. Les déchets spécifiques à l'épuration des masses de métal brutes 64

1.3.3.3. La mise en forme du produit fini - description de l'opération 64

1.3.3.4. Les déchets spécifiques aux opérations de forge..... 65

1.3.3.5. Les déchets liés aux opérations de post-réduction 65

1.3.3.6. Les sources de pollution potentielles pouvant affecter la signature inclusionnaire du métal au cours des opérations de post-réduction..... 67

1.3.4. Recyclage du métal 68

1.3.4.1. Principe de l'opération 68

1.3.4.2. Indices en faveur de la pratique du recyclage 68

1.3.5. La chaîne opératoire en sidérurgie ancienne, des systèmes techniques complexes..... 68

1.4. L'héritage chimique du minerai en sidérurgie ancienne : principe et démarches archéométriques 69

1.4.1. L'influence des conditions opératoires sur le comportement des éléments chimiques en sidérurgie ancienne..... 70

1.4.2. L'importance de l'influence des éléments du système opératoire sur la composition chimique de la scorie de réduction. 73

1.4.3. Facteurs influant sur la signature chimique inclusionnaire au cours des opérations de post-réduction..... 76

1.4.4. Les reliques chimiques du minerai au sein des produits sidérurgiques : supports de l'étude de la filiation géochimique en paléosidérurgie 80

1.5. Les spécificités de la chaîne opératoire selon la filière indirecte 82

1.5.1. Description succincte de la chaîne opératoire 82

1.5.2. Comportement des éléments au cours des étapes de la chaîne opératoire en filière indirecte..... 83

1.5.3. Distinction des produits sidérurgiques issus des procédés direct et indirect 85

1.6. Problématiques ayant trait à la provenance des produits sidérurgiques de la filière directe : bilan des recherches.....86

1.6.1. L'héritage chimique du minerai à travers la composition chimique de la matrice métallique 86

1.6.1.1. Travaux basés sur les rapports élémentaires 86

1.6.1.2. Travaux basés sur les rapports isotopiques 87
1.6.2. L'héritage chimique du minerai à travers la signature chimique de la scorie de réduction et des inclusions dans le métal 90
1.6.2.1. Travaux basés sur les teneurs absolues 90
1.6.2.2. Travaux basés sur les rapports élémentaires majeurs et visant à définir la source du métal 92
1.6.2.3. Travaux basés sur les rapports élémentaires majeurs et visant à définir des groupes de composition chimique homogène 96
1.6.2.4. Travaux basés sur les rapports élémentaires en traces 99
1.6.3. L'héritage chimique du minerai à travers l'étude combinée des signatures chimiques du métal et de la scorie de réduction 107
1.6.4. Bilan sur les démarches archéométriques mises en œuvre dans le cadre de la provenance des produits sidérurgiques 110
1.7. Le traitement multivarié des données chimiques appliqué à la recherche en sidérurgie ancienne 112
1.7.1. Bref historique d'application de méthodes statistiques au domaine de l'archéologie 112
1.7.2. Les méthodes statistiques multivariées appliquées aux problématiques paléosidérurgiques 114
1.7.2.1. Les méthodes de transformation des données 114
1.7.2.2. L'Analyse en Composantes Principales (ACP) 116
1.7.2.3. La Classification Hiérarchique (CAH) 121
1.7.2.4. L'Analyse Discriminante Linéaire (ADL) 128
1.7.2.5. L'emploi de méthodes statistiques multivariées pour le traitement de données chimiques en paléométallurgie : bilan 132
1.8. Bilan bibliographique 134

CHAPITRE 2
METHODOLOGIE D'ETUDE

2.1. Matériaux d'étude 138
2.1.1. Corpus de référence géochimique 138
2.1.1.1. La base de données PalSid-Lorraine : état en 2010 138
2.1.1.2. Les recherches complémentaires (2010-2013) 140
2.1.1.2.1. Le Nord Pays-Haut (Meurthe-et-Moselle) 140
2.1.1.2.2. Les vallées de l'Othain et du Loison (nord-est de la Meuse) 141
2.1.1.2.3. Le Barrois (sud-ouest de la Meuse) et le Perthois (nord-est de la Haute-Marne) 142
2.1.1.2.4. La vallée de la Bruche (Bas-Rhin) 145
2.1.2. Déchets métalliques issus d'ateliers métallurgiques 147
2.1.2.1. Les sites métallurgiques liés à l'exploitation de la *Minette lorraine* 148
2.1.2.1.1. MESSEIN – Les Noires Terres 149

2.1.2.1.2. CHAVIGNY - Le Haldat 152
2.1.2.1.3. LUDRES – Chaudeau 154
2.1.2.2. Les sites métallurgiques liés à l'exploitation d'autres minerais 155
2.1.2.2.1. VELAINE-EN-HAYE – ZAC Herbue Chalin 155
2.1.2.2.2. SAINT-DIZIER – Le Chêne Saint-Amand 156
2.1.3. Demi-produits et produits finis de l'aire géographique étudiée : les questionnements sur la provenance du métal 158
2.1.3.1. Les éléments de renfort de la tour de Mutte – Cathédrale de Metz 159
2.1.3.2. Les éléments de renfort du pont carolingien de Dieulouard 161
2.1.3.3. GONDREVILLE – *Forêt communale* (site n°GOND-6) 162
2.1.3.4. Demi-produits bipyramidés et bandages de roues de l'âge du Fer 165
2.1.3.4.1. Demi-produits bipyramidés 165
2.1.3.4.2. Bandages de roue en contexte funéraire 168
2.2. Démarche analytique 170
2.2.1. Examens macroscopiques 171
2.2.2. Examens métallographiques 174
2.2.3. Analyses élémentaires majeures 177
2.2.3.1. Dispositif analytique employé 177
2.2.3.2. Méthode d'acquisition 178
2.2.3.3. Représentativité du volume analysé 179
2.2.4. Analyses élémentaires en traces 180
2.2.4.1. Scories et minerais 180
2.2.4.1.1. Description du protocole analytique 181
2.2.4.1.2. Intercomparaison des résultats ICP-MS CRPG Nancy et ALS-Chemex Vancouver 183
2.2.4.2. Inclusions dans les échantillons métalliques 184
2.2.4.2.1. Principe de la méthode LA-ICP-MS et description du dispositif analytique 184
2.2.4.2.2. Représentativité de l'analyse 185
2.2.4.2.3. Détermination des concentrations 186
2.2.4.2.4. Intercomparaison de méthodes LA-ICP-MS et ICP-MS ALS Chemex 186
2.2.5. Bilan 189
2.3. Le traitement de l'information chimique 191
2.3.1. Les méthodes de transformation des données 191
2.3.1.1. Teneurs en éléments majeurs moyennes pondérées 191
2.3.1.2. Teneurs normalisées au fer 192
2.3.1.3. Normalisation des données par le *logratio* 192
2.3.2. La filiation chimique du minerai à l'objet : apports d'une démarche expérimentale pour la sélection des éléments chimiques pertinents 193
2.3.2.1. Réductions expérimentales du minerai oolithique aalénien 193
2.3.2.1.1. L'expérimentation JAR 06 194
2.3.2.1.2. L'expérimentation JAR-08 196
2.3.2.2. Choix des éléments chimiques considérés dans le cadre de ce travail 198
2.3.2.2.1. Les éléments majeurs 199
2.3.2.2.2. Les éléments traces en limite de détection 199
2.3.2.2.3. Le choix des éléments intégrés au dénominateur lors du calcul des X_{ij} 200

2.3.2.3. Définition des X_{ij} employés et comparaison de la variance 200
2.3.2.3.1. X_{ij} calculés à partir des teneurs en éléments traces 200
2.3.2.3.2. X_{ij} calculés à partir des teneurs en éléments majeurs 202
2.3.3. La distinction et l'interprétation des catégories d'inclusions 203
2.3.4. Le traitement de questionnements archéométriques par analyses statistiques multivariées 206
2.3.4.1. Description et partitionnement du corpus de référence 206
2.3.4.2. Cadres d'application de l'Analyse Factorielle Discriminante 208
2.3.4.2.1. Homogénéité chimique au sein d'un corpus 208
2.3.4.2.2. Emploi de l'AFD dans une démarche inférentielle 208
2.3.4.3. Approche inférentielle : intérêts et caractéristiques des modèles de régression logistique 210
2.3.4.3.1. Introduction aux modèles linéaires généralisés 210
2.3.4.3.2. Spécificité d'un phénomène à caractère binomial 211
2.3.4.3.3. La régression logistique : principe mathématique 211
2.3.4.3.4. Construction du modèle 213
2.3.4.3.5. Ajustement du modèle logistique 214
2.3.4.3.6. Une représentation graphique du modèle logistique 215
2.3.4.3.7. Interprétation des résultats et détermination des risques d'erreur 216
2.3.4.3.8. Limite de l'analyse 217
2.3.5. Description de la démarche constituée pour le traitement de l'information chimique 218

CHAPITRE 3

LES ENSEMBLES DE PRODUCTION DU FER EN LORRAINE AVANT LE XVIE S. : CARACTERISATION DE LA SIGNATURE CHIMIQUE

3.1. Description chimique de contextes de production primaire lorrains 227
3.1.1. Description chimique des sites associés à l'exploitation de la Minette lorraine 228
3.1.1.1. Description chimique des échantillons de minerai 229
3.1.1.2. Description chimique des scories de réduction 231
3.1.1.3. Compatibilité chimique entre minerais et scories associés à la réduction de la *Minette* 234
3.1.2. Les sites liés à l'exploitation du minerai sidérolithique Fer fort dans le nord du Pays-Haut 237
3.1.2.1. Description chimique des minerais 238
3.1.2.2. Description chimique des scories de réduction 240
3.1.2.3. Compatibilité chimique entre minerais et scories associés à la réduction du *Fer fort* 241
3.1.3. Les sites liés à l'exploitation du minerai géodique et oolithique du Valanginien – secteur du Barrois 244
3.1.3.1. Description chimique du minerai 245
3.1.3.2. Description chimique des scories de réduction 246

3.1.3.1. Compatibilité chimique entre minerais et scories associés à la réduction du minerai valanginien – secteur du Barrois 248
3.1.4. Les ateliers sidérurgiques de Saint Dizier – Chêne Saint-Amand 249
3.1.4.1. Description chimique du minerai 250
3.1.4.2. Description chimique des scories de réduction 251
3.1.4.1. Compatibilité chimique entre minerais et scories associés à la réduction du minerai valanginien – ateliers du *Chêne Saint-Amand* 253
3.1.5. Un site de réduction exploitant un minerai filonien, dans la vallée de la Bruche 258
3.1.5.1. Description chimique du minerai 258
3.1.5.2. Description chimique des scories de réduction 260
3.1.5.3. Compatibilité chimique entre minerais et scories associés à la réduction du minerai filonien – site de Saales - *Sapin Dessus* 261
3.1.6. Les sites de réduction de l'âge du Fer de Gondreville – ZAC de la Roseraie et Velaine-en-Haye – ZAC Herbue Chalin 263
3.1.6.1. Description chimique des minerais 263
3.1.6.2. Description chimique des scories de réduction 264
3.1.6.3. Compatibilité chimique entre minerais et scories mis au jour sur les sites de Gondreville – *ZAC de la Roseraie* et Velaine-en-Haye – *ZAC Herbue Chalin* 266
3.1.7. Les indices de sites de réduction du minerai de fer dans les vallées de l'Othain et du Loison (nord-est de la Meuse) 269
3.1.8. Bilan intermédiaire sur la définition d'ensembles de production en Lorraine .. 271
3.2. Vers une redéfinition des ensembles géochimiques de production 273
3.2.1. Comparaison des scories nord-meusiennes avec l'ensemble Minette 274
3.2.2. Comparaison des scories nord-meusiennes avec l'ensemble Fer fort 276
3.2.3. Les vallées de l'Othain et du Loison, un ensemble de production remis en question 278
3.2.4. Comparaison des ensembles du Barrois et du Chêne Saint-Amand 279
3.3. Distinction des ensembles de production définis par le biais d'une approche statistique multivariée 282
3.3.1. Description des données par Analyses en Composantes Principales 282
3.3.2. Partitionnement des données à l'aide de la Classification Ascendante Hiérarchique 288
3.3.3. Remarques sur l'emploi croisé d'ACP et de CAH pour le partitionnement du référentiel géochimique 290
3.3.4. Approche discriminante basée sur l'emploi de l'Analyse Factorielle Discriminante 291
3.3.5. Approche discriminante basée sur l'emploi de la régression logistique 293
3.3.5.1. L'ensemble de production exploitant la *Minette lorraine* 294
3.3.5.2. L'ensemble Barrois / atelier médiéval de Saint-Dizier – *Chêne Saint-Amand* 296
3.3.5.3. Le site de Saales – *Sapin Dessus* (Vallée de la Bruche) 297

3.3.5.4. L'ensemble composé des sites de réduction de Gondreville – *ZAC de la Roseraie* et Velaine-en-Haye – *ZAC Herbue Chalin* 298
3.3.5.5. L'ensemble associé à l'exploitation du *Fer fort* 299

3.4. Espaces de production sidérurgiques anciens en Lorraine : bilan de la démarche employée 301

3.4.1. L'emploi de méthodes statistiques multivariées pour la définition d'ensembles de production 302
3.4.2. L'intégration des teneurs en éléments majeurs dans une approche multivariée 303
3.4.3. Une perception de l'histoire sidérurgique ancienne renouvelée pour la Lorraine 304

CHAPITRE 4

FILIATION CHIMIQUE ENTRE SYSTEMES DE REDUCTION ET PRODUITS SIDERURGIQUES : ETUDE ARCHEOMETALLURGIQUE ET ARCHEOMETRIQUE DE SITES DE PRODUCTION DU FER EN LORRAINE

4.1. **Ateliers liés à la *minette de Lorraine* 312**

4.1.1. Les ateliers de Messein les Noires Terres : une chaîne opératoire complète 312
4.1.1.1. Les coulures de fer 312
4.1.1.1.1. Observations micrographiques 313
4.1.1.1.2. Composition chimique – éléments majeurs 314
4.1.1.1.3. Composition chimique – éléments traces 315
4.1.1.2. Les grains de minerai métalliques 316
4.1.1.2.1. Observations micrographiques 316
4.1.1.2.2. Composition chimique – éléments majeurs 317
4.1.1.2.3. Composition chimique – éléments traces 318
4.1.1.3. Les fragments de fer informe dans de la scorie à billes 319
4.1.1.3.1. Observations micrographiques 319
4.1.1.3.2. Composition chimique – éléments majeurs 321
4.1.1.3.3. Composition chimique – éléments traces 322
4.1.1.4. Les chutes de fer facettées 323
4.1.1.4.1. Observations micrographiques 323
4.1.1.4.2. Composition chimique – éléments majeurs 325
4.1.1.4.3. Composition chimique – éléments traces 325
4.1.1.5. Les chutes de fer façonnées 326
4.1.1.5.1. Observations micrographiques 326
4.1.1.5.2. Composition chimique – éléments majeurs 327
4.1.1.5.3. Composition chimique – éléments traces 328
4.1.1.5.4. Conclusion partielle 329
4.1.1.6. Les objets 329
4.1.1.6.1. Observations micrographiques 329
4.1.1.6.2. Composition chimique – éléments majeurs 331

4.1.1.6.3. Composition chimique – éléments traces ... 332
4.1.1.7. Synthèse des examens métallographiques ... 333
4.1.1.8. Synthèse des comparaisons de composition chimique ... 336
4.1.1.9. Vérification d'une compatibilité chimique entre les déchets métalliques et objets des *Noires Terres* et l'ensemble de production [Minette] ... 337
4.1.1.10. Remarques effectuées à l'issue des traitements analytiques et statistiques effectués sur les déchets métalliques et objets issus de Messein – *Les Noires Terres* ... 352
4.1.2. Le site de réduction de Ludres-Chaudeau, indices d'épuration du métal ... 353
4.1.2.1. Les coulures de fer ... 353
4.1.2.2. Les grains de minerai métalliques ... 354
4.1.2.2.1. Observations micrographiques ... 354
4.1.2.2.2. Composition chimique – éléments majeurs ... 358
4.1.2.2.3. Composition chimique – éléments traces ... 359
4.1.2.3. Les chutes de fer facettées ... 359
4.1.2.3.1. Observations micrographiques ... 359
4.1.2.3.2. Composition chimique – éléments majeurs ... 360
4.1.2.3.3. Composition chimique – éléments traces ... 361
4.1.2.4. Vérification de la compatibilité chimique entre les déchets métalliques du *Chaudeau* et l'ensemble de production *Minette* ... 361
4.1.3. Le site du Haldat, à Chavigny ... 367
4.1.3.1. Les coulures de fer ... 367
4.1.3.1.1. Observations micrographiques ... 367
4.1.3.1.2. Composition chimique – éléments majeurs ... 369
4.1.3.1.3. Composition chimique – éléments traces ... 370
4.1.3.2. Les débris de métal informes ... 371
4.1.3.2.1. Observations micrographiques ... 371
4.1.3.2.2. Composition chimique – éléments majeurs ... 372
4.1.3.2.3. Composition chimique – éléments traces ... 372
4.1.3.3. Les chutes de métal facettées ... 373
4.1.3.3.1. Observations micrographiques ... 373
4.1.3.3.2. Composition chimique – éléments majeurs ... 375
4.1.3.3.3. Composition chimique – éléments traces ... 375
4.1.3.4. *Le Haldat* : des activités de post-réduction liées à un site de production du fer altomédiéval ? ... 376
4.1.3.5. Vérification de la compatibilité chimique entre les déchets métalliques du *Haldat* et l'ensemble de production *Minette* ... 377
4.1.3.6. Conclusion partielle ... 383
4.2. Les sites de production associés à l'emploi d'autres minerais ... 383
4.2.1. Le site de réduction de Velaine-en-Haye – ZAC Herbue Chalin ... 383
4.2.1.1. Description structurale des masses de métal brut ... 383
4.2.1.2. Comparaison des caractéristiques chimiques des masses brutes et des scories de réduction ... 386
4.2.1.3. Compatibilité chimique entre les masses brutes et l'ensemble [Gondreville-Velaine] 386
4.2.2. Les ateliers de production du Chêne Saint-Amand, à Saint-Dizier ... 392
4.2.2.1. Les ateliers médiévaux ... 392
4.2.2.1.1. Observations micrographiques ... 393

4.2.2.1.2. Composition chimique – éléments majeurs ... 394
4.2.2.1.3. Composition chimique – éléments traces ... 395
4.2.2.2. Les ateliers altomédiévaux ... 396
4.2.2.2.1. Observations micrographiques ... 396
4.2.2.2.2. Composition chimique – éléments majeurs ... 396
4.2.2.2.3. Composition chimique – éléments traces ... 397
4.2.2.3. Les productions des ateliers sidérurgiques du *Chêne Saint-Amand :* une filiation chimique assurée ... 398

4.3. Du minerai à l'objet : une filiation chimique assurée pour plusieurs contextes de production du fer en Lorraine ... 404

4.3.1. Démonstration de la filiation chimique pour les sites de production considérés ... 404
4.3.2. Emploi d'une méthodologie analytique adéquate ... 405
4.3.2.1. La représentativité des analyses de caractérisation chimique ... 405
4.3.2.2. La caractérisation chimique des produits élaborés : le frein des inclusions de taille réduite ... 406
4.3.3. L'influence des activités de forge sur la signature chimique inclusionnaire des déchets métalliques ... 407
4.3.4. Un traitement de l'information chimique adaptée à l'établissement d'une filiation ... 409

CHAPITRE 5

L'ORIGINE D'ARTEFACTS FERREUX POTENTIELLEMENT PRODUITS AU SEIN DE L'ESPACE LORRAIN

5.1. Les éléments de renfort métalliques de la tour de Mutte, cathédrale Saint-Etienne de Metz ... 412

5.1.1. Description générale des crampons prélevés ... 413
5.1.1.1. Caractéristiques métrologiques ... 413
5.1.1.2. Caractéristiques techniques des crampons prélevés ... 416
5.1.2. Groupes de disposition des renforts ferreux ... 420
5.1.2.1. Disposition des renforts métalliques dans la maçonnerie ... 421
5.1.2.2. Les groupes de composition chimique du plomb de scellement ... 422
5.1.2.3. Datation absolue de quatre crampons ... 427
5.1.3. Les principales caractéristiques de la microstructure des crampons ... 428
5.1.4. Distinction des procédés de production du fer ... 433
5.1.5. Interprétation d'ensembles de mise en œuvre des renforts ferreux ... 437
5.1.5.1. Le gable de l'abat-son nord : un exemple de restauration ... 438
5.1.5.2. Les écoinçons et l'entablement de la façade est ... 439
5.1.6. Détermination de la provenance des agrafes issues du procédé direct ... 440

5.2. Les crampons en fer du pont carolingien de Dieulouard-*Scarponna*.....448

5.2.1. Caractérisation du corpus 449

5.2.1.1. Description morphologique des crampons 449

5.2.1.2. Microstructure du métal..... 451

5.2.1.3. Inclusions de scorie..... 452

5.2.2. La signature chimique des inclusions de scorie..... 456

5.2.2.1. La sélection des inclusions issues de la réduction..... 456

5.2.2.2. Homogénéité de la signature chimique des inclusions 461

5.2.3. Provenance des renforts ferreux 464

5.2.3.1. Relations chimiques entre référentiel chimique et renforts ferreux 464

5.2.3.2. Filiation chimique avec l'ensemble de production [Minette] 468

5.2.3.3. Filiation chimique avec l'ensemble de production [Fer fort] 472

5.2.4. Les crampons de Dieulouard : un métal provenant de sources locales ? 475

5.3. L'atelier de forge gallo-romain de Gondreville – *Forêt communale* 477

5.3.1. Qualification de la chaîne opératoire..... 478

5.3.1.1. Le fragment de métal informe et les chutes facettées : indices du travail de métal en cours d'épuration 478

5.3.1.2. Les chutes façonnées : marqueurs du travail de mise en forme d'objets de petit module 481

5.3.1.3. Synthèse des caractéristiques de la microstructure du métal 483

5.3.2. Signature chimique des inclusions de scorie 484

5.3.2.1. La sélection des inclusions issues de la réduction..... 484

5.3.2.2. Comparaison des signatures inclusionnaires des chutes du site de Gondreville – *Forêt Communale*..... 488

5.3.3. Un approvisionnement local en métal pour l'atelier de forge de Gondreville – Forêt Communale ?..... 489

5.3.3.1. Les affinités chimiques entre les déchets métalliques et les ensembles géochimiques de production lorrains..... 490

5.3.3.2. Vérification de la filiation chimique avec l'ensemble de production [Gondreville-Velaine] 492

5.3.3.3. Vérification de la filiation chimique avec l'ensemble de production [Minette]..... 496

5.4. Les bandages en fer de roue de char en contexte funéraire et les demi-produits bipyramidés de l'est de la France et du sud de l'Allemagne, au Hallstatt final et La Tène ancienne 500

5.4.1. Caractérisation du corpus de demi-produits bipyramidés 502

5.4.1.1. Microstructure du métal et inclusions 502

5.4.1.2. Caractérisation chimique des masses brutes constituant les demi-produits bipartites 506

5.4.2. Les bandages de roue provenant de tombes à char de la culture Aisne-Marne..... 513

5.4.3. Caractérisation chimique du corpus..... 516

5.4.4. Définition de sources de métal potentielles pour les bandages de roue et les demi-produits bipyramidés 519

5.4.4.1. Définition du corpus géochimique étendu 519
5.4.4.2. Les affinités chimiques entre les produits sidérurgiques d'origine inconnue et les ensembles de production potentiels 524
5.4.4.3. Détermination des sources potentielles de métal par le biais d'analyses discriminantes 527
5.4.4.4. Vérification de la compatibilité chimique entre produits sidérurgiques et ensembles de production potentiels 530
5.4.5. Synthèse 539

5.5. Bilan des études de provenance réalisées 541

CHAPITRE 6

DEFINITION D'ENSEMBLES DE PRODUCTION SIDERURGIQUE EN LORRAINE ET CIRCULATION DU METAL – BILAN ET PERSPECTIVES

6.1. Vers un nouvel état des connaissances sur les activités sidérurgiques en Lorraine 546

6.1.1. Une adéquation entre localisation géographique des sites de production et signature chimique ? 547
6.1.2. Les activités de production du fer en Lorraine : une perception chronologique renouvelée 549
6.1.3. Une perception encore lacunaire de la diversité géochimique de la production du fer en Lorraine 551
6.1.4. L'ensemble géochimique de production, un outil employé dans un cadre de réflexion plus large : les échanges de matériaux 553

6.2. Les contextes de consommation du fer dans l'Est de la France : éléments de discussion et apports 554

6.2.1. Les renforts ferreux de la tour de Mutte (Metz) – saisir une innovation technique au Moyen Age 554
6.2.1.1. La distinction des groupes de renforts liés à différentes phases de construction ou de restauration de l'édifice 555
6.2.1.2. Une première perception de la chronologie de mise en œuvre des éléments de renfort métalliques 556
6.2.1.1. La distinction des filières de production du métal mis en œuvre sur la tour 556
6.2.1.2. Un approvisionnement régional en métal mis en évidence pour les chantiers de construction 557
6.2.1.3. Contribution de l'étude à l'appréhension d'une innovation technique majeure de la fin du Moyen Age 558
6.2.2. Acquisition du fer au haut Moyen Age – les renforts ferreux du pont carolingien de Dieulouard – Scarponna 561

6.2.2.1. Une hétérogénéité des signatures chimiques inclusionnaires au sein du corpus étudié 562
6.2.2.2. Des sources d'approvisionnement non identifiées à ce jour 563
6.2.2.3. Les monuments antiques du *vicus* de Scarpone : sources de matières premières ? 563
6.2.2.4. Un approvisionnement en métal induit par le contexte politique ? 564
6.2.2.5. De nouveaux éclairages sur l'acquisition des matières premières au cours du haut Moyen Age 564
6.2.3. Apports de l'étude à la perception de l'organisation des activités sidérurgiques au cours de l'Antiquité 566
6.2.4. Le rôle joué par le travail du fer dans l'organisation des sociétés hallstattiennes et laténiennes – nouveaux éléments de réflexion 569
6.2.4.1. La production sidérurgique, moteur du développement des « principautés celtiques » ? 569
6.2.4.2. Les demi-produits bipyramidés, témoins d'un système de commercialisation complexe ? 570
6.2.4.3. La mise en évidence de demi-produits bipartites : une valeur symbolique primant sur une logique de mise en forme du métal ? 571
6.2.4.4. Réseaux de distribution du fer dans la culture Aisne-Marne 572
6.3. Le traitement de l'information en paléométallurgie du fer : constats et perspectives 573
6.3.1. Des questionnements nécessitant une adaptabilité dans le choix des descripteurs 574
6.3.2. Une approche plurielle de l'information chimique 575
6.3.3. Intégration des données contextuelles : développement d'un outil global de traitement de l'information 576
6.3.3.1. Création d'une base de données collaborative en paléosidérurgie 576
6.3.3.2. Exploitation spatialisée des données : Système d'Information Géographique et statistiques spatiales 577
CONCLUSIONS GENERALES 579
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 589
GLOSSAIRE…… 615
TABLE DES ILLUSTRATIONS 621
TABLE DES TABLEAUX 639

Introduction

Le travail du fer a profondément influencé le développement des sociétés anciennes, et particulièrement en Europe. Symboles de prestige et de pouvoir au sein des sociétés hallstattiennes, les objets ferreux, armements, parures ou éléments d'harnachement, occupent une place à part entière dans les ensembles funéraires marqués par un statut social élevé. Dès la fin de La Tène ancienne, son emploi s'élargit aux sphères agricole, artisanale et domestique. Parallèlement, l'accès à ce matériau s'est étendu à d'autres strates sociales. Dès lors, la production du fer a constitué un enjeu économique et politique majeur et la pénétration de ce métal dans les divers domaines d'activité n'a cessé de croître.

Du fait peut-être de leur omniprésence au sein des sociétés industrialisées, les alliages ferreux n'auront suscité qu'un intérêt limité auprès des archéologues avant le milieu du XXe s. L'impulsion fondatrice est par ailleurs donnée, en France, par deux hommes issus des sciences de l'ingénieur, Edouard Salin et Albert France-Lanord[1]. Au sein du « Laboratoire d'Archéologie des Métaux » nouvellement créé, ils mènent des études novatrices reposant sur la mise en œuvre de techniques dévolues à l'étude des matériaux. Ces travaux ont ouvert un large champ de perspectives pour l'appréhension de la sidérurgie ancienne. Au cours des décennies suivantes, plusieurs études remarquables sont réalisées en Europe notamment par Radomir Pleiner (1962), Henri Cleere (1972), Jerzy Piaskowski (1969) et Ronald F. Tylecote (1976).

Les années 1980 ont vu la constitution de plusieurs équipes de recherche, dont la plupart sont intégrées au programme H.27 du Conseil Supérieur de la Recherche Archéologique[2], structurant les réflexions autour des thématiques minières et métallurgiques. Les nombreuses recherches effectuées sur l'Est de la France, fédérées par Michel Mangin, illustrent bien, à notre sens, les avancées importantes effectuées dans l'étude des activités paléosidérurgiques au cours des deux dernières décennies du siècle précédent. Les travaux menés sur les *civitates* des Eduens et des Mandubiens, impliquant archéologues, métallurgistes, géochimistes et cartographes, ont permis une

[1] Pour ne citer que quelques ouvrages parmi les plus marquants de leur production scientifique : Salin, France-Lanord 1943 ; France-Lanord 1956 ; France-Lanord 1962.

[2] Ce programme est intitulé « Mines et métallurgie ». Il est aujourd'hui intégré au programme P.25 « Histoire des techniques de la Protohistoire au XVIIIe siècle et archéologie industrielle » du Conseil National de la Recherche Archéologique.

perception nouvelle du rôle et de la structuration des activités métallurgiques au sein de territoires politiques d'importance pour la fin du second âge du Fer et l'époque gallo-romaine (Mangin *et al.* 1992 ; Mangin 1994 ; Mangin *et al.* 2000).

Trois axes de questionnement majeurs ont été, et restent au centre des préoccupations des chercheurs animant cette discipline.

- *La restitution de la chaîne opératoire* de la sidérurgie ancienne*. La chaîne opératoire a été formalisée, et les opérations la constituant définies, par plusieurs acteurs de la recherche (Fluzin 1983 ; Tylecote 1987 ; Benoît, Fluzin 1995 ; Serneels 1998a ; Pleiner 2000 ; Fluzin *et al.* 2000 ; Mangin 2004 ; Pleiner 2006). Diverses approches ont contribué à appréhender les gestes techniques effectués par les métallurgistes anciens. Certaines reposent sur des travaux archéométallurgiques, par la fouille d'unités artisanales et l'étude archéométrique des déchets mis au jour (Eschenlohr, Serneels 1991 ; Dunikowski *et al.* 1996 ; Leroy M. 1997 ; Leroy M., Merluzzo 1998 ; Serneels 2000 ; Fluzin 2002 ; Anderson *et al.* 2003 ; Serneels, Perret 2003). D'autres sont fondées sur la reconstitution expérimentale de la chaîne opératoire (Crew 1991, 2000 ; Jarrier *et al.* 1995 ; Serneels, Crew 1997 ; Leroy M. *et al.* 2000 ; Dillmann *et al.* 2005).

- *L'organisation et l'importance des activités sidérurgiques.* Cette réflexion est portée à plusieurs échelles. Celle de l'unité artisanale tout d'abord, par l'interprétation de ses composantes et la reconstitution du schéma fonctionnel qu'elles composent (Conin *et al.* 1995 ; Dunikowski, Cabboï 1995 ; Serneels 1998b). Celle du site ensuite, par la description des connexions entre unités artisanales (séquençage spatial de la chaîne opératoire, ou ateliers spécialisés dans le travail d'un produit en particulier), mais également des relations entre les zones artisanales et les autres composantes d'un habitat (Chardron-Picault, Pernot 1999 ; Bienfait 2002 ; Mangin, Fluzin 2006 ; Berranger, Fluzin 2007, 2009 ; Bauvais, Fluzin 2013). A plus grande échelle enfin, plusieurs travaux d'ampleur régionale ont permis de mettre en évidence des zones de production sidérurgique et d'en évaluer l'ampleur et la durée (Mangin *et al.* 1992 ; Dieudonné-Glad *et al.* 1992 ; Domergue *et al.* 1993 ; Senn-Luder, Serneels 1994 ; Decombeix *et al.* 1998, 2000 ; Leroy M. 1997 ; Eschenlohr 2001). La confrontation de ces données a abouti à quelques synthèses comparant l'organisation et l'importance relative des districts sidérurgiques, notamment pour les périodes antiques et médiévales (Serneels, Mangin 1997 ; Domergue, Leroy M. 2000 ; Leroy M. *et al.* 2000b ; Leroy M. 2001 ; Cabboi *et al.* 2007). De manière complémentaire, des réseaux de production de grande ampleur ont été appréhendés par l'étude des demi-produits. Les résultats d'études récentes suggèrent à ce propos une sectorisation spatiale de la chaîne opératoire à une grande échelle dans certains cas. Les produits métalliques bruts (ou demi-produits) sont susceptibles d'être transformés dans des ateliers situés à une grande distance du lieu de production (Pagès *et al.* 2008 ; Berranger, Fluzin 2011).

- *La provenance et la circulation des produits sidérurgiques.* La destination du métal produit au sein des centres de production définis *supra* demeure souvent inconnue, du fait notamment de l'indigence des textes à ce sujet. Il est par ailleurs délicat de s'appuyer sur d'autres

sources informatives, telles que la typologie, pour ce faire. De récents travaux ont toutefois démontré qu'il était possible d'établir un lien chimique entre les systèmes de réduction du minerai de fer et les produits sidérurgiques (Coustures *et al.* 2006, 2007 ; Desaulty *et al.* 2009 ; Leroy S. 2010). De manière plus précise, la caractérisation chimique d'artefacts ferreux mis au jour dans des contextes de consommation ariégeois a permis de mettre en évidence un marché approvisionné tant par des sources locales qu'extralocales (Leroy S. *et al.* 2012).

Au sein du cadre de réflexion propre à la discipline archéométallurgique, dressé par les trois axes de questionnement énumérés *supra*, la part belle est faite à l'étude des matières premières, et des déchets associés aux étapes de la chaîne opératoire et produits finis. Il est en effet inenvisageable aujourd'hui d'aborder ces questions sans étudier ces matériaux, fossilisant pour partie conditions opératoires et gestes techniques. Or, le seul examen visuel s'avère généralement insuffisant pour exploiter pleinement le potentiel informatif détenu par ces supports. Les avancées de la recherche ont été en ce sens largement tributaires de la mise en place de méthodologies d'étude adaptées, caractérisées par une importante contribution des analyses physico-chimiques et des examens métallographiques (Fluzin 1983 ; Serneels 1993 ; Dunikowski *et al.* 1996 ; Leroy M. 1997 ; Mahé-Le Carlier *et al.* 1998 ; Fluzin *et al.* 2000, 2004).

Le laboratoire « Paléométallurgie du Fer et Cultures » (UPR CNRS 0423) créé en 1991 par Philippe Fluzin au sein de l'Institut polytechnique de Sévenans (aujourd'hui Université de Technologie de Belfort-Montbéliard), a fortement contribué au développement de ces méthodologies. Fondateur en 1999, d'une structure de recherche interdisciplinaire dédiée à l'étude des archéomatériaux (IRAMAT : Institut de Recherche sur les ArchéoMATériaux, UMR CNRS 5060), l'UPR 0423 devient le « Laboratoire Métallurgies et Cultures ». Fortement imprégné d'une culture interdisciplinaire, le LMC s'appuie sur des méthodes d'investigation archéologiques, ethnographiques et physico-chimiques pour la reconstitution des chaînes opératoires et l'appréhension de la place occupée par les activités sidérurgiques dans les sociétés. Le travail présenté ici a bénéficié du cadre méthodologique offert par cette structure.

La détermination de la provenance des objets ferreux a par ailleurs nécessité le développement de protocoles analytiques spécifiques, adaptées à la complexité de la chaîne opératoire. La réduction du minerai de fer est réalisée, dans le cadre de la sidérurgie ancienne, en phase solide. Les composants du minerai non réductibles dans ces conditions forment un matériau ferrosilicaté, la scorie, dont une fraction se trouve piégée au sein de la masse métallique formée. Le métal, subissant une succession d'opérations destinées à la mise en forme de produits finis, conserve toutefois une partie de ces inclusions de scorie. Celles-ci assurent par conséquent un lien chimique entre systèmes de réduction et produits sidérurgiques. La mise en évidence de ce lien s'avère en réalité complexe puisque plusieurs facteurs, opératoires ou thermochimiques, sont susceptibles d'altérer la signature chimique caractéristique de la réduction. Plusieurs travaux se sont succédé au fil de la dernière décennie en vue d'établir une méthodologie permettant de s'affranchir de ces facteurs. L'étude des inclusions de scorie constitue l'un des axes méthodologiques majeurs du « Laboratoire Archéomatériaux et Prévision de l'Altération », intégré au « Service Interdisciplinaire

sur les Systèmes Moléculaires et les Matériaux[3] » (SIS2M : UMR 3299 CEA-CNRS) du centre CEA de Saclay. Initiées par la thèse de Philippe Dillmann (Dillmann 1998), ces réflexions seront soutenues par plusieurs travaux universitaires[4]. Nous évoquerons dans ces lignes les développements méthodologiques les plus marquants. Les travaux d'Anne-Marie Desaulty (Desaulty 2008 ; Desaulty *et al.* 2009), reposant sur des approches expérimentale et archéologique, ont permis une meilleure compréhension du comportement des éléments chimiques (majeurs et traces) lors de la réduction du minerai. Cette étude a permis d'identifier les composés les plus pertinents pour l'établissement d'un lien chimique, mais a également souligné le besoin d'en considérer un grand nombre afin de valider une hypothèse de provenance. La thèse de Stéphanie Leroy (Leroy S. 2010) a par conséquent introduit l'usage d'approches statistiques multivariées dans les études de provenance des produits sidérurgiques afin de répondre à cette nécessité. Les avancées méthodologiques récentes réalisées au sein du LAPA ont ouvert un nouveau champ de réflexion reposant sur l'exploration statistique de l'information chimique que nous nous sommes efforcés d'explorer au cours de ce travail.

La Lorraine figure aujourd'hui parmi les régions les mieux documentées d'un point de vue archéométallurgique. Un programme de recherche sur la sidérurgie ancienne y a été initié à la fin des années 1980. Dirigé par Marc Leroy, Claude Forrières et Alain Ploquin, ce programme repose sur une collaboration étroite entre archéologues et géochimistes. Plusieurs centaines d'échantillons de minerai de fer et de déchets métallurgiques, issus de campagnes de prospection systématiques ou de fouilles réalisées dans deux secteurs à fort potentiel paléosidérurgique, ont été caractérisés chimiquement. L'espace lorrain, désignant dans le cadre de ce travail la partie orientale du bassin parisien ainsi que le versant occidental du massif vosgien, possède un sous-sol riche en minéralisations ferrifères. C'est d'ailleurs l'exploitation d'un minerai sédimentaire (la *Minette lorraine*), inséré dans la séquence stratigraphique des Côtes de Moselle (Lorraine centrale), qui permettra à la Lorraine de se hisser parmi les régions sidérurgiques les plus productives à l'échelle mondiale, de la fin du XIXe à la seconde moitié du XXe s. Ce minerai ayant été réputé inexploitable avant la mise au point, à la fin du XIXe s., de procédés sidérurgiques nécessaires à sa déphosphoration, la Lorraine a longtemps été considérée comme un espace marginal du point de vue des activités archéométallurgiques. Réfutant ces idées reçues, le programme de recherche sur la sidérurgie en Lorraine a permis de démontrer l'exploitation de la *Minette lorraine* aux époques anciennes. Il a également offert la possibilité de reconsidérer, de manière diachronique, l'importance relative des activités sidérurgiques en Lorraine centrale dans un cadre national, voire européen (Leroy M. 1997 ; Domergue, Leroy dir. 2000).

Les opérations archéologiques réalisées sur des ateliers sidérurgiques, pour la plupart altomédiévaux, a offert l'opportunité de fouiller plusieurs structures de réduction du minerai présentant un bon état de conservation. Il a été possible de restituer l'architecture et les dimensions de ces bas fourneaux, ainsi que les divers aménagements dévolus à la ventilation ou l'évacuation des scories. Ces interventions ont également permis de fouiller les amoncellements de déchets associés aux structures de réduction : les ferriers. Par l'étude pétrographique et chimique des déchets de

[3] Le LAPA a été créé en 2009. Il est issu d'un laboratoire de recherche correspondant du CEA LRC N° DSM 01-27 (Direction des Sciences de la Matière), lui-même créé en 2002 (plateforme analytique mutualisée), et émanant du Laboratoire Métallurgies et Cultures.

[4] L'Héritier 2007 ; Desaulty 2008 ; Pagès 2008 ; Berranger 2009 ; Leroy S. 2010.

réduction couplée à la restitution du volume des bas fourneaux, le rendement moyen des opérations, ainsi que la masse de métal produite, ont été calculés (Leroy M. 1997). Par ailleurs, l'évaluation du volume des amas de déchets et de la masse de scories qu'ils comportent a abouti à une estimation des quantités de métal produites par un atelier (Leroy M. 2005).

Bénéficiant des travaux de recherche menés ces vingt-cinq dernières années, des synthèses récentes dressent un modèle d'évolution des activités sidérurgiques en Lorraine (Leroy M. 1997, 2001, 2009) et mettent en évidence divers modes de production du fer au Moyen Age (Leroy M. 2005). La fouille d'ateliers sidérurgiques, ainsi que les études archéométallurgiques et archéométriques réalisées, ont par ailleurs participé aux efforts communs de restitution de la chaîne opératoire en sidérurgie ancienne (Leroy M., Ploquin 1994 ; Leroy M. 1997, 2009). Malgré l'avancée des connaissances ayant trait aux modalités de production du fer en Lorraine centrale, la destination du métal reste inconnue. La reconstitution des réseaux de diffusion de la production sidérurgique apparaît aujourd'hui essentielle pour appréhender la place occupée par ces activités au sein des sociétés anciennes. De nouveaux travaux doivent tenter d'appréhender l'ampleur de ces réseaux, ainsi que la destination fonctionnelle de la production locale. Une telle étude permettrait également de contribuer à notre perception des échanges de matériaux à plus grande échelle. Nous savons par ailleurs que l'organisation de la production et les réseaux d'échanges ont subi de nombreuses mutations au fil des siècles, des âges du Fer à la fin de la période médiévale. Il paraît également important de percevoir de quelle manière ces mutations s'expriment dans l'approvisionnement en métal d'un contexte de consommation.

S'appuyant sur les avancées méthodologiques et travaux archéologiques récents, l'objectif de cette thèse est double : développer de nouvelles démarches dévolues au traitement de l'information chimique, et contribuer à l'étude des activités sidérurgiques anciennes en Lorraine. De manière plus précise, il s'agira d'employer la signature chimique caractéristique des systèmes de réduction à la définition d'ensembles géochimiques de production au sein de l'espace lorrain. Ceux-ci constitueront le référentiel indispensable à la réalisation d'études de provenance. Par un traitement multivarié de l'information chimique adéquat, nous considérerons plusieurs hypothèses de provenance qui permettront d'alimenter nos discussions quant aux modalités de diffusion des produits sidérurgiques issus d'un ensemble de production lorrain. Notre principale ambition est ainsi d'enrichir les connaissances sur les stratégies d'approvisionnement en fer de sites de consommation du métal en fonction de leur contexte socio-économique.

Notre intérêt s'est porté sur un espace caractérisé par une disparité informative du point de vue des activités sidérurgiques anciennes. Alors que la Lorraine centrale et septentrionale figure parmi les espaces géographiques les mieux renseignés à ce jour à l'échelle nationale, voire européenne, d'autres secteurs n'ont fait l'objet que de très peu d'initiatives archéométallurgiques. Nous avons, par la réalisation de campagnes de prospection, effleuré le potentiel archéologique de quelques microrégions, principalement aux marges orientales et occidentales de cet espace. La caractérisation chimique du mobilier collecté à cette occasion offre une perception nouvelle des signatures chimiques associées aux activités de production du fer aux époques anciennes en Lorraine. Ces données nouvelles ont contribué à la constitution d'un référentiel géochimique. Une méthodologie combinant plusieurs analyses statistiques multivariées a été définie afin d'exploiter au

mieux l'information chimique. Par ce biais, nous avons cherché à distinguer chimiquement les zones de production sidérurgique mises en évidence en Lorraine à ce jour. Cette approche a été par la suite employée à identifier l'origine d'ensembles d'artefacts ferreux mis au jour en contexte de consommation, situés à la fois au sein de l'espace lorrain mais également dans des régions limitrophes. La méthodologie employée a été éprouvée au préalable par des études archéométallurgiques réalisées sur des ateliers de travail du fer.

La présentation du travail réalisé sera ici déclinée en six chapitres.

Notre exposé débutera par une synthèse argumentée de la recherche bibliographique effectuée tout au long de cette thèse. Les sources consultées à l'entame de ce travail auront permis de définir précisément les problématiques qui nous ont animées, et d'orienter nos réflexions méthodologiques. Preuve du dynamisme de cette discipline, de nombreuses publications ont paru au cours de notre recherche. Nous y avons souvent trouvé de nouveaux éléments permettant d'alimenter nos réflexions. Ce premier chapitre sera initié par la présentation du contexte lorrain, tant d'un point de vue géologique qu'archéométallurgique. Le lecteur y percevra la diversité gîtologique de cet espace, très prometteuse pour la définition de signatures géochimiques locales. Les principales avancées de la recherche menée sur cette région, ainsi qu'un panorama diachronique des activités sidérurgiques anciennes, seront présentés par l'intermédiaire d'un exposé historiographique. Nous définirons ensuite la notion d'héritage chimique en sidérurgie ancienne, introduite par la présentation de la chaîne opératoire, la définition d'un lien géochimique étant impossible sans une compréhension approfondie des processus impliqués dans la fabrication d'un objet ferreux. Les spécificités de la filière indirecte, introduite en Europe occidentale à la fin du Moyen Age, seront également exposées. Cette synthèse s'achèvera par un bilan méthodologique critique, portant d'une part sur les démarches analytiques développées autour de l'héritage chimique, et d'autre part sur les principales méthodes statistiques multivariées employées dans la recherche archéométallurgique, ainsi que leur cadre d'emploi dans ce contexte.

Le second chapitre s'articule autour de la présentation des supports de ce travail, de la méthodologie analytique, et de la mise en place de la démarche statistique multivariée employée. Nous nous sommes attachés, dans la première partie, à présenter les informations géochimiques à notre disposition au début de nos recherches, ainsi que les secteurs ayant fait l'objet de prospections pédestres dans leur environnement géologique. Les ateliers métallurgiques dont sont issus les déchets métalliques associés aux étapes successives de la chaîne opératoire, étudiés dans le cadre de ce travail, seront ensuite décrits. Nous conclurons cette première partie par l'exposé des quatre problématiques historiques et archéologiques ayant motivé la réalisation d'études de provenance. La méthodologie analytique employée sera alors décrite, en précisant l'incidence éventuelle de nos choix, particulièrement sur l'acquisition de l'information chimique portée par les scories de réduction et les inclusions de scorie. La dernière partie sera dévolue à l'ensemble des méthodes appliquées au traitement de l'information chimique au cours de ce travail. De la transformation préliminaire des données aux démarches multivariées, les applications se sont révélées multiples. Ce chapitre s'achèvera par la définition de la démarche multivariée mise en place pour l'établissement d'une filiation chimique entre systèmes de réduction et produits sidérurgiques.

L'exposé des résultats sera initié, au fil du troisième chapitre, par la description des caractéristiques chimiques des minerais et scories de réduction analysés au sein de chaque secteur d'étude. Nous avons pris, dans un premier temps, un soin particulier à vérifier la cohérence des signatures chimiques représentant chaque contexte étudié. Les échantillons présentant des caractéristiques particulières seront discutés et éventuellement retirés du corpus géochimique à cette occasion. Les groupes d'échantillons, constitués sur des critères géographiques, seront éventuellement redéfinis dans un second temps. La dernière partie de ce chapitre verra l'introduction des analyses statistiques multivariées pour la validation d'ensembles géochimiques cohérents au sein du corpus. La mise en œuvre de l'ensemble de ces démarches permettra d'aboutir, à l'issue de ce chapitre, à la constitution d'un référentiel géochimique adapté aux études de provenance.

Le quatrième chapitre présentera les résultats des études archéométallurgiques menées sur des ateliers sidérurgiques lorrains. Des contextes de production associés à l'exploitation de trois minerais différents seront considérés. Nous observerons la persistance de la signature chimique caractéristique de la réduction du minerai, par l'examen de déchets métalliques présentant un degré d'élaboration croissant. Nous chercherons par ailleurs à évaluer l'influence des facteurs susceptibles d'altérer cette signature originelle. En prenant soin de sélectionner uniquement des ateliers sidérurgiques au sein desquels étaient pratiquées à la fois les opérations de réduction et de post-réduction, nous avons eu l'opportunité de valider la démarche multivariée mise sur pied.

Les résultats des études de provenance réalisées dans le cadre de notre recherche seront alors exposés dans le cinquième chapitre. Les principales caractéristiques structurales et chimiques des objets considérés seront présentées au préalable. La mise en œuvre de la démarche multivariée définie dans le cadre de ce travail permettra de valider ou d'infirmer les hypothèses formulées au préalable quant à la provenance des objets ferreux et, le cas échéant, à mettre en évidence d'autres sources potentielle.

Nous conclurons l'exposé de notre travail (sixième chapitre) par la remise en perspective et la discussion des résultats obtenus. Nous initierons ces discussions en formulant plusieurs remarques d'ordre général traitant de l'information géochimique exploitée. Nous reviendrons ensuite sur la pertinence des choix effectués pour l'acquisition et le traitement de l'information chimique. Par ailleurs, l'étude de certains contextes de consommation a pu mettre en évidence des hypothèses alternatives quant aux modalités d'approvisionnement en métal. Ces discussions fourniront matière à dresser un constat du travail réalisé et définir de nouvelles perspectives de recherche.

Chapitre 1

Etat des connaissances

Nous initierons ce premier chapitre par la présentation des contextes historique, archéologique et géologique ayant permis de définir le cadre du travail présenté, ainsi que les problématiques abordées. Diverses ressources ferrifères ayant potentiellement fait l'objet d'une exploitation, ainsi que des principaux développements des activités sidérurgiques aux époques anciennes. Ce cadre général nous permettra d'orienter nos questionnements en tenant compte des spécificités des formes d'organisation de la production du fer au sein de l'espace lorrain.

Les problématiques ayant trait à la provenance des alliages ferreux ont vu le développement, relativement récent, de diverses méthodologies analytiques reposant sur la caractérisation chimique des matériaux composant les produits sidérurgiques. Afin de mieux appréhender les mécanismes de formation de ces matériaux, nous présenterons dans un premier temps la chaîne opératoire en sidérurgie ancienne tout en décrivant les principes régissant le comportement des éléments chimiques constituant le minerai au cours des étapes de production primaire du métal. Nous nous attacherons ensuite à présenter les principales démarches archéométriques mises en œuvre pour la caractérisation chimique des produits sidérurgiques anciens, et à discuter les limites de ces dernières. Les plus récents développements ont porté sur une approche statistique multivariée pour le traitement des données analytiques. Les principales méthodes statistiques employées seront décrites et les résultats obtenus par ce biais seront également discutés.

1.1. Les ressources ferrifères lorraines, des contextes gîtologiques variés

La région d'étude recouvre la partie la plus orientale du bassin parisien. Le sous-sol lorrain est ainsi majoritairement formé de l'accumulation de strates sédimentaires d'origine marine formées au cours de l'ère secondaire[5], bordée par le massif vosgien qui constitue le seuil oriental du bassin sédimentaire. Les strates sédimentaires, adoptant une structure majoritairement monoclinale*, ont subi une intense activité érosive, se traduisant par la formation d'un paysage particulier constitué d'une succession de *cuestas**, façonnées par le réseau hydrographique. Les fronts de côte adoptent une orientation majeure nord-sud, les revers étant exposés à l'ouest. Neuf structures de côtes sont observables entre les Vosges cristallines et la région champenoise. Le relief de ces côtes est dans la plupart des cas atténué. On dénombre toutefois deux *cuestas* au relief encore particulièrement bien marqué aujourd'hui en Lorraine ; d'ouest en est, il s'agit des côtes de Meuse et des côtes de Moselle. Les plateaux calcaires qui constituent les revers de côte subissent une activité érosive, dont les témoins les plus visibles sont des réseaux de vallées et de vallons secs, souvent très encaissés. D'autres structures géomorphologiques témoignent de l'activité érosive sur les plateaux calcaires lorrains : il s'agit des karsts et paléokarsts.

Cette présentation très générale de l'histoire géologique de la bordure orientale du bassin parisien permet d'aborder, à notre sens, trois grands contextes gîtologiques concernant les ressources ferrifères, que nous détaillerons ici.

1.1.1. Les gîtes filoniens

Ce type de gîte est courant dans les Vosges cristallines, par ailleurs reconnues pour leurs champs filoniens polymétalliques, tels que ceux de la vallée de Sainte-Marie-aux-Mines. Les premiers recensements de ces gisements ont été effectués par de Dietrich (de Dietrich 1789) à l'occasion de son inventaire des usines et bouches à feu d'Alsace, puis par Daubrée (Daubrée 1852). Ce dernier fournit par ailleurs une description précise des caractéristiques des gîtes filoniens (développement et composition). Des filons de minerai de fer ont été plus récemment recensés par Fluck et Weil (Fluck, Weil 1975). Sur le versant lorrain du massif, des filons sont mentionnés dans les environs de Remiremont, ainsi que dans la haute vallée de la Meurthe, dans le bassin de Saint-Dié. Des filons ferrifères ont également été reconnus et exploités dans les grès triasiques constituant les franges septentrionale et occidentale des Vosges, majoritairement au sein de la dépression de la Warndt située dans le nord du département de la Moselle (Jacquot 1868, p. 324-325). Nous ne disposons cependant pas, à l'heure actuelle, d'éléments attestant de l'exploitation ancienne de ces gîtes.

Seuls deux contextes de production peuvent être, à l'heure actuelle, reliés à l'exploitation ancienne de gîtes filoniens dans les Vosges. Ils sont tous deux situés sur le ban de la commune de

[5] L'histoire géologique de l'espace lorrain recouvre l'ensemble des systèmes triasique et jurassique, ainsi que la série du Crétacé inférieur (de 250 Ma à 96 Ma).

Saales et mentionnés par Denis Leypold (1996 et 2001, p. 176-177). Le premier, situé au lieu-dit *Fraisegoutte*, n'est connu que par l'entremise d'observations effectuées par Jean-Jacques Hatt lors de l'aménagement d'un camp de vacances en 1964. Il est fait mention de la présence de scories, associées à des fragments de céramique sigillée attribuable au premier siècle de notre ère. Le fait qu'aucune description précise de ces déchets métallurgiques n'ait été réalisée, combiné à l'absence de mention de structures à vocation métallurgique, empêche d'attester la présence d'activités de réduction de minerai de fer au sein de ce contexte. Le second site mentionné par D. Leypold, sis au lieu-dit *Sapin-Dessus*, constitue quant à lui une preuve tangible de l'exploitation ancienne de minerai de fer dans la vallée de la Bruche. Plusieurs amas de scories ont été repérés lors de prospections pédestres effectuées par l'auteur, à proximité directe de tranchées rectilignes interprétées comme étant des minières. La proximité de la *Via Salinatorum*[6], ainsi que celle (plus relative) du Camp de la Bure[7] (Tronquart 1987, Leroy 1996), amènent l'auteur à penser qu'il s'agirait là d'une activité antique liée à l'occupation de ce dernier. Aucun élément ne permet toutefois d'attester de ce lien.

1.1.2. Gîtes sédimentaires

Ainsi qu'évoqué à l'occasion du paragraphe introduisant cette présentation du contexte gîtologique lorrain, les séries sédimentaires constituant les plateaux calcaires lorrains sont issues d'une sédimentation en milieu marin. Les strates se distinguent par des variations de faciès du sédiment et de nature des fossiles, induites par des modifications du milieu de dépôt, principalement des changements de courants marins. Certains niveaux se caractérisent par une précipitation de composés ferrugineux[8] plus importante. Ces derniers enveloppent, en formant des lamines concentriques, des éléments détritiques tels que grains de nature siliceuse ou carbonatée, ou des bioclastes. La structure minérale ainsi formée est appelée *oolithe*. Les oolithes sont agrégés, après leur sédimentation, par un ciment constitué d'éléments détritiques carbonatés et argilo-siliceux. L'origine des composés ferrugineux reste sujette à caution. Toutefois, l'étude de l'embouchure (de type delta) d'un fleuve situé en zone équatoriale laisse entendre que ces derniers seraient mobilisés par le démantèlement de structures latéritiques (Rosenthal 1990, p. 24 ; Lexa-Chomard, Pautrot 2006, p. 110). Des structures analogues ont pu se développer au cours de l'ère secondaire sur le continent Ardennes-Eiffel, bordant alors la mer épicontinentale, et subissant à cette époque un climat tropical humide.

Plusieurs strates sédimentaires de ce type, contenant des composés ferrugineux en quantités suffisantes pour être considérées comme minerais de fer, se sont ainsi formées au sein du bassin sédimentaire parisien au cours des systèmes jurassique et crétacé. La littérature (Rosenthal 1990) distingue cinq principaux minerais oolitiques.

[6] Il s'agit d'une voie antique reliant Marsal, dans la zone de briquetage de la Vallée de la Seille, important centre de production de sel, notamment au cours des âges du Fer et du début de l'époque gallo-romaine.
[7] Le site est situé à une dizaine de kilomètres de Saales. La fouille de ce site de hauteur, occupé du Ier s. av. au IVe s. ap. J.-C., a révélé d'importants volumes de déchets métallurgiques pouvant être mis en relation avec des activités de post-réduction (Leroy 1996). Bien que G. Tronquart ait par ailleurs longuement soutenu la thèse d'un centre de production du fer, aucune preuve archéologique ne vient étayer cette dernière.
[8] Essentiellement de la limonite, de la goethite ou de la chlorite.

- Un minerai appartenant à l'étage domérien affleure en certains secteurs de la *cuesta* bajocienne (Côtes de Moselle), plus particulièrement le long de la vallée de la Chiers (Leroy M. 1997, p. 244). Il s'agit d'un calcaire oolithique ferrugineux (Rosenthal 1990). Les premiers indices d'exploitation de ce minerai sont datés du XIIIe s. L'activité sidérurgique se développera par la suite majoritairement au cours des XVIIe s. et XVIIIe s. (Hottenger 1927).

- Un second minerai oolithique, certainement le plus célèbre, appartient à l'étage aalénien, et est dénommé *Minette lorraine.* Les gisements affleurent le long du revers de la côte de Moselle et sont situés de part et d'autre de l'anticlinal de Lorraine (Sarrebrück – Pont-à-Mousson). Les gîtes minéralisés forment, au nord de ce dernier, les bassins du Luxembourg, de la Fensch et de Briey-Longwy (Bubenicek 1961). Ceux-ci sont compris dans l'espace dénommé « Pays-Haut ». Au sud, les dépôts se concentrent dans le secteur nancéien, et sont plus particulièrement constitutifs du Plateau de Haye ; 18.000 hectares ont été concédés à l'exploitation dans ce seul secteur (Pawlowski 1919, p. 38-39). L'extension totale du gisement est estimée à environ 120.000 hectares, d'une longueur approchant 100 kilomètres du nord (la limite extension septentrionale se situe entre Dudelange et Pétange) au sud, et d'une largeur de 40 kilomètres (développement entre les côtes de Meuse à l'ouest et les côtes de Moselle à l'est). L'épaisseur du gisement est très variable : pouvant atteindre 50 à 60 mètres dans les bassins du Pays Haut, celle-ci diminue jusqu'à la dizaine de mètres dans la partie méridionale du gisement.

- Un minerai de fer à grosses oolithes et fausses oolithes limonitiques, associé à l'étage de l'Oxfordien et constituant des Côtes de Meuse, a été extrait dans le nord du département de la Meuse (Leroy M. 1997, p. 244). Ce minerai est surtout connu par son exploitation à la fin de la période moderne et au début de la période contemporaine dans la vallée du Loison. Buvignier mentionne plus particulièrement son emploi pour alimenter le haut fourneau* de Billy-lès-Mangiennes (Buvignier 1852, p. 312). Il a par ailleurs réalisé une première caractérisation chimique de ce minerai.

- Un autre minerai affleurant sur les Côtes de Meuse, et associé à l'étage Oxfordien, a fait l'objet d'une exploitation, principalement dans le secteur de Stenay. Il est par ailleurs décrit de manière plus précise par Hottenger (Hottenger 1927).

- Le minerai oolithique, dont la formation est la plus récente, est associé à l'étage Valanginien (Crétacé inférieur). Il affleure majoritairement dans le sud du département de la Meuse et dans le nord de la Haute-Marne, et a également été exploité majoritairement au cours des époques moderne et contemporaine (Buvignier 1852).

1.1.3. Gîtes résiduels ou issus de processus de remaniement

Nous désignerons par ce terme les minéralisations ferrugineuses formées par l'altération de gîtes minéraux, ou à la suite de processus de remobilisation de ces dernières[9]. En Lorraine, ce type de gîte a été exploité majoritairement sur les plateaux calcaires formant les revers de côtes. Un recensement des gîtes de ce type a été effectué par M. Leroy au cours de son travail de thèse (Leroy 1997, Fig. 3). Ces minéralisations intègrent généralement des remplissages de structures de type karstique d'âge pliocène. La formation de ces gîtes est ainsi considérée comme récente, à la fin de l'ère tertiaire. Le minerai présente de manière classique une structure pisolitique*, formant des rognons ou des plaquettes. Parmi les différentes formations recensées en Lorraine, deux sont à l'heure actuelle bien documentées :

- Un minerai de type sidérolithique dénommé *Fer fort*, dont les gisements affleurent dans la partie septentrionale du plateau bajocien (revers de la côte de Moselle). Le minerai présente en effet une structure pisolitique, formant des rognons ou des blocs dont la masse peut atteindre plusieurs dizaines de kilogrammes. Le gîte le plus important connu est celui de la *Borne de* Fer, à Aumetz (Hottenger 1923, p. 73-83). De récents travaux (Wyns, Fizaine 2010 ; Fizaine 2012, p. 17-19) se sont concentrés sur les modalités de formation de ce minerai, auparavant relativement méconnues. Les minéralisations exploitées seraient en réalité les parties d'une cuirasse ferrugineuse non affectée par un processus d'altération latéritique.

- Le minerai géodique du Barrois. Il est reconnu dans le sud-ouest du département de la Meuse et le nord-est de la Haute-Marne, affleurant sur le revers de la côte des Bars. Une certaine confusion transparaît dans la littérature quant à l'attribution de ce minerai à la catégorie des minerais sédimentaires, car il est également mentionné en tant que remplissage de karsts (Hottenger 1927). Ce minerai a également été décrit et caractérisé par N.-A. Buvignier (1852, p. 433-440), qui précise par ailleurs que le minerai géodique peut être trouvé soit en contexte de dépôt primaire, soit remanié. Le travail de thèse de J.-P. Fizaine (Fizaine 2012, p.239 et 244), outre une description précise de la microstructure du minerai, permet d'apporter quelques précisions quant aux conditions de formation des minéralisations pour quelques contextes d'affleurement étudiés. Celles-ci formeraient ainsi le remplissage de karsts insérés dans les niveaux tithoniens (fin du Jurassique).

Cette description succincte des principaux types de minéralisations ferrifères pour la partie orientale du bassin parisien montre une diversité des contextes gîtologiques. La variété des mécanismes de formation des minéralisations constituant l'un des principaux facteurs influant sur la composition chimique des roches, on peut s'attendre à ce que les minerais décrits ici présentent une signature chimique plus ou moins spécifique. Nous verrons, au cours du troisième chapitre de ce

[9] Le terme de *minerai sidérolithique* est également largement employé dans la littérature.

manuscrit, que ces considérations sont de première importance dans la mise en œuvre d'une étude visant à distinguer chimiquement des systèmes de production sidérurgique.

1.2. Les recherches sur la sidérurgie ancienne en Lorraine (1989-2005)

La plupart des minéralisations ferrifères évoquées dans la partie précédente ont été exploitées au cours du temps. Quelques indications, concernant les phases d'activité anciennes, sont livrées par les érudits et ingénieurs des mines qui ont entrepris la description de la géologie lorraine dès la fin du XVIIIe s.[10]. La question des activités sidérurgiques en Lorraine à l'époque médiévale a été par ailleurs abordée par plusieurs historiens du XXe s., tels que B. Gille (1968) ou A. Girardot (1970). L'histoire de l'exploitation des minerais de fer lorrains a toutefois été marquée par un paradigme remis en cause à la fin des années 1980. La *Minette lorraine*, minerai constituant le gisement le plus important de l'espace lorrain, était unanimement considéré comme inexploitable avant la fin du XIXe s. Un programme de recherche pluridisciplinaire mené sur la sidérurgie ancienne a non seulement permis de démontrer que ce minerai avait été exploité dès la période romaine, mais qu'il semble de plus avoir été privilégié par rapport à d'autres ressources ferrifères disponibles.

1.2.1. La mise en évidence de l'utilisation de la Minette lorraine en sidérurgie directe

Le postulat évoqué en introduction de cette partie trouve sa source dans les difficultés techniques auxquelles se sont trouvés confrontés les métallurgistes du XIXe s. face à la réduction de la *Minette* par le procédé indirect. La teneur en phosphore du minerai (de 2 à 3%) se révèle être un frein à son exploitation avant l'invention de procédés[11] permettant sa déphosphoration. Il était alors impensable qu'une sidérurgie archaïque ait pu surmonter un tel problème. La teneur du minerai en composés ferreux, relativement faible (moins de 40%), a également été avancée en tant qu'argument contre son emploi en sidérurgie ancienne. Des minerais plus riches, tels que le *Fer fort*, lui auraient été tout naturellement préférés. Ce postulat, bâti sur des considérations induites par les conditions techniques de l'époque contemporaine, a été remis en cause par une démarche mêlant

[10] Les premiers travaux de ce type ont été effectués par le baron Ph.-F. de Diétrich (1799), et seront complétés aux XIXe et XXe s., notamment par ceux de C. Sauvage et A. Buvignier (1842), E. Jacquot (1868) et G. Hottenger (1923 et 1927).
[11] En l'occurrence, le procédé Thomas-Gilchrist, mis au point en 1877. Cette innovation a permis le traitement des fontes de moulage phosphoreuses, considérées comme de piètre qualité, puisque très cassantes.

approches archéométallurgique et géochimique. Celle-ci a été initiée par la fouille, à partir des années 1980, d'ateliers sidérurgiques altomédiévaux dans la région de Nancy (Leroy M. 2009).

1.2.1.1. Le procédé direct, une filière technique adaptée à l'utilisation de la *Minette lorraine*

Une opération de fouilles, réalisée en 1984 sur la commune de Ludres au sud de l'agglomération nancéienne, a permis la mise au jour d'un atelier sidérurgique daté des VIIIe- Xe s. En premier lieu, le volume[12] des amas de déchets découverts a suggéré des activités de réduction de minerai de fer d'une grande ampleur. Toutefois, c'est la caractérisation chimique des scories de réduction qui a révélé le caractère, alors tout à fait original, de cet atelier. Leur signature chimique a en effet révélé sans ambiguïté que le minerai réduit provenait des affleurements de *Minette* localisés à proximité de l'atelier. Les particularités chimiques du minerai, à savoir un rapport CaO/silice important, ainsi que des teneurs élevées en phosphore, sont clairement perceptibles à travers le chimisme des scories de réduction (Leroy M. *et al.* 1990).

La fouille de cet atelier a initié un programme de recherche pluridisciplinaire combinant archéologie, pétrographie, géochimie et expérimentation, en vue d'étudier les systèmes techniques de réduction de la *Minette.* Cette approche a permis de restituer en partie les conditions opératoires associées à cette réduction. Il a été démontré en premier lieu que, contrairement aux considérations antérieures, la forte proportion de gangue* calcique du minerai n'affectait pas le rendement de l'opération de manière négative. Des études pétrographiques menées sur les scories de réduction ont montré que le calcium se substitue[13] (dans une certaine mesure) au fer dans le bain silicaté formé au cours de l'opération, améliorant ainsi son rendement[14]. Il a été démontré par ailleurs qu'une température élevée[15] doit être atteinte afin que cette réaction se produise. Les bilans matière calculés à partir des vestiges archéologiques et des expérimentations montrent par ailleurs que la majorité (environ 80%) du phosphore contenu dans le minerai passe dans le bain silicaté lors de la réduction (Leroy M. 1997, p. 176-182). Les faibles quantités résiduelles ne semblent pas constituer un frein au travail du métal produit (Leroy M. *et al.* 2007).

1.2.1.2. Une activité sidérurgique largement dominée par l'emploi de la *Minette lorraine*

La mise en évidence, par la fouille de l'atelier de Ludres – *Hôtel de Ville*, de l'utilisation du minerai oolithique aalénien, a contribué à la mise en place d'un programme de prospections systématiques conduites en bordure des plateaux qui constituent le revers de la *cuesta* bajocienne. Une caractérisation chimique presque systématique des scories de réduction collectées a été menée afin d'identifier, pour chaque contexte, le minerai employé. Deux aires géographiques ont été privilégiées : le Pays-Haut et le Plateau de Haye (Cf. Figure 1). Deux minerais y constituent les

[12] Environ 10 000 mètres cubes.
[13] En formant de la géhlénite (famille des mélilites) $Ca_2Al[AlSiO_7]$.
[14] Environ 50 % du fer contenu dans le minerai est réduit au cours de l'opération.
[15] 1300-1400 °C.

principales ressources ferrifères : la *Minette* et le *Fer fort.* Les différences chimiques marquées entre ces derniers ont permis de distinguer aisément les ateliers selon le minerai exploité.

Plus de deux cents sites liés à l'extraction ou la réduction ont été repérés et caractérisés chimiquement au sein de ces deux espaces, mettant en évidence la prédominance des sites exploitant la *Minette lorraine* (plus de 90% des cas). En comparaison, seule une dizaine de sites semblent avoir exploité le *Fer fort.* La *Minette* semble privilégiée à d'autres minerais lorsqu'il est possible d'exploiter différentes ressources, comme le suggèrent par ailleurs certains contextes. C'est le cas de la *Fontaine Saint-Georges* à Hussigny-Godbrange (Pays-Haut), où une exploitation souterraine de la *Minette* a été mise en œuvre, alors que le minerai de *Fer fort*, affleurant à proximité, pouvait être extrait par « simple » exploitation de surface (Leroy M. 1997, p. 210). Une source documentaire médiévale mentionne par ailleurs le transport de minerai exploité dans le ban de Chaligny (Plateau de Haye) vers des abbayes distantes parfois de plusieurs dizaines de kilomètres (Girardot 1970).

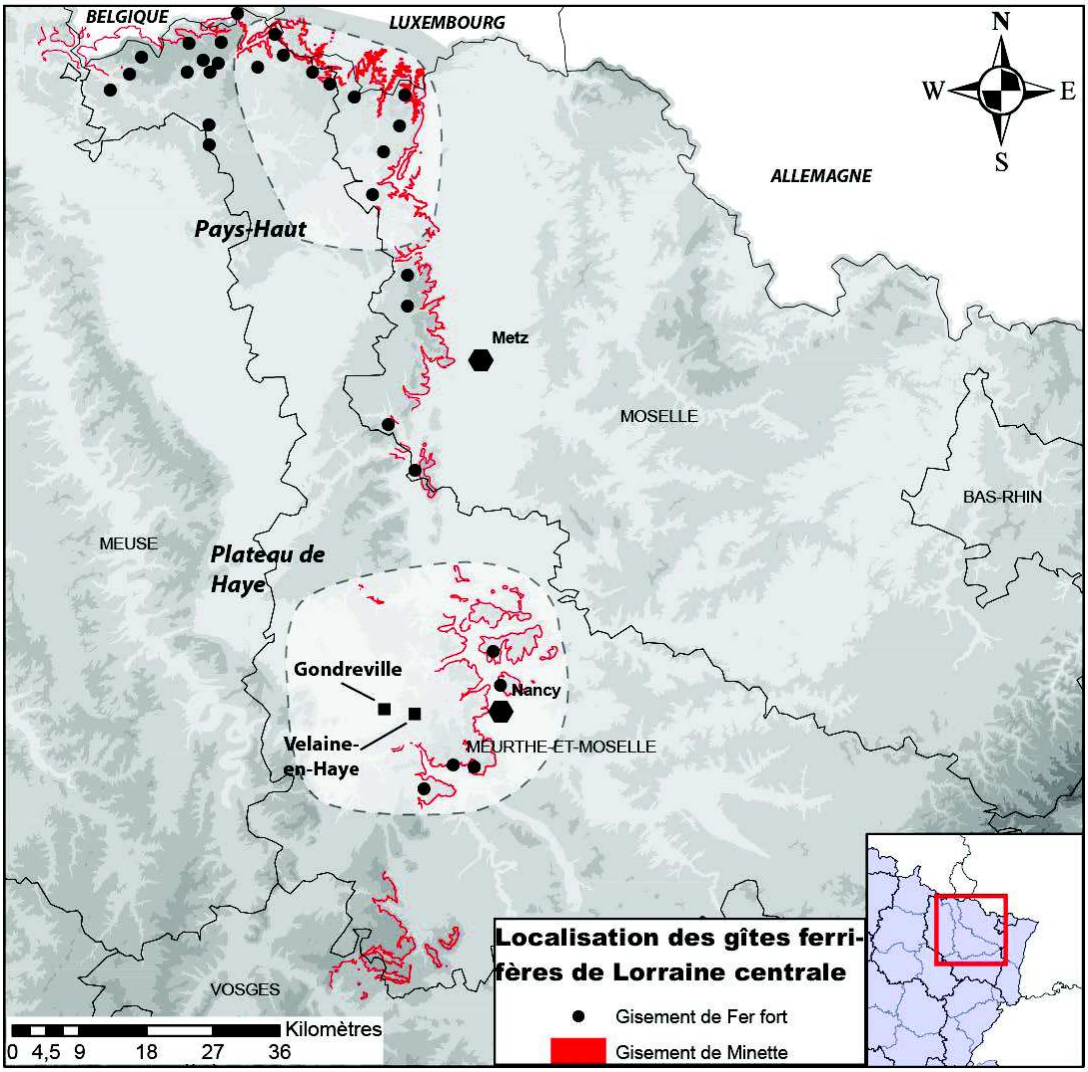


Figure 1 : Secteurs ayant fait l'objet de prospections systématiques dans le cadre du programme de recherche sur la sidérurgie ancienne en Lorraine. Le liseré rouge représente les affleurements de *Minette* ; les points noirs représentent les affleurements de *Fer fort*

1.2.2. Les zones de production sidérurgique identifiées en Lorraine centrale et septentrionale, de l'âge du Fer au Moyen Age

Trois zones présentant une concentration importante d'indices miniers et métallurgiques ont été mises en évidence par les prospections effectuées dans les deux secteurs (Pays-Haut et Plateau de Haye) évoqués précédemment. Les cartes suivantes (Figure 2), qui constituent des agrandissements des deux zones figurées sur l'illustration précédente, présentent la localisation de ces indices.

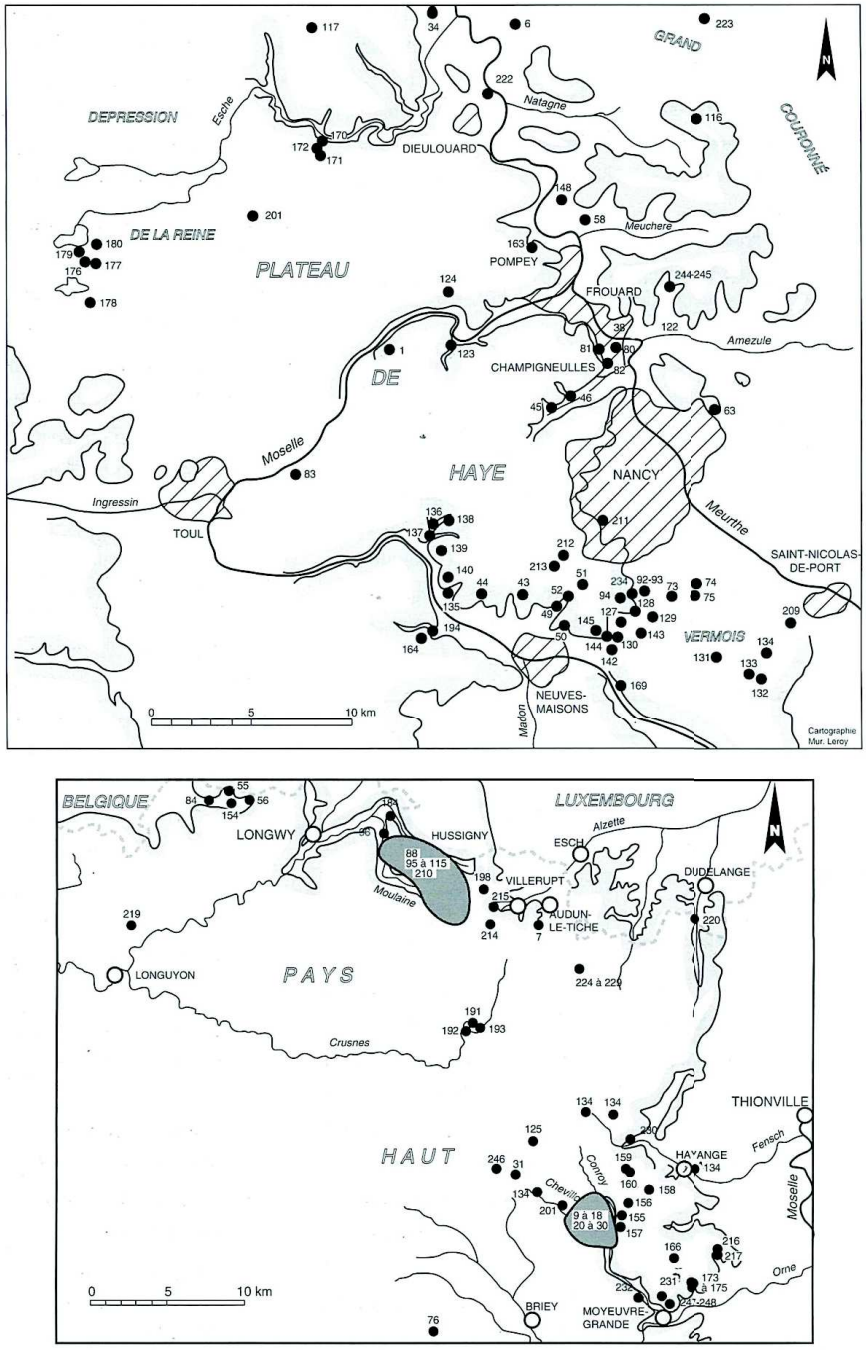


Figure 2 : Localisation des indices miniers et métallurgiques au sein des zones de prospection de la *cuesta* bajocienne (Leroy M. 1997)

Les sites sont pour la plupart situés aux abords des fronts de côte ou dans les vallons encaissés creusés dans les plateaux calcaires. Dans le secteur du Plateau de Haye, une concentration plus importante de sites est visible au sud de l'agglomération nancéienne, le long du versant nord de la vallée creusée par la Moselle. Dans le secteur du Pays-Haut, deux concentrations de sites très importantes ont été mises en évidence. La première est située dans les vallons du Conroy et du Chevillon, en amont de Moyeuvre-Grande. Elle a été qualifiée de « Sud Pays-Haut ». Les sites formant la seconde concentration se situent sur le plateau d'Hussigny et dans le vallon de la Moulaine. Ils forment le « Nord Pays-Haut ».

Nous avons évoqué précédemment la prédominance de l'emploi de la *Minette lorraine* par rapport aux minerais de surface. Les proportions respectives des sites associés à l'emploi de l'un ou l'autre minerai varient selon les secteurs (Cf. Figure 3). Alors que l'emploi du minerai oolithique caractérise plus de 90% des sites du Plateau de Haye et du Sud Pays-Haut, les contextes associés à l'emploi du minerai sidérolithique représentent près de 30% des sites découverts dans le Nord Pays-Haut.

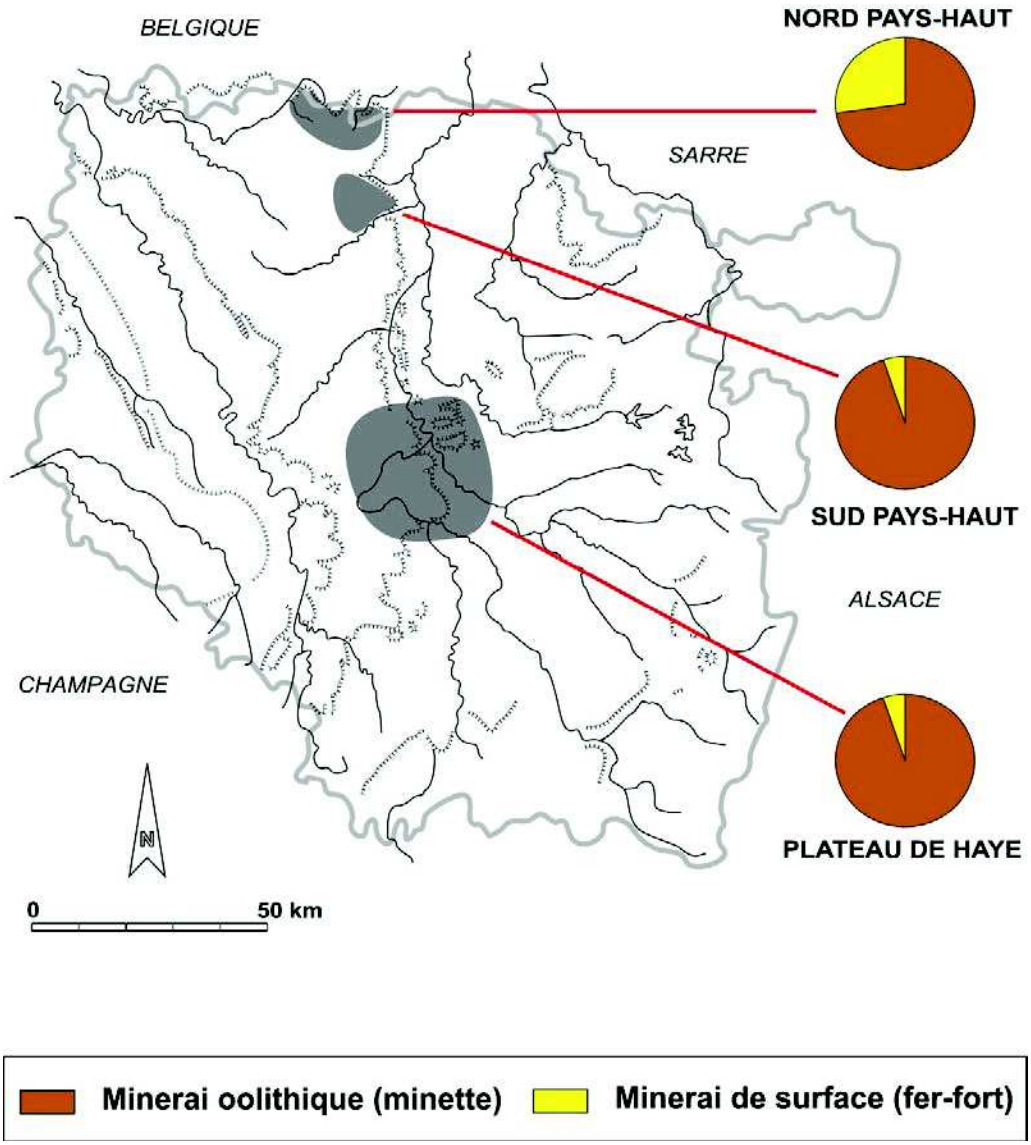


Figure 3 : Carte mettant en évidence la prédominance de l'emploi de la *Minette lorraine* dans les trois secteurs de production de Lorraine centrale et septentrionale (Leroy M. *et al.* 2007)

Le programme de prospection systématique réalisé s'appuie également sur la datation d'un plus grand nombre de sites possible. Des datations radiocarbones ont ainsi été effectuées sur plus d'une cinquantaine de sites. Ceci a permis d'évaluer l'importance relative de la production au sein de ces secteurs au cours de différentes périodes.

1.2.2.1. Les âges du Fer

Seuls deux sites de production primaire du fer sont connus à l'heure actuelle en Lorraine centrale. Il s'agit de deux ateliers situés dans le secteur du Plateau de Haye, sur le plateau calcaire : Gondreville – *ZAC de la Roseraie*[16], et Velaine-en-Haye – *ZAC Herbue Chalin*[17]. Ils sont situés à quelques kilomètres l'un de l'autre, et tous deux datés du Hallstatt D3 – La Tène A. Précisons que ces deux ateliers sont situés à une dizaine de kilomètres de l'habitat fortifié de hauteur de la *Cité d'Affrique*, à Messein (Cf. Figure 4 ; La Cité d'Affrique est représenté par le point 6). L'occupation de ce dernier est également contemporaine à celle des ateliers.

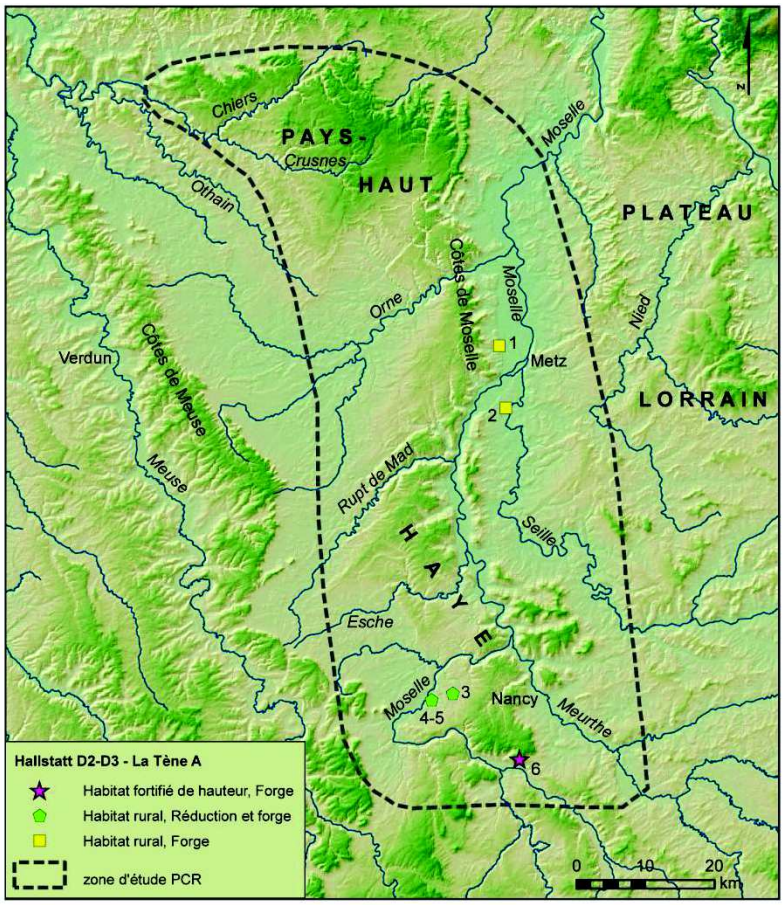


Figure 4 : Carte de répartition des sites présentant des indices d'activités sidérurgiques au cours du Hallstatt final et de La Tène ancienne (Leroy M, Cabboi dir. 2013)

[16] Les vestiges consistent en la base d'un bas fourneau, plus de cinq kilogrammes de minerai mis au jour dans des silos, ainsi que des scories de réduction. L'examen des fragments de minerai laisse entendre dans ce cas l'exploitation de minéralisations ferrugineuses insérées à l'interface entre les étages bajocien et bathonien (env. 164 Ma), affleurant sur le revers de la côte de Moselle

[17] Les vestiges liés à la métallurgie du fer incluent des scories de réduction présentes dans les remplissages de silos. La morphologie des scories évoque des bas fourneaux à scorie piégée. Quelques fragments de minerai, ainsi que deux fragments de masses brutes de réduction complètent le mobilier métallurgique mis au jour.

Le site de la *ZAC de la Roseraie* à Gondreville présente par ailleurs une vocation majoritairement agricole[18]. La contemporanéité des sites suggère que la production agricole du site de Gondreville soit destinée, au moins partiellement, à assurer l'alimentation de la population de l'habitat fortifié de la *Cité d'Affrique* (Deffressigne *et al.* 2002).

1.2.2.2. La période gallo-romaine

Les ateliers sidérurgiques datés de la période gallo-romaine se concentrent dans le secteur de production mis en évidence dans le sud du Pays-Haut (Cf. Figure 5). D'après le volume restitué des amas de scorie, il s'agit de petites unités de production. Les caractérisations chimiques effectuées sur des scories liées à la réduction montrent l'exploitation, selon les contextes, de deux minerais : le minerai sidérolithique et le minerai oolithique aalénien. Trois autres contextes de production primaire sont situés dans le secteur du Plateau de Haye. Les sites de *La Flye* à Liverdun[19] et de la *Place de l'Eglise* à Villers-lès-Nancy[20] semblent caractérisés par une activité plus importante (Leroy M. 2009). Les caractérisations chimiques effectuées sur le troisième atelier, situé au *Mont-Saint-Jean* à Jeandelaincourt, révèlent que la *Minette* a été employée dans ce cas.

Le nombre restreint d'ateliers datés de la période gallo-romaine[21] amènerait à qualifier de diffuse l'activité de production primaire en Lorraine centrale. Ce constat rejoint par ailleurs les conclusions présentées par M. Polfer à l'issue d'un travail d'inventaire des sites de production et de transformation du fer dans le nord de la Gaule et en Rhénanie (Polfer 1999). Selon ce dernier, les quantités de fer brut produites dans ces régions restent faibles comparées à d'autres secteurs de Gaule.

[18] De nombreuses structures dévolues au stockage de céréales ont été mises en évidence. (Deffressigne et al. 2002)
[19] Le site est découvert à l'occasion de travaux de terrassement menés en 1895.
[20] Le site a fait l'objet de fouilles, dirigées par L. Olivier, en 1983.
[21] Notamment par rapport à d'autres zones de production de l'Est de la Gaule telles que le Morvan ou la Puisaye (Leroy et al. 2000a).

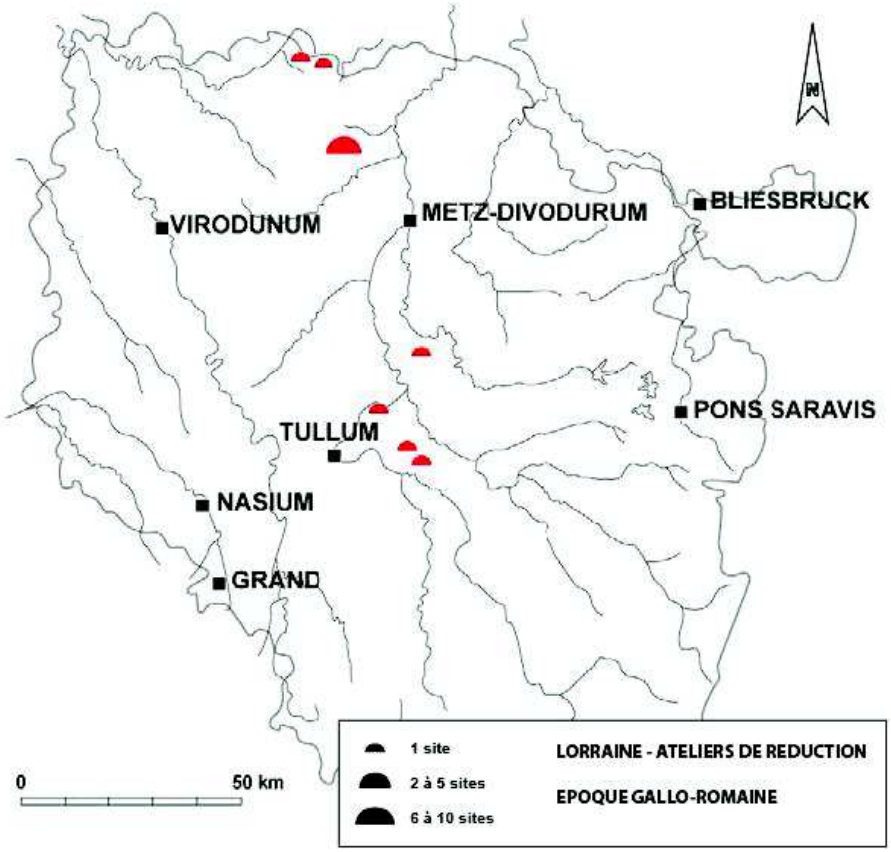


Figure 5 : Localisation des sites à vocation métallurgiques datés de la période gallo-romaine en Lorraine centrale et septentrionale (Leroy M., Cabboi dir. 2013)

1.2.2.3. Le haut Moyen Age

Les ateliers sidérurgiques datés du haut Moyen Age se concentrent dans deux secteurs : le Sud Pays-Haut (à la confluence entre l'Orne et le Conroy), ainsi que dans le sud du Plateau de Haye (Cf. Figure 6). Pour la plupart, les ateliers semblent de dimensions modestes. Toutefois, les dimensions des amas repérés sous la ville de Moyeuvre-Grande (Sud Pays-Haut, datés des VIe et VIIe s.), ainsi que sous celle de Ludres (Plateau de Haye, daté des VIIIe- Xe s.) suggèrent une production de bien plus grande ampleur.

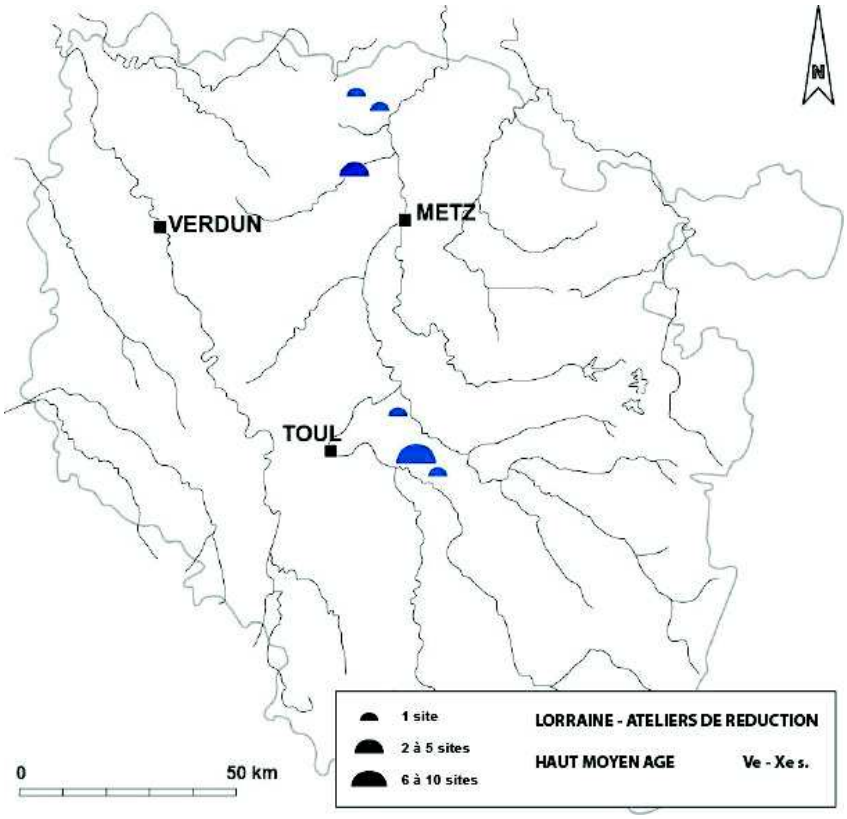


Figure 6 : Localisation des sites à vocation métallurgiques datés de la période altomédiévale en Lorraine centrale et septentrionale (Leroy M., Cabboi dir. 2013)

Le nombre de sites identifiés[22] permet une perception plus fine des formes d'organisation de la production du fer au cours de cette période. Les études réalisées sur des contextes altomédiévaux permettent de définir trois modèles d'organisation de la production, s'exprimant plus particulièrement au travers des dimensions des ateliers de production primaire et de leur relation avec les contextes d'habitat :

- Parmi les sites[23] suffisamment documentés datés de cette période, six présentent de faibles dimensions. Ainsi, les volumes restitués des amas de déchets sidérurgiques excèdent rarement le millier de mètres cubes. Ces sites ne s'insèrent pas au sein de contextes d'habitat, bien que plusieurs contextes observés soient distants à peine de quelques dizaines à quelques centaines de mètres d'habitats. Cette catégorie de sites se caractérise tout d'abord par le type d'activités y prenant place. Il apparaît que ces ateliers sont spécialisés dans la production de métal brut. En effet, les structures mises au jour sont essentiellement en rapport avec la réduction du minerai (bases de structures de réduction), la préparation du minerai (horizons rubéfiés liés au grillage du minerai) et éventuellement la production de charbon de bois (horizons rubéfiés et charbonneux). La présence éventuelle de scories en calotte suggère également une première mise en forme du métal brut. L'absence d'indices liés à des phases plus avancées de la chaîne opératoire laisse quant à elle entendre que la mise en forme

[22] Non seulement en Lorraine centrale et septentrionale, mais également dans d'autres régions.
[23] Il s'agit de Frouard – *Vallon de Nerbevaux*, Ludres – *Chaudeau* et – *Hôtel de Ville,* Moyeuvre-Grande – *Rues Clédebé et Mangin*, Chavigny – *La Crassière*, Messein – *Les Noires Terres* et Hussigny-Godbrange – *Bois d'Haoüy*.

du métal est réalisée dans des ateliers distincts. Un dernier point de similitude entre les ateliers de cette catégorie concerne la technique de construction des bas fourneaux. En effet, les dimensions de ces derniers, ainsi que les dispositifs de ventilation présentent des caractéristiques relativement homogènes à l'échelle de l'est de la Gaule (Leroy 2005).

- Le second modèle d'organisation de la production défini est caractérisé par la présence d'ateliers métallurgiques en contexte d'habitat. Le site de Messein – *Les Noires Terres*, dont l'occupation s'étale du VIIe au VIIIe s., en constitue un exemple complet puisque l'intégralité de la chaîne opératoire y est représentée. Des aires de grillage du minerai témoignent d'activités minéralurgiques tandis que des vestiges de charbonnières ont également été mis au jour dans la partie orientale du site. Les activités de réduction sont attestées par les bases de trois bas fourneaux ainsi que par une quantité de scories de réduction dépassant la dizaine de tonnes. La fouille du site révèle deux phases successives d'occupation, toutes deux associées à des activités métallurgiques. Le site présente par ailleurs toutes les caractéristiques d'un établissement rural (mobilier archéologique, organisation spatiale,…). *Les Noires Terres* ne constituent pas une manifestation isolée de l'insertion d'un atelier métallurgique au sein d'un habitat rural. En effet, d'autres contextes, situés dans d'autres régions et ayant bénéficié d'études approfondies, peuvent être attribués à ce modèle d'organisation[24]. Des indices liés à une chaîne opératoire plus ou moins complète[25] y ont été mis au jour.

- Les ateliers inclus dans la dernière catégorie font partie de centres de production importants. Le seul complexe de ce type connu à l'heure actuelle est situé à Ludres, sous le village actuel (Leroy *et al.* 1990). La période d'activité de ce dernier, dont la datation est relativement imprécise, est à situer entre le début du 8e et la fin du 10e s. L'évaluation de la durée de fonctionnement des ateliers est par conséquent délicate. Le volume de déchets produits par le complexe est estimé à plusieurs milliers de mètres cubes. La masse de métal brut produite doit ainsi être de plusieurs centaines de tonnes. Plusieurs bas fourneaux, recouverts par des amoncellements de déchets de réduction, ont été révélés par la fouille. Ils correspondent morphologiquement aux exemplaires mis au jour dans les contextes de production attribués à la première catégorie que nous avons évoquée *supra*, antérieurs à Ludres – *Village* d'au moins deux à trois siècles. L'importance du volume de production de ce complexe soulève évidemment la question de la destination du métal. Aucun indice en faveur d'activités de transformation du métal n'a été mis au jour, ce qui

[24] Notamment les du *Chêne Saint-Amand* et de la *Pièce des Fournées* à Saint-Dizier (Haute-Marne) (Leroy M., Merluzzo 1998). Le site de Liestal (Serneels 1995, Tauber 1998) présente également des caractéristiques similaires à celles du site de *Noires Terres.*

[25] Certains habitats ne présentent quant à eux les traces que d'une partie de la chaîne opératoire. Les activités métallurgiques du village de Develier-Courtételle (Jura Suisse) semblent tournées exclusivement vers la transformation du métal (Eschenlohr et al. 1999, 2007). Aux *Fourneaux,* à Vert-Saint-Denis (Ile-de-France), les efforts se concentrent sur l'extraction, la préparation et la réduction du minerai de fer (Daveau, Goustard 2000). L'habitat est implanté à proximité directe des structures d'extraction, par ailleurs très nombreuses (plus de 2500 sont dénombrées). La réduction du minerai est assurée par des bas fourneaux dont les dimensions correspondent bien à celles d'une des deux structures mises au jour aux *Noires Terres.*

laisse entendre que ce dernier était *a minima* acheminé dans des ateliers de post-réduction proches, ou éventuellement commercialisé sous forme brute.

Il convient, au final, de s'interroger sur l'importance de la Lorraine centrale et septentrionale en termes de volumes de production de métal. Le volume minimum produit par les ateliers de réduction considérés atteindrait plusieurs centaines de tonnes de fer. Ceci équivaudrait[26] à plusieurs dizaines, voire centaines de milliers d'outils dont la masse serait comprise en 0,5 et 1 kilogramme (Leroy 2005). Même s'il est nécessaire de pondérer ce nombre par la durée totale des activités métallurgiques, la Lorraine apparaît néanmoins comme une région de production de fer importante à cette époque.

1.2.2.4. Le Moyen Age classique et le bas Moyen Age

A travers les preuves archéologiques mises au jour et les sources textuelles[27] ayant trait aux activités sidérurgiques, on peut estimer que ces dernières ne connaissent pas d'interruption à la fin de la période carolingienne. Elles poursuivent même le développement perceptible au cours du haut Moyen Age. Les textes ont été principalement rassemblés et commentés par B. Gille et A. Girardot dans les années 1970 (Gille 1968 et 1970, Girardot 1970 et 1976). Plus récemment, K. Horikoshi (Horikoshi 2008) a fourni une synthèse actualisée de ces sources, permettant de dresser un tableau du développement des secteurs de production sidérurgique lorrains au cours du Moyen Age.

Les datations effectuées dans le cadre du programme de recherche sur la sidérurgie ancienne en Lorraine révèlent par ailleurs que la période médiévale est la mieux représentée (environ la moitié des sites datés). La localisation d'un nombre important d'autres contextes, ainsi que les démarches archéométriques réalisées sur les déchets qui y ont été collectés, suggèrent que ces sites pourraient également être datés de la période médiévale (Cf. Figure 7).

Les sources historiques suggèrent, pour le Moyen Age classique et bas Moyen Age, des activités se déroulant dans des contextes entièrement tournés vers les activités sidérurgiques. Les investigations archéologiques menées sur des sites médiévaux tendent à confirmer cette appréciation. Ces derniers sont tous situés à distance d'habitats, principalement en zone forestière (forêts de Moyeuvre et Briey, forêt de Haye).

[26] Selon les bilans matières établis dans Leroy M. 1997, p. 179-182
[27] A partir du XIIe s.

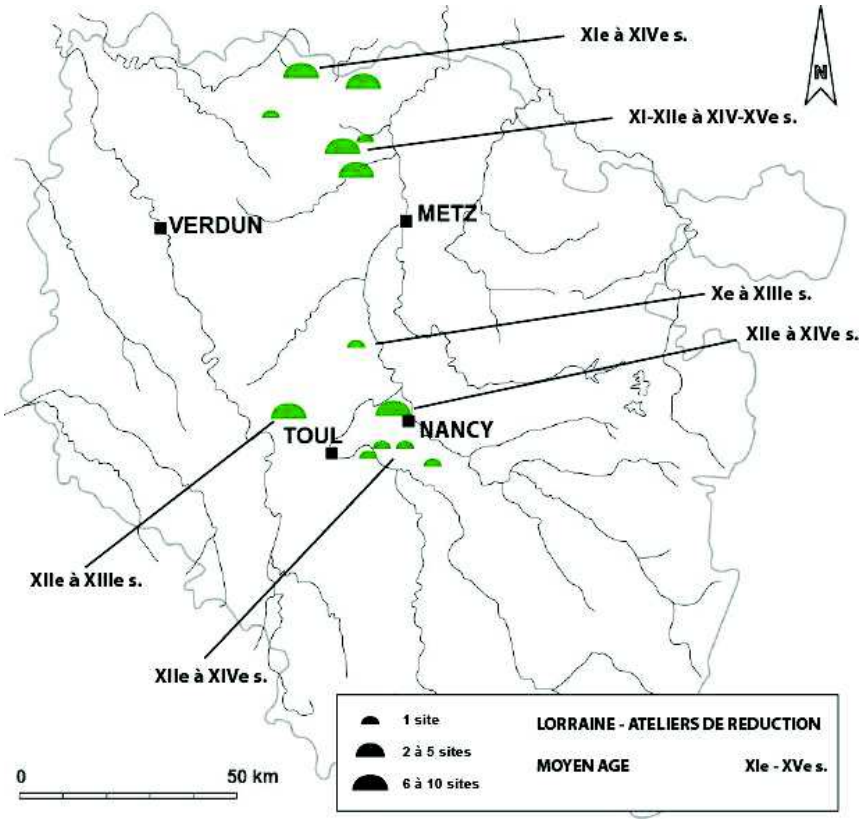


Figure 7 : Localisation des sites à vocation métallurgiques datés du Moyen Age classique et du bas Moyen Age en Lorraine centrale et septentrionale (Leroy M., Cabboi dir. 2013)

La source d'informations complémentaire que constituent les textes permet de définir, quoique très partiellement, le cadre juridique de la production, donnant une nouvelle dimension à notre perception des activités sidérurgiques en Lorraine centrale et septentrionale au cours de cette période[28]. Nous détaillerons les informations dont nous disposons concernant cette zone géographique :

Le Plateau de Haye :

- **le ban de Chaligny**. Les comtes de Vaudémont ont, entre 1161 et 1221, concédé des droits d'exploitation de minerai sur le territoire de la seigneurie de Chaligny (Girardot, p. 4-7) par le biais de sept donations faites au bénéfice de l'exploitation monastique. Le territoire de la seigneurie couvrait certainement la bordure méridionale du massif de Haye, sur l'interfluve entre Moselle et Meurthe[29]. Ces concessions sont faites au bénéfice de plusieurs abbayes de Lorraine méridionale, dont l'abbaye de Clairlieu, implantée sur la commune actuelle de Villers-Lès-Nancy. Ces établissements monastiques sont parfois situés à plusieurs dizaines de

[28] Nous sommes confrontés, pour les périodes antérieures, à l'indigence des sources écrites. Bien qu'il soit raisonnable de penser que certains établissements sidérurgiques altomédiévaux, tels que le complexe de production de Ludres – *Village*, aient fonctionné sous une autorité juridique, les informations documentaires restent très rares. Tout au plus dispose-t-on de quelques informations évoquant l'assujettissement de tenures* aux autorités temporelles ou ecclésiastiques (Gille 1968, pp 96-99)

[29] Espace occupé actuellement par les communes de Neuves-Maisons, Maron, Messein, Chaligny et Chavigny.

kilomètres de la seigneurie[30]. Il est intéressant de noter que les concessions autorisent l'exportation libre du minerai hors de la seigneurie de Chaligny. Ceci suggère que les bénéficiaires aient pu transporter le minerai pour le réduire au sein d'établissements éloignés du lieu d'extraction.

Les mentions d'exploitations postérieures au XIIIe s. dans le secteur de Chaligny montrent que les activités liées à la production du fer perdurent localement au moins au cours des XIVe et XVe s. Un atelier sidérurgique daté des XIIIe - XIVe s., ayant fait l'objet d'une fouille récemment[31] à Maron au lieu-dit *Fonds de Monvaux*, constituerait l'un des vestiges de ces activités du bas Moyen Age.

- **le ban de Champigneulles**. Il est fait mention, pour ce secteur situé dans la partie septentrionale du plateau de Haye, de « forges[32] » fonctionnant entre le XIIIe et le XIVe s. (Leroy M. *et al.*, à paraître).

  Par ailleurs, un bail daté de 1391 (Girardot 1976 ; Horikoshi 2008, p.96) prescrit l'équipement d'une forge hydraulique à Champigneulles. Il s'agit de la deuxième attestation de l'emploi de la force hydraulique pour le fonctionnement d'un établissement sidérurgique en Lorraine. Une opération archéologique réalisée récemment pourrait avoir mis au jour les vestiges de cette exploitation[33].

Le Pays-Haut :

- **les forges comtales des forêts de Moyeuvre et Briey.** Plusieurs sources documentaires mentionnent par ailleurs l'émergence de forges dans la partie méridionale du Pays-Haut (Girardot 1970, p. 7-8). Ces établissements semblent être sous le contrôle de souverains locaux. C'est notamment à travers des litiges entre les comtes de Bar et de Luxembourg, et plus particulièrement la concession en 1260 de l'exploitation minière du ban de Hayange au premier, que l'on obtient le témoignage de l'existence des forges (Horikoshi 2008, p. 82). La rentabilité de ces dernières porte l'attention sur la châtellenie de Briey, en particulier celle des bourgeois financiers messins. Une engagère* est concédée à ces derniers dès 1285, et concerne une partie des établissements de la châtellenie. L'administration des activités sidérurgiques de ce secteur dépendra dès lors, et de façon non négligeable, des créances souscrites par le comté de Bar auprès de créanciers messins, notamment dans le premier quart du XIVe s. Le XVe s. est quant à lui marqué par le développement d'une activité sidérurgique sous administration monastique[34]. On perçoit, par le biais des textes afférant aux concessions d'exploitation, tout l'attrait

[30] Citons les prieurés bénédictins de Flavigny et Bainville-aux-Miroirs, les abbayes cisterciennes de Beaupré et Morimond et les Prémontrés de Mureau et Flabémont (Horikoshi 2008, p. 69-70).

[31] Réalisée au cours des étés 2010 et 2011 par Marc Leroy et Paul Merluzzo (LAM-IRAMAT).

[32] Précisons que ce terme doit être compris, dans ce contexte, comme désignant un établissement sidérurgique sans plus de précision. Il ne s'agit pas forcément d'ateliers pratiquant les étapes de post-réduction, selon l'acception moderne du terme.

[33] Cette opération a été menée par l'INRAP en septembre-octobre 2013. Il faudra attendre les résultats de l'étude post-fouille (interprétation de la fonction et de l'organisation des structures, ainsi qu'étude paléométallurgique des déchets) pour déterminer s'il s'agit bien là de la forge mentionnée par les textes.

[34] Les chanoines réguliers de Saint-Pierremont s'installent à Moyeuvre en 1462 ; les bénédictins de Sainte-Glossinde à Auboué ; les cisterciens de Villers-Bettnach en Fontoy (Leroy et al., à paraître)

exercé par ce secteur sur les exploitants potentiels, qu'ils soient seigneurs, bourgeois ou religieux.

On apprend également qu'une forge hydraulique est établie à Moyeuvre, à la suite d'un contrat passé entre Edouard Ier, comte de Bar, et Thouvignon, bourgeois de Pont-à-Mousson. Ce dernier se voit concéder un droit d'exploitation en échange d'une redevance perçue sur la fourniture en bois. La forge est mise en service le 21 avril 1324 (Horikoshi 2008, p. 86). Il s'agit, à notre connaissance, de la mention la plus ancienne de forge hydraulique en Lorraine.

Les « forges forestières » du comte de Bar ont probablement été repérées par le biais des prospections archéologiques effectuées à la confluence des vallons du Conroy et du Chevillon[35]. Les vestiges d'autres établissements datés du bas Moyen Age ont été révélés par des observations archéologiques sous le centre ancien de Moyeuvre-Grande et dans le bois d'Avril.

- **Forges ducales et monastiques dans le nord du Pays-Haut.** Il est fait mention (texte de 1270), à Buré et Fresnoy-la-Montagne, d'une exploitation minière effectuée pour le compte du duc de Lorraine. D'autres secteurs ont fait l'objet de prospections archéologiques, dans les environs de Longuyon et de Longwy. Dans le premier cas, une exploitation datée des XIVe - XVe s., et non mentionnée par les textes, est mise en évidence. Dans le second, il s'agit d'activités plus précoces[36]. Toujours dans le secteur de Longwy, des informations recueillies par A. Girardot (Girardot 1970, p. 14) mettent en évidence l'exploitation de minerai par les cisterciens de l'abbaye d'Orval au cours de la seconde moitié du XVe s. Cette activité est certainement destinée à alimenter l'atelier qu'ils possèdent à Buré.

1.2.3. Remise en perspective de la recherche paléosidérurgique en Lorraine

Les recherches archéologiques et archéométriques réalisées ces vingt dernières années sur la Lorraine centrale et septentrionale ont considérablement modifié notre perception des activités sidérurgiques anciennes au sein de cet espace géographique. L'apport le plus marquant de ces travaux est la démonstration de l'emploi, dès la période romaine, du minerai oolithique aalénien jusqu'alors considéré comme inexploitable avant la fin du XIXe s. Les programmes de prospection systématique menés sur le Plateau de Haye et le Pays-Haut ont permis la découverte de plus de deux cents sites liés aux activités sidérurgiques. Les dizaines de datations réalisées dans le cadre de ces programmes, ainsi que les fouilles de plusieurs sites, permettent de dresser un premier panorama diachronique des activités sidérurgiques anciennes, à la fois en termes d'importance et d'organisation de la production. D'autres aspects de cette thématique doivent être par ailleurs considérés.

[35] Site du Moulin Pérotin daté des XIe - XIIe s. et du Trou des Fées daté des XIIIe - XIVe s. par radiocarbone.

[36] Des datations effectuées sur des contextes proches de Fontaine-saint-Georges, mettent en évidence une exploitation du minerai oolithique aalénien aux XIe – XIIe s. et XIIIe - XIVe s.

1.2.3.1. Le potentiel d'autres centres de production au sein de l'espace lorrain

Les travaux systématiques de prospection archéologique ont très majoritairement concerné la Lorraine centrale, et plus particulièrement le plateau de Haye (Leroy M. 1997 ; Leroy M. *et al.* 2007 ; Leroy M. 2009) et le Pays-Haut (Hamon *et al.* 1990 ; Leroy M. 1997). Les sources écrites évoquent par ailleurs le développement, *a minima* dès la période médiévale, d'activités sidérurgiques dans d'autres secteurs de l'espace lorrain. Les sources traitant de ces centres de production ont fait l'objet de plusieurs synthèses (Girardot 1970 ; Leroy M. 1997, p. 221-231 ; Horikoshi 2008). Les indices documentaires nous amènent à considérer plus attentivement ces centres de production potentiels (Cf. Figure 8). Nous offrirons ici une brève description des secteurs au sein desquels les activités sidérurgiques sont documentées par le biais des sources historiques :

Le nord du département de la Meuse :

Peu d'informations sont disponibles sur les établissements sidérurgiques de ce secteur. La seule mention tangible, pour le Moyen Age classique, concerne un site propre à l'exploitation sidérurgique sur le domaine de l'abbaye cistercienne de Châtillon (Horikoshi 2008, p. 318). Ce site pourrait se trouver sur le territoire de l'actuelle commune de Villers-lès-Mangiennes. Une « forge » y est également mentionnée au XIVe s.

Le Barrois :

Les activités métallurgiques médiévales sont attestées, dans ce secteur, par des concessions d'exploitation faites par des seigneurs locaux à des abbayes[37] au cours de la seconde moitié du XIIe s. Ces concessions concernent la forêt de Ronchères, entre Morley et Montiers (Girardot 1970, p. 13). D'autres établissements se développent dans les vallées de l'Ornain et de la Saulx à la fin du Moyen Age.

Ce secteur est par ailleurs documenté par le biais de l'archéologie. Les opérations de fouille réalisées à Saint-Dizier, déjà évoquées *supra*, ont en effet mis au jour plusieurs ateliers sidérurgiques médiévaux insérés au sein d'un habitat. La totalité de la chaîne opératoire est attestée sur ce site, daté des XIe - XIIe s.

Le massif Vosgien :

Les activités sidérurgiques sont évoquées de manière indirecte dans le secteur des Vosges, essentiellement par les traces de conflits entre pouvoirs laïcs et ecclésiastiques (Horikoshi 2008, p. 78-79). Une mention, datée de 1250, concerne les forgerons appartenant à l'abbaye bénédictine de Remiremont, auxquels le duc de Lorraine Matthieu Ier octroie privilèges et immunité. Un conflit de nature différente[38] oppose, à la même époque, Henri IV de Salm et les moines bénédictins de Senones. Ce conflit se soldera par l'association des deux parties, qui partageront le bénéfice des forges de Grandfontaine. Ces sources ne livrent pour ainsi dire aucun détail sur la nature des activités sidérurgiques.

[37] Abbayes cisterciennes de Vaux et d'Ecurey, Prémontrés de Jandeures.

[38] Il s'agit ici de la tentative d'établissement, par le comte de Salm, d'activités sidérurgiques suite à la découverte de gisements ferrifères à Framont, alors intégré au temporel de l'abbaye.

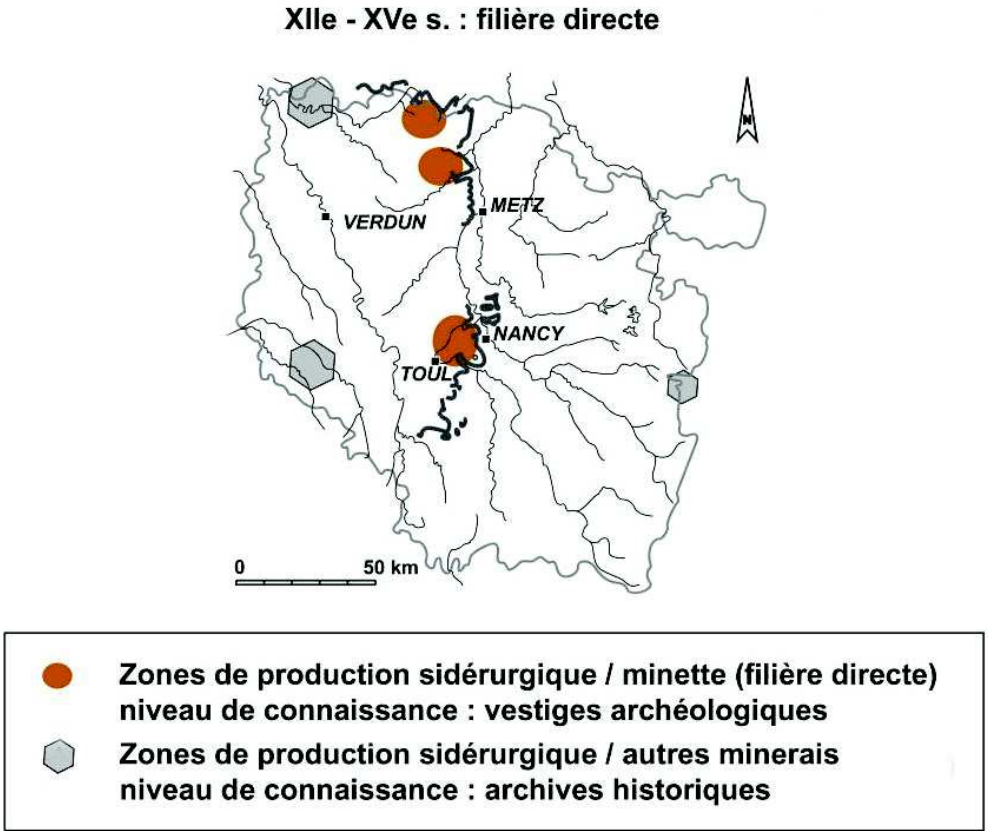


Figure 8 : Localisation des zones de production sidérurgiques en Lorraine. En orange : les centres documentés par les sources archéologiques et historiques ; en gris : les centres documentés par les sources historiques

Les sources documentaires médiévales évoquent ainsi des pôles d'activité situés dans des secteurs ne bénéficiant pas d'une documentation archéologique aussi riche que la Lorraine centrale et septentrionale. Les textes suggèrent que ces zones ont connu par ailleurs un dynamisme certain. Ces espaces constituent ainsi des secteurs d'intérêt potentiels qu'il faudrait étudier afin d'enrichir nos connaissances sur les activités sidérurgiques anciennes en Lorraine. Nous avons par conséquent pris le parti de réaliser des campagnes de prospection ciblées sur des zones présentant un fort potentiel archéologique. Rappelons que les analyses chimiques effectuées sur le mobilier collecté à l'occasion des prospections dans le Pays-Haut et le Plateau de Haye ont permis de distinguer les ateliers employant la *Minette lorraine* de ceux exploitant le *Fer fort.* La mise en œuvre d'une démarche similaire sur les secteurs bénéficiant d'une documentation archéologique moins importante permettrait de mettre en évidence des signatures chimiques distinctes de celles qui caractérisent la Lorraine centrale et septentrionale. Les opérations effectuées seront décrites en détail dans le chapitre 2 de ce manuscrit.

1.2.3.2. La question de la circulation du métal produit

Les informations à notre disposition permettent d'évaluer l'importance relative des volumes de fer produits en Lorraine centrale, des âges du Fer à la fin du Moyen Age. La question de la destination de cette production est par ailleurs abordée par le biais des documentations

archéologiques et historiques (Leroy M., p. 228 ; Leroy M. 2005 ; Horikoshi 2008, p. 482-489). La réalisation d'études archéométriques, basées sur le principe de la filiation chimique entre systèmes de réduction et produits sidérurgiques, pourrait aider à l'appréhension des modalités de circulation du fer en fonction du contexte socio-économique. Les changements d'échelle de production perceptibles au travers des périodes historiques en Lorraine constituent un cadre propice pour aborder cette question.

Face aux districts sidérurgiques majeurs de l'Antiquité romaine, les petits secteurs de production de Lorraine offrent l'image d'une activité de production primaire réduite. Ce n'est pas le cas de la métallurgie de transformation. Les fouilles réalisées tant en contexte urbain[39], que sur des agglomérations secondaires[40] ou des habitats de hauteur[41] révèlent l'ampleur des activités liées au travail du fer au cours de l'Antiquité en Lorraine. La matière première approvisionnant ces ateliers provient sans doute d'un centre sidérurgique majeur, tel que la Montagne Noire (Aude) (Domergue *et al.* 1993 ; Decombeix *et al.* 1998 et 2000), ou d'ampleur moyenne, tel que le Morvan-Auxois (Mangin *et al.* 1992) ou le complexe sidérurgique de la cité des Bituriges (Dieudonné-Glad 1992). Les campagnes de prospection systématique menées en Lorraine centrale et septentrionale ont toutefois révélé une activité de production primaire, de faible ampleur, à l'époque gallo-romaine. Ces unités de production ont pu alimenter, pour partie du moins, un réseau d'échange local. Un ensemble de mobilier métallique collecté au sein d'un contexte antique de consommation du métal sur le Plateau de Haye a permis d'aborder cette question dans le cadre du présent travail.

Selon les calculs de rendements effectués par M. Leroy (2005), plusieurs milliers, voire dizaines de milliers d'objets auraient pu être forgés à partir du métal produit par des ateliers altomédiévaux tels que Ludres – *Chaudeau* ou Messein – *Les Noires Terres.* Il est légitime de s'interroger sur la destination de telles quantités, même s'il est nécessaire de les pondérer par la durée de fonctionnement des ateliers. Il est également intéressant d'évaluer la part de la production destinée à couvrir des besoins locaux, et l'ampleur des réseaux d'échange à cette époque. Afin d'aborder ces problématiques, nous avons choisi d'étudier un contexte de consommation de métal situé en Lorraine centrale, et potentiellement approvisionné par des sources de métal locales.

La documentation, tant archéologique qu'historique, disponible pour le Moyen Age classique et le bas Moyen Age, met en évidence une croissance des activités sidérurgiques dans plusieurs secteurs de l'espace lorrain. Certaines sources, notamment l'engagère souscrite entre le comte de Bar et les bourgeois messins et portant sur la production des forges forestières de la forêt de Moyeuvre, livrent par ailleurs des indices relatifs à la destination du métal produit. Les créanciers devaient jouir, dans le cadre de cette mise en gage, d'une partie des revenus des établissements sidérurgiques. Une partie du fer issue de ce centre de production a pu par ailleurs alimenter la ville de Metz au Moyen Age. Cette question sera abordée par l'étude du métal disposé sur un édifice public de la ville.

[39] Tels que les quartiers artisanaux du *Pontiffroy* et de l'*Arsenal Ney*, à Metz – *Divodurum* (Bienfait 2002).

[40] Comme celle de Bliesbruck – *Steinfelder* (Petit, Mangin 1994 ; Bienfait 2002 ; Petit 2005). La fouille des quartiers artisanaux de l'agglomération a permis la mise au jour de plusieurs centaines de kilogrammes de déchets liés aux activités de post-réduction.

[41] Citons en exemple le cas du *Camp de la Bure* à Saint-Dié (Vosges). Dans ce contexte également, plusieurs centaines de kilogrammes de déchets liés aux activités de travail du fer ont été mises au jour (Tronquart 1987 ; Leroy M. 1996).

Les éléments présentés dans les parties 1.1. et 1.2. ont contribué à établir le cadre du travail présenté dans ce mémoire, en précisant les questions susceptibles d'enrichir notre perception de la place occupée par les activités sidérurgiques en Lorraine aux époques anciennes. Nous avons par ailleurs mis en évidence les spécificités du sujet, ayant trait pour partie à la nature des ressources minérales, et pour partie à l'histoire socio-économique de cet espace. Pour répondre à ces questions, nous avons pris le parti d'adopter une méthodologie mêlant approches archéométallurgiques et archéométriques. Nous développerons, au fil des parties suivantes, divers aspects théoriques et pratiques qu'il est nécessaire de considérer dans la réalisation d'une telle démarche.

1.3. La chaîne opératoire en réduction directe : description des systèmes opératoires et introduction à la notion d'héritage chimique

Nous nous attacherons, au cours de cette partie, à décrire l'ensemble des étapes de la chaîne opératoire de production du fer basée sur la réduction directe du minerai. Par le terme *chaîne opératoire*, nous désignons dans ce cas une succession d'opérations dévolues en premier lieu à la réduction de composés ferrugineux en métal, puis à la mise en forme de ce dernier afin d'obtenir le produit final. La restitution de la chaîne opératoire constitue l'un des axes de réflexion majeurs de la recherche paléosidérurgique. De nombreuses références traitent d'ailleurs de cette question[42]. La réalisation des opérations qui constituent cette chaîne opératoire implique la mise en œuvre de gestes techniques et partis pris de l'artisan, dépendants du contexte technique. Nous verrons que ces derniers influencent la structure et la composition chimique des constituants du produit sidérurgiques. Nous décrirons ainsi successivement chacune de ces étapes en précisant les processus chimiques et mécaniques mis en jeu.

1.3.1. Extraction et préparation du minerai

On désignera le minerai de fer comme une roche contenant des composés ferrugineux dont la nature et les quantités sont jugées propices à une exploitation dans des contextes technique et économique donnés. Ainsi, un minerai considéré comme impropre à une exploitation à une époque donnée peut avoir été exploité au cours d'une autre. Les gisements de ressources ferrifères sont,

[42] Citons notamment Anderson *et al.* 2003 ; Bauvais 2007 ; Bauvais, Fluzin 2009 ; Cleere 1972 ; Dunikowski *et al.* 1996 ; Eschenlohr *et al.* 2007 ; Fluzin 1983, 2002 ; Fluzin *et al.* 2001 ; Leblanc 2002 ; Leroy *et al.* 2000b ; Mangin 2004 ; Orengo 2003 ; Pleiner 1982, 2000, 2006.

tout du moins au sein de l'extension de l'actuel territoire français, relativement répandus et d'accès aisé. En effet, ils sont généralement superficiels et peuvent être extrait en mettant en œuvre des techniques relativement simples. La nature des gisements est diverse (Cf. Figure 9). Parmi les plus importants, citons les minerais sédimentaires marins, formés par la précipitation de composés ferrugineux en mer, généralement peu profonde. C'est le cas, comme nous le verrons plus loin, d'une grande partie des minerais de fer présents dans l'est du bassin parisien. On rencontre également des minerais issus de mécanismes d'altération. Parmi ces minéralisations, généralement superficielles, citons les minerais de type sidérolithique. Formés au cours de l'ère tertiaire, par le démantèlement de cuirasses latéritiques, ils constituent souvent le comblement de cavités d'origine karstique. Les chapeaux de fer sont également formés par des phénomènes d'altération superficielle[43]. Nous retiendrons enfin les gisements filoniens, formés par des mécanismes hydrothermaux (Serneels, dans Mangin 2004, p. 29-33).

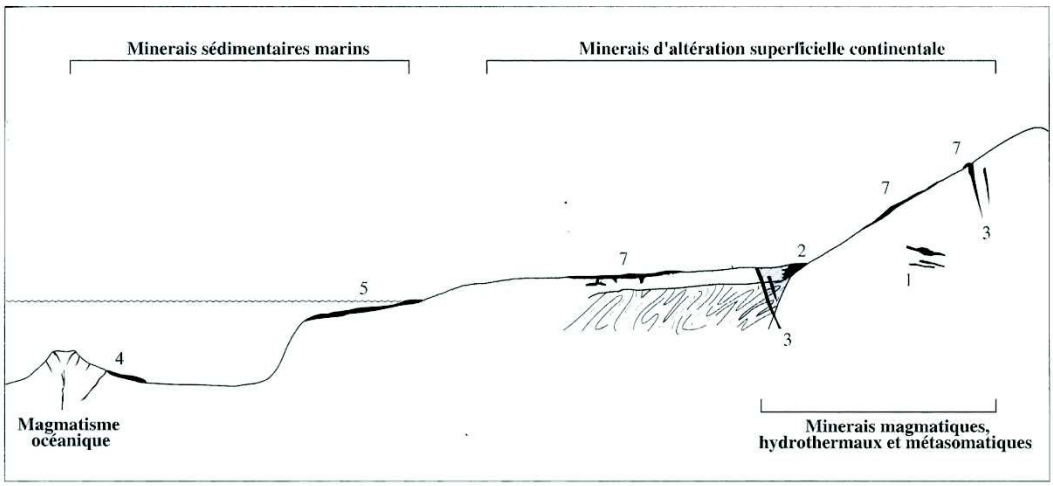


Figure 9 : Schéma présentant les principaux contextes métallogéniques des minerais de fer (Serneels, dans Mangin dir. 2004) : 1) minerais magmatiques ; 2) minerais métasomatiques de contact ; 3) gisements hydrothermaux (filons) ; 4) minerais volcano-sédimentaires exhalatifs ; 5) minerais sédimentaires marins ; 7) minerais issus de mécanismes d'altération superficielle

Les minerais de fer présentent, à l'instar des autres roches, des caractéristiques pétrographiques et chimiques reflétant leur histoire géologique. Ces caractéristiques résultent à la fois des conditions métallogéniques ayant contribué à la formation de la roche primaire et des processus d'altération de cette dernière. Ainsi, un minerai formé par des processus hydrothermaux présente une composition chimique différente d'un minerai formé à l'occasion de dépôts sédimentaires.

Les techniques mises en œuvre pour l'extraction du minerai dépendent de la nature du gisement. Les plus simples consistent à prélever simplement par ramassage les composés ferrugineux en surface ou dans le lit de cours d'eau. Ces méthodes d'acquisition ne laissent pas de traces visibles d'exploitation. Les minerais affleurant peuvent être exploités par le vidage des cavités karstiques, ou en réalisant des excavations de surfaces appelées minières, de forme circulaire ou linéaire. Ces formes d'extraction peuvent encore parfois être visibles actuellement. Les minerais

[43] Les sulfures de fer composant à l'origine ces formations sont altérés par les eaux de surface, formant ainsi des oxydes et oxyhydroxydes de fer.

sédimentaires peuvent nécessiter le creusement de galeries si le gisement n'est pas affleurant. Les principaux types de minéraux ferrugineux sont présentés dans le tableau suivant (Tableau 1) :

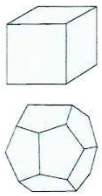
Nom	***Hématite***	***Magnétite***	***Goethite***	***Sidérite***	***Pyrite***	***Fe-chlorite***
Formule	Fe_2O_3	Fe_3O_4	FeOOH	$FeCO_3$	FeS_2	$Fe_6Si_4O_{10}(OH)_6$
% Fe	72,4	69,9	62,9	48,3	46,6	± 28
Famille	oxydes	oxydes	oxydes	carbonates	sulfures	silicates
Densité	5,26	5,18	4,37	3,96	5,02	3,5
Dureté Mohs	6	6	5	4	6	2
Particularité		magnétique				
Variété	oligiste		"limonite"		marcassite	chamosite
Couleur						
cristallisé	gris brillant	noir mat	noir brillant	brun	jaune brillant	verdâtre
terreux	brun, rouge		brun, jaune			verdâtre, noir
Gisement						
magmatique	veines	amas			amas, veines	
métamorphique	veines	skarns		amas, veines	amas, veines	couches
sédimentaire	couches	placers	couches	couches	imprégnations	couches
altération	chapeaux de fer latérites		chapeaux de fer latérites			
Cristaux	tabulaire	octoèdrique	botryoïdal	rhomboédrique	cubique	feuillet
						

Tableau 1 : Principaux types de minéraux ferrugineux (Serneels, dans Mangin 2004)

Les roches extraites subissent généralement une succession d'opérations destinées à améliorer la qualité de l'opération de réduction. La nature de ces opérations dépend de la nature du minerai. Pour la plupart des minerais de fer, des processus mécaniques et thermiques rudimentaires sont généralement suffisants. Ces derniers consistent en la fragmentation des matériaux extraits, qui peut être réalisée avec des masses métalliques ou même des blocs de pierre. L'objectif est de réduire les blocs extraits à un module grossièrement centimétrique, ainsi que de séparer les fragments de minerai les plus riches des parties plus pauvres (gangue). Le minerai peut également subir une opération de lavage. Si le minerai présente une gangue meuble (du type argiles), le lavage permettra de concentrer le minerai en débarrassant les concrétions ferrugineuses de cette dernière. Les traitements de nature thermique consistent à placer le minerai dans des foyers en aire ouverte. La chauffe des blocs, en atmosphère oxydante et à une température de quelques centaines de degrés, permet l'élimination de certains composés, notamment l'eau de constitution et la dégradation d'une partie des carbonates en dioxyde de carbone (Serneels 1993, p. 44 ; Chauvel, Vivet 2001).

A l'issue du procédé minéralurgique, le matériau extrait se trouve enrichi de façon plus ou moins importante en composés ferrugineux. De plus, la microfracturation de la roche provoquée par l'évacuation de l'eau et du CO_2 lors de la chauffe en aire ouverte améliore l'efficacité de la réduction du minerai, puisqu'elle permet une meilleure circulation des gaz réducteurs au sein du matériau. Cette succession d'opérations peut influer par ailleurs sur la composition chimique du minerai. En

cherchant à enrichir ce dernier, on provoque une diminution des teneurs des autres éléments composant le minerai, notamment la gangue. Ainsi, des fragments de minerai ayant subi des opérations minéralurgiques présenteraient une composition chimique différant de celle de la roche extraite.

1.3.2. Réduction du minerai de fer

1.3.2.1. Principe de l'opération

Afin de transformer le minerai de fer en métal, il est indispensable de réduire le premier, c'est-à-dire transformer les oxydes le composant en éléments métalliques. Avant la fin du Moyen Age, cette opération est réalisée par le procédé dit *direct*. La température de fusion du fer pur étant très élevée (1536°C sous 1 atm), la réaction est réalisée en phase solide, la température au sein du bas fourneau se situant environ entre 1100 et 1400 °C. Ce n'est qu'avec l'introduction du procédé dit *indirect* que le métal (en l'occurrence un alliage ferreux fortement carburé) subira une fusion. Nous décrirons plus précisément dans ces lignes la réduction du fer par le procédé direct.

Cette opération est réalisée dans une structure de combustion, foyer ou fourneau, pouvant présenter des morphologies très diverses. Certains éléments sont cependant récurrents ; cette structure sera ainsi toujours pourvue d'une ouverture supérieure permettant l'introduction de la charge (minerai, charbon,…) et d'une ou plusieurs ouvertures pratiquées généralement en sa partie inférieure, permettant d'insuffler de l'air, soit par une convection naturelle, soit par des dispositifs mécaniques (soufflets) (Cf. Figure 10). Différents aménagements peuvent être pratiqués selon les contextes (fosses de travail, dispositif d'évacuation de la scorie,…).

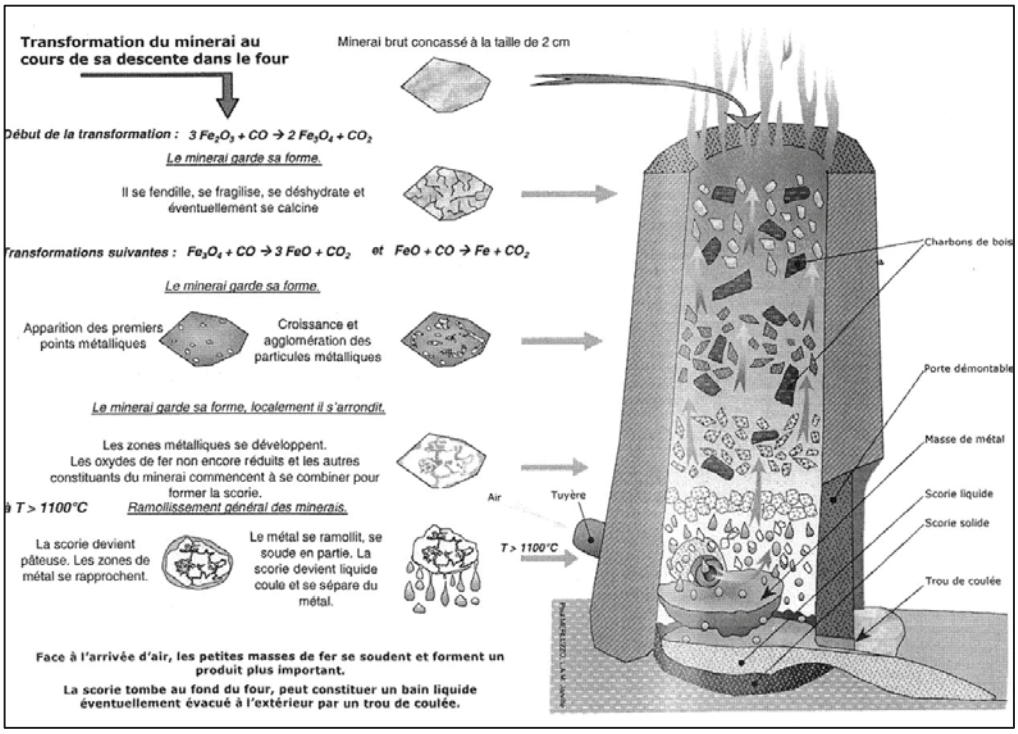


Figure 10 : Représentation schématique d'un bas fourneau à ventilation forcée (P. Merluzzo in Mangin 2004)

Quels que soient les partis pris dans la construction de la structure de réduction, sa fonction est dans tous les cas de permettre la meilleure interaction possible entre le minerai et l'agent réducteur. Ainsi qu'évoqué *supra*, le fer se présente majoritairement, à l'issue du processus minéralurgique, sous forme oxydée. Il faut ainsi rompre les liaisons entre les atomes d'oxygène et le fer par l'action d'un agent possédant un potentiel réducteur plus important que ce dernier. Cette action est assurée, en contexte de réduction directe du métal, par la combustion de charbon de bois. Cette dernière fournit au système à la fois l'agent réducteur, le monoxyde de carbone, et la température nécessaire à la réaction. Dans un premier temps, le minerai subira une déshydratation[44] et éventuellement une décarbonatation (Leroy, Merluzzo dans Mangin 2004, p. 54). L'obtention du métal passe par la réduction successive de plusieurs types d'oxydes, exprimée par les équations suivantes :

$$3Fe_2O_3 + CO \Leftrightarrow 2Fe_3O_4 + CO_2 \quad \textbf{(Équation 1)}$$

$$Fe_3O_4 + CO \Leftrightarrow 3FeO + CO_2 \quad \textbf{(Équation 2)}$$

$$FeO + CO \Leftrightarrow Fe + CO_2 \quad \textbf{(Équation 3)}$$

Les réactions de réduction sont d'autant plus importantes que la surface de contact entre le gaz réducteur et les oxydes de fer est importante. Les particules de fer métallique créées entrent en coalescence, menant finalement à une masse de fer brut plus ou moins dense, et de forme irrégulière, qualifiée de loupe ou d'éponge de fer, qui sera extraite de la structure de combustion à l'issue de l'opération de réduction. Cette masse métallique est constituée d'un alliage fer-carbone, hétérogène du point de vue de la concentration en carbone. Ainsi, le métal produit constitue un ensemble mixte de structures plus ou moins carburées. Cette masse métallique incorpore, en quantités variables, de la scorie de réduction* et des fragments de charbon de bois.

1.3.2.2. Les déchets associés à la réduction du minerai

- **La scorie de réduction.** Parmi les composés du minerai, seule une partie sera réduite au cours de l'opération. La majorité de ces derniers ne seront pas du tout réduits dans les conditions de fonctionnement d'un bas fourneau. La combinaison de ceux-ci avec une partie des oxydes de fer[45] forme un mélange dont le point de fusion est situé autour de 1200 °C, dénommé *scorie*. La majeure partie de la scorie s'écoule au fond de la cuve de la structure de réduction en fonction de sa fluidité. Ce matériau, principal déchet de l'opération, constitue un fossile des conditions de fonctionnement de cette dernière.

- **Les fragments de minerai.** Selon la conduite de l'opération, les blocs de minerai introduits dans la structure de combustion adopteront un état plus ou moins réduit.

[44] Plus ou moins importante en fonction des quantités d'eau de constitution résiduelles à l'issue du processus minéralurgique.
[45] La réduction des oxydes de fer n'est jamais totale. Une partie des oxydes, dont la proportion dépend du rendement de la réduction, ne seront pas réduits.

Certains de ces blocs ne sont pas agglomérés à la masse métallique principale au cours de l'opération. Il n'est ainsi pas rare de trouver, en contexte de réduction, de tels fragments, qui conservent en partie la forme du bloc de minerai.

- **Les fragments métalliques informes.** Ces fragments de métal, plus ou moins mêlés à de la scorie, sont formés au cours de la réduction et n'ont pas été agglomérés à la masse métallique principale

1.3.2.3. La scorie et les facteurs influant sur sa composition chimique

Des études pétrographiques et chimiques permettent d'obtenir des informations permettant de restituer en partie les conditions de l'opération de réduction, ainsi que la nature du minerai réduit. De nombreuses études ont ainsi été réalisées en vue de décrire ces caractéristiques, et d'établir une classification (Benoît, Guillot 1989 ; Serneels 1993 ; Jarrier 1995 ; Mahé-Le Carlier, Ploquin 1999 ; Fluzin *et al.* 2000). Nous ne rendrons pas ici compte de manière détaillée de ces travaux, mais présenterons les principales catégories de scories, en nous appuyant sur la typologie établie par A. Ploquin et C. Le Carlier (Ploquin *et al.* 1996 ; Mahé-Le Carlier 1997 ; Mahé-Le Carlier *et al.* 1998) (Cf. Tableau 2).

	Scories classiques du bas fourneau			
	Type 1	Type 2	Type 3	Type 4
Désignation	**Scories « denses » : Fe_2O_3>60%**	**Scories « mi-lourdes »**	**Quasi-laitiers: Fe_2O_3>20-30%**	**Laitiers : Fe_2O_3~15-20%**
Compositions	-si non calciques : fayalite (Fe_2SiO_4) + wüstite (FeO). -si elles sont calco-alumineuses : formation de cristaux de kirschteinite ($FeCaSiO_4$) et de mélilite ($(Ca,Na)_2$ (Mg,Fe,Al) [(Al,Si) SiO7]) -si elles sont alumineuses : formation d'hercynite ($FeAl_2O_4$).	scories souvent manganésifères, composés de Fe_2SiO_4, de FeO localisée, de fer en billes.	scories « légères » à mélilite, pyroxénoïde, parfois olivine. Présentent souvent une phase vitreuse.	composés principalement de matrice silicatée souvent vitreuse + pyrénoïde et fer (fonte) en billes.

Tableau 2 : Typologie chimico-minéralogique des scories issues de la réduction du minerai de fer (Leroy 2010 S., d'après Ploquin *et al.* 1996 ; Mahé-Le Carlier 1997 ; Mahé-Le Carlier *et al.* 1998)

Certains travaux ont démontré que la scorie n'est pas constituée uniquement des composants non réduits du minerai. D'autres matériaux pouvant entrer dans sa composition sont ici énumérés :

- **Les parois de la structure de combustion.** Au cours de l'opération de réduction, une fraction des parois constituant la structure s'altère sous l'effet de la chaleur. Des parties de ce matériau entrent alors en fusion et sont associées au liquide silicaté formé par la fusion d'une partie du minerai. Ce phénomène a été observé et étudié en diverses occasions. Des travaux menées sur des bases archéologique et ethnologique, dans un secteur de production sidérurgique associé à la culture matérielle Urewe (Afrique de l'Est), montrent l'influence des parois de structures de réduction sur la composition chimique de la scorie, mais sans proposer d'évaluation quantitative (Craddock *et al.* 2007).Le bilan matière effectué pour le contexte de réduction de Boécourt suggère par exemple que 3 kg de paroi ont réagi avec une charge contenant 30 kg de minerai (Eschenlohr et Serneels 1991). Pour le site de *Tell Hammeh*, 5,7 kg de paroi aurait réagi avec la même quantité de minerai (Veldhuijzen et Rehren 2007). P. Crew (2000) a quant à lui évalué l'influence de ces fragments de paroi sur la composition chimique de la scorie de réduction en proposant une représentation graphique des compositions chimiques de l'argile des parois et de la scorie de réduction normalisées par la signature chimique du minerai introduit dans le système à l'occasion de réductions expérimentales. Ce facteur a également été pris en compte dans la détermination du bilan matière d'expérimentations de réduction par V. Serneels (2002).

- **Le charbon de bois.** Le combustible ne se consume pas totalement au cours de l'opération. Plusieurs de ses constituants, tels que des minéraux alcalins (sodium, potassium), alcalino-terreux (magnésium, calcium), le phosphore et la silice forment un résidu incombustible, les cendres. Ces dernières sont également susceptibles d'être intégrées, en quantités plus ou moins importantes, dans la scorie. La masse de charbon employé est relativement importante, de 1,5 fois à 2 fois la masse de minerai introduit (Serneels 2002). Selon P. Crew (2000), la quantité de cendres produites approche 5 pourcents de la masse de charbon introduite dans le bas fourneau. La quantité de cendre produit est également dépendante de l'essence de bois employée à produire le charbon. De plus, seule une fraction variable de cette cendre (25 à 50% selon Serneels 2002) est incorporée à la scorie. L'influence des cendres sur la composition chimique de la scorie de réduction semble, selon P. Crew (2000), très variable. Dans certains cas, elle apparaît nulle, alors qu'elle est bien perceptible dans d'autres. Enfin, l'essence employée influe également sur la composition chimique des cendres, comme le suggère l'étude menée par J. Wattez (1988). De la même manière, la composition des cendres peut être influencée par la nature du substrat sur lequel l'arbre s'est développé.

- **Les ajouts* volontaires.** L'ajout, à la charge, de matériaux destinés à améliorer l'opération de réduction est attesté au sein de quelques contextes archéologiques. La caractérisation d'un type de scorie particulier[46] sur le site gallo-romain du *Latté*, à

[46] Décrit par les auteurs comme étant des quasi-laitiers, apparentés aux déchets de réduction du procédé indirect.

Oulches, a permis de démontrer l'utilisation, pour certaines opérations, d'un ajout de nature majoritairement calcique[47] (Mahé-Le Carlier *et al.* 1998).

- **Le mélange de minerais.** L'introduction conjointe de minerais de natures différentes dans un système de réduction a également été démontrée. V. Serneels (Serneels, 2000) a mis en évidence, sur le site médiéval de Liestal-Rösernthal, deux groupes de scories de réduction. Le premier est caractérisé par un taux d'oxydes de calcium très bas, le second par un taux compris entre 10 et 20 pourcents. Il a été démontré, que dans ce contexte, un minerai de fer oolithique était parfois adjoint au minerai de fer sidérolithique, dont l'emploi semblait privilégié.

Les facteurs pouvant contribuer à la composition chimique de la scorie sont divers. L'importance de cette contribution apparaît variable selon les conditions opératoires et les choix techniques (essence de bois utilisée pour produire le charbon, matériaux employés pour la confection de la paroi, ajout ou non d'un matériau destiné à améliorer l'opération de réduction,…). L'influence de ces facteurs sur la composition de la scorie de réduction dépend également de la nature du minerai (Desaulty *et al.* 2009). Comme le souligne V. Serneels (2002) dans le cas de l'étude du site altomédiéval de Boécourt (Jura Suisse), l'apport de calcium dû aux cendres de charbon est notable dans les scories de réduction, car le minerai sidérolithique employé en contient peu ou pas. Cet apport pourrait se révéler négligeable dans le contexte de réduction d'un minerai calcique. Afin d'évaluer l'importance des pollutions au cours de l'opération de réduction, il est pertinent de mettre en œuvre, quand cela s'avère possible, une démarche similaire à celle de P. Crew (2000)[48], afin d'identifier les éléments « pollués » au sein de la scorie de réduction.

1.3.3. Les opérations de post-réduction

Ce terme désigne les traitements mécaniques et thermiques appliqués à la masse de métal brute de réduction. Bien qu'il soit judicieux, considérant la nature des opérations et l'organisation de la production du fer, de distinguer l'épuration* du métal de sa mise en forme proprement dite, une partie des éléments du système opératoire et des déchets générés sont communs. Nous décrirons ainsi dans un premier temps les spécificités de l'une et l'autre étape de la chaîne opératoire, avant de présenter les types de déchets et sources de pollution communes.

1.3.3.1. Epuration - description de l'opération

L'épuration constitue la première étape de la post-réduction. Nous l'avons évoqué auparavant, le métal brut obtenu à l'issue de l'opération de réduction constitue une masse hétérogène composée de parties plus ou moins carburées, contenant en quantités variables scorie de réduction, fragments de charbon de bois et vacuoles. Le but recherché est d'obtenir un métal compact, et exempt de défauts pouvant engendrer un matériau de mauvaise qualité. Il faut donc

[47] Dont la part est évaluée à environ 10% de la charge.

[48] Rappelons qu'il s'agit d'obtenir une représentation graphique confrontant les compositions chimiques des matériaux et de la scorie de réduction, normalisées par la signature chimique du minerai introduit dans le système à l'occasion de réductions expérimentales.

extraire les fragments de charbons résiduels, expurger au maximum la scorie résiduelle et résorber les cavités. Une succession d'opérations est ainsi mise en œuvre dans ce but. Celle-ci a été restituée en particulier à partir de données expérimentales. P. Crew (1991) en donne une description précise et distingue trois étapes opératoires. Ces dernières consistent en une succession de chauffes dans un foyer ouvert[49] afin de maintenir la masse brute à une certaine température entre lesquelles le métal subit un martelage.

- **Le dégrossissage.** Cette première opération est réalisée dans le but de débarrasser la masse de métal d'une majeure partie de la scorie adhérente et du charbon de bois, et de souder les parties protubérantes du métal à la masse principale. Certaines de ces parties seront désolidarisées au cours de l'opération. Les phases de chauffe permettent également de « faire suer » la masse de métal, en faisant fondre partiellement la scorie.

- **Le compactage.** Cette action est destinée à évacuer une partie de la scorie résiduelle présente sous forme d'inclusions dans le métal. Notons toutefois qu'une partie de la scorie n'est pas expurgée de la matrice métallique et reste emprisonnée. Le compactage permet également la résorption des cavités présentes dans la masse métallique. Cette dernière présente, à l'issue de l'opération, un aspect plus régulier, et une première mise en forme peut être réalisée (semi-produit massif du type demi-produit bipyramidé).

- **La mise en forme.** Cette action ne doit pas être confondue avec la mise en forme d'un objet à proprement parler, réalisée au cours du travail de forge. L'objectif de cette étape est de donner au métal une forme définie (barre, bande de métal,…) à partir de laquelle on pourra mettre en forme l'objet.

Cette succession opératoire aboutit à la mise en forme d'un semi-produit, plus ou moins élaboré selon le stade auquel l'opération a été interrompue, lui-même déterminé par la qualité de métal désiré[50] (compactage ou mise en forme). Précisons que cette succession opératoire est une façon de catégoriser des faits techniques observés pour leur majorité d'un contexte expérimental. La quantité et la nature des opérations à réaliser sur une masse de métal brute peuvent varier de manière importante selon les cas (Leroy 1997, p. 201). De plus, les trois types d'actions énumérées *supra* ne sont pas obligatoirement réalisés au sein d'une même séquence de travail. On pourra se contenter dans certains cas d'un simple dégrossissage de la masse, qui sera commercialisée sous une forme encore relativement brute. C'est ainsi au forgeron effectuant l'élaboration du produit final qu'incomberaient les étapes plus avancées d'épuration du métal (Thouvenin 1984, p. 371).

[49] On mentionnera également une méthode alternative consistant à réintroduire la masse de métal brute dans le bas fourneau afin de provoquer la fusion de la scorie résiduelle (Serneels 1993, p. 48)

[50] Des critères d'évaluation de cette qualité ont été proposés notamment par Fluzin (Fluzin 2002) et Bauvais (Bauvais 2007, p. 35)

1.3.3.2. Les déchets spécifiques à l'épuration des masses de métal brutes

L'épuration du métal produit des déchets, plus ou moins métalliques ou scoriacés, qu'il peut être délicat de distinguer certaines catégories de déchets produits en contexte de réduction ou de forge. Nous ne décrirons ici que les déchets liés spécifiquement à l'épuration du métal. Il s'agit plus particulièrement de déchets métalliques.

- **Les fragments informes.** Ces résidus, généralement qualifiés de *gromps* (Nosek 1994), sont retrouvés en contexte de réduction et/ou d'épuration. Il s'agit de fragments centimétriques composés, en proportions variables, de scorie et de métal. Le degré de carburation de ce dernier est variable.

- **Les fragments métalliques facettés.** Ces résidus présentent une ou plusieurs surfaces planes, résultant du martelage de la masse brute au cours du compactage. Une surface irrégulière, issue de la désolidarisation du fragment de la masse principale, est observable dans tous les cas.

1.3.3.3. La mise en forme du produit fini - description de l'opération

Lorsque l'artisan dispose d'un matériau suffisamment épuré, il fera subir au métal une succession d'opérations destinées à lui donner les qualités désirées en fonction du produit final à élaborer, induites par sa fonction. Celles-ci sont très diverses mais peuvent être regroupées en deux catégories principales : il s'agit d'une part de la forme à donner à l'objet, et d'autre part des qualités physiques qu'il doit présenter afin de répondre à son emploi (Fluzin 1983).

Le travail de forge nécessite une structure permettant de porter le métal à température de travail. Les fouilles d'ateliers de forge anciens ont révélé des foyers ouverts, de formes diverses (circulaire, ovale, ou quadrangulaire) (Anderson *et al.* 2003, p. 87 ; Serneels, dans Chardron-Picault, Pernot 1999, p. 201-213). Le martelage suppose un support de frappe fixe sur lequel poser la pièce de métal travaillée. Les enclumes adoptent également une variété de formes, de tailles et peuvent être réalisées en différents matériaux (pierre, bois ou métal). Les enclumes peuvent être munies de divers aménagements selon le type d'action réalisée[51]. Les outils actifs (ceux que l'artisan tient en main) sont également variés, et sont plus ou moins spécifiques à une action. Parmi les principales catégories, citons ceux qui sont employés à frapper (marteau, masse,…), sectionner (tranche), ou maintenir (pinces) le métal (Serneels *et al.*, dans Mangin dir. 2004).

Afin d'acquérir les qualités requises, le métal subit une succession d'opérations mécaniques (par exemple martelage, pliage ou emboutissage) et thermiques (chauffe, trempe, carbonitruration ou cémentation). L'artisan peut également influer sur la nature du métal, en modifiant son taux de carburation. Mentionnons également que l'objet une fois façonné pourra, selon l'emploi auquel il est destiné, subir des opérations de finition. Parmi ces dernières, nous pouvons citer le polissage, la gravure ou le damasquinage*. Une séquence de travail en forge ne peut faire l'objet d'un schéma opératoire donné, tant la variété des produits (et partant leurs qualités intrinsèques) est grande.

[51] Citons la table, surface de frappe plane pour étirer le métal, ou la bigorne servant à courber tiges ou tôles.

1.3.3.4. Les déchets spécifiques aux opérations de forge

A l'instar des opérations d'épuration du métal brut, les séquences de travail en forge génèrent différents types de déchets, qui peuvent être scoriacés, métalliques ou mixtes. Certains types de déchets peuvent être attribués avec certitude aux opérations de forge.

- **Chutes métalliques élaborées.** Cette dénomination englobe tous les fragments métalliques présentant les indices d'une mise en forme poussée. Ils peuvent avoir une origine accidentelle, comme les écailles désolidarisées de la forme travaillée à cause d'un défaut structurel (paille*, fissure,…). Ils peuvent également avoir été chutés intentionnellement (pastilles de perçage, chute en bout, soie de préhension,…). Les études menées sur les déchets des contextes de forge de Châbles (Duvauchelle 2003) et de Villeroy – *La Plaine d'Herbier* (Riquier-Bouclet 2006) ont permis de définir les différentes catégories de déchets métalliques liés à cette activité.

- **Les battitures plates.** Ces résidus de module millimétrique sont de forme plate. Ils sont principalement constitués de magnétite, et d'une proportion plus ou moins importante de silicates, généralement de type fayalite*. Ces déchets particuliers se forment au cours du martelage des masses de métal. Ils ont été décrits en détail par J.-C. Leblanc (Leblanc 2002 ; Leblanc, Dabosi 2004). Selon J.-C. Leblanc (2002, p. 123), certains types de battitures* sont associés exclusivement à des opérations réalisées dans un contexte de forge. Il s'agit de battitures de forme lamellaire, soit fines en feuillet, soit épaisses et compactes.

1.3.3.5. Les déchets liés aux opérations de post-réduction

L'épuration du métal et le travail en forge génèrent en partie des déchets pouvant être confondus. Pour certaines catégories de déchets, les examens aux échelles macro- et microscopique ne permettent pas de distinguer ces deux phases de la chaîne opératoire (Fluzin 1994 ; Fluzin *et al.* 2000).

Les activités de post-réduction génèrent un produit spécifique, le culot de forge, ou scorie en calotte[52]. Ce dernier est constitué de divers éléments constituant le système opératoire : fragments de parois du foyer altérés, ajouts (décapants, antioxydants,…), cendres et fragments de charbon de bois. De plus une certaine quantité de métal est perdue au cours du processus, soit sous la forme d'oxydes, soit sous la forme de fragments métalliques. Les culots adoptent diverses morphologies. Plusieurs travaux ont permis de définir les critères d'identification les plus pertinents et de constituer des typologies (Dunikowski *et al.* 1996 ; Serneels, Perret 2003 ; Anderson *et al.* 2003, p. 161-165 ; Eschenlohr *et al.* 2007, p. 30-54 ; Le Carlier *et al.* 2007). Les scories en calotte se forment par des apports, dans le foyer, de matériaux divers en quantités plus ou moins importantes. La nature et les proportions dans lesquelles ces apports sont présents influent sur le type de scorie générée. Trois

[52] Cette appellation est due à une morphologie particulière, plano-convexe, que présentent la plupart des déchets scoriacés produits par les opérations de post-réduction.

faciès minéralogiques majeurs ont été définis afin de décrire les scories en calotte (Dunikowski *et al.* 1996 ; Serneels, Perret 2003 ; Eschenlohr *et al.* 2007, p. 55-57). Ces derniers sont brièvement décrits :

- **Les culots de scorie ferreuse rouillée (SFR).** Ces scories en calotte se caractérisent par le développement de rouille sur leurs surfaces. De densité importante, ces calottes sont composées majoritairement de scorie de couleur gris sombre. Les surfaces présentent un aspect rugueux et déchiqueté. Les examens métallographiques ont révélé que ces calottes étaient composées majoritairement de fayalite contenant une proportion importante d'oxydes de fer sous forme de globules et de dendrites de wüstite. Du fer métallique peut également être présent dans la matrice scoriacée.

- **Les culots de scorie argilo-sableuse (SAS).** Ces scories sont formées par la fusion partielle de matériaux argilo-sableux. Leur aspect extérieur se caractérise par une coloration pouvant fortement varier. Généralement de couleur claire (beige ou jaunâtre), elle peut également présenter des couleurs vives. La densité du matériau est faible. Les cassures révèlent une porosité importante ; certaines cassures présentent même l'aspect d'une mousse. Les formes de ces scories sont également variables. La forme des culots de cette nature n'est généralement pas plano-convexe. Il s'agit plutôt de fragments irréguliers.

- **Les culots de scorie grise dense (SGD).** Ce terme désigne les scories en calotte dont le faciès dominant est fayalitique*. La scorie présente une densité apparente importante. Contrairement aux autres catégories décrites *supra*, le matériau apparaît également plus homogène, marqué par une porosité faible. La couleur varie du vert jaunâtre au gris métallique. L'examen à l'échelle microscopique révèle également une proportion variable d'oxydes de fer sous la forme de dendrites ou globules de wüstite. La forme des calottes constituées majoritairement de SGD est généralement régulière et de forme plano-convexe.

Les scories en calotte ne sont pas systématiquement composées d'un seul faciès pétrographique. Des culots mixtes sont régulièrement observés, constitués de deux ou trois de ces faciès en proportions variables. Une classification basée sur ce critère et constituée de neuf catégories a été employée lors de l'étude d'ateliers de forge liés à une carrière de meules, à Châbles – *Les Saux* (Anderson *et al.* 2003, p. 158-163, Serneels, Perret 2003). Les calottes peuvent par ailleurs présenter une stratification de matériaux de faciès différents.

Il peut paraître délicat de distinguer précisément les scories en calotte générées lors des premières étapes de post-réduction (épuration) de celles produites lors des étapes plus avancées. Quelques indices peuvent toutefois aider à cette identification. Les culots d'épuration sont constitués par l'accumulation, au fond du foyer, de la scorie de réduction évacuée de la masse de métal, contenant des oxydes de fer issus de l'oxydation superficielle de la masse de métal brute en quantités variables. Ils sont majoritairement composés de SGD, et peuvent contenir des parcelles métalliques aux contours plus ou moins altérés (Jarrier 1995 ; Mangin *et al.* 2000 ; Bauvais 2007 p. 270 ; Bauvais, Fluzin 2009). C'est la présence de fragments métalliques identifiés comme étant des

fragments de loupe qui permettent de distinguer ces culots dans le cadre de l'étude des déchets métallurgiques de Develier-Courtételle[53] (Eschenlohr *et al.* 2007, p. 55).

- **Les battitures.** Hormis les cas spécifiques aux contextes de mise en forme du métal décrits *supra*, la quasi-totalité des types de battitures sont communs aux étapes d'épuration du métal et de forge. Elles peuvent être de morphologie lamellaire, globulaire ou granulaire.

- **Les parois de foyer et tuyères.** Le matériau argilo-sableux constituant les parois des structures de chauffe subissent une dégradation due aux chauffes, ce qui nécessite des réfections régulières. Les fragments de parois altérés par la chaleur présentent les traces d'un impact thermique dont l'intensité est variable, présentant divers états de rubéfaction, parfois même une vitrification du matériau. Les indices de certains aménagements du foyer peuvent également être retrouvés, notamment liés à la ventilation (tels que tuyères ou blocs-tuyères).

1.3.3.6. Les sources de pollution potentielles pouvant affecter la signature inclusionnaire du métal au cours des opérations de post-réduction

Les facteurs pouvant influencer la composition de la scorie au cours des opérations de post-réduction sont, à l'instar de la réduction, les cendres issues de la combustion du charbon de bois, des fragments de paroi de foyer altérés, ainsi que de potentiels ajouts. Ces derniers sont destinés, au contraire des ajouts de réduction, à protéger le métal d'une oxydation de surface, l'atmosphère dans les foyers d'épuration étant plus oxydante que celle d'un bas fourneau. La réaction entre ces matériaux argilo-sableux et la surface oxydée du métal tend à former un silicate de fer de type fayalitique. Divers aspects de l'emploi de ce type d'ajout sont abordés dans différents travaux (Serneels 1993, p. 49-51 ; Dunikowski *et al.* 1996 ; Ploquin *et al.* 1998 ; Leblanc 2002, p.64-65 ; Le Carlier *et al.* 2007). Une fraction de ce matériau peut être incorporée dans le métal en cours de travail, et former de nouvelles inclusions. La composition chimique de ce matériau n'est par conséquent pas caractéristique du système de réduction. Quoi qu'il en soit, une fraction plus ou moins importante de la scorie créée lors de la réduction du minerai reste piégée dans le métal à l'issue de l'épuration (Crew 1991 ; Doswald 1994 ; Dillmann 1998), ainsi qu'à l'issue de la mise en forme du produit fini.

[53] L'identification certaine de fragments de métal de réduction nous apparaît toutefois délicate, puisque des parcelles métalliques fortement altérées et déstructurées peuvent également présenter cet aspect dans un contexte de forge.

1.3.4. Recyclage du métal

1.3.4.1. Principe de l'opération

Au terme d'une période de consommation, le produit métallique, usé, est inutilisable. Il peut faire l'objet de réparations mineures ou être conservé en vue du recyclage du métal. Il est nécessaire de distinguer plusieurs pratiques de recyclage. L'objet usé peut être réutilisé pour façonner un nouveau produit. Les fragments de métal usagés peuvent également être réservés afin d'être agglomérés à haute température[54]. Une fois porté au blanc soudant, le métal adopte un comportement semblable aux particules métalliques dans le bas fourneau, et coalesce. Cette opération peut être pratiquée dans un foyer employé en contexte de forge et met en œuvre des outils et gestes techniques largement communs aux opérations de post-réduction. Le produit est une masse composée de métal aggloméré, similaire à une loupe de fer. Cette masse brute est *a priori* travaillée de la même manière que la loupe de fer issue du bas fourneau.

1.3.4.2. Indices en faveur de la pratique du recyclage

Peu d'éléments archéologiques sont susceptibles de mettre en évidence une activité de recyclage au sein d'un atelier de post-réduction. Les déchets résultant du travail de métal produit par ce biais sont très similaires, voire identiques à ceux décrits au fil de la sous-partie précédente. Quelques indices spécifiques peuvent toutefois être corrélés à cette pratique. Il s'agit notamment de culots de forge, denses et magnétiques, dont l'observation des surfaces peut révéler des éléments métalliques, présentant parfois des formes régulières. La morphologie de ces éléments évoque des fragments de produits ouvragés, tels que des têtes ou des tiges de clou. D'autres indices montrent ponctuellement la mise en œuvre de recyclage du métal au sein d'ateliers de post-réduction. A Hettange-Grande (Moselle), un cul d'amphore rempli de métal de récupération vraisemblablement destiné à être recyclé a été mis au jour dans un espace de travail du fer (Serneels *et al.* 2004, p. 110).

1.3.5. La chaîne opératoire en sidérurgie ancienne, des systèmes techniques complexes

La brève description de la chaîne opératoire que nous venons de réaliser permet d'appréhender la diversité la caractérisant sur plusieurs plans. Au cours des âges du Fer, l'emploi des alliages ferreux, auparavant réservée à quelques catégories d'objets prestigieux (parure, armement,…), s'étend à une multitude de sphères d'activité (artisanales, domestiques, agricoles,…). Les produits sidérurgiques ont adopté des morphologies et des qualités physiques adaptées à une variété de besoins fonctionnels. La polyvalence du matériau a été exploitée par l'artisan en employant une large palette de gestes techniques, nécessitant des outils plus ou moins spécifiques à

[54] Ce même procédé peut être mis en œuvre en employant des résidus métalliques issus de la réduction du minerai. Ainsi, les fragments métalliques informes, ou *gromps*, peuvent être agglomérés par ce biais.

ces derniers. Les recherches en paléométallurgie menées depuis la fin des années 1980[55] mettant en regard les apports de démarches issues de champs disciplinaires variés (archéologie, histoire, science des matériaux, ethnologie,…) ont permis une avancée substantielle dans la perception et la restitution de cette chaîne opératoire. Il est ainsi possible, à travers l'étude de la structure et de la chimie des produits et déchets sidérurgiques, d'appréhender les étapes de la fabrication d'un artefact ainsi que ses principales caractéristiques. L'étude des déchets sidérurgiques a également permis, dans certains contextes, d'évaluer les volumes de métal produits et transformés par les ateliers sidérurgiques (Leroy M. 2005 ; Eschenlohr *et al.* 2007, p. 167-173).

1.4. L'héritage chimique du minerai en sidérurgie ancienne : principe et démarches archéométriques

De nouvelles perspectives sont offertes par la caractérisation des matériaux afin de traiter de la question de l'héritage chimique du minerai, et plus largement, de la circulation du métal produit par le procédé direct. Des développements méthodologiques récents (Desaulty 2008 ; Desaulty *et al.* 2009 ; Leroy S. 2010 ; Leroy S. *et al.* 2012) ont montré qu'il était possible, dans certains cas, de déterminer l'origine de lots d'artefacts ferreux retrouvés en contexte de consommation. Cette démarche est basée sur une approche géochimique. Les minerais peuvent être en effet distingués en fonction de leur signature chimique, et plus particulièrement de leur composition en éléments traces. En considérant des rapports élémentaires pertinents (Hagemann, Treuil 1998 ; Joron, Treuil 1977) il est ainsi possible de distinguer des roches issues de contextes structuraux différents. Ce principe peut être appliqué à la recherche en paléosidérurgie, en distinguant les roches ferrifères (les minerais) exploitées. Il est également possible d'établir, dans certains cas, une compatibilité chimique entre des systèmes de réduction et les produits sidérurgiques qui en sont issus (Desaulty 2008). Nous nous attacherons ainsi à décrire, au fil de cette partie, les principes géochimiques régissant ces approches, et à présenter les principales démarches entreprises récemment en vue d'établir une filiation chimique. Ces méthodes feront également l'objet d'une discussion.

[55] Parmi les principales références, citons : Fluzin 1983 ; Serneels 1993 ; Mangin dir. 1994 ; Dunikowski et al. 1996 ; Leroy 1997 ; Domergue, Leroy dir. 2000 ; Fluzin 2002.

1.4.1. L'influence des conditions opératoires sur le comportement des éléments chimiques en sidérurgie ancienne

Les éléments chimiques constituant la charge de la structure de réduction (minerai, charbon de bois, ajout éventuel) adoptent un comportement spécifique au cours de la réduction. Au cours de l'opération, l'élément réducteur, à savoir le monoxyde de carbone, dissocie les atomes d'oxygène des oxydes. Cette réaction dépend de la température et de la pression des gaz régnant au sein du système. Les conditions thermodynamiques dans lesquelles chaque oxyde composant la charge est réduit sont exprimées par une fonction nommée *enthalpie libre*.* Le diagramme d'Ellingham présenté ci-dessous montre les fonctions d'enthalpie libre de plusieurs oxydes typiquement présents dans une charge introduite dans une structure de réduction (Cf. Figure 11).

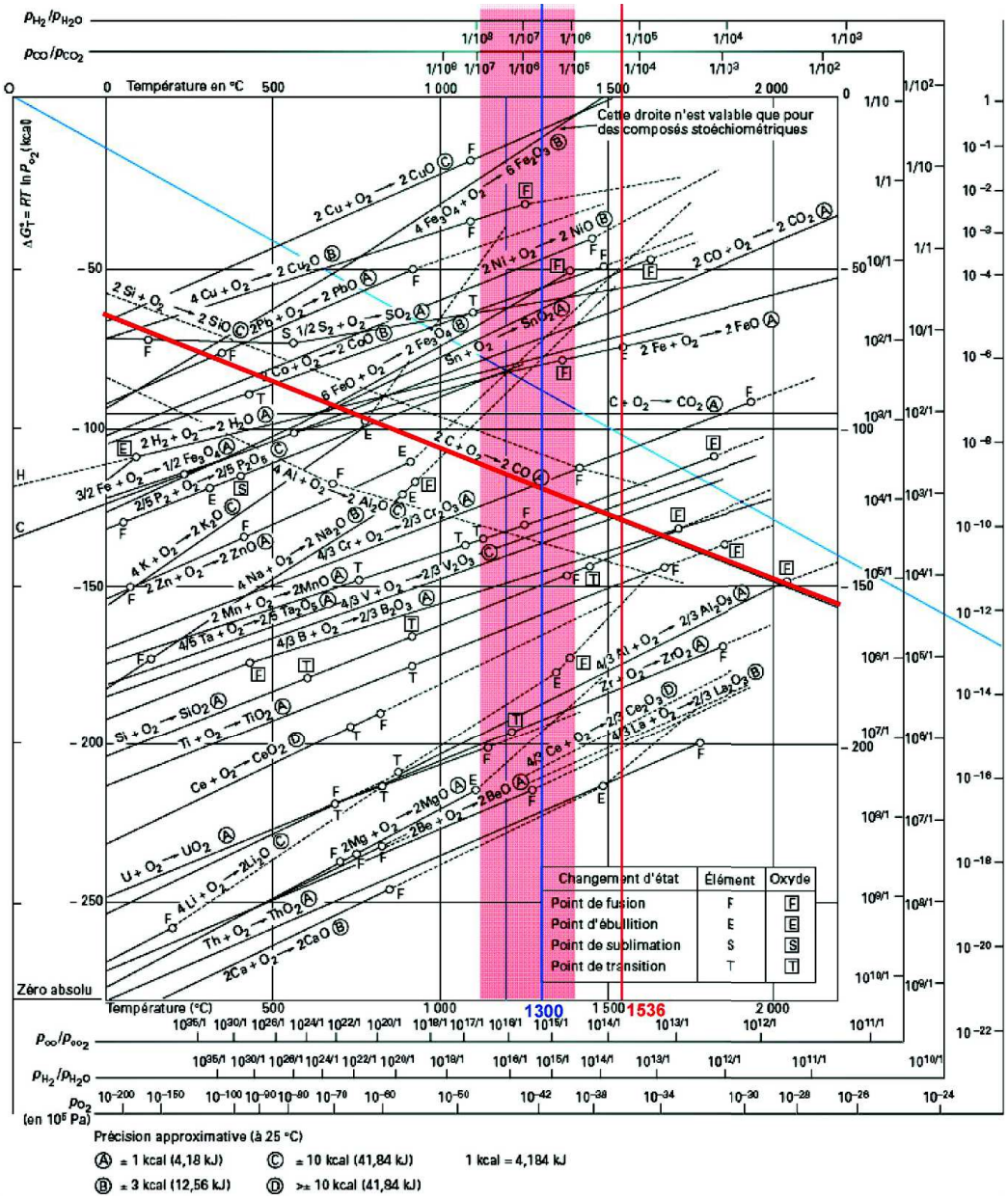
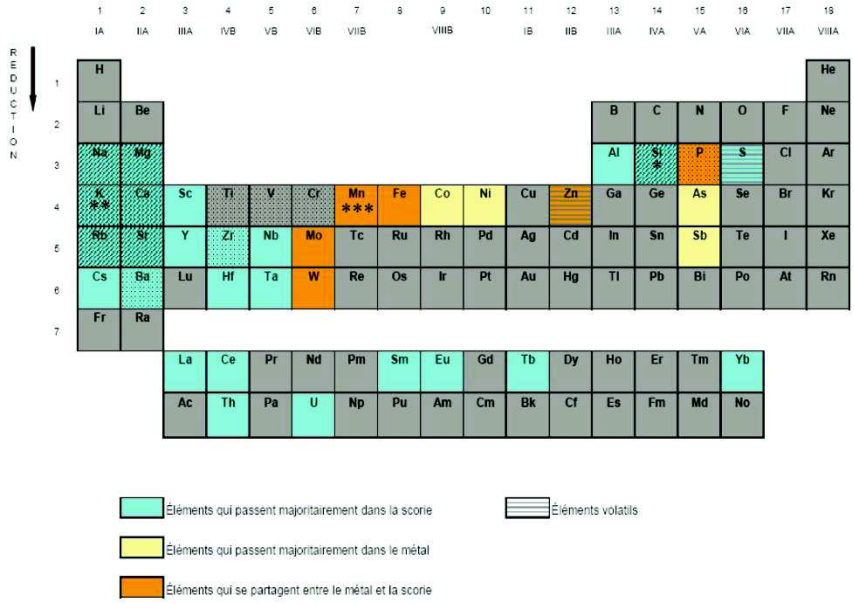


Figure 11 : Fonctions d'enthalpie libre de quelques oxydes en fonction de la température au sein de la structure de réduction (d'après Blazy, Jdid 1997)

Contrairement aux autres éléments, l'enthalpie de la réaction d'oxydation du carbone diminue avec la température. Ce phénomène est représenté sur le graphique par la droite rouge. Cette dernière est sécante avec la plupart des droites représentant les fonctions d'enthalpie des autres éléments chimiques. Le carbone peut ainsi être considéré comme réducteur de certains oxydes à une température donnée. L'abscisse de l'intersection entre la fonction du carbone et celle d'un oxyde donné représente la température à partir de laquelle ce dernier est réduit. Pour un couple oxydo-réducteur donné, le domaine situé au-dessus de la droite représentant la fonction d'enthalpie est celui au sein duquel l'oxyde est stable. L'intervalle de températures surligné représente les conditions de fonctionnement d'une structure de réduction par le procédé direct. Les éléments dont les droites coupent celle du carbone à une température bien supérieure ne seront ainsi pas réduits dans ce contexte.

Notons que le diagramme décrit des interactions intervenant dans un milieu homogène, ce qui n'est pas le cas des systèmes étudiés. C'est par l'observation de matériaux archéologiques et le recours à l'expérimentation que le comportement de certains éléments (notamment les majeurs) a pu être vérifié en pratique (Buchwald, Wivel 1998 ; Starley 1999 ; Crew 2000 ; Dillmann, L'Héritier 2007 ; Humphris *et al.* 2009).

Les travaux menés par P. Crew sur du matériel expérimental (Crew 2000, XP63), en comparant les teneurs élémentaires du minerai et des produits de l'opération, permettent de définir le comportement des éléments traces au cours de la réduction selon le procédé direct. Le fait que les éléments traces entrant dans la catégorie des terres rares (lanthanides, ainsi que le thorium et l'uranium) migraient intégralement dans la scorie de réduction constitue le résultat le plus marquant de cette démarche. Il montre, par le même biais, que certains éléments (Cr, Co, Ni, As,…) semblaient se répartir entre la matrice métallique et la scorie de réduction. V. Serneels a par ailleurs considéré le comportement d'éléments traces au cours de l'opération de réduction. Il a également observé que certains d'entre eux (plus particulièrement Cr et V) ne migraient pas exclusivement dans le produit métallique ou les déchets scoriacés (Serneels 1993, p. 147). Les résultats d'une étude menée plus récemment sur du matériel expérimental concordent avec les conclusions de P. Crew et V. Serneels, en mettant en évidence un enrichissement en Co, Cu, Ni et As dans le métal (Senn *et al.* 2010). A.-M. Desaulty a adopté une démarche similaire à celle présentée par Crew afin d'établir une synthèse sur le comportement des éléments traces au cours de la réduction, à la fois par les procédés direct et indirect. Le tableau suivant présente le comportement des éléments tel que défini par A.-M. Desaulty à partir de résultats expérimentaux (Cf. Figure 12).



- * : la teneur en Si dans le métal est inférieure à 0,02-0,04%$_{mass}$ selon Buchwald & Wivel (1998)
- ** : Crew (2000) montre que K sort en partie du système car il est volatil.
- *** : très majoritairement le Mn passe dans la scorie mais de très faibles quantités pourraient être réduites, notamment sous la forme d'un carbure mixte de manganèse et de fer (dès 1223°C) (Truffaut, 1994). Selon Buchwald & Wivel (1998) les teneurs en Mn sont généralement inférieures à 0,02-0,04%$_{mass}$.

Figure 12 : Comportement de certains éléments chimiques constitutifs des minerais de fer lors de la réduction selon le procédé direct (Desaulty 2008)

Notons que le comportement de certains éléments traces de la série des lanthanides tels que Pr ou Gd n'a pas été défini par le biais de cette étude.

Trois types de comportement des oxydes au cours de la réduction du minerai de fer ont ainsi été définis par Desaulty (Desaulty 2008, p. 34) :

- Les oxydes réduits à une température relativement faible migrent majoritairement vers la masse métallique produite au cours du processus. Ces éléments seront qualifiés de *sidérophiles** au cours de ce travail. Il s'agit de As, Co, Ni, Sb.

- Les oxydes se réduisant à des températures proches ou légèrement supérieures aux conditions opératoires en contexte de réduction directe. Ces composés subissent un partitionnement entre la matrice métallique et la scorie de réduction. Il s'agit notamment du phosphore (et de manière moins importante, du manganèse) pour le procédé direct. Dans un contexte de réduction indirecte, d'autres composés tels que Si, seront partiellement réduits.

- Les oxydes se réduisant à une température élevée, jamais atteinte dans les conditions opératoires caractérisant la réduction de minerais de fer. Ces oxydes migrent totalement dans la scorie de réduction. Ils seront qualifiés de *lithophiles** dans le cadre de ce travail. L'observation du diagramme d'Ellingham permet d'attribuer Al, Ca, Ce, Th, U, *etc.* à cette dernière catégorie. Ces oxydes sont souvent dénommés *Composés non réduits* (NRC) dans la littérature.

Desaulty a par conséquent proposé une synthèse des comportements des oxydes constitutifs du minerai au cours de l'opération de réduction (Desaulty 2008). La migration des composés au sein de l'un ou l'autre des produits de l'opération est ainsi résumée par la Figure 13[56].

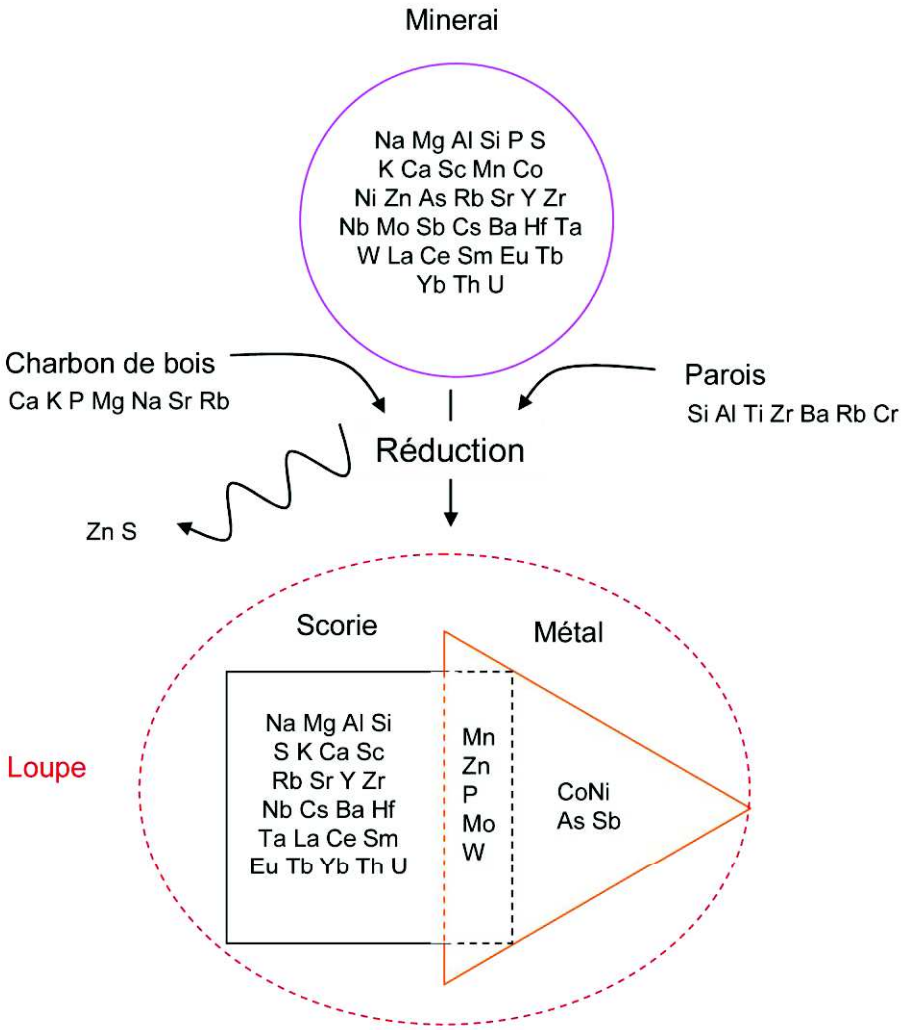


Figure 13 : Comportement des éléments au cours de l'opération de réduction en filière directe (Desaulty 2008)

1.4.2. *L'importance de l'influence des éléments du système opératoire sur la composition chimique de la scorie de réduction*

Un second facteur régit la concentration des éléments chimiques dans les matériaux produits par la réduction du minerai : il s'agit de la composition chimique des constituants du système opératoire. Ainsi que nous l'avons décrit *supra*, la scorie de réduction est constituée majoritairement des oxydes non réduits du minerai. Toutefois, ainsi que le suggèrent les travaux présentés

[56] Une étude similaire a été effectuée par A.-M. Desaulty pour la réduction indirecte, et est présentée dans Desaulty 2008, p. 223.

précédemment[57], les cendres de charbon de bois, les fragments de paroi altérés et d'éventuels ajouts sont susceptibles d'influer de façon plus ou moins marquée sur la composition chimique de la scorie de réduction. Nous détaillerons ici plus particulièrement les éléments caractéristiques de chacune de ces sources :

- **Le charbon de bois.** Les résultats d'opérations de réduction expérimentales (Crew 2000 ; Serneels 2002 ; Chauvel 2006) ainsi que l'étude de matériel archéologique (Kronz 2003), ont permis de définir quels oxydes étaient majoritairement apportés par cette source. En plus des éléments majeurs évoqués précédemment (sous-partie 1.1.2.), il a été montré que plusieurs éléments traces pouvaient être incorporés à la scorie de manière substantielle. Il s'agit notamment de Ba, Rb, Sr et Zr. P. Crew (2000) précise également que l'influence des cendres de charbon de bois sur la composition de la scorie est variable. Cette influence peut s'avérer suffisamment faible pour estimer que la scorie n'est pas polluée de manière significative par les cendres de charbon de bois.

- **Les fragments de paroi.** Ce matériau, de nature argilo-sableuse, est incorporé en quantités variables dans la scorie de réduction, en fonction de la dégradation des parois de la structure au cours de la réduction. Les principaux éléments composant ce matériau sont Si, Al, Na, Ti, Zr selon les expérimentations de P. Crew (2000) et V. Serneels (2002). L'influence de la composition de la paroi sur la scorie obtenue à l'issue de la réduction d'un minerai d'hématite manganésifère a été estimée par M. Senn *et al.* (2010).

- **Ajouts de réduction.** Bien que l'emploi de matériaux destinés à faciliter la réduction du minerai soit attesté pour un nombre de cas relativement restreint, il semble que les ajouts de nature calcique aient été privilégiés (Mahé-Le Carlier *et al.* 1998 ; Serneels 2000). Les quantités d'ajouts calciques apportés au système ont à ce propos été évaluées à 10% de la charge dans le cas de l'atelier sidérurgique du *Latté*, à Oulches (Mahé-Le Carlier, Ploquin 1999). M. Charlton *et al.* (2010) évoquent également l'intérêt d'employer des ajouts de nature calcique afin d'améliorer le rendement de la réduction. L'emploi d'un ajout de nature siliceuse est par ailleurs attesté en Afrique, afin de réduire des minerais très riches en oxydes de fer (Rehren *et al.* 2007). L'emploi de ces types d'ajouts aurait ainsi une influence non négligeable sur la composition chimique de la scorie de réduction, en augmentant la fraction calcique ou siliceuse.

La consultation des sources bibliographiques traitant de la question des apports chimiques issus des composantes du système de réduction permet de définir quels sont les oxydes susceptibles d'être affectés par des phénomènes de pollution sensibles. Ces oxydes ont été évoqués *supra* à l'occasion de la description des composantes du système de réduction. Il apparaît également que l'influence de ces apports est variable. Elle dépend évidemment des quantités de paroi, de cendres ou d'ajouts participant à la composition chimique de la scorie de réduction.

[57] Cf. paragraphe 1.3.2.3.

La signature chimique du matériau polluant constitue un autre facteur déterminant. La composition chimique des cendres de charbon de bois dépend en effet de l'essence de bois employée, ainsi que de la nature du substrat. La composition chimique des parois des structures de réduction dépend quant à elle de la nature des matériaux utilisés pour la confection de la terre. On ne doit également pas oublier, ainsi que l'évoquent A.-M. Desaulty *et al.* (2009), que l'importance de l'apport de ces composantes dépend directement de la composition chimique du minerai. Ainsi la composition chimique de la scorie issue de la réduction d'un minerai riche en oxydes de calcium est peu affectée par des cendres de charbon de bois calciques. La mise en évidence de la variabilité des apports constitue, à notre sens, un apport majeur des démarches entreprises en vue de dresser des bilans matière de l'opération de réduction par le biais du procédé direct. Nous avons ainsi comparé les résultats obtenus par A.-M. Desaulty (2008) et S. Leroy (2010), en appliquant la démarche proposée par P. Crew (2000) afin d'identifier les effets d'enrichissement issus de la réduction du minerai, pour chaque élément chimique considéré (Cf. Figure 14).

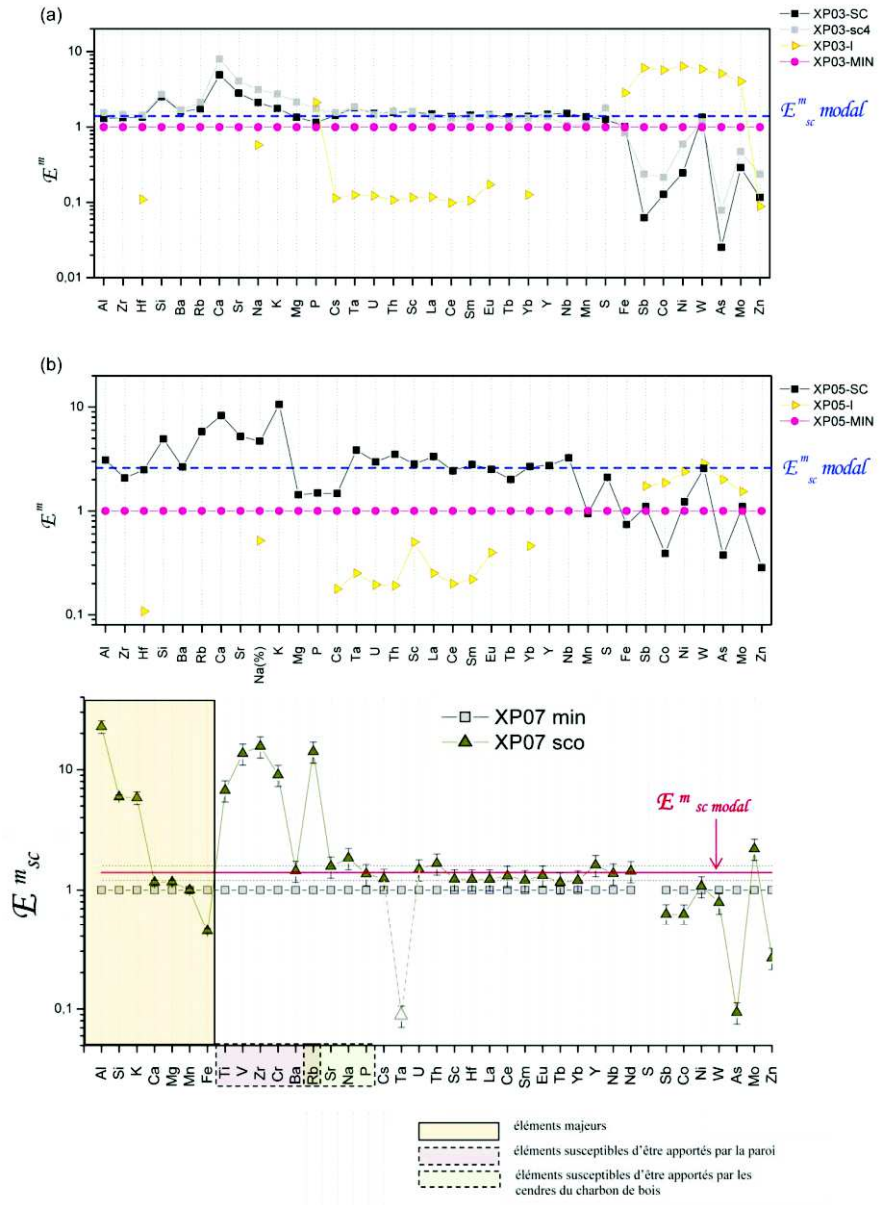


Figure 14 : Compositions chimiques de produits obtenus à l'issue de trois campagnes expérimentales ; les résultats sont normalisés à la composition du minerai réduit (sources : Desaulty 2008 pour XP 03 et 05, et Leroy S. 2010 pour XP 07)

La comparaison des résultats issus de trois campagnes expérimentales montre bien que les effets d'enrichissements affectent la composition de la scorie de réduction de manière variable. Alors que les réductions XP03 et 05, réalisées à partir d'un minerai brayon[58], n'ont abouti à aucun effet d'enrichissement de l'aluminium dans les scories, XP07, employant un minerai ariégeois[59], présente un facteur très élevé. A l'inverse, alors qu'A.-M. Desaulty met en évidence une pollution notable en calcium dans la scorie produite expérimentalement, S. Leroy n'observe rien de tel.

Ce constat amène à prendre en compte les spécificités de chaque contexte de réduction défini par la nature des matériaux employés dans les activités de production paléosidérurgique. Un élément considéré comme fortement pollué dans un cas ne le sera pas dans d'autres. Il faudrait ainsi, quand cela est possible, réaliser une démarche similaire pour chaque contexte étudié en vue d'identifier les effets d'enrichissement, ainsi que les oxydes, traces ou majeurs, représentatifs de la composition chimique du minerai dans la scorie de réduction.

1.4.3. Facteurs influant sur la signature chimique inclusionnaire au cours des opérations de post-réduction

Nous venons de définir les facteurs exerçant une influence sur la composition chimique du métal et de la scorie au cours de l'opération de réduction. Il est possible à ce stade de qualifier chimiquement les produits de cette opération (masse de métal brute et scorie de réduction) en prenant soin de sélectionner les éléments chimiques les plus pertinents. Rappelons que la scorie de réduction est présente dans la masse de métal sous forme d'inclusions piégées dans la matrice métallique. La composition chimique de ces inclusions constitue ainsi la signature chimique inclusionnaire du métal brut. Cette signature peut être altérée au cours des phases de travail de post-réduction. Soumis à plusieurs sources de pollutions (parois de foyer, charbon de bois, ajouts de forge), que nous avons décrites auparavant, le métal travaillé est susceptible d'incorporer des matériaux dont la composition chimique n'est, de fait, pas représentative de la signature caractérisant le système de réduction ayant produit le métal.

Une étude récente s'est penchée de manière approfondie sur l'impact de l'emploi d'ajouts de forge sur la signature chimique inclusionnaire du métal travaillé (Dillmann, L'Héritier 2007). Les auteurs montrent que, dans le cadre de la mise en forme d'un métal produit expérimentalement par réduction directe, l'impact de l'ajout employé (sable) était fort (Cf. Figure 15). Le graphique bivarié de gauche présente le rapport entre silice et alumine pour les inclusions présentes dans un objet mis en forme sans avoir eu recours à des ajouts de forge. Bien que montrant une légère dispersion, le rapport élémentaire apparaît similaire entre deux masses brutes (B1 et B2) et une masse de métal épurée (0F), issues de deux opérations de réduction[60]. Le graphique de droite confronte le même rapport élémentaire pour les inclusions[61] présentes dans une barre de métal (E1) issue de l'épuration

[58] Nodules ferrugineux collectés aux alentours du site du Chemin des Flots, à Forges-les-Eaux (Seine-Maritime) (Desaulty 2008, p. 102-105).
[59] Hématite à gangue calcique de la mine du Rancié (Leroy 2010, p. 192-198).
[60] Les deux opérations ont été réalisées selon des paramètres identiques.
[61] Symbolisées par des marqueurs triangulaires.

des deux masses brutes (B1 et B2), qui ont été par la suite soudées et mises en forme. Le produit final, un couteau, a été obtenu à la suite de plusieurs replis de la barre E1. Un ajout siliceux a été employé tout au long du travail de mise en forme. Un enrichissement relatif en silice est observable pour une majeure partie des inclusions[62] analysées au sein du produit final. De nombreuses inclusions dans le métal du couteau sont plus siliceuses que celles présentes dans la barre de métal ayant servi de matière première à l'opération. Ceci suggère que l'emploi d'un ajout a notablement modifié la signature chimique inclusionnaire du métal. La démarche montre également que la signature élémentaire caractérisant le métal brut de réduction reste, dans une certaine mesure, conservé au sein du métal ayant subi un travail de mise en forme.

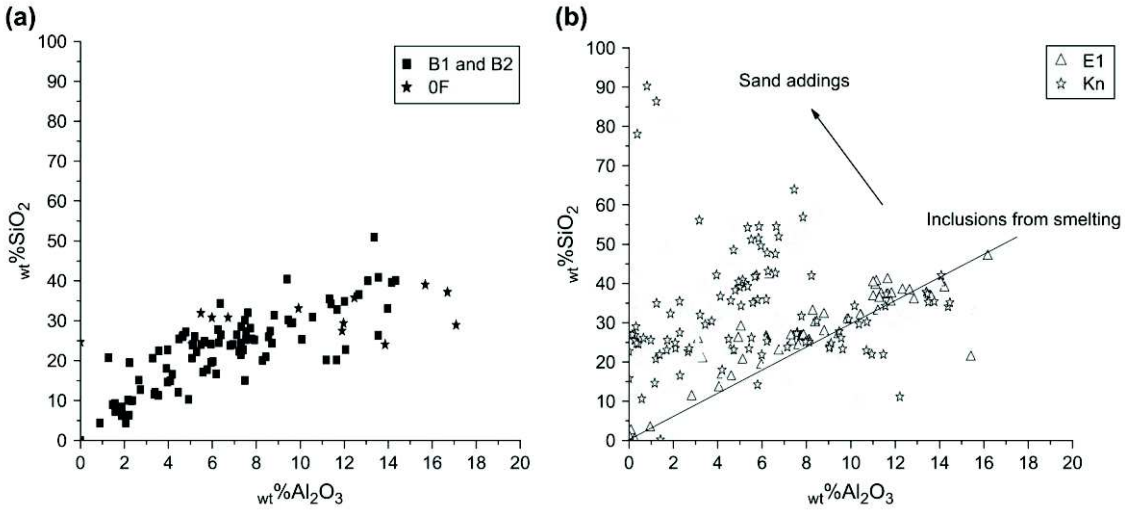


Figure 15 : Effet de l'emploi d'un ajout siliceux au cours de la mise en forme. A gauche : rapport silice/alumine de masses de métal brutes B1 et B2 issues de réductions expérimentales ; à droite : rapport silice/alumine d'inclusions dans le métal d'un couteau (Kn) obtenu à partir d'une barre (E1) formée des masses brutes B1 et B2. Chaque marqueur représente la composition chimique d'une incusion (Dillmann, L'Héritier 2007)

Un autre phénomène a été mis en évidence par les mêmes auteurs, en étudiant un produit sidérurgique mis au jour sur le site du *Latté à* Oulches, déjà évoqué précédemment. Le phénomène observé est différent, puisque l'enrichissement concerne l'alumine. Le graphique situé sur la gauche dans la Figure 16 présente le rapport alumine/silice en fonction des dimensions de l'inclusion. La taille des inclusions semble avoir une influence directe sur le rapport élémentaire, puisque seules les petites inclusions sont affectées par le phénomène d'enrichissement relatif en alumine.

[62] Symbolisées par des marqueurs étoilés.

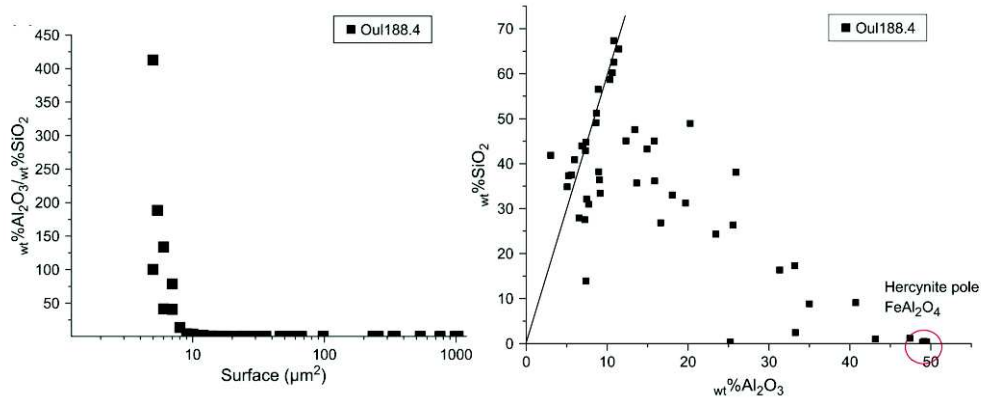


Figure 16 : Effet d'enrichissement en alumine affectant une part des inclusions de l'objet Oul188.4, corrélé aux dimensions des inclusions (Dillmann, L'Héritier 2007)

La mise en évidence de ces deux phénomènes altérant de manière significative la signature chimique inclusionnaire impose l'application d'une procédure rigoureuse visant à identifier, parmi les différentes catégories d'inclusions présentes, dont certaines sont générées au cours des opérations de forge, celles dont la composition chimique caractérise le système de réduction au sein duquel le métal a été produit.

Une étude similaire a été réalisée par une équipe anglaise à partir d'une série de trois campagnes expérimentales (Blakelock *et al.* 2009). Trois réductions ont été effectuées, dont les masses brutes ont par la suite été mises en forme afin d'obtenir des barres. Un ajout de forge siliceux a également été employé dans le cadre de ces séquences opératoires. A l'inverse de ce qui a été observé à l'occasion de l'étude précédente, aucun enrichissement significatif en SiO_2 pouvant être lié à l'emploi d'un ajout siliceux n'a pu être mis en évidence (Cf. Figure 17).

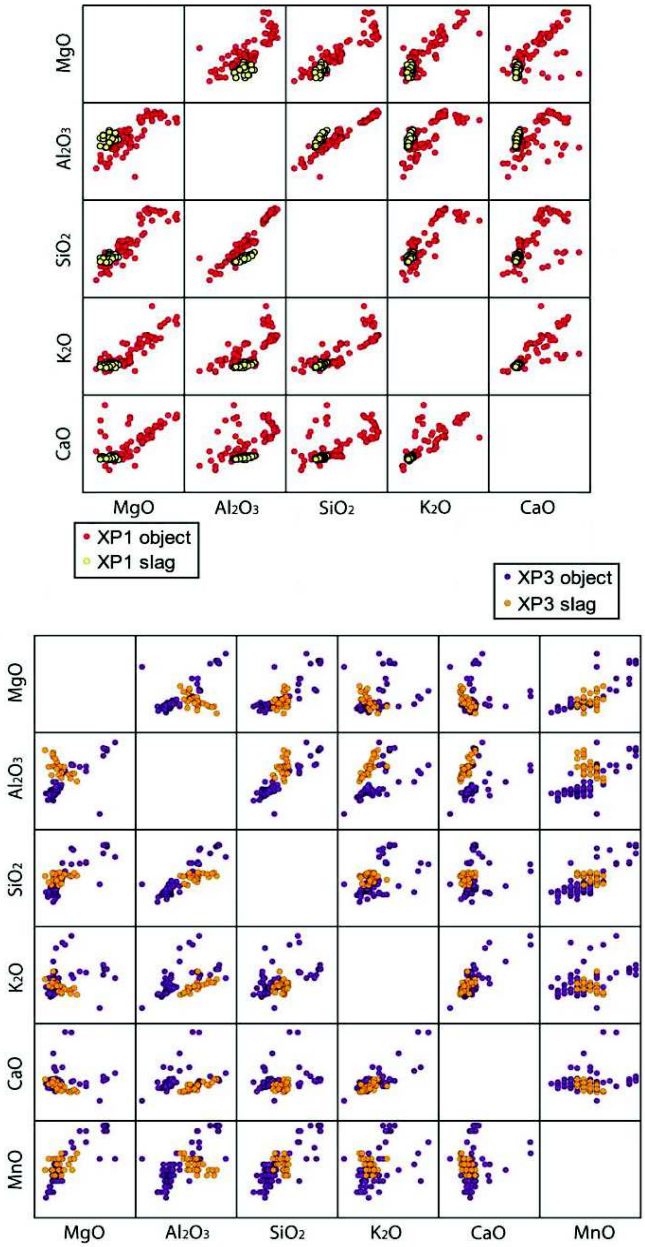


Figure 17 : Graphiques bivariés présentant les teneurs des principaux composés non réduits des scories de réduction et inclusions de scorie des produits sidérurgiques correspondants (expérimentations 1 et 3) (Blakelock *et al.* 2009)

Les auteurs observent par ailleurs une diminution relative des rapports Al_2O_3/SiO_2, Al_2O_3/MgO, Al_2O_3/K_2O et Al_2O_3/CaO commune aux trois campagnes expérimentales réalisées. Il est ainsi suggéré que l'enrichissement relatif des composés énumérés aux dépens de l'alumine puisse être dû à un apport de ces éléments par les cendres de charbon de bois. Bien que cette hypothèse soit fondée, la prise en compte de la composition chimique des cendres de charbon de bois permettrait de préciser cette influence. De plus, si l'on considère les rapports élémentaires impliquant l'oxyde de manganèse, ce phénomène paraît bien moins marqué[63]. A la lumière du phénomène de ségrégation en alumine mis en évidence par Dillmann et L'Héritier, la diminution de ces rapports pourrait également être liée à un appauvrissement relatif des inclusions en alumine.

[63] Nous considérons MnO car à l'instar de Al_2O_3, ce composé n'entre pas de manière significative dans la composition du charbon de bois.

Les démarches présentées, reposant sur des résultats expérimentaux, permettent de mettre en évidence, dans des conditions opératoires connues, plusieurs phénomènes pouvant affecter la signature chimique inclusionnaire au cours des opérations de post-réduction. Toutefois, les phénomènes observés diffèrent selon les auteurs. Comme ces derniers le soulignent à juste titre, la multiplication de démarches similaires permettrait de préciser les facteurs régissant ces phénomènes.

1.4.4. Les reliques chimiques du minerai au sein des produits sidérurgiques : supports de l'étude de la filiation géochimique en paléosidérurgie

La consultation des travaux dont nous venons de proposer la synthèse au cours de la partie 1.4 permet de définir le cadre conceptuel dont la prise en compte constitue un préalable indispensable à la réalisation de toute démarche s'appuyant sur la filiation chimique en sidérurgie ancienne. Ces travaux ont défini la notion d'héritage chimique du minerai dans le cadre des activités paléosidérurgiques. Ils laissent notamment entendre qu'il est possible d'établir une filiation chimique entre le minerai de fer et la scorie de réduction. Cette filiation s'exprime par les concentrations des composants du minerai dans les produits de l'opération. Ces derniers présentent ainsi une image de la composition chimique caractérisant le minerai. Il apparaît toutefois délicat de considérer directement les teneurs absolues des éléments dans ces produits. Ces derniers subissent en effet un enrichissement lié à la séparation des fractions lithiques et métalliques lors de la réduction. Cet enrichissement dépend de la teneur initiale des oxydes de fer dans le minerai, ainsi que du rendement de la réduction. Les concentrations d'éléments lithophiles d'un minerai contenant initialement une proportion importante d'oxydes de fer, dont une grande majorité auront été réduits au cours de l'opération, seront par exemple très enrichies dans la scorie de réduction produite. Les rapports élémentaires ne sont, quant à eux, pas altérés par ce phénomène puisque la plupart des oxydes sont affectés de manière identique par ce dernier. Insistons toutefois sur le fait que le respect des trois conditions suivantes est nécessaire à la mise en œuvre d'une démarche basée sur la filiation chimique :

- **Un comportement migratoire exclusif des composés chimiques.** Les résultats des démarches décrites dans le cadre des sous-parties 1.4.1 et 1.4.2 montrent bien qu'une partie des composants du minerai sont susceptibles, au cours de l'opération de réduction, de subir un partitionnement entre le métal et la scorie produits. Ce phénomène dépend des conditions thermodynamiques d'un système par ailleurs hétérogène. Les proportions dans lesquelles ces composants se répartissent dans l'un et l'autre produit de l'opération ne peuvent par conséquent être définies précisément, empêchant de ce fait d'établir une filiation chimique entre minerai et produit sidérurgique. Une partie des composants observent néanmoins un comportement exclusif : ils migrent en totalité vers l'un ou l'autre des produits,

scorie de réduction ou matrice métallique. Ces éléments conservent ainsi les caractéristiques chimiques du minerai[64].

- **Des effets de pollution négligeables lors de la réduction du minerai.** Cette question, centrale dans l'établissement de bilans matière de l'opération de réduction du minerai, est prise en compte depuis une vingtaine d'années dans les études réalisées sur les activités anciennes de production du fer. Les différentes sources potentielles, ainsi que les éléments affectés par ces dernières, sont aujourd'hui bien définis. Il apparaît ainsi préférable de sélectionner des oxydes peu susceptibles d'être affectés par des apports provenant des composantes du système de réduction. La confrontation des résultats issus des travaux réalisés sur le sujet met également en évidence une forte variabilité de ces phénomènes selon le contexte de réduction. Il apparaît ainsi préférable de s'assurer, quand cela est possible, que les oxydes pris en considération dans le cadre d'une démarche s'appuyant sur la notion d'héritage chimique ne soient effectivement pas significativement affectés par ces sources de pollution.

- **Une conservation des inclusions caractéristiques de la réduction au cours des opérations de mise en forme.** L'altération éventuelle de la signature chimique inclusionnaire au cours des phases de travail de post-réduction doit également être prise en compte. Les inclusions générées à cette occasion ne présentent *a priori* pas de signature chimique représentative du système de réduction. Seule la composition chimique des inclusions piégées dans le métal à l'issue de l'opération de réduction doit constituer le support d'une démarche basée sur la notion d'héritage chimique.

Le respect de ces trois conditions permet la sélection des critères géochimiques les plus pertinents pour établir une filiation géochimique entre la ressource minérale exploitée et les produits de l'opération de réduction. Il est par conséquent possible d'établir cette filiation en caractérisant chimiquement la matrice métallique d'un artefact ferreux ou la scorie de réduction, encore présente au sein de ce dernier sous la forme d'inclusions. De nombreuses études ont été réalisées en ce sens depuis les années 1980. Nous présenterons ainsi les principales démarches mises en œuvre, et discuterons des résultats obtenus par le biais de ces dernières.

[64] Ces derniers subissent un enrichissement lié à la séparation des fractions lithiques et métalliques lors de la réduction. Cet enrichissement dépend de la teneur initiale des oxydes de fer dans le minerai, ainsi que du rendement de la réduction. Les concentrations d'éléments lithophiles d'un minerai contenant initialement une proportion importante d'oxydes de fer, dont une grande majorité auront été réduits au cours de l'opération, seront par exemple très enrichies dans la scorie de réduction produite.

1.5. Les spécificités de la chaîne opératoire selon la filière indirecte

1.5.1. Description succincte de la chaîne opératoire

Un nouveau procédé de réduction du minerai de fer apparaît en Europe au cours du Moyen Age. Jusqu'alors le minerai de fer était réduit dans des conditions opératoires empêchant la fusion du métal[65]. Les innovations techniques, et plus particulièrement l'emploi de la force hydraulique pour actionner soufflets et marteaux, va permettre le développement d'ateliers sidérurgiques réduisant les oxydes de fer dans des conditions opératoires[66] permettant l'obtention de fonte*. Les attestations archéologiques les plus anciennes de la mise en œuvre de ce nouveau procédé en Europe sont localisées en Scandinavie au XIIIe s. (Magnusson 1985), et dans le Saint Empire romain germanique au XIVe s. (Björkenstam 1995 ; Rehren, Ganzelewski 1995). Ce procédé se diffusera à travers l'Europe au cours du XVe s. Aucun vestige archéologique ne permet, pour l'heure, de dater précisément l'adoption de ce procédé au sein du territoire lorrain. Des sources documentaires pourraient suggérer l'apparition du procédé indirect au cours du XIVe s. en Lorraine. Celles-ci[67] évoquent notamment des ateliers « *faisant fer par eau* » ainsi que la production de « *fer en gueuse* » (Girardot 1976, p. 283-284). Les termes employés pour la description des appareils équipant les ateliers sidérurgiques s'avèrent toutefois vagues et ne permettent pas d'identifier clairement les structures (Gille 1970, p. 160 ; Leroy 1997, p. 229). Les mentions n'attestent ainsi pas directement de la mise en place d'ateliers fonctionnant selon le procédé indirect.

La chaîne opératoire associée à la réduction indirecte du minerai de fer diffère sensiblement de celle du procédé direct décrit *supra.* La fonte est extraite à l'état liquide par la base de la structure de réduction (le haut-fourneau). Le métal subissant une fusion au sein de la structure de réduction, une séparation s'opère par flottation entre ce dernier et la scorie produite[68], moins dense. La conséquence de cette séparation est que le métal produit par le biais d'une réduction indirecte ne contient plus de scorie incluse. Le métal obtenu est coulé sous forme de masses brutes appelées *gueuses*. Cette masse brute pourra être ultérieurement refondue et moulée pour réaliser des objets. La fonte cependant, du fait de ses caractéristiques mécaniques (dureté importante et faible ductilité), se révèle impropre à toutes sortes d'emplois. Il s'avère ainsi nécessaire de la décarburer afin d'obtenir des aciers ou du fer doux[69]. Cette opération se déroule dans un foyer d'affinage. La

[65] Bien qu'il ne soit pas rare de mettre au jour, en contexte de réduction directe, des coulures de métal fortement carburé, suggérant une fonte limitée et très certainement accidentelle du métal.

[66] La diffusion du Carbone dans le métal est facilitée. La plus forte carburation de ce dernier a pour conséquence l'abaissement de son point de fusion.

[67] Il s'agit de deux baux mentionnant la mise en place d'ateliers employant l'énergie hydraulique. Le premier concerne l'installation d'une forge à Moyeuvre (Moselle) en 1323. Le second évoque une installation à Champigneulles (Meurthe-et-Moselle) en 1391.

[68] Cette scorie est généralement appelée laitier dans un contexte de réduction indirecte.

[69] Notons toutefois que la présence de phosphore au sein d'alliages faiblement carburés peut améliorer leurs qualités mécaniques (Goodway, Fisher 1988).

fonte subit ainsi une chauffe en atmosphère oxydante[70] afin de rompre les liaisons chimiques des carbures de fer composant la fonte.

La plus ancienne méthode d'affinage développée est la méthode dite *wallonne*[71] (Lechevallier *et al.* 2000). L'opération se déroule dans un foyer ouvert. La température du foyer est adaptée à la décarburation de la fonte. Celle-ci semble ajustée de sorte que l'alliage subisse une courte fusion, le métal retrouvant rapidement sa forme solide par sa décarburation. La décarburation de la fonte ne constitue pas le seul but de l'opération. On cherche également à oxyder d'autres éléments[72] dont la présence est susceptible d'altérer les propriétés mécaniques du métal. L'oxydation de ces éléments est assurée par l'emploi d'ajouts, scories oxydantes ou ajouts calciques. Le résultat de l'opération est une masse de métal faiblement carburée pouvant être par la suite mise en forme par forgeage.

Ainsi, le métal obtenu par le biais de ce procédé ne contient pas d'inclusions générées lors de la réduction du minerai, puisque le laitier peut être aisément séparé de la fonte. En revanche, l'emploi d'ajouts lors de l'affinage de la fonte aboutit à la formation d'une scorie[73] (Dillmann *et al.* 1998) dont une partie reste piégée dans le métal, à l'instar de la scorie de réduction dans le cadre du procédé direct.

1.5.2. Comportement des éléments au cours des étapes de la chaîne opératoire en filière indirecte

A.-M. Desaulty (2008) a réalisé une démarche similaire à celle développée pour l'étude du comportement des éléments en contexte de réduction directe. N'ayant pas réalisé d'expérimentation archéologique dans ce cas de figure, elle a caractérisé chimiquement des fragments de fonte, des scories d'affinage, ainsi que la matrice métallique et les inclusions d'objet produits au sein de l'atelier sidérurgique de Glinet[74]. Elle a ensuite déterminé le facteur d'enrichissement de chaque élément dans la scorie produite et dans le métal décarburé au cours de l'opération d'affinage. La synthèse du comportement des éléments au cours de la chaîne opératoire est présentée en Figure 18.

[70] Cette opération est réalisée en phase solide jusqu'au XIXe s.
[71] La première mention documentaire de l'opération d'affinage date de 1517 (Lechevallier *et al*. 2000).
[72] Tels que le phosphore (Gordon 1997).
[73] Ce matériau se compose de l'ajout oxydant employé, ainsi que des éléments constitutifs de la fonte qui ont été oxydés au cours de l'opération.
[74] Il s'agit d'un atelier sidérurgique, situé en Seine-Maritime, employant le procédé indirect. Le site était en activité au XVIe s. (Arribet-Deroin *et al.* 2007).

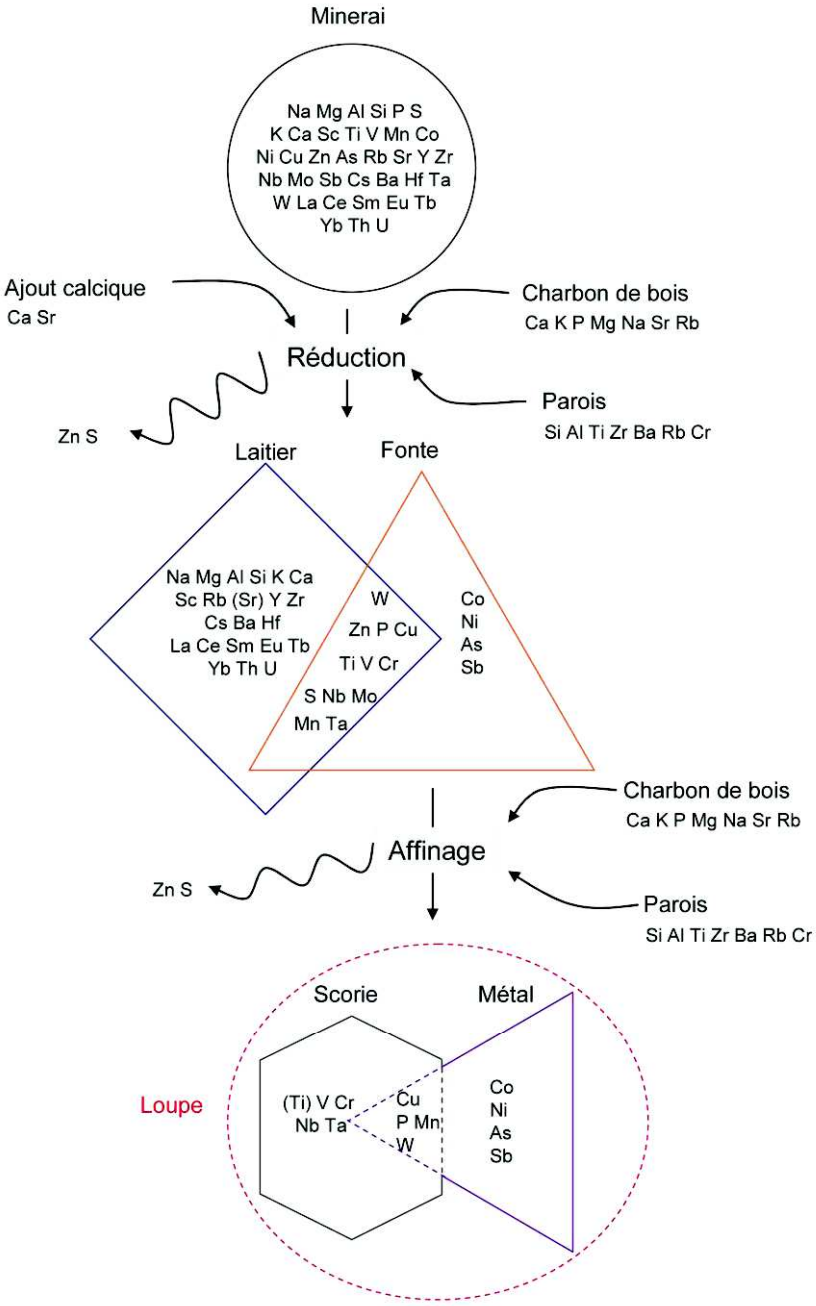


Figure 18 : Comportement des éléments au cours de la chaîne opératoire en filière indirecte (Desaulty 2008)

Une quinzaine d'éléments migrent totalement ou partiellement dans la fonte au cours de la réduction. Une grande partie de ces derniers est par la suite oxydée au cours de l'affinage, et migrent dans la scorie produite au cours de l'opération. La composition chimique de cette scorie ne présente, comme on peut le voir, aucun lien avec celle du minerai, puisque la majorité des éléments la composant se partitionnent entre fonte et laitier pendant la réduction, puis entre métal et scorie au cours de l'affinage. Selon Desaulty (2008), seuls quatre éléments (Co, Ni, As, Sb) de la matrice métallique ne sont affectés d'aucun partitionnement ni effet de pollution significatifs au cours de la totalité de la chaîne opératoire.

1.5.3. Distinction des produits sidérurgiques issus des procédés direct et indirect

Les inclusions contenues dans le métal issu du procédé indirect ne présentent ainsi pas de signature chimique caractérisant le système de réduction, mais bien l'affinage de la fonte (Dillmann *et al.* 2002). Leur composition chimique va ainsi fortement différer des inclusions formées au cours de la réduction directe du minerai. Une étude comparative a été menée sur la composition chimique, en éléments majeurs, des inclusions issues de l'un et l'autre procédé (Dillmann et L'Héritier 2007). Des tendances chimiques susceptibles de caractériser le procédé ont été définies par ce biais. Un abaque reposant sur ces caractéristiques a été constitué pour distinguer les produits issus des procédés direct et indirect (Cf. Figure 19). Les inclusions liées au premier présentent des teneurs relatives en Al_2O_3, MgO et K_2O assez élevées, tandis que celles associées au second se distinguent par de plus fortes teneurs relatives en P_2O_5 et FeO. Notons par ailleurs que cet abaque comprend un domaine au sein duquel il est impossible de distinguer les produits de l'un ou l'autre procédé.

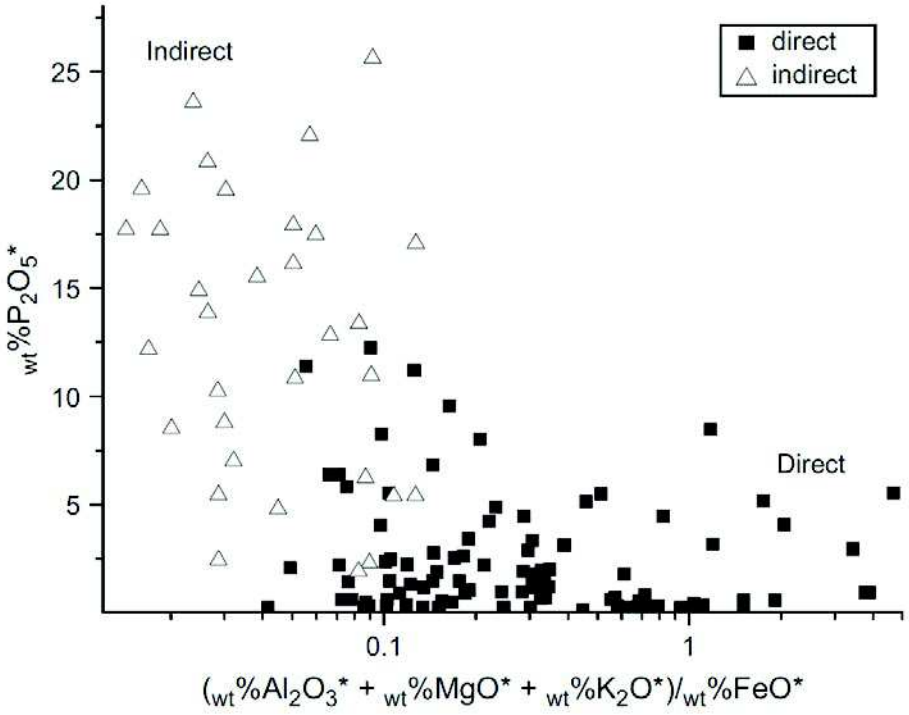


Figure 19 : Diagramme bivarié employé pour la distinction des produits sidérurgiques obtenus par le biais des procédés direct et indirect (Dillmann, L'Héritier 2007)

Un des contextes de consommation du métal étudiés dans le cadre de ce travail été susceptible d'avoir été approvisionné en métal issu du procédé indirect, nous emploierons une méthode de distinction des procédés issue des travaux de Dillmann et L'Héritier (2007).

1.6. Problématiques ayant trait à la provenance des produits sidérurgiques de la filière directe : bilan des recherches

La question de la filiation chimique entre le minerai de fer et les produits de la réduction directe du minerai a été abordée de plusieurs manières. Certains travaux se sont focalisés sur les marqueurs géochimiques présents dans la matrice métallique, tandis que d'autres se sont attachés à caractériser chimiquement les inclusions de scorie de réduction. Certains se sont appliqués à traiter de rapports isotopiques ; d'autres se sont penchés sur la détermination de couples d'éléments pertinents dans l'établissement d'une filiation chimique. Les éléments majeurs, autant que les éléments traces, ont été dosés afin de définir la signature chimique des inclusions dans le métal des produits sidérurgiques. Afin de regrouper les démarches en fonction des principes thermodynamiques sur lesquelles elles s'appuient, nous traiterons dans un premier temps des études ayant employé la matrice métallique comme support, avant de décrire celles reposant sur l'analyse des inclusions de scorie.

1.6.1. L'héritage chimique du minerai à travers la composition chimique de la matrice métallique

1.6.1.1. Travaux basés sur les rapports élémentaires

Nous avons évoqué *supra* les oxydes totalement réduits dans des conditions opératoires classiques en sidérurgie ancienne. Les composés réduits migrant en intégralité dans la matrice métallique des produits sidérurgiques ont servi de support à quelques études visant à établir une filiation chimique entre produits métalliques et systèmes de production.

- Devos *et al.* (2000) ont proposé une démarche analytique reposant sur la quantification des éléments strictement sidérophiles dans la matrice métallique d'une quarantaine de déchets métalliques et de produits finis mis au jour sur trois sites[75]. Les dosages ont été réalisés au moyen d'un dispositif ICP-MS à ablation laser sur des sections polies, après examen métallographique. Cette procédure permet de s'assurer que seule la matrice métallique est prélevée, et que des éléments présents en faibles quantités sont dosés, grâce aux limites de détection basses du dispositif analytique. Les auteurs montrent dans un premier temps que la répartition de certains éléments[76] ne présente pas d'hétérogénéité remarquable, en effectuant 39 ablations dans la matrice d'un même échantillon. Les auteurs proposent de distinguer le mobilier des trois sites sur la base de deux rapports élémentaires : Cu/As et Co/Ni (Cf. Figure 20).

[75] Develier-Courtételle (Canton du Valais), habitat altomédiéval au sein duquel les activités sidérurgiques occupaient une place importante ; une villa romaine à Neftenbach (Canton de Zurich) ; un dépôt protohistorique à Wartau (Canton de Saint-Gall)

[76] Il s'agit en l'occurrence du phosphore, cobalt, nickel, cuivre et arsenic.

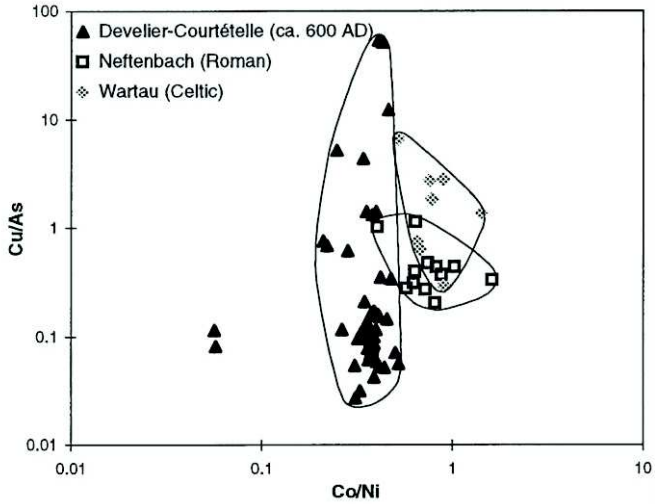


Figure 20 : Confrontation des rapports Cu/As et Co/Ni pour les échantillons issus de trois sites chronologiquement distincts ; dosages par LA-ICP-MS (Devos *et al.* 2000)

W. Devos *et al.* suggèrent une distinction satisfaisante entre les échantillons de Develier-Courtételle et ceux des deux autres sites sur la base des deux rapports élémentaires considérés. Toutefois, celle-ci n'apparaît pas si nette. Le rapport Cu/As ne permet pas de distinguer les trois ensembles. Par ailleurs, on observe un rapport élémentaire Co/Ni proche, voire un chevauchement entre les échantillons médiévaux (marqueurs triangulaires) et les autres. Le choix des éléments considérés pour la distinction des groupes d'échantillons n'apparaît pas satisfaisant dans ce cas, et soulève implicitement la limite de cette démarche, due au nombre très restreint d'éléments chimiques adoptant un comportement strictement sidérophile.

1.6.1.2. Travaux basés sur les rapports isotopiques

Invoquant le fractionnement des éléments chimiques, dû aux conditions thermodynamiques, lors de l'opération de réduction, certains chercheurs ont privilégié la détermination des rapports isotopiques pour constituer des groupes de provenance[77]. La prise en compte de couples isotopiques se justifie ainsi par le fait que les deux isotopes pris en compte dans l'établissement d'un rapport adoptent un comportement identique au cours de l'opération. Les rapports isotopiques caractérisant le minerai sont ainsi conservés du minerai à l'objet (Brill, Wampler 1967, p.73 ; Cui, Wu 2011). Les rapports isotopiques du plomb ont été particulièrement privilégiés pour les études de provenance des métaux non-ferreux (Yener *et al.* 1991 ; Durali-Müller 2007), mais également employés dans des travaux s'appuyant sur l'étude des alliages ferreux.

- Une étude de provenance a été réalisée sur le territoire de Sagalassos, au sud-ouest de la Turquie (Degryse *et al.* 2007 ; Degryse *et al.* 2009). Les auteurs ont dans un premier temps relevé une limite majeure dans l'emploi des isotopes du plomb pour

[77] Par ce terme nous désignons un ensemble d'échantillons présentant des caractéristiques chimiques considérées comme homogènes. Ces caractéristiques permettent de distinguer, dans un contexte précis, plusieurs ensembles, sans forcément chercher à déterminer le système de production de chacun.

distinguer plusieurs sources de minerai. Les rapports isotopiques d'échantillons d'une même source ont tendance à se révéler suffisamment variables pour que les signatures de minerais différents se chevauchent. Ils proposent ainsi de considérer conjointement les rapports isotopiques $^{204}Pb/^{206}Pb$ et $^{87}Sr/^{86}Sr$ pour distinguer trois ensembles d'échantillons ferreux associés à trois périodes d'occupation du site (Cf. Figure 21).

Ils parviennent ainsi à identifier les minerais potentiellement exploités pour produire le métal des artefacts des périodes romaines précoce et tardive, ainsi que de l'époque byzantine précoce. L'interprétation des résultats obtenus, mise en perspective par les données de fouille, laisse néanmoins entendre une dispersion significative du rapport isotopique du plomb. L'un des produits sidérurgiques mis au jour sur le site de Derekoy (annoté a)) est associé à la réduction de minerai provenant des placers de magnétite-titanite de Derekoy, alors que le rapport $^{204}Pb/^{206}Pb$ le rapproche du groupe de produits de Sagalassos. On ne pourrait ainsi pas exclure la possibilité que des échantillons provenant de ce site (annotés b)) puissent également avoir été produit à partir de la réduction de ce minerai. Les résultats mettent en évidence un potentiel discriminant relativement faible du rapport isotopique $^{204}Pb/^{206}Pb$, par ailleurs mentionné par les auteurs. Le rapport $^{87}Sr/^{86}Sr$ discrimine bien, dans ce contexte, les trois sources de minerai. Toutefois, la distinction de groupe de provenance s'avérerait délicate pour un contexte présentant des rapports du Strontium plus resserrés. De plus, le Strontium, présent en quantités non négligeables dans le charbon de bois et les parois de structures de réduction, peut faire l'objet de pollutions[78]. Il s'avèrerait nécessaire de vérifier l'influence de ce facteur sur le rapport isotopique considéré. Enfin le faible nombre d'échantillons de minerai analysés pour les hématites de Sagalassos et Camoluk ne permet pas d'apprécier la dispersion des rapports isotopiques. Une démarche similaire appliquée à d'autres contextes devrait permettre de vérifier le potentiel discriminatoire de la méthode.

[78] Comme semblent par ailleurs le suggérer les résultats expérimentaux présentés par Brauns et al. 2013.

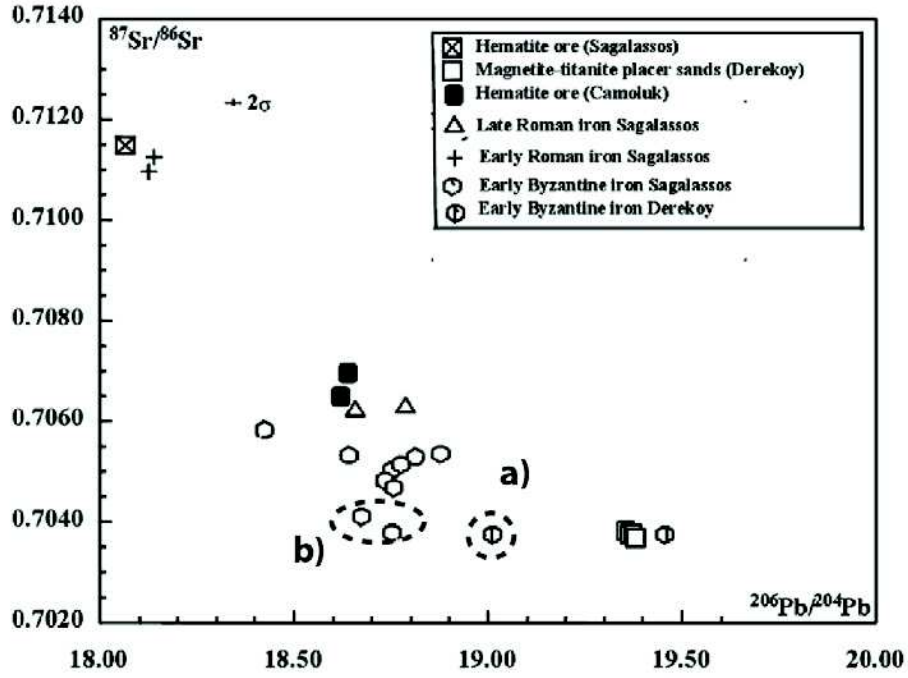


Figure 21 : Confrontation des rapports 204Pb/206Pb et 87Sr/86Sr pour la distinction de trois groupes de produits ferreux de Sagalassos et la détermination des sources de minerai (Degryse *et al.* 2009)

- Une étude récente propose quant à elle d'employer un rapport isotopique de l'Osmium ($^{187}Os/^{188}Os$) afin de distinguer plusieurs groupes de provenance et éventuellement établir un lien géochimique avec des minerais de fer (Cf. Figure 22). Notons que cet élément adopte un comportement considéré comme strictement sidérophile[79]. L'étude porte sur un secteur producteur de fer au cours du Hallstatt final et de La Tène ancienne, dans le nord de la Forêt-Noire (Bade-Württemberg, Allemagne). Les auteurs comparent ainsi la signature isotopique des minerais locaux avec celle de produits sidérurgiques mis au jour dans des contextes proches des gisements, dont un demi-produit bipyramidé. L'origine de ce dernier, destiné au commerce du métal, est envisagée par les auteurs comme extralocale.

  L'étude présente dans un premier temps les résultats d'une réduction expérimentale, suggérant que le rapport isotopique n'est pas altéré par les opérations métallurgiques. La comparaison du rapport isotopique caractérisant le minerai local et celui que présente le demi-produit laisse entendre que ce dernier est effectivement d'origine extralocale. Les auteurs admettent toutefois que l'ampleur de la dispersion du rapport isotopique du minerai considéré pourrait ne pas être totalement appréhendée pour l'heure[80].

  Les premiers résultats publiés montrent par ailleurs que le rapport isotopique du minerai local présente une forte variabilité. Dans le cadre d'une étude effectuée sur

[79] Le coefficient de partage entre matrice métallique et silicatée étant évalué à un ordre de grandeur de 10^9

[80]. Les échantillons de minerai analysés sont caractérisés par un rapport isotopique dont l'intervalle de dispersion est de 0,85 à 0,99. Le rapport caractérisant le demi-produit bipyramidé est de 0,80. Celui du « archaeological metallic bloom » est de 1,03, donc en dehors de l'intervalle défini par les minerais.

un domaine géographique plus étendu, cette variabilité pourrait aboutir au recouvrement des signatures isotopiques de plusieurs sources potentielles de minerai. Il apparaît ainsi, au vu des premiers résultats présentés, que l'emploi du seul rapport isotopique $^{187}Os/^{188}Os$ puisse s'avérer insuffisant pour une distinction satisfaisante de plusieurs sources potentielles.

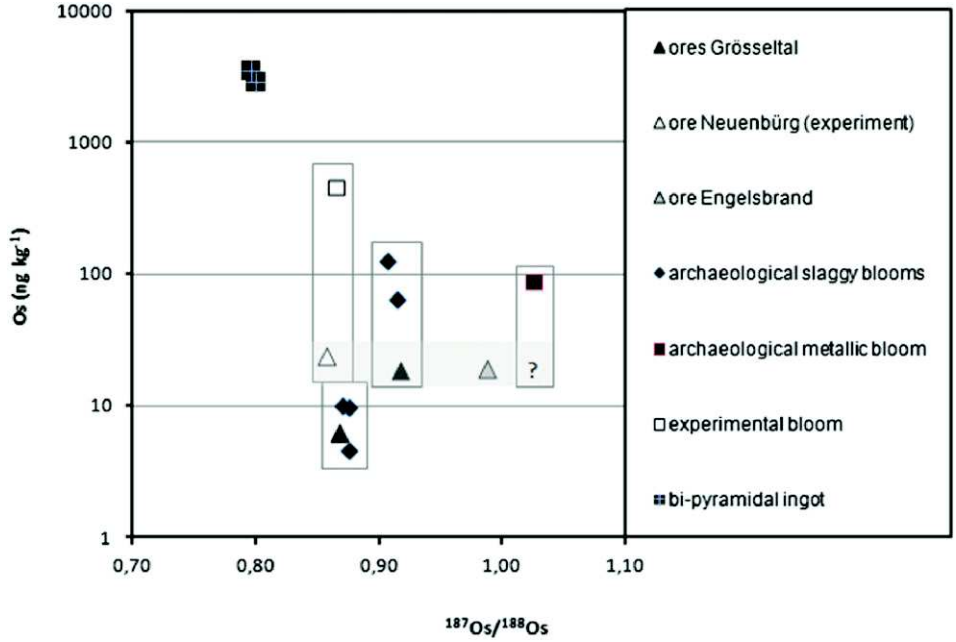


Figure 22 : Rapport isotopique de l'Osmium d'échantillons de minerai du secteur de production sidérurgique de Neuenbürg (Bade-Württemberg), ainsi que de loupes et d'un demi-produit bipyramidé mis au jour dans des contextes locaux (Brauns *et al.* 2013)

1.6.2. L'héritage chimique du minerai à travers la signature chimique de la scorie de réduction et des inclusions dans le métal

La scorie de réduction, en tant que telle ou sous la forme d'inclusions piégées dans le métal, constitue le support privilégié des études visant à définir des groupes de produits sidérurgiques de provenance commune, et éventuellement à établir la filiation chimique entre ces derniers et des centres de production sidérurgique. Dans certains cas, les teneurs absolues seules ont été considérées. La majorité des travaux s'appuient toutefois sur la prise en compte de rapports élémentaires. Les rapports isotopiques ont également été employés pour traiter de ces problématiques. Nous illustrerons par conséquent chaque type de démarche par des exemples caractéristiques.

1.6.2.1. Travaux basés sur les teneurs absolues

Ce type d'approche s'avère rarement adopté, et son emploi est confronté à plusieurs limites. Les teneurs absolues des éléments dans un matériau sont en effet fortement dépendantes de sa composition globale ; ces valeurs peuvent être par conséquent soumises à de fortes variations. La

mise en œuvre d'une telle démarche nécessite par conséquent la sélection d'éléments chimiques, dont les teneurs se distinguent suffisamment de la tendance pour constituer une spécificité du minerai considéré (minerai typé).

- Une équipe de chercheurs italiens a proposé récemment d'employer les teneurs en tungstène et étain de minerais exploités durant l'Antiquité sur l'Ile d'Elbe en tant que marqueurs chimiques permettant de déterminer les sources d'approvisionnement d'ateliers de production toscans (Cf. Figure 23). Il s'agit de minerais composés d'hématite insérés dans des skarns*. Les teneurs de ces deux éléments ont été comparées à celles d'autres minerais, issus de différents gisements en Europe. Bien qu'une partie des échantillons de minerai analysés (Figure 24 ; ronds noirs) présentent des teneurs en W de l'ordre de 10 fois supérieures à celles d'autres minerais européens, la différence est moins marquée pour le Sn. On peut également remarquer que la distinction n'est pas parfaite.

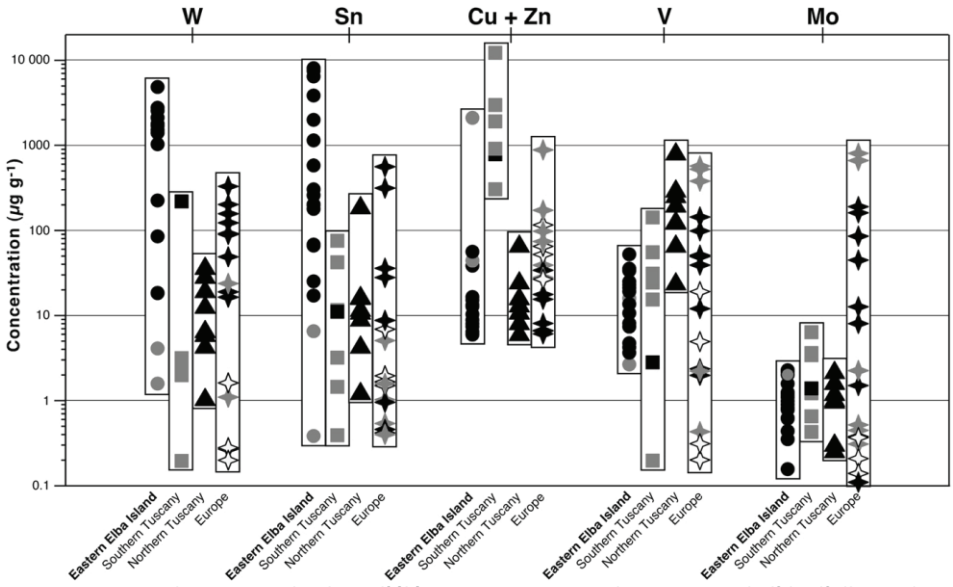


Figure 23 : Comparaison de teneurs absolues d'éléments traces entre les minerais de l'Ile d'Elbe et des minerais provenant de gisements divers en Europe (Benvenuti *et al.* 2013)

Les auteurs ont également caractérisé chimiquement des échantillons mis au jour dans des contextes d'ateliers sidérurgiques[81] sur la côte tyrrhénienne, que l'on supposait avoir employé du minerai provenant de l'Ile d'Elbe. Les teneurs apparaissent cohérentes avec celles relevées dans les minerais de l'île, et se distinguent, mis à part deux individus, de l'ensemble de comparaison défini par les auteurs. Toutefois seules les teneurs en tungstène se révèlent discriminantes, les teneurs en étain présentant le même ordre de grandeur.

[81] Minerais en contexte de réduction, scories, et de la scorie adhérant à une loupe de fer.

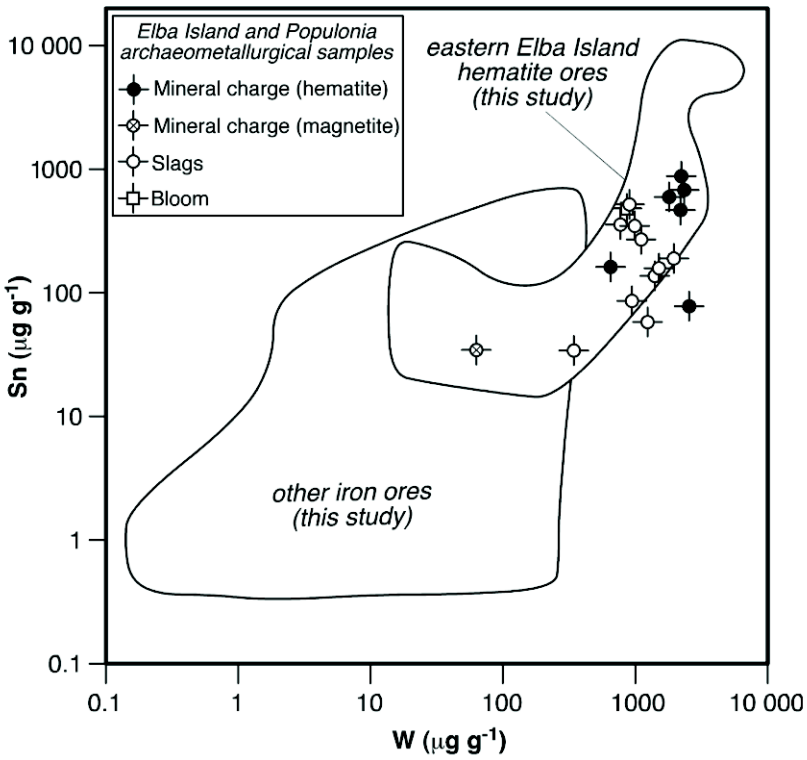


Figure 24 : Comparaison des teneurs absolues en Sn et W caractérisant des déchets et produits sidérurgiques et les deux groupes de minerais établis par Benvenuti *et al.* 2013

Enfin, notons que les teneurs importantes en W et Sn présentes dans une partie des minerais de l'est de l'Ile d'Elbe sont probablement liées au contexte gîtologique, puisque ces éléments peuvent être, entre autres, présents en quantités importantes dans les skarns (Misra 2000, p. 425-426). La comparaison entre les deux groupes de minerais définis par les auteurs aurait été plus pertinente si des minerais présents au sein de contextes gîtologiques similaires avaient été sélectionnés pour constituer le référentiel de comparaison[82]. La spécificité de ces teneurs absolues, soutenue par les auteurs, devrait ainsi être remise en perspective.

1.6.2.2. Travaux basés sur les rapports élémentaires majeurs et visant à définir la source du métal

La démarche la plus communément employée dans la détermination de groupes de provenance basée sur la composition chimique inclusionnaire repose sur l'emploi de rapports élémentaires, pour les raisons évoquées dans les parties 1.3. et 1.4. Nous présenterons ainsi les résultats de travaux réalisés sur la détermination de ces rapports. Les objectifs peuvent être multiples. Nous classerons ainsi les études selon qu'elles aient eu ou non pour but de d'identifier le centre de production du métal.

[82] Tels que, par exemple, les minerais étudiés dans le contexte de production sidérurgique de Mont Chemin, en Suisse (Beck, Serneels 2000).

- Les signatures chimiques caractérisant des produits ferreux mis au jour dans plusieurs régions de Scandinavie ont été étudiées par Buchwald et Wivel afin de proposer une origine à une quarantaine de produits sidérurgiques mis au jour dans diverses provinces de Suède, de Norvège et du Danemark (Buchwald, Wivel 1998). Chaque individu est chimiquement caractérisé par le biais de l'analyse de deux à cinq inclusions de scorie. La caractérisation chimique est effectuée par le biais de la Spectrométrie Dispersive en Energie, qui permet la quantification des éléments majeurs[83]. Les auteurs mettent en avant la pertinence de l'emploi de trois rapports élémentaires pour la distinction de groupes de produits définis selon le lieu de leur découverte. Ils notent qu'en premier lieu les artefacts mis au jour au Danemark pouvaient être distingués de ceux découverts en Suède et Norvège par le biais du rapport SiO_2/Al_2O_3. Notons que cette distinction n'est pas parfaite puisque les valeurs des rapports des trois régions se recouvrent partiellement (Cf. Figure 25).

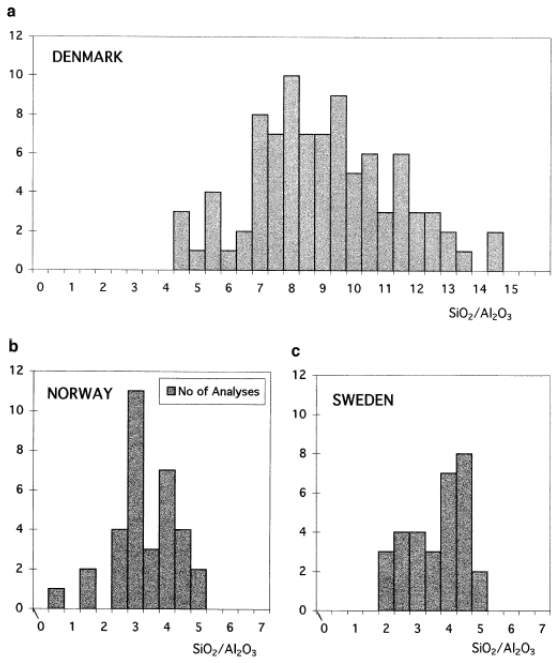


Figure 25 : Comparaison du rapport silice/alumine de scories et inclusions en fonction du lieu de découverte (Buchwald, Wivel 1998)

La prise en compte des teneurs en phosphore a également été envisagée, les scories danoises paraissant plus riches que celles de Norvège et Suède. Cet élément n'est toutefois pas retenu, puisqu'il a été remarqué par ailleurs que le comportement de cet élément était difficilement prévisible. Buchwald remarquera dans une étude ultérieure que les concentrations en P_2O_5 dans les inclusions de scorie étaient souvent supérieures à celles des scories de réduction (Høst-Madsen, Buchwald 1999)[84]. Dans le but d'affiner la distinction des groupes définis par leur lieu de découverte, les auteurs emploient également les rapports Al_2O_3/CaO et K_2O/MgO

[83] La limite de détection de ce type de dispositif est de l'ordre de 0,1%mass.

[84] Vega et al. 2002 ont confirmé par ailleurs, par le biais de la quantification du phosphore dans la matrice métallique de métal archéologique au moyen de la spectrométrie dispersive en longueur d'onde (WDS), que les inclusions de scorie présentes dans le métal pouvaient provoquer une déphosphoration locale de ce dernier.

(Cf. Figure 26). La distinction entre les objets mis au jour en Norvège et en Suède reste délicate.

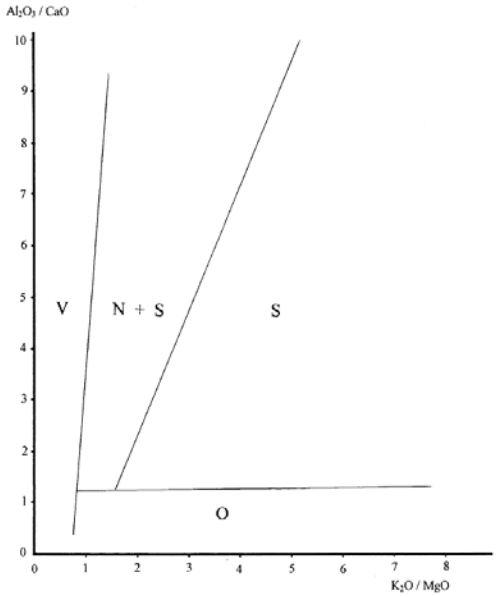


Figure 26 : Définition de signatures chimiques régionales par le biais de la confrontation des rapports Al2O3/CaO et K2O/MgO (Buchwald, Wivel 1998)

Afin de distinguer ces deux régions, les auteurs proposent d'employer la teneur absolue en V_2O_5 des scories et inclusions. Les échantillons suédois se distingueraient par une teneur supérieure à 0,1%$_{mass}$. Le choix de ce dernier critère discriminant apparaît critiquable, au vu du dispositif analytique employé. Les faibles quantités de vanadium présentes (et ce même dans les scories suédoises) sont trop proches, voire inférieures à la limite de détection de la spectrométrie EDS pour que la quantification soit fiable. Enfin, le nombre restreint d'analyses effectuées pour chaque individu étudié est trop faible pour estimer de manière fiable la signature chimique inclusionnaire des produits sidérurgiques. Bien que la démarche présentée autorise à dégager de grandes tendances chimiques en fonction des régions considérées, ce qui permet de les distinguer dans une certaine mesure, ces zones de production ne sont pas différenciées de manière exclusive.

Une étude ultérieure (Høst-Madsen, Buchwald 1999) a été réalisée sur un site de production de fer danois, à Snorup. Ce dernier comportait, outre les vestiges liés à la réduction et la transformation du métal, un dépôt de semi-produits[85]. Neuf barres fines, ainsi qu'une barre massive, ont été analysées. La signature chimique de l'atelier de production a été déterminée par l'analyse de scories de réduction et d'inclusions dans une loupe. Se basant sur les résultats de l'étude précédente, les auteurs établissent par le biais du rapport silice/alumine, que la barre massive a été produite localement tandis que les exemplaires fins proviendraient de Norvège. En effet, leur signature chimique inclusionnaire a été comparée à celle de six barres typologiquement identiques, mises au jour à Oppland (Norvège). Dans ce cas

[85] Plus de deux cents barres qualifiées de « fines » par les auteurs, ainsi que six barres massives.

également, la prise en compte du seul rapport silice/alumine semble insuffisante pour attester de la provenance des barres « fines », l'étude précédente montrant que des artefacts et scories mis au jour en Suède présentaient un rapport élémentaire similaire.

- Une étude menée par S. Paynter s'est focalisée sur la caractérisation chimique de scories de réduction associées à des contextes de production du fer britanniques aux époques protohistorique et britto-romaine (Paynter 2006). Le choix de ne prendre en compte que les scories de réduction, afin de s'affranchir des effets de pollution intervenant au cours de la réduction, constitue l'un des aspects majeurs de la démarche présentée. Ce point de vue sera d'ailleurs rediscuté en conclusion de cette partie. La composition chimique en éléments majeurs d'échantillons provenant d'une trentaine de sites a ainsi été déterminée. Ces sites sont associés à sept contextes gîtologiques différents. Les teneurs absolues des éléments majeurs sont confrontées deux à deux selon les couples : P_2O_5/MnO, K_2O/TiO_2, MgO/CaO. Ceci permet à l'auteur de distinguer les grandes tendances ayant trait à la composition des déchets de réduction. Elle propose par exemple de distinguer les scories associées au contexte tertiaire des *Surrey and Hampshire Sands* par une teneur importante en P_2O_5, et celles du *Sussex Wealden* par une teneur importante en MnO. Les caractéristiques chimiques des scories composant un même groupe paraissent relativement cohérentes[86]. Notons toutefois qu'hormis les deux exemples cités, les seules confrontations deux à deux de teneurs en éléments majeurs ne permettent pas de distinguer clairement un des groupes définis par rapport aux autres.

  S. Paynter se propose ensuite de comparer les caractéristiques chimiques de ces groupes avec celles de *currency bars* découvertes dans trois dépôts, étudiées au préalable par Hedges et Salter. Les auteurs avaient pu distinguer, par le biais d'analyses chimiques, les *currency bars* en fonction du dépôt dans lequel elles avaient été découvertes (Hedges, Salter 1979). Toutefois, aucune comparaison avec des scories de réduction n'avait été effectuée à l'époque. Afin de réaliser cette comparaison, l'auteur préconise cette fois-ci l'emploi de rapports élémentaires. Ce choix est justifié par le fait que certains composés, tels qu'oxydes de fer et pentoxydes de phosphore se trouvent présents en quantités variables dans les inclusions, empêchant toute comparaison directe de teneurs absolues (Buchwald, Wivel 1998 ; Høst-Madsen, Buchwald 1999). La comparaison des données chimiques a été effectuée sur la confrontation des rapports Al_2O_3/TiO_2 et CaO/MgO (Cf. Figure 27). Paynter propose d'attribuer l'origine des *currency bars* de Beckford à la région de *Forest of Daen Carboniferous and Bristol-Mendip.* L'origine des barres de Gretton ne peut être définie par ce biais.

[86] Cette observation doit toutefois être pondérée par le fait que certains groupes ne sont pas représentés par plus de deux ou trois échantillons, empêchant de d'apprécier la dispersion chimique des groupes.

Le choix du TiO_2 en tant qu'élément de comparaison paraît dans ce cas discutable, les teneurs présentées dans l'article variant de 0,1 à 0,4 $\%_{mass}$, pouvant engendrer une erreur relative de mesure importante par le biais de l'EDS. Enfin, les résultats de cette étude montre que plusieurs groupes de scories, définis sur des critères géologiques et géographiques ne pouvaient être distingués. Il est possible, au vu des résultats présentés, de proposer également le *Midlands Jurassic* comme source potentielle des semi-produits de Beckford. La question de l'adéquation entre l'information chimique portée par les déchets sidérurgiques et l'information à caractère spatial que ces derniers revêtent à travers la localisation de leur contexte de découverte constituera de ce fait l'un des axes de questionnement de notre travail. Le parti pris, illustré ici par l'étude de Paynter, dans la qualification et la définition des groupes doit être discuté, à notre sens, pour chaque contexte d'étude.

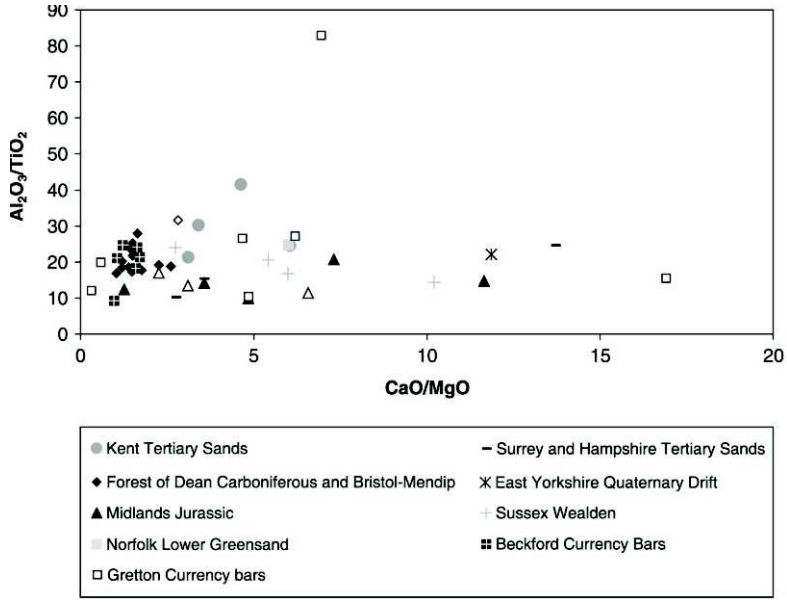


Figure 27 : Confrontation des rapports Al2O3/TiO2 et CaO/MgO pour la comparaison des caractéristiques chimiques de sites de production anciens en Grande-Bretagne et deux dépôts de currency bars (Paynter 2006)

1.6.2.3. Travaux basés sur les rapports élémentaires majeurs et visant à définir des groupes de composition chimique homogène

Si l'on considère d'autres exemples, la définition de groupes de produits sidérurgiques par le biais de leur composition chimique permet de traiter diverses problématiques n'ayant pas trait à la détermination des sources du métal. L'étude des rapports élémentaires peut par exemple être employée à mettre en évidence plusieurs sources d'approvisionnement en métal pour un même contexte de consommation. Cette source informative peut être également employée en vue de proposer des liens entre caractéristiques typologiques des produits et la signature chimique des matériaux les composant.

- Une étude basée sur la composition chimique inclusionnaire en éléments majeurs des produits sidérurgiques s'est attachée à déterminer s'il était possible de mettre en évidence un lien entre les caractéristiques chimiques et l'organisation de la

production du fer par l'analyse de demi-produits datés du Haut-Empire (Pagès 2008 ; Pagès *et al.* 2008). Ces barres de fer proviennent d'épaves échouées face à l'estuaire du Rhône, aux Saintes-Maries-de-la-Mer (Bouches-du-Rhône). Plusieurs types de semi-produits ont été définis au préalable par les auteurs. L'observation macroscopique de certains de ces semi-produits laisse entendre qu'ils sont en réalité constitués de plusieurs masses brutes. Trente-quatre sections ont ainsi été réalisées sur une vingtaine de barres. Une cinquantaine d'inclusions de scorie ont été analysées sur chacune de ces sections. La distinction de plusieurs groupes de composition chimique a été effectuée sur la base de teneurs absolues en MnO et P_2O_5, ainsi que sur la détermination de rapports élémentaires (SiO_2/Al_2O_3, CaO/K_2O, Al_2O_3/MgO).

Des semi-produits s'avèrent ainsi constitués de plusieurs masses brutes de réduction présentant des signatures chimiques distinctes (Cf. Figure 28). Il est fort intéressant de noter ce fait, qui impliquerait que les barres de fer étudiées auraient été assemblées (et donc mises sous cette forme) au sein d'ateliers spécifiques alimentés par des produits bruts de réduction provenant de différents espaces de production primaire. G. Pagès *et al.* (2008) ont mis en évidence au moins quatre sources de métal pour les semi-produits mis au jour dans les épaves. Les auteurs n'ont pas cherché, dans le cadre de cette étude, à identifier ces sources.

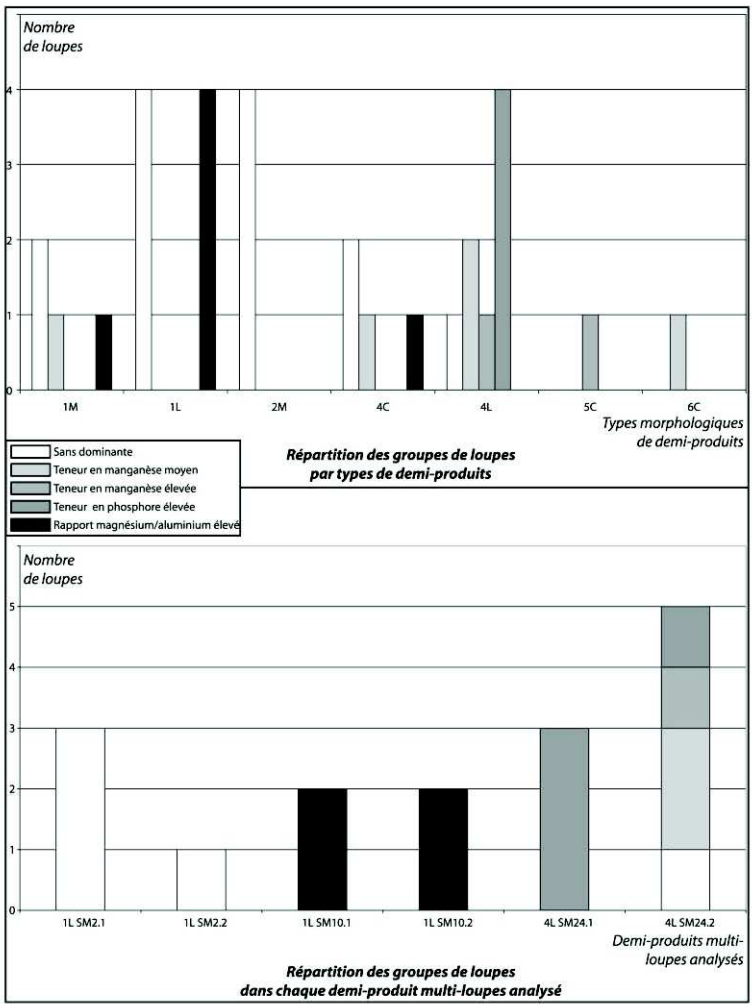


Figure 28 : Distribution des types chimiques de loupes en fonction des types morphologiques et composition, par type chimique de loupes, des barres multiples (Pagès *et al.* 2008)

Dans le cadre de cette étude également, des teneurs absolues (en MnO et P_2O_5) ont été employées pour définir des catégories chimiques. Si ces données portent sans doute une information sur les modalités de la réduction du métal, et partant sur les sources de ce métal, elles restent tributaires des quantités d'oxydes de fer présentes dans les inclusions et soumises à des variations plus ou moins importantes. Bien que les différences de teneurs exprimées par G. Pagès *et al.* (2008) soient suffisamment importantes pour proposer une distinction chimique, cette dernière serait plus rigoureuse en normalisant les concentrations de composés exprimées par les teneurs en oxydes de fer pour chaque individu. Les teneurs normalisées seraient dès lors directement comparables.

- Un travail mené sur le cas de l'emploi de renforts métalliques destinés à renforcer la structure maçonnée de la cathédrale de Rouen s'est focalisé sur la distinction chimique de groupes de produits sidérurgiques en fonction de la date supposée de leur mise en œuvre sur le bâtiment (Dillmann, L'Héritier 2007). Quinze éléments de

renfort ont ainsi été caractérisés du point de vue de leur signature chimique inclusionnaire en éléments majeurs[87]. La caractérisation chimique a été effectuée, pour chaque échantillon, sur plusieurs dizaines d'inclusions de scorie (30 à 50) et les résultats présentés sur la Figure 29 expriment les teneurs moyennes pondérées par la taille des inclusions analysées. La distinction des groupes d'échantillons est effectuée sur la base des rapports K_2O/CaO, Al_2O_3/SiO_2, MgO/Al_2O_3.

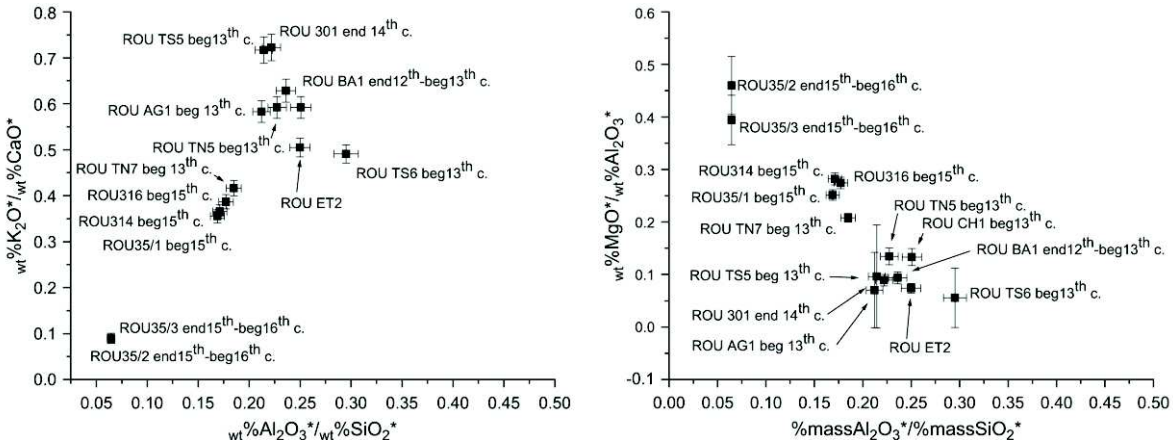


Figure 29 : Confrontations de rapports de composés non réduits pour la définition de groupe de provenance parmi les éléments de renfort de la cathédrale de Rouen (Dillmann, L'Héritier 2007)

Les groupes mis en évidence semblent cohérents avec les ensembles de disposition des renforts sur le bâtiment. Les résultats suggèrent que les agrafes disposées sur les statues à la fin du XVe s. et celle de la fin du XIVe s. proviennent de sources différentes. Les crampons disposés sur la tour sud au début du XVIe s. présentent quant à eux une signature chimique identique. Les auteurs évoquent par ailleurs une diversité des sources de métal pour les goujons disposés au XIIIe s. dans le triforium.

1.6.2.4. Travaux basés sur les rapports élémentaires en traces

Les teneurs en éléments majeurs de la scorie de réduction sont susceptibles, comme cela a été souligné auparavant au cours de la partie 1.4, d'être soumis à l'influence des effets de pollution au cours des étapes de la chaîne opératoire. Certains chercheurs, se basent sur la conservation des rapports élémentaires impliquant les composés présents à l'état de traces dans la scorie de réduction[88], ont privilégié l'emploi de ces derniers dans l'établissement d'une filiation chimique entre minerais et produits sidérurgiques. Nous détaillerons ainsi deux études réalisées en ce sens.

- Une étude archéométrique a porté sur la distinction chimique de deux ateliers de production du fer gallo-romains, *Les Martys* (Montagne Noire, dans l'Aude) et *Les*

[87] Trois agrafes sont disposées sur des statues de la façade ouest sont datées du début du XVe s., tandis qu'une autre est attribuée à la fin du XIVe s. ; deux autres éléments de renforts sont disposées sur la tour sud de cette façade et datés de la fin du XVe s. ou du début du XVIe s. ; neuf goujons prélevés dans le triforium sont attribuables au XIIIe s.
[88] Ce fait a été observé par Abetel et Serneels 1987.

Ferrys (Loiret). Les dosages ont été effectués par spectrométrie de masse couplée à un plasma inductif (ICP-MS) sur les scories et minerais réduits en poudre, et par ICP-MS couplée à un dispositif d'ablation laser pour les inclusions dans les produits métalliques. La caractérisation chimique de huit fragments de minerai provenant du secteur de production des *Martys* montre l'homogénéité chimique des ressources minérales considérées. L'étude réalisée démontre ensuite la conservation de plusieurs rapports élémentaires[89], caractéristiques du minerai, dans la scorie résiduelle d'une loupe de fer, d'un semi-produit (barre) et d'un objet fini (lame) (Cf. Figure 30).

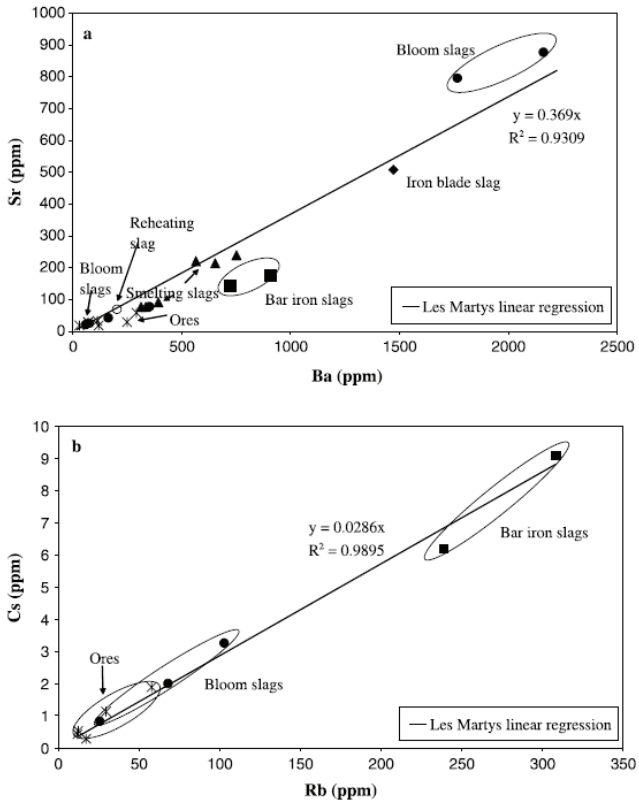


Figure 30 : Graphiques bivariés présentant la persistance de la signature chimique du minerai et des déchets de réduction dans les inclusions présentes au sein de produits sidérurgiques correspondant à différents degrés d'élaboration sur le site des Martys (Coustures *et al.* 2003)

Une démarche comparative a été appliquée en confrontant les rapports élémentaires caractérisant les minerais et scories de réduction des *Martys* avec ceux de leurs pendants mis au jour au sein de l'atelier contemporain des *Ferrys* (Cf. Figure 31). Le rapport Cs/Rb permet de distinguer nettement les échantillons de l'un et de l'autre site. La filiation chimique du minerai à l'objet n'est ainsi validée par les auteurs que si l'ensemble des rapports élémentaires considérés sont conservés. Les auteurs précisent par ailleurs que les minerais et scories de réductions associés à des contextes de production différents peuvent présenter des caractéristiques chimiques identiques, mais que l'observation d'un seul rapport élémentaire divergent permet de dissocier ces contextes.

[89] Ba/Sr, Ce/La, Rb/Cs, Zr/Hf, Zr/Th, Hf/Th.

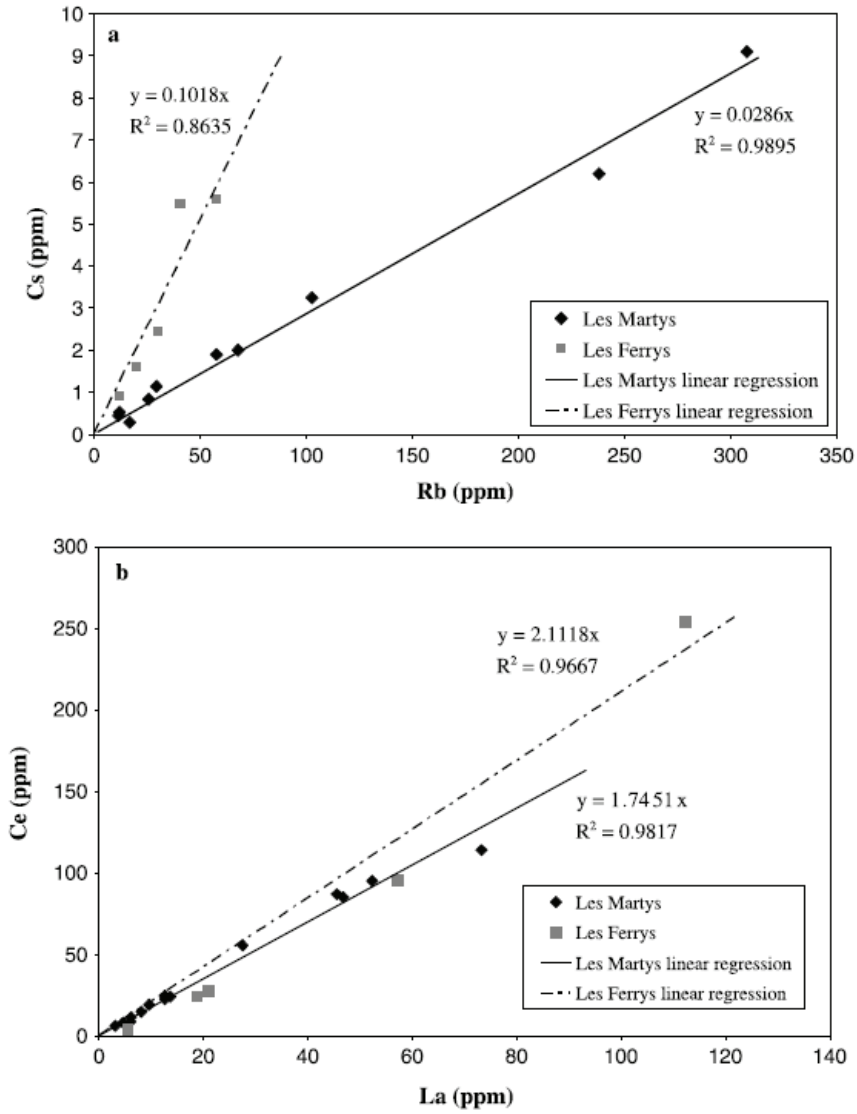


Figure 31 : Graphiques bivariés comparant les rapports Cs/Rb et Ce/La de scories de réduction et minerais provenant des sites des Martys et des Ferrys (Coustures *et al.* 2003)

Se basant sur ces premiers résultats, et plus particulièrement la démonstration de la filiation chimique dans le contexte des *Martys*, Coustures *et al.* (2006) évoquent la possibilité qu'une partie des semi-produits ferreux mis au jour par la fouille de certaines épaves des Saintes-Maries-de-la-Mer (Bouches-du-Rhône) aient été produites par ces ateliers sidérurgiques. Cinq barres ont ainsi bénéficié d'une caractérisation chimique. Les auteurs concluent, à partir des rapports élémentaires présentés en Figure 32, que trois individus ont bien été produits par les ateliers sidérurgiques des *Martys.* Deux autres proviendraient de sources différentes.

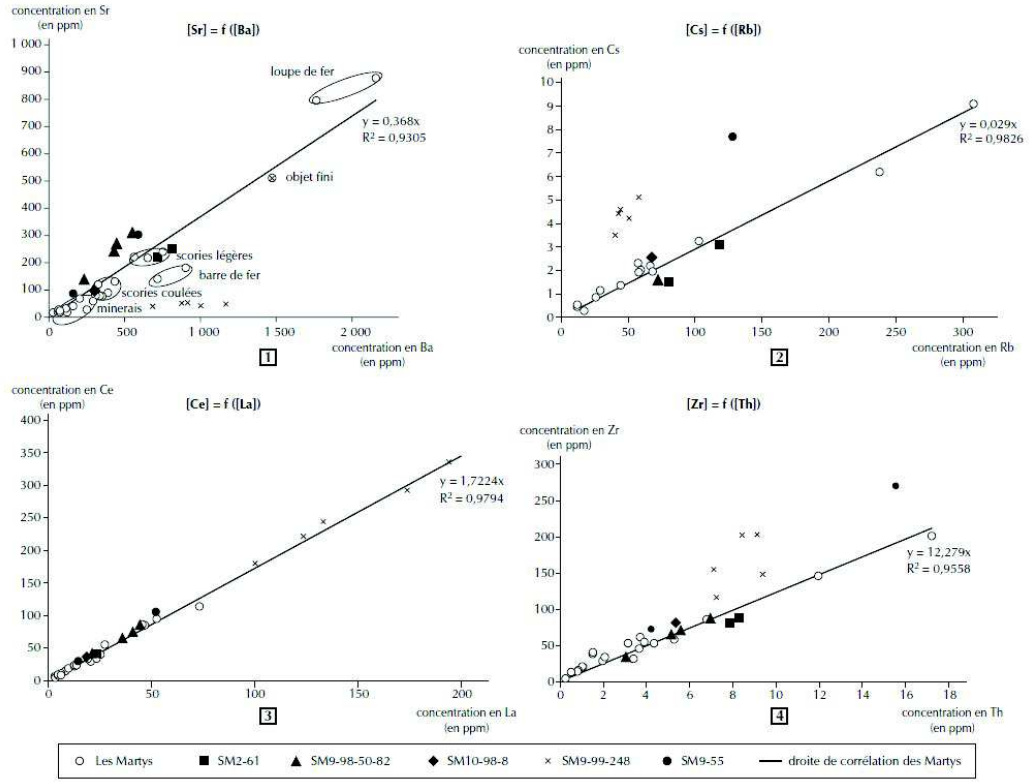


Figure 32 : Confrontation des caractéristiques chimiques des échantillons du site de production des Martys et celles de cinq semi-produits des épaves (Coustures *et al.* 2006)

En l'état, la provenance des trois semi-produits attribués par Coustures *et al.* (2006) à l'atelier des *Martys*, bien que probable, ne peut toutefois pas être pleinement validée. Une partie des éléments traces sélectionnés dans le cadre de cette étude peuvent, comme l'ont montré plusieurs autres sources[90], être affectés par des effets de pollution dus aux composantes du système de réduction[91]. La démonstration de la conservation des rapports élémentaires au sein des inclusions des produits sidérurgiques des *Martys* laisse toutefois entendre, que dans ce cas, l'apport de ces éléments par des sources de pollution paraît négligeable. Il paraît toutefois préférable de privilégier des composés dont les teneurs ne sont jamais affectées par ce phénomène. Bien que les barres SM9-99-248 et SM9-85-50-82 soient caractérisées respectivement par 6 et 4 inclusions de scorie, les autres barres ne paraissent avoir fait l'objet que d'une ou deux analyses inclusionnaires. Un nombre plus important d'analyses semble nécessaire afin d'apprécier une éventuelle dispersion des rapports élémentaires.

Malgré ces deux points discutables, l'étude réalisée par Coustures *et al.* (2006) pose des jalons importants pour les réflexions ayant trait à la provenance des produits ferreux, notamment quant à la notion de conservation des rapports élémentaires du minerai à l'objet.

[90] plus particulièrement Crew 2000, Serneels 2002, Kronz 2003, Desaulty 2008
[91] Rb et Sr peuvent être apportés par le charbon de bois ; Ba, Rb et Zr par les parois

- A.-M. Desaulty a quant à elle proposé d'employer successivement les informations portées par les caractéristiques chimiques en éléments majeurs et traces afin de mettre en œuvre une méthodologie visant à caractériser chimiquement des centres de production du fer (Desaulty 2008 ; Desaulty *et al.* 2009). S'étant intéressée au Pays de Bray[92], l'auteur a caractérisé chimiquement 74 échantillons de minerai et de scories de réduction afin de définir une signature chimique régionale.

  La démarche est initiée par l'observation des teneurs absolues des éléments majeurs constituant le matériau (minerai ou scorie). La mise en évidence, dans la scorie de réduction, de teneurs élevées pour certains éléments majeurs constitue pour l'auteur un premier indice pouvant orienter les réflexions vers un minerai particulièrement typé d'un point de vue chimique et présentant cette caractéristique[93].

  A.-M. Desaulty a par la suite pris en compte plusieurs rapports d'éléments majeurs (K_2O/CaO, Al_2O_3/SiO_2, MgO/Al_2O_3) et évalué leur distribution, à partir d'un corpus de plusieurs dizaines d'individus, afin de définir les principales tendances chimiques de son aire d'étude. L'auteur estime que ces derniers d'avèrent trop dispersés, et conclue que les éléments majeurs ne peuvent, dans son cas, définir une signature chimique suffisamment caractéristique pour établir une éventuelle compatibilité chimique avec des produits sidérurgiques potentiellement produit localement.

  Elle choisit ainsi de ne considérer que les rapports d'éléments traces qu'elle juge exploitables pour l'établissement d'une filiation chimique. Ces éléments ont été définis par le biais de la méthode que nous avons décrite *supra* (sous-partie 1.4.2.). A l'instar de ce qui a été réalisé pour les majeurs, A.-M. Desaulty définit la dispersion d'un nombre conséquent de rapports élémentaires[94] (Cf. Figure 33). Ces derniers présentent pour la plupart une distribution normale et sont considérés comme satisfaisant pour caractériser la production sidérurgique au sein de l'espace géographique considéré. Notons, qu'à l'instar de Coustures *et al.* (2003), A.-M. Desaulty choisit de prendre en considération un rapport élémentaire impliquant les concentrations en Rb, bien qu'elles puissent être potentiellement altérées par des apports provenant des composantes du système de réduction.

[92] Région naturelle s'étendant grossièrement entre Beauvais et Dieppe. La majeure partie de cette région est située dans le département de la Seine-Maritime (Haute-Normandie).

[93] D'autres auteurs se sont basés sur cette idée. Host-Madsen et Buchwald 1998 considèrent, dans le cadre de leur étude, une teneur importante en phosphore comme étant un argument en faveur de l'utilisation de minerais danois par rapport aux minerais suédois ou norvégiens. Leroy a également employé les caractéristiques chimiques particulières du minerai oolithique aalénien en Lorraine en tant qu'argument en faveur de l'exploitation précoce de ce minerai.

[94] Suivant les remarques formulées par Coustures et al. 2003, sur le fait qu'une des barres des Saintes-Maries-de-la-Mer, ne provenant pas des *Martys*, présentait toutefois plusieurs rapports élémentaires identiques aux échantillons caractérisant l'atelier de production.

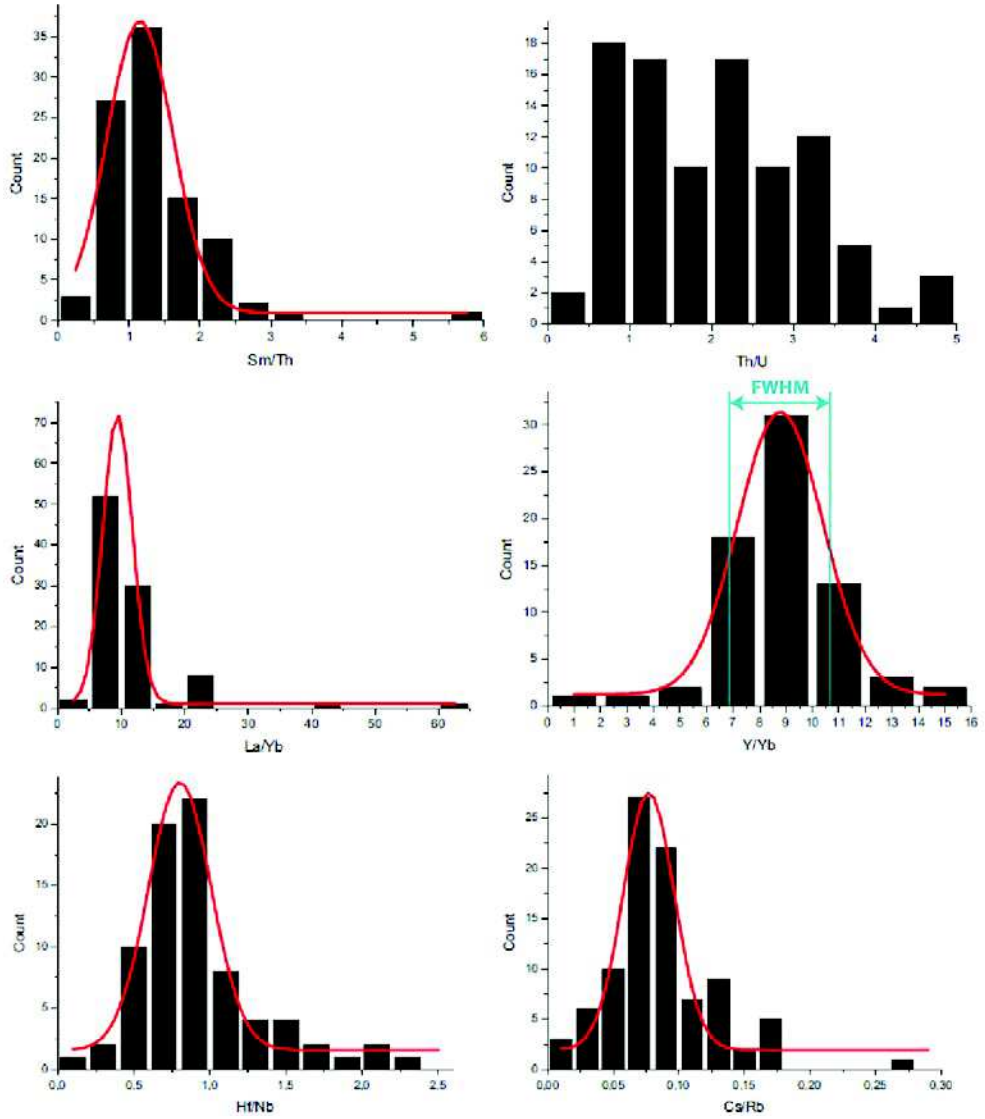


Figure 33 : Diagrammes de distribution exprimant la dispersion des rapports élémentaires en traces pour les échantillons caractérisant le Pays de Bray (repris, d'après Desaulty *et al.* 2009)

Le Pays de Bray a constitué une source de métal potentielle pour les chantiers de construction médiévaux de Beauvais et Rouen, villes se trouvant en marge de cet espace géographique producteur de fer au Moyen Age. 34 éléments de renforts métalliques provenant de trois édifices[95] ont ainsi été étudiés afin de définir leur signature chimique inclusionnaire, à la fois en éléments majeurs et traces. Les auteurs adoptent une démarche constituée de « filtres » chimiques successifs pour vérifier l'hypothèse de provenance formulée.

1) **Teneurs absolues en MnO et P_2O_5** : les minerais et scories de réduction brayons présentant des concentrations relativement faibles en oxyde de manganèse et pentoxyde de phosphore, les auteurs choisissent d'écarter les renforts métalliques présentant des teneurs largement supérieures au domaine chimique du secteur de production (Cf. Figure 34).

[95] Une église et la cathédrale de la ville de Rouen, ainsi que la cathédrale de Beauvais.

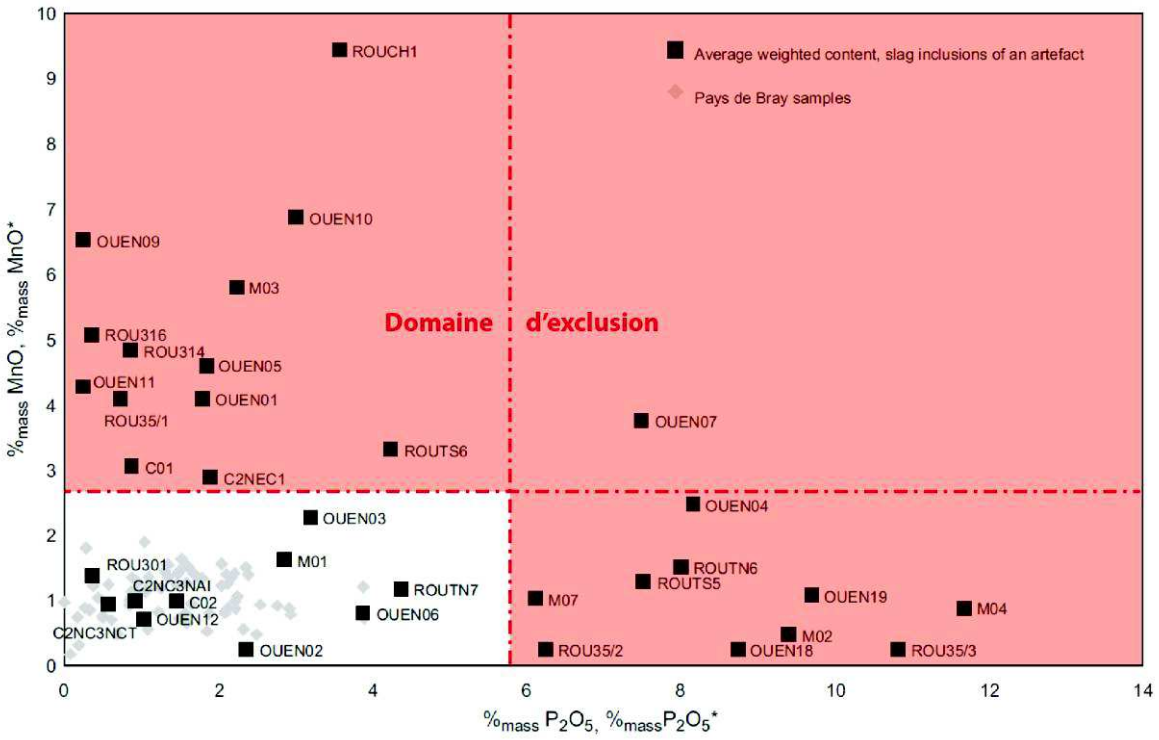


Figure 34 : Confrontation des teneurs moyennes pondérées en MnO et P_2O_5 des renforts métalliques de Rouen et Beauvais et des minerais et scories brayons (repris, d'après Desaulty *et al.* 2009)

2) **Rapports élémentaires de Composés Non Réduits :** la composition chimique en éléments majeurs des objets ferreux est ensuite comparée avec celle des échantillons du Pays de Bray. Il apparaît délicat, dans le cas présenté, d'exclure la possibilité qu'un des échantillons ferreux provienne du Pays de Bray sur la base de ces rapports. En effet, ces derniers se révèlent bien trop dispersés pour les échantillons brayons (Cf. Figure 35). Nous regrettons à ce propos que le fait que ces rapports mettent en évidence deux groupes d'échantillons de référence ne soit pas discuté à cette occasion. Il aurait été intéressant de savoir si cette dispersion est due à l'exploitation de deux minerais distincts, ou si elle met en évidence une différence de composition chimique entre minerais et scories. Il faudrait dans ce cas envisager la possibilité d'une altération importante de la signature chimique du minerai à l'occasion de la réduction.

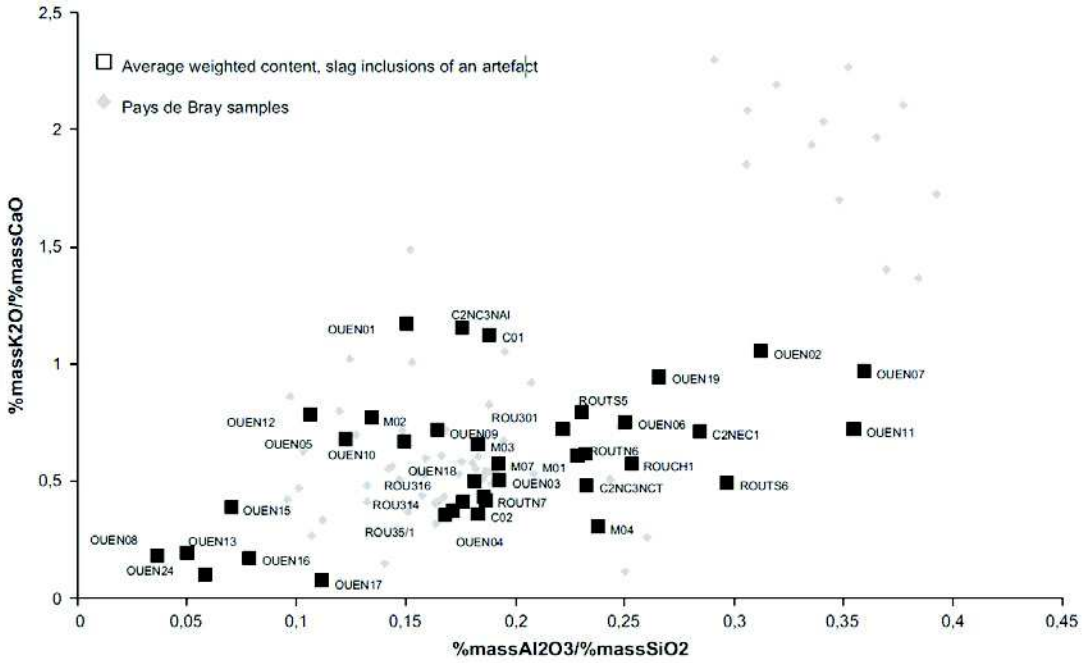


Figure 35 : Confrontation de deux rapports élémentaires de Composés Non Réduits (Desaulty *et al.* 2009)

3) **Rapports élémentaires en traces :** la dernière étape de validation repose sur la confrontation des rapports d'éléments traces entre les échantillons brayons et les renforts architecturaux. Desaulty emploie les caractéristiques de la distribution des rapports présentés en Figure 33 pour définir les frontières du domaine caractéristique du secteur de production[96], symbolisées par les traits en gras. Ne sont conservés, pour cette dernière étape, que les échantillons ayant été jugés compatibles chimiquement avec le Pays de Bray du point de vue des éléments majeurs. Les rapports élémentaires de chaque inclusion analysée sont représentés. La confrontation des rapports Th/U et Sm/Th permet d'exclure la possibilité que les huit échantillons ayant été conservés à l'issue des deux premières étapes du raisonnement puissent être chimiquement compatible avec le secteur de production envisagé (Cf. Figure 36). En effet, seule une inclusion de l'échantillon C02 est comprise dans le domaine chimique défini par la distribution des rapports élémentaires. Bien que seuls quatre rapports élémentaires en traces aient été présentés) pour invalider dans ce cas l'hypothèse de provenance formulée par Desaulty *et al.* (2009), ces derniers envisagent l'emploi d'outils statistiques multivariés permettant de traiter un nombre important de variables et offrant la possibilité de représenter un grand nombre de données de façon synthétique.

[96] Le critère sélectionné est en l'occurrence la largeur à mi-hauteur (FWHM en anglais) de la fonction modélisant la distribution des rapports élémentaires. Si la distribution suit une loi normale, la population comprise dans cet intervalle correspond à environ 70 % de la population totale. Cette largeur est par exemple comprise entre 6,9 et 10,5 du rapport Y/Yb représenté en Figure 33.

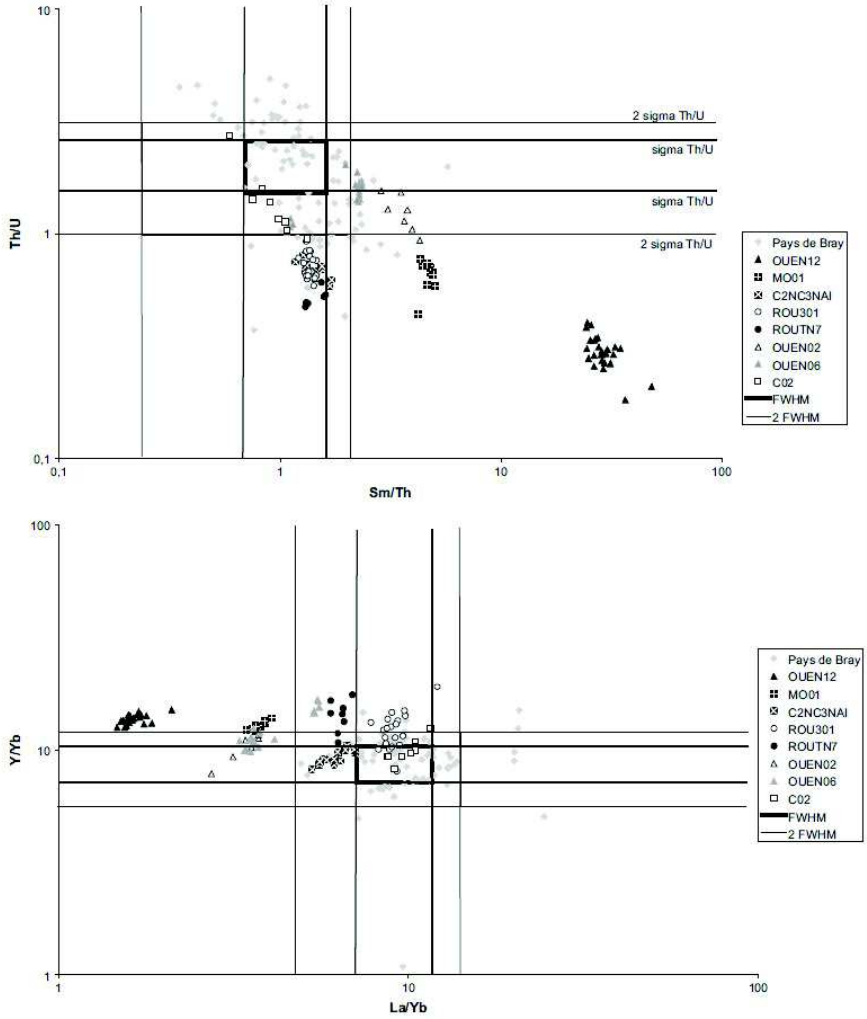


Figure 36 : Comparaison des rapports élémentaires caractérisant les inclusions de scorie de huit éléments ferreux de renfort avec les domaines d'appartenance définis par les échantillons brayons (Desaulty 2009)

1.6.3. L'héritage chimique du minerai à travers l'étude combinée des signatures chimiques du métal et de la scorie de réduction

La grande majorité des travaux réalisés en vue de constituer des groupes de produits sidérurgiques, ou de répondre à des hypothèses de provenance ont été réalisées de façon exclusive sur le métal ou la scorie de réduction. A notre connaissance, seule une étude réalisée par une équipe allemande (Schwab *et al.* 2006) a eu recours conjointement à la caractérisation chimique des deux matériaux. L'objectif de cette étude était de déterminer si des objets retrouvés au sein de l'*oppidum* de Manching (Bavière) avaient été produits par l'exploitation de minerais locaux. Des gisements de *bog ore* (minerai formé en milieu fluvial ou marécageux) ont été répertoriés dans les environs immédiats de l'habitat. Trois autres types sont connus dans les *Franconian Mountains,* à quelques dizaines de kilomètres au nord de l'*oppidum*[97].

[97] Un minerai de type pisolitique, *pea ore* ; un minerai constitué de croûtes ferrugineuses, *crust ore* ; un minerai sédimentaire.

19 échantillons de minerai collectés (*bog ore*, *pea ore*, *crust ore*) ont été caractérisés chimiquement par ICP-MS afin de déterminer les rapports isotopiques du plomb, ainsi que par ICP-AES [98] pour les concentrations élémentaires. 15 objets ferreux (couteaux, haches, faux, lance,…) ont également été analysés pour les isotopes du plomb et les éléments traces. Les inclusions de 26 objets[99] ont été caractérisées par le biais de l'EPMA[100].

Les auteurs comparent en premier lieu les rapports isotopiques du plomb ($^{208}Pb/^{206}Pb$ et $^{207}Pb/^{206}Pb$) des minerais locaux et des objets. Ils remarquent une forte dispersion des rapports isotopiques pour chaque type de minerai, entraînant un important recouvrement des signatures isotopiques. Les minerais ne peuvent pas être distingués de manière absolue par ce biais. La dispersion des rapports pour les objets est également importante, mais permet aux auteurs d'exclure la possibilité qu'ils aient été produits à partir de la réduction de minerai pisolitique (*pea ore* ou *bean ore*) (Cf. Figure 37).

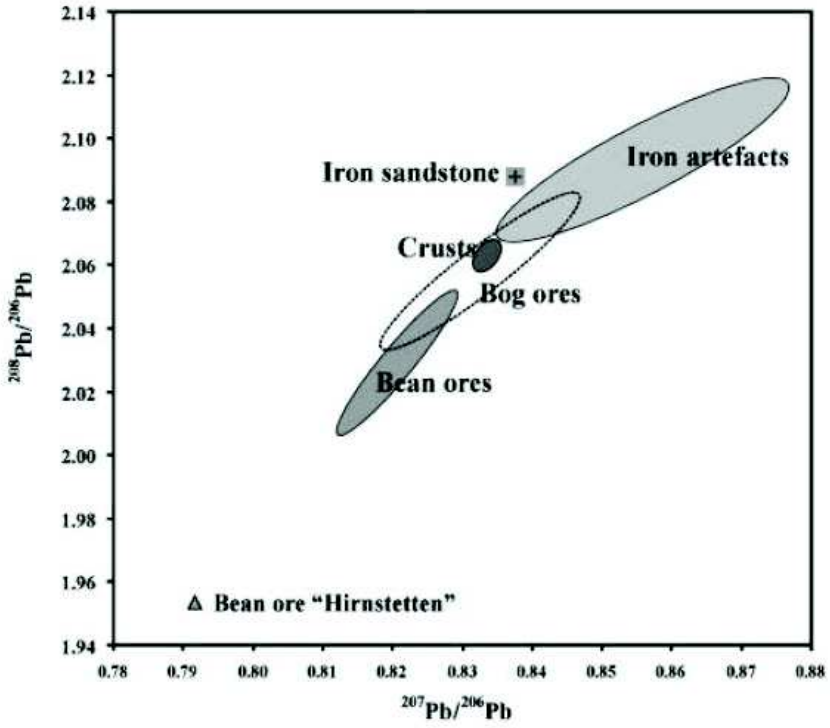


Figure 37 : Confrontation des rapports isotopiques du Plomb pour les artefacts de Manching et les minerais locaux (Schwab *et al.* 2006)

La composition chimique en éléments traces des différents types de minerais ne permet pas non plus de les distinguer, les résultats présentés montrant un important recouvrement des teneurs (Cf. Figure 38). De plus, seuls les éléments traces les plus abondants ont pu être dosés du fait de la restriction imposée par les limites de détection hautes du dispositif analytique (EPMA). Enfin, les éléments sélectionnés pour effectuer la comparaison sont, comme nous l'avons déjà évoqué auparavant (paragraphe 1.3.2.3.), susceptibles de faire l'objet de pollutions au cours de la production

[98] *AES* pour *Atomic Emission Spectrometry*.
[99] à raison de 10 à 20 inclusions par objet ; les 15 artefacts caractérisés du point de vue des rapports isotopiques font partie du corpus ayant fait l'objet d'une étude inclusionnaire.
[100] *Electron Microprobe Micro Analysis.*

de l'objet. Si la composition chimique des inclusions semble correspondre grossièrement à celle du *bog ore*, la filiation chimique ne peut en aucun cas être discutée sur cette base[101].

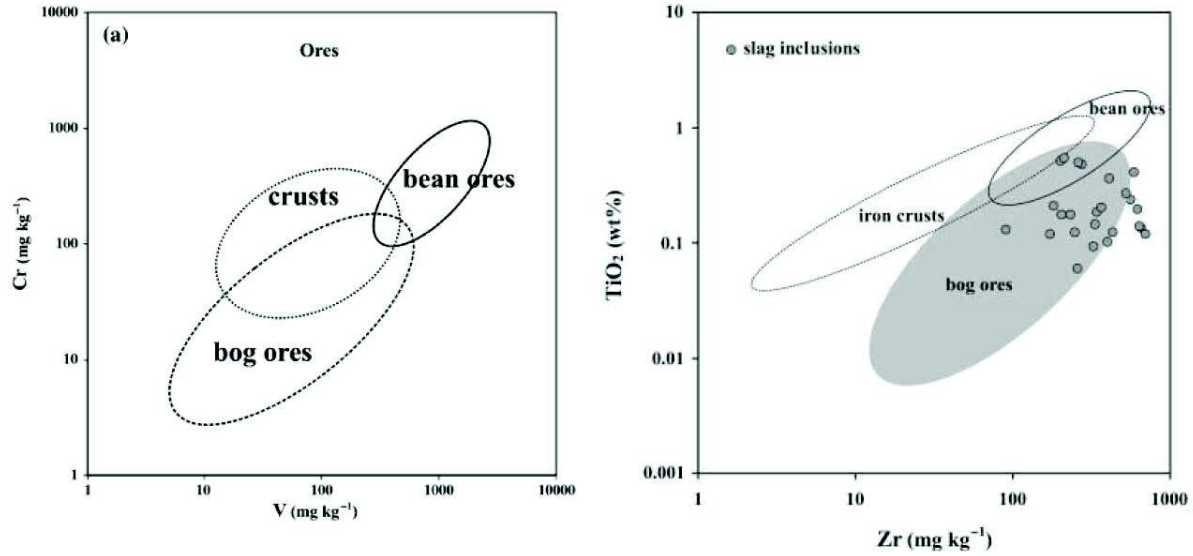


Figure 38 : Confrontation des teneurs absolues en éléments traces des minerais locaux et des inclusions de scorie des artefacts de Manching (Schwab *et al.* 2006)

Ni l'approche basée sur la comparaison des rapports isotopiques du plomb, ni celle basée sur les teneurs en éléments traces des minerais de fer locaux ne permettent une distinction claire de ces derniers. Il n'est donc pas possible, dans ce cas précis, de proposer de manière certaine l'un de ces derniers comme source potentielle du métal mis au jour sur l'*oppidum* de Manching. Malgré cela, les résultats obtenus sur les rapports isotopiques du plomb et sur les teneurs en éléments traces des inclusions de scorie paraissent cohérents et désigneraient le *bog ore* comme étant le minerai le plus proche des objets de Manching d'un point de vue chimique.

Bien que les résultats observés n'aient pas permis de valider l'hypothèse de provenance posée dans le cadre de cette étude, la démarche adoptée par Schwab *et al.* (2006) est intéressante car elle offre la possibilité, par la caractérisation chimique conjointe de la matrice métallique et des inclusions de scorie, de disposer d'un plus grand nombre de critères discriminants pour la distinction chimiques de secteurs de production sidérurgique.

[101] De plus, les auteurs confrontent dans ce cas des teneurs absolues. Or, celles-ci sont censées être plus élevée dans la scorie de réduction que dans le minerai, du fait de la réduction d'une partie des composés de ce dernier.

1.6.4. Bilan sur les démarches archéométriques mises en œuvre dans le cadre de la provenance des produits sidérurgiques

La caractérisation chimique des matériaux issus des activités de production sidérurgique permet d'aborder des questionnements ayant trait aux modalités de circulation des produits. Il peut s'agir uniquement de vérifier l'homogénéité chimique d'individus pour attester de leur production dans un contexte technique similaire, ou au contraire démontrer qu'un contexte de consommation est approvisionné par de multiples sources. Certains travaux ont été réalisés en vue d'atteindre un niveau d'information supplémentaire quant à ces modalités, à travers l'identification des sources de métal. Pour ce faire, diverses méthodologies d'étude ont été élaborées, portant sur deux supports d'étude (matrice métallique et scorie de réduction incluse) et employant des critères discriminants divers. Les exemples commentés *supra* permettent, à travers les choix méthodologiques et les conclusions des auteurs, de formuler plusieurs remarques qui nous paraissent importantes pour la mise en œuvre de démarches ayant trait à la filiation chimique entre minerais de fer, systèmes de production primaire et produits sidérurgiques.

- Plusieurs articles consultés rendent compte de l'emploi des teneurs absolues des composés de la scorie de réduction et de la scorie incluse dans le métal. Il a été par ailleurs démontré qu'à la suite de la réduction d'une proportion variable des oxydes composant le minerai, les teneurs des composés non réduits augmentaient de manière significative dans la scorie de réduction (Desaulty 2008). Il paraît ainsi hasardeux de comparer de manière directe les teneurs absolues d'un composé donné dans le minerai et la scorie résultant de sa réduction. Une solution peut être apportée par une normalisation des teneurs des NRC de la scorie par celle du Fer[102]. L'emploi de teneurs absolues n'est pas pour autant injustifié dans tous les cas. Si les scories de réduction présentent une teneur beaucoup plus importante que le minerai pour un composé donné, l'enrichissement dû à la réduction ne peut à lui seul expliquer cette différence. Cette dernière peut donc permettre de distinguer le minerai de la scorie (Leroy, Casarotto 1995 ; Leroy 1997 ; Desaulty *et al.* 2009). De manière générale, les rapports élémentaires ne sont pas affectés par la seule réduction d'une partie des composés du minerai et devraient être privilégiés, comme le soulignent par ailleurs la plupart des auteurs (Buchwald, Wivel 1998 ; Coustures 2003 ; Paynter 2006 ; Desaulty *et al.* 2009).

- La prise en considération de composés, présents à l'état de traces dans les matériaux et dont les teneurs peuvent être modifiées au cours du processus sidérurgique, est régulièrement discutée par les auteurs. L'emploi de ces critères devrait, en théorie, être évité. Plusieurs ont toutefois choisi d'employer ces composés pour la comparaison de signatures chimiques, que ce soit entre des minerais et des produits

[102] Les teneurs des autres composés susceptibles d'être réduits sont généralement faibles et peuvent être négligées dans cette conversion des teneurs.

sidérurgiques, ou entre plusieurs lots de produits. Dans certains cas, il est démontré que l'effet de pollution est négligeable pour les éléments considérés, en confrontant les signatures chimiques des minerais, des scories de réduction, mais également d'inclusions dans les produits métalliques bruts (Coustures *et al.* 2003, Desaulty *et al.* 2008). Rappelons également que l'importance de cet effet est d'autant plus grande que les composés en question sont présents en faibles teneurs dans le minerai composant la charge. Il paraît ainsi important d'apprécier, quand cela est possible, l'influence des sources de pollution sur un type de minerai donné. Une solution alternative a été proposée par S. Paynter pour éviter les effets des sources de pollution sur la filiation chimique (Paynter 2006). Il s'agit de comparer directement la scorie de réduction présente en contexte d'atelier avec celle incluse dans les produits sidérurgiques. En effet, hormis les questionnements plus spécifiques ayant trait à la chaîne opératoire, les problématiques portant sur la diffusion des produits sidérurgiques visent plutôt à établir un lien avec un atelier de production primaire qu'avec le minerai exploité.

La composition chimique en éléments majeurs des scories a également été employée dans certains cas pour distinguer (Buchwald, Wivel 1998 ; Paynter 2006), parfois sans chercher à les identifier (Pagès *et al.* 2008), des centres de production du fer. Cet emploi est discuté par d'autres en raison de l'influence des sources de pollution sur les teneurs (Coustures 2003 ; Desaulty 2008). Toutefois la composition chimique en éléments majeurs des minerais et scories associées à leur réduction recèle un potentiel informatif qu'il ne faut pas négliger. Elle a par ailleurs été employée en guise de premier argument de distinction chimique dans certains travaux. A condition de disposer de données suffisantes pour qualifier l'influence des pollutions d'un système de réduction de minerai de fer, il apparaît possible d'employer la composition chimique majeure des matériaux comme élément de distinction. Malgré cela, la signature chimique en éléments majeurs est davantage soumise à variations que les éléments traces, comme le soulignent Coustures, ainsi que Desaulty. Ces derniers ne pourraient ainsi pas être employés seuls à la distinction de plusieurs centres de production potentiels.

- De manière générale, les résultats présentés reposent sur des référentiels relativement faibles. Souvent le corpus de référence ne se compose que d'une vingtaine d'individus au maximum. Une certaine variabilité chimique des groupes chimiques de référence est par ailleurs évoquée par certains auteurs (Schwab *et al.* 2006), pouvant rendre délicate la distinction de ces derniers. La constitution de référentiels de comparaison plus conséquents permettrait de mieux percevoir la distribution des données chimiques et de préciser les domaines caractéristiques des groupes de référence. De la même manière, certaines études inclusionnaires ont été effectuées sur un nombre restreint d'inclusions de scorie. Au vu des résultats présentés par Dillmann et L'Héritier 2007, il apparaît nécessaire d'analyser plusieurs dizaines d'inclusions par produit, afin de qualifier la variabilité chimique

inclusionnaire et de mettre en évidence des phénomènes pouvant altérer la signature du système de réduction.

- Ainsi que l'ont montré Coustures *et al.*(2003), deux sources potentielles de minerai peuvent être plus ou moins proches chimiquement, et ne pourront pas être distinguées par certains rapports élémentaires. En revanche, un seul rapport divergent permet de distinguer deux systèmes de production, ou d'exclure la possibilité qu'un produit sidérurgique provienne d'une source donnée. Ainsi, afin de s'assurer d'une compatibilité chimique, il faut considérer un nombre important de rapports élémentaires. Desaulty *et al.* (2009) proposent, à l'issue de leur étude, l'emploi de méthodes statistiques multivariées afin de traiter un nombre important de variables*. Des études récentes se sont appliquées à développer des méthodologies portant sur l'héritage chimique en sidérurgie ancienne. Nous présenterons ainsi les avancées réalisées en ce sens dans la partie suivante.

1.7. Le traitement multivarié des données chimiques appliqué à la recherche en sidérurgie ancienne

L'ensemble des méthodes de traitement statistique constitue aujourd'hui un outil à part entière à disposition des sciences archéologiques. Il apparaît toutefois essentiel de considérer leur développement dans le cadre spécifique de la recherche paléométallurgique afin de cerner au mieux les possibilités ainsi que les limites de ces dernières. Nous dressons par conséquent un bref historique présentant les principaux acteurs et étapes du développement général des méthodes statistiques en archéologie avant de présenter des démarches appliquées plus spécifiquement à des questionnements liés à la paléosidérurgie.

1.7.1. Bref historique d'application de méthodes statistiques au domaine de l'archéologie

Les outils statistiques, employés dès le milieu du XXe s. pour traiter de problématiques archéologiques (Robinson 1951 ; Spaulding 1953), ont connu par la suite un développement croissant, qui a connu son apogée au cours des années 1960 à 1980. Les premiers efforts se sont portés plus spécifiquement sur l'emploi de méthodes d'échantillonnage (Binford 1964), d'analyses

multivariées (Binford et Binford 1966), ainsi que de méthodes d'analyse de classification* de données[103] (Hodson 1969, 1970 ; Renfrew, Sterud 1969). Les champs d'application se sont rapidement multipliés et se révèlent aujourd'hui aussi divers que l'analyse de composition chimique des matériaux, la prospection et les données spatiales, ou encore la calibration de méthodes de datation. Par ailleurs, les capacités de calcul sans cesse croissantes des outils informatiques ont permis l'application de méthodes jusqu'alors délicates à mettre en œuvre (Baxter 2008). Il nous faut également mentionner le développement de nombreux logiciels d'analyse statistique. L'archéologue se trouve ainsi face à de très nombreuses possibilités pour le traitement statistique de questionnements archéologiques. Quelques monographies publiées récemment dressent l'état des lieux des principes et méthodes les plus couramment employés en archéologie ainsi que leurs emplois les plus répandus (Aitchison 1986 ; Shennan 1997 ; Baxter 2003). Ceci permet d'avoir un aperçu des diverses possibilités offertes. Le lecteur pourra par ailleurs y trouver détaillées les analyses statistiques utilisées dans le cadre de ce travail.

Faisant suite à ce développement important de l'outil statistique, les dernières décennies ont vu fleurir nombre de discussions portant sur l'application des statistiques au traitement de problématiques archéologiques et archéométriques. Le sujet reste vivace, et permet aux archéologues, « utilisateurs » de ces méthodes, de questionner la pertinence d'une approche statistique face à une problématique archéologique précise. Ces débats reposent en général sur des constats effectués dans le cadre de situations pratiques, ce qui offre la possibilité de mieux définir les limites des méthodes employées. Pour ce qui concerne plus particulièrement notre sujet d'étude[104], les discussions initiées par Aitchison (Aitchison 1982) et entretenues par de nombreux autres auteurs (Baxter 2001 ; Aitchison, Barcelo-Vidal, Pawlowsky-Glahn 2002 ; Baxter *et al.* 2005 ; Mucha, Bartel, Dolata 2008) sur l'analyse des données ayant trait à la composition chimique des matériaux, fournissent un cadre de réflexion qui nous apparaît pertinent. D'autres questions telles que la transformation des données, sont également débattues. Baxter et Freestone (Baxter, Freestone 2006) proposent, en particulier, de comparer les conséquences, pour plusieurs cas pratiques et théoriques, de différentes méthodes de transformation de données. Ainsi, non contents de présenter un cadre théorique (avouons-le, parfois opaque aux non-mathématiciens), ces auteurs nous livrent également des mises en application pratiques qui permettent de mieux appréhender les possibilités et limites de différentes approches basées sur l'utilisation des statistiques en archéologie. Ces sources soulignent également l'importance de l'adéquation entre la question archéologique formulée et les méthodes d'analyses statistiques disponibles. La formulation de cette question s'avère ainsi être une étape essentielle préalable à tout raisonnement d'ordre statistique.

Nous présenterons ainsi de manière détaillée le principe des principales méthodes statistiques employées en recherche paléosidérurgique, ainsi que des démarches, basées sur l'emploi de méthodes statistiques, mises en œuvre récemment pour traiter de problématiques spécifiques.

[103] Incluant principalement les méthodes de sériation et de partitionnement des données. Ces dernières sont généralement dénommées *analyses des clusters* dans la littérature francophone.
[104] Ayant trait aux analyses de composition chimique des matériaux

1.7.2. Les méthodes statistiques multivariées appliquées aux problématiques paléosidérurgiques

Les analyses statistiques multivariées sont monnaie courante pour traiter des données de composition chimique caractérisant certains matériaux archéologiques, tels que les verres ou les céramiques. Elles ont toutefois été plus rarement employées dans le cadre de la recherche en paléosidérurgie. Les quelques exemples dont nous disposons mettent en œuvre des méthodes statistiques dans le but de traiter de problématiques telles que les changements techniques ou la provenance des produits sidérurgiques.

L'emploi de certaines analyses statistiques multivariées est privilégié dans la littérature consultée. Il est possible de distinguer deux grandes catégories de méthodes. La première vise à dégager la structure d'un ensemble de données et à résumer l'information qu'il contient ; il s'agit des **méthodes descriptives**. La seconde s'attache à expliquer des variables dépendantes par un ensemble de variables explicatives ; il s'agit des **méthodes explicatives**. Nous nous attacherons à ne décrire ici que les méthodes déjà employées dans le cadre de travaux menées en paléosidérurgie, en présentant un ou plusieurs cas d'application de ces dernières pour le traitement de problématiques ayant trait aux activités de production du fer.

Il est par ailleurs fréquent de recourir, avant toute analyse statistique multivariée, à une transformation ou une normalisation des données. Nous décrirons ainsi dans un premier temps les principales méthodes de transformation des données, ainsi que l'influence de ces dernières sur les analyses multivariées subséquentes.

1.7.2.1. Les méthodes de transformation des données

Nous nous appliquerons, dans ce paragraphe, à souligner les raisons à l'origine d'une transformation des données dans le cadre d'analyses statistiques multivariées, ainsi que les conséquences du choix d'une méthode particulière de transformation. Certaines méthodes statistiques, telles l'ACP ou l'analyse des clusters, sont influencées de manière significative par des caractéristiques du jeu de données considéré, tels que les ordres de grandeur des mesures ou la variance* des variables considérées. Ainsi, des variables qui ne sont pas forcément les plus significatives du point de vue de la question archéologique mais présentant une forte variance se verront attribuer, à tort, un poids important par l'analyse. D'autre part, l'ordre de grandeur des données analysées influe également sur l'interprétation de ces dernières, puisque ces analyses multivariées sont généralement effectuées dans le cadre d'un espace euclidien. C'est pourquoi il est préconisé de centrer et de réduire les données brutes. En d'autres termes, celles-ci doivent faire l'objet d'une normalisation.

Plusieurs méthodes de transformation des données sont disponibles, et sont décrites notamment par Baxter (2003, p. 74-78). La transformation la plus communément employée consiste à effectuer le rapport de la différence entre la valeur mesurée et la moyenne du caractère avec l'écart-type de ce dernier. Cette opération s'exprime de la manière suivante :

$$y_{ij} = (x_{ij} - \overline{x}_j)/s_j \quad \textbf{(Équation 4)}$$

Où y_{ij} est la valeur transformée de la variable j pour l'échantillon i, x_{ij} la valeur brute, $\overline{x}_j$ la moyenne et s_j l'écart-type du caractère j. Les variables sont ainsi mises à la même échelle, ce qui permet d'obtenir des variances équivalentes pour les données transformées. Il est également relativement répandu, pour les études archéométriques s'appuyant sur des données de composition chimique, de considérer à la fois des concentrations en éléments majeurs (unités en %) et des teneurs en éléments traces (généralement exprimées en ppm). L'application du logarithme décimal à l'ensemble des données permet de ramener ces dernières à un ordre de grandeur et une variance similaires. La formule exprimant cette transformation est ainsi la suivante :

$$y_{ij} = \log_{10} x_{ij} \quad \textbf{(Équation 5)}$$

Ainsi que détaillé dans la partie [*constance des rapports de NRC*], les teneurs absolues des composés non réduits de la scorie de réduction sont fortement influencées par la proportion des oxydes de fer (globules et dendrites de wüstite, magnétite,…). L'information portée par ces teneurs absolues, à savoir la proportion relative des phases lithophiles et sidérophiles dans la scorie, est peu intéressante pour traiter de la filiation chimique du système de production du métal. Ce sont les proportions relatives des éléments lithophiles au sein du matériau, caractéristique du système de production, qui expriment cette filiation. Par ailleurs, les composés lithophiles de la scorie de réduction constituent les mêmes phases. Il en découle en principe une forte corrélation positive des teneurs de ces éléments dans la scorie. Il apparaît donc bien plus pertinent de traiter ces données en établissant des rapports élémentaires.

Spécificité des données du type « composition chimique »

La question de la transformation des données dans le cadre d'une composition chimique a été très régulièrement abordée par Aitchison (Aitchison 1982, 1986 ; Aitchison *et al.* 2002). Tenant compte des difficultés inhérentes à l'analyse multivariée de compositions chimiques, ce dernier propose l'emploi d'une transformation logarithmique de rapports élémentaires[105]. Cette méthode, appliquée dans le cadre des études archéométallurgiques par S. Leroy (2010) sera évoquée sous le terme *logratio* et s'exprime de la façon suivante :

$$x_{ij} = \log_{10} \left[\frac{E_{ij}}{G(E_i)}\right] \quad \textbf{(Équation 6)}$$

Où x_{ij} est la valeur transformée, E_{ij} la valeur brute, et $G(E_i)$ la moyenne géométrique des teneurs élémentaires caractérisant l'individu i.

Qualités intrinsèques du matériau

L'approche statistique multivariée envisagée ici pour l'étude de la filiation chimique de la scorie de réduction nécessite de considérer tous les aspects décrits au fil des paragraphes précédents. Nous venons de le voir, la solution proposée par Aitchison (méthode des *logratios*) apparaît comme particulièrement appropriée à l'analyse des données ayant trait à la composition chimique. Si l'adaptation de la méthode de transformation aux types de données considérées est

[105] Le détail du raisonnement, décrivant les problèmes rencontrés lorsque l'on considère des données de composition chimique, ainsi que le développement mathématique de la transformation *logratio*, est livré dans Aitchison 1982, p. 139-152

essentielle, il est également nécessaire de tenir compte des spécificités intrinsèques du matériau considéré. Dans le cadre de son travail de thèse, S. Leroy s'est appliquée à adapter le *logratio* à l'étude des inclusions de scorie dans les produits sidérurgiques. Elle y a mis en évidence les avantages de cette méthode pour répondre à des difficultés inhérentes à l'étude de ce matériau spécifique, et en particulier la possibilité de s'affranchir du phénomène de concentration des éléments au sein des phases lithophiles de la scorie[106]. De plus, on s'est appliqué là à sélectionner les éléments selon leur pertinence vis-à-vis de la problématique, mais également en tenant compte des paramètres pouvant altérer l'efficacité de l'analyse. L'influence des faibles teneurs, proches des limites de détection, sur la variance des variables transformées a été mise en évidence. Ainsi, une démarche de sélection des variables à intégrer dans la moyenne géométrique $G(x_i)$ a été réalisée afin de minimiser l'influence de cette variance sur l'analyse (Leroy S. 2010, p. 211-213).

Limites de la méthode *logratios*

Baxter *et al.* (2005) et Baxter et Freestone (2006) soulignent toutefois que l'application de *logratios* peut dans certains cas aboutir à une perte d'informations, voire à une influence exagérée de certains rapports élémentaires. Ces conséquences sont dues à l'accent mis, par l'emploi des logarithmes, sur les variations relatives des teneurs élémentaires. Cependant, si ces remarques apparaissent comme tout à fait fondées dans le cas de la composition chimique du verre, dont il est majoritairement question dans cet article, elles méritent d'être reconsidérées dans le cas d'autres matériaux, tels que la scorie de réduction.

En effet, alors que les teneurs absolues sont porteuses d'informations dans le cadre de l'exemple concret présenté (Baxter, Freestone 2006, p. 521), ces données ne seront pas considérées comme essentielles pour la filiation chimique des inclusions de scorie. Au contraire, elles peuvent mener à une interprétation erronée de la composition chimique de la scorie, les teneurs absolues des éléments non réduits étant fortement dépendantes de la quantité d'oxydes de fer contenus dans le matériau. Considérer les teneurs absolues dans ce cas de figure tiendrait plus à étudier les conditions thermodynamiques de formation de la scorie de réduction que mettre en évidence de réelles différences en termes de composition chimique.

Par ailleurs, l'influence des faibles teneurs présentant une forte variabilité relative, mise en avant par Baxter et Freestone (2006), est prise en compte et minimisée par le biais de la sélection des variables intégrées dans la moyenne géométrique.

1.7.2.2. L'Analyse en Composantes Principales (ACP)

Mathématiquement, l'Analyse en Composantes Principales est une analyse de la variabilité, ou de la dispersion des données. L'objectif de l'analyse est de parvenir à décrire, à partir d'un nombre réduit de composantes, un maximum de cette variabilité. L'intérêt pratique majeur de l'ACP est la possibilité de pouvoir représenter graphiquement, dans un espace à faible nombre de dimensions, un jeu de données caractérisé par un nombre important de variables. L'Analyse en Composantes Principales est ainsi généralement employée pour visualiser les relations entre

[106] Le lecteur pourra trouver le développement du raisonnement dans le travail de thèse de S. Leroy : Leroy 2010, p. 207-209

individus au sein d'une population*, mais permet également d'examiner les relations entre variables (corrélation, anticorrélation, ou indépendance).

Principe mathématique et géométrique

Le principe de l'Analyse en Composantes Principales consiste à transformer, par une relation linéaire, *p* variables *Y*[107] corrélées entre elles, en *q* composantes *Z* indépendantes. Cette transformation est résumée par les équations suivantes (Baxter 2003, p. 67) :

$$Z_1 = a_{11}Y_1 + a_{12}Y_2 + \ldots + a_{1p}Y_p,$$
$$Z_2 = a_{21}Y_1 + a_{22}Y_2 + \ldots + a_{2p}Y_p,$$
$$\vdots$$
$$Z_q = a_{q1}Y_1 + a_{q2}Y_2 + \ldots + a_{qp}Y_p$$

Les composantes Z sont ordonnées de telle manière que Z_1 observe la plus grande variance[108], suivi de Z_2 et ainsi de suite. De plus, les composantes Z sont deux à deux non corrélées.

Géométriquement, les *n* individus composant le corpus étudié et exprimés par *p* variables forment ainsi un nuage de points dans un espace à *q* dimensions tel que $q \leq p$. Afin de pouvoir visualiser graphiquement une telle information, il est nécessaire de pouvoir réduire cet espace. En général cet espace est réduit à 1 ou 2 dimensions, soit un axe ou un plan. Ainsi, les coordonnées des points représentant les *n* individus dans ce nouvel espace sont les projections, sur les axes des composantes choisies[109], des points constituant le nuage dans l'espace à *q* dimensions. L'axe Z_1 est une droite passant par le centre de gravité du nuage de points et suit l'axe d'allongement maximal de ce dernier. L'axe Z_2 sera orthogonal à Z_1 et exprimera la variance résiduelle maximale, et ainsi de suite.

Un exemple concret d'application de cette méthode est proposé par Baxter (Baxter 2003). Ce dernier s'appuie sur la composition chimique de pâtes de céramiques britto-romaines provenant de cinq sites de production localisés dans trois régions différentes[110]. Les variables prises en compte sont les teneurs des oxydes composant les pâtes des céramiques. Les résultats de l'analyse sont représentés sur le plan de plus grande variance constitué des deux premières composantes principales (*Component 1* et *Component 2*) présenté à gauche de la Figure 39. L'influence des variables est quant à elle exprimée par le diagramme situé dans la partie droite. Celui-ci exprime également les relations entre ces variables. Par exemple, les teneurs en Al et Ti apparaissent

[107] Dans notre cas, les variables Y correspondent à des teneurs élémentaires, ou à des rapports de teneurs.

[108] La **variance** est une mesure de la dispersion des valeurs d'une variable donnée. Elle s'exprime mathématiquement comme la moyenne de l'écart au carré des valeurs *x* prises par une variable donnée exprimant une population de n individus par rapport à la valeur moyenne $\bar{x}$, soit $\boldsymbol{s}^2 = \frac{\sum(x-\bar{x})^2}{n}$. La variance correspond au carré de l'écart-type.

[109] En pratique, on sélectionnera préférentiellement les premières composantes, qui expriment la plus grande partie de l'information.

[110] La première région comprend le site 1, la seconde les sites 2 et 3, la troisième les sites 4 et 5.

fortement corrélées. Ces dernières sont à l'inverse fortement anti-corrélées avec les teneurs en Mg (les vecteurs sont opposés). La composition chimique permet dans ce cas de distinguer les sites selon la région dans laquelle ils sont localisés.

Ces vecteurs permettent par ailleurs d'exprimer les tendances dans la composition chimique des pâtes de céramique analysées. Les pâtes associées aux fours 2 et 3 apparaissent ainsi plus riches en Mn, K et Mg, et moins riches en Al et Ti, que celles des autres fours. Celles du groupe 1 apparaissent plus riches en Ca, Ba, Na et Fe. Enfin, celles des groupes 4 et 5 seraient plus riches en Al et Ti, et présenteraient des teneurs relativement pauvres pour tous les autres éléments (leur position est opposée aux vecteurs Ca, Ba, Na, Fe).

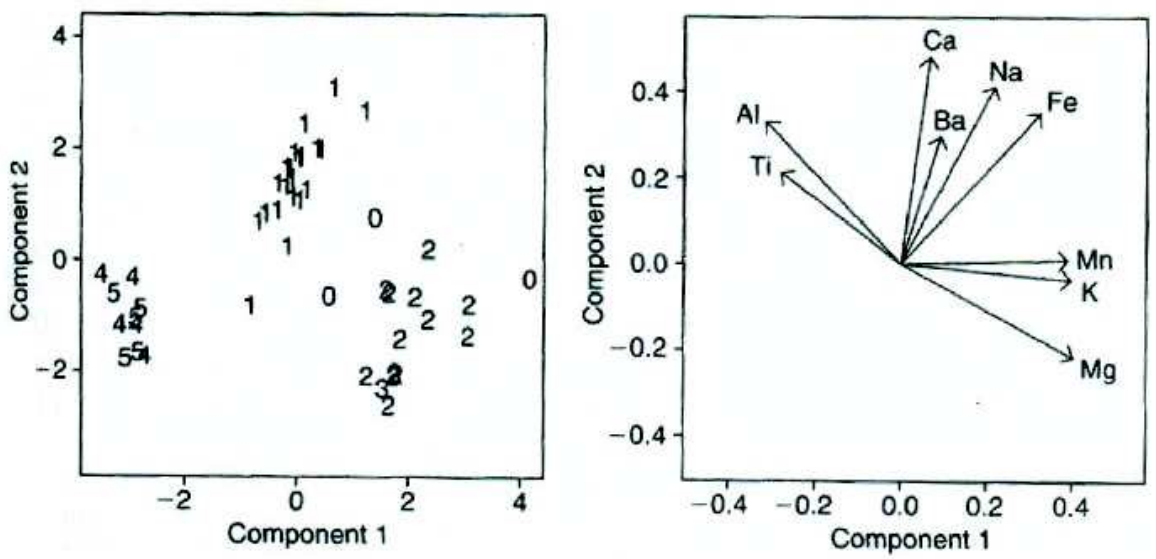


Figure 39 : Résultats, sur le plan de plus grande variance, d'une Analyse en Composantes Principales réalisée sur la composition chimique de pâtes de céramiques britto-romaines (Baxter 2003)

Utilisation de l'ACP pour la mise en évidence d'une variation des techniques opératoires d'un atelier sidérurgique (Charlton *et al.* 2010)

La fouille d'un atelier sidérurgique médiéval à Llwyn Du, au Pays de Galles (Royaume-Uni), a permis la mise au jour d'un ferrier de deux mètres de hauteur, présentant une stratigraphie bien définie, interprétée par les fouilleurs comme correspondant à plusieurs phases de fonctionnement de l'atelier (Crew 2002 ; Charlton 2007). Une cinquantaine de scories de réduction, prélevées dans les différentes strates de l'amas de scories, ont fait l'objet d'une caractérisation chimique. Douze oxydes sont pris en compte dans l'étude effectuée (Charlton *et al.* 2010). Une Analyse en Composantes Principales a été réalisée sur les teneurs de ces oxydes composant les scories de réduction échantillonnées (Cf. Figure 40).

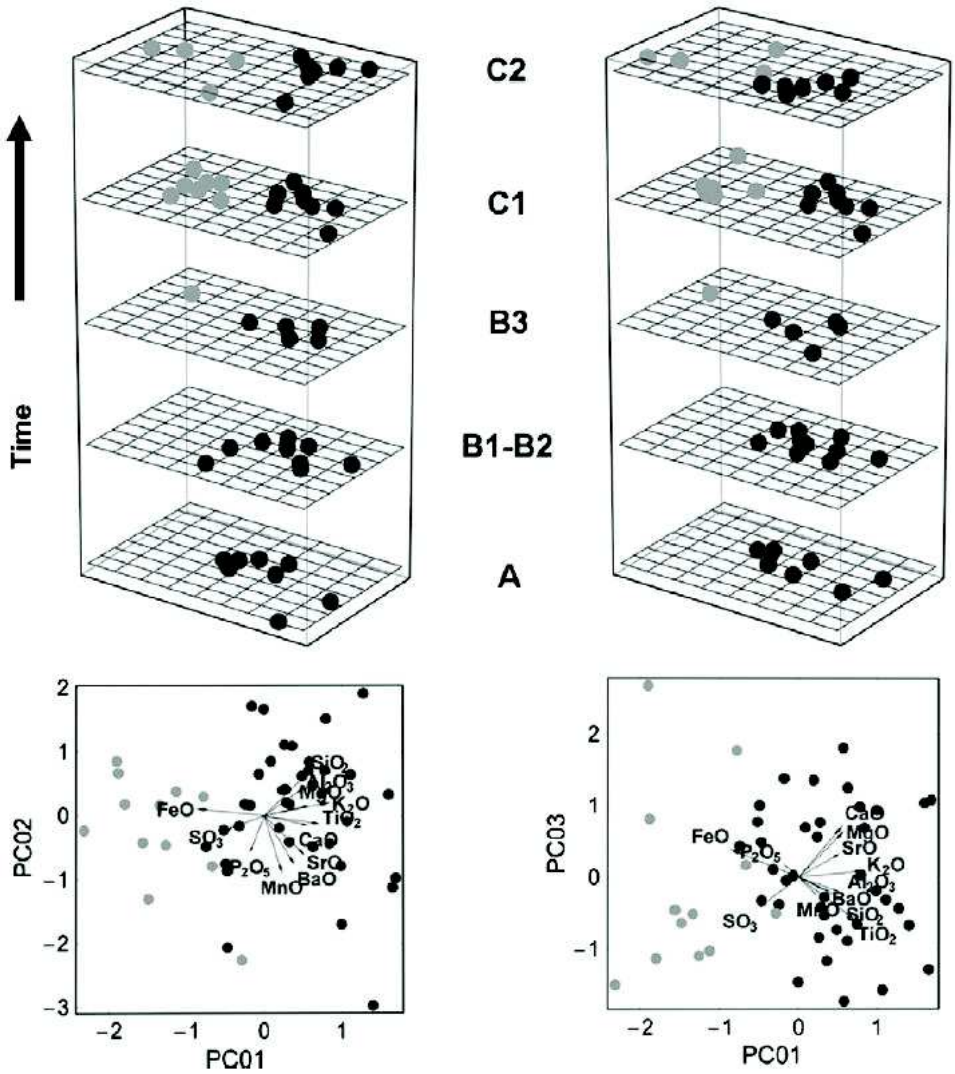


Figure 40 : Projection, sur le plan de plus grande variance, des scories soumises à l'Analyse en Composantes Principales. Les projections sont ensuite classées en fonction des couches identifiées dans l'amas de scories de Llwyn Du (Charlton *et al.* 2010)

Les auteurs mettent en évidence deux groupes de scories de réduction sur la base de leurs caractéristiques chimiques. Les résultats de l'analyse montrent que ces derniers se distinguent majoritairement par la teneur en oxydes de fer. Il est intéressant de noter que, tandis que le groupe 1 (points noirs) est présent à tous les stades de l'amoncellement, les scories du groupe 2 (points gris) apparaissent dans les couches associées aux phases d'activité les plus tardives de l'atelier. Charlton *et al.* (2010) proposent tout d'abord d'associer cette différence de teneurs en oxydes de fer à la production de types de produits sidérurgiques distincts. Les scories de type 1 seraient ainsi plutôt associées à la production de métal aciéré tandis que celles du type 2 seraient liées à l'obtention de masses de métal moins carburées. Les auteurs proposent d'expliquer ce fait par le choix de produire du métal plus ou moins aciéré en fonction de la demande portant sur une qualité de métal donné. Le second scénario avancé par les auteurs de l'étude repose sur l'hypothèse d'une adaptation des choix opératoires à une recherche de profits. Les métallurgistes auraient dans ce cas adapté leur production en vue d'optimiser les profits.

L'identification des inclusions de scorie dont la signature peut être altérée par des ajouts au cours de la chaîne opératoire (Charlton *et al.* 2012)

Les données exploitées dans le cadre de cet article proviennent de l'étude des réductions expérimentales présentées par Blakelock *et al.* (2009). Rappelons que ces derniers avaient pour objectif de mettre en évidence l'influence des sources de pollution liées aux systèmes opératoires sur la signature chimique inclusionnaire des semi-produits et produits finis. Cette nouvelle étude se propose de compléter les observations effectuées au préalable par Blakelock *et al.* (2009) en employant une démarche statistique multivariée. Les auteurs établissent en premier lieu quels sont les oxydes pouvant être apportés par chaque type de polluant (Cf. Figure 41). Une ACP est ensuite réalisée sur une soixante d'inclusions de scorie analysées dans une barre de métal obtenue à l'issue d'une des opérations expérimentales (XP 17). Six teneurs sont prises en compte en tant que variables dans l'analyse réalisée : MgO, Al_2O_3, SiO_2, K_2O, CaO et TiO_2.

	MgO	Al_2O_3	SiO_2	K_2O	CaO	TiO_2	SrO	BaO
Bloomery slag	●	●	●	●	●	●	●	●
Clay		●	●	●		●		●
Fuel ash	●			●	●		●	
Smithing flux			●					

Figure 41 : Composés caractérisant divers matériaux composant le système opératoire lors des opérations de post-réduction selon Charlton *et al.* 2012

Neuf groupes d'inclusions ont été distingués[111] auparavant en fonction de leurs caractéristiques chimiques et sont projetés sur le plan de plus grande variance. L'ACP montre une forte anticorrélation entre TiO_2, MgO, Al_2O_3 d'une part et CaO d'autre part, ainsi qu'entre SiO_2 et K_2O pour la population étudiée. Se basant sur le tableau présenté en Figure 41, Charlton *et al.* (2012) associent chaque groupe d'inclusions à une source de pollution potentielle. Les inclusions des groupes 2, 3, 5 et 6 seraient ainsi liées à une pollution due au charbon de bois, celles des groupes 7 et 8 d'une pollution due aux parois du foyer. Les inclusions du groupe 9 seraient issues de l'emploi d'un ajout siliceux, et celles du groupe 1 à un mélange de charbon de bois et d'argile des parois. Les inclusions du groupe 4 seraient quant à elles les inclusions générées lors de la réduction du minerai (Cf. Figure 42).

Bien que la démarche adoptée soit convaincante, la structure des résultats de l'analyse semble diverger quelque peu du système décrit au préalable. En effet, l'oxyde de magnésium se trouve compris dans les variables censées caractériser les apports dus au matériau argilo-siliceux des parois de foyer alors qu'il devrait être associé aux alcalins et alcalino-terreux apportés par le charbon de bois. Les projections des autres variables semblent toutefois cohérentes avec le modèle présenté. L'incohérence constatée peut ainsi être due au fait que les cendres de charbon de bois ne contiennent pas de MgO dans ce cadre, et ne semble pas devoir invalider l'identification des groupes associés à ces deux sources de pollution.

[111] La méthode employée à distinguer ces groupes sera décrite *infra*.

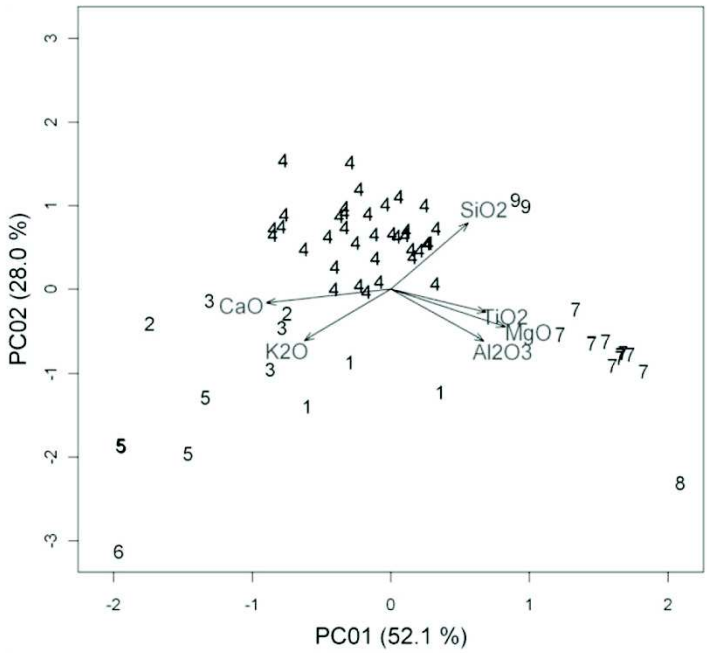


Figure 42 : Projection, sur le plan de plus grande variance, des inclusions de scorie du produit de l'expérimentation XP17 (Charlton *et al.* 2012)

1.7.2.3. La Classification Hiérarchique (CAH)

Principe de la méthode

La classification hiérarchisée est une des nombreuses méthodes d'analyse de partitionnement* des données (ou analyse des clusters). A l'instar de l'ACP, il s'agit d'une méthode largement employée en archéologie. L'analyse des clusters est utilisée pour mettre en évidence des groupes homogènes d'individus au sein d'un jeu de données.

Le principe générique de l'analyse des clusters repose sur deux démarches. 1) La mesure de la similarité (ou la dissimilarité) entre des paires d'individus/classes. 2) L'emploi d'un algorithme spécifiant de quelle manière cette (dis)similarité est utilisée. Deux déclinaisons de hiérarchisation sont possibles : la classification ascendante, agglomérative, et la descendante, divisive.

Dans le cas d'une classification ascendante, chaque individu composant le corpus est considéré à l'origine comme un cluster à part entière. Les deux individus les plus semblables sont agrégés pour former une classe, à laquelle sera incorporé un troisième individu, le plus semblable à cette première paire, formant ainsi une nouvelle classe. Les individus restants sont incorporés successivement, jusqu'au plus dissemblable, afin d'obtenir un seul et même cluster regroupant l'ensemble des individus.

La déclinaison descendante de la classification s'attache quant à elle à diviser la population complète en deux groupes présentant une variance interclasse maximale. Les groupes nouvellement créés seront eux-mêmes divisés, de manière itérative, jusqu'à ce que les clusters ne soient plus composés que d'un individu. La méthode descendante apparaît très peu employée en archéologie (Baxter 2003, p. 95).

Quelle que soit la déclinaison employée, l'objectif est le même : il s'agit de minimiser la variance intraclasse tout en maximisant la variance interclasse. En d'autres termes, on cherche à définir les groupes les plus homogènes possible et les plus différents les uns des autres. Nous avons employé uniquement la déclinaison ascendante de cette méthode. En pratique, la mise en œuvre d'une classification se décline ainsi en plusieurs étapes :

►**Méthode de mesure d'éloignement :** dans le cadre de la CAH, la mesure de la (dis)similarité entre les clusters peut être définie de différentes façons, laissées au choix de l'opérateur. Pour des variables quantitatives, comme c'est le cas ici, le parti généralement pris est celui d'exprimer cette mesure en distances euclidiennes. Nous verrons au cours des chapitres suivants qu'il sera par ailleurs indispensable d'utiliser les distances euclidiennes dans le cadre de notre démarche.

►**Algorithme de classification :** les algorithmes déterminent la façon dont les clusters formés itérativement sont agrégés, sur la base de la distance choisie précédemment. Ainsi, on peut choisir d'agréger deux groupes en fonction de la distance entre les plus proches voisins, la distance entre leurs barycentres, ou encore selon la méthode du saut de Ward. Cette méthode de classification, étant basée sur la maximisation de la variance interclasse[112] et sur les sauts d'inertie*, nous est apparue la plus pertinente au vu de nos questionnements. Considérons l'exemple d'une population composée de *n* individus. Géométriquement, cette population peut être représentée sur un plan par un nuage, composé de *n* points. Ce nuage possède un centre de gravité *G,* dont les coordonnées (x_G ; y_G) correspondent à la moyenne arithmétique des coordonnées (x_i ; y_i) des *n* points constituant le nuage. L'inertie totale de ce nuage est la moyenne des carrés des distances séparant les *n* points du centre de gravité *G.* L'inertie totale qualifie ainsi la dispersion du nuage de points. Lorsque le nuage de points est divisé en *k* classes, la dispersion du nuage est qualifiée par l'inertie interclasse, définie par la somme des carrés des distances séparant les *k* centres de gravité des classes du centre de gravité *G* du nuage (Saporta 2006, p. 258-259). L'exemple suivant (Cf. Figure 43) illustre la perte d'inertie interclasse due au regroupement des points A et B. Le carré de la distance séparant le centre de gravité de la classe (A , B), est bien inférieur à la somme des carrés des distances séparant les points A et B du centre de gravité *G* du nuage de point. A chaque agrégation successive d'individus ou de groupes d'individus par la CAH, l'inertie interclasse diminue de façon plus ou moins importante.

[112] Et par conséquent la minimisation de la variance intraclasse.

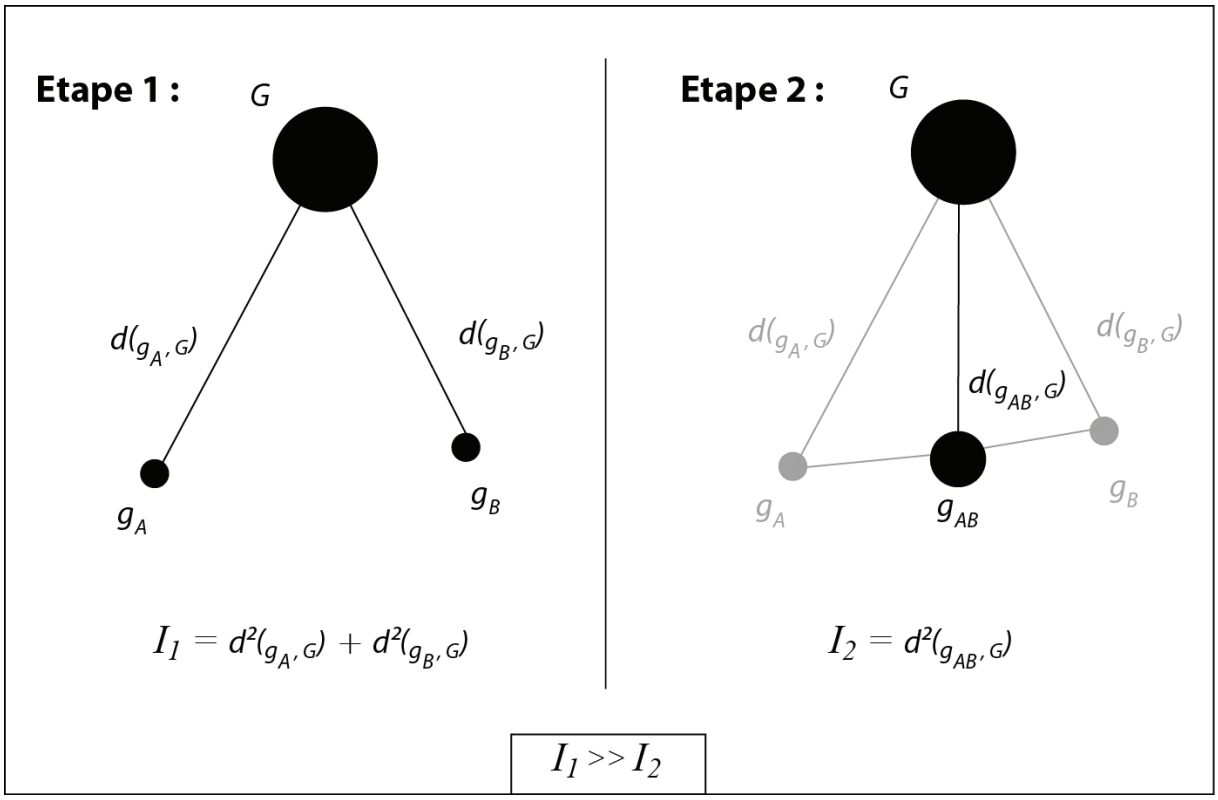


Figure 43 : Schéma décrivant géométriquement la perte d'inertie interclasse d'un nuage de point à l'occasion d'une agrégation

►**Choix du nombre de classes retenues :** cette opération nécessite l'intervention de l'opérateur, qui dispose de plusieurs critères pour définir le nombre de classes résultant du partitionnement du corpus (Charlton *et al.* 2012). Le plus communément employé est la variation de l'inertie interclasse. Le nombre de classes est alors défini par l'agglomération à partir de laquelle la perte d'inertie n'évolue plus de manière significative. Le nombre de classes est également défini par certains en fonction des résultats attendus (Baxter 2006). Si l'analyse porte sur le partitionnement d'un corpus au sein duquel six groupes ont été identifiés au préalable (par exemple six centres de production du fer), le dendrogramme est sectionné de manière à former six classes. L'opérateur vérifie par la suite la cohérence des résultats constatés avec ce qui est attendu afin d'identifier des *outliers**. Cette étape, pouvant laisser une certaine place à l'arbitraire sera discutée plus en détail dans le paragraphe 2.3.4.1. Nous présenterons la procédure de choix envisagée dans le cadre de ce travail.

►**Représentation graphique :** la Classification Ascendante Hiérarchique est représentée graphiquement par un dendrogramme. Il s'agit d'un arbre binaire pour lequel chaque individu du corpus représente une branche ultime. Les branches des individus (ou classes) sont reliées itérativement, à une hauteur proportionnelle à leur mesure d'éloignement. Ainsi plus la hauteur (niveau d'inertie) d'une jonction est faible, plus les éléments reliés seront semblables. Selon le seuil retenu, le dendrogramme est coupé à une hauteur donnée, déterminant les classes établies par la classification. Le dendrogramme présenté en Figure 44

est issu d'une CAH réalisée par Baxter (2003) sur le corpus de céramiques britto-romaines déjà employé en guise d'exemple illustrant l'emploi de l'ACP (paragraphe 1.7.2.2.). Les trois familles de composition, correspondant à trois régions de production, sont bien distinguées par la CAH. Le dendrogramme devrait être coupé à une hauteur de 3 dans ce cas de figure. Celle-ci met par ailleurs trois *outliers* (individus 4, 35 et 36) en évidence.

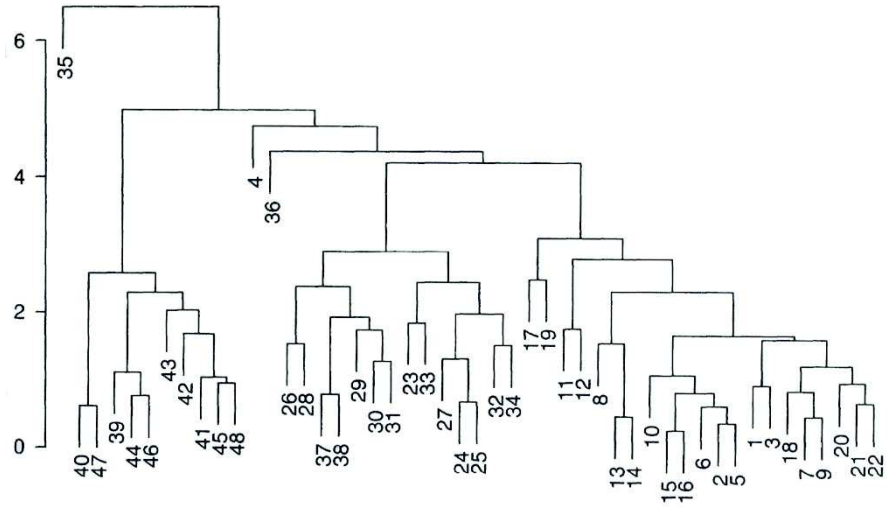


Figure 44 : Dendrogramme issu de la CAH effectuée sur la composition chimique de pâtes de céramiques britto-romaines (Baxter 2003)

L'emploi de la classification hiérarchisée peut s'avérer pertinent pour distinguer différents groupes au sein d'une population. La méthode présente toutefois des limites. En effet, celle-ci est fortement dépendante de la structure des données analysées. Si la population considérée ne comporte pas de groupes suffisamment caractérisés par les variables choisies, la classification risque de constituer des classes ne présentant aucun rapport avec la réalité (Baxter 1994). L'appréhension de la structure des données par l'opérateur apparaît ainsi essentiel, et il semble pertinent d'associer l'emploi de la classification à celui d'autres méthodes de *data mining** telles que l'ACP. La classification a été employée pour traiter de diverses problématiques paléosidérurgiques, dont nous détaillerons les principaux exemples.

Distinction de produits sidérurgiques au sein d'un même contexte de production (Fiset *et al.* 2001)

Une équipe canadienne a étudié la production d'un atelier appartenant aux forges du Saint-Maurice, l'un des principaux centres industriels de Nouvelle-France. Cet atelier aurait connu une période d'activité relativement courte (1736-1741). Il est attesté que le métal y est produit par le procédé indirect. Les auteurs de cet article ont cherché à déterminer, sur la base des teneurs des éléments présents dans le métal, si les produits finis mis au jour sur le site correspondaient bien aux semi-produits (barres de métal affiné). Vingt-deux individus ont ainsi été caractérisés chimiquement. Les concentrations de sept éléments traces présents dans la matrice métalliques constituent les variables caractérisant le corpus.

Les résultats de l'analyse statistique mettent en évidence deux groupes d'échantillons (Cf. Figure 45). Le premier (groupe A) comprend la quasi-totalité des semi-produits ainsi qu'une partie des produits finis. Le second (groupe B) est quant à lui constitué d'un semi-produit et des autres produits finis. Les auteurs mettent les profils de concentrations chimiques des éléments présents dans le métal en regard des résultats de la classification. Des différences sont effectivement perceptibles par ce biais. Le Vanadium présente ainsi des teneurs plus faibles dans le métal des individus attribués du groupe B. Les teneurs en cuivre et arsenic sont quant à elles plus élevées pour ce groupe.

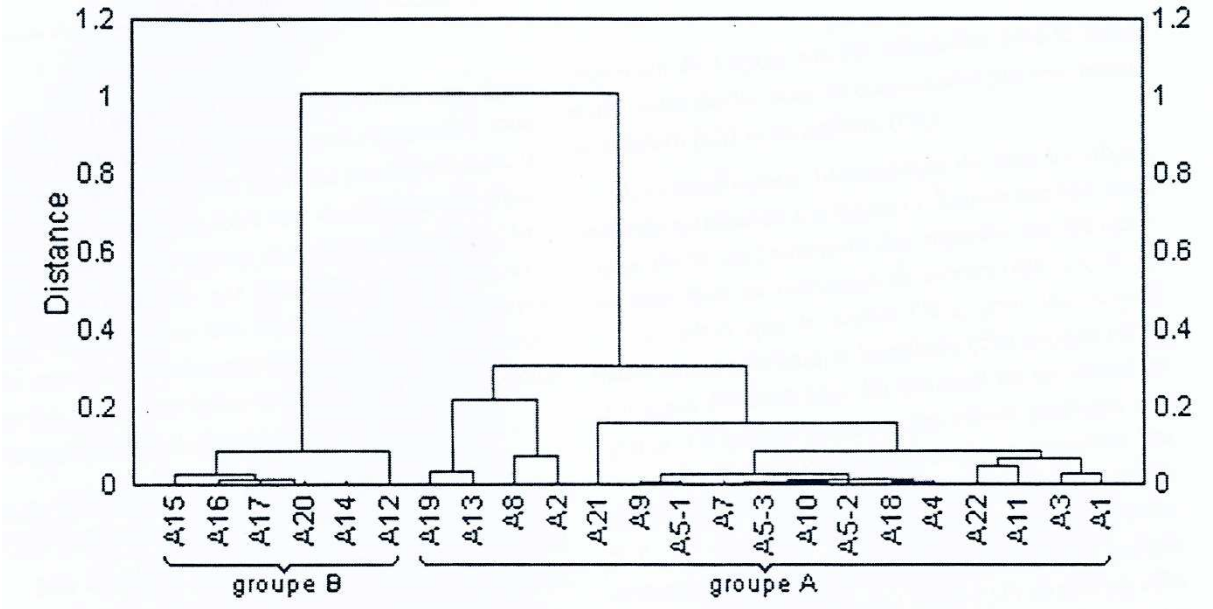


Figure 45 : Classification hiérarchique partitionnant le corpus de semi-produits et produits ferreux de la forge basse des forges du Saint-Maurice (Fiset *et al.* 2001)

Les résultats obtenus amènent les auteurs à considérer qu'une partie des produits finis analysés (ceux du groupe A) sont bien mis en forme à partir de métal produit par l'atelier étudié, tandis que ceux du second groupe seraient fabriqués à partir de métal produit par un autre atelier. Bien que notre propos porte ici plus particulièrement sur l'emploi de méthodes statistiques, les conclusions présentées sont discutables, car elles ne reposent pas sur une étude du comportement des éléments traces présents dans la matrice métallique au cours de la chaîne opératoire. De plus, contrairement à d'autres études (Devos *et al.* 2000), les résultats présentés ne permettent pas d'apprécier la dispersion des teneurs élémentaires au sein du métal.

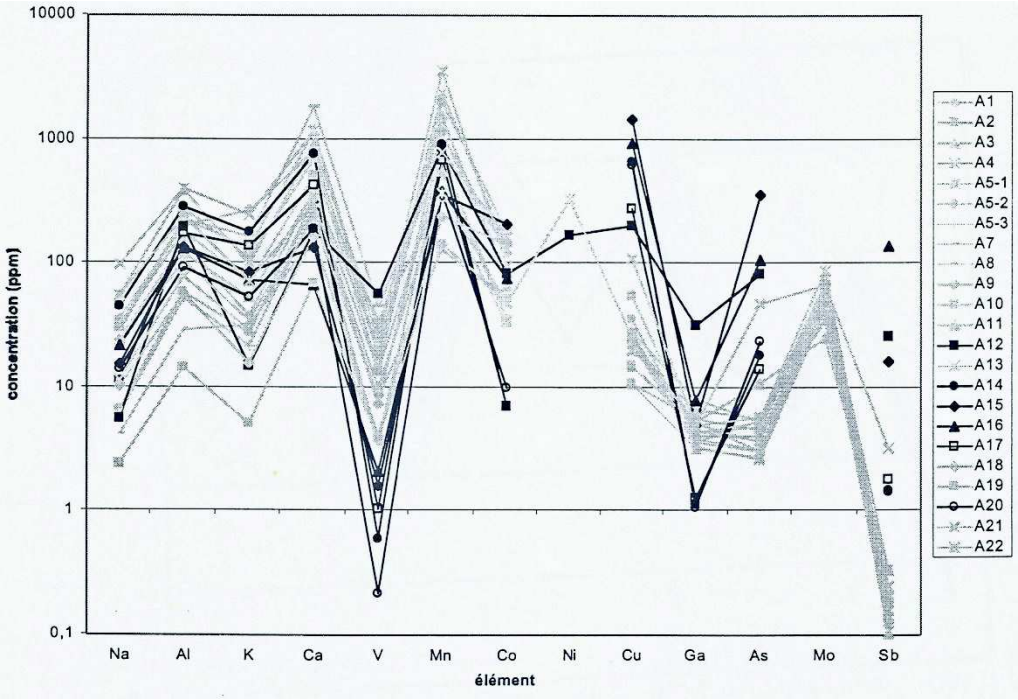


Figure 46 : Profil des concentrations pour les éléments dosés dans les inclusions de scorie et la matrice métallique de semi-produits et produits ferreux de la forge basse des forges du Saint-Maurice (Fiset *et al.* 2001)

Les résultats de l'analyse multivariée apparaissent quant à eux en adéquation avec les données chimiques considérées, la constitution des deux groupes distingués faisant sens à la lumière des profils de concentration présentés en Figure 46. La classification semble ici constituer un outil adéquat pour mettre en évidence des différences de composition chimique au sein du corpus. Il faut néanmoins souligner que le référentiel de comparaison paraît ici trop restreint[113] pour soutenir les conclusions des auteurs. Les différences chimiques observées dans ce cas pourraient exprimer des variations dans les conditions opératoires qualifiant le fonctionnement de la structure de réduction de l'atelier de la forge basse, et non différentes sources[114] de métal. Un référentiel plus étendu, comprenant par exemple des échantillons provenant des autres ateliers de ce secteur sidérurgique aurait éventuellement permis d'interpréter la différence chimique mise en évidence par l'analyse multivariée.

Mise en évidence de plusieurs signatures chimiques inclusionnaires au sein d'un produit sidérurgique (Charlton *et al.* 2012)

L'étude menée par M. Charlton *et al.* (2012) sur les produits d'une expérimentation archéométallurgique a été présentée *supra*. Rappelons que l'objectif de cette étude est de déterminer quelles sont les composantes du système opératoire à l'origine de la formation d'un groupe donné. Les inclusions, dont la composition chimique avait fait l'objet d'une ACP, étaient alors

[113] Des semi-produits tous associés au même contexte d'ateliers.
[114] Nous entendons par là plusieurs ateliers ou plusieurs centres de production sidérurgique.

attribuées à plusieurs groupes numérotés de 1 à 9. Ces derniers ont été définis par le biais d'une CAH (Figure 47). Les groupes constitués par ce biais se distinguent par la composition chimique des inclusions définie par six oxydes[115]. La Classification employée seule ne permet pas dans ce cas de proposer une origine à la formation des inclusions, ce qui aurait été possible en intégrant un référentiel de comparaison composé d'échantillons des différentes sources de pollution telles que définies par les auteurs (Cf. Figure 41).

Les résultats présentés montrent la cohérence entre le partitionnement des données effectué par la CAH et la répartition des projections des inclusions sur le plan de plus grande variance de l'ACP figurée auparavant (Cf. Figure 42). Les groupes définis par le biais de la première méthode sont globalement bien distingués les uns des autres sur le plan (PC01-PC02).

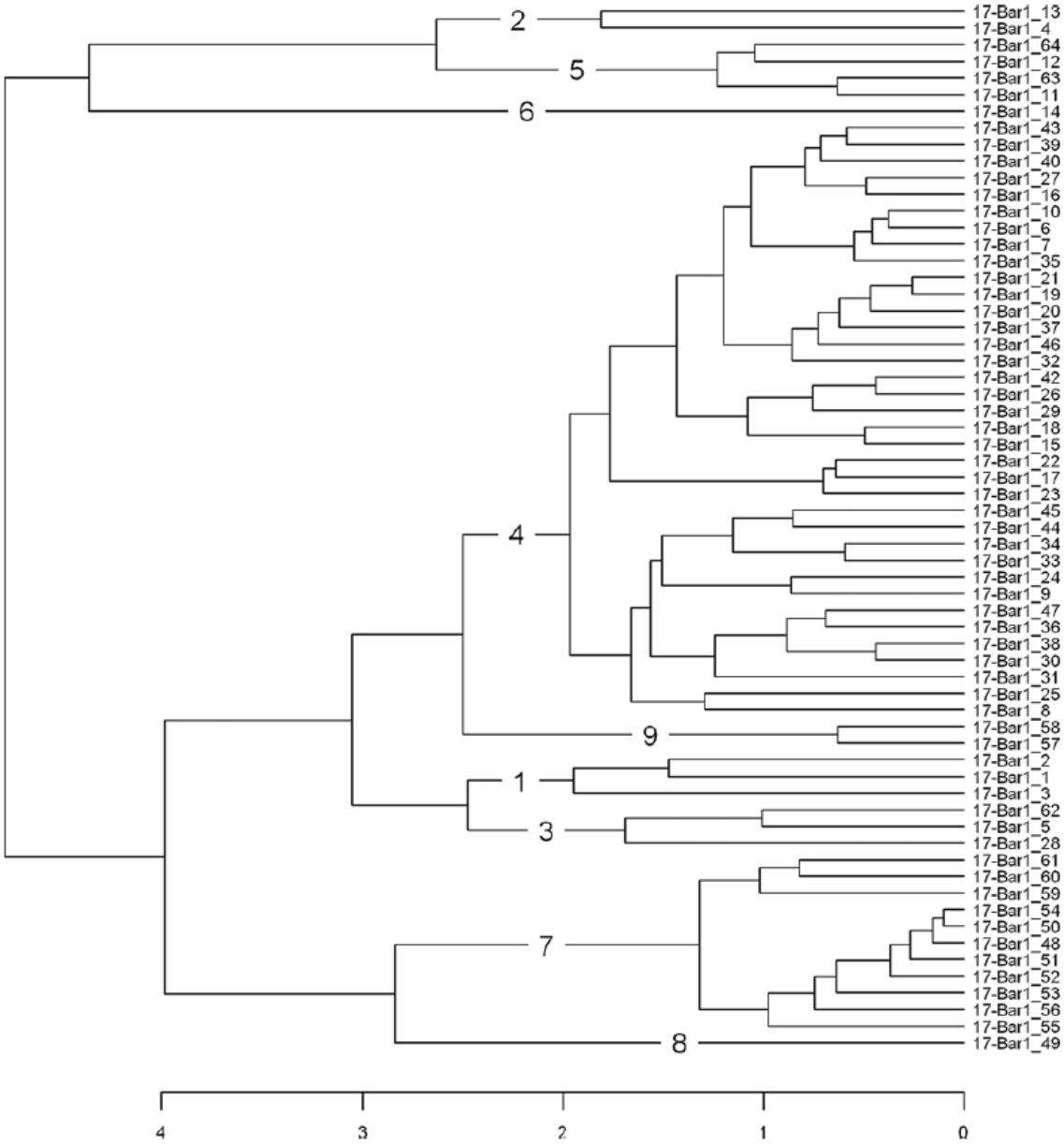


Figure 47 : Classification Ascendante hiérarchique réalisée sur les rapports élémentaires normalisés caractérisant chimiquement les inclusions de scorie présentes dans le produit final de l'expérimentation XP17 (Charlton *et al.* 2012)

[115] MgO, Al_2O_3, SiO_2, K_2O, CaO et TiO_2.

1.7.2.4. L'Analyse Discriminante Linéaire (ADL)

Les analyses discriminantes se distinguent d'une démarche de classification telle que présentée précédemment. Il ne s'agit pas dans ce cas d'identifier des groupes d'individus au sein d'une population. En effet, ces classes sont définies ici *a priori*, dans le cadre d'une approche supervisée. Un enjeu majeur de l'analyse discriminante est de déterminer dans un premier temps si les groupes définis au sein de la population de distinguent bien les uns des autres au vu des descripteurs* considérés. Une question complémentaire est de discerner quelles sont les variables qui présentent les plus fortes disparités en fonction des groupes définis. La méthode présente par ailleurs un aspect prédictif, puisqu'elle permet d'estimer la probabilité d'attribution d'un échantillon non affecté à un groupe donné, sur la base des valeurs des variables le caractérisant.

Parmi les méthodes multivariées discriminantes, l'Analyse Discriminante Linéaire apparaît comme étant la plus employée. Le principe de cette approche est similaire à celui de la CAH telle que nous l'avons présentée, puisqu'elle repose sur la minimisation du rapport des variances intra- et interclasses. Il faut bien distinguer deux approches dans la mise en œuvre de l'ADL.

- Cette dernière peut être employée comme une technique statistique inférentielle. Elle permet dans ce cas, par la description d'un référentiel constitué de plusieurs classes, de donner la probabilité d'appartenance d'un échantillon supplémentaire (par exemple les inclusions de scorie d'un produit sidérurgique d'origine inconnue) à l'une des classes constituant le référentiel.

- La seconde approche est quant à elle descriptive ; on la qualifiera alors d'**Analyse Factorielle Discriminante** (AFD). L'intérêt de cette technique est sensiblement le même que dans le cadre de l'utilisation de l'ACP, puisqu'elle permet de représenter les données dans un système de représentation « simplifié ». Toutefois, l'AFD proposera une représentation dans laquelle les groupes d'individus définis seront discernés au mieux.

D'un point de vue géométrique l'application de l'AFD est similaire à celle de l'ACP, puisque le nuage de points, compris dans un espace à q dimensions, est représenté graphiquement par sa projection sur les axes les plus discriminants[116]. Au contraire de l'ACP, le nombre de dimensions n'est pas défini par le nombre p de variables Y tel que $q < p$, mais par le nombre n de classes définies *a priori* au sein de la population étudié tel que $q < n$. La représentation graphique obtenue est également semblable à celle de l'ACP, puisque le nuage de points est représenté dans un espace factoriel restreint. Ainsi la discrimination entre les classes définies sera généralement optimale pour la projection sur l'axe LD1, ou sur le plan défini par les axes LD1 et LD2 (Baxter 2003, p. 105-108).

De par son principe, l'Analyse Factorielle Discriminante se révèlerait ainsi performante pour la discrimination de classes de population définies *a priori*, mais pas pour mettre en évidence une similarité entre deux classes de population. Ceci semblerait *a priori* invalider l'emploi de cette approche dans son acception descriptive pour traiter de questions de provenance. Toutefois, une étude récente propose d'employer cette approche dans le cadre d'une étude de provenance en prenant le parti d'exploiter le potentiel discriminant de la méthode (Leroy 2010).

[116] Ces axes sont définis par une combinaison linéaire des variables Y.

Détermination de la provenance de produits sidérurgiques (Leroy 2010)

Il s'agit ici d'intégrer à l'analyse un produit sidérurgique à l'origine indéterminée en tant que nouvelle classe[117]. Les autres groupes sont constitués par des marqueurs[118] d'Espaces Sidérurgiques. L'approche présentée repose sur le postulat suivant : s'il est impossible de discriminer significativement, d'un espace sidérurgique, le produit sidérurgique dont on cherche à connaître l'origine, il est possible d'envisager sa production au sein de ce dernier. Des exemples probants validant cette démarche sont présentés dans la thèse de S. Leroy (2010, p. 250-255). La démarche visant à valider l'attribution d'un produit sidérurgique inconnu à un espace de production donné se décline en trois étapes majeures.

● Une AFD incluant l'échantillon questionné ainsi que tous les espaces de production vraisemblables est réalisée afin de mettre en évidence une éventuelle similarité entre le produit sidérurgique questionné et l'un des espaces sidérurgiques. S. Leroy (2010) se base sur treize variables, issues de rapports d'éléments traces normalisés. La signature chimique en éléments traces a été déterminée, pour chaque produit sidérurgique, par l'analyse d'une douzaine d'inclusions de scorie. Les résultats de l'analyse sont représentés graphiquement sur les plans les plus discriminants (c'est-à-dire généralement les plans définis par les axes LD1, LD2 et LD3 sélectionnés deux à deux) (Cf. Figure 48). Les quatre échantillons considérés paraissent ici similaires au domaine chimique constitué par les scories de réduction et minerais de sites Ariégeois.

[117] Cette classe « Objet indéterminé » étant composée des inclusions de scorie de l'objet.

[118] Ces marqueurs sont des minerais, des scories de réduction, ainsi que des artefacts que l'on peut associer de manière certaine à un espace sidérurgique.

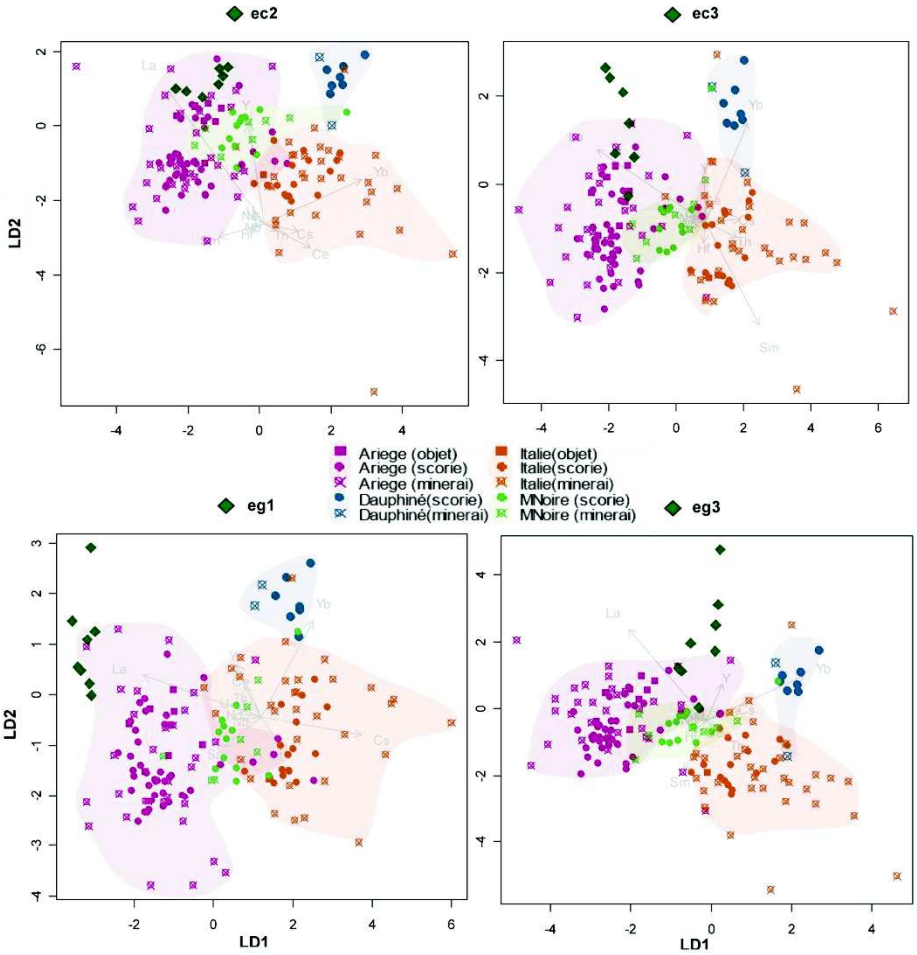


Figure 48 : AFD réalisée sur les espaces de production potentiels et les inclusions de fers architecturaux du Palais des Papes (Leroy S. 2010)

● Une seconde AFD est réalisée, incluant uniquement l'échantillon questionné et l'espace sidérurgique le plus probable. Etant donné que seules deux classes sont conservées, la projection est réalisée sur l'axe le plus discriminant (Leroy S. 2010, p. 237). Le graphe cumulé croissant représente le domaine chimique de l'espace de production considéré, tandis que la boîte à moustaches représente la composition chimique des inclusions présentes dans un produit sidérurgique d'origine inconnue. L'éloignement des deux classes est exprimé, ainsi que présenté par la Figure 49, par la distance entre la projection de l'individu de l'Espace Sidérurgique le plus proche des inclusions et :

- le troisième quartile des projections des inclusions constituant la classe Objet indéterminé

- la médiane de ces mêmes projections

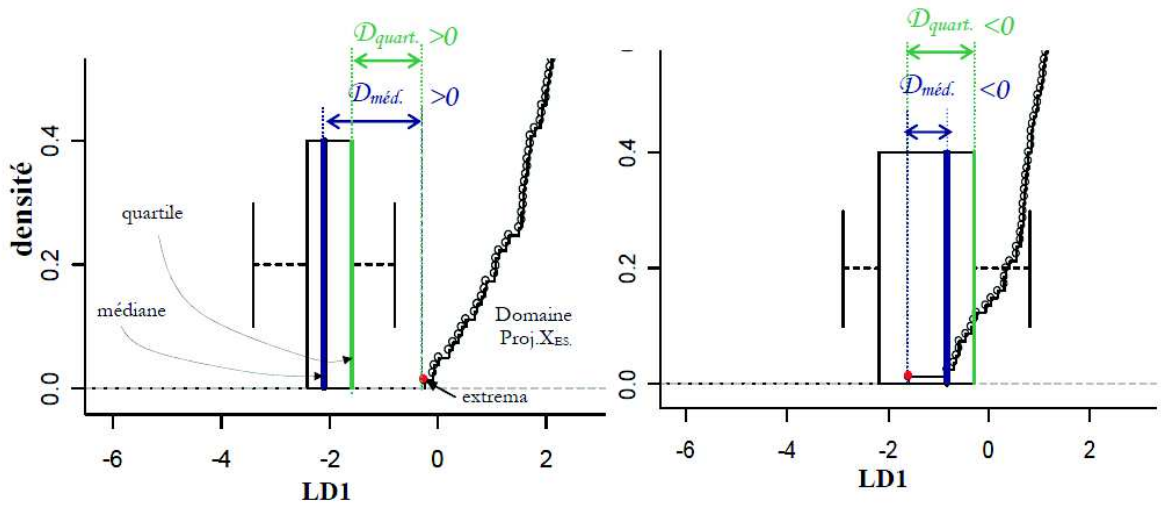


Figure 49 : Détermination des distances quartiles et médianes sur l'axe le plus discriminant en AFD (Leroy 2010)

● Ces distances sont par la suite reportées dans un abaque de compatibilité construit sur la base des distances mesurées précédemment[119] (Cf. Figure 50). Plusieurs « domaines » sont constitués, établissant des valeurs seuils pour définir la compatibilité de l'échantillon questionné et de l'espace sidérurgique probable, ou son exclusion. Ces valeurs sont déterminées à partir des distances calculées telles que :

- pour le domaine de compatibilité, les valeurs sont déterminées en effectuant une AFD incluant des produits sidérurgiques dont le contexte de découverte permet de les attribuer avec certitude à l'Espace Sidérurgique concerné.

- pour le domaine d'exclusion, ces valeurs sont déterminées en effectuant une AFD comprenant des produits dont le contexte permet de les attribuer avec certitude à un autre Espace Sidérurgique.

- un troisième domaine, indéterminé, est ainsi déduit et couvre les intervalles entre les valeurs extrêmes bornant les domaines de compatibilité et d'exclusion.

[119] Cf. Leroy 2010 p. 245-248. L'axe des abscisses représente la distance médiane, tandis que l'axe des ordonnées exprime la distance quartile.

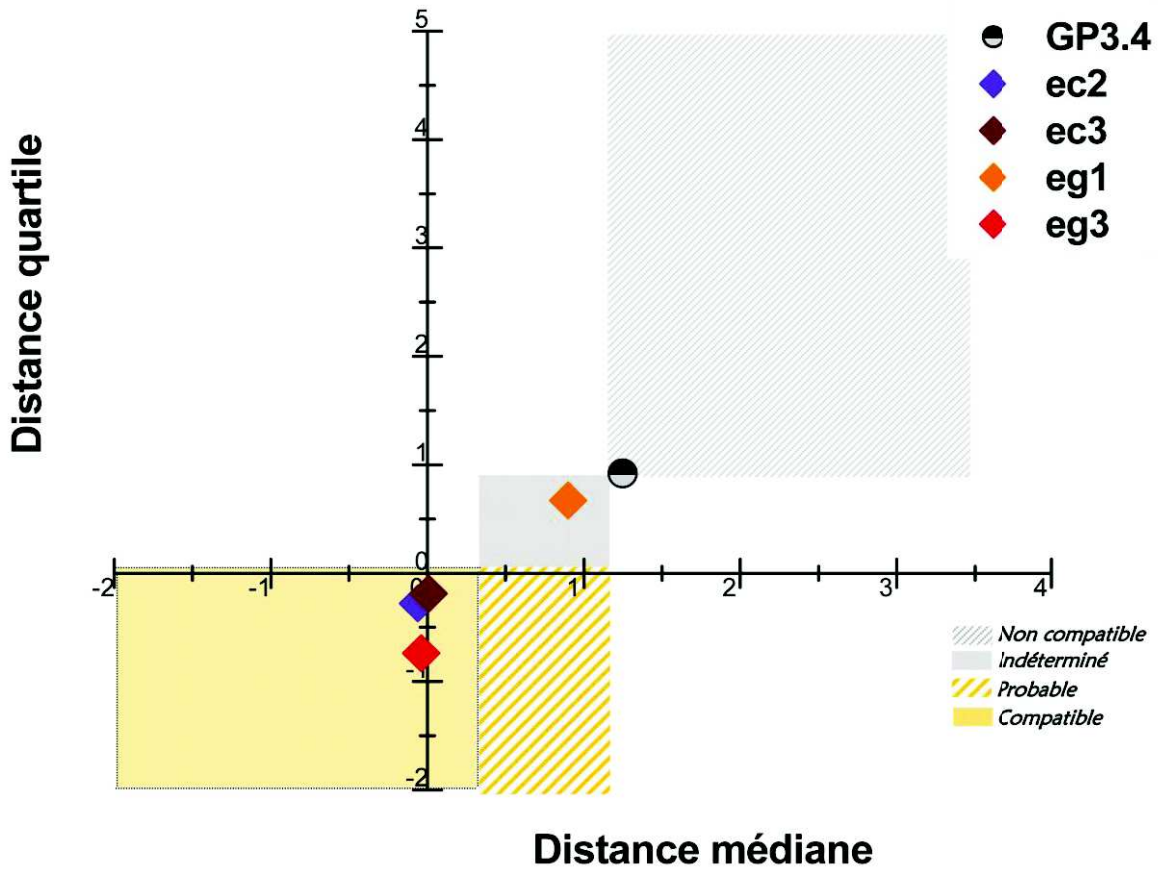


Figure 50 : Abaque de compatibilité pour l'espace sidérurgique ariégeois (Leroy S. 2010)

Selon les limites établies par S. Leroy (2010) pour l'Ariège, trois fers architecturaux se révèlent être compatibles chimiquement avec le domaine chimique considéré. Le fer eg1 se trouve dans le domaine indéterminé, pour lequel il n'est pas possible de répondre à l'hypothèse de provenance concernant ce produit sidérurgique. Enfin, l'échantillon GP3.4 peut être considéré comme non compatible avec le domaine chimique considéré.

1.7.2.5. L'emploi de méthodes statistiques multivariées pour le traitement de données chimiques en paléométallurgie : bilan

Plusieurs démarches archéométriques visant à établir une filiation chimique entre systèmes de production du métal, semi-produits et produits finis mettent en évidence la nécessité de prendre en considération un nombre important d'informations chimiques (Coustures *et al.* 2003 ; Paynter 2006 ; Desaulty *et al.* 2009). La mise en œuvre de démarches basées sur des méthodes multivariées de traitement de données chimiques apparaît ainsi, dans la littérature consultée, comme un enjeu méthodologique majeur en recherche paléosidérurgique. Si l'emploi de méthodes multivariées a été introduit relativement tôt dans ce domaine (Hedges et Salter 1979), il ne s'est répandu que récemment, notamment par le biais des travaux de thèse de Charlton (2007) et S. Leroy (2010). Comme nous avons pu le voir, diverses problématiques ayant trait aux activités de production du fer

peuvent être traitées par l'entremise de méthodes statistiques. Charlton *et al.* (2010 et 2012) se sont plus particulièrement penchés sur les questions de la variabilité et de l'évolution des systèmes opératoires, ainsi que sur la modification de la signature chimique inclusionnaire d'un produit sidérurgique. S. Leroy (2010) s'est tournée plus particulièrement vers des problématiques ayant trait à la circulation des matériaux ferreux.

Une part des axes de questionnement majeurs pour la restitution des systèmes techniques et des circuits de diffusion des produits sidérurgiques reposent sur la mise en évidence de groupes de composition chimique distincts. L'influence des composantes des systèmes opératoires (charbon de bois, parois de structures de chauffe, ajouts,…) est évaluée en considérant l'apport de composés chimiques caractéristiques de ces matériaux dans les produits des différentes étapes opératoires (scories de réduction, scories en calotte, chutes métalliques, produits métalliques,…). De la même manière, la distinction de centres de production primaire du fer repose sur la distinction des signatures chimiques caractérisant des systèmes opératoires donnés[120]. Les études de provenance reposent quant à elles sur l'établissement d'une filiation chimique entre des centres de production potentiels et des produits sidérurgiques. Comme le soulignent Coustures *et al.* (2003), un grand nombre de données doivent être prises en compte pour ce faire.

Les problématiques décrites nécessitent ainsi au préalable de discerner la structure des données chimiques, afin de percevoir à quel point les populations prises en compte peuvent être différentes les unes des autres d'un point de vue chimique. Les méthodes statistiques descriptives employées dans la littérature consultée apparaissent, pour ce faire, adéquates. Plus particulièrement, la démarche employée récemment par S. Leroy (2010), employant une méthode discriminante multivariée pour établir une compatibilité entre un produit sidérurgique d'origine inconnue et des centres de production du fer potentiels, est convaincante. Les méthodes discriminantes offrent en effet la possibilité de distinguer deux populations présentant des caractères relativement similaires. Si cette dernière présente l'avantage, de par l'adaptation d'une méthode par essence discriminante, de pouvoir répondre à une question de provenance avec un risque d'erreur minimisé, son application à d'autres contextes peut se heurter à certaines difficultés. La plus délicate à notre sens tient à la méthode de construction de l'abaque de compatibilité, qui se doit d'être spécifique à chaque espace sidérurgique. La définition des seuils pour la délimitation du domaine de compatibilité nécessite de disposer de produits sidérurgiques dont le contexte de découverte permet d'affirmer sans ambiguïté leur appartenance à l'espace sidérurgique envisagé. Il en va de même pour la définition du domaine d'exclusion. Malheureusement, tous les contextes potentiellement étudiables ne bénéficient pas forcément de ces jalons indispensables à la construction d'un tel abaque. Le cadre d'application de cette méthode s'en trouve ainsi restreint.

Certains exemples d'application décrits montrent bien la nécessité d'une bonne formalisation des questions auxquelles on tente de répondre par l'emploi de méthodes statistiques. Les ACP présentées par Charlton *et al.* (2012) ne sont interprétables qu'en considérant le modèle défini au préalable par les auteurs (Cf. Figure 41) définissant les différentes natures de pollutions pouvant altérer une signature chimique inclusionnaire. S. Leroy (2010) adopte quant à elle un raisonnement logique pour l'établissement d'une filiation chimique : *si l'on ne peut distinguer deux populations sur*

[120] La signature chimique d'un système opératoire est rappelons-le, définie par celle des différentes composantes de ce dernier (charbon de bois, parois, minerai, ajouts…). Cette signature constitue une image plus ou moins proche de celle du minerai réduit.

la base d'un nombre suffisant de variables, alors ces populations sont identiques. Pour appuyer ce raisonnement, le choix de méthodes multivariées discriminantes s'avère en effet le plus pertinent.

Compte tenu des récentes avancées dans l'application de méthodes statistiques multivariées pour traiter de problématiques paléosidérurgiques, nous avons défini les axes méthodologiques qu'il nous paraît essentiel de développer. Le bilan bibliographique nous a permis de définir le cadre d'emploi de différentes méthodes statistiques descriptives. Nous nous attacherons ainsi à employer les méthodes qui apparaissent comme les plus pertinentes au vu des questions que nous développerons au cours de notre travail. Comme nous le verrons plus tard, l'abaque de compatibilité chimique proposé par S. Leroy (2010) ne peut être constitué que pour un nombre restreint de contextes de production lorrains. Il nous paraît de ce fait profitable d'explorer le potentiel d'autres méthodes statistiques, et de tenter d'établir une méthodologie alternative qui puisse s'affranchir des limites imposées par la construction d'un abaque de compatibilité. Nous évaluerons plus particulièrement les possibilités offertes par les méthodes statistiques dites explicatives. Notre démarche sera développée au cours du chapitre 2.

1.8. Bilan bibliographique

L'espace lorrain constitue, comme le laisse supposer le tableau dressé au fil des parties 1.1 et 1.2, un cadre d'étude tout à fait favorable à la réalisation d'un travail basé sur la filiation chimique du minerai au produit sidérurgique, ainsi que sur la circulation du métal. La variété des contextes gîtologiques reconnus laisse espérer une importante diversité géochimique des ressources ferrifères lorraines. Les programmes de recherche, fédérés par Marc Leroy, menés sur les activités de production du fer en Lorraine ont par ailleurs mis en évidence l'exploitation de plusieurs minerais aux époques anciennes. L'un des objectifs majeurs de ce travail est ainsi de percevoir la diversité géochimique des activités anciennes de production du fer en Lorraine par le biais de la signature chimique de minerais et scories de réduction mis au jour en contexte d'ateliers liés à l'exploitation des gîtes ferrifères de différentes natures disponibles au sein de l'espace lorrain.

Les formes d'organisation de la production du fer, des âges du Fer au Moyen Age, ont été appréhendées par le biais de prospections thématiques et de fouilles de contextes d'ateliers sidérurgiques. Elles se révèlent diverses, tant sur le plan de la structuration spatiale des activités successives de la chaîne opératoire que sur celui des volumes de métal produits. Afin d'acquérir un premier aperçu des modalités de diffusion du métal au sein de cet espace géographique en fonction des époques considérées, des contextes de consommation du fer ont été considérés afin de déterminer si ces derniers sont alimentés par un réseau d'échange d'échelle locale ou par un commerce à plus grande distance. Nous présenterons ces contextes au cours du chapitre 2, en détaillant quelles peuvent être les sources potentielles de métal dans chaque cas.

Notre recherche documentaire s'est particulièrement concentrée sur les travaux en relation avec la question de l'héritage chimique en sidérurgie ancienne. Les systèmes opératoires, tels qu'ils sont connus à l'heure actuelle, ont été décrits en précisant les principaux mécanismes par le biais desquels sont formés les déchets et produits de la chaîne opératoire. Les études, menées tant sur le plan archéométrique qu'expérimental, permettent d'apprécier les contributions des divers composantes des systèmes opératoires sur la composition chimique de la scorie de réduction et l'évolution d'une signature chimique inclusionnaire. La consultation des travaux archéométriques réalisés sur les questions ayant trait à la caractérisation chimique des produits sidérurgiques a permis de mettre en évidence les limites de certaines approches et à définir les principales orientations de notre démarche.

La caractérisation chimique des inclusions nous apparaît, à la lumière des travaux consultés, comme le support offrant le plus d'opportunités pour traiter de la filiation chimique entre systèmes de production du fer et produits sidérurgiques. En effet, plusieurs études ont été menées afin de définir le comportement des oxydes les constituant afin de ne conserver que les composés non affectés, de manière significative, par des sources de pollution. Leur rôle de marqueur géochimique du système de production a bien été démontré. De plus, le nombre important de ces composés permet de mettre en œuvre des méthodes statistiques multivariées qui autorisent une synthèse de l'information chimique nécessaire au traitement de diverses questions liées à la production et à la transformation des matériaux ferreux anciens. Les récentes avancées méthodologiques ayant trait à l'emploi des statistiques multivariées illustrent bien le potentiel de ces outils pour le traitement de questions bien définies.

De manière plus précise, ce travail documentaire nous a permis de cerner les principaux points méthodologiques discutés dans la littérature et devant être pris en considération dans la mise en œuvre d'une démarche visant à établir une filiation chimique entre systèmes de production et produits sidérurgiques.

- Cette démarche repose majoritairement sur la prise en compte de composés présents dans la scorie à l'état de traces et adoptant un comportement strictement lithophile (Coustures *et al.* 2003 ; Desaulty 2008 ; Leroy S. 2010). Les teneurs en oxydes de fer dans la scorie pouvant être soumises à des variations importantes, les teneurs absolues des composés ne peuvent servir de base de comparaison entre des scories (ou des inclusions de scorie). L'information chimique doit par conséquent être traitée sous la forme de rapports élémentaires.

- Les teneurs de certains composés lithophiles peuvent être affectées au cours du travail du métal, par des apports issus des composantes des systèmes techniques. L'importance des effets de pollution dépend majoritairement de deux facteurs. Le premier dépend des conditions opératoires. La contribution des cendres et des parois des structures de chauffe peut varier d'une opération à l'autre (Crew 2000). Le second dépend des teneurs initiales des composés[121], sensibles à la pollution, dans le minerai de fer. Plus elles sont élevées, moins l'effet de pollution est important. Par exemple, certains éléments définis comme étant sujets à ce phénomène (Ba, Sr) sont employés par Coustures *et al.* (2003) sans qu'aucun effet de pollution ne soit

[121] Par exemple la silice, l'alumine, l'oxyde de potassium ou l'oxyde de calcium.

observé. A.-M. Desaulty (2008) constate quant à elle un enrichissement sensible de ces composés au cours de réductions expérimentales. Ces résultats soulignent la nécessité d'étudier le plus précisément possible les systèmes de réduction (composition chimique du minerai introduit dans le bas fourneau et signature chimique des scories de réduction) afin d'identifier les composés affectés significativement par des effets de pollution.

- La question des pollutions survenant au cours des étapes de post-réduction est régulièrement soulevée dans la littérature. Certains travaux (Dillmann, L'Héritier 2007 ; Blakelock *et al.* 2009 ; Charlton *et al.* 2012) ont permis de préciser l'importance relative de ce phénomène sur la conservation de la signature chimique inclusionnaire du métal. Les auteurs ont majoritairement adopté une approche expérimentale pour étudier ce phénomène. Nous nous proposons de contribuer à cette démarche en étudiant des déchets métalliques en contexte archéologique de post-réduction, et présentant des morphologies caractéristiques d'un degré de façonnage donné. Ceci permet de qualifier ces déchets en fonction de la place qu'occupe l'étape correspondante dans la chaîne opératoire.

- D'autres travaux mettent en évidence le potentiel informatif de la composition chimique en éléments majeurs de certains minerais et des scories produites par leur réduction. Ces minerais sont qualifiés de « typés » dans la littérature. Les teneurs de certains éléments, plus particulièrement le manganèse et le phosphore, sont souvent employés en guise de premier filtre pour orienter une démarche de provenance vers un minerai particulier (Leroy S. 2010), exclure des sources de métal potentielles (Desaulty *et al.* 2009) ou pour distinguer des groupes de provenance (Pagès *et al.* 2008). La composition chimique en éléments majeurs de minerais et de scorie de réduction peut ainsi constituer, dans une certaine mesure et sous les conditions évoquées précédemment, un support à l'étude de l'héritage chimique du minerai.

- Desaulty parvient à exclure une hypothèse de provenance à partir de l'emploi de graphiques bivariés (Desaulty 2008 ; Desaulty *et al.* 2009). Comme le soulignent Coustures *et al.* (2003), un seul rapport élémentaire divergent permet d'invalider une hypothèse de provenance. Ainsi, afin de démontrer une filiation chimique, un nombre important de rapports élémentaires doivent être considérés. L'utilisation de méthodes statistiques multivariée s'est révélée pertinente pour répondre à cette condition. Par la prise en considération de rapports élémentaires mettant en jeu 13 éléments traces, S. Leroy (2010) a démontré qu'une partie des fers architecturaux disposés dans la maçonnerie du Palais des Papes provenaient très certainement des Pyrénées ariégeoises. Une approche similaire sera ainsi développée dans le cadre de ce travail, en tentant de s'affranchir de certaines limites mises en évidence lors de la consultation des publications sur ce sujet.

Chapitre 2

Méthodologie d'étude

Nous appuyant sur le travail de recherche bibliographique présenté dans le premier chapitre de ce manuscrit, nous avons défini les trois principaux axes méthodologiques qu'il s'agit de développer afin de répondre aux problématiques posées.

Le premier repose sur la constitution d'un référentiel qui permette de confronter plusieurs centres de production sidérurgique lorrains sur la base de leurs signatures géochimiques. Rappelons, à ce sujet, qu'une première démarche a été menée en ce sens (Leroy M. 1997), afin de distinguer les ateliers de production primaire employant la *Minette lorraine* de ceux exploitant le *Fer fort*. Nous nous sommes attachés, par la collecte et la caractérisation chimique de minerai et de scories de réduction au sein des secteurs d'intérêt[122], à élargir le corpus géochimique constitué dans le cadre du programme de recherche sur la sidérurgie ancienne en Lorraine.
Plusieurs travaux[123]ont par ailleurs mis en évidence, plus particulièrement à partir de démarches expérimentales, une altération de la signature chimique caractéristique du système de réduction au fil des étapes de la chaîne opératoire. Nous avons ainsi pris le parti de compléter ces observations par l'étude d'ateliers sidérurgiques. Des déchets et ébauches métalliques, relatifs aux étapes successives de la chaîne opératoire, ont été considérés. Plusieurs contextes d'atelier susceptibles de fournir les ensembles mobiliers adéquats ont été sélectionnés, et seront décrits ici. Enfin, rappelons que les conditions de l'emploi de la *Minette* dans les contextes d'activité sidérurgique anciens sont à ce jour bien documentées, mais la question corollaire du devenir du métal produit n'a pas encore été abordée. Plusieurs contextes d'utilisation du métal pouvant être liés à des sources de production locales ont été sélectionnés. Nous argumenterons nos choix à l'occasion de leur description.

Le travail de documentation portant sur le développement de protocoles analytiques pour le traitement de problématiques archéométallurgiques présenté dans la partie 1.6 a été mis à profit afin de constituer une méthodologie adaptée aux matériaux d'étude. Celle-ci sera détaillée dans le présent chapitre. La démarche analytique adoptée s'appuie sur l'utilisation de différentes méthodes

[122] Evoqués dans le paragraphe 1.2.3.1.
[123] Décrits dans la partie 1.4.

de caractérisation structurale et chimique des matériaux. La prise en compte conjointe de ces deux sources d'information s'avère nécessaire à l'étude des matériaux considérés. Nous exposerons en détail les principes de ces méthodes, ainsi que leurs limites respectives. De même, nous insisterons sur la nécessité d'une approche multiscalaire, du contexte archéologique aux constituants microscopiques du matériau, pour l'interprétation des déchets et produits de la sidérurgie ancienne.

La synthèse bibliographique réalisée sur l'emploi des outils statistiques multivariés en archéométallurgie souligne par ailleurs le soin qu'il faut apporter au choix des méthodes à disposition, ainsi qu'aux paramètres des modèles constitués, en fonction du cas d'étude. Les méthodes sélectionnées ont été employées pour la transformation et la description des données et de leur structuration, ainsi que pour la mise en œuvre d'une démarche inférentielle. Le cadre d'application de chacune de ces méthodes sera présenté et remis en perspective eu égard à nos questionnements, afin de proposer une démarche de traitement de l'information chimique pertinente.

2.1. Matériaux d'étude

2.1.1. Corpus de référence géochimique

En vue de définir les signatures chimiques caractéristiques de centres de production sidérurgique lorrains, nous avons établi la composition chimique, en éléments majeurs et traces, de minerais et scories de réduction issus d'ateliers sidérurgiques. Nous avons disposé, à l'entame de notre étude, d'un corpus d'analyses géochimiques constitué à partir de 1985 dans le cadre du programme de recherche sur la sidérurgie ancienne en Lorraine. Un nouveau programme de prospection et d'analyse a été initié dans le cadre de cette thèse afin d'enrichir le référentiel déjà existant. Au total, le corpus d'analyses chimiques exploité se compose de 188 échantillons, pour lesquels l'ensemble des éléments majeurs et traces nécessaires au traitement de nos problématiques ont été dosés.

2.1.1.1. La base de données PalSid-Lorraine : état en 2010

A la fin des années 1970, le Centre de Recherches Pétrographiques et Géochimiques (CRPG) a mis en place une base de données, ARTEMISE (Analyses Roches Totales, Minéraux, Sols et Eaux), regroupant des informations analytiques de laboratoires de recherche français. Faisant suite aux premières campagnes analytiques effectuées par le CRPG sur le thème des activités métallurgiques

anciennes, une section spécifique à la paléosidérurgie a été intégrée à la base de données ARTEMISE, sous l'acronyme PalSid (Ploquin 1994). Cette base de données regroupe les analyses chimiques globales effectuées sur des échantillons de minerai archéologiques ou géologiques, des scories de réduction et de post-réduction, et de parois de structures métallurgiques. Les données recueillies concernent plusieurs régions de production, parmi lesquelles la Lorraine tient une place majeure. Près de 500 échantillons provenant de 96 sites ont ainsi été analysés et intégrés à cette base de données pour cette seule région entre 1985 et 2012. 315 analyses ont été effectuées sur des échantillons de minerai et de scorie de réduction en filière directe[124]. La plupart de ces analyses concernent les sites liés à l'exploitation de la *Minette lorraine* et du *Fer fort*, situés le long de la cuesta bajocienne (Cf. Figure 51). Notons par ailleurs que deux ateliers, Gondreville – *ZAC de la Roseraie* et Velaine-en-Haye – *ZAC Herbue* Chalin, sont liés à l'exploitation d'un autre minerai oolithique inséré entre les étages bajocien et bathonien. Malheureusement, les résultats des analyses les plus anciennes ne couvrent pas le spectre complet des éléments exploitables[125] pour le type de démarche abordé dans le cadre de ce travail. Nous ne pouvons ainsi exploiter pleinement qu'une partie de cette base de données, à savoir 108 individus parmi les 188 employés en guise de référentiel dans le cadre de cette recherche.

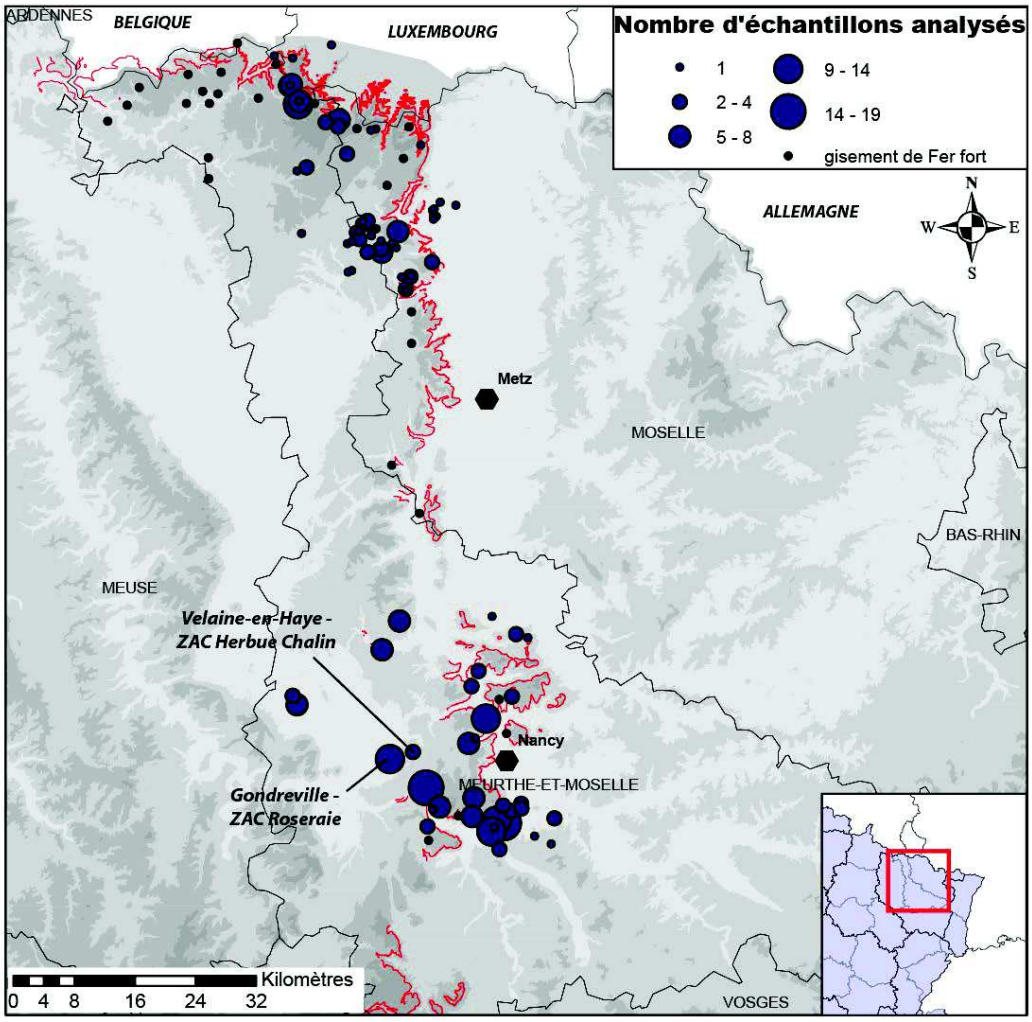


Figure 51 : Nombre d'échantillons de minerai et scorie de réduction en filière directe analysés, par site, en Lorraine centrale et septentrionale

[124] Le reste du corpus est composé d'analyses de parois, de scories de forge, et de déchets liés au procédé indirect.
[125] La plupart des lanthanides n'ont pas été dosés à cette occasion.

Malgré l'importance quantitative de cette base de données, de nombreux secteurs géographiques de production potentiels n'ont pas encore été caractérisés chimiquement. Aussi des campagnes de prospection archéologique ont été réalisées en d'autres parties de l'espace lorrain et ses marges, en vue d'acquérir de nouvelles données chimique pour la caractérisation des espaces de production sidérurgiques lorrains.

2.1.1.2. Les recherches complémentaires (2010-2013)

Certains secteurs d'intérêt parmi ceux définis dans le paragraphe 1.2.3.1 ont fait l'objet de prospections archéologiques. Ces dernières ont donné lieu à des prélèvements de fragments de minerai et de scorie de réduction, ainsi que de charbon lorsque cela s'est avéré possible, en vue de dater les ateliers. Nous décrirons chacune des campagnes effectuées.

2.1.1.2.1. Le Nord Pays-Haut (Meurthe-et-Moselle)

Des prospections menées précédemment[126] dans le Bois d'Haoüy, à Hussigny-Godbrange (Meurthe-et-Moselle), avaient permis de localiser plusieurs excavations de forme circulaire, ainsi que des amas de scories. Une nouvelle campagne a été effectuée au cours du printemps 2011 afin de prélever des échantillons de minerai et de scorie supplémentaires en vue d'une caractérisation chimique. Les prélèvements ont concerné des amas de scorie dans le bois même (St. 103 et 106), ainsi que des épandages repérés dans une parcelle labourée attenant au bois (St. 108) (Cf. Figure 52).

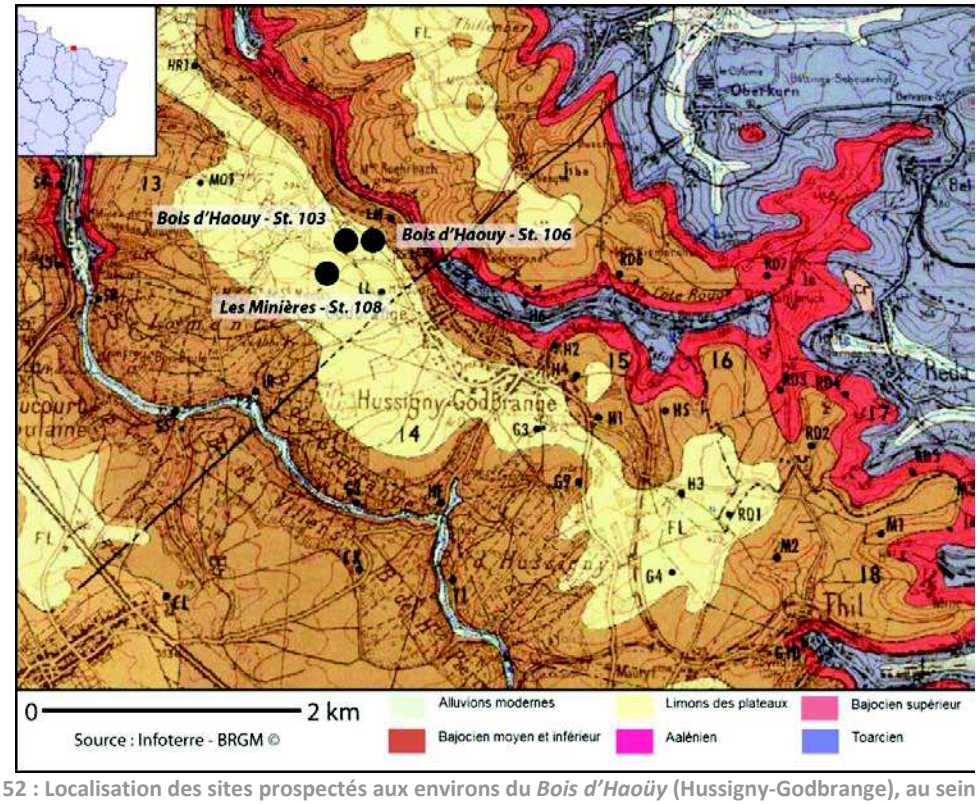


Figure 52 : Localisation des sites prospectés aux environs du *Bois d'Haoüy* (Hussigny-Godbrange), au sein de leur environnement géologique

[126] Décrites dans la partie 1.2 de ce travail.

Parmi les scories de réduction prélevées à cette occasion, trois de l'amas St. 103, une de l'amas St. 106, et trois de l'épandage St. 108 ont fait l'objet d'une caractérisation chimique portant sur les éléments majeurs et traces.

2.1.1.2.2. Les vallées de l'Othain et du Loison (nord-est de la Meuse)

Une zone comprenant les vallées de l'Othain et du Loison, dans le Nord du département de la Meuse, a fait l'objet de prospections. Des prélèvements de scorie de réduction ont été effectués sur cinq sites liés à la production primaire (Cf. Figure 53). Ce secteur se situe en bordure occidentale du Pays-Haut, en bordure nord-ouest des affleurements de *Minette lorraine* les plus septentrionaux. De plus, des gîtes de minerai sidérolithique tels que ceux caractéristiques du Pays-Haut ont été repérés quelques kilomètres au Nord de cette zone, dans la vallée de la Thonne. Un minerai sédimentaire d'âge callovien est également affleurant dans ce secteur. Son exploitation est attestée par Buvignier (1852). Les gisements sont insérés selon lui dans les couches marneuses calloviennes de la Woëvre. Le minerai se présente là sous la forme de « plaquettes et en fragments bruns et quelquefois ocreux » (Buvignier 1852, p.223). Ce dernier a notamment alimenté en partie les hauts fourneaux locaux de Billy-les-Mangiennes, Longuyon et Gorcy. Il est également fait mention de l'exploitation de minerai de fer par les moines de l'Abbaye cistercienne de Châtillon, sise sur le ban de la commune de Pillon, ce qui laisse supposer une activité antérieure à la diffusion du procédé indirect.

Afin de définir la signature chimique d'ateliers ayant potentiellement exploité le minerai du Callovien, des prospections ont été menées à proximité des affleurements connus. Des sites liés à une activité paléométallurgique ont été repérés sur les communes de Dombras, Saint-Laurent-sur-Othain, Sorbey et Pillon. Parmi les scories de réduction prélevées, douze ont été caractérisées chimiquement (huit pour Dombras, deux pour Sorbey et Saint-Laurent-sur-Othain, et une pour Pillon.

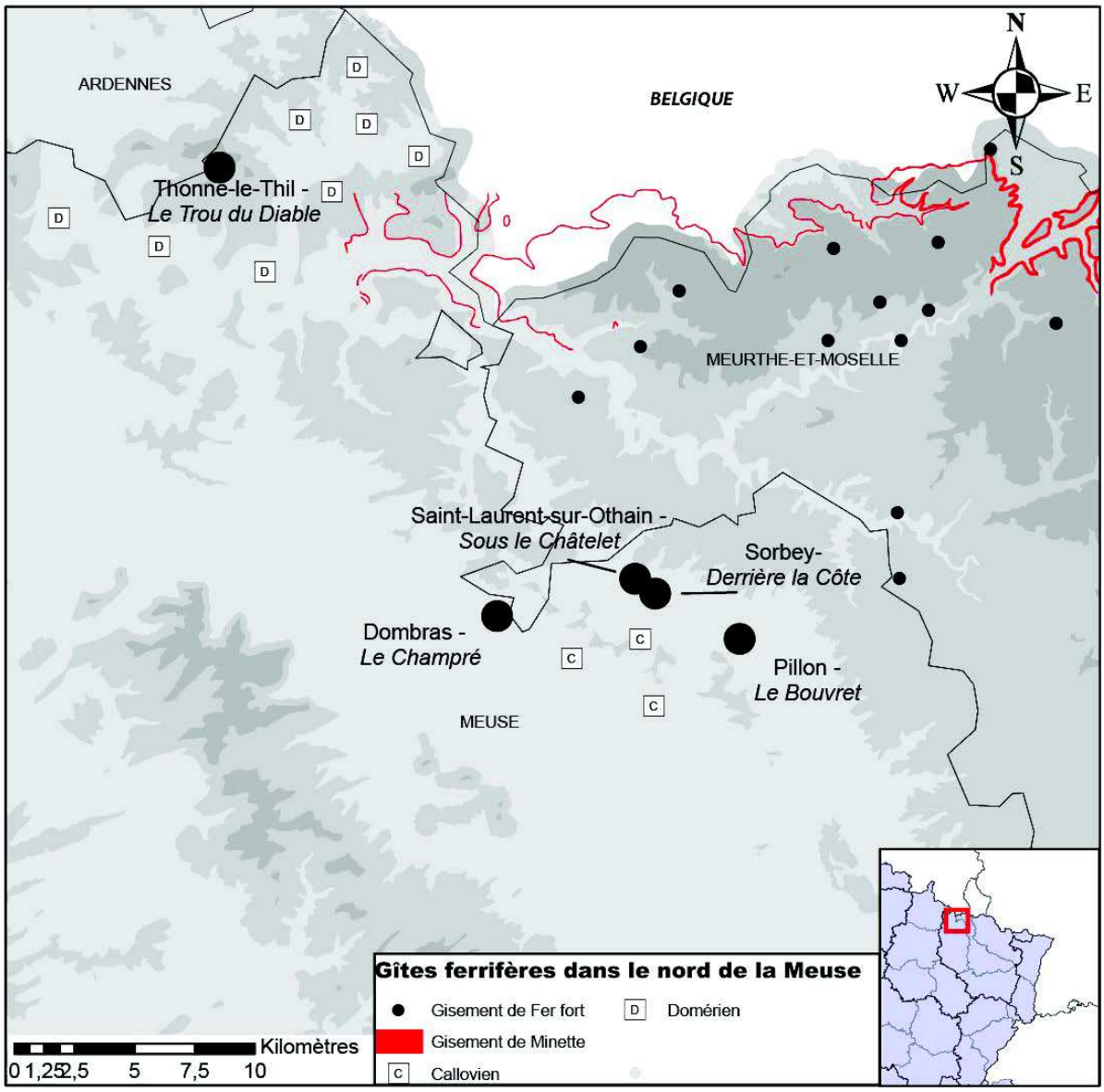


Figure 53 : Localisation des sites prospectés et des gisements de minerais ferrugineux dans le nord du département de la Meuse

2.1.1.2.3. Le Barrois (sud-ouest de la Meuse) et le Perthois (nord-est de la Haute-Marne)

Le Barrois :

Le secteur du Barrois est mentionné par A. Buvignier (1852, p. 500), qui souligne l'abondance relative de minerai de fer[127], ainsi que son exploitation au XIXe s. L'attestation historique la plus ancienne concernant les activités sidérurgiques dans cette zone porte sur la donation de minières aux prémontrés de Jandeures, en 1179 (Horikoshi 2008, p. 300). Peu après (1188), une concession minière sise à Morley est délivrée aux cisterciens d'Ecurey (Horikoshi 2008, p. 289). La mise en évidence d'activités sidérurgiques monastiques a porté notre attention sur cette zone géographique.

[127] « *Les communes où le minerai est le plus abondant sont : Aulnois, Ménil-sur-Saulx, Fouchères, Hévilliers, Tréveray, Saint-Joire, Houdelaincourt, Ribeaucourt, Biencourt, Montiers Morlay, etc.* ». A. Buvignier, 1852, p. 500

Bénéficiant d'un programme mené conjointement par l'Université Henri Poincaré (Nancy 1) et la Direction Régionale des Affaires Culturelles de Lorraine, une campagne de prospection a été effectuée en mars 2011 dans un secteur comprenant principalement les communes de Tréveray et de Hévilliers. Un relevé par laserscanning aéroporté a été réalisé en 2010 sur cette zone[128]. L'objectif de la prospection pédestre était, dans ce cadre, de vérifier le caractère anthropique des anomalies topographiques isolées par le biais de cette méthode. Il s'agissait de plus de proposer une caractérisation des structures vérifiées sur le terrain en fonction de leur morphologie sur les modèles numériques de terrain élaborés à partir des relevés laser. De nombreuses structures excavées ont été repérées par ce biais, pouvant être liées à des activités d'extraction.

Lors des prospections, plusieurs sites à scories ont été mis en évidence, dans deux secteurs : celui du *Fond des Hamelles*, sur la commune de Hévilliers, et celui du *Bois de Tréveray* (Cf. Figure 54). Dans le premier cas, deux zones d'épandage ont été repérées dans des parcelles labourées. La première, relativement peu dense, a fourni des fragments de scorie de module réduit mêlés à des fragments de céramique, dont de la céramique sigillée. La seconde, distante de quelques centaines de mètres, était marquée par une coloration plus sombre du sédiment. Les fragments de scorie prélevés là étaient de module plus important. Cinq scories de réduction ont fait l'objet d'une caractérisation chimique.

Un réseau important d'excavations a été repéré dans le bois de Tréveray, aux alentours immédiats d'un affleurement de karst, nommé localement « dents de dragon » (Fizaine 2012, p. 249)[129]. Un premier ferrier (St. 516) a été localisé à quelques dizaines de mètres de ce dernier. De faible élévation (estimée à moins d'un mètre), son extension globalement circulaire présente un diamètre d'une vingtaine de mètres environ. A quelques centaines de mètres de là, trois petits amas de scorie ont été localisés. De faibles dimensions (environ 5 mètres de diamètre), ces amas comportaient des fragments de scorie écoulée et de scorie interne, dont les individus prélevés les plus importants mesuraient une trentaine de centimètres. Des prélèvements de charbon de bois ont été effectués au sein de l'amas St. 516 et du ferrier 2 en vue de dater l'activité sidérurgique de ce secteur. Trois scories de réduction ont été caractérisées chimiquement pour l'amas St. 516 et le ferrier 1. Les ferriers 2 et 3 sont chacun représentés par deux analyses chimiques de scorie. Du minerai, composé majoritairement d'hématite (Cf. Annexe C) a également été collecté au sein de l'amas 2.

[128] Cette zone correspond à l'Observatoire Pérenne de l'Environnement, de l'Agence nationale pour la gestion des déchets radioactifs (ANDRA)

[129] La carte géologique mentionne par ailleurs des affleurements correspondant à l'étage du valanginien dans ce secteur. Le substrat comporte des minéralisations ferrifères, décrites par Salzard (Salzard 1878, p. 47-50.). Celui-ci distingue plusieurs faciès caractérisés par des structures oolithique, lithoïde ou géodique

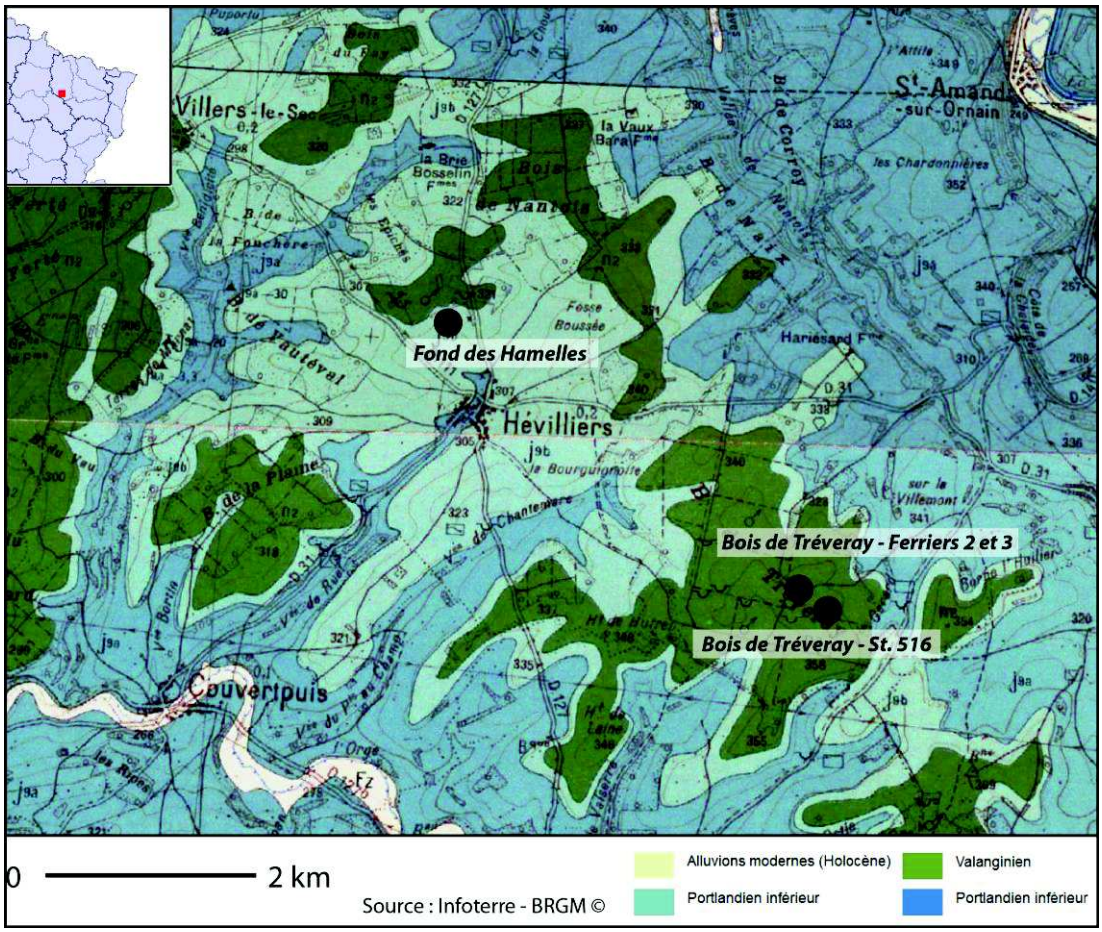


Figure 54 : Localisation des sites prospectés dans le Barrois, au sein de leur environnement géologique

Le Perthois :

Des opérations de fouille de sauvetage, effectuées au sud de la ville de Saint-Dizier (Haute-Marne) sur les sites du *Chêne-Saint-Amand* en 1992 et de la *Pièce des Fournées* en 1996, ont révélé plusieurs structures de réduction du minerai de fer en contexte d'habitat. Ces ateliers ont été intégrés à notre réflexion, car l'étude archéométallurgique a mis en évidence l'emploi de minerai valanginien au sein de certains ateliers (Leroy M., Merluzzo 1998, p. 47-49). Un second minerai, associé à l'étage du Barrémien, pourrait avoir été également exploité. Deux unités d'habitat ont été distinguées sur le site du *Chêne-Saint-Amand* (une première datée des VIIIe - IXe s., une seconde des XIe - XIIe s.). Chacune de ces unités présentait plusieurs bas fourneaux, ainsi que des fosses liées aux activités de production du fer. Cinq fragments de minerai et sept scories de réduction ont été analysés pour le site médiéval. Deux fragments de minerai et trois scories de réduction issus du site altomédiéval ont fait l'objet d'une caractérisation chimique.

Les affleurements de minerai valanginien sont observables le long des terrasses de la Marne, quelques kilomètres en amont des sites (en vert foncé sur la carte présentée en Figure 55). D'autres affleurements sont visibles en surface de plateaux, quelques kilomètres à l'est et nord-est, dans le secteur du Barrois, présenté sup*ra*. Les niveaux du Barrémien (en beige et marron) affleurent quant à eux de part et d'autre de la Marne, à la surface des plateaux. Ils sont présents à proximité directe du *Chêne-Saint-Amand* et de la *Pièce des Fournées*, notamment au sud des sites. Le minerai présente un

faciès « oolithique veiné de strates compactes de quelques millimètres de d'épaisseur, elles-mêmes formées de fines oolithes empâtées dans un ciment argilo-siliceux » (Salzard 1878, p. 52).

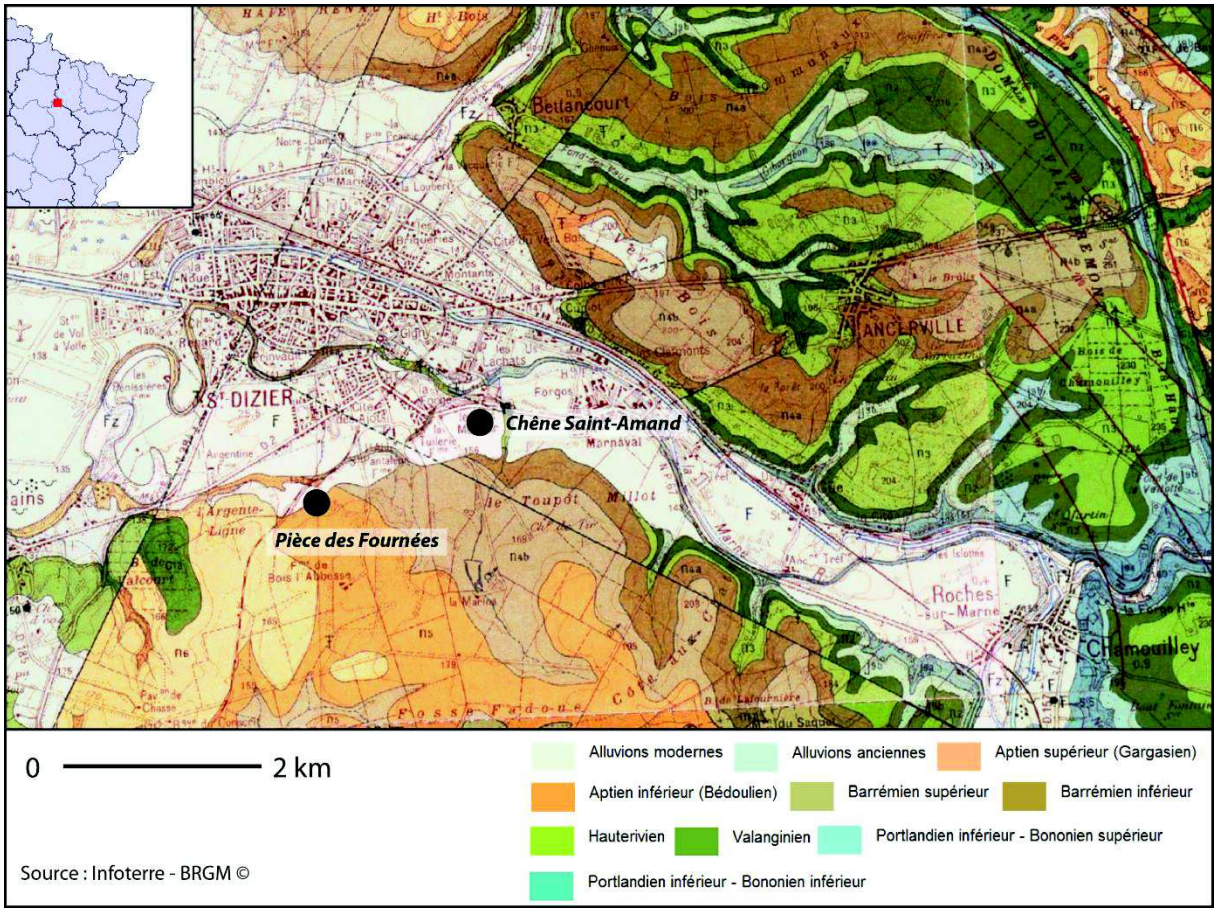


Figure 55 : Localisation des sites du *Chêne Saint-Amand* et de la *Pièce des Fournées*, au sein de leur environnement géologique

2.1.1.2.4. La vallée de la Bruche (Bas-Rhin)

Les travaux de construction d'un village de vacances en 1966, au lieu-dit *Fraisegoutte* sur la commune de Saales, ont permis la mise au jour d'un site daté de la période gallo-romaine. Des vestiges d'activités paléosidérurgiques y ont été observés par Jean-Jacques Hatt, effectuant alors une surveillance archéologique des travaux. Il s'agirait de l'attestation la plus ancienne d'activités de production du fer pour le massif vosgien. Ce secteur a fait l'objet, plus récemment, de prospections archéologiques menées par Denis Leypold dans le cadre de sa thèse (Leypold 1996, 2001). Des ferriers ont été repérés à cette occasion au lieu-dit *Sapin-Dessus*, dans la forêt communale de Saales. Plusieurs tranchées rectilignes, pouvant avoir été en lien avec l'extraction de minerai de fer, sont également connues au lieu-dit *Le Champ de la Mine*. La notice de la carte géologique (feuille de Saint-Dié) mentionne des minéralisations ferrifères, notamment pour le massif du Solamont, au nord-ouest de la commune de Saales. Le petit massif du *Sapin Dessus* constitue la partie la plus méridionale du Solamont, séparé de ce dernier par le vallon de l'Herbagoutte, un affluent de la Bruche. Il s'agit de gîtes filoniens insérés dans un compartiment gréseux permo-triasique. La notice associée à la carte géologique mentionne là une minéralisation en limonites. D'autres dépôts de

minerai de fer sont mentionnés dans ce secteur. Il s'agit de filons au sein de la série métamorphique de Sainte-Marie-aux-Mines et Urbeis, constituée de terrains gneissiques.

Suivant les indications de Denis Leypold, nous avons tenté de retrouver, au cours de l'été 2011, les sites à scories les plus importants. Parmi ces derniers, seul le site du Sapin Dessus, situé dans la forêt municipale de Saales (Bas-Rhin) a fait l'objet de prélèvement (Cf. Figure 56). En effet, seul ce site présentait un état de conservation et des vestiges d'une densité suffisante pour préciser le contexte archéologique. Le site se compose de plusieurs amas de scorie, occupant un périmètre d'environ 30 mètres de côté. Des prélèvements de scorie, ainsi que de minerai[130] et de charbon de bois, ont été effectués dans quatre d'entre eux. Vingt-et-une scories de réduction ont fait l'objet d'analyses chimiques.

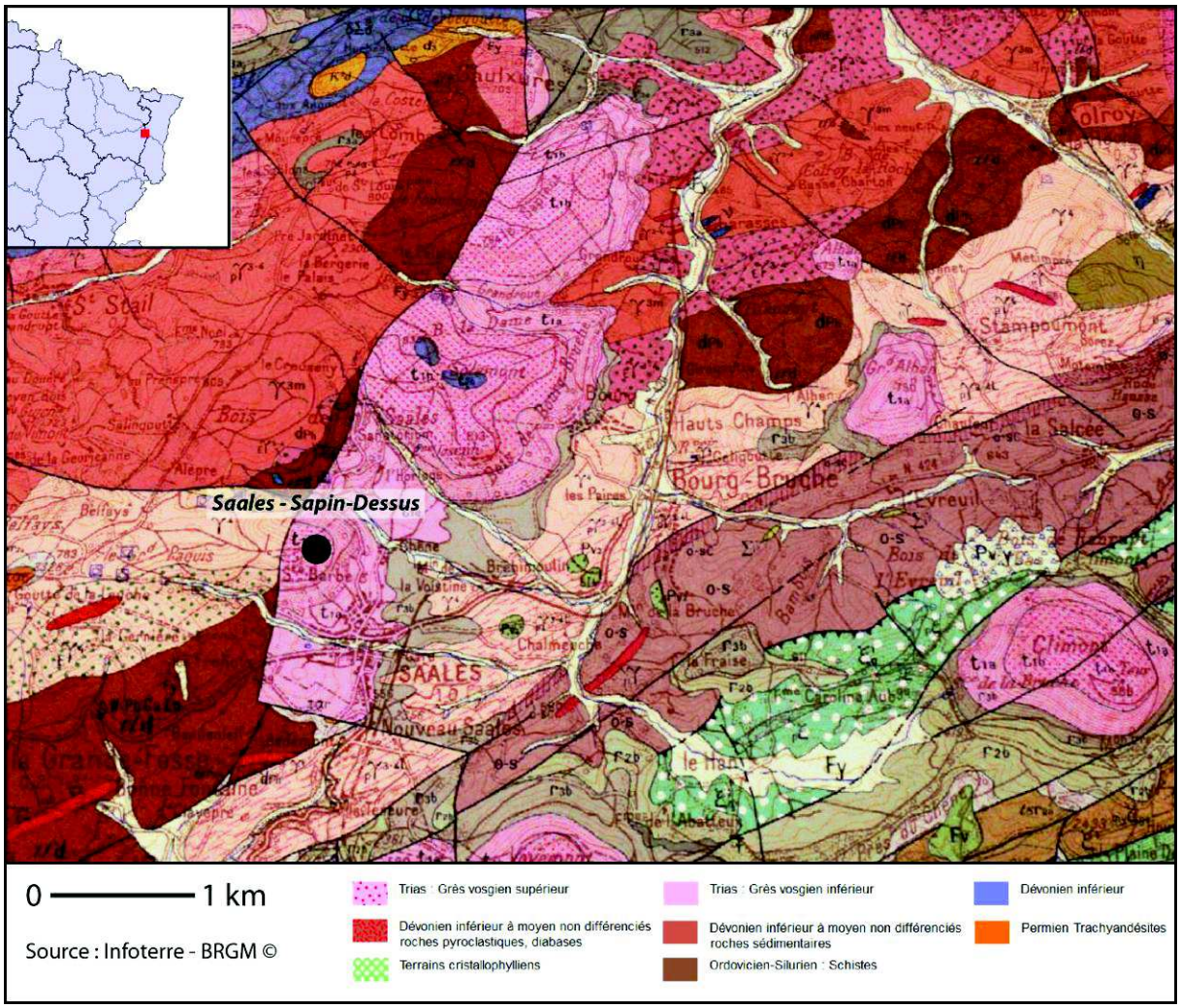


Figure 56 : Localisation des sites prospectés au lieu-dit *Sapin-Dessus* (Saales, Bas-Rhin), au sein de leur environnement géologique

[130] Composé majoritairement de goethite, mais également d'une quantité moindre d'hématite (Cf. Annexe C).

2.1.2. Déchets métalliques issus d'ateliers métallurgiques

Les études menées précédemment sur les inclusions de scorie dans le métal se sont majoritairement focalisées sur des produits finis (Leroy S. 2010), ainsi que sur des semi-produits (Pagès 2008, Berranger 2009). Ces travaux étaient motivés par deux problématiques majeures en sidérurgie ancienne. Les analyses chimiques effectuées ont ainsi permis de discriminer les inclusions issues de la réduction du minerai de celles générées par les séquences de travail en forge. Elles ont également servi à vérifier des hypothèses portant sur les sources probables d'approvisionnement en fer de chantiers de construction médiévaux en s'appuyant sur la filiation chimique des éléments non réduits, du minerai aux inclusions dans le métal.

Plusieurs sites de travail du fer ont bénéficié d'études poussées reposant sur la classification et l'interprétation des déchets métalliques. Les premiers efforts menés en ce sens portent sur l'étude de l'atelier de Nailly – *Les Bordes* (Yonne) (Dunikowski *et al.* 1996). La méthode de classification des déchets employée dans le cadre de notre travail a été développée par A. Duvauchelle à l'occasion de l'étude du site gallo-romain de Châbles – *Les Saux* (canton de Fribourg – Suisse) (Anderson *et al.*, 2003). Cette approche a été complétée par l'étude de C. Riquier-Bouclet, menée sur le site de Villeroy – *La Plaine d'Herbier* (Riquier-Bouclet 2006).

A l'occasion de la fouille de l'atelier de forge de Châbles, les macro- et micro-déchets ont été méticuleusement prélevés. Une méthode de description et d'interprétation très précise des chutes et ébauches métalliques a ensuite été développée. Elle s'appuie sur la mise en évidence des caractéristiques métrologiques et morphologiques des déchets métalliques et sur les traces des gestes techniques conservés sur leurs surfaces. Parallèlement à cette première démarche, l'influence des composantes des systèmes techniques pouvant contribuer à la formation de la scorie de forge et partant, des inclusions dites de forge, a été considérée. Une approche chimique qualitative effectuée sur les déchets de forge, les parois de foyer ainsi que le charbon de bois a conduit à une proposition de bilan chimique des apports lors des opérations de forge. Toutefois, les déchets métalliques intermédiaires de la chaîne opératoire, fragments de fer informes, chutes métalliques plus ou moins mises en forme, ou ébauches d'objets, n'ont pas fait l'objet d'une étude systématique des inclusions dans le métal. Malgré cela, l'étude des ateliers métallurgiques de Châbles laisse entrevoir l'intérêt de considérer les déchets métalliques, dans le cadre d'une réflexion globale sur la filiation chimique entre systèmes de réduction et produits métalliques.

Le classement typologique établi dans le cadre de cette dernière étude, reposant sur l'évaluation qualitative de la quantité de travail apportée à la confection de différentes catégories de déchets, a été appliqué dans le cadre de notre travail. La classification des déchets sera présentée de manière plus détaillée *infra*, dans la sous-partie 2.2.1. Il nous est dès lors apparu nécessaire de corréler le degré d'élaboration de ces déchets métalliques et l'altération de la signature chimique du système de réduction au cours des opérations de post-réduction, démarche qui fera l'objet du quatrième chapitre de ce mémoire.

2.1.2.1. Les sites métallurgiques liés à l'exploitation de la *Minette lorraine*

Plusieurs sites fouillés ces dernières années en Lorraine, dans certains secteurs définis *supra* comme le cadre géographique de notre recherche, ont livré des déchets métalliques (Cf. Figure 57). Afin de pouvoir caractériser de façon précise l'évolution de l'image chimique du système de réduction du minerai, une sélection a été opérée parmi les ensembles de déchets métalliques disponibles. Plusieurs contextes ont ainsi été sélectionnés en fonction des types d'opérations métallurgiques les caractérisant. Certains sites paraissent presqu'exclusivement dévolus à la réduction du minerai de fer. C'est le cas de l'atelier médiéval de Ludres – *Chaudeau*. Plus rares sont les ateliers ayant livré des indices liés à la fois aux opérations de réduction du minerai et de travail de mise en forme du métal. Seul le site de Messein – *Les Noires Terres* regroupe avec certitude l'ensemble de la chaîne opératoire. Pour d'autres sites, seules certaines séquences sont attestées, comme c'est le cas à Chavigny – *Le Haldat*. Les opérations de réductions sont bien attestées sur le site, mais la majorité des déchets métalliques semblent associés aux premiers stades de compactage du métal. Les déchets plus élaborés y apparaissent anecdotiques. Ces trois sites ont été sélectionnés en vue de réaliser l'étude des déchets métalliques. L'accent a été mis sur le site présentant le spectre de déchets métallurgiques le plus complet, Messein – *Les Noires Terres.*

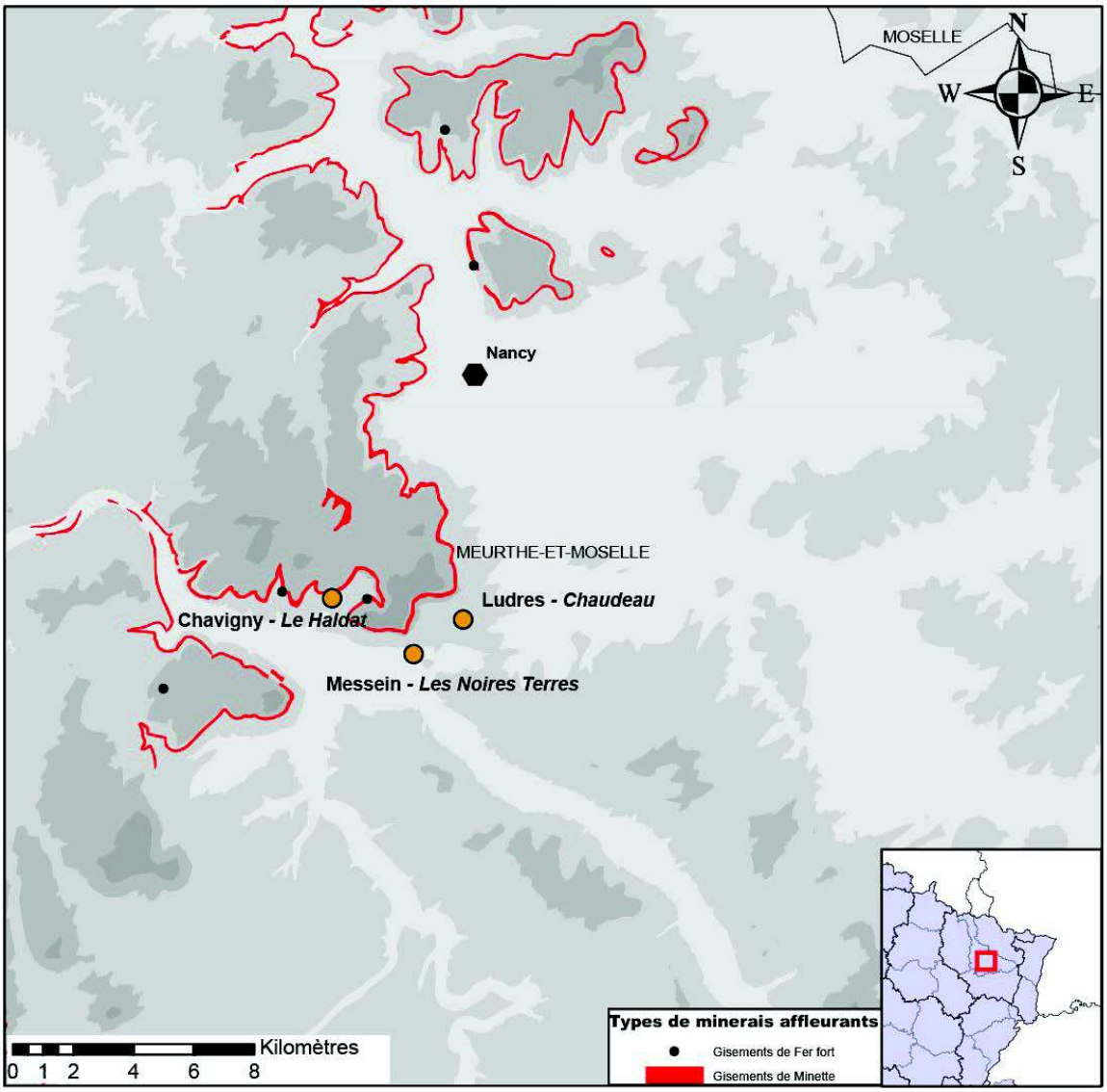


Figure 57 : Localisation des ateliers, au sein de leur environnement gîtologique, d'où proviennent les déchets métalliques étudiés

2.1.2.1.1. MESSEIN – Les Noires Terres

Les travaux d'aménagement d'un lotissement ont nécessité, en 2003, une opération de fouille préventive au lieu-dit *Les Noires Terres,* à Messein (Prévôt, Leroy M. 2005, 2012). Celle-ci a révélé un habitat dont l'occupation se décline en plusieurs phases, du VIe au VIIIe s. Les unités d'habitat occupent un espace compris entre la base du coteau délimitant la frange sud-est du Plateau de Haye et le cours de la Moselle. L'affleurement des strates liées aux dépôts aaléniens est bien observable dans ce secteur. Le site est ainsi localisé à environ un demi-kilomètre des gisements de minerai oolithique les plus proches. Au vu des données chronologiques disponibles (datations radiocarbone et typologie céramique), deux phases majeures d'occupation se succèdent. La première semble concerner le VIIe. La seconde phase d'occupation concerne la fin du VIIe s. et la première moitié du VIIIe s.

La première phase d'occupation associe plusieurs groupements de construction interprétés comme des unités agricoles (bâtiments sur poteaux, construction annexes hors-sol ou enterrées, dépotoirs) associant espace d'habitation et espace à vocation agricole (édifices de stockage, enclos de stabulation) : bâtiments IV et V, bâtiment VII et enclos B, bâtiment IX. Immédiatement au nord, un secteur paraît dévolu aux activités métallurgiques. La seconde phase d'occupation se caractérise par un réaménagement complet des espaces : des bâtiments ou unités agricoles réoccupent le secteur métallurgique et un nouvel enclos est édifié au nord.

Les activités métallurgiques, ainsi que nous venons de l'évoquer, se sont concentrées majoritairement au sein de l'espace central du site (Cf. Figure 58). Trois bas fourneaux de réduction ont été mis au jour dans l'emprise de la fouille. Les structures de réduction BF 1565 et BF 1650 caractérisent deux unités de production distinctes chronologiquement. Le plus ancien (BF 1565) est associé à la première séquence d'occupation de ce secteur. Le bas fourneau 1650 s'intègre quant à lui à la charnière entre la première et la seconde séquence d'occupation. Le terminus *post quem* du bas fourneau BF 1208 est à situer au plus tôt au VIIIe s. Les trois unités de production comportent des vestiges liés à la fois à la préparation et la réduction du minerai, ainsi qu'aux activités de post-réduction. Cela atteste de la succession, aux *Noires Terres*, de trois unités de production distinctes, présentant les caractères d'une chaîne opératoire complète.

La fouille des unités de production, des couches d'occupation, ainsi que des comblements des structures d'occupation, a permis la mise au jour de nombreux déchets métallurgiques, métalliques ou scoriacés. Les ensembles définis couvrent l'ensemble de la chaîne opératoire, depuis les déchets de réduction les plus bruts jusqu'aux ébauches et chutes métalliques bien ouvragées. Les scories de réduction sont présentes en abondance, en divers secteurs de l'emprise fouillée. Il s'agit majoritairement de contextes de réemploi, ce matériau ayant régulièrement servi à combler des structures excavées abandonnées, ou en tant que matériau de recharge d'un chemin creux bordant le site sur sa frange orientale.

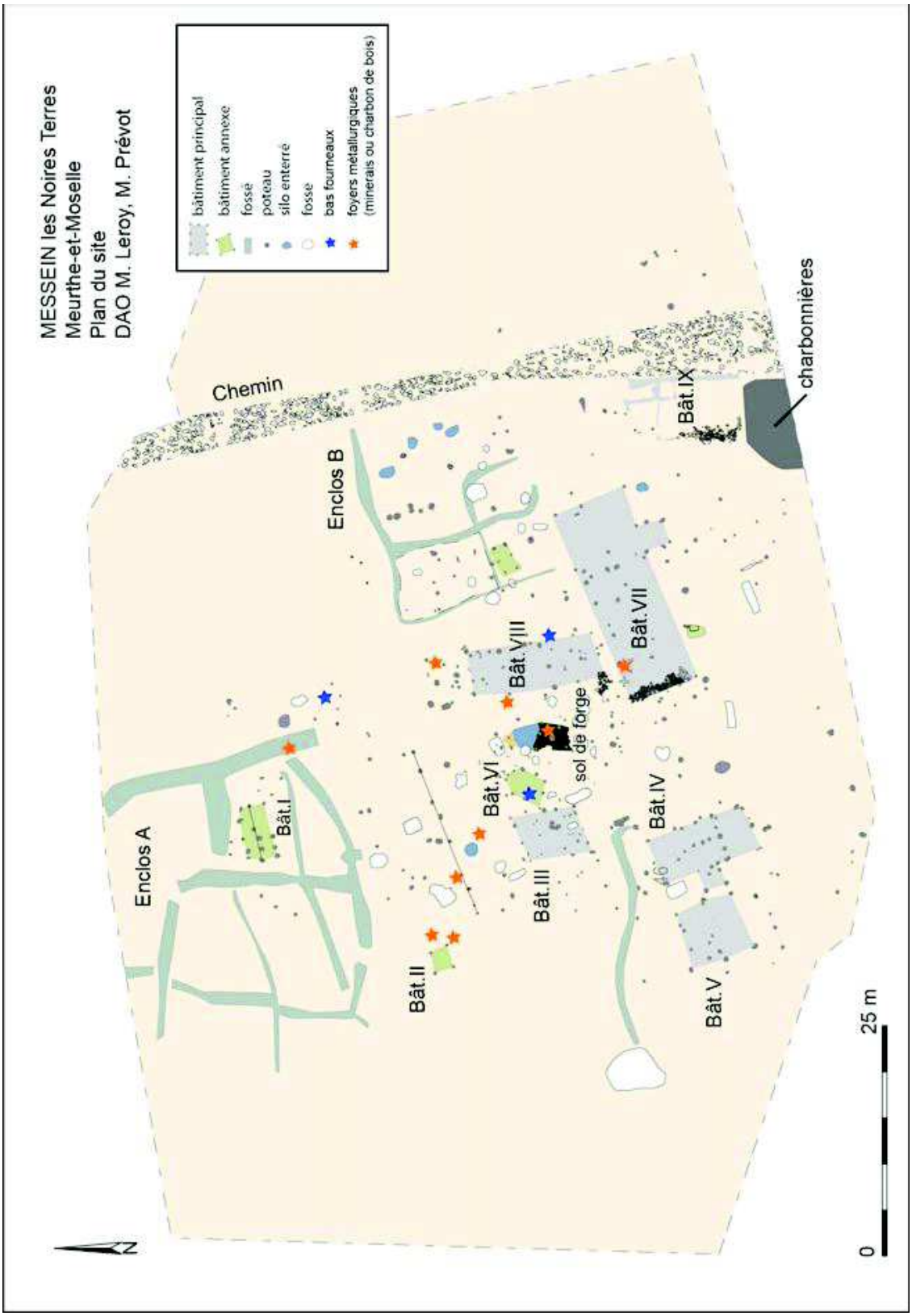


Figure 58 : Répartition des structures d'habitat et métallurgiques mises au jour lors de la fouille du site de Messein – *Les Noires Terres* (Prévôt, Leroy M. 2012)

2.1.2.1.2. CHAVIGNY - Le Haldat

Quelques structures d'habitat datées de la fin du Haut Moyen Age (IXe-Xe s.) ont été mises au jour à Chavigny (Meurthe-et-Moselle) en 2006 à l'occasion d'une opération de fouille préventive (Gazenbeck *et al.* 2007). Elles se trouvent implantées directement sur un replat du versant constitué par le front de côte de la cuesta bajocienne, sur la rive droite de la Moselle.

Les structures liées à l'habitat, quatre fonds de cabane et une fosse, se trouvent proches de la bordure nord de la zone diagnostiquée (zone 1), ce qui laisse supposer qu'elles constituent un secteur périphérique d'une implantation plus vaste (Cf. Figure 59). Par ailleurs, le site se trouve à proximité d'un atelier métallurgique situé au lieu-dit de *La Crassière.* Il s'agirait d'un site important, puisque l'extension des amas de scorie reconnus en prospection serait supérieure à un hectare. L'opération de fouille préventive que nous évoquons a d'ailleurs permis le décapage de la marge occidentale du crassier de déchets sidérurgiques (zone 2b). Les datations radiocarbones effectuées pour ces deux secteurs laissent supposer leur contemporanéité.

Plus d'une cinquantaine de kilogrammes de déchets liés à la métallurgie du fer ont été prélevés, essentiellement dans les quatre fonds de cabane. La majorité des déchets sont liés à la réduction (16 153g de minerai, 20 739g de scories). Les activités de post-réduction sont bien moins représentées. La catégorie de déchets la plus abondante reste les parois de foyer. Seuls 6 culots de forge entiers, ainsi que huit fragments, ont été mis au jour.

Près de deux kilogrammes de fragments de métal ont été exhumés. Là encore, la réduction apparaît comme dominante, puisque les coulures de fer et des modules de minerai partiellement ou totalement métalliques représentent près de 85% du poids des restes. Les fragments métalliques pouvant être liés aux opérations de post-réduction se composent majoritairement de fragments de métal présentant des surfaces planes. Des chutes plus élaborées ont également été mises au jour. Il s'agit de deux chutes-barres, d'un fragment de tôle, et d'un morceau de tige dont une partie est enroulée sur elle-même.

Malgré la présence de quantités non négligeables de déchets métallurgiques mis au jour dans les quatre fonds de cabane, la portion du site du *Haldat* révélée par la fouille ne semble pas présenter de vocation métallurgique à proprement parler. En effet, aucune structure directement liée à ces activités n'a été mise au jour. Les quantités de déchets mis au jour suggèrent toutefois la proximité d'un atelier de travail du métal, situé hors de l'emprise de fouille. De plus, le voisinage des amas de déchets du site apparemment contemporain de *La Crassière* laisse supposer l'existence d'un complexe métallurgique associant réduction du minerai et mise en forme du métal. Bien que n'ayant pas été mis au jour en contexte de dépôt primaire, les lots de déchets métallurgiques du *Haldat* peuvent être raisonnablement considérés comme étant représentatifs des activités de ce complexe.

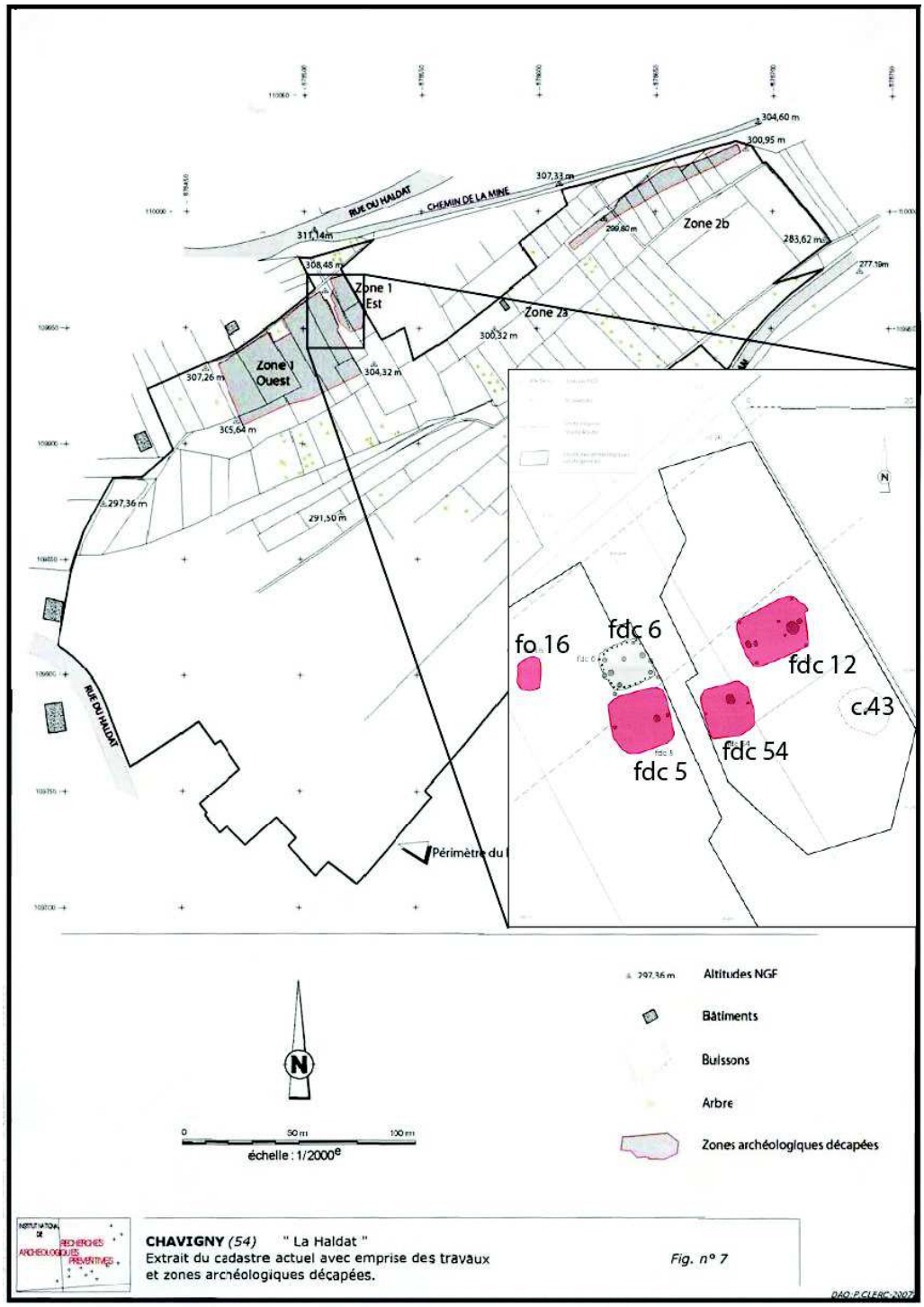


Figure 59 : Plan de situation des structures d'habitat du site du *Haldat*, à Chavigny. Les structures ayant livré du mobilier métallurgique sont surlignées en rouge (Gazenbeck *et al.* 2007 ; repris)

2.1.2.1.3. LUDRES – Chaudeau

Le site de Ludres - *Chaudeau* a été fouillé en 1997, dans le cadre d'une fouille de sauvetage (Gheller, Leroy M. 1999). Il s'agit d'un atelier métallurgique dévolu principalement aux activités de préparation et de réduction du minerai. Il est implanté sur le versant en pente douce d'une petite vallée située dans la zone d'interfluve entre la Moselle et la Meurthe. Le front de côte de la cuesta bajocienne est situé à environ un kilomètre au nord et à l'ouest du site. Sa période d'activité est à situer entre 450 et 550 ap. J-C.

La fouille a révélé trois bas fourneaux de réduction (Cf. Figure 60), construits de façon identique. Il s'agit de fours à scorie écoulée, dont les caractéristiques sont identiques à celles des exemplaires mis au jour dans d'autres ateliers de réduction locaux, tels ceux de Frouard *vallon de Nerbevaux* ou de Ludres *Village*. Les trois bas-fourneaux portent les traces de très nombreuses réfections. Un ferrier dont le volume est évalué à une trentaine de mètres cubes se développe juste en aval de ces structures.

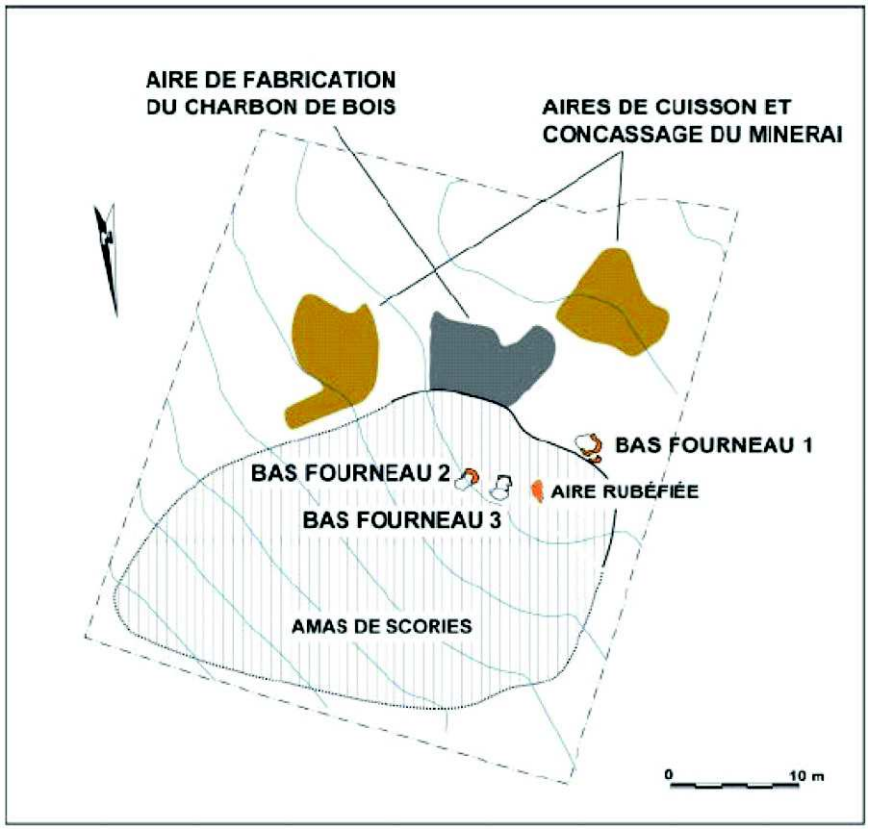


Figure 60 : Plan des structures révélées par la fouille de Ludres – *Chaudeau* (d'après Cabboï *et al.* 2007a)

Si la réduction du minerai apparaît bien comme étant l'activité principale du site de *Chaudeau*, d'autres étapes de la chaîne opératoire sont bien représentées. Les aires de travail liées aux activités de préparation du minerai et du charbon de bois sont bien conservées, et se trouvent à quelques mètres en amont des bas fourneaux. Si aucune structure liée aux opérations de post-réduction n'a pu être mise au jour, la découverte de quelques culots de forge et de fragments métalliques portant des traces de compactage laisse à penser que le métal produit faisait l'objet d'une première mise en forme.

Le site de *Chaudeau* présente ainsi un grand nombre de déchets métallurgiques liés aux premières étapes de la chaîne opératoire, ainsi que quelques vestiges des premières étapes de post-réduction.

2.1.2.2. Les sites métallurgiques liés à l'exploitation d'autres minerais

Deux contextes de travail du fer, associés à l'utilisation d'autres minerais, ont également été sélectionnés. Il s'agit du site de Velaine-en-Haye – *ZAC Herbue* Chalin localisé sur le plateau de Haye, et des ateliers du *Chêne Saint*-Amand, à Saint-Dizier (Haute-Marne).

2.1.2.2.1. VELAINE-EN-HAYE – ZAC Herbue Chalin

Le site de la *ZAC Herbue Chalin* a fait l'objet, en 2009, d'une fouille préventive[131]. L'étude archéométallurgique a été réalisée au sein du LMC (Leroy M. *et al.* 2011 ; Leroy M., Cabboi 2013). L'opération archéologique a mis en évidence une occupation à caractère agricole, caractérisée par deux ensembles de fosses-silos[132] (Cf. Figure 61). L'occupation est datée du Ha D2-D3 – LT A.

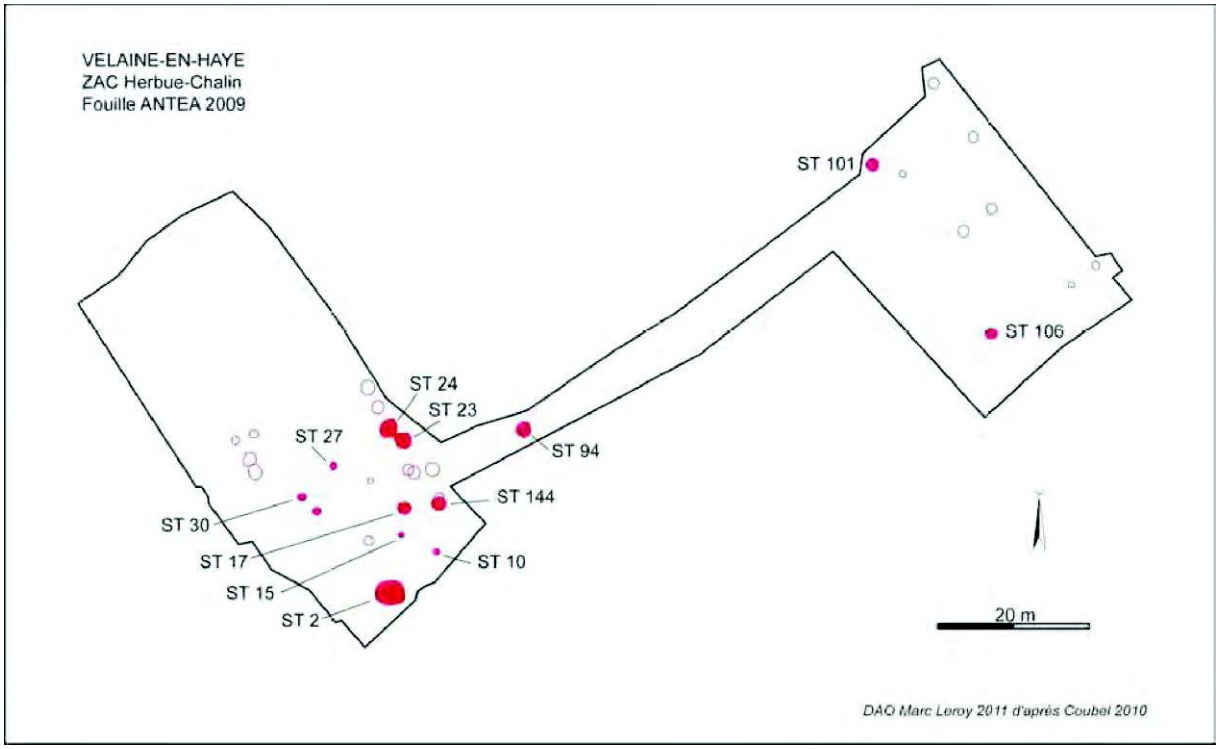


Figure 61 : Localisation des structures mises au jour sur le site de Velaine-en-Haye – *ZAC Herbue Chalin.* Les structures ayant livré du mobilier métallurgique sont surlignées en rouge (Leroy M. *et al.* 2011)

Treize de ces structures ont livré du mobilier métallurgique, pour un poids de restes total de 5,4 kg. Ce mobilier indique la présence d'activités de réduction (NR=25 et 88,5% du poids de restes)

[131] Réalisée par ANTEA sous la responsabilité de Simon Coubel.
[132] Pour un total de 31 structures.

et de post-réduction (NR=22 et 11,5% du poids de restes) (Cf. Figure 62). L'examen des scories de réduction a montré que le type de bas fourneau utilisé était du modèle « à scories piégées ».

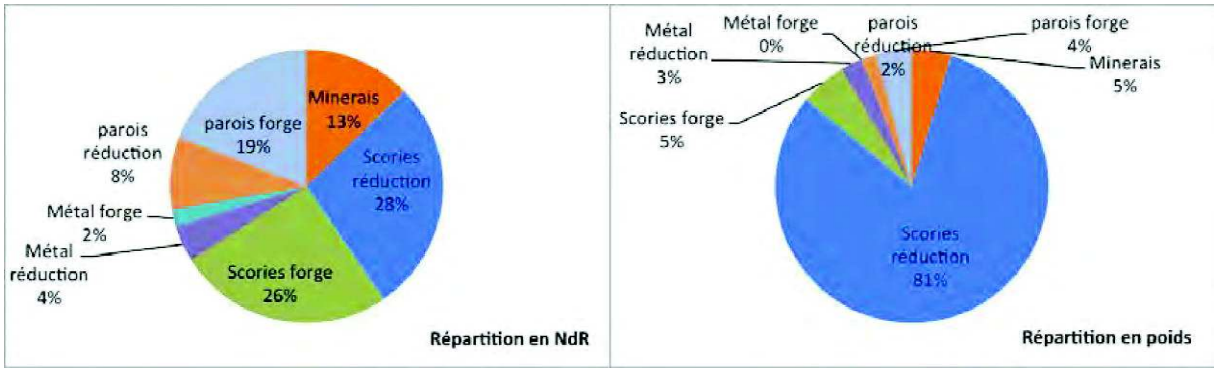


Figure 62 : Répartition en nombre de restes (à gauche) et poids de restes (à droite) des catégories de mobilier métallurgique du site de Velaine-en-Haye – *ZAC Herbue Chalin* (Leroy M. *et al.* 2011)

Deux petites masses de métal brut, issues de la réduction de minerai de fer, ont été mises au jour. La première provient de la structure n°2 ; la seconde de la structure n°27. Les deux masses de métal présentent les traces d'un premier travail de mise en forme[133]. La masse provenant de la ST 27 comporte une face aplanie, tandis que celle issue de la ST2 présent les traces d'un pincement laissées par un outil de préhension de type *pince à mâchoires*. L'étude des fragments de minerai mis au jour sur le site révèle par ailleurs qu'il s'agit certainement du minerai oolithique de la transition entre Bajocien et Bathonien, déjà évoqué *supra.* Les deux fragments mis au jour se sont très certainement détachés d'une masse de métal plus importante, produite au sein de l'atelier mis en évidence. Ces blocs, ayant subi un premier traitement de mise en forme, peuvent être associés à une étape précoce d'épuration. Nous chercherons à vérifier, par la caractérisation chimique de la scorie de réduction présente au sein de ces masses, la compatibilité chimique entre ces dernières et l'atelier métallurgique révélé par la fouille.

2.1.2.2.2. SAINT-DIZIER – Le Chêne Saint-Amand

Ainsi qu'évoqué *supra*, la fouille réalisée à l'occasion de l'aménagement de la ZAC du *Chêne Saint-Amand* a mis en évidence deux habitats médiévaux, distants de 300 mètres (Leroy M., Merluzzo 1998). L'habitat occidental comporte dix bas fourneaux conservés. Les datations radiocarbone effectuées sur du charbon provenant de trois de ces structures, ainsi que le mobilier céramique collecté, permettent de proposer une activité sidérurgique au cours des XIe et XIIe s. Cinq structures de réduction ont été mises au jour au sein de l'habitat oriental. Une datation effectuée pour le bas fourneau 1000 suggère que l'atelier sidérurgique associé ait fonctionné au début du VIIIe s. Ces sites se distinguent par leur indigence en termes de déchets métalliques. Le mobilier métallurgique (déchets de préparation du minerai, scories de réduction, scories de post-réduction) mis au jour par ailleurs suggère toutefois l'existence d'une chaîne opératoire complète au sein des ateliers. Trois échantillons métalliques ont pu être néanmoins étudiés (deux pour l'habitat occidental ; un pour l'habitat oriental).

[133] D'après l'étude de S. Bauvais ; LMC.

- **Les ateliers associés à l'habitat occidental (Moyen Age)**

L'un des seuls blocs de métal d'importance exhumés lors de la fouille (StDz 132) a été mis au jour au sein du fond de cabane St. 172, recoupant le bas fourneau 130 (Cf. Figure 63). Un fragment de fer à cheval (StDz 172-3) a été trouvé au sein de la même séquence stratigraphique. Il ne fait aucun doute que le bloc StDz 132 ait été produit sur place, puisqu'il s'agit d'un fragment de métal brut. Bien que rien ne permette d'attester que le fer à cheval ait été produit sur place, cette éventualité ne peut être écartée. Nous chercherons ainsi à vérifier la compatibilité chimique entre l'atelier métallurgique et ces deux échantillons métalliques.

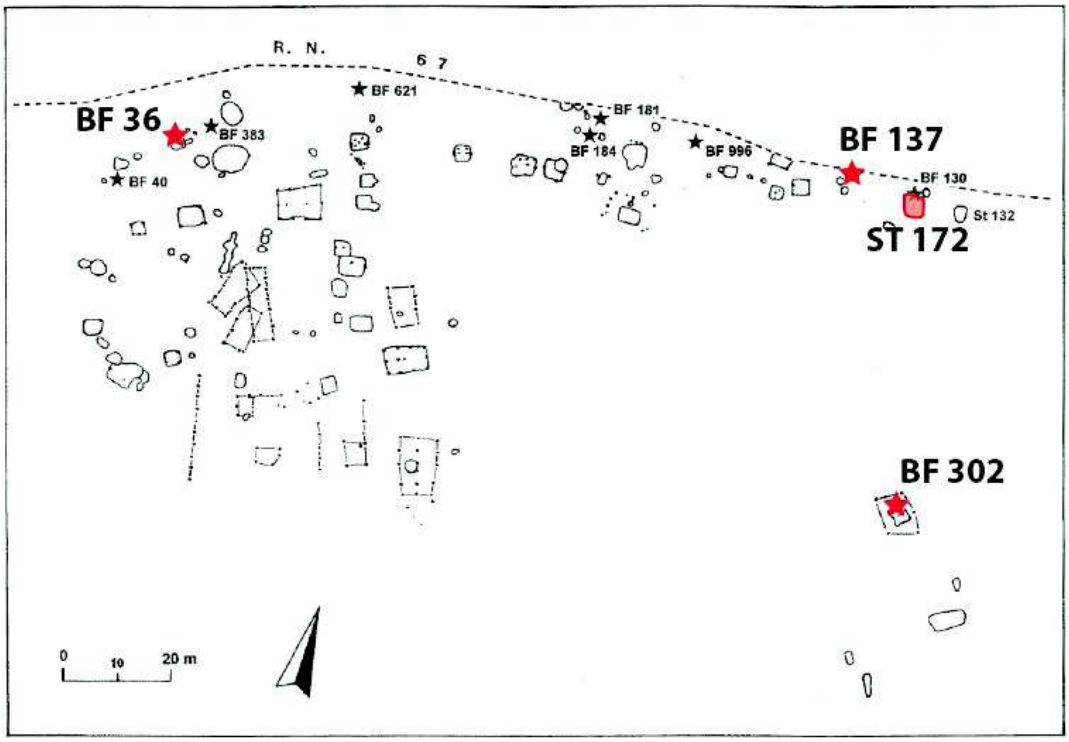


Figure 63 : Plan de situation des structures fouillées pour l'habitat occidental du *Chêne Saint-Amand*. Les trois bas fourneaux dont la production est caractérisée chimiquement sont mis en évidence par des étoiles rouges. Les échantillons métalliques proviennent du fond de cabane ST 172 (Leroy M., Merluzzo 1998 ; repris).

- **Les ateliers associés à l'habitat oriental (haut Moyen Age)**

Les fragments de minerai et de scories de réduction caractérisés chimiquement proviennent tous des remplissages de la cuve et de la fosse de coulée du bas fourneau 1000. Un fragment de métal brut (StDz BF1000) associé à cette structure de réduction a été étudié dans le cadre de ce travail (Cf. Figure 64). Il semble fortement probable que le métal ait été produit par la structure de réduction associée.

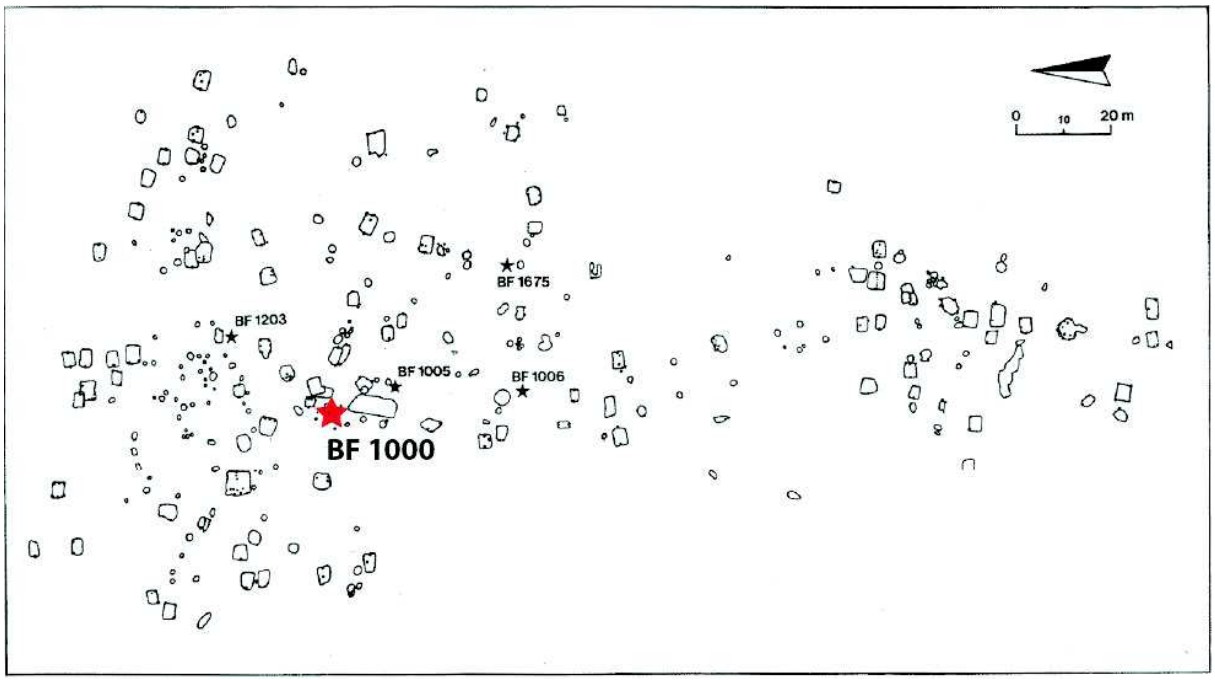


Figure 64 : de situation des structures fouillées pour l'habitat oriental du *Chêne Saint-Amand*. Le bas fourneau dont la production est caractérisée chimiquement est mis en évidence par une étoile rouge(Leroy M., Merluzzo 1998 ; repris).

2.1.3. *Demi-produits et produits finis de l'aire géographique étudiée : les questionnements sur la provenance du métal*

Les programmes de recherche menés sur la paléosidérurgie en Lorraine, initiés par la fouille du site de Ludres – *Village* en 1986, ont permis de dresser un bilan diachronique d'une activité jusqu'alors méconnue. Si la démonstration de l'utilisation du minerai oolithique lorrain au moins dès l'époque antique constitue un apport majeur dans l'histoire des techniques paléométallurgiques, le contexte lorrain a également permis d'alimenter les réflexions portant sur d'autres aspects de cette activité. Le modèle d'évolution, de l'Antiquité au XIXe s., des formes d'organisation de la production proposé à l'issue de la thèse de Marc Leroy montre bien la dynamique de cette activité sur une période couvrant quasiment 2000 ans. Par ailleurs, les fouilles d'ateliers métallurgiques, ainsi que les protocoles d'étude mis en œuvre ont permis d'alimenter les réflexions basées sur une approche quantitative des opérations de réduction, développées par ailleurs dans d'autres contextes paléosidérurgiques (par exemple Eschenlohr, Serneels 1991 ; Dunikowski, Cabboï 1995 ; Eschenlohr *et al.* 2007). Ont ainsi pu être estimés dans certains cas les rendements d'opération, le nombre d'opérations effectuées sur un site, ainsi que les quantités de déchets et de métal produits. De plus, la quantité de données disponibles a permis de pondérer la production de fer en Lorraine à différentes époques, face à d'autres régions productrices (Leroy M. *et al.* 2000 ; Leroy M. 2001). Si ces aspects ayant trait aux activités de production elles-mêmes ont été bien documentés, la question du devenir du métal produit par les ateliers sidérurgiques lorrains est restée en suspens.

Les évolutions des formes d'organisation de la production mises en évidence, ainsi que les informations livrées sur la place des activités sidérurgiques dans des contextes techniques, économiques et sociétaux relativement bien documentés amènent immanquablement à s'interroger

quant aux modalités de diffusion des produits sidérurgiques. C'est pourquoi plusieurs lots d'objets ferreux mis au jour dans des contextes de consommation du métal ont été sélectionnés en fonction de l'intérêt qu'ils présentent de ce point de vue.

2.1.3.1. Les éléments de renfort de la tour de Mutte – Cathédrale de Metz

L'édification de la cathédrale gothique de Metz aurait débuté entre 1220 et 1240[134], sous l'épiscopat de Conrad de Scharfenberg ou de Jean 1e[r] d'Apremont, afin de remplacer la basilique ottonienne édifiée entre le Xe et le XIe s. Près de trois siècles seront nécessaires avant que l'édifice prenne son aspect actuel. Plusieurs jalons importants sur l'évolution du chantier nous sont livrés par les sources documentaires. On sait par exemple qu'à la mort de l'évêque Jacques de Lorraine en 1260 (Brachmann 1998), l'élévation de la nef ainsi que des deux tours flanquant cette dernière atteignait le niveau du triforium. La tour de Mutte est édifiée contre la façade sud de la nef. La voûte de la nef serait quant à elle achevée en 1380. L'édification du chœur gothique de la cathédrale débute en 1486. Enfin, la dernière campagne de construction importante porte sur la démolition et la reconstruction du transept et du chœur ottonien afin d'harmoniser l'architecture du bâtiment. Elle s'achève aux alentours de 1525.

Nous pouvons distinguer deux phases majeures d'édification de la Tour de Mutte. La partie basale est élevée en parallèle de celle de la nef, et serait achevée aux alentours de 1260. Un beffroi de bois y est installé par la suite, afin d'accueillir la cloche municipale (la Mutte). On situe cet évènement au début du XVe siècle. Suite à un grand incendie ayant eu lieu en 1468, qui a entre autres détruit cette première structure en bois, décision est prise de la remplacer par un clocher de pierre. Ce chantier, relativement bien documenté, s'est déroulé de 1478 à 1483 (Jacob 1864, p. 5), et aurait vu l'édification de la salle de la cloche et de la flèche de la tour, en style gothique flamboyant (Villes 2004).

La phase de construction initiale de l'édifice est également marquée par un changement majeur de la gouvernance de la ville. En effet, depuis l'annexion de la Lotharingie par Henri l'Oiseleur en 925, la ville de Metz s'était retrouvée sous l'administration de l'évêché de Metz. En 1234, au terme de la Guerre des Amis, le patriciat messin prendra la succession de l'évêque de Metz Jean Ier d'Apremont, formant ainsi une oligarchie bourgeoise, ce qui fera de Metz une ville libre du Saint-Empire. C'est sur l'initiative de la bourgeoisie de Metz que sera réalisée la seconde phase de construction de la Tour de Mutte, de 1478 à 1483. Il est intéressant de noter que les bourgeois-financiers messins établissent, au cours de cette même période, un contrôle partiel des forges du duché de Bar dans le secteur de Briey (Schneider 1950). Or, celles-ci produisent du fer en exploitant le minerai oolithique aalénien.

L'édifice a par la suite connu de nombreuses dégradations, qui ont donné lieu à plusieurs campagnes de restauration majeures. Nous ne citerons que la plus importante, à savoir un incendie qui s'est déclaré en 1877 à la suite d'un feu d'artifice donné en l'honneur du *Kaiser* Guillaume Ie[r]. Un évènement lourd de conséquences pour la cathédrale, puisque la charpente est détruite. De plus, la chaleur générée a également endommagé de manière considérable la Tour de Mutte. Une campagne

[134] D'après les arguments stylistiques avancés par Alain Villes. Villes 2004, p. 243

de restauration a été menée en conséquence dans les années 1880. En 1909, c'est la flèche qui sera reconstruite. Ces interventions successives ont notamment consisté en une consolidation de la structure de l'édifice au moyen de nombreux renforts métalliques. La densité de ces éléments sur les façades de la tour, et plus particulièrement la façade nord, est frappante.

A l'instar de nombreux autres édifices gothiques (Troyes, Rouen, Beauvais,…) (Dillmann 2007 ; L'Héritier 2007), le fer a été significativement employé dans la construction de Saint-Etienne de Metz, notamment sous la forme d'éléments de renfort de maçonnerie[135]. Une partie de ces éléments sont encore visibles aujourd'hui, notamment dans le triforium. Concernant la tour de Mutte, les comptes afférant aux cinq commissions de la campagne de construction de 1478 à 1483 évoquent notamment l'emploi de près de 22 tonnes de fer[136]. Nous savons par ailleurs qu'une partie de la production de fer des forges du seigneur de Bar situées en forêt de Moyeuvre était probablement contrôlée par des créanciers messins (Horikoshi p. 82-86). Il apparaît plausible que cette redevance ait été destinée à approvisionner le chantier de construction de la partie sommitale de la Tour de Mutte. Le métal employé pour renforcer la maçonnerie de l'édifice pourrait ainsi provenir d'un ensemble de production local. Les quantités de fer employées à la construction de la tour de Mutte, ainsi que les quelques indices historiques dont nous disposons, nous amènent à considérer les modalités d'approvisionnement d'un chantier de construction de la fin du Moyen Age. Le métal provient-il de sources multiples ? Est-il issu de centres de production locaux ? De plus, la construction de la tour est contemporaine de la diffusion du procédé indirect en Lorraine. Il est nécessaire d'identifier le procédé par le biais duquel le métal disposé sur l'édifice a été produit.

Une récente campagne de restauration[137] de la tour de Mutte a permis d'accéder aux fers architecturaux disposés à divers niveaux de l'édifice. Les éléments de renfort ont été collectés au cours de plusieurs campagnes de relevés et de prélèvements effectuées par le LAPA (UMR 5060-IRAMAT et UMR 3299-SIS2M)[138]. Plusieurs centaines d'éléments, constitués d'alliages ferreux ou d'alliages base cuivre, mis en œuvre sur les parements externes de la tour, ont été repérés à l'occasion de ces campagnes. Plusieurs dizaines de renforts étaient également visibles sur les parements internes et la voûte de la salle des cloches. La majorité des agrafes et autres tirants engagés dans la maçonnerie présentaient encore tout ou partie de leur scellement en plomb. Au total, 426 éléments ferreux ont été prélevés, et 299 scellements en plomb ont été analysés. L'importance du corpus ainsi réuni a nécessité d'opérer une sélection parmi les renforts ferreux en vue de réaliser une étude basée sur l'examen des microstructures du métal et la caractérisation chimique des inclusions.

[135] Tels que tirants, goujons ou crampons.

[136] Le dépouillement des comptes des cinq commissions successives effectué par Jacob (1864, p. 9-37) permet d'évaluer la masse de fer achetée à 46,194 livres de Paris, soit 22 tonnes et 635 kg. On peut par ailleurs estimer à 7 tonnes et 371 kg la masse de plomb achetée.

[137] Les travaux sont effectués sous la responsabilité de Christophe Bottineau, Architecte en Chef des Monuments Historiques, cabinet 2BDM.

[138] Entre octobre 2011 et février 2013.

2.1.3.2. Les éléments de renfort du pont carolingien de Dieulouard

Le site a fait l'objet, en 2005, d'une opération de fouille préventive menée par l'INRAP[139], mettant au jour un pont situé à quelques centaines de mètres de l'agglomération antique de *Scarponna* (Cf. Figure 65). L'opération archéologique a permis la mise au jour de deux piles de pont, distantes d'une dizaine de mètres. Elles se composent d'un noyau de moellons noyés dans du mortier de chaux, dont le parement est constitué de blocs architecturaux taillés dans une pierre calcaire locale[140]. Plusieurs blocs sont des réemplois issus de l'agglomération antique toute proche[141]. Les blocs étaient systématiquement scellés par des crampons de fer. Quarante-trois exemplaires ont pu être prélevés avant la remise en eau du site, parmi lesquels une douzaine d'exemplaires ont été sélectionnés pour être étudiés dans le cadre de ce travail.

La construction du pont est très bien datée, et peut être attribuée à la deuxième moitié du 9è s[142]. Emplacement d'une agglomération et d'un *castrum* à l'époque antique, Dieulouard *Scarponna* constitue, au cours de la période carolingienne, le chef-lieu du *pagus Scarponensis*. A l'époque franque, ce dernier constituait, avec les *pagi Mettensis, Virdunensis* et *Tullensis,* une unité administrative d'importance (Parisse 1990). *Scarponna* constitue ainsi une agglomération influente localement, constituant un carrefour de voies de communication, inséré à la fois dans un réseau viaire majeur, mais disposant également d'une voie de communication fluviale, la Moselle. C'est donc à Scarpone que siège le comte placé à la tête de cette circonscription. Cette période est par ailleurs bien documentée par le biais des nombreuses chartes faisant mention de l'agglomération. A cette richesse documentaire s'oppose toutefois le manque relatif d'informations archéologiques portant sur cette bourgade. Les principales traces archéologiques de l'occupation altomédiévale du site proviennent, hormis le pont en question, des sépultures découvertes dans les nécropoles de la Quemine et de la Butte de Jupiter. La situation topographique du site a eu une grande influence sur son développement. On a en effet tiré parti de l'hydromorphologie locale, la Moselle se divisant là en quatre bras de taille modeste, pour réaliser plusieurs ouvrages de taille réduite, plus simples à édifier qu'une seule structure enjambant la totalité du cours d'eau. Le fait que *Scarponna* soit l'un des seuls points de franchissement de la Moselle a fait de ce secteur un nœud routier puisque l'on dénombre quatre voies convergeant vers l'agglomération (Massy 1997). Si la datation des trois voies secondaires n'est pas assurée, celle de l'axe majeur que constitue la voie impériale de Langres à Trèves peut être attribuée à la fin de la période augustéenne (Massy 1997, p. 120-121). Cet axe paraît toujours emprunté aux Xe et XIe s, puisqu'il fait partie du temporel de l'évêque de Verdun Heimo.

Les prospections effectuées dans le cadre du programme de recherche sur la sidérurgie ancienne en Lorraine ont mis en évidence une activité sidérurgique altomédiévale dans le secteur du Plateau de Haye[143]. Rappelons que les volumes de production estimés de certains ateliers, et plus particulièrement celui de Ludres – *Hôtel de Ville*[144]*,* sont importants, suggérant entre autres

[139] Sous la coresponsabilité de David Gucker (INRAP) et Jean-Pierre Legendre (SRA Lorraine).
[140] 849 blocs ont été retrouvés.
[141] Notamment des stèles funéraires, ainsi que des blocs architecturaux monumentaux
[142] Trois datations ont été effectuées pour le site :
- Une datation par dendrochronologie effectuée sur les pieux de fondation des piles : 836 ap. J.-C..
- Deux datations par radiocarbone effectuées sur des queues d'aronde, fournissant un intervalle de 895 à 1019 ap. J.-C. (réf. Ly 4132 et 4133).
[143] Ainsi que décrit dans le paragraphe 1.7.2.3. de ce manuscrit.
[144] Dont la période d'activité est à situer entre le début du VIIIe et la fin du Xe s.

l'alimentation d'un réseau d'échange à l'échelle locale, voire régionale ou plus lointaine. Le pont carolingien de Dieulouard *Le Vieux Pont*, dont la période de construction apparaît contemporaine à l'activité de l'atelier de Ludres, se présente comme un exemple pertinent pour aborder la question de la destination du métal produit dans le secteur proche du Plateau de Haye.

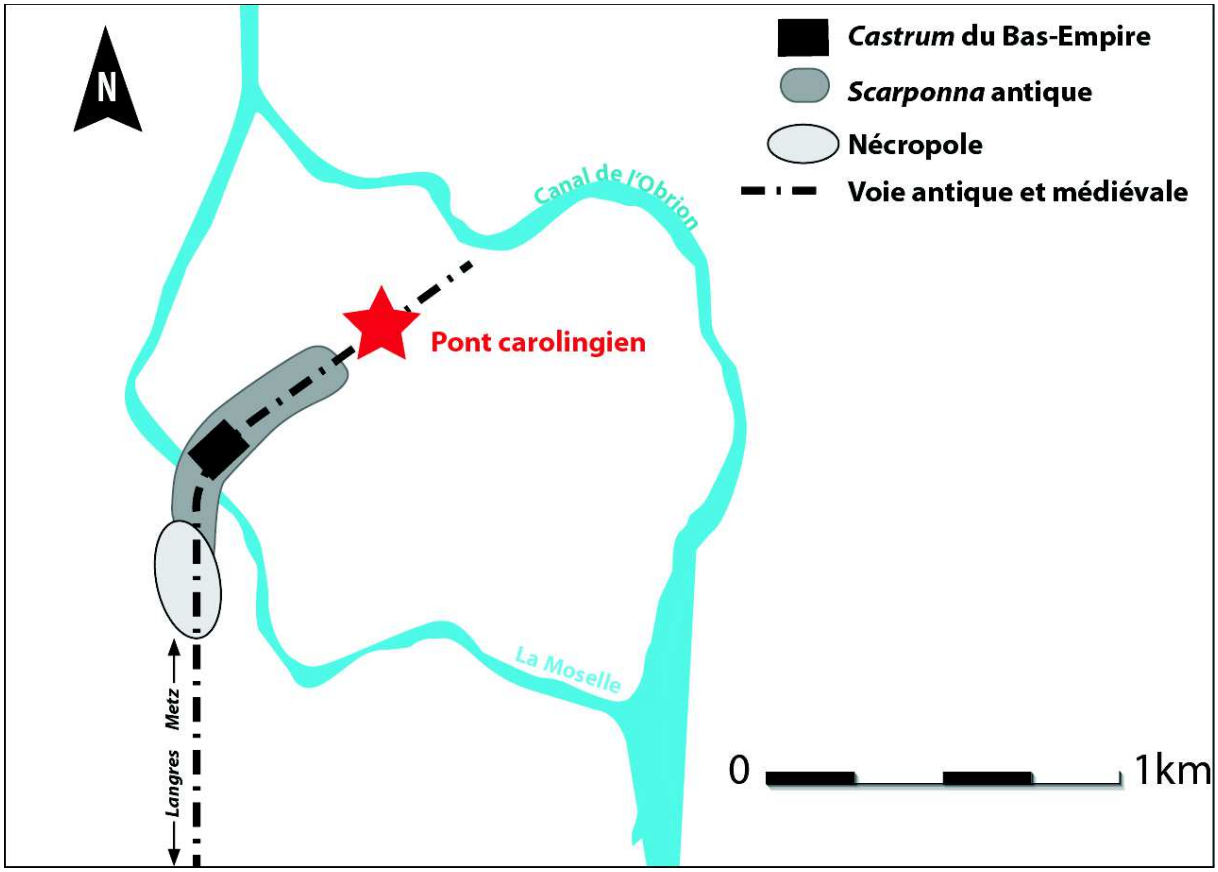


Figure 65 : Localisation de l'agglomération antique de Scarpone et des ponts enjambant les anciens chenaux de la Moselle (DAO A. Disser, d'après Boulanger, Gucker 2008)

2.1.3.3. GONDREVILLE – *Forêt communale* (site n°GOND-6)

Le site, situé en milieu forestier, n'a pas fait l'objet d'opération de fouille archéologique. Il est toutefois documenté par de nombreuses sources liées à la prospection. En effet, le massif de Haye fait l'objet, depuis les années 1990, d'un programme de recherche pluridisciplinaire[145] axé sur l'occupation agraire des plateaux calcaires de Lorraine centrale, coordonné par Murielle Georges-Leroy (DRAC Lorraine). De ce fait, le secteur a bénéficié de campagnes de relevés topographiques, d'un vol Lidar (laserscanning aéroporté), et de nombreuses prospections pédestres. Les données archéologiques disponibles sur le site en question proviennent majoritairement d'une campagne de prospection pédestre réalisée suite à la tempête de l'hiver 1999, le mobilier provenant majoritairement de chablis consécutifs à celle-ci. Le secteur est densément occupé, particulièrement au cours de la période gallo-romaine, comme en témoigne le parcellaire ancien. Le site considéré s'insère dans ce cadre d'occupation antique. Les structures archéologiques perceptibles (nombreux pierriers de forme quadrangulaire) laissent supposer, par leur densité, la présence d'un site d'une

[145] Impliquant la DRAC Lorraine, l'INRA, l'ONF, ainsi que les universités de Nancy 1 et de Franche-Comté.

emprise de près d'un hectare. L'implantation de ce dernier en bordure d'une voie traversant le plateau suggère que le site puisse correspondre à un relais routier (Cf. Figure 66). La collecte de mobilier métallurgique[146] permet de supposer l'existence d'un atelier de travail du fer.

Les déchets métallurgiques prélevés attestent *a minima* d'une activité de forge. Aucun indice en faveur d'activités de réduction n'a été collecté sur le site. Il est impossible, au vu des moyens d'acquisition du mobilier archéologique, de proposer une interprétation qualitative plus poussée des activités métallurgiques pour ce site, la trouvaille des déchets de petite taille étant largement favorisée dans ce cas. Au total, 26 chutes métalliques ont été prélevées. Il s'agit majoritairement de fragments élaborés, tels que des chutes de barres ou de tiges présentant des traces de découpe, ou des soies de préhension[147]. Toutefois, la présence de déchets informes, dont certains présentent néanmoins des surfaces planes[148], permet de supposer le travail de masses de fer plus volumineuses et moins élaborées. Une activité de compactage de masses brutes n'est ainsi pas à exclure.

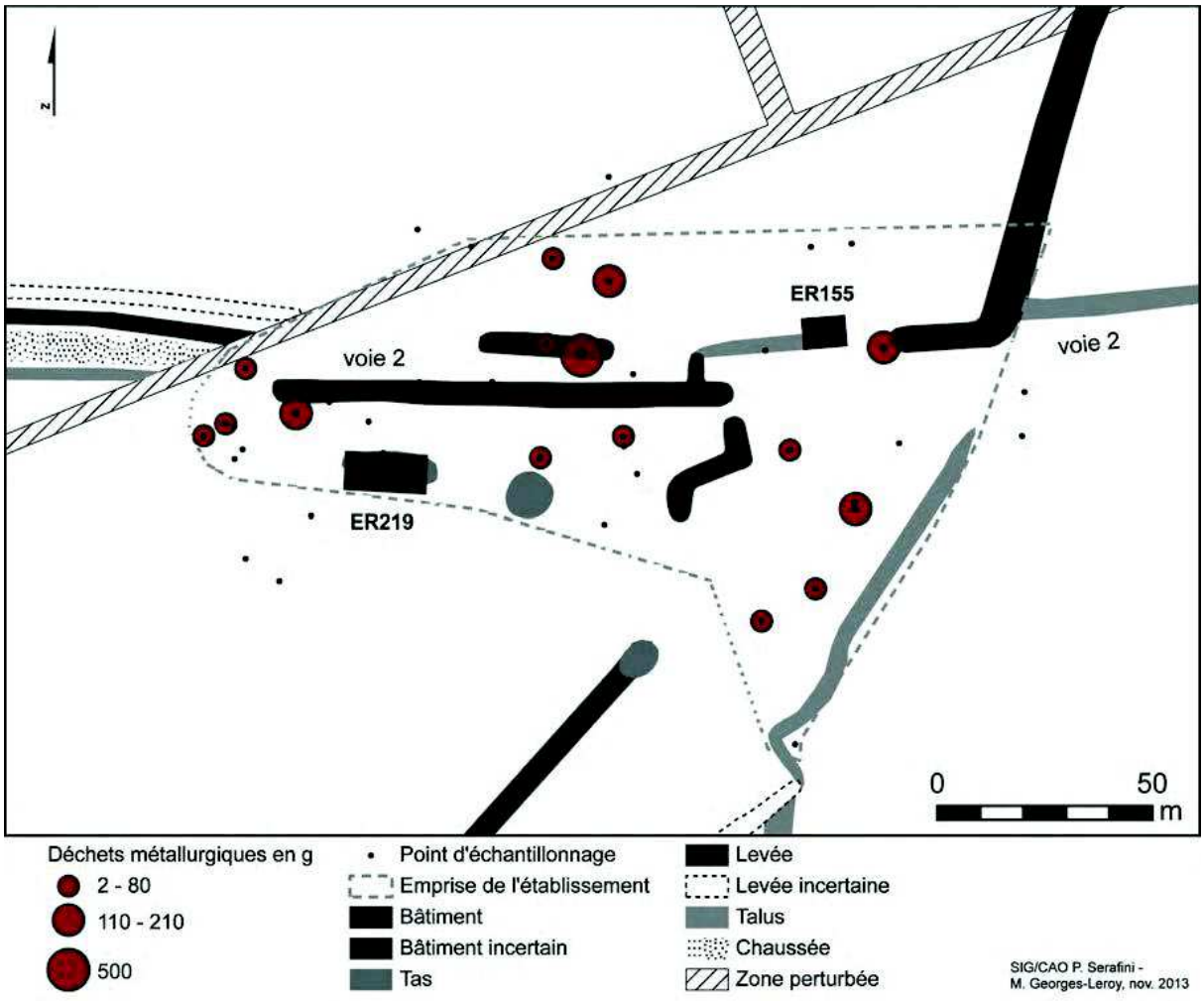


Figure 66 : Répartition spatiale du mobilier métallurgique récoltées sur le site de Gondreville – *Forêt Communale* (Document Murielle Georges-Leroy)

[146] Près d'un kilogramme de déchets scoriacés, dont un culot complet, a été collecté. Il s'agit majoritairement de scorie informe ou argilo-sableuse. Une douzaine de fragments de parois de foyer, pour une masse totale de 117 g, renforcent l'hypothèse de la présence d'un atelier à vocation métallurgique à cet endroit.
[147] Vingt déchets métalliques ont été attribués à la catégorie des chutes façonnées.
[148] Quatre fragments de fer informes et deux chutes facettées ont été dénombrés.

La fonction supposée du site, en lien direct avec un axe de communication relativement important, permet de soulever la question de son approvisionnement en métal. Il est tout à fait envisageable de penser à une source locale, le site étant situé au sein du Plateau de Haye, un secteur géographique densément occupé au cours de l'Antiquité (Cf. Figure 67). Des travaux de recherche menés depuis 1999 ont en effet mis en évidence au moins 83 établissements antiques au sein de cet espace (Georges-Leroy *et al.* 2012). L'utilisation de la *Minette lorraine* en filière directe est par ailleurs assurée dans ce secteur au moins dès le Ve s. ap. J.-C. Rappelons également que l'exploitation du minerai de la transition Bajocien-Bathonien est attestée dans ce même secteur pour l'âge du Fer. La relation apparente entre le site et un axe de communication important suggère également la possibilité d'une fourniture en métal par le biais d'un réseau à plus grande échelle.

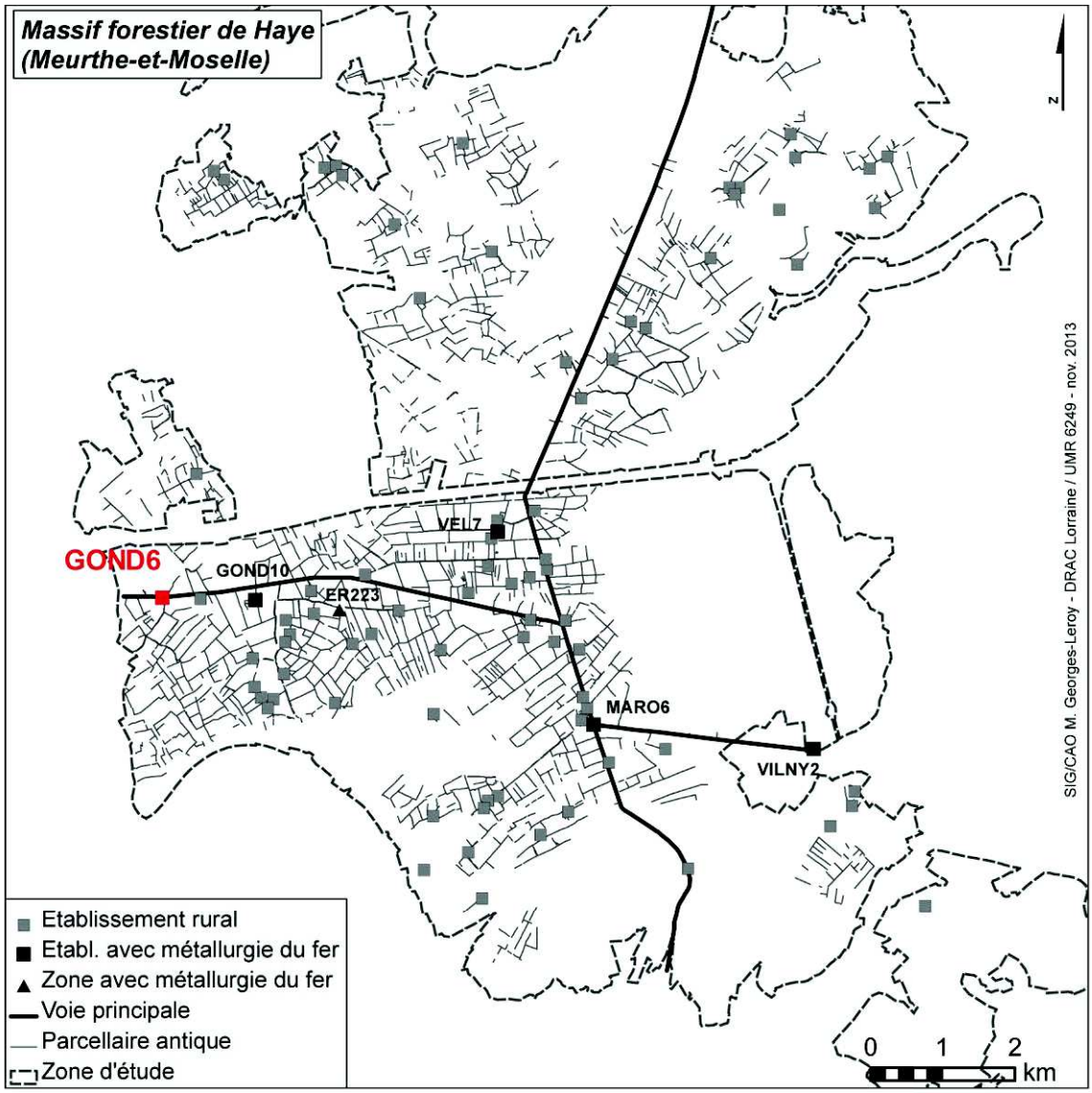


Figure 67 : Carte de répartition des établissements et parcellaire antiques, caractérisant l'occupation gallo-romaine du Plateau de Haye (Document Murielle Georges-Leroy)

2.1.3.4. Demi-produits bipyramidés et bandages de roues de l'âge du Fer

La fin du premier âge du Fer est marquée par l'émergence, au sein d'une zone géographique allant de la Bourgogne à l'Ouest jusqu'en Bohême à l'Est, d'un phénomène princier lié à la mise en place d'une économie fondée en partie sur les relations commerciales entre le monde méditerranéen et l'Europe occidentale et septentrionale (Brun, 1993 ; Brun, Chaume 2013). Il se manifeste par le développement de « centres princiers » jouant un rôle politique et économique majeur, tels que le Hohenasperg ou la Heuneburg dans le Bade-Württemberg, ou Vix en Bourgogne (Côte-d'Or) (Rolley 2003). La fouille de sépultures liées à ces complexes, telles que les tombes de Vix ou de Hochdorf, qualifiées de « tombes princières », a livré un mobilier d'une très grande richesse comportant par ailleurs des éléments d'importation méditerranéenne.

Rappelons que peu de sites de réduction du minerai de fer sont connus en Europe pour la fin du premier Age du Fer et le début du second (Domergue, Leroy 2000). Parmi les ensembles de production d'importance relativement bien connus à ce jour pour le nord et l'est de la France, nous pouvons citer l'ensemble des sites de réduction de la Sarthe (Cabboi *et al.* 2007), le site de Bragny-sur-Saône (Flouest 1995) ainsi que les ateliers sidérurgiques du nord de la Forêt-Noire, à Neuenbürg (Gassmann *et al.* 2006) et de la Souabe bavaroise (Wischenbarth *et al.* 2001). En Lorraine, seules deux découvertes permettent d'attester une telle activité pour la période considérée. Il s'agit des sites de la *ZAC de la Roseraie* à Gondreville et de la *ZAC Herbue Chalin* à Velaine-en-Haye (Plateau de Haye). Il est intéressant de noter que ces sites sont implantés à moins d'une dizaine de kilomètres de l'habitat de hauteur de la *Cité d'Affrique* (Messein), et ont été occupés simultanément au cours de la période (Ha D2-D3 – LTA). La fouille de cet habitat de hauteur a par ailleurs révélé les vestiges d'activités de forge (Lagadec 1989). Il est raisonnable de penser que le métal produit sur les sites de Gondreville et de Velaine ait été utilisé à la *Cité d'Affrique*.

Les résultats présentés dans le cadre de ce travail sont issus d'un programme de recherche franco-allemand en cours[149]. Le projet de recherche CIPIA a pour objectif principal d'étudier les modalités de diffusion des produits ferreux au cours de la fin du premier âge du Fer et du début du second. Deux types de produits sidérurgiques ont été considérés en tant que supports de ce travail, les demi-produits bipyramidés et les bandages de roue de chars et chariots en contexte funéraire[150].

2.1.3.4.1. Demi-produits bipyramidés

Un récent recensement des découvertes de demi-produits bipyramidés a été effectué par M. Berranger (Berranger 2009). Il montre deux aires de répartition majeures. La première correspond à la péninsule armoricaine. La seconde, bien plus importante en termes de quantités découvertes, occupe une large zone comprenant le nord de l'arc alpin, la frange orientale du Bassin parisien, ainsi que le cours supérieur du Rhin. Cette répartition des contextes de découverte correspond bien à

[149] *Circulation of Iron Products in Iron Age.* Programme ANR-DFG ;
direction : Philippe Dillmann, CNRS/CEA, Roland Schwab, Curt-Engelhorn-Zentrum Archäometrie ;
co-direction : Sylvain Bauvais, CNRS/CEA, Michael Brauns, Curt-Engelhorn-Zentrum Archäometrie, Dirk Krausse, Landesamt für Denkmalpflege Stuttgart.

[150] Ces catégories de produits ont été sélectionnées en fonction de leur relative abondance, ainsi que de leur disponibilité pour des études archéométallurgiques, nécessitant le prélèvement d'une partie du produit.

l'extension de la zone concernée par le phénomène des résidences princières de la culture hallstattienne (Cf. Figure 68). Il apparaît dès lors très probable que ce type de semi-produit ait principalement circulé à la fin du premier âge du Fer. Toutefois le faible nombre de contextes de découverte bien datés, ainsi que la persistance de la production de demi-produits depuis le Hallstatt final[151] jusqu'au Haut-Empire[152], empêche *a priori* d'attribuer exclusivement ces produits à la période hallstattienne.

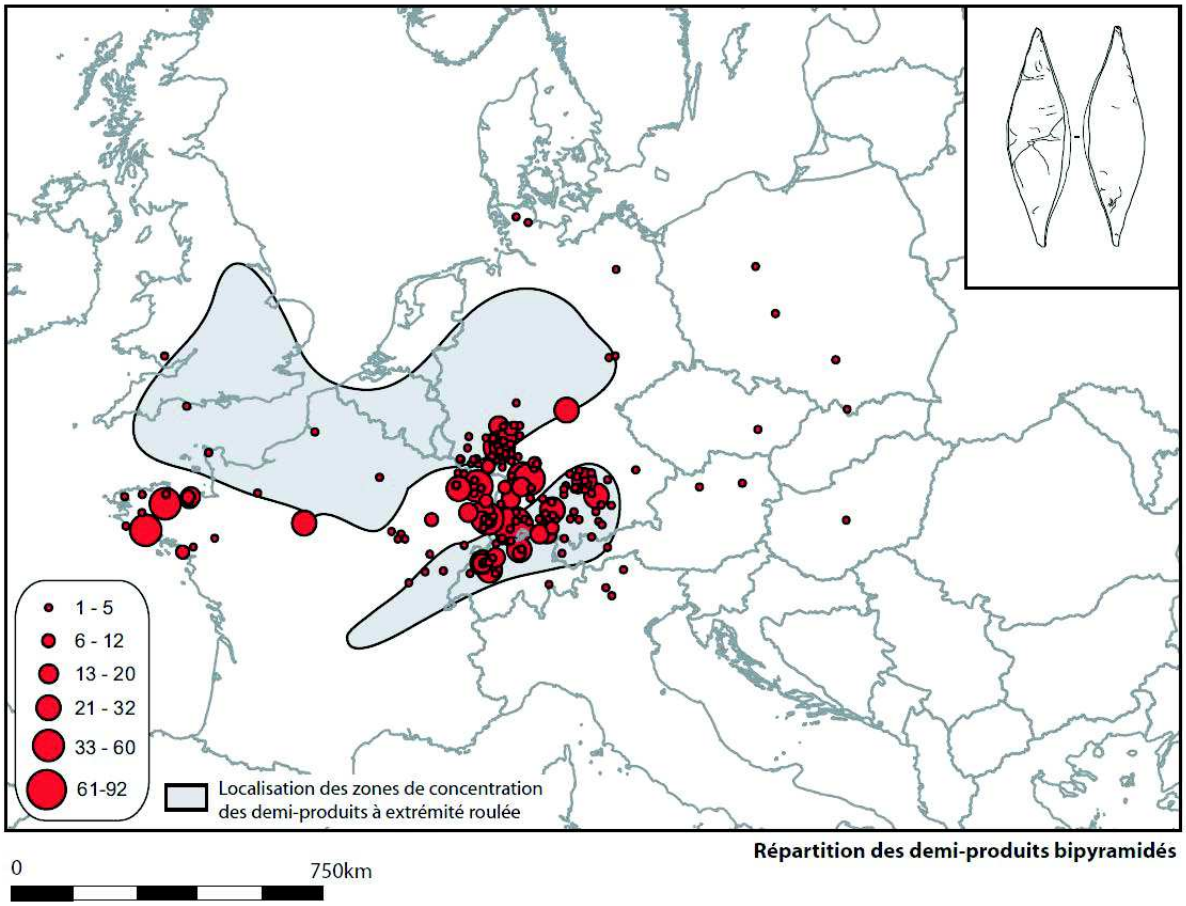


Figure 68 : Répartition des demi-produits bipyramidés découverts en Europe (Berranger 2009)

Il apparaît légitime de s'interroger sur l'origine de la forte concentration de demi-produits constatée dans une zone géographique englobant le nord-est de la France, le sud-ouest de l'Allemagne et le nord de la Suisse. Cette densité des découvertes pourrait refléter un réseau d'échange du fer (sous la forme de demi-produits) à courte ou moyenne distance, se développant à partir de centres de production sidérurgiques locaux[153]. Afin de vérifier cette hypothèse, des demi-produits issus de contextes de découverte localisés dans l'est de la France et le sud-ouest de l'Allemagne ont été étudiés dans le cadre du programme *CIPIA*. Seuls les exemplaires mis au jour en Alsace et en Lorraine ont été intégrés au présent travail.

A ce jour, dix contextes de découverte de demi-produits bipyramidés sont recensés en Lorraine, correspondant à un total de 95 pièces. 128 exemplaires ont été mis au jour en Alsace,

[151] Dont certains issus de contextes très bien renseignés tels que les exemplaires mis au jour à la Heuneburg.
[152] Attesté par la découverte d'une trentaine de demi-produits dans une *villa* d'*Augusta Raurica* (Muller 1985).
[153] Tels que celui de Neuenbürg (évoqué *supra*).

répartis en dix-huit sites (Berranger 2009). Seul trois contextes, localisés en Lorraine, sont suffisamment bien renseignés afin de proposer une datation. Les deux dépôts mis au jour à Marsal, totalisant 27 demi-produits, peuvent ainsi être datés de la fin du Hallstatt[154]. Ce site a par ailleurs connu une activité artisanale de grande ampleur, notamment au cours des âges du Fer, avec la production de sel au moyen de la technique du briquetage (Olivier 2001). Deux demi-produits issus de ce site ont été étudiés. L'exemplaire de Farébersviller a quant à lui été découvert au sein d'un silo contenant de la céramique attribuable à La Tène moyenne (Leroy M. 2004). Un fragment de demi-produit bipyramidé a été mis au jour sur site de la *Cité d'Affrique* à Messein. D'après les informations stratigraphiques, ce fragment a été abandonné à LT A ancienne (Dubreucq 2007). Ce dernier exemplaire n'a toutefois pas été étudié dans le cadre du programme *CIPIA.* Les autres contextes de découvertes n'ont pas été datés. Les demi-produits bipyramidés de Xirocourt et Romain proviennent tous deux de dépôts isolés, ne comportant chacun qu'un seul exemplaire. Deux dépôts de demi-produits localisés en Alsace ont également été considérés dans le cadre de cette étude (Cf. Figure 69). Le premier, comportant dix-huit semi-produits, a été mis au jour à l'occasion des travaux d'aménagement de la gare de marchandises de Colmar (Haut-Rhin). Le second, constitué de 51 individus, a été découvert à Durrenentzen (Haut-Rhin). Un semi-produit de Colmar, ainsi que quatre exemplaires du dépôt de Durrenentzen, ont été étudiés. Dix demi-produits bipyramidés ont ainsi fait l'objet d'une caractérisation chimique en vue d'établir une compatibilité éventuelle avec l'un des espaces de production potentiels.

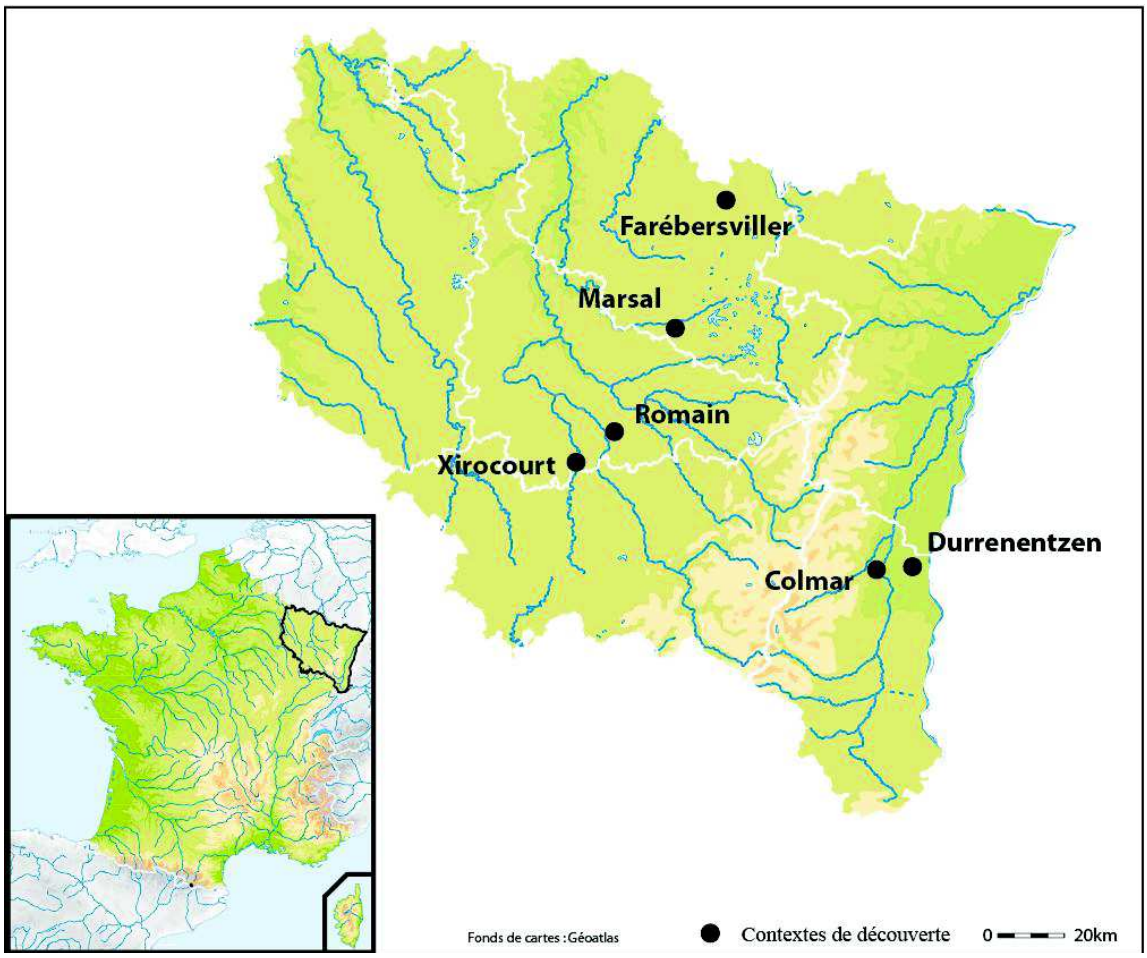


Figure 69 : Localisation des contextes dont sont issus les demi-produits bipyramidés étudiés (Berranger 2009, repris)

[154] Les demi-produits étaient associés à un niveau de briquetage daté du Ha D2/D3 (Berranger 2009, p. 207)

2.1.3.4.2. *Bandages de roue en contexte funéraire*

On remarque une très nette rupture entre le Hallstatt final et La Tène ancienne en ce qui concerne le phénomène de dépôt des demi-produits bipyramidés, puisqu'il semble inexistant au cours de LT A et LT B. Au contraire, le phénomène d'inhumation dans des tombes à char dans le nord et l'est de la France ne semble pas avoir connu d'interruption prolongée. Toutefois, l'effondrement des sociétés dites « aristocratiques » de la fin du premier âge du Fer se traduit par de nets changements dans les pratiques d'inhumations. Les tombes « princières » se démarquent par un mobilier de très grande valeur, les importations y occupant une place importante. Les défunts sont déposés dans des chariots à quatre roues. Les tombes à char du début de la période laténienne conservent un caractère exceptionnel, mais sont dénuées du faste des tombes princières. Ainsi, même s'ils sont de très bonne facture, les éléments des ensembles mobiliers (principalement armement et parures) des tombes à char qui caractérisent le début de la période laténienne ne présentent pas le caractère prestigieux des précédents. D'autre part, les chariots hallstattiens sont systématiquement remplacés par des chars à deux roues. Il faut également préciser que le nombre de tombes à char explose au début du second Age du Fer. Une pratique jusqu'alors réservée à une élite qualifiée d'aristocratique tend à se répandre et caractériser un rang social que l'on pourrait qualifier d'oligarchique. Ce dernier présente dans la majeure partie des cas un caractère guerrier, puisque les tombes masculines présentent toutes des pièces d'armement. Si une épée en fer n'est pas toujours retrouvée, les inhumations comportent presque systématiquement une ou plusieurs lances. Les éléments métalliques de renfort et de préhension de bouclier ne sont pas rares. Les quantités de métal retrouvées dans ce contexte funéraire, et plus particulièrement les éléments de char et d'armement, peuvent être qualifiées d'importantes.

Des travaux récents montrent par ailleurs qu'entre le Hallstatt D3 et La Tène B2 (500-250 av. J.-C.), les activités de production primaire de métal s'effectuent, pour le nord du Bassin parisien[155], de manière sporadique (Dunikowski *et al.* 2007). Ces activités semblent répondre à une demande des élites sociales en biens de prestige (Bauvais *et al.* 2007 ; Bauvais 2008). Au sein de l'aire de dispersion de la culture Aisne-Marne (Demoule 1999) plus particulièrement, certains secteurs paraissent exempts de contextes de production primaire (Bauvais 2001, 2007, 2009). C'est le cas par exemple d'une zone dont l'extension correspond approximativement à celle de la Champagne actuelle (Cf. Figure 70). Ces espaces ne sont toutefois pas totalement dénués d'indices liés au travail du métal, puisque des témoignages d'activités de transformation du métal y sont recensés. Ce constat implique l'existence d'unités artisanales dont l'activité répond à des besoins locaux, et bénéficiant d'un réseau d'acquisition de la matière première (métal brut ou demi-produits) à moyenne ou longue distance. Ces besoins locaux pourraient s'exprimer, entre autres, par la réalisation de bandages de roue pour les chars disposés dans les sépultures de l'élite sociale. Ces réseaux d'échange n'ont pas été définis précisément à ce jour, la provenance du fer demeurant inconnue. Les secteurs de production évoqués *supra* peuvent être suggérés en tant que sources potentielles. Des indices en faveur d'une activité sidérurgique aux âges du Fer sont par ailleurs connus pour la Lorraine, qui peut être également envisagée en tant qu'origine du métal. Afin de participer à la restitution des modalités de production et d'échange du métal, une étude de provenance effectuée sur des bandages de roue en contexte funéraire apparaît ainsi pertinente.

[155] C'est-à-dire un espace géographique délimité à l'Est par la Meuse, à l'Ouest par la Manche, au Nord par la Somme et au Sud par la Seine.

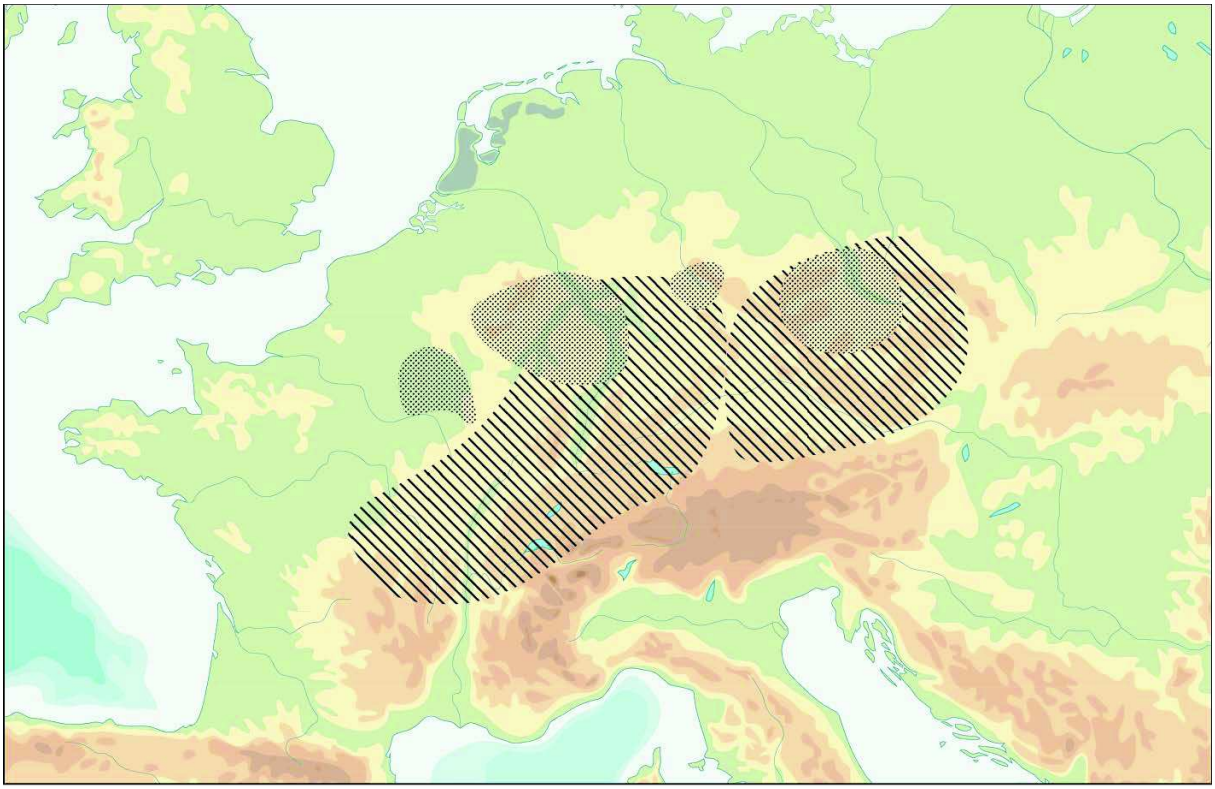


Figure 70 : Aires de répartition des sépultures « aristocratiques » de la fin du premier âge du fer (hachuré) et du début du second (pointillé) (DAO : S. Bauvais, LMC-LAPA)

Environ cent cinquante tombes à char associées à la culture Aisne-Marne ont été répertoriées dans une synthèse effectuée il y a une quinzaine d'années (Demoule 1999). Les découvertes sont réparties sur les territoires de la Picardie et de la Champagne. Le mobilier étudié provient de quatre tombes localisées dans trois nécropoles. Il se compose de bandages mis au jour à l'occasion de la fouille des tombes 59 et 93 de la nécropole de Bourcq – *La Bannière* (Ardennes), d'un exemplaire provenant de la nécropole de la *Voie d'Hans*, à Somme-Tourbe (Marne) et d'un bandage issu de la fouille d'une nécropole à Chassemy (Aisne). Les contextes de découverte sont localisés sur la Figure 71.

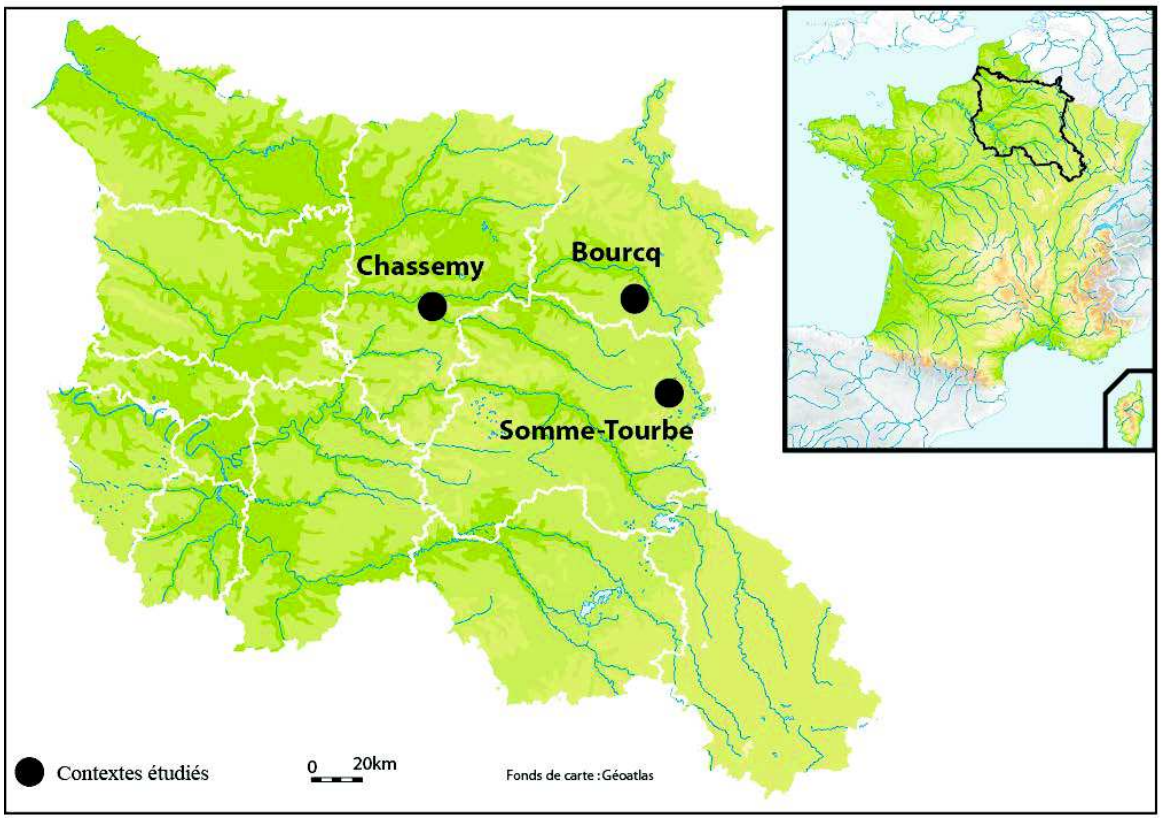


Figure 71 : Localisation des contextes dont sont issus les bandages de roue étudiés (Fond de carte : Berranger 2009, repris)

2.2. Démarche analytique

Les activités sidérurgiques anciennes génèrent un spectre complexe de déchets. Chacun constitue un témoin des gestes techniques effectués par l'artisan. A chaque étape de la chaîne opératoire correspondent des déchets ou chutes plus ou moins spécifiques. Ces derniers constituent des marqueurs de l'élaboration des produits métalliques. Il apparaît ainsi nécessaire de qualifier ces derniers le plus précisément possible afin de décrire l'ensemble des séquences opératoires. Une méthodologie basée sur des critères de caractérisation des matériaux à plusieurs échelles doit être employée en ce sens. De nombreux travaux, menés principalement dans les trente dernières années, se sont appliqués à définir des méthodes d'étude, à différentes échelles, des déchets sidérurgiques. La méthodologie d'étude présentée ici s'inspire de ces démarches et à aboutir à une description synthétique du mobilier en considérant à la fois des critères morphologiques, structuraux et chimiques.

2.2.1. Examens macroscopiques

Ainsi qu'évoqué *supra*, un des questionnements majeurs de ce travail consiste à étudier l'évolution de l'image chimique du système de réduction à travers les déchets caractéristiques des étapes successives de la chaîne opératoire. Grossièrement, ceux-ci peuvent être distingués en deux grandes familles : les déchets scoriacés et les déchets métalliques. Les déchets scoriacés peuvent eux-mêmes être divisés en deux catégories, les scories de réduction et les scories de forge. Les premières sont constituées des éléments du système de réduction (minerai, charbon de bois, fragments de parois, ajouts potentiels) qui n'ont pas été réduits. Les secondes se composent quant à elles des éléments du système de forge (fer métallique et/ou oxydé, charbon de bois, paroi de foyer, ajouts et scorie de réduction). La composition chimique de ces deux catégories de déchets scoriacés est ainsi caractéristique de deux systèmes distincts. Seule la signature chimique des scories de réduction constitue une image fidèle à celle du minerai.

Les déchets métalliques plus élaborés quant à eux sont susceptibles de contenir, sous forme d'inclusions, à la fois l'un et l'autre type de scorie. On peut admettre de manière générale que le métal brut contient uniquement de la scorie de réduction et que la proportion de scorie issue du système « forge » va croissante en fonction de la quantité de travail appliquée au métal au cours des activités d'épuration, puis de mise en forme du métal. Dans le cadre du présent travail, nous avons pris le parti de considérer uniquement les déchets métalliques, et de qualifier la quantité de pollutions introduites dans le métal à l'occasion des étapes successives de la chaîne opératoire[156].

Avant de caractériser chimiquement les indices ayant trait à l'un ou l'autre des systèmes décrits précédemment, il convient au préalable de définir le plus précisément possible les catégories de déchets en question. Plusieurs études réalisées sur des sites présentant les vestiges d'activités de post-réduction (Nosek 1994 ; Dunikowski *et al.* 1996 ; Duvauchelle 2003 ; Orengo 2003 ; Serneels, Merluzzo, Leroy 2004 ; Bauvais 2007 ; Pagès 2008 ; Berranger 2009) se sont particulièrement concentrées sur l'étude des chutes métalliques.

Le système de classification proposé par A. Duvauchelle et C. Agustoni dans le cadre de l'étude des déchets métallurgiques de l'atelier de forge du site gallo-romain de Châbles (canton de Fribourg - Suisse) apparaît comme étant la plus complète du point de vue de la description des déchets métalliques (Duvauchelle 2003) (Figure 72). La nécessité de traiter un corpus extrêmement volumineux (plus de 1400 pièces métalliques pour la zone de forge) a conduit à l'élaboration d'une méthode de classification globale des fragments métalliques se basant sur des critères morphométriques et tracéologiques d'une part, et sur la reconnaissance du type de travail effectué par l'artisan d'autre part. Les catégories de mobilier définies dans le présent travail s'inspirent largement de cette classification, puisqu'elle présente l'avantage d'associer les caractères morphologiques des déchets avec leur place supposée dans la chaine opératoire. Le travail de classification effectué par C. Riquier-Bouclet sur les déchets de forge de l'atelier altomédiéval de la *Plaine d'Herbier*, à Villeroy (Yonne) a également servi de référence (Riquier-Bouclet 2006).

[156] Il s'agit en l'occurrence de l'étude des ateliers métallurgiques du site de Messein – *Les Noires Terres.*

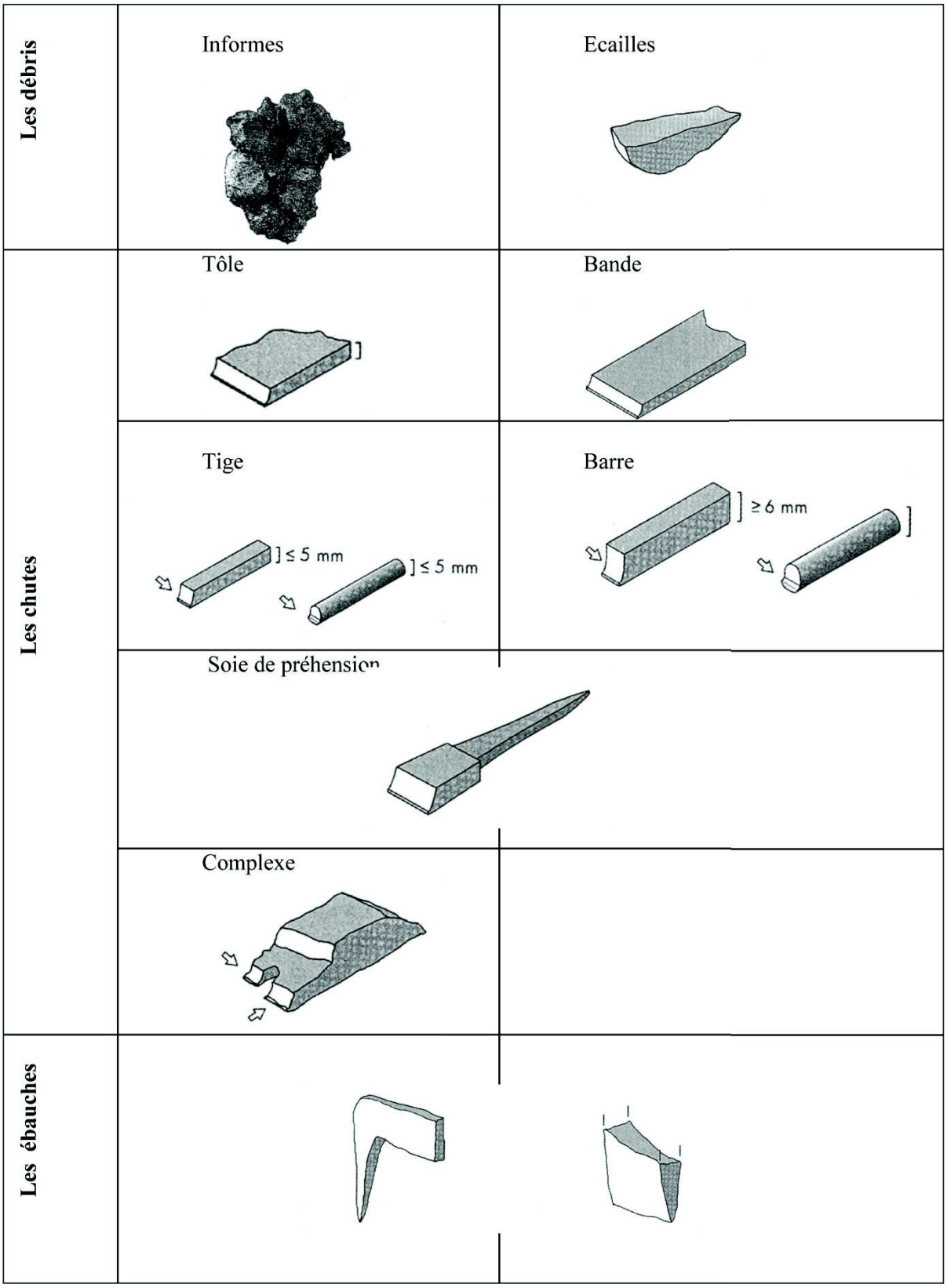


Figure 72 : Illustration de la classification des déchets métalliques de Châbles (Duvauchelle 2003)

Les catégories retenues ont été légèrement redéfinies quand cela s'est avéré nécessaire, afin de s'adapter aux contextes étudiés. La nature des déchets considérés a également nécessité de

définir de nouvelles catégories. Nous avons pris le parti, afin de disposer d'une méthode plus adaptée à nos questionnements, de classifier les déchets et chutes avant tout en fonction de la quantité de travail qu'ils expriment. C'est pourquoi chaque catégorie est décrite ici dans le sens dans lequel nous l'entendons, depuis les déchets les plus bruts aux plus ouvragés[157].

Coulures de fer : bien que la réduction du fer par le procédé direct exclue en théorie la possibilité de produire du métal sous forme liquide, des indices de fonte du métal ont été découverts dans des contextes de réduction directe (Mahé-Le Carlier *et al.* 1998 ; Fluzin *et al.* 2000). Les déchets métalliques concernés se présentent sous la forme de coulures, généralement en cordons uniques. Ces déchets sont sans conteste produits accidentellement, et sont probablement rejetés immédiatement, puisque le taux de carburation atteint (plus de 2%$_{mass}$ de carbone), rend impossible tout traitement ultérieur du métal dans les contextes techniques considérés.

Blocs de minerai métallique : une partie du minerai introduit dans le bas fourneau ne participe pas à la formation de la masse métallique principale (la loupe). Des blocs de minerai, présentant un stade de réduction plus ou moins avancé, peuvent être mis au jour au sein des cuves des bas fourneaux, ou dans les fosses de rejets associées. Certains des blocs de minerai ont été totalement réduits en métal, et conservent leur morphologie initiale. Ces blocs présentent un module infra- à pluricentimétrique. Il n'est pas rare d'observer des surfaces planes, reliques de la morphologie du bloc de minerai. L'aspect des blocs de minerai métallique s'avère donc proche d'une catégorie de déchets métalliques plus ouvragés, les **chutes facettées**.

Déchets informes : cette dénomination désigne les déchets métalliques ne présentant aucune forme définie. Leurs surfaces sont irrégulières et présentent un aspect rugueux, déchiqueté. Ces déchets peuvent être issus des étapes de réduction du minerai (certains auteurs définissent, d'après Nosek (1994), ce type particulier de déchet par le terme « gromp »). Ils présentent alors une quantité variable, mais souvent non négligeable, de scorie de réduction, observable à la fois en surface, mais également en remplissage de cavités dans le métal. Dans les contextes d'atelier liés à l'exploitation du minerai oolithique, la dénomination est complétée par l'appellation **« dans scorie à billes »,** cette dernière contenant souvent des billes métalliques dont le diamètre peut atteindre plusieurs millimètres.

Des déchets informes sont également générés par les activités de forgeage. Il s'agit de fragments de métal ayant subi une chauffe trop importante dans le foyer et conduisant à une morphologie similaire à celle décrite précédemment.

Fers en cours de compactage ou Chutes facettées : les fragments métalliques appartenant à cette catégorie sont morphologiquement proches des déchets informes, si ce n'est qu'ils présentent une ou plusieurs faces planes, à la surface régulière. Ces déchets présentent tous au moins une face irrégulière, d'un aspect identique à celui des déchets informes. Ces fragments sont principalement interprétés comme étant des morceaux désolidarisés de la masse principale au cours d'opérations de compactage d'un bloc de métal brut. Les chutes facettées sont susceptibles de contenir une

[157] Les dénominations employées ont été définies sur la base des caractéristiques morphologiques observées lors des examens macroscopiques effectués sur les déchets métalliques. Elles ne présagent pas de la nature des alliages ferreux considérés.

proportion importante de scorie. Contrairement aux deux catégories décrites précédemment, ces chutes sont susceptibles d'être récupérées par l'artisan en vue d'un recyclage de métal par agglomération à chaud.

Chutes façonnées : ce terme englobe tous les types de chutes relativement élaborées, c'est-à-dire composées d'un métal compact, et dont toutes les surfaces présentent un aspect régulier. Les chutes présentent une section de forme définie, quadrangulaire ou circulaire. Des sous-types s'inspirant de la classification de Duvauchelle et Agustoni sont définis par la suite. Les chutes-tôles, -plaques et -bandes présentent une section quadrangulaire et plate, et se distinguent par leur épaisseur[158]. Les chutes-barres et chutes-tiges présentent quant à elles une section quasi-carrée ou circulaire[159].

Les soies de préhension, obtenues par l'étirement d'une extrémité de la pièce de métal en cours de travail, et servant à la manipulation de cette dernière, ne sont pas distinguées ici en tant que type particulier. En effet, réaliser une soie de préhension à partir d'une barre ou d'une tige de métal ne demande pas une quantité de travail significativement plus importante.

La définition des catégories décrites *supra* sous-tend ainsi un premier découpage de la chaîne opératoire en trois séquences principales : la réduction du minerai, à laquelle seraient associés les coulures de fer et les fragments informes ; l'épuration et le compactage de la loupe de fer, caractérisés par les chutes facettées ; le travail à la forge dont seraient issues les chutes façonnées. Toutefois, un tel séquençage apparaît quelque peu réducteur, puisque certaines catégories de déchets ne sauraient être associées exclusivement à l'une de ces séquences (Serneels *et al.* 2004, p. 81). Des débris informes peuvent résulter du compactage et de l'épuration d'une loupe, un fragment de fer se désolidarisant du bloc principal sans pour autant présenter de face plane. De la même manière, il est envisageable de produire des chutes facettées lors des étapes de forge, résultant de la présence de défauts dans le métal travaillé, tels qu'une paille*.

Ainsi, la visée principale de la classification présentée ici n'est pas tant l'association précise et ferme d'une catégorie de déchets à une étape de la chaîne opératoire, mais plutôt l'expression générale de la quantité de travail nécessaire à l'obtention des déchets ou chutes en question.

2.2.2. Examens métallographiques

La structure et la composition chimique des produits (métal et scorie) de chacune des opérations métallurgiques sont influencées directement par la nature des éléments constituant le système opératoire ainsi que par les conditions thermodynamiques caractérisant ce dernier. Ces facteurs majeurs sont eux-mêmes les conséquences directes des choix et des gestes techniques effectués par l'opérateur. Les produits, déchets, chutes et ratés « fossilisent » ainsi une succession d'états du système opératoire. Par exemple, l'observation d'un culot de forge permet de restituer une succession d'opérations distinctes, caractérisées par des températures de chauffe adaptées aux

[158] Un seuil de distinction a été arbitrairement fixé par A. Duvauchelle à une épaisseur de 6mm afin de distinguer les tôles des bandes et plaques.
[159] Le même seuil de 6 mm est appliqué afin de distinguer les chutes-tiges, plus fines, des chutes-barres.

besoins opératoires, ou l'utilisation d'ajouts en tant que décapants ou antioxydants (Fluzin, Ploquin, Serneels 2001).

L'examen métallographique d'un produit ouvragé permettra quant à lui de distinguer les éventuels replis et soudure du métal, ou des traitements particuliers, tels que la trempe ou la cémentation. Toutefois, les indices des premières séquences opératoires auront tendance à disparaître au fur et à mesure du travail du métal. Ainsi, l'examen métallographique d'un métal ouvragé décrira majoritairement les dernières séquences de travail du produit (Bauvais 2007, p. 62). La restitution de ces séquences opératoires est également primordiale à l'interprétation des inclusions présentes dans le métal. Une partie de ces dernières peuvent être générées au cours des opérations de post-réduction. En comparant la distribution des inclusions et la structure du métal, il est possible d'attribuer une partie d'entre elles aux séquences de mise en forme de l'objet. C'est typiquement le cas des inclusions présentes sur ou en bordure des lignes de soudure.

La qualité des informations livrées par l'examen métallographique est grandement tributaire du choix du plan de section à réaliser au sein de l'échantillon. Ce choix est effectué à partir des conclusions faites à l'issue de l'examen macroscopique. Pour les échantillons métalliques ouvragés, le plan de section adopté est perpendiculaire au plan de frappe. Les informations essentielles pour la compréhension de la mise en forme du métal, et plus particulièrement les lignes de soudure et bandes de métal obtenues à l'issue de séquences de replis ne sont observables que par ce biais. De plus, si l'on observe un élément métallique allongé, on cherchera à réaliser si possible cette section selon l'axe longitudinal, puisqu'elle est plus représentative de la structure globale du métal. De plus, une surface d'examen plus importante permet d'observer un nombre plus important d'inclusions.

L'échantillonnage est effectué au moyen de scies à lame diamantée. Pour les individus de faible volume, une scie de précision[160] a été employée. Les prélèvements ont été enrobés à froid dans une résine polyépoxyde. Le polissage grossier de la section est réalisé au moyen de disques abrasifs de carbure de silicium de grade 80 à 4000. Le polissage fin emploie quant à lui des solutions de pâte diamantée, de granulométrie 9, 3 puis 1µm afin d'obtenir un polissage « miroir ».

Les observations microscopiques sont réalisées en réflexion sous lumière blanche au moyen d'un microscope optique Olympus BX51, permettant un grandissement de x50 à x1000. Les acquisitions sont réalisées au moyen d'une caméra numérique[161]. Une platine motorisée permet une prise de clichés en mosaïque, afin d'obtenir un balayage complet de la section polie.

Les examens métallographiques réalisés dans le cadre de ce travail se sont déroulés en deux temps. Quand cela s'est avéré possible[162], une attaque métallographique au Nital (réactif constitué de 3 à 4 volumes d'acide nitrique pour 100 volumes de solution, l'acide étant dilué dans de l'éthanol) a été effectuée. La dissolution des carbures par le réactif permet de révéler les joints de grains et les zones carburées, ce qui permet de qualifier la nature du matériau et d'appréhender des traitements

[160] Accutom-50 de marque Struers
[161] Q-Imaging MicroPublisher 3.3 RTV, associée au logiciel ImagePro Plus de Media Cybernetics
[162] L'état de conservation de plusieurs échantillons n'a pas permis de réaliser une attaque métallographique suffisamment représentative de l'ensemble de la section.

spécifiques. Les structures de référence sont tirées de plusieurs atlas métallographiques[163]. La Figure 73 présente les structures types d'alliages fer-carbone.

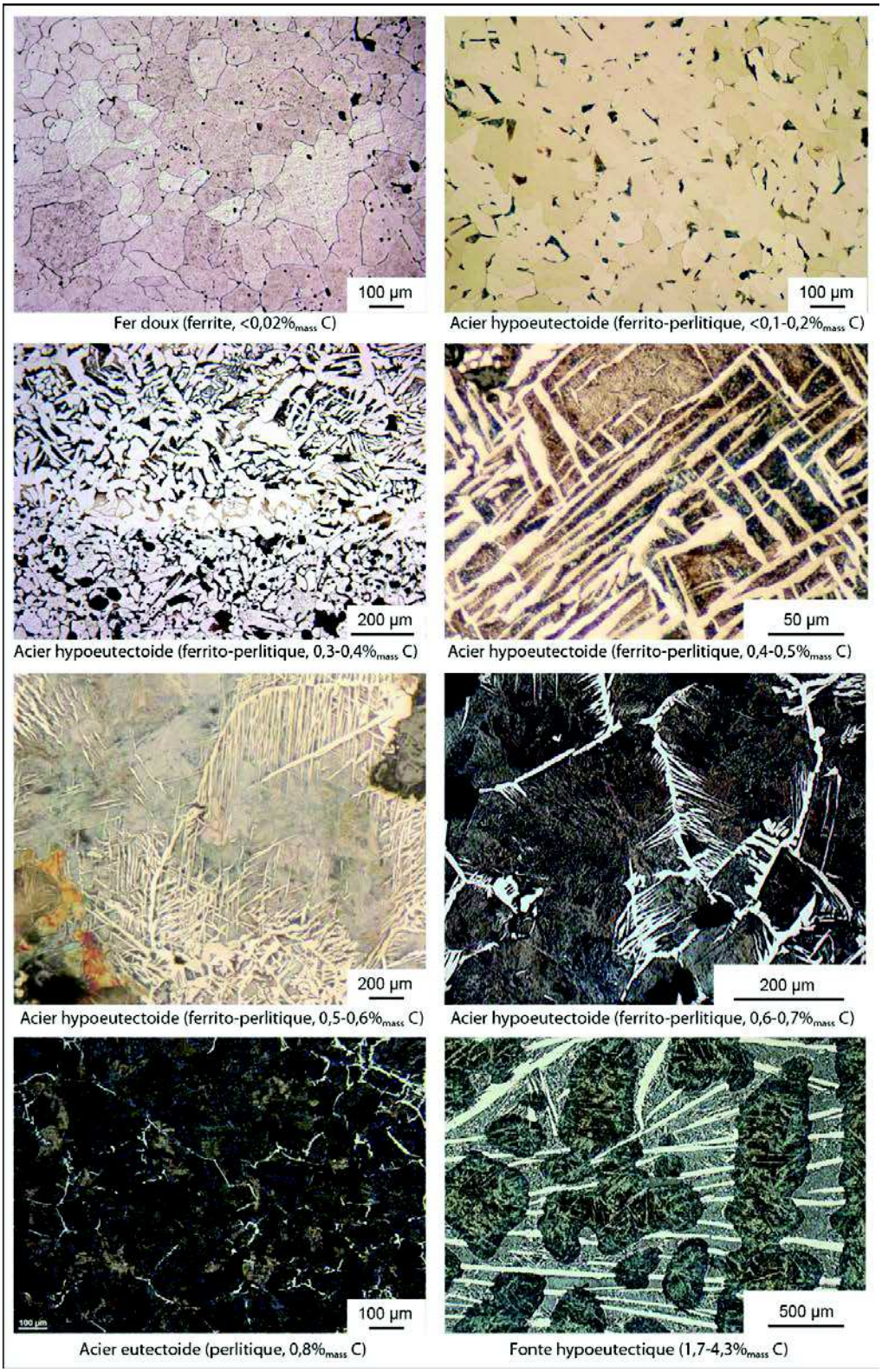


Figure 73 : Structures types des alliages fer-carbone observées par examen métallographique (teneurs en carbone estimées ; microscopie optique sur champ clair après attaque au Nital)

[163] Barralis, Maeder 1993
Arvieu, Guillot 1997
Condet, Reynaud 2009

Après un repolissage léger de la section, un deuxième balayage de l'échantillon est réalisé, afin de n'observer que la disposition et la nature pétrographique des inclusions. L'examen métallographique préalable de la section polie est essentiel à l'interprétation de l'échantillon considéré, et plus particulièrement dans la compréhension de la genèse des inclusions. La morphologie et la disposition des inclusions, ainsi que leur structure pétrographique, permettent en général de distinguer celles formées lors des opérations de mise en forme du produit de celles que l'on peut qualifier d'endogènes. Des zones d'intérêt sont circonscrites, et les inclusions s'y trouvant font l'objet d'analyses élémentaires.

2.2.3. Analyses élémentaires majeures

Les inclusions de scorie présentes dans la matrice métallique des déchets, ébauches et objets étudiés ont été caractérisées du point de vue des éléments majeurs uniquement par le biais du MEB-EDS.

2.2.3.1. Dispositif analytique employé

La composition chimique en éléments majeurs des inclusions est obtenue à partir de dosages effectués au moyen d'un dispositif de spectrométrie dispersive en énergie couplée à un microscope électronique à balayage (MEB-EDS). Le dispositif employé dans le cadre de ce travail est le suivant :

Microscope électronique à balayage à émission de champ (MEB-FEG) JEOL JSM-7001F. La tension d'accélération de la sonde électronique est fixée à 15 kV pour un courant d'environ 20nA.

Les quantifications sont effectuées au moyen d'un détecteur de rayons X au silicium à diffusion (détecteur SDD) permettant un taux de comptage de 80 000 coups par seconde. Le temps mort moyen associé à l'acquisition est estimé à environ 20% dans les conditions expérimentales adoptées.

Système d'acquisition DXP-X10P développé par la société SamX. Les données collectées sont exploitées par le biais des logiciels IDfix pour le traitement des spectres EDS et MaxView pour celui des cartographies hyperspectrales.

Le dispositif analytique employé permet la détection des éléments à partir du carbone. Les dosages quantitatifs sont quant à eux possibles à partir de l'oxygène. La limite de détection est estimée de quelques milliers de ppm à 1% en fonction des conditions analytiques et de la nature du matériau analysé (Goldstein *et al.*2007, p. 391). La précision analytique au-delà du seuil du pourcent est définie à plus ou moins 2% (Goldstein *et al.* 2007, p. 392). C'est-à-dire que le dosage d'un élément E dont la concentration dans le matériau est de 10,0%$_{mass}$ sera compris entre 9,8 et 10,2 %$_{mass}$. L'erreur relative associée pour des teneurs comprises entre 1%$_{mass}$ et 0,5%$_{mass}$ est estimée à 10%, et sera de 100% pour des teneurs inférieures à 0,5%$_{mass}$.

Afin de prendre en compte les effets de matrice[164] (Fifield, Haines 2000, p. 4-5), les données spectrales obtenues font l'objet d'une correction au moyen de la méthode ZAF (Brisset 2008, p. 441-453). Ceci permet d'obtenir des résultats semi-quantitatifs. Les concentrations élémentaires sont exprimées en teneurs massiques, qui sont par la suite converties en teneurs massiques d'oxydes. Les oxydes considérés sont les suivants : Na_2O, MgO, Al_2O_3, SiO_2, P_2O_5, SO_2, ClO, K_2O, CaO, TiO_2, V_2O_5 et FeO. Le choix de la valence (II) pour le fer s'explique dans ce cas par la présence majoritaire du fer sous forme de wüstite $Fe^{(II)}O$ dans les inclusions.

2.2.3.2. Méthode d'acquisition

La limite de résolution de l'analyse est de l'ordre du µm². La profondeur de la zone analysée est fonction de la tension d'accélération et de la nature du matériau analysé, mais peut être évaluée à 10 µm. Cette limite est généralement bien inférieure aux volumes analysés (les dimensions moyennes des inclusions étant de l'ordre de plusieurs dizaines de microns), et on peut considérer que ceux-ci correspondent uniquement aux inclusions dans le métal.

Deux méthodologies d'acquisition ont été employées pour le dosage des inclusions, le choix étant majoritairement motivé en fonction de la dispersion de ces dernières dans la matrice métallique.

La première méthode consiste à déplacer « manuellement » la sonde sur la zone à analyser. Sa taille est ensuite réduite de manière à ne balayer que la surface de l'inclusion à analyser. Le taux de comptage important du détecteur SDD nous autorise à adopter un temps d'acquisition relativement court, de l'ordre de la dizaine de seconde. Ce temps d'acquisition permet une bonne déconvolution des pics ainsi que des estimations de quantification fiables. Cette méthode est avant tout privilégiée lorsque les inclusions sont dispersées au sein du matériau. Les inclusions sélectionnées comme support d'analyses en éléments traces sont également dosées individuellement. En employant cette méthode, l'opérateur doit prendre soin d'analyser un volume suffisamment important afin que la quantification soit représentative de la composition chimique globale de l'inclusion.

Si la concentration des inclusions dans la matrice métallique est suffisante, des cartographies élémentaires hyperspectrales sont réalisées. La résolution des cartographies réalisées est de 512 par 384 pixels. Un spectre élémentaire est acquis pour chaque pixel composant la cartographie (Cf. Figure 74). Un module d'analyse de particules proposé par le logiciel MaxView XL (SaMx company) permet d'agréger les pixels (ainsi que les spectres associés) constituant une inclusion donnée afin d'obtenir un spectre de composition globale pour celle-ci. La sélection est réalisée à partir de la cartographie élémentaire de l'oxygène, afin de ne pas considérer la matrice métallique. Un nombre suffisant de pixels est nécessaire à l'obtention d'un spectre de bonne qualité. Des seuils de surface ont été définis à l'usage afin d'éliminer par procédure automatique les inclusions les plus petites,

[164] Ce terme désigne des phénomènes influant sur la quantification des éléments chimiques. En spectrométrie de fluorescence X, les facteurs majeurs sont l'absorption (les photons X émis par fluorescence sont « stoppés » par les autres atomes constituant le matériau) et la fluorescence secondaire (les photons X émis excitent d'autres atomes, qui émettent à leur tour un rayonnement X).

pour lesquelles le temps de comptage global est insuffisant. Des seuils de 50 ou 90 pixels ont été employés selon les cas.

Afin de pouvoir apprécier justement la signature chimique inclusionnaire globale d'un échantillon, il est nécessaire d'analyser un nombre suffisamment important d'inclusions. Dillmann et L'Héritier (Dillmann, L'Héritier 2007, p. 1813) préconisent l'analyse d'au moins 40 inclusions par section polie pour ce faire. Nous nous sommes attachés à respecter ce seuil quand cela s'est avéré possible. Dans la plupart des cas, plusieurs dizaines voire plusieurs centaines d'inclusions ont été analysées par échantillon. Une procédure de tri, basée sur la distinction de la signature chimique des inclusions a été appliquée afin de considéré uniquement les inclusions liées à la réduction du minerai. Cette démarche sera exposée en détail *infra* (sous-partie 2.3.3).

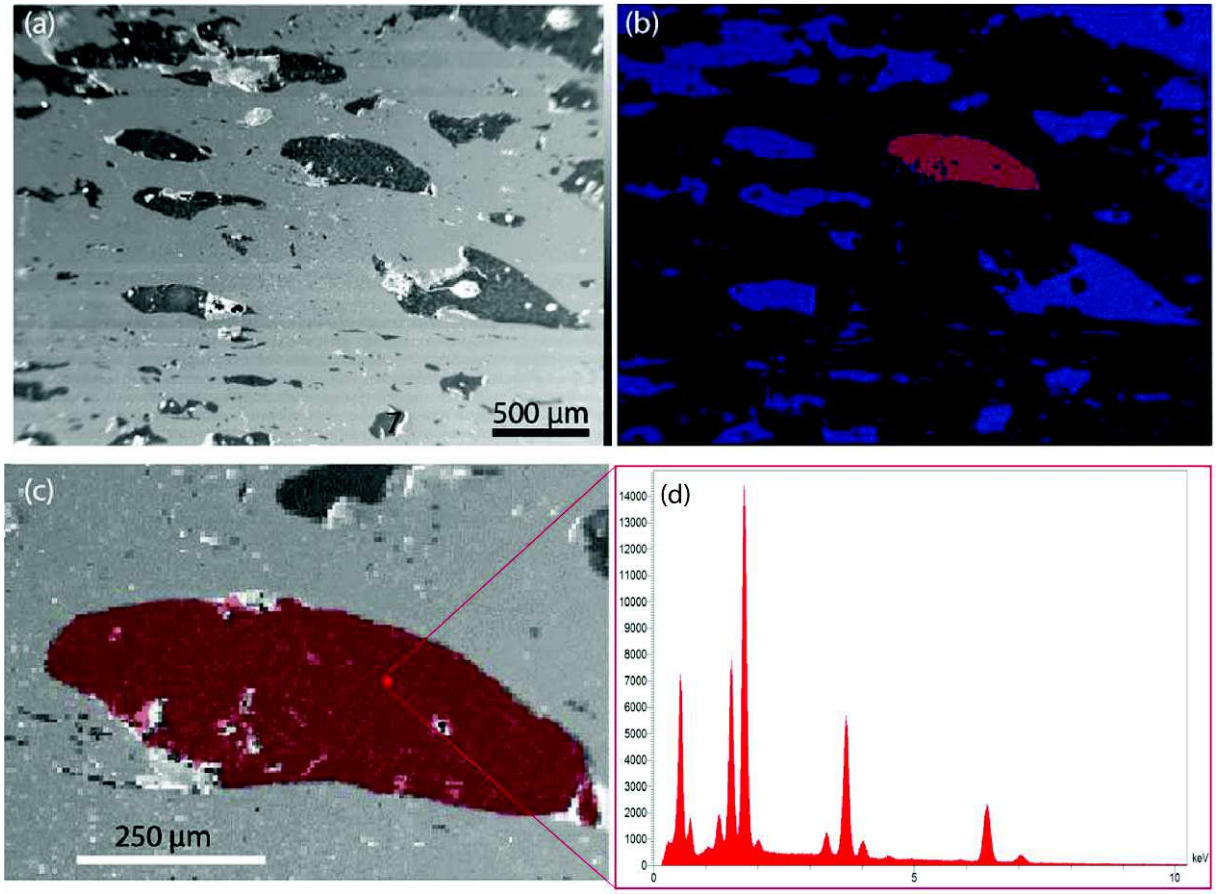


Figure 74 : Illustration de l'acquisition de spectres par cartographie hyperspectrale de fluorescence X. a) : Image en électrons secondaires de la zone analysée ; b) cartographie de l'oxygène, les inclusions sont caractérisées par une intensité bien plus forte ; c) détail d'une inclusion analysée, un pixel est mis en évidence ; d) spectre de fluorescence X associé au pixel surligné en c)

2.2.3.3. Représentativité du volume analysé

Plusieurs travaux antérieurs (Dillmann, L'Héritier 2007 ; Leroy S. 2010) ont mis en évidence un effet de fractionnement lié à la proportion relative des phases minéralogiques constituant les inclusions de scorie. Ce phénomène est notamment à l'origine de l'enrichissement relatif de certaines inclusions en alumine décrit en partie 1.4.3. Afin de ne pas surestimer la teneur relative de certains composés au sein des inclusions, il est nécessaire d'analyser un volume qui soit le plus

représentatif possible de leur composition chimique globale. Pour ce faire, la surface analysée par spectrométrie EDS doit couvrir, autant que faire se peut, la totalité de l'inclusion.

Ceci est possible en effectuant des cartographies hyperspectrales selon la méthode présentée *supra.* Les agrégats de pixels conservés après filtrage font l'objet d'une analyse d'image, dont le principe repose sur une sélection des pixels dont le spectre EDS révèle la présence d'oxygène. Cette sélection permet d'éliminer la matrice métallique du traitement, tout en conservant l'intégralité des composés non réduits constituant les inclusions de scorie afin de déterminer leur signature chimique. Lorsque la faible densité des inclusions au sein de la matrice métallique n'a pas permis la mise en œuvre de cartographies, la caractérisation chimique a été réalisée en ajustant la sonde électronique à l'inclusion. Nous avons cherché à considérer la plus grande surface inclusionnaire possible. Les quantifications obtenues par le biais de ces deux méthodes ont été comparées (Disser *et al.* 2014). Les résultats obtenus sont tout à fait comparables. Ces démarches permettent ainsi de s'affranchir au mieux du phénomène de fractionnement chimique dû à la représentation des différentes phases minéralogiques constitutives des inclusions de scorie.

2.2.4. Analyses élémentaires en traces

L'intégralité des données quantitatives en éléments traces obtenues au cours de ce travail proviennent d'analyses employant la spectrométrie de masse couplée à un plasma inductif (ICP-MS). Des études menées précédemment ont bien mis en évidence la pertinence de l'emploi de cette technique dans le cadre des problématiques archéométriques abordées (Desaulty 2008, Leroy S. 2009, p. 105-107). Deux déclinaisons de la technique d'analyse ont été utilisées, ayant principalement trait au mode d'introduction des analytes. La première a été employée pour l'analyse d'échantillons de scories et de minerais ; la seconde dans le cas d'échantillons métalliques.

2.2.4.1. Scories et minerais

Les échantillons sont tout d'abord nettoyés avec grand soin afin de supprimer toutes les sources de pollution provenant du milieu d'enfouissement. Si le volume de l'échantillon le permet, on préférera par ailleurs éliminer toutes les parties périphériques par tronçonnage. La partie échantillonnée doit peser quelques dizaines de grammes. Cette nécessité présente par ailleurs l'avantage d'analyser une quantité de matériau suffisante pour s'affranchir au maximum d'une éventuelle hétérogénéité de celui-ci à une échelle centimétrique.

Nous avons fait appel à deux laboratoires spécialisés en dosage des éléments traces pour caractériser chimiquement les minerais et scories de réduction sélectionnés[165].

[165] ALS Chemex Group, Minerals Division, Vancouver.
Service d'Analyse des Roches et Minéraux, Centre de Recherches Pétrographiques et Géochimiques, CNRS-Nancy

2.2.4.1.1. Description du protocole analytique

Les échantillons sont tout d'abord réduits en poudre. Les méthodes de broyage et de microbroyage des deux laboratoires cités *supra* sont similaires et permettent d'obtenir un produit présentant une granulométrie de 70 à 80 microns. Les poudres obtenues sont homogénéisées dans des mélangeurs. Les échantillons font ensuite l'objet d'une dissolution dans une solution acide (procédé également appelé minéralisation) avant d'être introduits sous forme de solution dans l'analyseur, via une chambre de nébulisation.

Les types d'analyseurs employés généralement sont les quadripôles ou les octopôles[166]. Le champ électrique généré entre les pôles permet de « trier » les ions selon leur masse. Les ions dont la trajectoire sera restée stable seront comptés par le détecteur situé au débouché de l'analyseur. Pour obtenir une description précise de la méthode de quantification employée par le SARM du CRPG, on pourra se référer à Carignan *et al.* (2001). Les détails des méthodes employées par le laboratoire ALS Chemex sont quant à eux accessibles via la documentation technique en ligne[167]. La méthode permet le dosage, jusqu'à un ordre de grandeur de la ppm (voire au-delà en fonction des éléments), de la plupart des éléments, depuis le Béryllium (Z=3) jusqu'à l'Uranium (Z=92). La liste des éléments analysés par le biais des deux laboratoires, ainsi que les limites de détermination associées, sont indiquées dans le Tableau 3 :

[166] Le SARM – CRPG est équipé d'un quadripôle Thermo Elemental X7 et d'un octopôle Agilent 7700X

[167] Fiches techniques des méthodes ME-MS61 et ME-MS81 ; http://www.alsglobal.com/en/Our-Services/Minerals/Geochemistry/Downloads

Elément		CRPG		ALS Chemex	Elément		CRPG		ALS Chemex
Symbole	Unité	limite de détermination	seuil d'erreur à 10%	limite de détermination	Symbole	Unité	limite de détermination	seuil d'erreur à 10%	limite de détermination
Be	ppm	0,4	10	0,05	Pd	ppm	NA	NA	NA
Na	%	0,01	0,2	0,01	Cd	ppm	0,12	5	0,02
Mg	%	0,015	0,05	0,01	In	ppm	0,07	1	0,005
Al	%	0,02	0,5	0,01	Sn	ppm	0,45	10	1
Si	%	0,02	0,5	NA	Sb	ppm	0,2	1	0,05
P	%	0,04	0,1	0,001	Cs	ppm	0,1	1	0,05
S	%	NA	NA	0,01	Ba	ppm	1,6	10	0,5
K	%	0,01	0,1	0,01	La	ppm	0,09	0,1	0,5
Ca	%	0,03	0,2	0,01	Ce	ppm	0,14	0,1	0,5
Sc	ppm	1	10	0,1	Pr	ppm	0,015	0,1	0,03
Ti	%	0,02	0,1	0,005	Nd	ppm	0,06	0,1	0,1
V	ppm	0,7	10	5	Sm	ppm	0,015	0,1	0,03
Cr	ppm	4	10	1	Eu	ppm	0,005	0,01	0,03
Mn	%	0,0002	0,01	0,0005	Gd	ppm	0,013	0,01	0,05
Fe	%	0,02	0,1	0,01	Tb	ppm	0,003	0,01	0,01
Co	ppm	0,4	10	0,1	Dy	ppm	0,01	0,1	0,05
Ni	ppm	5	25	0,2	Ho	ppm	0,002	0,1	0,01
Cu	ppm	5	10	0,2	Er	ppm	0,01	0,1	0,03
Zn	ppm	11	50	2	Tm	ppm	0,001	0,1	0,01
Ga	ppm	0,2	1	0,1	Yb	ppm	0,007	0,1	0,03
Ge	ppm	0,15	1	0,05	Lu	ppm	0,003	0,01	0,01
As	ppm	1,5	10	0,2	Hf	ppm	0,03	1	0,2
Rb	ppm	0,4	1	0,1	Ta	ppm	0,01	1	0,05
Sr	ppm	2	10	0,2	W	ppm	0,25	10	1
Y	ppm	0,2	5	0,1	Pb	ppm	0,7	1	0,5
Zr	ppm	1	25	0,5	Bi	ppm	0,1	1	0,01
Nb	ppm	0,09	1	0,1	Th	ppm	0,06	1	0,2
Mo	ppm	0,5	1	0,05	U	ppm	0,03	10	0,1

Tableau 3 : limites de détermination des éléments pour les analyses CRPG et ALS Chemex

On notera que ces limites sont comparables, dans la majorité des cas, entre les deux méthodes. Toutefois, les analyses du CRPG semblent montrer une meilleure sensibilité pour le dosage des Lanthanides, ainsi que pour le thorium et l'uranium. Les incertitudes de mesure sont détaillées pour chaque élément par le service d'analyse du CRPG. Le service d'ALS – Minerals ne diffuse pas cette information.

2.2.4.1.2. Intercomparaison des résultats ICP-MS CRPG Nancy et ALS-Chemex Vancouver

Cinq échantillons ont été analysés à la fois par ALS Chemex (Vancouver) et le SARM du CRPG (Nancy). Les teneurs dosées de dix éléments traces (lanthanides, thorium et uranium) ont été comparées (Cf. Figure 75).

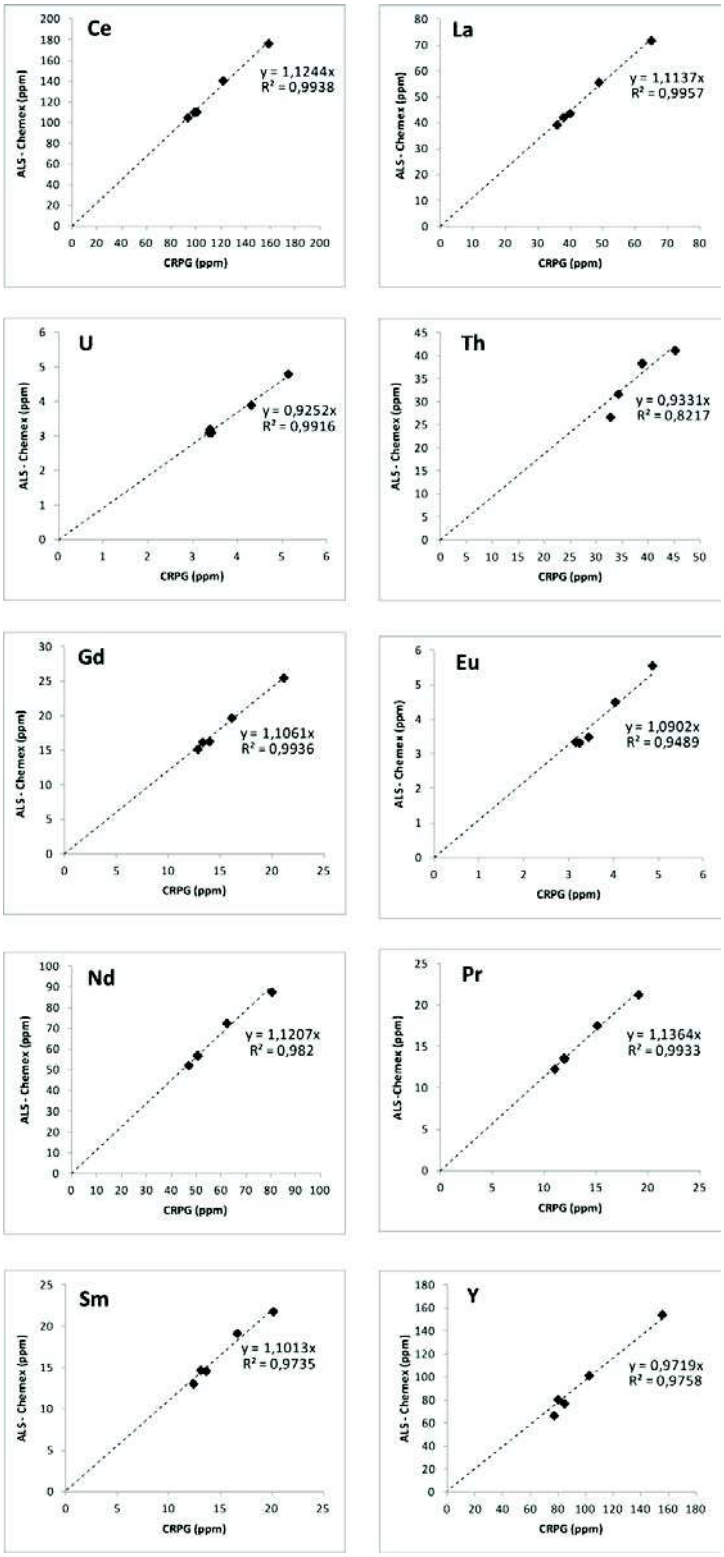


Figure 75 : Comparaison de teneurs en éléments traces obtenues auprès du CRPG – Nancy (abscisse) et d'ALS Chemex (ordonnée)

Les résultats obtenus sont dans l'ensemble satisfaisants, les coefficients de détermination associés aux droites de régression étant élevés (R^2 proche de 1). Seuls les dosages du Thorium apparaissent légèrement plus dispersés. D'autre part, les teneurs des lanthanides sont légèrement surestimées par ALS Chemex par rapport au SARM (rapport de 1,1 environ). Le Thorium et l'Uranium sont au contraire légèrement sous-estimés (rapport de 0,9 environ). Ces différences, du même ordre de grandeur que les erreurs relatives de mesure des dispositifs analytiques employés, sont considérées comme négligeables. Nous nous sommes ainsi assurés que les données issues des deux dispositifs peuvent être confrontées de manière directe, sans qu'il soit nécessaire d'avoir recours à des coefficients de correction.

2.2.4.2. Inclusions dans les échantillons métalliques

2.2.4.2.1. Principe de la méthode LA-ICP-MS et description du dispositif analytique

Les analyses inclusionnaires en traces ont été réalisées au Centre Ernest Babelon (IRAMAT-Orléans). Le laboratoire est équipé d'un ICP-MS Element XR élaboré par Thermo Scientific. L'appareil est équipé d'un analyseur quadripôle, dont les principales caractéristiques ont été déjà évoquées *supra*. Il est couplé à un dispositif d'ablation laser, adapté aux contraintes de prélèvement imposées dans le cadre d'analyses inclusionnaires. Le laser est de type Nd : YAG, pompé au moyen d'une diode laser. La fréquence est quadruplée afin d'obtenir une émission dans les UV, avec une longueur d'onde de 266 nm. Le faisceau est porté à la surface de l'échantillon pour un ensemble de miroirs, collimateurs et objectifs. Les échantillons sont disposés dans une cellule, dont les dimensions dépendent du type d'échantillons analysés[168]. Les éléments ablatés par le laser sont acheminés, sous forme d'aérosol, par un flux constant de gaz porteur (Argon) vers la chambre de nébulisation. Le dispositif analytique employé est présenté en Figure 76.

De nombreux paramètres directement définis par l'opérateur influent sur la quantité d'analyte extraite du matériau, puis acheminée vers l'analyseur. Cette quantité est tout d'abord dépendante de la fréquence du faisceau laser. Celle-ci, déterminée expérimentalement, est paramétrée à 7Hz dans les conditions standards de nos analyses. Les quantités de matière extraites sont également proportionnelles à la surface d'interaction laser-matière. Différents diamètres de collimateurs permettent d'adapter la taille du faisceau (de 20 µm à 200 µm). L'opérateur doit prendre soin d'employer le collimateur permettant la plus grande surface d'interaction tout en tenant compte des contraintes spécifiques à l'analyse[169]. La forme et le volume interne de la cellule d'ablation ont par ailleurs une influence non négligeable sur la quantité d'éléments acheminés. De plus, la disposition des échantillons dans la cellule peut faire varier le flux de gaz d'une série d'analyses à l'autre. Il est ainsi nécessaire d'ajuster le débit du gaz porteur à l'occasion de chaque modification de la configuration de la cellule.

[168] Dans le cas présent, il s'agit de cellules cylindriques d'un diamètre de 12cm, dont l'épaisseur varie entre 4 et 6 cm.
[169] Dans le cas présent, ce sont les dimensions des inclusions qui constituent ce facteur limitant.

Après tri des ions dans l'analyseur quadripôle selon leur rapport charge/masse, ces derniers sont détectés au moyen d'un multiplicateur d'électrons secondaires à dynode continue[170] combiné à un détecteur de Faraday.

Dans le cas des analyses inclusionnaires, 9 à 15 ablations sont réalisées par échantillon métallique. Les ablations sont effectuées par série de trois, chacune précédée d'un blanc de 2 à 3 minutes[171]. Le temps d'acquisition est fixé à 60 secondes. A l'entame de chaque séquence, un standard externe[172] est ablaté plusieurs fois (en général quatre séries de trois ablations). Le standard sera ablaté par la suite à intervalle régulier au cours de la séquence analytique[173].

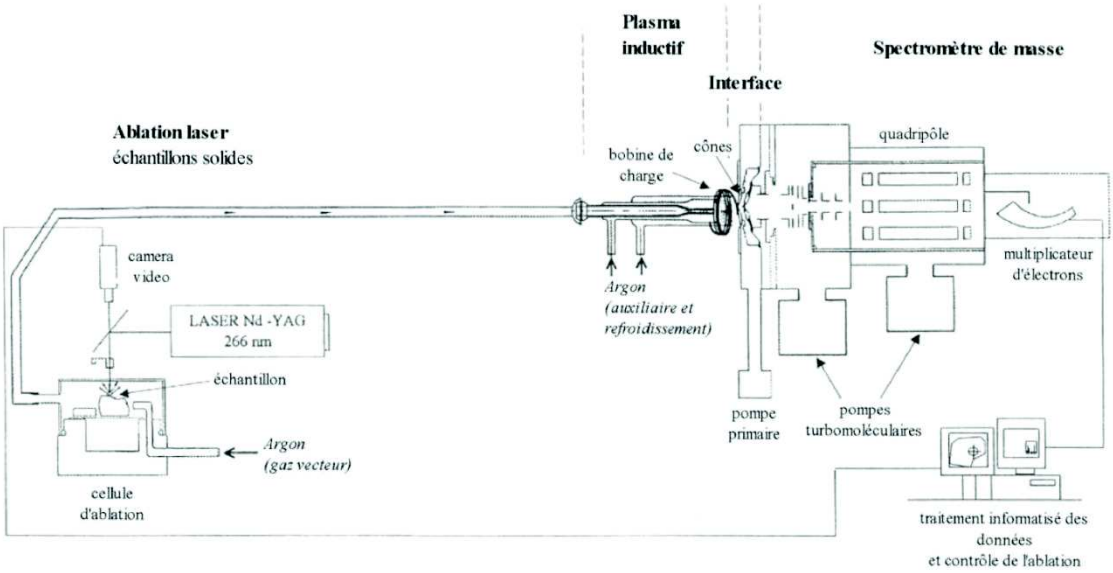


Figure 76 : Schéma présentant le dispositif analytique employé à la caractérisation chimique des inclusions de scorie (B. Gratuze, CEB-IRAMAT)

2.2.4.2.2. Représentativité de l'analyse

Nous l'avons évoqué auparavant, la scorie (et partant les inclusions de scorie) est un matériau généralement polyphasé, ce qui peut avoir pour conséquence une répartition hétérogène des éléments au sein du matériau. En général, les phases présentent des dimensions allant de quelques micromètres à quelques dizaines de micromètres. Le diamètre important du faisceau d'ablation employé (80 µm)[174], souvent proche par ailleurs des dimensions des inclusions de scorie, permet de s'affranchir dans la majorité des cas de l'hétérogénéité chimique du matériau aux échelles que nous considérons. Lorsque les dimensions des phases excèdent ces dimensions, comme cela peut être le cas pour de la scorie d'enrobage, nous avons pris le parti de déplacer le faisceau latéralement sur des distances de plusieurs centaines de microns afin d'échantillonner toutes les

[170] Tension à -8kV.
[171] Ce temps varie en fonction du volume interne de la cellule d'ablation.
[172] Nous avons employé le verre amorphe NIST 610, pour lequel les concentrations des éléments hors matrices sont certifiées de 400 à 500 ppm)
[173] Une série d'ablations est effectuée sur le standard externe après quatre ou cinq séries d'ablations sur les échantillons, soit toutes les 12 à 15 ablations.
[174] Le LA-ICP-MS offre par ailleurs l'opportunité de caractériser, de manière non-destructive, les alliages métalliques (Speakman, Neff 2005).

phases présentes[175]. Quelques cas particuliers d'hétérogénéité seront par ailleurs discutés en détail dans le Chapitre 4.

2.2.4.2.3. Détermination des concentrations

Les données quantitatives brutes sont exprimées en nombres de coups perçus par le détecteur. Des concentrations apparentes sont calculées à partir du rapport signal/bruit, ainsi que des résultats obtenus sur les mesures du standard externe. A l'inverse de travaux précédents, les calculs de concentrations ne sont pas effectués à partir de standard interne (^{29}Si dans Leroy S. 2010, p. 115). Cette dernière démarche est apparue superflue, puisque nous ne considérerons pas les teneurs absolues des éléments traces lors des traitements de données ultérieurs. En effet, les rapports de concentrations élémentaires ne sont pas modifiés par le calcul des teneurs absolues à partir des concentrations apparentes, le même facteur étant appliqué à l'ensemble des éléments. Un même menu analytique a été employé pour tous les dosages inclusionnaires effectués dans le cadre de ce travail. Les isotopes dosés sont les suivants :

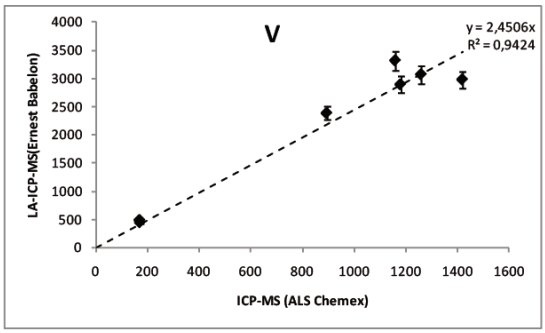
^{9}Be, ^{28}Si, ^{45}Sc, ^{47}Ti, ^{51}V, ^{52}Cr, ^{59}Co, ^{60}Ni, ^{63}Cu, ^{66}Zn, ^{69}Ga, ^{72}Ge, ^{75}As, ^{85}Rb, ^{88}Sr, ^{89}Y, ^{90}Zr, ^{93}Nb, ^{95}Mo, ^{108}Pd, ^{118}Sn, ^{121}Sb, ^{133}Cs, ^{137}Ba, ^{139}La, ^{140}Ce, ^{141}Pr, ^{146}Nd, ^{147}Sm, ^{153}Eu, ^{157}Gd, ^{159}Tb, ^{172}Yb, ^{178}Hf, ^{181}Ta, ^{182}W, ^{208}Pb, ^{232}Th, ^{238}U.

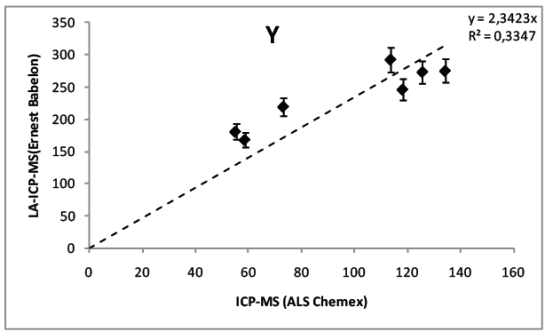
Les erreurs relatives de mesure sont calculées à l'occasion de chaque séquence. Un facteur *k* moyen est calculé[176], ainsi que l'écart-type relatif pour chaque élément[177].

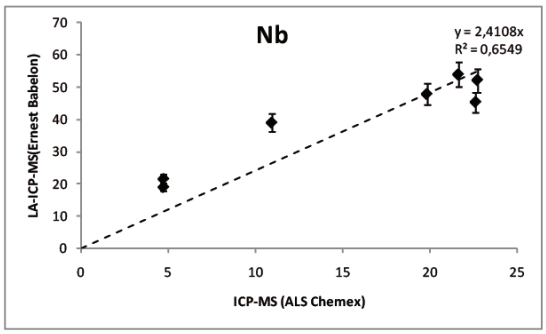
2.2.4.2.4. Intercomparaison de méthodes LA-ICP-MS et ICP-MS ALS Chemex

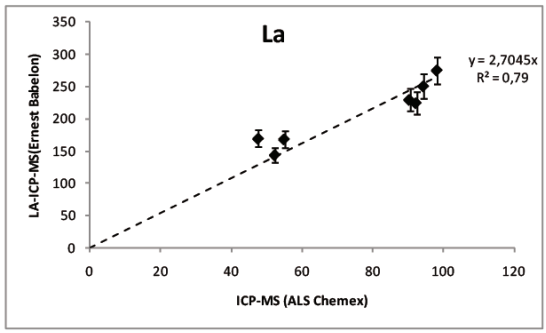
Nous nous sommes assuré que les données quantitatives obtenues au moyen de l'ICP-MS à ablation laser pouvaient être comparées aux corpus de référence géochimiques constitués à partir d'analyses effectuées auprès d'ALS Chemex et du CRPG[178]. Les négatifs d'une dizaine d'échantillons de scorie soumis à ALS Chemex ont également été analysés au Centre Ernest Babelon (Cf. Figure 77).

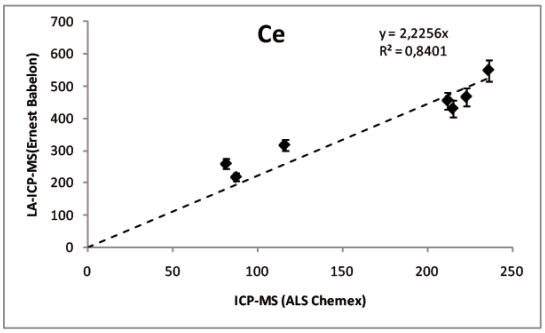
[175] On insistera à nouveau sur l'importance des examens métallographiques, qui permettent d'apprécier au préalable l'importance et l'échelle de cette hétérogénéité.
[176] La moyenne arithmétique des facteurs *k* de toutes les mesures faites sur le standard externe.
[177] L'écart type de l'ensemble des facteurs *k* (obtenus à chaque mesure sur standard) pour un élément donné, divisé par le facteur *k* moyen.
[178] Il s'agit d'analyses effectuées sur des scories de réduction issues de différents secteurs d'études (Plateau de Haye, Pays Haut, Nord de la Meuse).

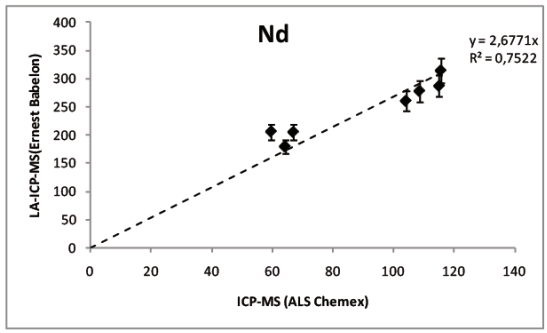

V
y = 2,4506x
R² = 0,9424
LA-ICP-MS(Ernest Babelon)
ICP-MS (ALS Chemex)

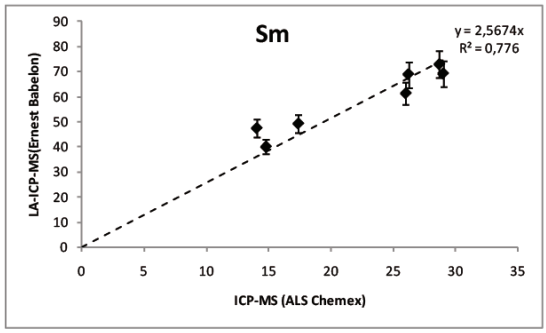

Y
y = 2,3423x
R² = 0,3347
LA-ICP-MS(Ernest Babelon)
ICP-MS (ALS Chemex)

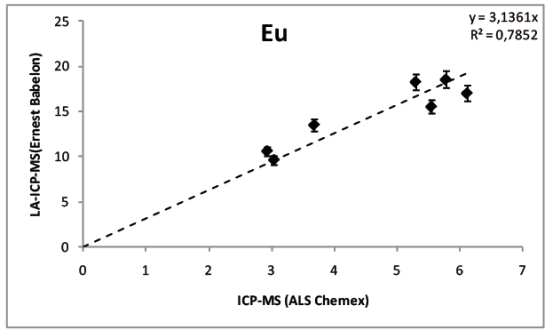

Nb
y = 2,4108x
R² = 0,6549
LA-ICP-MS(Ernest Babelon)
ICP-MS (ALS Chemex)


La
y = 2,7045x
R² = 0,79
LA-ICP-MS(Ernest Babelon)
ICP-MS (ALS Chemex)


Ce
y = 2,2256x
R² = 0,8401
LA-ICP-MS(Ernest Babelon)
ICP-MS (ALS Chemex)


Nd
y = 2,6771x
R² = 0,7522
LA-ICP-MS(Ernest Babelon)
ICP-MS (ALS Chemex)


Sm
y = 2,5674x
R² = 0,776
LA-ICP-MS(Ernest Babelon)
ICP-MS (ALS Chemex)


Eu
y = 3,1361x
R² = 0,7852
LA-ICP-MS(Ernest Babelon)
ICP-MS (ALS Chemex)

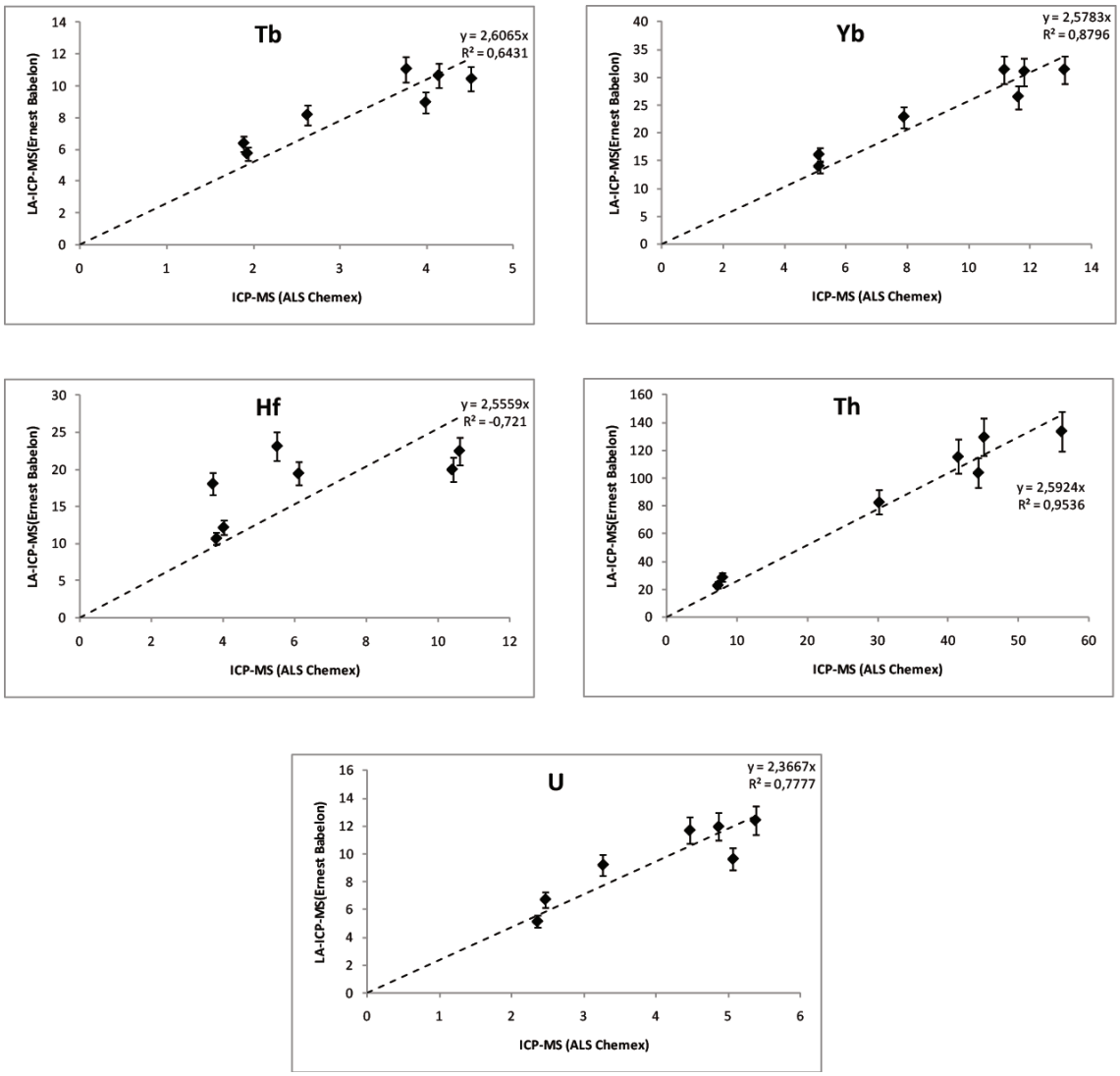


Figure 77 : Comparaison de teneurs en éléments traces dosées par ICP-MS (ALS Chemex) et LA-ICP-MS (CEB-IRAMAT)

Les intercomparaisons présentées dans ce sous-paragraphe sont dans l'ensemble satisfaisantes, la plupart des coefficients de corrélation R^2 étant supérieurs à 0,7. Une dispersion plus importante des résultats est toutefois observée pour certains éléments. Les dosages effectués sur le hafnium en particulier ne sont pas corrélés (R^2 négatif de -0,721). La dispersion des résultats, par rapport aux droites de régression linéaire, est relativement importante pour l'yttrium, le hafnium, le niobium et le terbium (R^2 inférieur à 0,7). Ces intercomparaisons révèlent que la plupart des éléments chimiques considérés peuvent être employés pour comparer l'information chimique contenue dans le référentiel chimique et celle acquise par LA-ICP-MS sur les inclusions de scorie.

2.2.5. Bilan

L'ensemble des techniques employées permet de caractériser les matériaux d'un point de vue structural et chimique (Cf. Figure 78). L'identification des espèces minéralogiques constituant les matériaux est réalisée par le biais d'examens métallographiques et de cartographies élémentaires par MEB-EDS. Les données chimiques sont acquises au moyen de la spectrométrie X dispersive en énergie pour les éléments majeurs, et la spectrométrie de masse couplée à un plasma inductif pour les éléments traces.

Appréhender la structure du matériau considéré est une étape préalable indispensable à l'acquisition de données chimiques. L'identification des principales phases présentes, notamment dans le cas de la scorie, permet une première interprétation du matériau. En effet, cette structure constitue le témoin des conditions de formation de la scorie ou de l'inclusion. Il est ainsi possible de distinguer plusieurs catégories d'inclusions, dont on tiendra compte lors de la caractérisation chimique.

La composition chimique en éléments majeurs est acquise à double dessein. Dans le cas de la caractérisation de minerais et scories de réduction présentant une signature chimique typée (telle celle de la *Minette* lorraine), elle autorise une première attribution à un espace géochimique donné, qu'il sera nécessaire de confirmer par la suite. A l'occasion de l'étude inclusionnaire des produits métalliques, elle permet de confirmer la distinction des catégories d'inclusions définies au préalable par l'examen métallographique. Cette démarche autorise également une interprétation plus poussée des inclusions, en distinguant les inclusions formées lors des étapes de mise en forme du métal des inclusions endogènes. Cette distinction est un prérequis nécessaire à la caractérisation en éléments traces du matériau. Le nombre d'analyses réalisables en LA-ICP-MS pour chaque échantillon étant très limité, il faut pouvoir s'assurer de caractériser uniquement les inclusions étant le plus probablement liées à l'étape de réduction.

Enfin, la détermination de la composition chimique en éléments traces des minerais, scories de réduction et inclusions de scorie permet de définir une signature qui soit affranchie de tout effet de pollution ou de partitionnement élémentaire (sous-parties 1.4.2. et 1.4.3.). Ces données serviront de support au traitement de l'information chimique détaillé ci-après.

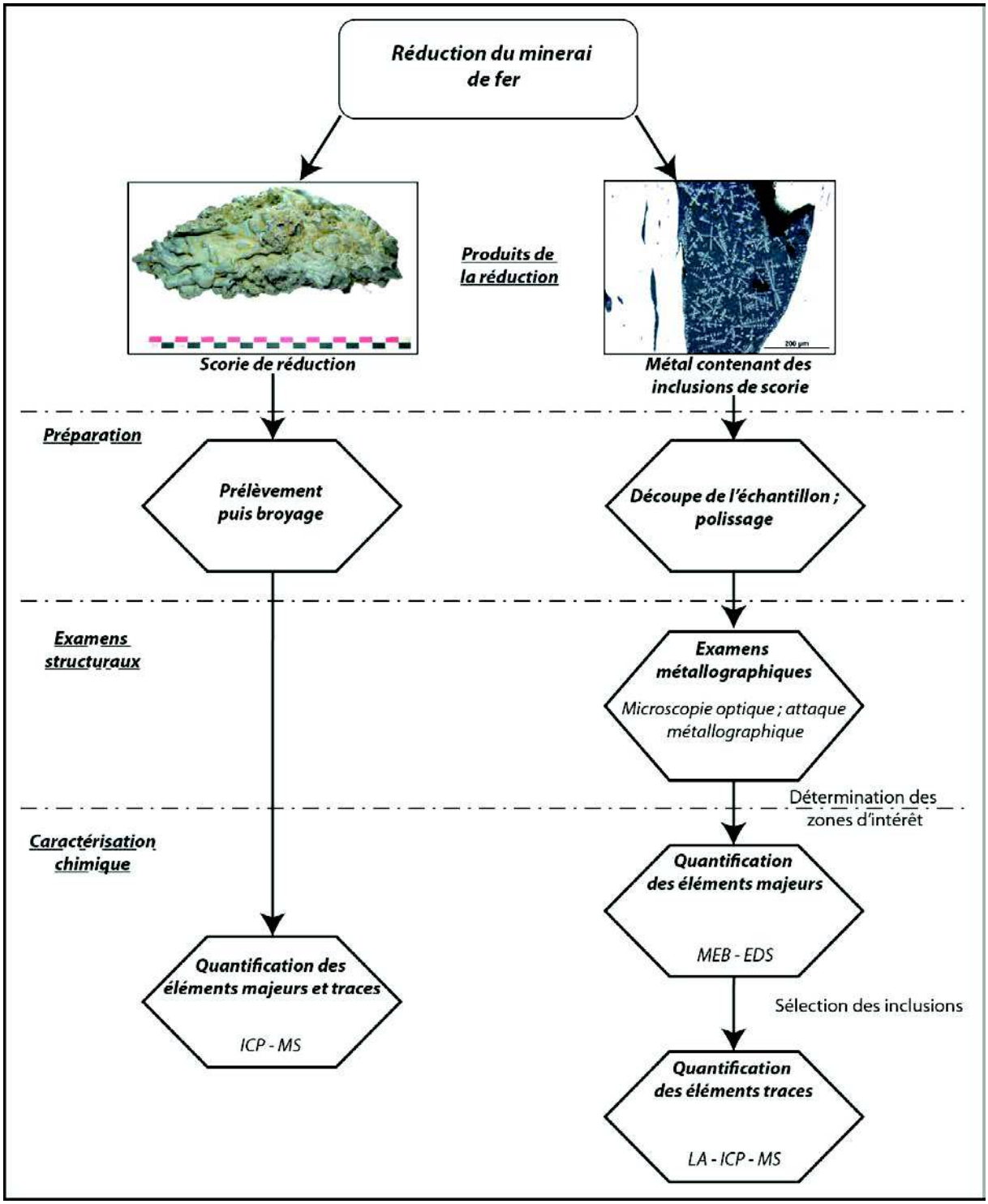


Figure 78 : Schéma présentant le protocole analytique appliqué à l'étude des scories de réduction et inclusions de scorie

2.3. Le traitement de l'information chimique

Les données acquises par le biais de la caractérisation chimique des minerais, scories de réduction et inclusions dans le métal font l'objet de plusieurs traitements, permettant la normalisation, la sélection, la description et l'interprétation de l'information chimique. Une méthodologie statistique permettant de tester les hypothèses d'appartenance aux ensembles de production a été mise en place. Elle repose sur l'emploi de méthodes statistiques multivariées, dont la plupart ont été présentées dans le premier chapitre de ce travail (partie 1.7.2). Nous avons ainsi pris soin de sélectionner les analyses les plus adaptées à nos questionnements. Nous présenterons ainsi successivement les méthodes de transformation de données et les analyses multivariées employées qui ont servi à établir notre méthodologie d'étude.

2.3.1. Les méthodes de transformation des données

Nous avons insisté, dans le paragraphe 1.5.2.1., sur l'importance du choix des méthodes de transformation des données chimiques. Nous présenterons ici celles qui ont été employées dans le cadre de ce travail

2.3.1.1. Teneurs en éléments majeurs moyennes pondérées

Rappelons que de précédents travaux avaient mis en évidence une variabilité de la composition chimique des inclusions, due aux proportions relatives de différentes phases minéralogiques au sein du matériau. Afin de nous affranchir de ce phénomène, nous avons employé la méthode proposée par Dillmann et L'Héritier (2007), visant à exprimer la composition chimique moyenne de l'ensemble des inclusions de scorie analysées. La transformation repose sur la prise en compte de la surface analysée de chaque inclusion. Elle permet de minimiser l'influence des inclusions de petites dimensions dans le calcul des teneurs moyennes[179]. La teneur moyenne pondérée de chaque élément (ou oxyde) analysé est calculée de la manière suivante :

$$\%E^{*} = \sum_{i=1}^{n} \left(\%E_i \times \frac{S_i}{S_T} \right)$$

où :

$\%E^{*}$ est la teneur moyenne pondérée de l'élément (ou l'oxyde) E
$\%E_i$ est la teneur massique de l'élément (ou l'oxyde) E pour l'inclusion i
S_i est la surface analysée pour l'inclusion i

[179] Dillmann et L'Héritier (2007, p. 1816) ont montré que les inclusions de petites dimensions ont, dans certains cas, plus de chances de présenter une composition chimique aberrante.

S_T est la surface totale analysée
n est le nombre d'inclusions analysées

Les teneurs moyennes pondérées par la surface sont annotées d'un astérisque « * » afin de les distinguer des teneurs massiques.

2.3.1.2. Teneurs normalisées au fer

Ainsi qu'évoqué au cours de la sous-partie 1.4.1, certains composés tels que les oxydes de fer se partitionnent entre la scorie et le métal au cours de la réduction du minerai. Les teneurs de ces composés dépendent des conditions thermodynamiques au cours de l'opération de réduction, et sont susceptibles de fortement varier. L'oxyde de fer étant un composé majeur de la scorie de réduction, ces variations influencent les teneurs absolues des autres composés. Il s'avère dès lors délicat de comparer directement la composition élémentaire de différentes scories de réduction et, à fortiori de comparer cette composition avec celle des minerais. Afin de s'affranchir de ces effets de matrice, les teneurs absolues de ces composés peuvent être normalisées par la teneur en oxyde de fer :

$$\%E^{**} = \frac{(\%E \times 100)}{(100 - \%FeO)}$$

où :

*%E*** est la teneur normalisée au fer de l'oxyde *E*

Les teneurs normalisées au fer sont annotées d'un double astérisque « ** ». Cette normalisation peut également être appliquée aux teneurs massiques élémentaires. Cette transformation sera ici nécessaire à la distinction des procédés de réduction du minerai de fer, dans le cadre de l'étude de renforts ferreux disposés sur un édifice médiéval.

2.3.1.3. Normalisation des données par le *logratio*

Les spécificités de plusieurs méthodes de centration* et de réduction* des données ont été discutées dans le paragraphe 1.7.2.1. Rappelons que la scorie de réduction constitue un matériau particulier, sa composition chimique étant fortement dépendante des conditions thermodynamiques régissant les réactions menant à la formation du métal dans le bas fourneau. Les teneurs absolues des éléments chimiques sont ainsi dépendantes des quantités d'oxydes de fer présentes dans la scorie formée. Il est ainsi nécessaire, afin d'étudier la filiation chimique du minerai, de considérer uniquement les rapports élémentaires, ces derniers n'étant pas affectés par la variabilité des quantités d'oxydes de fer dans le matériau. La transformation des données par le *logratio*, défendue par J. Aitchison (1982 ; 1986), et employée récemment dans le cadre d'études de provenance (Leroy S. 2010 ; Leroy S. *et al.* 2012), permet de prendre en compte la conservation des rapports élémentaires du minerai à la scorie de réduction. De plus, les corrélations entre des rapports élémentaires impliquant différents éléments chimiques sont conservées. Cette méthode de

transformation des données a ainsi été employée dans le cadre du présent travail. Rappelons qu'elle s'exprime de la manière suivante :

$$x_{ij} = \log_{10}\left[\frac{E_{ij}}{G(E_i)}\right]$$

Où x_{ij} la valeur transformée de la variable j pour l'échantillon i, E_{ij} la valeur brute, et $G(E_i)$ la moyenne géométrique des teneurs élémentaires caractérisant l'individu i.

2.3.2. La filiation chimique du minerai à l'objet : apports d'une démarche expérimentale pour la sélection des éléments chimiques pertinents

Les travaux récents, et plus particulièrement ceux menés par A.-M. Desaulty (2008) et S. Leroy (2010), ont montré qu'il était possible d'établir une filiation chimique entre le minerai de fer et le métal issu de sa réduction. La démarche est basée, rappelons-le, sur le principe de la conservation de certains rapports élémentaires. Ces travaux ont montré qu'il était nécessaire de respecter deux conditions. Il s'agit de considérer uniquement des éléments adoptant un comportement strictement lithophile. Les teneurs de ces éléments ne doivent pas être sujettes, par ailleurs, à des effets de pollution susceptibles d'altérer significativement la signature chimique du minerai. Le respect de ces deux conditions contraint à l'identification des éléments lithophiles qui s'avèrent être les moins affectés par des phénomènes de pollution. Pour ce faire, nous avons eu recours à des reconstitutions expérimentales de réduction du minerai, élaborées à partir de protocoles très précis. Deux réductions expérimentales du minerai oolithique aalénien (la minette), effectuées par M. Leroy et P. Merluzzo nous ont permis d'appliquer la démarche employée par A.-M. Desaulty et S. Leroy au contexte particulier de la *Minette lorraine.*

2.3.2.1. Réductions expérimentales du minerai oolithique aalénien

Deux réductions expérimentales, effectuées sur la plateforme expérimentale du Musée de l'Histoire du Fer de Nancy-Jarville, ont bénéficié d'une caractérisation chimique du minerai employé et de la scorie produite. Ces analyses nous permettent d'établir le facteur d'enrichissement de chaque élément dans la scorie de réduction, selon la méthode présentée par A.-M. Desaulty (2008, p. 167-172) . La scorie issue de la réduction contient une quantité d'oxydes de fer moins importante que le minerai, une part de ces derniers étant réduite en métal. Tous les éléments non réduits du minerai voient leur concentration augmentée selon un facteur dépendant de la proportion d'oxydes de fer réduits. Ce facteur d'enrichissement est ainsi calculé pour chaque élément en réalisant le rapport de sa teneur dans la scorie de réduction sur sa concentration dans le minerai. Pour identifier les éléments faisant l'objet d'un enrichissement (ou d'une déplétion) anormal, un facteur d'enrichissement de référence doit être déterminé. Desaulty, qui dénomme ce dernier « facteur d'enrichissement modal », le définit comme étant le facteur le plus représenté pour une série d'éléments. Les graphiques suivants représentent ainsi la distribution du facteur d'enrichissement. La

valeur modale (le facteur d'enrichissement affectant le plus grand nombre d'éléments chimiques) définie est propre à chaque opération de réduction (Cf. Figure 79).

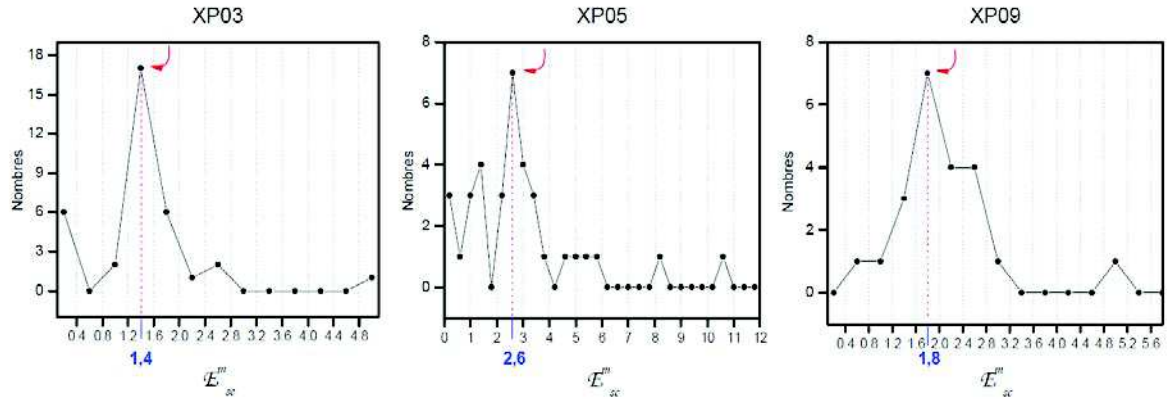


Figure 79 : Facteurs d'enrichissement modal définis pour trois expérimentations de réduction différentes, permettant de définir dans chaque cas le facteur d'enrichissement modal (D'après Desaulty 2008)

Si certains éléments faisaient l'objet de phénomènes de pollution au cours de la réduction, leurs teneurs seraient modifiées selon un facteur sensiblement différent de ce facteur modal. Un facteur d'enrichissement de la scorie nettement supérieur au facteur modal indiquerait ainsi une pollution significative de cet élément, alors qu'un facteur nettement inférieur signifierait que l'élément concerné est réduit.

2.3.2.1.1. L'expérimentation JAR 06

Trois échantillons de minerai et trois fragments de scorie ont fait l'objet d'analyses à l'issue de la campagne expérimentale. Afin de définir les facteurs d'enrichissement élémentaires, nous avons dans un premier temps déterminé une teneur élémentaire moyenne pour les trois échantillons de minerai.

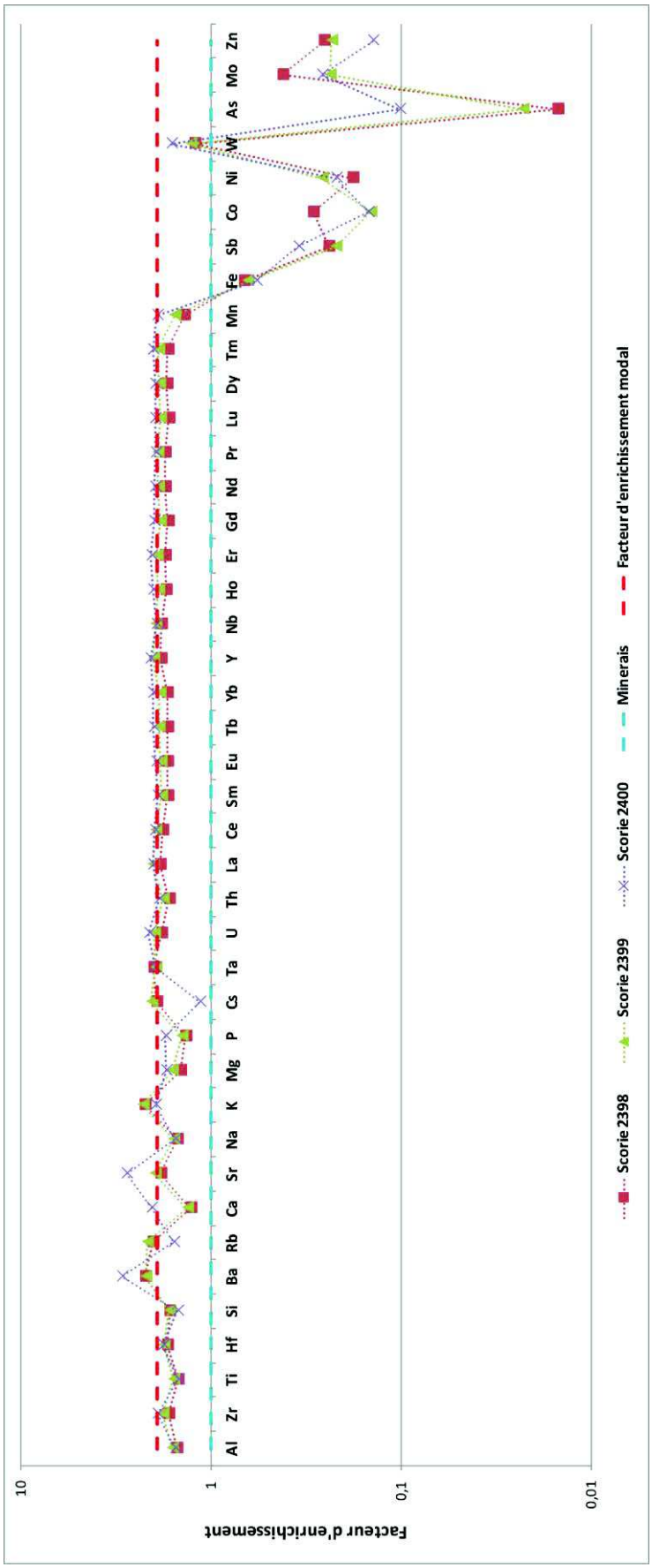


Figure 80 : Facteurs d'enrichissement élémentaire entre minerais et scories de l'expérimentation JAR-06

De nombreux éléments montrent un enrichissement proche du facteur modal (Cf. Figure 80). Il s'agit principalement, pour les éléments traces, de toute la série des lanthanides, ainsi que l'uranium et le thorium. Aucun élément majeur ne présente de facteur laissant supposer une pollution significative. La teneur en calcium présente, dans les échantillons 2398 et 2399, une légère déplétion par rapport au minerai. Ce phénomène n'est pas observable pour l'échantillon 2400, pour lequel la teneur correspond au facteur modal. La composition chimique de ce fragment de scorie se caractérise également par un enrichissement en baryum et strontium, pouvant suggérer une pollution par les cendres de charbon de bois. Ce phénomène n'affecte toutefois pas les deux autres échantillons. Les résultats obtenus montrent ainsi que certains éléments chimiques ne sont pas répartis de manière uniforme dans la scorie de réduction, ce qui se caractérise par de légers enrichissements ou déplétions localisés.

2.3.2.1.2. L'expérimentation JAR-08

Un échantillon de minerai, sept fragments de scorie et les inclusions de scorie présentes dans la loupe produite ont été analysés. La composition en éléments traces de la loupe est exprimée par la moyenne des teneurs de onze inclusions. La composition en éléments majeurs est quant à elle définie par les teneurs pondérées et normalisées au fer de trente inclusions.

Le profil des facteurs d'enrichissement est similaire à celui établi dans le cadre de l'expérimentation JAR-06. La plupart des éléments ne subissent pas, là non plus, d'enrichissement significatif relatif à une pollution (Cf. Figure 82). De plus, les facteurs d'enrichissement correspondant aux teneurs élémentaires moyennes dans la loupe apparaissent cohérents avec ceux observés pour les scories de réduction. Les inclusions de scorie présentes dans le métal brut de réduction n'ont ainsi pas subi de pollution importante en ce qui concerne les éléments de la série des lanthanides, l'uranium, le thorium, ou encore les composés non réduits majeurs. Au contraire, certains des éléments majeurs présentent un enrichissement relatif moindre, voire même une légère déplétion, dans le cas du magnésium notamment.

Les inclusions de scorie présentes dans la loupe produite à l'occasion de l'expérimentation JAR-08 présentent, pour un certain nombre d'éléments, une composition chimique non altérée par les sources potentielles de pollution du système de réduction. Parmi les éléments majeurs, un enrichissement en sodium et potassium est toutefois observable. Parmi les éléments traces, il s'agit du strontium, baryum et zirconium. Cette première série d'expérimentations montre que les éléments envisagés pour définir la signature chimique des espaces de production du fer, ainsi que la compatibilité entre ces derniers et les produits sidérurgiques potentiellement élaborés au sein de ces espaces, ne semblent pas affectés par des phénomènes de pollution notables au cours de l'opération de réduction.

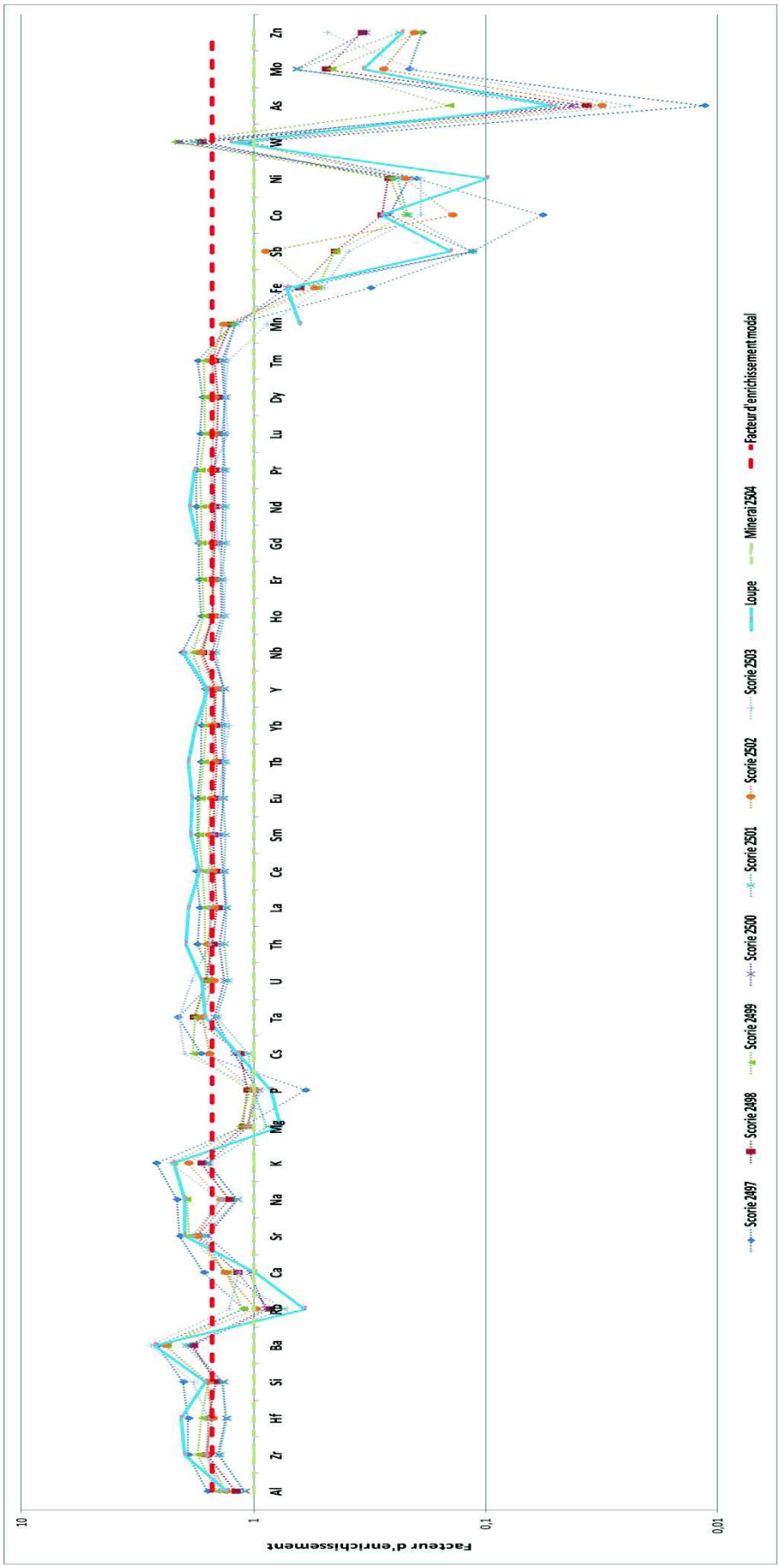


Figure 81 : Facteurs d'enrichissement élémentaire entre minerais et scories de l'expérimentation JAR-08

La filiation chimique entre minerai oolithique et scorie de réduction semble assurée, dans le cadre des ces deux opérations expérimentales, pour la plupart des éléments chimiques. Ceci concerne non seulement pour les éléments lithophiles indiqués par A.-M. Desaulty (2008) et S. Leroy (2010) comme pouvant caractériser la signature chimique d'un espace de production[180], mais également pour de nombreux autres éléments, majeurs et traces[181]. Les résultats présentés nous amènent par ailleurs à envisager l'emploi de certains lanthanides qui n'avaient pas été pris en compte auparavant[182]. Toutefois, seuls le praséodyme et le gadolinium ont été dosés par LA-ICP-MS dans le cadre de ce travail, et pourraient être effectivement employés.

2.3.2.2. Choix des éléments chimiques considérés dans le cadre de ce travail

Nous expliciterons, au fil de ce paragraphe, les choix des éléments chimiques pris en considération pour la caractérisation des centres de production sidérurgique étudiés. Les travaux réalisés par A.-M. Desaulty (2008) et S. Leroy (2010) ont permis de justifier l'emploi d'une douzaine d'éléments traces. Les résultats présentés *supra* nous amènent à envisager l'emploi d'éléments supplémentaires, notamment certains lanthanides et éléments majeurs (Cf. Figure 82). L'emploi des lanthanides surlignés en vert est validé par le biais de l'approche expérimentale présentée. Les pollutions observées par A.-M. Desaulty et S. Leroy, affectant certaines espèces majeures, amènent à considérer les limites ayant trait à leur emploi.

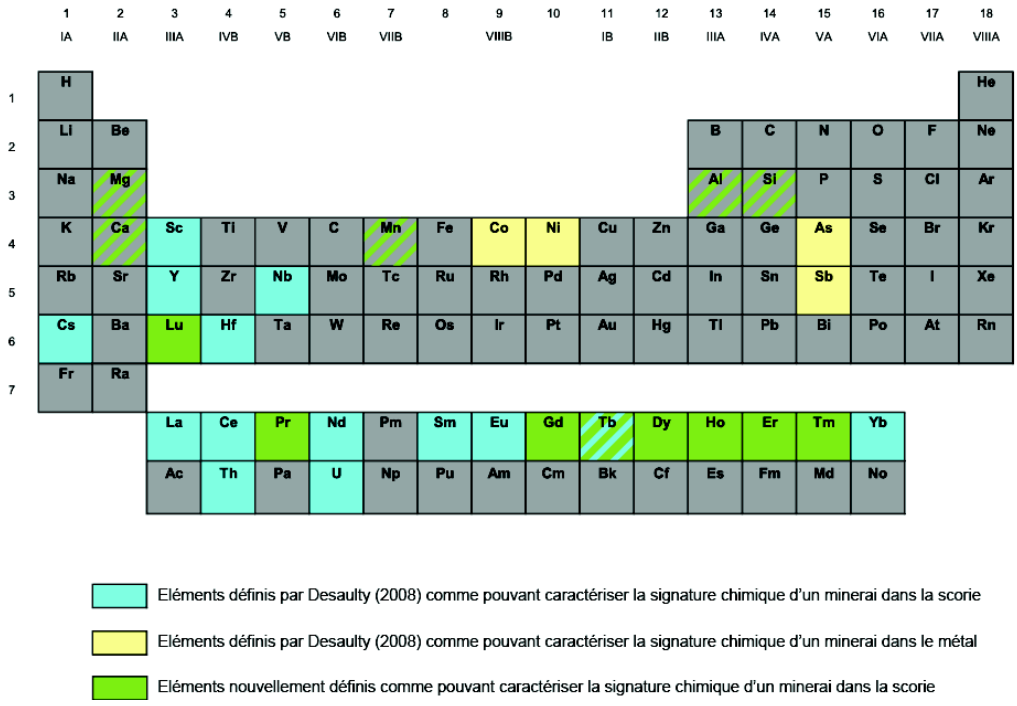


Figure 82 : Eléments pouvant être pris en compte pour établir une filiation chimique entre le minerai et la scorie de réduction, dans le cas de la minette (D'après Desaulty 2008 ; repris)

[180] Cs, U, Th, Hf, La, Ce, Sm, Eu, Yb, Y, Nb, Nd

[181] Pour les éléments majeurs : Al, Si, Ca, K, Mg, Mn ; pour les éléments traces : Ho, Er, Gd, Pr, Lu, Dy, Tm.

[182] Ces éléments sont le praséodyme (Pr), le gadolinium (Gd), le dysprosium (Dy), l'holmium (Ho), l'erbium, le thulium (Tm) et le lutétium (Lu).

Rappelons qu'il est impératif de sélectionner uniquement les éléments respectant les deux conditions suivantes :

- un comportement strictement lithophile au cours de la réduction ;
- les phénomènes de pollution engendrés par la participation des composantes du système de réduction autres que le minerai doivent être négligeables.

2.3.2.2.1. Les éléments majeurs

La prise en considération de certains éléments majeurs pour l'établissement d'une filiation pourrait permettre une meilleure distinction de minerai chimiquement typés, tels que la *Minette lorraine.* Dans le cadre des expérimentations de réduction présentées *supra*, les concentrations en éléments majeurs des scories, ainsi que des inclusions dans la loupe, ne traduisent pas de phénomène d'enrichissement significatif. Quant au calcium, les teneurs présentent un facteur d'enrichissement relatif inférieur (pour les échantillons de scorie de réduction et les inclusions de la loupe de l'expérimentation JAR-08) à celui d'autres éléments. Cet élément connaît même un léger appauvrissement dans les scories issues de l'expérimentation JAR-06. Ces différences peuvent s'expliquer par la composition chimique initiale des minerais. La scorie présente une concentration en oxydes de fer réduite (environ 40-45 $\%_{mass}$), et partant des teneurs relativement importantes en éléments majeurs autres que le fer. Ces fortes teneurs initiales réduisent l'impact des enrichissements dus aux autres composantes du système, qui ne sont ainsi plus perceptibles à travers la composition chimique de la scorie. Les fortes teneurs relatives de certains éléments majeurs constituant par ailleurs une signature chimique très typique pour la *Minette* (Leroy M. 1997), nous envisageons de les employer pour l'établissement d'une compatibilité chimique entre les marqueurs chimiques (minerai et scorie) de la réduction de ce minerai et les produits sidérurgiques.

D'autres minerais ne présentent pas ce faciès chimique fortement typé. Les teneurs en éléments majeurs peuvent être dans ce cas plus sensibles à une pollution due aux composantes du système de réduction. Nous prendrons donc soin, à l'occasion de la description chimique du référentiel géochimique constitué pour l'espace lorrain[183], de vérifier que les teneurs ne sont pas affectées de manière importante par ce phénomène.

2.3.2.2.2. Les éléments traces en limite de détection

S. Leroy (2010, p.210) souligne le fait que, parmi les éléments traces retenus, certains présentaient régulièrement des teneurs inférieures aux limites de détection du dispositif LA-ICP-MS employé au Centre Ernest Babelon. Il s'agit notamment de Nb, Hf (plus de 9% des mesures en limite de détection), ainsi que de Cs et Yb (entre 3 et 6% de mesures en limite de détection). Nous avons été fréquemment confrontés à ce problème à l'occasion de la quantification de ces éléments au sein des inclusions de scorie par LA-ICP-MS. Par exemple, les teneurs en césium des inclusions se sont trouvées inférieures aux limites de détection dans 60,9 % des cas. Ces quatre éléments traces n'ont pas été intégrés à notre démarche.

[183] Réalisée dans la partie 3.1 de ce mémoire.

2.3.2.2.3. Le choix des éléments intégrés au dénominateur lors du calcul des logratios X_{ij}

Les éléments choisis par S. Leroy (2010) pour constituer le dénominateur impliqué dans le calcul des X_{ij}[184] ont été employés dans le cadre du présent travail. Il s'agit de :

Y, La, Ce, Sm, Eu

Notre démarche intégrant également les teneurs de plusieurs éléments majeurs, nous avons sélectionné les éléments dont les teneurs ne sont jamais inférieures aux limites de détection. Il s'agit de :

Al, Si, Ca

2.3.2.3. Définition des *logratios* X_{ij} employés et comparaison de la variance

Les traitements statistiques multivariés constituant le support de notre démarche s'appuieront sur quinze rapports logarithmiques. S. Leroy (2010, p. 215) évoque une forte hétérogénéité de la variance des données lorsqu'éléments majeurs et traces sont considérés simultanément. Nous avons ainsi pris le parti de calculer séparément les X_{ij} issus des traces et des majeurs, et de comparer leurs variances respectives.

2.3.2.3.1. X_{ij} calculés à partir des teneurs en éléments traces

Le premier bloc de variables comporte uniquement des X_{ij} calculés à partir des teneurs des éléments traces suivants :

Y, La, Ce, Nd, Pr, Gd, Sm, Eu, Th, U

La Figure 83 présente la dispersion autour de la moyenne des valeurs des X_{ij} calculés pour les 108 échantillons de minerai et scorie analysés pour la *Minette lorraine.* Les bornes rouges délimitent le domaine de dispersion des données à l'écart-type à $\pm\sigma$. Les valeurs apparaissent peu dispersées dans la plupart des cas ($\sigma_{Ce} = 0{,}02 < \sigma_i < \sigma_{Gd} = 0{,}04$). Une dispersion localisée des valeurs est toutefois observée pour Nd, Pr, Gd et Sm. Il est intéressant de noter que les valeurs divergentes concernent les mêmes individus. Cette dispersion paraît due à une légère hétérogénéité chimique présentée par le corpus considéré. En effet, les valeurs supérieures à l'écart-type caractérisent les mêmes échantillons. La dispersion globale des valeurs paraît par ailleurs plus importante pour U et Th ($\sigma_U = 0{,}14$; $\sigma_{Th} = 0{,}11$).

[184] Les *logratios* des X_{ij} seront désignés, dans la suite de ce travail, par l'expression plus concise « X_{ij} ».

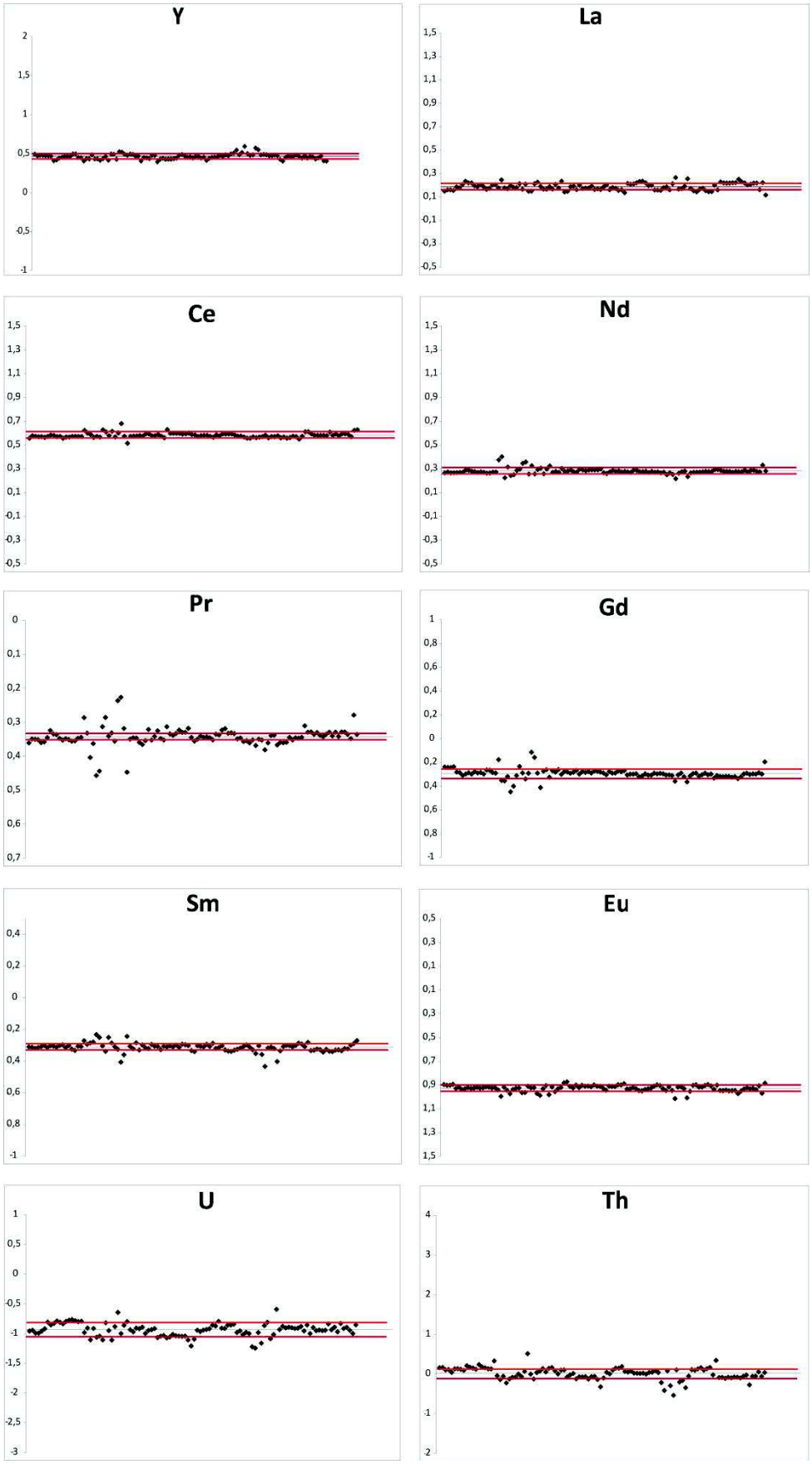


Figure 83 : Dispersion des valeurs des Xij calculés à partir des teneurs en éléments traces pour les échantillons de minerais et scories associés à la *Minette lorraine* (n=108 individus)

2.3.2.3.2. X_{ij} calculés à partir des teneurs en éléments majeurs

Le second bloc de variables est constitué des X_{ij} calculés à partir des teneurs des éléments majeurs suivants :

Mg, Al, Si, Ca, Mn

La dispersion des valeurs des X_{ij} calculés à partir des teneurs en éléments majeurs est globalement plus importante que dans les cas des éléments traces (Cf. Figure 84). Toutefois, les écarts types calculés pour l'aluminium ($\sigma_{Al} = 0{,}10$) et le silicium ($\sigma_{Si} = 0{,}09$) sont inférieurs à ceux observés pour l'uranium et le thorium. La dispersion pour les autres éléments est légèrement supérieure ($\sigma_{Mg} = 0{,}14 < \sigma_i < \sigma_{Ca} = 0{,}17$).

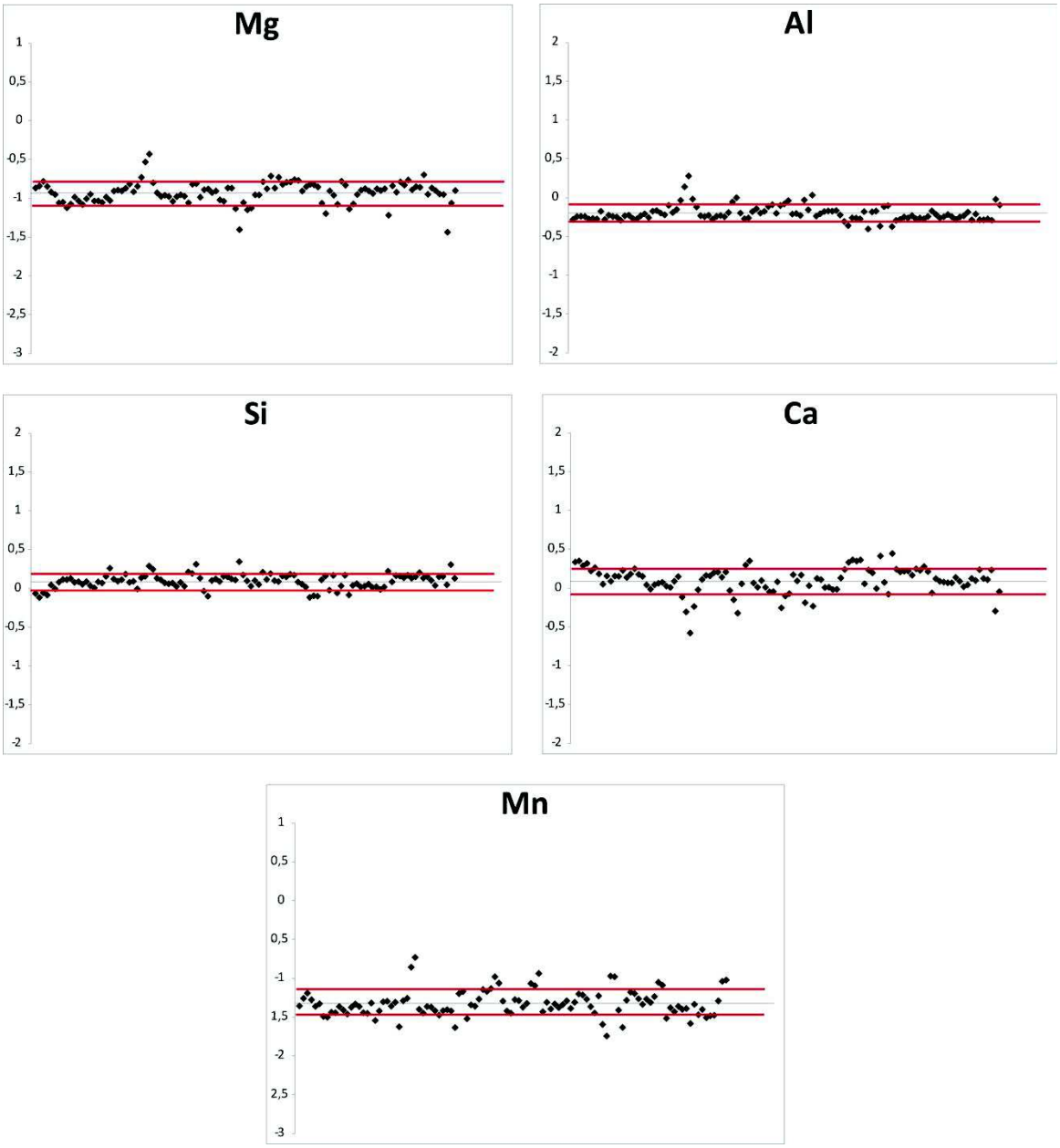


Figure 84 : Dispersion des valeurs des Xij calculés à partir des teneurs en éléments majeurs pour les échantillons de minerais et scories associés à la *Minette lorraine* (n=108 individus)

La comparaison des variances des deux séries de X_{ij} montre que la dispersion est, dans le cas des éléments majeurs, du même ordre que celle qui affecte la distribution des valeurs pour certains éléments traces. Ce constat encourage l'emploi des deux ensembles de variables dans la démarche multivariée que nous appliquerons. Toutefois, nous prendrons soin de comparer, au fil de la démarche exposée dans le chapitre 3, les résultats obtenus en employant simultanément les deux ensembles de variables ou uniquement l'ensemble associé aux éléments traces.

2.3.3. La distinction et l'interprétation des catégories d'inclusions

Nous avons souligné à plusieurs reprises l'importance que revêtent la distinction et l'identification des catégories d'inclusions présentes au sein de la matrice métallique. Cette question a été abordée à plusieurs reprises ces dernières années, notamment par Dillmann et L'Héritier (2007) et Charlton *et al.* (2012). Les premiers ont adopté une démarche bivariée en considérant les rapports entre les principaux composés non réduits, et plus particulièrement la silice et l'alumine. Les résultats obtenus permettent de mettre en évidence une pollution due à l'emploi d'un ajout siliceux au cours des opérations de post-réduction, ainsi qu'un fractionnement des inclusions. Les seconds ont établi, sur la base de ces premiers constats, un modèle théorique mettant en relation les teneurs de plusieurs composés non réduits avec des sources de pollution[185]. Des méthodes d'analyse multivariée ont été appliquées afin de déterminer les corrélations entre sources de pollutions potentielles et composition chimique des inclusions. Disser *et al.* (2014) ont complété cette approche en proposant une démarche complémentaire visant à confirmer la validité des groupes constitués par la méthodologie multivariée. Nous déclinerons cette dernière en trois étapes :

- **Distinction de catégories d'inclusions sur la base de leur signature chimique.** Les inclusions considérées sont caractérisées par les teneurs normalisées de cinq composés non réduits (MgO, Al_2O_3, SiO_2, K_2O, CaO). Une Classification Ascendante Hiérarchique est réalisée à partir de cette matrice d'informations afin de distinguer plusieurs groupes de composition chimique. La classification est basée sur des distances euclidiennes, et emploie la méthode d'agrégation du saut de Ward. Sur l'exemple présenté ci-dessous, trois groupes d'inclusions sont distingués (Cf. Figure 85).

[185] En corrélant par exemple potassium et calcium avec les cendres de charbon de bois, et le silicium avec les décapants en forge.

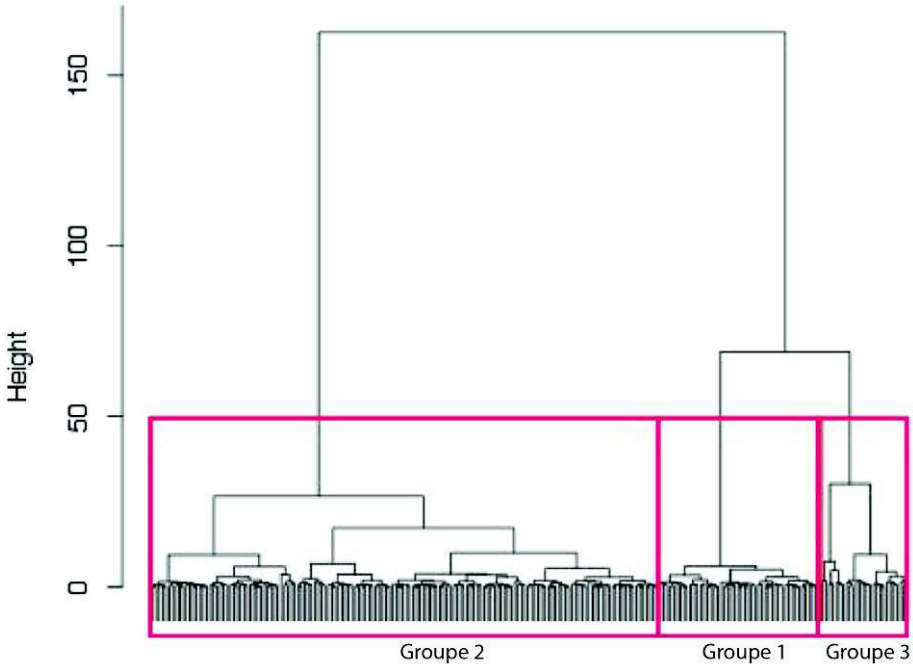


Figure 85 : Groupes d'inclusions mis en évidence par Classification Ascendante Hiérarchique (Disser *et al.* 2014)

- **Corrélations entre les teneurs des composés non réduits et les groupes d'inclusions définis.** Une Analyse en Composantes Principales intégrant les résultats de la classification est réalisée par la suite. Ceci permet tout d'abord de vérifier la validité des groupes constitués à l'issue de l'étape précédente. Dans le cas présenté ci-dessous (Figure 86), les projections des inclusions sont bien distinguées en fonction du groupe auquel elles ont été attribuées précédemment. La distinction entre groupes d'inclusions est validée par ce biais. Il n'est toutefois pas encore possible, à ce stade, d'interpréter ces groupes pour identifier les inclusions associées à la réduction. L'analyse permet également de mettre en évidence les relations entre variables. Ainsi la silice et l'oxyde de calcium sont fortement corrélés, tandis que l'alumine est anti-corrélée avec ces dernières.

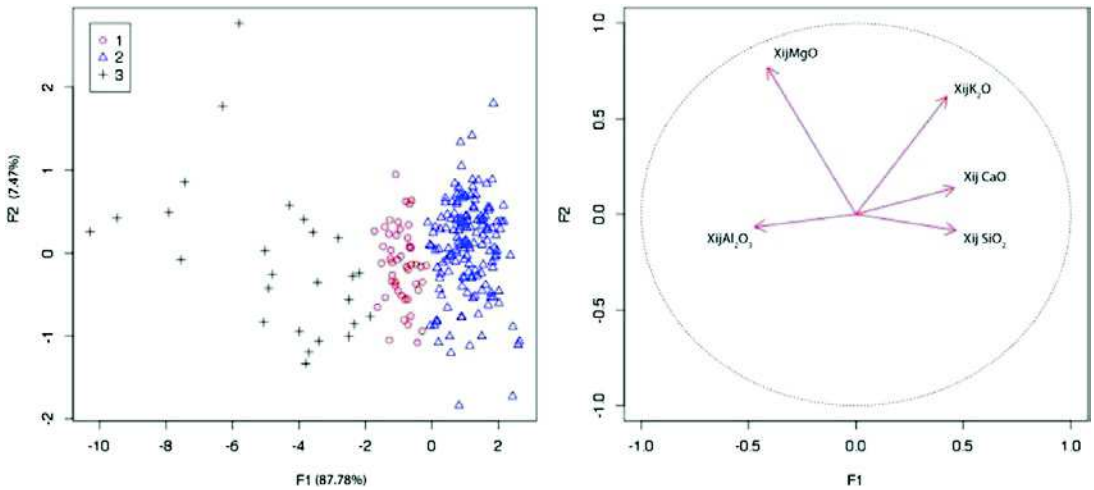


Figure 86 : Résultats de l'ACP réalisée sur les inclusions ayant fait l'objet de la classification présentée en Figure 85. A gauche : projections des inclusions sur les deux premières composantes de l'analyse ; à droite : cercle des corrélations entre variables. Les groupes figurés correspondent à ceux définis par la Classification *supra*

- **Interprétation des groupes et détermination de l'origine des inclusions.** Dillmann et L'Héritier (2007) ont montré, par leur approche, qu'une anticorrélation entre composés non réduits révèle un enrichissement relatif d'un oxyde par rapport à un autre. Cet enrichissement relatif peut être lié soit à un phénomène de pollution (apport d'un oxyde par l'une des composantes du système de réduction) ou de fractionnement (ségrégation chimique des phases minérales constituant la scorie de réduction). Les inclusions sont ainsi représentées, en fonction du groupe auquel elles ont été attribuées, sur des graphiques bivariés confrontant les teneurs des principaux composés non réduits (Cf. Figure 87). Les graphiques impliquant les composés présentés comme corrélés par l'ACP ne permettent pas de distinguer les groupes d'inclusions. En revanche, les graphiques présentant les teneurs en oxydes de magnésium ou en alumine suggèrent que les inclusions du groupe 3, et dans une moindre mesure celles du groupe 1, ne sont pas associées à la réduction. Seules les inclusions du groupe 2 sont conservées à l'issue de la démarche.

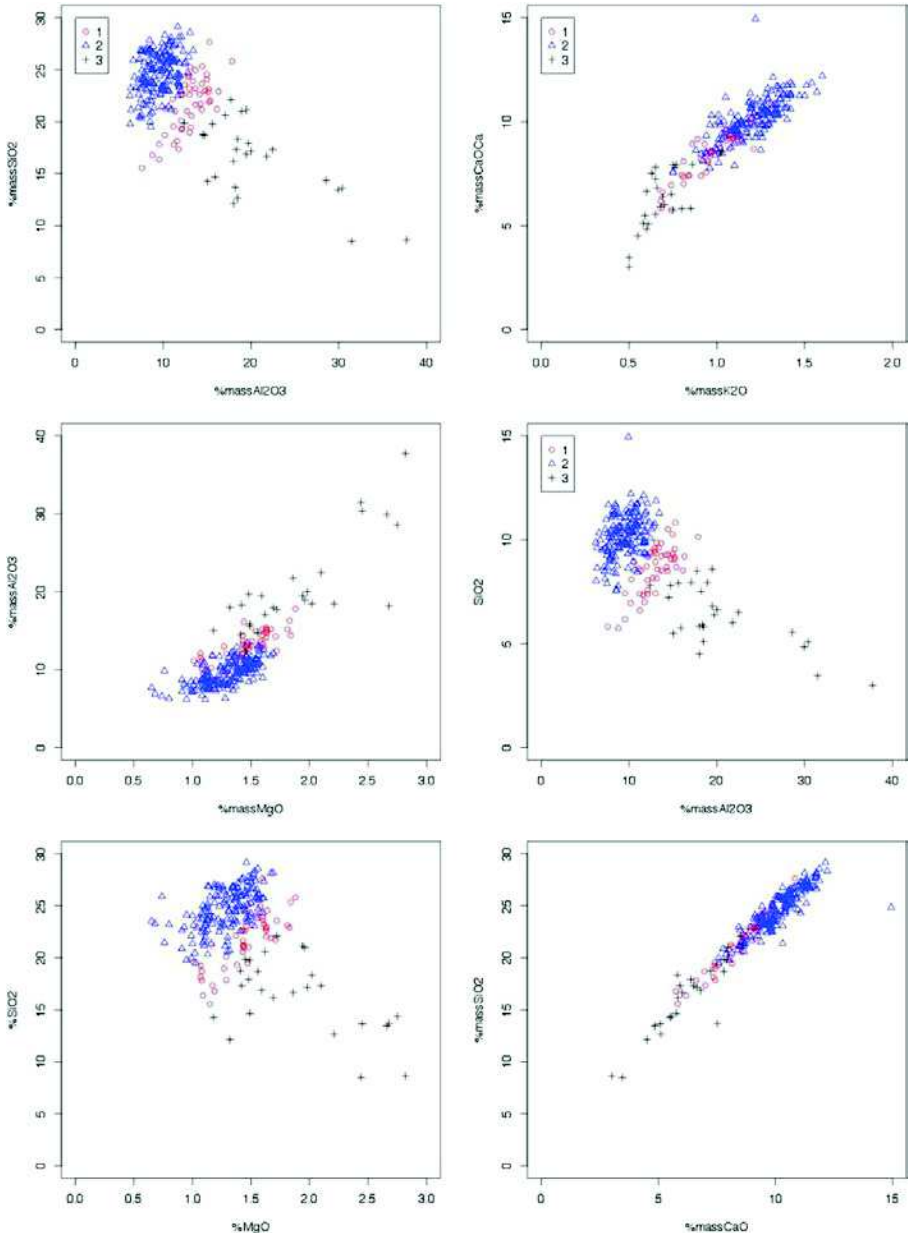


Figure 87 : Diagrammes bivariés présentant les teneurs en principaux composés non réduits pour les inclusions analysées

Les inclusions sélectionnées par ce biais serviront à établir la signature chimique du produit sidérurgique considéré. C'est également parmi ces dernières que sont choisies les inclusions pouvant faire l'objet d'une caractérisation chimique en éléments traces. La composition chimique de ces inclusions constitue ainsi la signature chimique du produit sidérurgique. Cette dernière est confrontée au référentiel géochimique en vue de déterminer la provenance du produit. La démarche appliquée pour ce faire est décrite dans la sous-partie suivante.

2.3.4. Le traitement de questionnements archéométriques par analyses statistiques multivariées

La méthodologie développée repose sur deux approches successives. La première consiste à décrire le référentiel géochimique et à dégager la structuration de l'information. Ceci permet de distinguer des classes géochimiques correspondant aux différents ensembles de production considérés et pouvant constituer des sources potentielles pour un métal d'origine inconnue. La seconde étape de ce raisonnement repose sur l'emploi de méthodes explicatives visant à déduire, à partir de ce corpus de référence classifié, la provenance de ce métal.

2.3.4.1. Description et partitionnement du corpus de référence

Cette première étape consiste à décrire les individus constituant le référentiel géochimique à partir des variables sélectionnées dans le paragraphe 2.3.2.2. L'objectif est de définir des classes présentant la signature chimique la plus homogène possible, constituant des ensembles géochimiques cohérents. Il s'agit également de distinguer au mieux ces classes, ainsi que de déterminer quelles variables permettent au mieux cette distinction. Nous cherchons par ailleurs à vérifier la relation entre l'information chimique et l'information archéologique. Une classe géochimique correspond-elle par exemple à l'exploitation d'un minerai particulier, à une époque et en un lieu donné ? Afin de répondre à ces attentes, nous avons pris le parti d'employer deux méthodes d'analyse statistique descriptives et non supervisées, l'Analyse en Composantes Principales et la Classification Ascendante Hiérarchique.

Nous cherchons ainsi à porter un regard aussi neutre que possible sur le référentiel géochimique. Aucun parti préalable n'est pris quant à la définition de classes géochimiques. Les individus sont identifiés au préalable en fonction de leur contexte archéométallurgique, mais cette information n'a aucune influence sur les analyses multivariées.

L'information géochimique portée par les quinze variables est synthétisée par l'emploi d'une ACP (Cf. paragraphe 1.7.2.2). L'examen des projections des individus sur les plans définis par les composantes principales permet d'observer, s'il y a lieu, plusieurs *clusters* représentant des familles chimiques. L'ACP permet également de mettre en évidence les variables dont l'influence sur la constitution de ces groupes est la plus importante. L'observation des plans constitués permet une première estimation des différences chimiques entre groupes. Toutefois, chaque plan ne livre qu'une image partielle de la structuration de l'information, dépendant de la part de variance totale exprimée par les deux composantes principales définissant le plan.

La mise en œuvre d'une CAH permet de quantifier de manière plus précise les différences de composition chimique entre les individus du référentiel. Cette mesure de la différence permet de définir des classes d'échantillons présentant des caractéristiques chimiques proches (Cf. paragraphe 1.7.2.3). Nous avons envisagé ici de réaliser une classification sur les coordonnées des individus sur les composantes principales issues de l'ACP. Par conséquent, l'éloignement des individus est mesuré par distances euclidiennes ; la méthode d'agrégation retenue est le saut de Ward[186]. Selon Husson *et al.* (2010), cette procédure emploie l'ACP comme un prétraitement de l'information, permettant de réduire le bruit* qui se trouve exprimé par les dernières composantes principales. Afin de synthétiser au mieux l'information chimique pertinente, la CAH est réalisée sur les premières composantes principales, qui expriment la plus grande part de variance totale. Afin de considérer la plus grande part de variance tout en négligeant le bruit, les auteurs recommandent de considérer de 80 à 90 pourcents de la variance totale. Nous avons pris le parti de fixer ce seuil à 90 pourcents.

La seule opération requérant un certain niveau de subjectivité est le choix du nombre de classes retenues par la classification. Le niveau de partitionnement des clusters peut être déterminé automatiquement ou par choix de l'opérateur. Ayant souhaité employer un critère de choix objectif, nous avons pris le parti de nous appuyer sur les sauts d'inertie interclasse et le rapport variance intraclasse/variance interclasse (Nakache, Confais 2005, p. 19). On choisit dans ce cas de déterminer le seuil juste après la dernière perte importante d'inertie interclasse. Dans l'exemple qui suit (Cf. Figure 88), nous observons cinq sauts d'inertie importants avant de voir celle-ci décroître de manière beaucoup plus faible. Le corpus est ainsi décomposé en six classes.

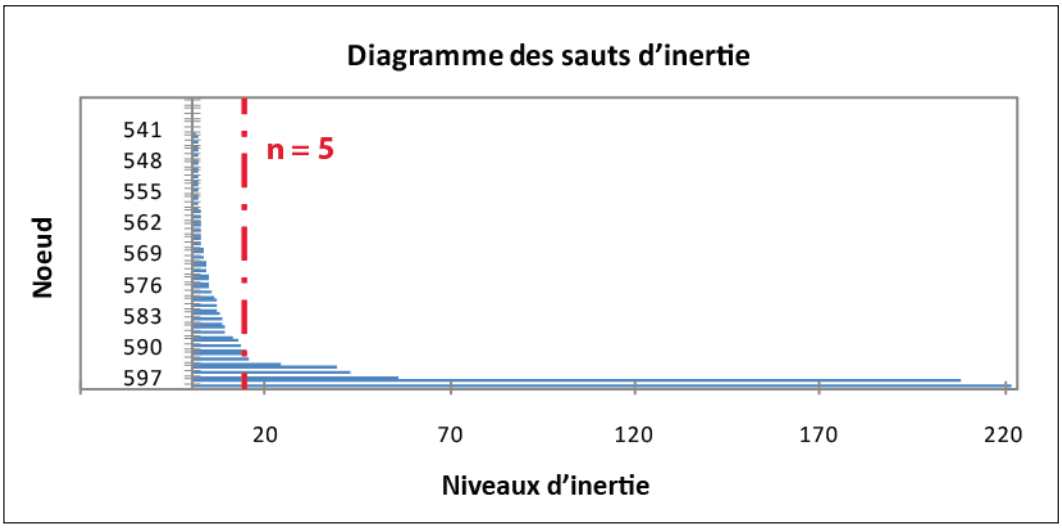


Figure 88 : **Diagramme exprimant les variations de l'inertie du jeu de donnée à chaque création de groupe**

Au terme de cette démarche, le référentiel est composé de classes représentées par des individus aux caractéristiques chimiques proches, constituant autant de sources potentielles de métal distinctes. Le référentiel peut être employé en tant que corpus d'apprentissage dans le cadre d'une démarche inférentielle.

[186] J.-P. Nakache et J. Confais (2005, p. 38-42) illustrent, dans un cas d'application, l'influence du choix de l'algorithme d'agrégation sur la structure de la classification. L'exemple livré montre que la composition des classes varie relativement peu. La principale différence réside dans l'expression de la distance entre individus, et partant la hauteur des branches du dendrogramme.

2.3.4.2. Cadres d'application de l'Analyse Factorielle Discriminante

Nous avons montré, dans le paragraphe 1.7.2.4, l'intérêt d'employer cette technique pour distinguer chimiquement plusieurs centres de production sidérurgique. Rappelons que cette méthode est supervisée ; l'objectif de l'analyse est ainsi de séparer au mieux des classes d'individus définies au préalable (par exemple plusieurs districts métallurgiques). La méthode met par ailleurs en évidence les variables exerçant le plus d'influence sur cette séparation. Elle peut également être employée dans une approche prédictive. Nous distinguerons ici ces deux acceptions et justifierons nos choix quant à leur emploi.

2.3.4.2.1. Homogénéité chimique au sein d'un corpus

L'AFD a été employée récemment (Leroy S. 2010) afin de mettre en évidence une compatibilité chimique entre des produits ferreux et les espaces sidérurgiques définis dans le cadre de sa thèse. Cette démarche s'appuie sur le fait que deux classes d'individus ne pouvant être distinguées par une analyse discriminante pouvaient être, dans une certaine mesure, considérées comme chimiquement compatibles.

Conformément aux arguments avancés dans le paragraphe précédent 2.3.4.1, nous avons pris le parti d'employer exclusivement des analyses non supervisées pour la description et le partitionnement du référentiel géochimique constitué par les centres de production sidérurgiques lorrains. Nous avons toutefois mis cette approche à profit pour évaluer l'homogénéité chimique d'ensembles mobiliers. Considérant par exemple un corpus issu d'un même contexte de découverte, chaque classe définie au préalable est constituée par les inclusions analysées pour un même artefact. L'application de l'AFD permettrait de déterminer si les produits sidérurgiques proviennent de plusieurs sources d'approvisionnement ou d'une seule.

2.3.4.2.2. Emploi de l'AFD dans une démarche inférentielle

Dans le cadre de réflexion qui est le nôtre, le principe des méthodes statistiques explicatives est de constituer, dans un premier temps, un modèle permettant de décrire et de classifier une matrice de données (*n* individus caractérisés par *p* variables répartis en *k* groupes définis *a priori*) avec une perte d'information minimum. Ce modèle est ici construit à partir d'un corpus d'apprentissage, constitué dans notre cas par des centres de production du fer lorrains. Ces ensembles sont définis par la signature chimique des fragments de minerai et des scories de réduction associés à l'exploitation d'un type de minerai particulier. On cherchera ainsi à définir le modèle permettant de distinguer au mieux les signatures chimiques des différents ensembles de production. Une fois ce modèle constitué, on appliquera le modèle constitué aux artefacts métalliques dont on cherche à déterminer la provenance. La méthode statistique permet au final de déterminer la probabilité qu'un échantillon métallique ait été produit au sein d'un ensemble de production donné. On parle dans ce cas d'inférence statistique*. Deux types d'approches explicatives ont été envisagés dans le cadre de ce travail. Nous décrirons ici la première, qui est un prolongement de l'AFD.

En pratique, le choix d'une méthode statistique adaptée à une approche inférentielle dépend du type de relation entre la variable à expliquer et les variables explicatives. C'est la représentation mathématique, c'est-à-dire le modèle statistique à partir duquel la méthode est construite, décrivant au mieux cette relation qui apparaît comme étant la plus déterminante dans ce choix. Il s'agit ainsi de prendre les types de variables (à la fois pour la variable expliquée et les variables explicatives) en considération. Dans le cadre de la provenance d'un produit sidérurgique, la question peut être posée de deux manières.

> « *De quel centre de production, intégré dans le référentiel de comparaison, le produit sidérurgique provient-il ?* »

Cette première question définit le cadre conceptuel de l'Analyse Factorielle Discriminante dans son acception prédictive (également nommée Analyse Discriminante Décisionnelle). La variable à expliquer peut prendre plusieurs modalités, dont le nombre est égal au nombre de classes constituant le référentiel.

> « *Est-ce que le produit sidérurgique provient d'un espace sidérurgique particulier, parmi ceux constituant le référentiel de comparaison ?* »

Dans le second cas, la variable à expliquer est de type qualitatif à deux modalités (on détermine si *oui* ou *non* l'échantillon questionné est compatible avec l'espace de production envisagé). Les variables explicatives sont dans notre cas toutes continues, puisque nous considérons uniquement des teneurs élémentaires. Parmi les méthodes multivariées explicatives, la **Régression Logistique** permet, en particulier, de traiter de questions dichotomiques.

La composante explicative de la méthode discriminante AFD est dépendante de sa fonction descriptive. Il s'agit de prédire l'appartenance d'un nouvel échantillon (le produit sidérurgique questionné) à l'un ou l'autre des groupes ciblés (espaces sidérurgiques) définis à l'occasion d'une première approche descriptive. Pour cela on emploie les fonctions discriminantes établies par le biais de l'analyse effectuée sur le corpus de référence. Ces fonctions sont appliquées aux descripteurs caractérisant le nouvel échantillon. Géométriquement, les individus composant le nouvel échantillon sont incorporés à l'espace défini par l'analyse réalisée sur le corpus de référence. Leur ajout ne modifie en rien les fonctions discriminantes, et partant la disposition du nuage de points initial. Les coordonnées des points sont des projections, sur les axes discriminants définis au préalable.

La capacité prédictive d'une telle approche peut être limitée par plusieurs contraintes. En premier lieu, la présence d'individus « extrêmes » dans une ou plusieurs des classes définies a une grande influence sur les matrices de variance-covariance servant de base à l'analyse, et par conséquent sur la qualité de l'analyse discriminante. D'autre part, l'analyse discriminante se révèle plus performante dans un cas où les classes sont définies par une variable catégorielle (ou qualitative). Ce n'est généralement pas le cas pour le traitement de nos problématiques, puisque les prédicteurs sont continus (teneurs élémentaires). Enfin, l'ADL est, dans son acception inférentielle, fortement contrainte par le formalisme de la prédiction. En effet, l'échantillon d'origine inconnue est attribué à la source la plus probable parmi les classes constituant le corpus de référence. Si cet échantillon provient d'une source non incorporée au référentiel, il sera attribué à tort à l'espace sidérurgique le plus probable. Etant donné qu'il est impossible de déterminer si la source du métal est effectivement intégrée au référentiel de comparaison, cette limite apparaît fortement

contraignante dans notre cas. Nous avons ainsi envisagé l'emploi d'autres méthodes prédictives, notamment parmi les modèles linéaires[187].

2.3.4.3. Approche inférentielle : intérêts et caractéristiques des modèles de régression logistique

Plusieurs auteurs, tels que G. Saporta (2006, p. 480-481) développent l'emploi des analyses discriminantes et des modèles linéaires dans le cadre d'une approche prédictive. Nous avons par conséquent cherché à évaluer le potentiel de ces derniers, et à déterminer si leur application permettait de s'affranchir des limites développées dans le sous-paragraphe précédent 2.3.4.2.2.

2.3.4.3.1. Introduction aux modèles linéaires généralisés

L'appellation Modèle Linéaire Généralisé (ou MLG) désigne un ensemble de modèles statistiques faisant l'objet d'une généralisation du modèle de régression linéaire *stricto sensu*[188]. Le principe de ce dernier est d'exprimer une variable expliquée en fonction d'une relation linéaire impliquant les prédicteurs. Ainsi, d'après Nelder et Wedderburn (1972), le modèle linéaire généralisé se compose de trois éléments :

Un ensemble d'individus faisant l'objet de la prédiction, occurrences d'une variable-réponse Y_i (i=1,2,…,*n)*

Un vecteur linéaire de variables explicatives de la forme :

$$\beta_0 + \beta_1 X_{1i} + \beta_2 X_{2i} + \ \ldots + \beta_k X_{ki} \quad \textbf{(Équation 7)}$$

Où X_i exprime les prédicteurs, β_k les paramètres du modèle à estimer, β_0 est le paramètre correspondant à la constante du modèle[189].

Une fonction-lien g décrivant la relation entre l'ensemble des prédicteurs et la variable expliquée.

Le modèle linéaire généralisé peut ainsi s'exprimer de la façon suivante :

$$g(Y_i) = \beta_0 + \beta_1 X_{1i} + \beta_2 X_{2i} + \ \ldots + \beta_k X_{ki} \quad \textbf{(Équation 8)}$$

Dans le cas d'un modèle linéaire simple, les paramètres seront estimés selon la méthode des moindres carrés. Cette méthode se base sur la mesure de la dispersion des données par rapport au modèle calculé, pour estimer la valeur des paramètres β_k, à partir à la fois des prédicteurs et de la variable réponse. Dans le cas du MLG, la méthode des moindres carrés n'étant plus applicable, les

[187] G. Saporta (2006, p. 480-481) effectue par ailleurs une comparaison détaillée entre analyses discriminantes et modèles linéaires.
[188] Le développement mathématique de la généralisation est détaillé dans Nelder et Wedderburn (1972, p. 371-374).
[189] Cf. Cornillon *et al.* 2012, p. 141

estimations de paramètres sont réalisées de façon itérative par la méthode du maximum de vraisemblance.

2.3.4.3.2. Spécificité d'un phénomène à caractère binomial

En adoptant une approche inférentielle, nous posons la question de la compatibilité d'un produit sidérurgique avec un espace sidérurgique donné. Nous avons pris le parti de l'exprimer ainsi :

*« Est-ce que, **oui** ou **non**, en fonction de sa signature chimique, ce produit sidérurgique a été produit au sein de cet espace particulier ? »*

Nous voyons bien qu'il s'agit là d'une question dichotomique, une condition excluant forcément l'autre. Les variables explicatives sont des teneurs élémentaires, brutes ou transformées, caractérisant les espaces sidérurgiques. Ces derniers constituent la population de référence à laquelle on confrontera l'échantillon questionné. Parmi les différents MLG, le modèle logistique apparaît comme étant adapté à nos problématiques. Bien que ce modèle soit à l'origine destiné à étudier l'influence des descripteurs sur une variable expliquée observée, il peut également être employé à fin de discrimination, ou dans une démarche inférentielle. La variable réponse étant dans notre cas binaire[190], il s'agit de déterminer un seuil de décision pour l'attribution de l'échantillon *i* à la classe Y_i=0 (l'échantillon est compatible avec l'espace sidérurgique) ou à la classe Y_i=1 (l'échantillon n'est pas compatible avec l'espace.

Nous nous sommes par conséquent appliqués à évaluer le potentiel de la régression logistique pour le traitement de nos problématiques, puisqu'elle semble présenter plusieurs avantages du point de vue de l'adaptabilité, de la construction ainsi que de l'évaluation du modèle statistique. Nous détaillerons ainsi la méthode de construction du modèle et proposerons une représentation graphique adaptée à nos besoins. Enfin, nous montrerons de quelles manières il est possible d'évaluer la capacité prédictive du modèle sélectionné à partir d'un corpus d'apprentissage.

La régression logistique n'ayant pas encore, à notre connaissance, été appliquée dans le domaine des archéomatériaux, nous nous sommes attachés à développer de manière détaillée plusieurs outils employés pour juger de la qualité du modèle construit. Ces derniers sont présentés en Annexe D.

2.3.4.3.3. La régression logistique : principe mathématique

La régression logistique, dans son acception prédictive, est employée à fin d'expliquer une variable *Y* présentant uniquement deux modalités, auxquelles sont attribuées par convention les valeurs 0 et 1. Cette notation sous-tend que l'espérance* μ de *Y* représente la probabilité que la modalité *Y* soit égale à 1. On définit par conséquent la probabilité P_i, pour un cas i, que Y_i = 1, ce qui s'exprime ainsi :

[190] Echantillon questionné *compatible* ou *non* avec l'espace sidérurgique questionné

$$\mu(Y_i) = \Pr(Y_i = 1) = P_i \qquad \textbf{(Équation 9)}$$

Nous décrirons à présent l'expression mathématique du modèle logistique. P. Bressoux (2008, p. 101-102) précise bien pourquoi appliquer le modèle linéaire multivarié à une variable *Y* ne pouvant prendre que deux modalités, en utilisant la probabilité $\Pr(Y_i = 1) = P_i$ comme variable réponse à modéliser, est une démarche insatisfaisante :

A. Y_i ne pouvant prendre que deux valeurs possibles, l'hypothèse de normalité des erreurs (e_i), sur laquelle repose le cadre conceptuel des modèles linéaires, n'est ici pas valide. Les e_i suivent une loi binomiale. De plus, l'erreur de mesure est dans ce cas hétéroscédastique*, autrement dit, la variance des erreurs n'est pas constante. Or l'homoscédasticité* des erreurs[191] constitue une autre hypothèse du modèle linéaire. Par conséquent, l'estimation des paramètres β_k du modèle ne peut être effectuée par la méthode des moindres carrés, employée en général dans le cas des modèles linéaires. Il est alors nécessaire d'employer une autre méthode de d'estimation des paramètres. Il s'agit en l'occurrence de la méthode du *maximum de vraisemblance*, qui est une méthode itérative d'estimation des coefficients b_k.

B. Le caractère binomial de la variable expliquée Y_i a également une autre conséquence. Puisqu'elle n'est pas continue, le coefficient de détermination employé ordinairement afin d'évaluer la qualité du modèle linéaire, en se basant sur la force de la corrélation entre variable expliquée et variable(s) explicative(s) est inopérant. Ceci est bien illustré par la Figure 89, montrant deux modélisations possibles d'un phénomène à caractère bimodal. Nous voyons bien ici que le premier modèle se révèle inadapté au cas de figure présenté. Une fonction affine s'avérant insuffisante à la description du phénomène, il est ainsi nécessaire d'employer une fonction-lien adaptée.

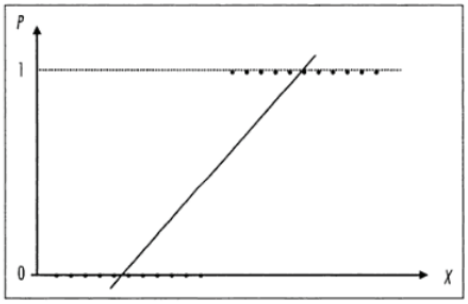


Figure 5.1
Relation linéaire envisagée d'un phénomène qui marque un effet de « rupture »

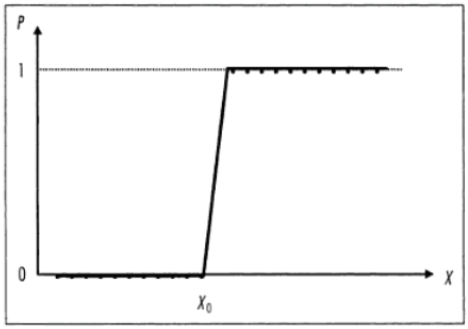


Figure 5.2
Relation qui s'accorde mieux au phénomène étudié

Figure 89 : Deux exemples de modélisation d'un phénomène s'exprimant de façon bimodale. En haut : droite de régression « classique » (fonction affine) ; en bas, modélisation « idéale » du phénomène (Bressoux 2008)

[191] Bressoux 2008, p. 101-102

C. Il faut enfin considérer que l'estimation du modèle, et donc la fonction qui modélise celle-ci sont bornées par un intervalle P_i=[0,1] pour modéliser le phénomène par une relation linéaire, P_i étant une probabilité. Cela n'est pas le cas pour le premier exemple. Si l'on étend les intervalles dans lesquels s'inscrit le premier modèle (Figure 90), on voit que la probabilité peut être inférieure à 0 ou supérieure à 1, ce qui est impossible.

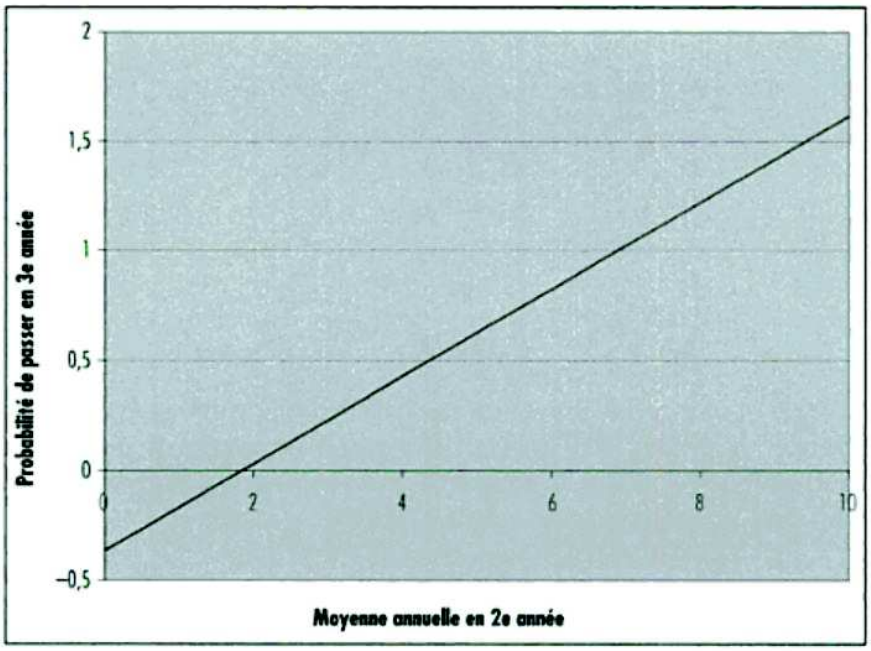


Figure 90 : La droite de régression de l'exemple précédent est cette fois représentée de façon étendue dans un intervalle fictif de P_i=[-0,5 ; 2] (d'après Bressoux 2008)

2.3.4.3.4. Construction du modèle

Les remarques formulées *supra* à l'occasion des points B. et C. montrent qu'une modélisation linéaire n'est pas la plus satisfaisante pour la description d'un phénomène se manifestant selon deux modalités. Nous l'avons évoqué à la page [*Description du GLM*], ce dernier repose sur le recours à une fonction-lien – g()- transformant la variable réponse en une variable répondant mieux aux exigences du modèle linéaire. Dans le cas du modèle logistique, la fonction de lien est appliquée à μ_i l'espérance[192] de Y_i, telle que :

$$g(\mu_i) = \beta_0 + \beta_1 X_{1i} + \beta_2 X_{2i} + \ \ldots + \beta_k X_{ki} \quad \textbf{(Équation 10)}$$

qui prend la forme d'un *Logit,* soit :

$$g(\mu_i) = \log\left(\frac{\mu_i}{1-\mu_i}\right) \qquad \textbf{(Équation 11)}$$

[192] Et donc la réponse moyenne pour Y_i

D'après la relation établie par l'$\boldsymbol{\mu(Y_i) = \mathbf{Pr}(Y_i = 1) = P_i}$ (Équation 9, l'espérance μ_i est égale à P_i. Le modèle logistique se définit au final ainsi :

$$\log\left(\frac{P_i}{1-P_i}\right) = \beta_0 + \beta_1 X_{1i} + \beta_2 X_{2i} + \ \ldots + \beta_k X_{ki} \qquad \textbf{(Équation 12)}$$

L'expression graphique de cette fonction-lien est une courbe sigmoïde (Cf. Figure 91) bornée telle que $\lim_{n\to+\infty} \log\left(\frac{P_n}{1-P_n}\right) = 1$ et $\lim_{n\to-\infty} \log\left(\frac{P_n}{1-P_n}\right) = 0$, ce qui apparaît comme beaucoup plus adapté à la situation présentée auparavant.

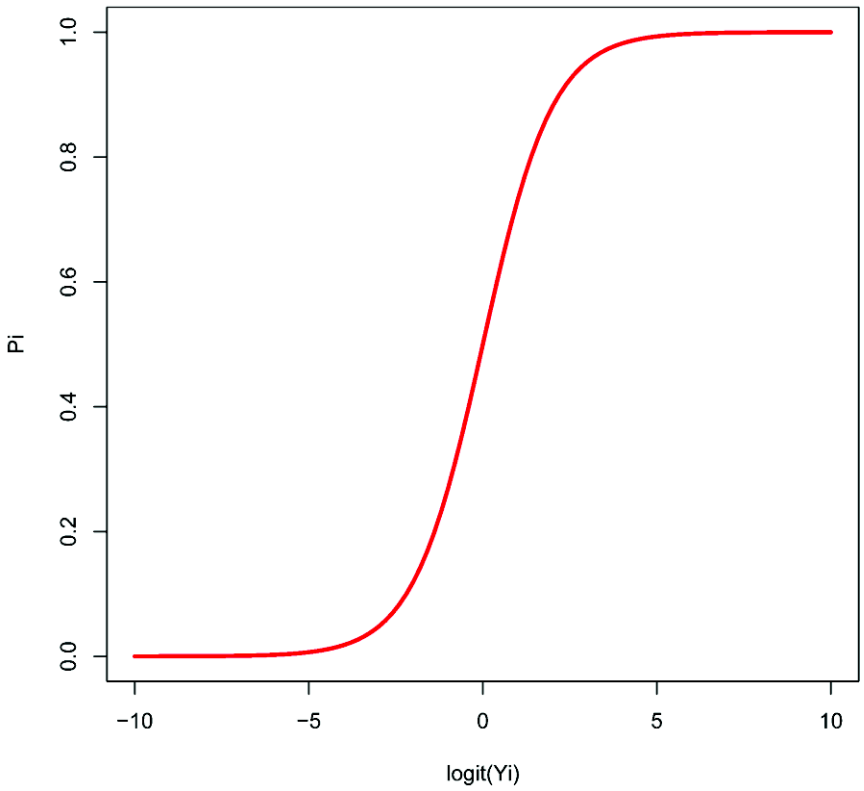


Figure 91 : Représentation graphique d'une fonction sigmoïde

2.3.4.3.5. Ajustement du modèle logistique

Nous venons de définir la fonction mathématique dont la forme semble la plus adaptée à la description du phénomène étudié. La prochaine étape est d'adapter le modèle linéaire associé à cette fonction[193] pour un ajustement optimal par rapport au jeu de données considéré. On cherche par la suite à maximiser la vraisemblance du modèle statistique. Nous supposons dans notre cas que la variable expliquée suit une loi binomiale. Nous allons chercher à déterminer, de manière itérative, les paramètres du vecteur linéaire de variables explicatives de façon à ce que le modèle décrive au mieux les individus observés. Cette étape est réalisée par des algorithmes de maximisation intégrés aux logiciels statistiques utilisés. Dans notre cas, l'algorithme `bayesglm` intégré dans le package

[193] Selon l'équation [juste au-dessus]

`arm`[194] a été employé. Il s'agit d'un ensemble de fonctions bayésiennes employées ici spécifiquement à l'ajustement de modèles linéaires généralisés.

2.3.4.3.6. Une représentation graphique du modèle logistique

Nous venons de définir mathématiquement le modèle logistique. Nous avons pris le parti de représenter graphiquement la distribution des valeurs *Logit* des deux classes comparées sous la forme d'histogrammes de fréquence (Cf. Figure 92). Cette représentation permet de visualiser aisément si les deux classes confrontées sont bien distinguées par le modèle. En rouge, on représente la distribution des valeurs *Logit* attribuées aux individus constituant l'ensemble de production que l'on cherche à distinguer du reste du corpus de référence, représenté en bleu. Dans le cas présenté ci-dessous, la distinction est parfaite, les deux histogrammes ne se chevauchent pas.

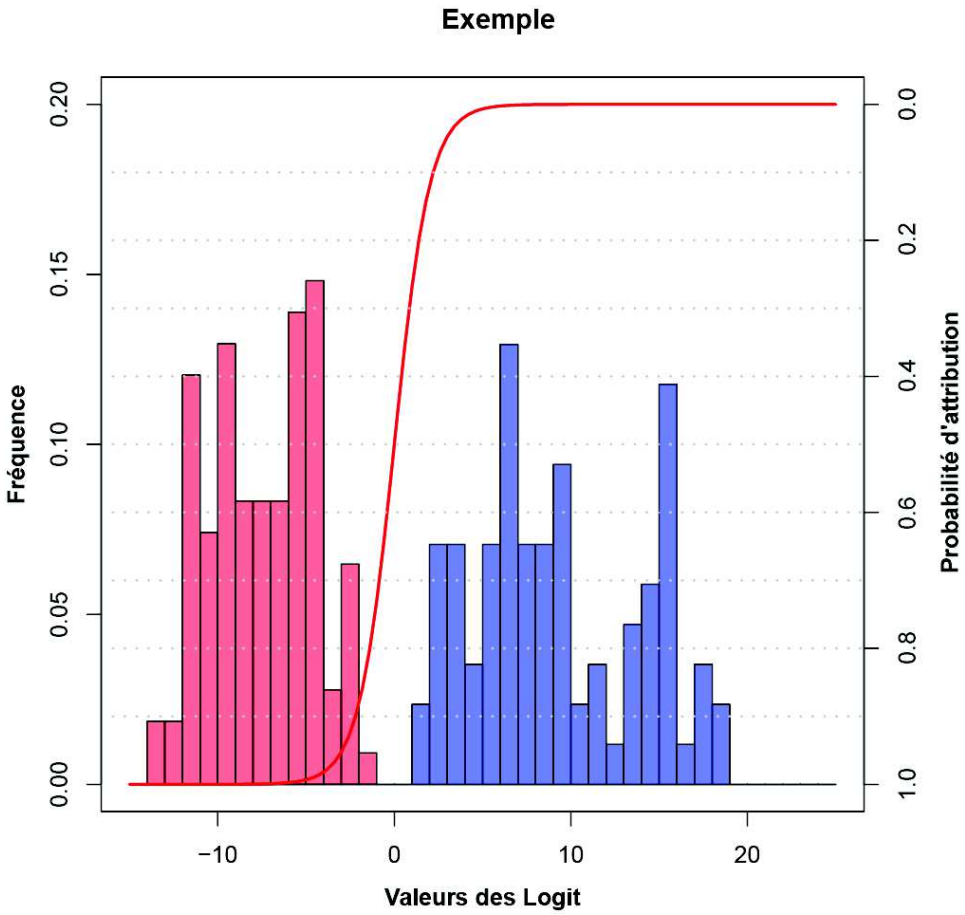


Figure 92 : Mode de représentation défini pour la distinction de classes de population par le biais de la régression logistique

[194] Cf. Gelman *et al.* 2009.

2.3.4.3.7. Interprétation des résultats et détermination des risques d'erreur

Il est nécessaire, dans le cadre de tout test statistique, de fixer des valeurs seuils au-delà desquels les résultats de l'analyse peuvent être tenus pour significatifs. Cela implique de déterminer au préalable la probabilité d'erreur associée au test (dans notre cas, il s'agirait d'attribuer à tort l'origine d'un produit ferreux à un espace sidérurgique donné). Ceci est réalisé lors de la première phase de l'analyse, régressive, à savoir lors de la construction du modèle à partir du corpus d'apprentissage.

Considérons l'information prédictive en tant que telle, exprimée par la valeur P_i attribuée à l'individu i[195]. Nous pouvons déduire cette valeur de l'équation 6 par les étapes successives :

$$\frac{P_i}{(1-P_i)} = exp(\beta_0 + \beta_1 X_{1i} + \beta_2 X_{2i} + \ \dots + \beta_k X_{ki}) \qquad \textbf{(Équation 13)}$$

à partir de laquelle nous pouvons isoler P_i :

$$P_i = \frac{exp(\beta_0+\beta_1 X_{1i}+\beta_2 X_{2i}+ \dots +\beta_k X_{ki})}{1+exp(\beta_0+\beta_1 X_{1i}+\beta_2 X_{2i}+ \dots +\beta_k X_{ki})} \qquad \textbf{(Équation 14)}$$

que nous pouvons enfin écrire de manière équivalente, en simplifiant par $exp[-(\beta_0 + \beta_1 X_{1i} + \beta_2 X_{2i} + \cdots + \beta kXki)$:

$$P_i = \frac{1}{exp[-(\beta_0+\beta_1 X_{1i}+\beta_2 X_{2i}+ \dots +\beta_k X_{ki})]+1} \qquad \textbf{(Équation 15)}$$

Il reste à déterminer à partir de quelle valeur de P_i on peut considérer de façon raisonnable que l'échantillon inconnu appartient bien à l'espace sidérurgique questionné. Une première stratégie serait de définir arbitrairement ce seuil. Une valeur très répandue pour les tests statistique est *P* = 0,95. Nous avons toutefois pris le parti de déterminer empiriquement le risque de commettre une erreur quant à l'attribution d'un individu d'origine inconnu à l'une ou l'autre classe et de fixer des seuils d'attribution ou d'exclusion.

Une procédure de rééchantillonnage qui permette de fixer le seuil de P_i pour lequel ce risque est réduit au minimum a été établie. Elle consiste à considérer successivement chaque individu constituant le corpus d'apprentissage comme étant d'origine inconnue. *n* modèles[196] constitués de *n – 1* individus sont ainsi constitués, et la probabilité d'attribution de l'individu retiré à l'une ou l'autre classe est observée. Par exemple, si le seuil P_i était fixé à P=0,7, on estimerait que tous les individus *i* pour lesquels P_i serait inférieure à 0,3 seraient exclus de l'ensemble de production questionné. En revanche les échantillons présentant une P_i supérieure à 0,7 seraient intégrés. Enfin les échantillons dont les P_i seraient comprises entre ces deux valeurs seraient non attribués. On retiendrait ainsi comme valeur seuil de P_i celle qui permettrait une distinction des deux classes engendrant le moins d'erreurs possible. Différents seuils sont imposés successivement au modèle statistique, et les résultats d'attribution sont comparés.

[195] Bressoux 2008, p. 232

[196] Par conséquent légèrement différent du modèle tenant compte de l'ensemble du corpus d'apprentissage.

Le tableau suivant (Tableau 4) synthétise les résultats obtenus pour l'attribution des individus d'un corpus fictif à une classe définie *a priori*. Le meilleur compromis est un seuil de 0,1 puisque seul un individu est attribué à tort, soit un risque d'erreur de 0,26 %. 22 individus ne peuvent pas être attribués à une classe donnée. Si le seuil défini avait été de 0,05, le risque de se tromper aurait été le même, mais le nombre d'individus non prédits aurait été plus important (34 individus, soit 8,99 %). Dans ce cas précis, un produit sidérurgique d'origine inconnue avec une valeur P_i supérieure à 0,9 serait considéré comme compatible avec l'espace questionné. On remarque par ailleurs que si l'on admet un risque d'erreur plus important, un seuil de 0,5 permet une attribution juste dans 97 % des cas, ce qui reste très satisfaisant.

Cette procédure sera décrite de manière plus précise à l'occasion de sa première application pratique, dans la sous-partie 3.3.5 de ce mémoire.

Seuil Pi	JUSTES		FAUX		NON PREDITS	
	Nombre	pourcentage	Nombre	pourcentage	Nombre	pourcentage
0,95	343	90,74	1	0,26	34	8,99
0,9	355	93,92	1	0,26	22	5,83
0,8	361	95,5	5	1,32	12	3,17
0,7	363	96,03	5	1,32	10	2,64
0,6	365	96,56	7	1,85	6	1,59
0,5	367	97,09	11	2,91	0	0

Tableau 4 : Taux d'échantillons prédits justement, à tort, ou non prédits (population = 378 individus)

2.3.4.3.8. Limite de l'analyse

Nous avons évoqué, au cours du paragraphe 2.3.4.2, la principale limite d'application de l'AFD dans notre cas. Rappelons qu'il s'agissait d'une erreur d'attribution d'un produit sidérurgique d'origine inconnue à l'une des classes du référentiel si la véritable source de métal n'était pas intégrée à ce dernier. S'ils ne sont pas exposés à la même contrainte, les résultats issus d'une régression logistique sont tout de même influencés par la composition du référentiel géochimique. Nous avons remarqué, à l'usage, que certains produits sidérurgiques pouvaient être attribués à l'un des groupes chimiques de référence alors qu'ils n'étaient pas strictement compatibles. Ainsi, un produit sidérurgique chimiquement proche d'un centre de production, mais ne provenant pas de ce dernier, pourrait être attribué à tort. Nous avons mis en place un protocole de vérification de la compatibilité chimique entre centre de production et métal d'origine inconnue. La démarche que nous avons employée pour traiter de la provenance de produits ferreux sera présentée dans son intégralité dans la sous-partie 2.3.5.

2.3.5. Description de la démarche constituée pour le traitement de l'information chimique

Le recours aux moyens statistiques est répandu en archéologie, et s'exprime par l'emploi d'une variété d'outils statistiques. Nous avons proposé, au cours du chapitre 1, un bilan succinct des méthodes les plus couramment employées pour traiter des données chimiques en vue de répondre à des questionnements archéologiques, et plus particulièrement des problématiques de provenance. Notons bien qu'il ne s'agit pas là d'un bilan visant l'exhaustivité ; nous nous sommes concentrés sur les méthodes les plus courantes et présentant le potentiel le plus important au vu de nos objectifs. Les principales caractéristiques, possibilités et limites de ces méthodes ont été évoquées ont été évoquées au fil de cette sous-partie 2.3. Nous avons pris ces informations en considération afin de définir une méthodologie pour l'étude des données géochimiques portées par les minerais, scories de réduction et inclusions de scorie dans le contexte des activités sidérurgiques anciennes. Les études précédentes menées en ce sens, ainsi que des débats entretenus sur différentes notions telles que la transformation de données, nous ont permis de définir cette méthodologie, en permettant une transcription la plus précise possible de nos problématiques en termes statistiques.

Nous avons de plus établi, avec l'aide précieuse de Catherine Bourgain, chercheuse à l'INSERM, une démarche statistique inférentielle adaptée aux questions de provenance des produits sidérurgiques reposant sur l'emploi de la régression logistique. Cette solution a été envisagée pour répondre à certaines contraintes évoquées pour des travaux précédents. Soulignons qu'il s'agit là d'une méthode employée de manière marginale en archéologie[197], mais qui semble présenter un potentiel important pour le traitement de données ayant trait à la composition chimique des archéomatériaux. Cette méthode a également été employée pour traiter une question de nature différente concernant les procédés d'obtention du métal sur un édifice médiéval de la ville de Metz.

Nous avons décrit *supra* les principales caractéristiques de ces méthodes. Tenant compte de ces dernières, une démarche reposant sur l'emploi successif d'analyses multivariées a été constituée afin de répondre aux problématiques inhérentes à la distinction de centres de production du métal et à la diffusion de ce dernier.

Etape 1 : Une approche préliminaire consiste à explorer de manière non supervisée, les données chimiques dont nous disposons : signature inclusionnaire des produits sidérurgiques dont on cherche à déterminer l'origine, et diversité géochimique exprimée par le référentiel à disposition. Nous pouvons ainsi formuler la question suivante $\mathbf{Q_1}$: « *La signature chimique d'un produit sidérurgique d'origine inconnue apparaît-elle similaire à une part du référentiel géochimique ?* ». Pour ce faire, une ACP est ainsi réalisée sur le corpus de comparaison géochimique[198]. Cette analyse vise à appréhender la variabilité chimique des minerais et scories associés aux activités de production

[197] Les seuls exemples livrés par notre recherche bibliographique concernent l'emploi de cette méthode dans une démarche prospective visant à déterminer les emplacements les plus probables de sites archéologiques au sein d'un espace géographique en intégrant divers facteurs environnementaux (Baxter 2003, p. 61).

[198] Constitué par les échantillons de minerai et scorie de réduction récoltés sur les sites de production primaire en Lorraine.

primaire, au sein du corpus de référence constitué en fonction de la question posée[199]. Les produits sidérurgiques d'origine inconnue sont ainsi intégrés en tant *qu'individus supplémentaires* dans l'analyse. De cette manière, ces derniers n'ont pas d'influence sur la variance globale du corpus de référence, et sur la définition des composantes principales. Les projections, dans l'espace multivarié, des points (inclusions ou teneurs moyennes par individu) caractérisant la signature chimique inclusionnaire des produits sidérurgiques sont ainsi déterminées par des composantes principales qualifiant la diversité chimique des activités de production uniquement. Notons que nous nous heurtons, à ce stade, à l'une des principales contraintes liées à la représentation graphique des résultats de cette analyse. Les plans définis par les composantes principales n'expriment qu'une part, plus ou moins importante, de la variance totale du référentiel de comparaison, entraînant une perte d'informations. Notre perception des relations chimiques entre centres de production et produits sidérurgiques peut ainsi être biaisée.

Nous chercherons, dès lors, à qualifier les différences pouvant exister entre les *clusters* représentés dans l'espace multivarié de l'ACP. Une méthode de partitionnement, dans ce cas la Classification Ascendante Hiérarchique[200], est ainsi employée sur les projections des points, caractérisant à la fois les centres de production et les produits sidérurgiques, sur les composantes principales exprimant la plus grande variance. Le bénéfice de cet emploi est double : cela permet d'exprimer une part importante de la variance globale du nuage de points obtenu par le biais de l'ACP, tout en profitant de la réduction du bruit autorisée par l'emploi de cette dernière. Plusieurs stratégies de sélection du nombre de composantes à prendre en compte sont décrites par I. Jolliffe (2002, p. 111-130). Nous avons privilégié la méthode du pourcentage cumulé de variance décrite par l'auteur ; ce dernier indique que les composantes conservées doivent exprimer 80 à 90 pourcents de la variance totale (*id.*, p. 112).

Les individus composant le corpus de référence, ainsi que les produits sidérurgiques questionnés sont représentés sur un dendrogramme dont les branches sont « coupées » à un niveau d'inertie donné[201]. Si ces derniers sont inclus dans une classe n'incorporant par ailleurs aucun individu, minerai ou scorie, caractérisant un centre de production sidérurgique, on peut raisonnablement considérer que l'origine du produit sidérurgique ne peut pas être déterminée au vu de l'état de nos connaissances actuel. Dans le cas contraire, le produit peut être considéré comme compatible avec l'un (ou plusieurs) des centres de production constituant le référentiel. Deux cas peuvent être distingués :

- le produit est compatible avec un seul ensemble de production[202]. Nous chercherons dans ce cas à vérifier si la signature chimique caractérisant le ou les produit(s) sidérurgique(s) peut être distinguée de celle de l'ensemble de production en question. Ceci est réalisé par le biais de l'**étape 3**.

[199] Il n'apparaît pas pertinent, dans tous les cas, de constituer un corpus de référence comportant la totalité des données géochimiques dont nous disposons à l'heure actuelle sur les activités de production anciennes. Il paraît préférable de restreindre ce dernier en fonction des produits sidérurgiques questionnés. Seront ainsi privilégiés les centres de production constituant les sources les plus probables, tels que ceux contemporains, ou géographiquement proches des contextes de consommation.

[200] L'algorithme de classification retenu est celui du critère de Ward (Nakache, Confais 2005, p. 37).

[201] La stratégie de choix de ce niveau a été décrite dans le paragraphe 2.3.4.1.

[202] Les inclusions (ou l'expression de la signature chimique moyenne des inclusions) d'un produit sont incorporés dans une classe comprenant par ailleurs uniquement les marqueurs géochimiques attribués à **un seul et même** ensemble de production.

- le produit est compatible avec plusieurs ensembles de production[203]. Nous chercherons dans un premier temps à nous assurer que les ensembles de production constituant la classe en question peuvent être distingués les uns des autres. L'ensemble de production le plus probable est également défini. Ceci est réalisé lors de l'**étape 2**.

Outre la possibilité d'estimer la similarité entre les signatures chimiques d'un métal d'origine inconnue et de centres de production, l'approche adoptée permet de vérifier la cohérence chimique des ensembles de production tels qu'ils ont pu être constitués au préalable. Si des individus constitutifs d'un même ensemble défini *a priori* sont décrits comme très différents par le biais de cette méthode, il peut être pertinent de questionner leur attribution.

L'exemple présenté en Figure 93 illustre les résultats obtenus à l'issue de l'étape 1. Le dendrogramme est coupé à un niveau de dissimilarité permettant d'obtenir deux classes. La première comprend uniquement un produit sidérurgique (G). Celui-ci est considéré comme non compatible avec l'ensemble du référentiel géochimique, constitué de deux ensembles. Les six autres objets sont considérés comme compatibles avec le référentiel. La CAH ne permettant pas de distinguer les ensembles I et II, une analyse discriminante sera employée, constituant l'**étape 2.**

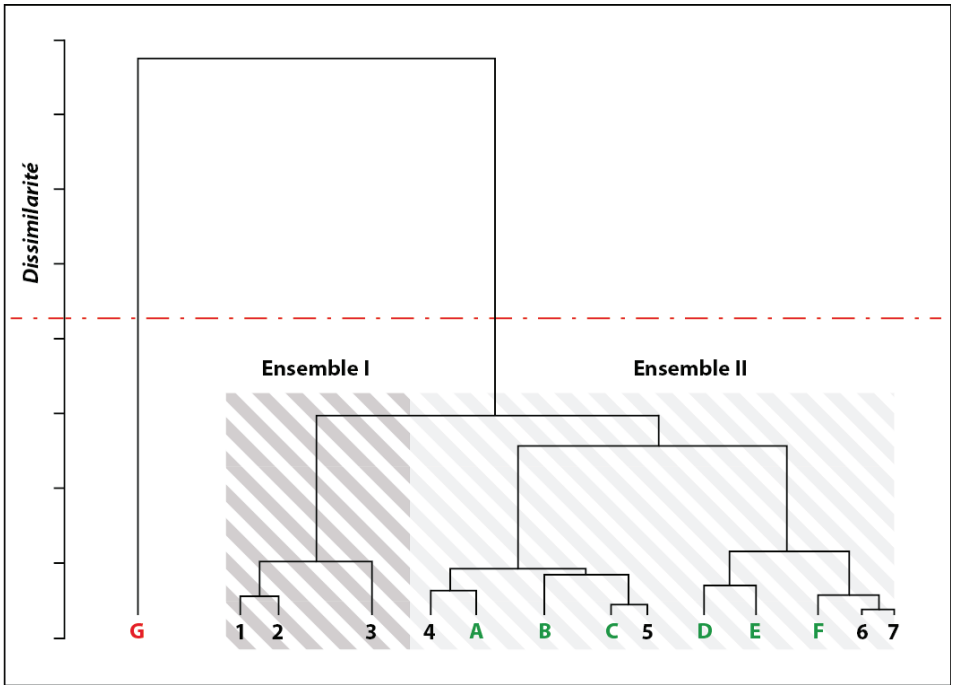


Figure 93 : Classification Ascendante Hiérarchique réalisée sur un exemple fictif, illustrant les résultats obtenus à l'issue de l'étape 1

Etape 2 : L'approche descriptive de l'**étape 1** a mis en évidence des ensembles de production (I et II)présentant des signatures chimiques suffisamment semblables pour que le partitionnement du corpus effectué par le biais de la CAH soit insuffisant pour les distinguer. La mise en œuvre de méthodes d'analyse discriminantes s'avère ainsi nécessaire. Nous cherchons par ce biais à répondre

[203] Les inclusions (ou l'expression de la signature chimique moyenne des inclusions) d'un produit sont incorporés dans une classe comprenant par ailleurs uniquement les marqueurs géochimiques attribués à **plusieurs** ensembles de production.

à la question $\mathbf{Q_{2a}}$: « *Des ensembles de production présentant des signatures chimiques non séparables quand un corpus large d'ensemble de production est considéré peuvent-ils être distingués ?* ». Parmi les méthodes présentées auparavant, l'Analyse Factorielle Discriminante et la Régression Logistique sont adaptées à un tel questionnement.

Ces analyses, supervisées, nécessitent une attribution *a priori* des échantillons à un ensemble de production[204]. L'AFD prédictive et la régression logistique offrent la possibilité de prédire l'appartenance de produits sidérurgiques à l'un des ensembles de production intégrés à l'analyse. Le référentiel de comparaison géochimique est dans ce cas employé en tant que corpus d'apprentissage. Là encore, deux cas peuvent être distingués :

- Les ensembles sont parfaitement discriminés. Les combinaisons linéaires calculés, Facteurs Discriminants (pour l'AFD) ou Logit (Régression Logistique), peuvent être employées en tant que tels pour évaluer la probabilité que le produit sidérurgique soit compatible avec un ensemble de production particulier.

- Les ensembles ne sont pas parfaitement discriminés. Il est nécessaire d'évaluer la capacité prédictive du modèle constitué. Ceci est réalisé en employant des outils tels que matrices de confusion ou courbes ROC, présentés en Annexe D. La capacité prédictive du modèle doit être prise en compte dans l'interprétation des prédictions d'appartenance du ou des produit(s) sidérurgique(s) à l'un des ensembles de productions potentiels intégrés à l'analyse.

Si ces deux méthodes se révèlent efficientes pour la discrimination de classes, les limites affectant leur fonction prédictive doivent être prises en compte dans notre cadre de réflexion. Quelle que soit la méthode employée, la prédiction est réalisée à partir de l'expression de variables sur une population donnée (corpus d'apprentissage). Ceci implique de manière intrinsèque que l'ensemble de production dont provient effectivement le métal d'origine inconnue soit constitutif du référentiel de comparaison. Or, il nous est impossible de déterminer si cette condition est remplie. L'ensemble ayant effectivement produit ce métal peut ne pas avoir été caractérisé chimiquement à ce jour. Ainsi, un ensemble de production auquel l'analyse attribuerait la probabilité la plus forte constituerait, parmi les ensembles intégrés à l'analyse, l'origine la plus probable du métal. La probabilité d'appartenance n'est donc pas absolue.

L'aspect prédictif de l'analyse réalisée lors de l'**étape 2** permet de répondre ainsi à la question $\mathbf{Q_{2b}}$: « *L'un des ensembles de production intégrés à l'analyse constitue-t-il une source probable ? »*.

Considérant les résultats de l'exemple présenté en Figure 94, une analyse discriminante a été réalisée afin de distinguer les ensembles de production I (symbolisé par l'histogramme bleu) et II (histogramme rouge). La question de l'attribution des produits sidérurgiques à l'ensemble II est posée par l'analyse. Quatre (A, C, D, E) sont jugés compatibles, un autre (F) non, tandis qu'il est impossible de confirmer ou réfuter l'attribution du dernier (B). Celui-ci, ainsi que les quatre individus jugés compatibles, feront l'objet de la dernière étape de notre raisonnement.

[204] Cette cohérence est évaluée lors de l'étape 1 de la démarche présentée.

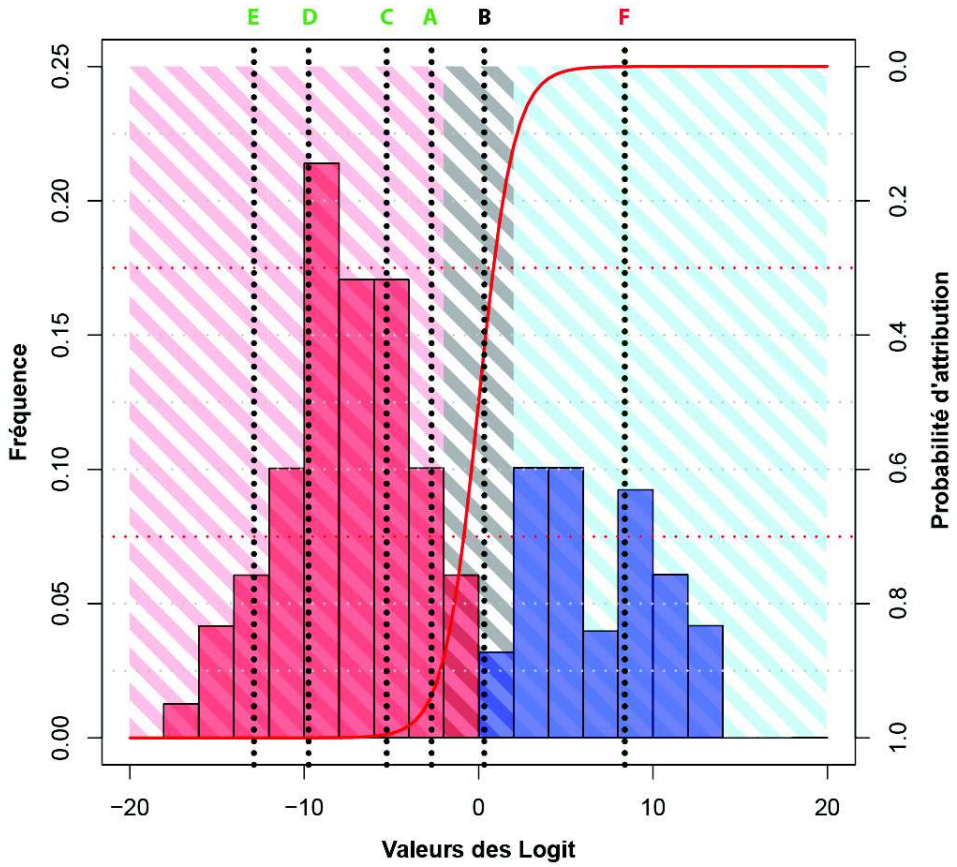


Figure 94 : Résultats d'une régression logistique réalisée sur un exemple fictif, illustrant les résultats obtenus à l'issue de l'étape 2

Etape 3 : Cette dernière étape a pour objectif de déterminer si le ou les produit(s) sidérurgique(s) questionné(s) est (sont) compatible, de manière absolue, avec l'ensemble de production le plus probable. Nous désirons ainsi répondre à la question $\mathbf{Q_3}$: « *La signature chimique d'un objet d'origine inconnue peut-elle être distinguée du domaine chimique de l'ensemble de production le plus probable ? ».* Nous avons pris le parti d'employer à nouveau la méthode définie lors de l'**étape 1** de notre démarche. Le référentiel de comparaison est constitué par l'ensemble géochimique considéré comme la source probable à l'issue de l'**étape 2**. Nous cherchons désormais à comparer les signatures chimiques de la source la plus probable et des produits sidérurgiques questionnés. L'Analyse en Composantes Principales intègre par conséquent les objets d'origine inconnue[205]. Il s'agit bien ici de comparer les signatures chimiques du métal d'origine et de l'ensemble de production sidérurgique le plus probable.

La Classification Ascendante Hiérarchique réalisée subséquemment permet de mesurer la similarité ou la dissimilarité de la signature chimique caractérisant le produit sidérurgique d'origine inconnue par rapport à celle de l'ensemble de production le plus probable. Dans l'exemple illustré par la Figure 95, les produits sidérurgiques D et E sont intégrés à des classes comportant également des scories et minerais définissant l'ensemble de production (représenté par les hachures grises). Ils sont par conséquent chimiquement compatibles avec l'ensemble. En revanche, les produits A, B et C

[205] Rappelons qu'au cours de l'**étape 1**, ces derniers étaient intégrés en tant qu'*individus supplémentaires*, et ne participaient pas au calcul des composantes principales.

sont attribués à une branche distincte ; ils ne proviennent pas, par conséquent, de l'ensemble de production le plus probable.

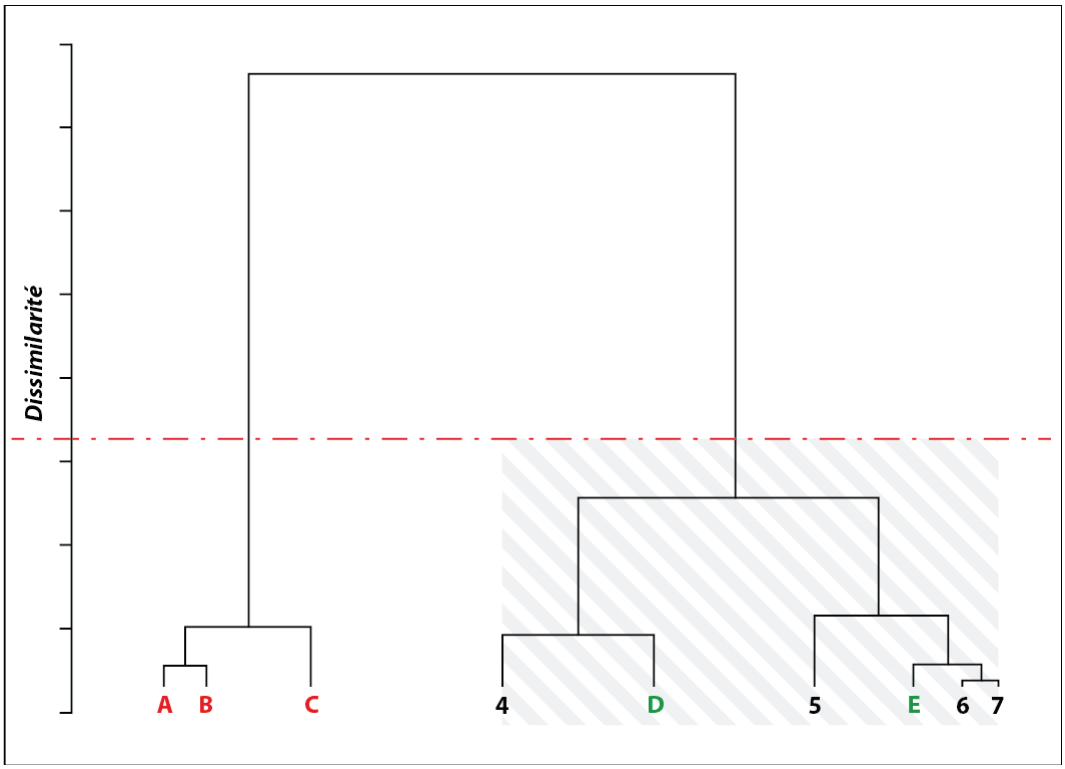


Figure 95 : Classification Ascendante Hiérarchique réalisée sur un exemple fictif, illustrant les résultats obtenus à l'issue de l'étape 3

La démarche est présentée de manière synthétique par le schéma *infra* (Figure 96). Elle sera appliquée à l'étude des contextes de production, de travail et de consommation du métal décrits au fil de la sous-partie 2.1.2, constituant le support des réflexions présentées dans les trois prochains chapitres. La méthodologie présentée au sein de ce sous-chapitre a ainsi été employée successivement pour distinguer chimiquement des espaces de production du fer, étudier la persistance de la signature chimique du système de réduction au travers de la chaîne opératoire, et à déterminer la provenance de produits sidérurgiques mis au jour en contexte de consommation.

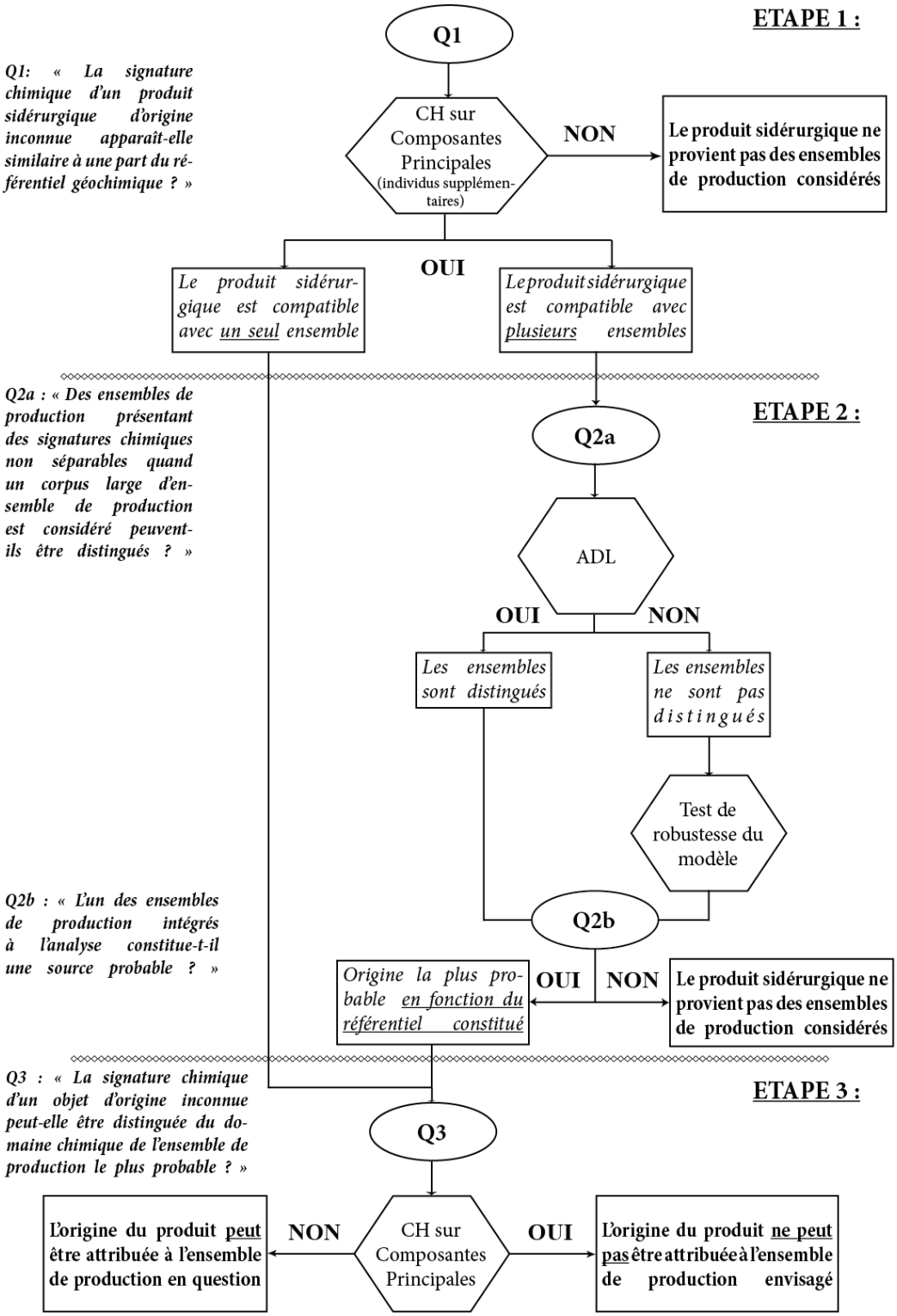


Figure 96 : Schéma synoptique présentant la démarche de traitement de l'information chimique appliquée dans le cadre de ce travail en vue d'établir la compatibilité chimique entre produits sidérurgiques d'origine inconnue et sources potentielles de métal

Chapitre 3

Les ensembles de production du fer en Lorraine avant le XVIe s. : caractérisation de la signature chimique

Un des enjeux majeurs du présent travail est d'enrichir notre perception de la diversité géochimique caractérisant les activités anciennes de production du fer en Lorraine. Nous l'avons déjà évoqué, cet espace qui avait été considéré comme marginal du point de vue des activités de production sidérurgique aux époques anciennes s'est vu conférer une toute nouvelle importance par les travaux de recherche de Marc Leroy, menés depuis la fin des années 1980. Le bilan historique dressé par ailleurs à l'issue de son travail de thèse montre que plusieurs secteurs lorrains, tels que le Barrois, ont connu une activité sidérurgique au moins dès le milieu du XIIe s. Il apparaissait ainsi très probable que ces zones aient constitué le cadre d'une exploitation antérieure. Cette hypothèse nous a amenés à réaliser les prospections évoquées à l'occasion du chapitre précédent. Ces campagnes ont permis de collecter des minerais et scories de réduction permettant, ainsi que nous le montrerons au fil de ce chapitre, d'étoffer notre perception de la diversité des signatures chimiques caractérisant les centres de production sidérurgiques lorrains.

Avant de décrire de manière détaillée les caractéristiques chimiques du référentiel constitué dans le cadre de ce travail[206], nous définirons le terme d'*ensemble géochimique de production*, qui sera employé dans le cadre de ce travail pour désigner des groupes de contextes de production du métal définis par une signature chimique homogène. Nous nous attacherons enfin à distinguer chimiquement, par une approche multivariée, les ensembles géochimiques de production définis.

Du système de réduction à l'ensemble géochimique de production

Lorsque la question de la provenance des produits sidérurgiques anciens est abordée par le biais de la composition chimique des inclusions de scorie, le raisonnement se fonde généralement sur l'hypothèse d'une relation chimique entre l'échantillon métallique et les minerais de fer potentiellement exploités (Coustures *et al.* 2003, Desaulty 2008, Leroy 2010). Plus précisément, la

[206] A savoir une partie des échantillons constituant la base PalSid ainsi que les minerais et scories de réduction collectés dans le cadre du travail de thèse.

composition chimique des inclusions de scorie reflète celles des composantes du *système de réduction*[207], et plus particulièrement celle du minerai. La notion d'héritage chimique, ainsi que l'influence des composantes du système de réduction sur la signature chimique des scories de réduction ont fait l'objet d'une discussion détaillée, respectivement dans les parties 1.4 et 1.3 de ce mémoire.

Rappelons que si l'on considère la signature chimique d'un système de réduction d'un point de vue théorique, la composition du minerai employé pour produire du fer est effectivement le facteur le plus déterminant sur la signature chimique de ce système. Toutefois d'autres paramètres doivent être pris en compte. Le système de réduction du métal se trouve également constitué de composantes immatérielles. En particulier, l'ensemble des choix opératoires effectués par les métallurgistes revêtent également une importance qui, bien que délicate à évaluer, ne doit pas être ignorée. Enfin, d'autres composantes, telles que la conduite de feu qui, en contraignant les conditions physico-chimiques du système, déterminera également les processus de formation du métal et de la scorie (Mahé-Le Carlier, Ploquin 1999). Par ailleurs, les nombreuses opérations de fouille réalisées sur des ateliers de production du fer en Europe, notamment en France, Grande-Bretagne, Allemagne et Europe Centrale, ont révélé une diversité importante des caractéristiques techniques des fourneaux. Il s'agit notamment de leur morphologie, du mode d'évacuation de la scorie de réduction ou du type de système de ventilation adopté. Il apparaît encore délicat d'évaluer l'influence relative de ces paramètres sur les processus physico-chimiques ayant cours au sein d'un bas fourneau.

La composition chimique de la scorie produite par un système de production, dépendant des facteurs évoqués *supra*, est ainsi spécifique à ce dernier. Toutefois, des systèmes de réduction employant le même minerai et fonctionnant selon des conditions opératoires similaires produisent une scorie dont la composition chimique est proche (Leroy S. 2010). S'il s'avérait impossible de distinguer la composition chimique de scories issues de plusieurs systèmes de réduction, ces derniers constitueraient un même ensemble géochimique de production.

La notion d'ensemble géochimique de production

Un ensemble géochimique de production se définit ainsi, à notre sens, sur la base des caractéristiques chimiques de la scorie produite par des systèmes de réduction similaires. Les ateliers sidérurgiques au sein desquels ces systèmes ont fonctionné s'insèrent également dans une trame contextuelle définie par la période d'activité des ateliers, leur localisation géographique ainsi que leur cadre sociétal et économique. L'ensemble géochimique constitue ainsi un moyen d'appréhension de l'*ensemble socio-technique de production sidérurgique*, défini par une cohérence à la fois spatiale et chronologique des activités.

Un ensemble de production dans son acception géochimique peut correspondre, de manière plus ou moins précise, à un cadre spatial ou chronologique. Il apparaît hasardeux de penser l'adéquation entre ensembles géochimiques de production et ensembles socio-techniques de production comme systématiquement exclusive. Un ensemble géochimique de production défini par une signature chimique donnée ne caractérisera ainsi pas forcément dans son ensemble un cadre

[207] Nous avons également employé le terme de « système opératoire » afin de désigner les systèmes de réduction.

socio-économique de production reposant sur l'exploitation de minerais différents. A l'inverse, des sites distants de plusieurs dizaines de kilomètres et occupés à des époques différentes pourront appartenir au même ensemble géochimique. Par ailleurs, un même contexte de production est susceptible d'appartenir, concomitamment[208] ou successivement, à plusieurs ensembles géochimiques de production. Nous nous appliquerons ainsi à constituer, au fil de ce chapitre, les ensembles géochimiques de production qui constitueront le référentiel permettant de définir des sources potentielles de métal. Nous établirons également les cadres géographique et chronologique de chacun. Le contexte paléosidérurgique lorrain illustre bien, à travers les divers contextes de production, les cas de figure évoqués ci-dessus, et constitue un support approprié à une discussion portant sur l'adéquation entre ensembles géochimiques et ensembles socio-techniques de production sidérurgique. Traitant principalement d'ensembles **géochimiques** de production dans ce mémoire, nous avons pris le parti d'employer l'appellation abrégée « ensemble » associée à une mise entre crochets des appellations désignant les groupes géochimiques qui seront définis à l'issue de ce chapitre.

3.1. Description chimique de contextes de production primaire lorrains

Les données géochimiques intégrées récemment à la base de données PalSid[209], ainsi que les analyses de composition globale effectuées sur les échantillons prélevés à l'occasion des campagnes de prospection effectuées dans le cadre de la thèse ont été traitées afin de distinguer chimiquement plusieurs groupes de sites de production du fer au sein de l'espace lorrains. Nous avons pris le parti de distinguer les lots de minerais et scories de réduction selon deux critères. Les données associées à la réduction du minerai oolithique aalénien et du minerai sidérolithique (*Fer fort)* sont majoritairement extraites de sites référencés dans la base de données géochimiques PalSid. Les contextes de production liés à l'exploitation de la *Minette lorraine* ayant fait l'objet de plusieurs dizaines d'analyses chimiques, nous nous sommes contentés d'exploiter la base PalSid, et d'effectuer, quand cela s'est avéré nécessaire[210], des analyses complémentaires. Les sites associés à l'exploitation du *Fer fort* ont quant à eux fait l'objet de nouvelles campagnes de prélèvement et d'analyse au cours du présent travail.

[208] Nous entendons par là, au cours d'une même phase d'occupation d'un site.
[209] Nous entendons par là les analyses ayant permis le dosage de l'ensemble des éléments traces nécessaires à notre démarche.
[210] Les analyses les plus anciennes effectuées au SARM du CRPG de Nancy n'incluaient qu'un nombre restreint d'éléments traces. Ce problème sera d'ailleurs évoqué à plusieurs reprises au fil de ce chapitre.

Les autres groupes d'échantillons de référence[211] ont été distingués dans un premier temps par la localisation géographique des sites. Les échantillons caractérisant chacun de ces groupes seront décrits de la façon suivante : les caractéristiques chimiques des fragments de minerai (éléments majeurs, puis traces), celles des scories de réduction (éléments majeurs, puis traces), avant d'évaluer la compatibilité chimique de ces deux catégories de marqueurs pour un même groupe. La cohérence de l'information chimique portée par chaque groupe d'échantillons constitué sera vérifiée. La finalité de cette démarche est de définir le domaine chimique de chaque ensemble de production défini par ce biais. Ces derniers seront par la suite employés en tant qu'ensembles de référence pour les études de sites de production et de consommation du fer effectuées par ailleurs dans le cadre de la thèse.

3.1.1. Description chimique des sites associés à l'exploitation de la Minette lorraine

Les prospections thématiques ainsi que les fouilles d'ateliers sidérurgiques en lien avec l'exploitation du minerai oolithique aalénien ont permis de constituer un important corpus géochimique composés de 245 échantillons de minerais et scories de réduction. Nous définirons ici les caractéristiques chimiques de ce référentiel en décrivant successivement les minerais et les scories. Rappelons que l'extension du gisement de minerai oolithique aalénien est interrompue au niveau de l'anticlinal de Pont-à-Mousson, formant deux bassins, le *Plateau de Haye* et le *Pays-Haut* (Leroy 1997, p.23). Nous distinguerons ainsi ces derniers dans la description des caractéristiques chimiques des minerais et scories de réduction mis au jour au sein des contextes de production primaire. Le nombre d'échantillons analysés par site, ainsi que la localisation de ces derniers, sont représentés sur la carte en Figure 97.

[211] Il s'agit des sites situés dans le secteur des vallées de l'Othain et du Loison (Nord Est de la Meuse), des sites de production fouillés aux environs de Saint-Dizier (Leroy, Merluzzo 1998), des sites prospectés dans le secteur du Barrois, ainsi que dans la vallée de la Bruche.

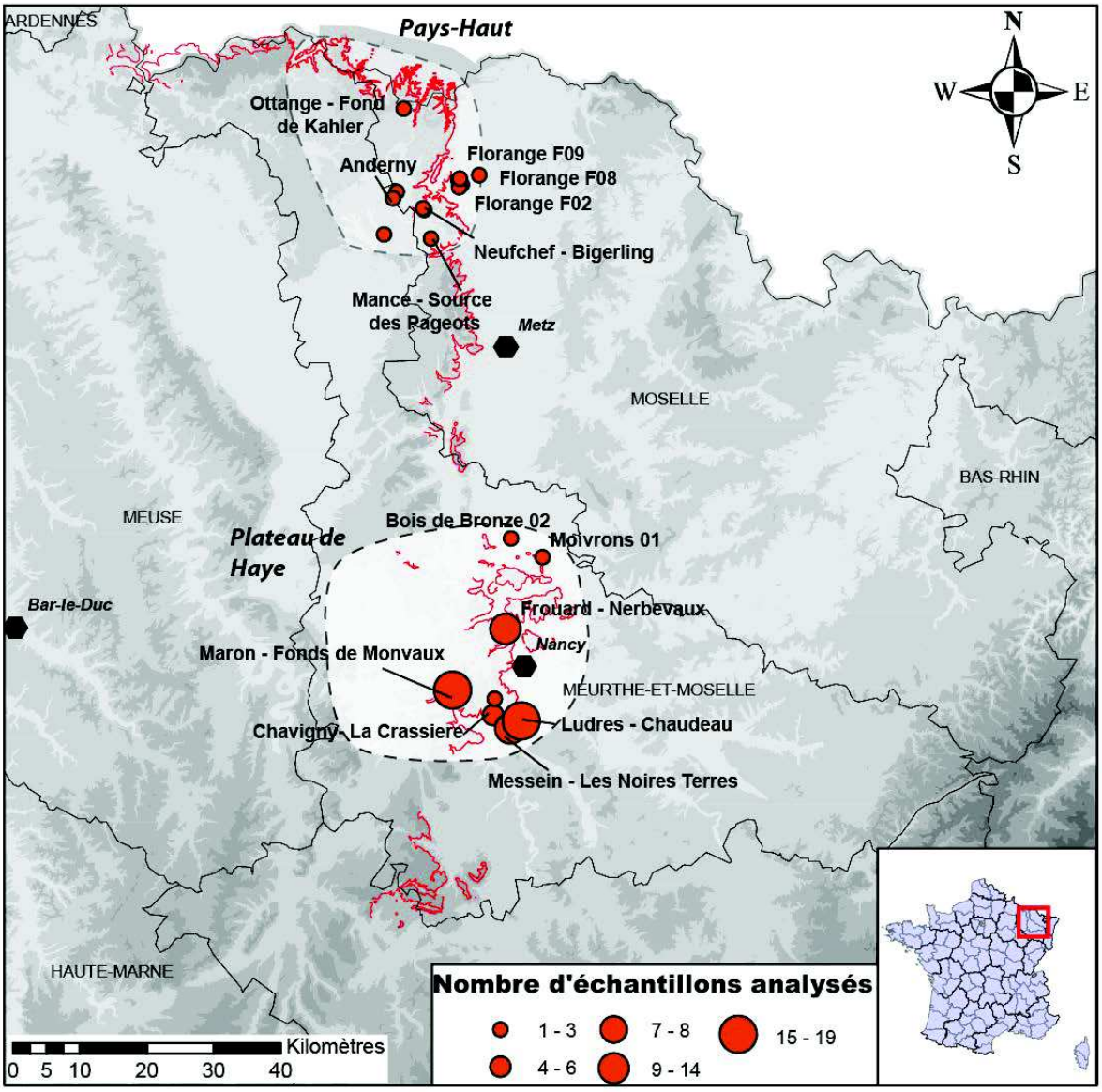


Figure 97 : Carte de répartition des sites associés à l'exploitation de la *Minette* pour lesquels les marqueurs géochimiques ont bénéficié d'une caractérisation chimique exhaustive ; le liseré rouge représente les affleurements de minerai oolithique aalénien (Fonds de carte Pierre Machut et GEOFLA-IGN)

3.1.1.1. Description chimique des échantillons de minerai

Eléments majeurs – minerai

La *Minette* est de loin le minerai lorrain le mieux caractérisé chimiquement, du fait de l'intérêt économique qui lui a été porté du milieu du XIXe s. jusqu'au milieu du XXe s. Il se démarque notamment par des teneurs relatives importantes en alumine et en oxydes de calcium. Il comporte également des quantités non négligeables de magnésium et de phosphore.

La base de données PalSid incorpore 51 échantillons de minerai, prélevés sur 26 sites. 21 échantillons sont issus des sites localisés dans le Pays-Haut et 30 proviennent du Plateau de Haye.

Les sources anciennes, notamment les ingénieurs des mines, laissent entendre que la composition du minerai oolithique du Lias est variable, en décrivant ce dernier tantôt plus siliceux, tantôt plus calcique. Les teneurs en éléments majeurs des individus pour le corpus considéré apparaissent effectivement dispersées, puisque l'écart-type relatif présente des valeurs comprises majoritairement entre 20 et 40% pour des échantillons issus d'un même bassin sidérurgique. Toutefois, il est important de remarquer que les compositions moyennes en éléments majeurs des deux bassins sont très similaires. Il semble ainsi, sur la base de ce corpus, que la variabilité de composition du minerai est un phénomène d'échelle locale. Cette dernière n'est pas perceptible lorsque l'on considère l'ensemble du gisement (Cf. Figure 98).

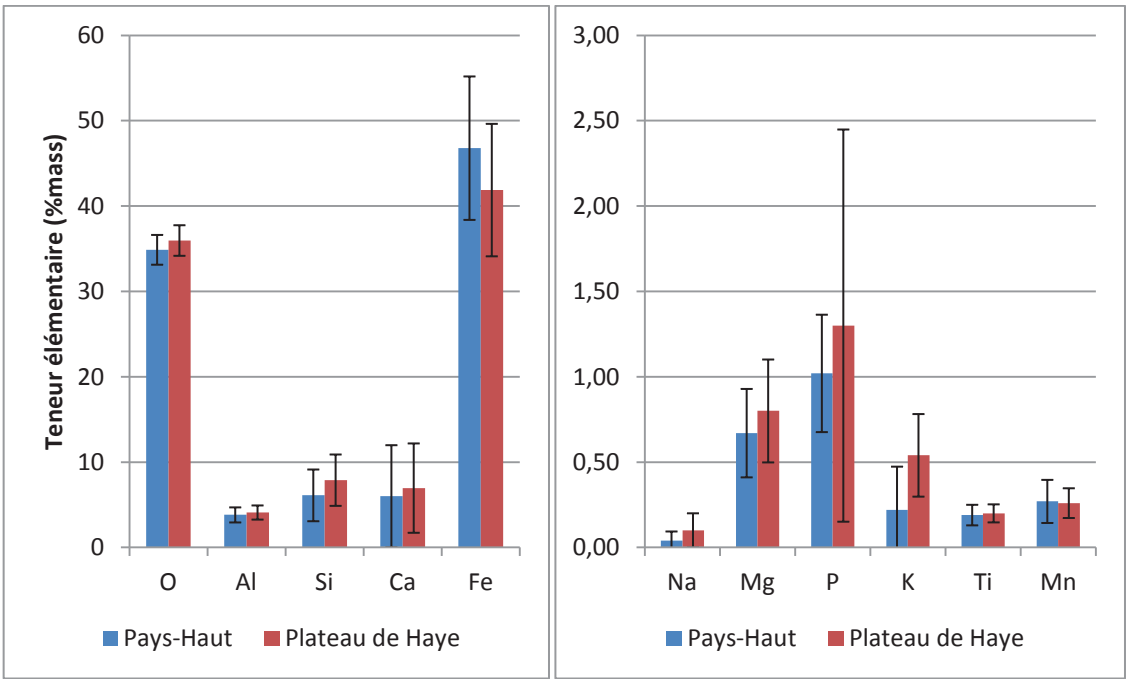


Figure 98 : Teneurs massiques moyennes des minerais en éléments majeurs, comparées entre les secteurs du Pays-Haut et du Plateau de Haye[212]

Eléments traces – minerai

Une majorité des données chimiques des éléments présents à l'état de traces[213] disponibles pour les minerais dans la base PalSid est issue d'analyses réalisées au cours des années 1990. Celles-ci n'intégraient pas systématiquement les terres rares, éléments considérés depuis quelques années pour les approches d'héritages chimiques (Coustures *et al.* 2003 ; Desaulty 2008 ; Leroy S. *et al.* 2012). Ainsi le nombre d'échantillons disponibles pour établir la signature en éléments traces des minerais et scories de réduction issus de la base de données PalSid est plus réduit que pour les éléments majeurs.

Les échantillons de minerai retenus proviennent principalement de trois sites de réduction ayant fait l'objet de fouilles archéologiques et situés dans le secteur du plateau de Haye. Le minerai utilisé dans le cadre de réductions expérimentales menées sur la plateforme expérimentale du Musée de l'Histoire du Fer de Nancy, provenant de l'exploitation moderne du Val de Fer à Neuves-

[212] Les barres d'erreur associées aux histogrammes présentés tout au long de ce chapitre expriment les écarts types des teneurs massiques.
[213] Ces éléments seront par la suite dénommés *éléments traces.*

Maisons, complète ce corpus. Un dernier échantillon provient d'une zone d'exploitation à ciel ouvert sous forme de minières du lieu-dit *Les Cinq Fontaines*, sur la commune de Villers-lès-Nancy. Ce sont ainsi au total 21 échantillons répartis sur 6 sites qui constituent les données de référence pour les éléments traces. Tous les échantillons de minerai retenus proviennent du même bassin sidérurgique, celui du Plateau de Haye.

La Figure 99 présente en abscisse les éléments traces dont l'emploi peut être envisagé dans le cadre de cette étude. La teneur mesurée dans les échantillons (ici moyennées par site) est présentée en ordonnée. Pour chaque échantillon, les compositions de chaque élément sont reliées entre elles. Ainsi, sur ce type de représentation, les éventuelles différences de composition chimique entre deux échantillons (ici sites) sont mises en évidence par la différence de pente entre les segments reliant les teneurs.

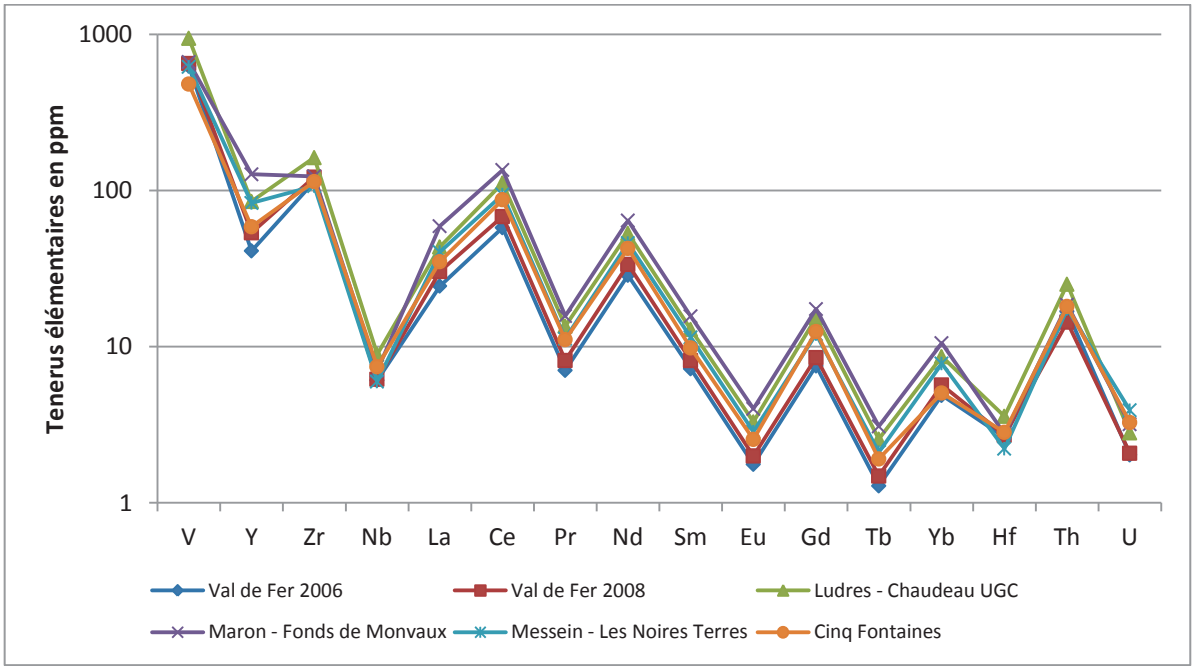


Figure 99 : Teneurs massiques moyennes en éléments traces des échantillons de minerai de *Minette*

Ici, les concentrations élémentaires moyennes pour chaque site montrent un profil similaire. Seule la teneur moyenne en yttrium des minerais du site de Maron – *Fonds de Monvaux* apparaît légèrement supérieure à celles des autres sites.

3.1.1.2. Description chimique des scories de réduction

La grande majorité des sites de réduction fouillés ou prospectés en Lorraine sont liés à l'exploitation du minerai oolithique. Le corpus de référence comporte 197 échantillons de scorie, issus de 27 sites pour le bassin du Pays-Haut et de 25 sites pour celui du Plateau de Haye.

Eléments majeurs – scories

Les compositions élémentaires moyennes des deux bassins sont comparables, si ce n'est pour deux éléments, le calcium et le fer (Cf. Figure 100). La teneur moyenne en calcium des scories de réduction du Plateau de Haye apparaît près de deux fois supérieure à celle des scories du Pays-Haut. Bien que les écarts types soient élevés pour cet élément, les teneurs moyennes reflètent une réelle différence de composition des scories entre les deux secteurs géographiques. Ceci peut paraître surprenant, puisque les teneurs en calcium du minerai sont tout à fait similaires d'un bassin à l'autre. Notons que le référentiel chimique des déchets scoriacés de ce secteur se démarque par la surreprésentation de quelques sites, tels que Ludres – *Chaudeau* ou Frouard – *Vallon de Nerbevaux*. La différence notable de teneurs en calcium pourrait dès lors refléter une composition caractéristique des déchets mis au jour sur ces sites. Cette hypothèse sera discutée à l'occasion du paragraphe 3.1.1.3 suivant.

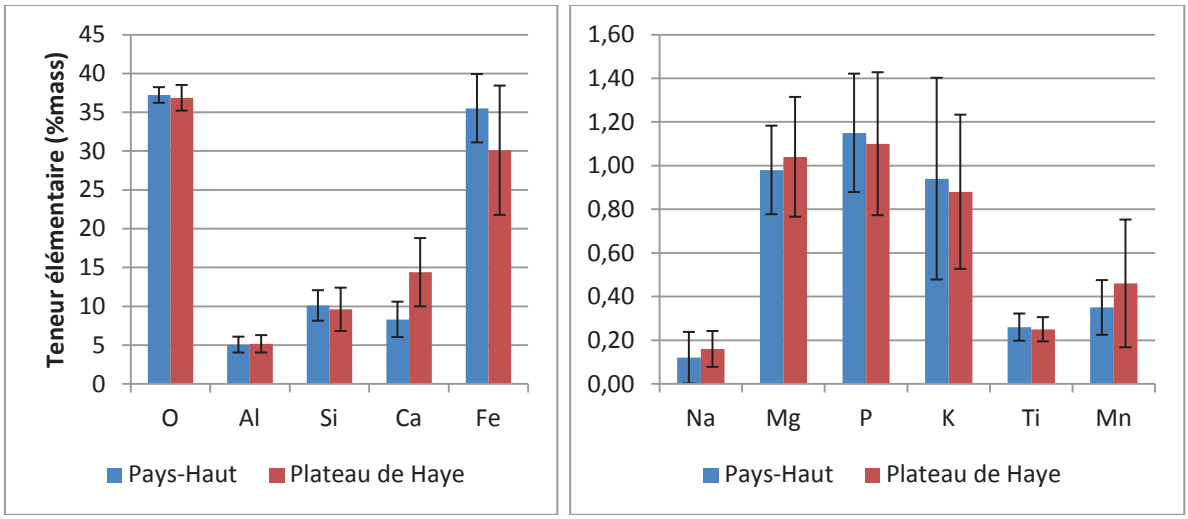


Figure 100 : Teneurs massiques moyennes en éléments majeurs comparées pour les scories de réduction des bassins du Pays-Haut et du Plateau de Haye

Eléments traces – scories

Dix échantillons de scorie de réduction ont été retenus pour le Pays-Haut, provenant d'autant de sites. 52 échantillons l'ont été pour le plateau de Haye, issus de 7 sites. De manière générale, les profils de concentrations moyennes par site apparaissent similaires (Cf. Figure 101). Une variabilité des teneurs est toutefois observable pour certains éléments, notamment le vanadium et l'yttrium. Par ailleurs, les compositions élémentaires en traces pour les échantillons de scorie de Clémery – *Bois de Bronze*, Moivrons – *Les Malaisés* et Lommerange – *Champ aux Trembles* se distinguent par des teneurs en hafnium et niobium plus importantes qu'attendues. Les variabilités remarquées ne sont pas liées à la localisation des sites au sein de l'un ou l'autre secteur de production. Ces derniers ne peuvent être distingués par la signature en éléments traces des scories de réduction.

Figure 101 : Teneurs massiques moyennes en éléments traces pour les sites ayant livré des scories de réduction de Minette (Données ICP-MS, CRPG Nancy)

3.1.1.3. Compatibilité chimique entre minerais et scories associés à la réduction de la *Minette*

Nous venons de montrer que les teneurs en éléments majeurs et traces des minerais et scories de réduction associés à l'exploitation de la *Minette* sont relativement homogènes à l'échelle des 19 sites pour lesquels nous disposons d'analyses complètes. En ce qui concerne les éléments majeurs, seule la teneur en calcium des scories de réduction semble différencier les secteurs de production du *Plateau de Haye* et du *Pays-Haut.* Les teneurs en vanadium, yttrium, hafnium et niobium des minerais et scories de certains sites se distinguent également de la tendance générale. Nous nous attacherons dès lors à considérer la compatibilité chimique entre les fragments de minerai et les scories de réduction analysés.

La comparaison est ici effectuée entre les échantillons de minerai (21 individus) et de scorie de réduction (51 individus) du Pays Haut, et les minerais (30 individus) et scories de réduction (143 individus) analysés pour le Plateau de Haye (Cf. Figure 102). Une partie des oxydes de fer composant le minerai est réduite en métal lors de l'opération de réduction ; les teneurs en oxydes de fer des scories sont par conséquent amoindries alors que celles des composés non réduits augmentent. Nous avons donc normalisé les teneurs des composés non réduits par celle du fer afin de pouvoir comparer la composition chimique de la scorie avec celle du minerai[214].

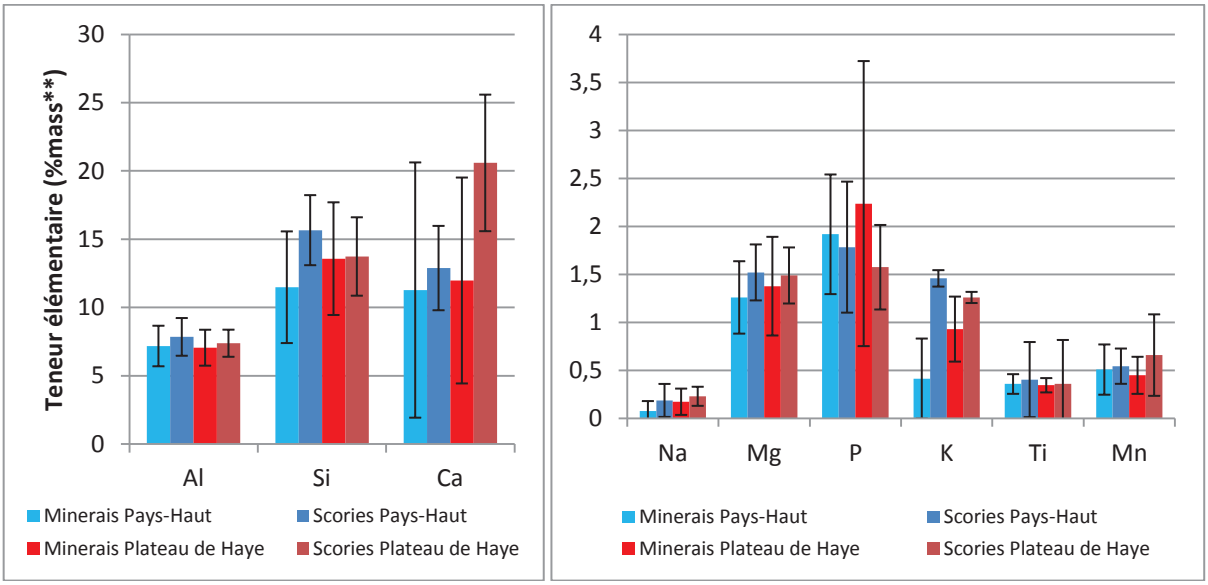


Figure 102 : Comparaison des teneurs élémentaires moyennes en majeurs entre scories de réduction et minerais de Minette, pour les secteurs du Pays-Haut et du Plateau de Haye (normalisées au fer ; données ICP-MS, Nancy)

Les teneurs élémentaires des minerais et scories de réduction du Pays-Haut apparaissent globalement similaires. Seul le potassium semble faire l'objet d'un enrichissement notable dans les scories. Ce phénomène pourrait traduire une pollution de la scorie de réduction par les cendres de charbon de bois, qui constituent une source de potassium. Les teneurs en silicium apparaissent également plus importantes.

[214] Cette normalisation a été décrite dans le paragraphe 2.3.1.2. Les teneurs normalisées par celle du fer seront exprimées en %mass** tout au long de ce travail.

Pour le Plateau de Haye, nous pouvons observer en premier lieu un appauvrissement des teneurs en phosphore des scories par rapport aux minerais. Ceci pourrait être dû au fait qu'une partie du phosphore ait migré dans le métal au cours de la réduction. A l'instar de ce qui a été observé pour le Pays-Haut, le potassium est présent en proportions plus importantes dans les scories. Nous avions remarqué auparavant que les scories de réduction des deux secteurs présentaient une différence notable des teneurs en calcium. Or les minerais des deux zones présentent des concentrations en calcium très comparables. Une telle modification de la composition chimique des scories du Plateau de Haye ne pourrait ainsi s'expliquer que par l'introduction d'un composant calcique dans les systèmes de réduction. Afin de déterminer s'il s'agit d'une tendance globale à l'échelle du secteur, ou si cet effet n'est observable que pour des ateliers particuliers, nous allons examiner la distribution de la teneur en calcium de toutes les scories analysées pour le Plateau de Haye.

La teneur en calcium suit une distribution normale, présentant toutefois une légère asymétrie vers les basses concentrations. Les scories associées à ces valeurs basses proviennent pour la majorité du site de Chavigny – *La Crassière* (Cf. Figure 103). Seul ce site s'avère caractérisé par un faible taux de calcium, les autres valeurs basses représentées sont plutôt des valeurs atypiques au sein d'ateliers pour lesquels la teneur en calcium oscille majoritairement entre 8 et 16 $\%_{mass}$.

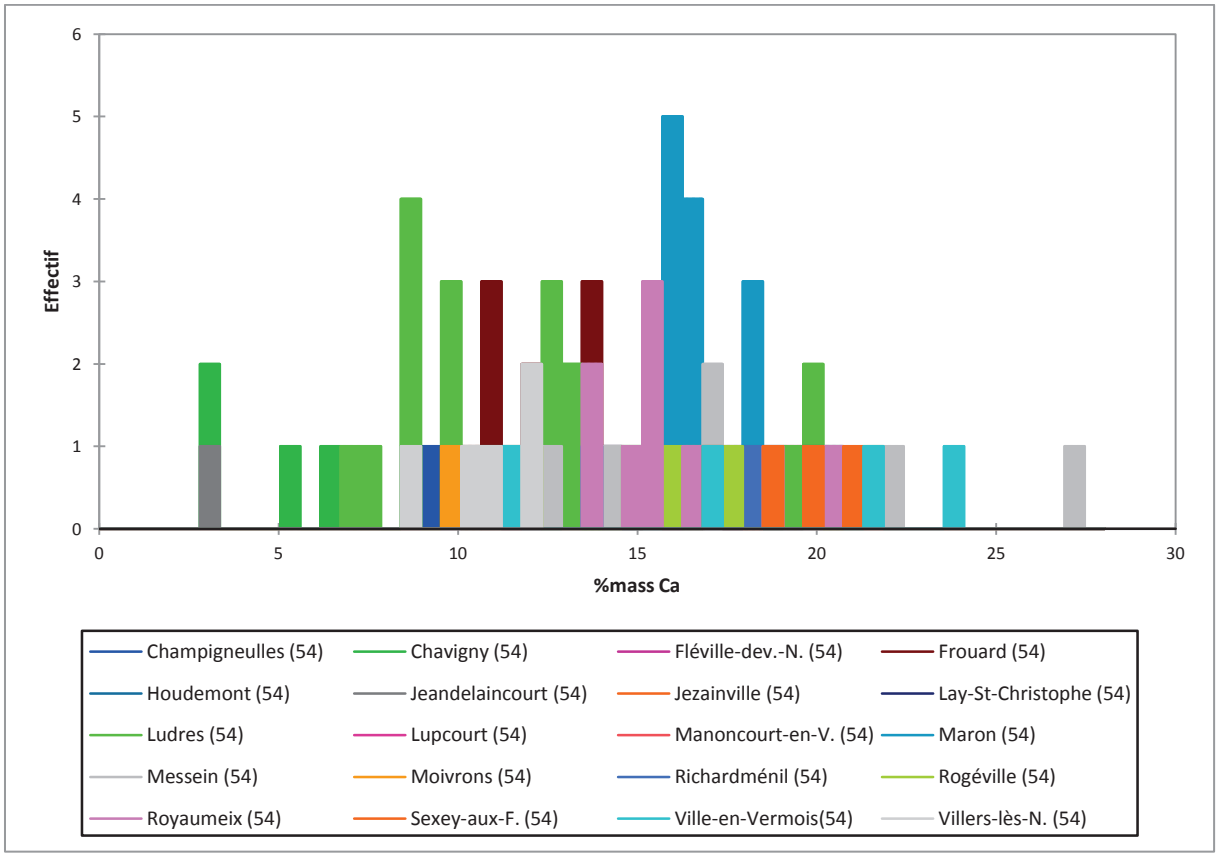


Figure 103 : Distribution de la teneur en calcium pour les scories de réduction du Plateau de Haye

L'hypothèse d'une surreprésentation, au sein du corpus de référence pour le Plateau de Haye, de quelques sites caractérisés par une forte teneur en calcium est ainsi invalidée. Le phénomène d'enrichissement relatif des scories en calcium apparaît commun à la plupart des sites

de production du Plateau de Haye. Il s'agit bien ici d'une tendance majoritaire pour ce secteur géographique. Par ailleurs, l'amplitude chronologique de la production sidérurgique figurée par les ateliers représentés ici est importante, depuis l'époque mérovingienne jusqu'au 14e s., ce qui exclut par ailleurs l'éventualité d'un phénomène caractéristique d'une période donnée.

Filiation minerai scorie – éléments traces

La comparaison des teneurs en éléments traces est effectuée, rappelons-le, sur la base des individus de PalSid pour lesquels l'ensemble des éléments chimiques considérés dans le cadre de ce travail ont été dosés[215]. Les teneurs moyennes pour l'ensemble des échantillons de minerai analysés[216], les scories de réduction des ateliers situés dans le Pays-Haut et celles des ateliers du Plateau de Haye, sont confrontées (Cf. Figure 104).

La différence de teneur moyenne en calcium constatée entre les scories provenant des sites de réduction du Plateau de Haye et du Pays-Haut interpelle. Certains éléments traces, tels que le strontium, sont fortement corrélés au calcium au sein des roches. Si la différence en calcium observée pour les scories du Plateau de Haye était due à des variations de composition chimique du minerai, la teneur moyenne en strontium des scories de réduction du plateau de Haye devrait être plus importante que pour les scories du Pays-Haut. Ce n'est cependant pas le cas ici (Cf. Figure 104), ce qui nous amène à écarter cette éventualité. Le calcium peut être également apporté par les cendres de charbon de bois lors de la réduction du minerai. Crew (2000) a montré que les cendres contenaient par ailleurs des quantités importantes de strontium et rubidium. Aucune anomalie de teneur n'est observée pour ces deux éléments. Le graphique présenté ci-dessous ne révèle aucun enrichissement des scories du Plateau de Haye pour ces derniers. Les teneurs plus importantes en calcium ne seraient pas liées à cette source de pollution. De la même manière, l'hypothèse d'un ajout lors de la réduction, sous la forme de roches calcaires, doit être écartée, puisque ce geste engendrerait également un enrichissement en strontium.

[215] Soit au total 108 échantillons de minerais et scories sur les 245 inclus dans PalSid.

[216] Les échantillons de minerai du *Plateau de Haye* et du *Pays-Haut* ne présentant pas de différence marquée de composition chimique, nous avons pris le parti d'associer les individus provenant de ces deux secteurs.

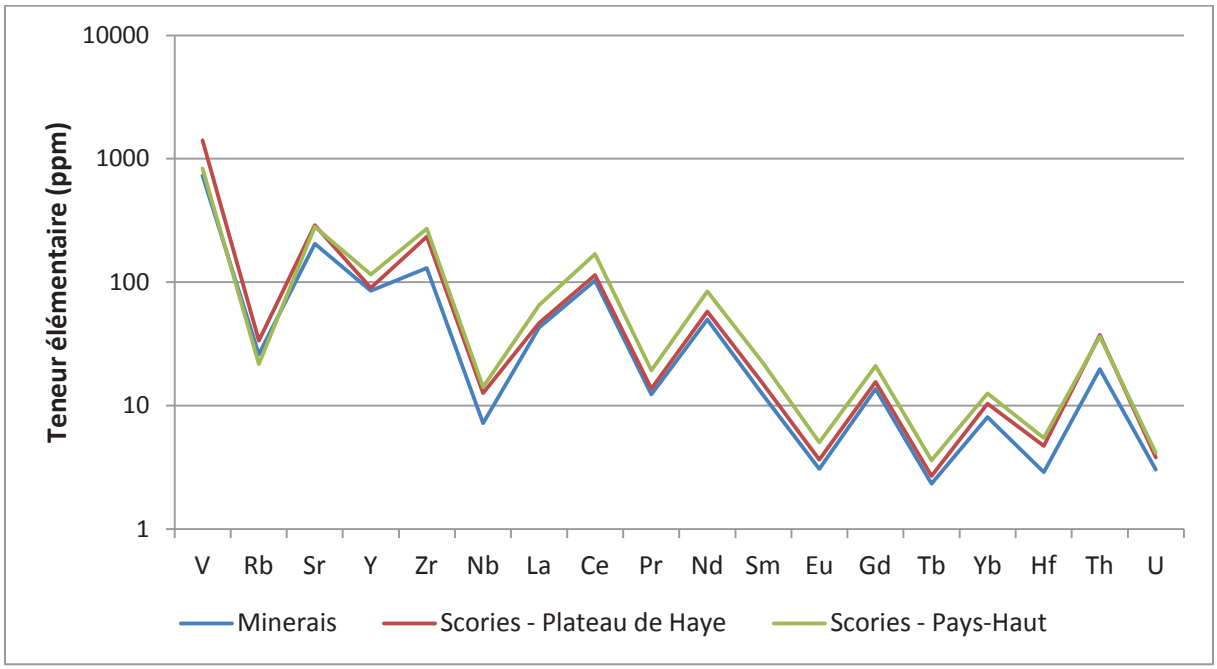


Figure 104 : Comparaison des teneurs massiques moyennes en éléments traces des échantillons de minerai et de scories de réduction, *Minette lorraine* (ICP-MS ; CRPG Nancy et ALS Chemex - Vancouver)

Par ailleurs, les teneurs moyennes en zirconium, niobium, hafnium et thorium des minerais sont plus basses que celles des scories. Les scories de réduction du Pays-Haut présentent des teneurs en éléments traces généralement un peu plus élevées que celles du Plateau de Haye. Les profils de concentration moyens apparaissent toutefois très semblables. Les profils moyens montrent bien que les signatures chimiques des minerais et des scories liées à l'exploitation du minerai oolithique aalénien sont comparables. Ceci permet d'établir, malgré la relative variabilité observée pour les éléments majeurs, la compatibilité chimique entre le minerai mis au jour en contexte archéologique et les déchets des ateliers de production associés à l'exploitation de ce dernier.

3.1.2. Les sites liés à l'exploitation du minerai sidérolithique Fer fort dans le nord du Pays-Haut

Le Fer fort constitue, après la Minette, le minerai lorrain le mieux documenté par la littérature ancienne, du fait de son exploitation intensive, surtout au cours des XVIIIe et XIXe s. Nous le rappelons, ce minerai résulte de l'altération d'une cuirasse latéritique, et se caractérise par une composition chimique relativement pauvre en alumine et oxydes de calcium (Jacquot 1868, p. 324-335 ; Leroy M. 1997, p. 31). Les sites attribués à l'exploitation du minerai sidérolithique sont situés dans le nord du Pays-Haut et au Luxembourg (Cf. Figure 105).

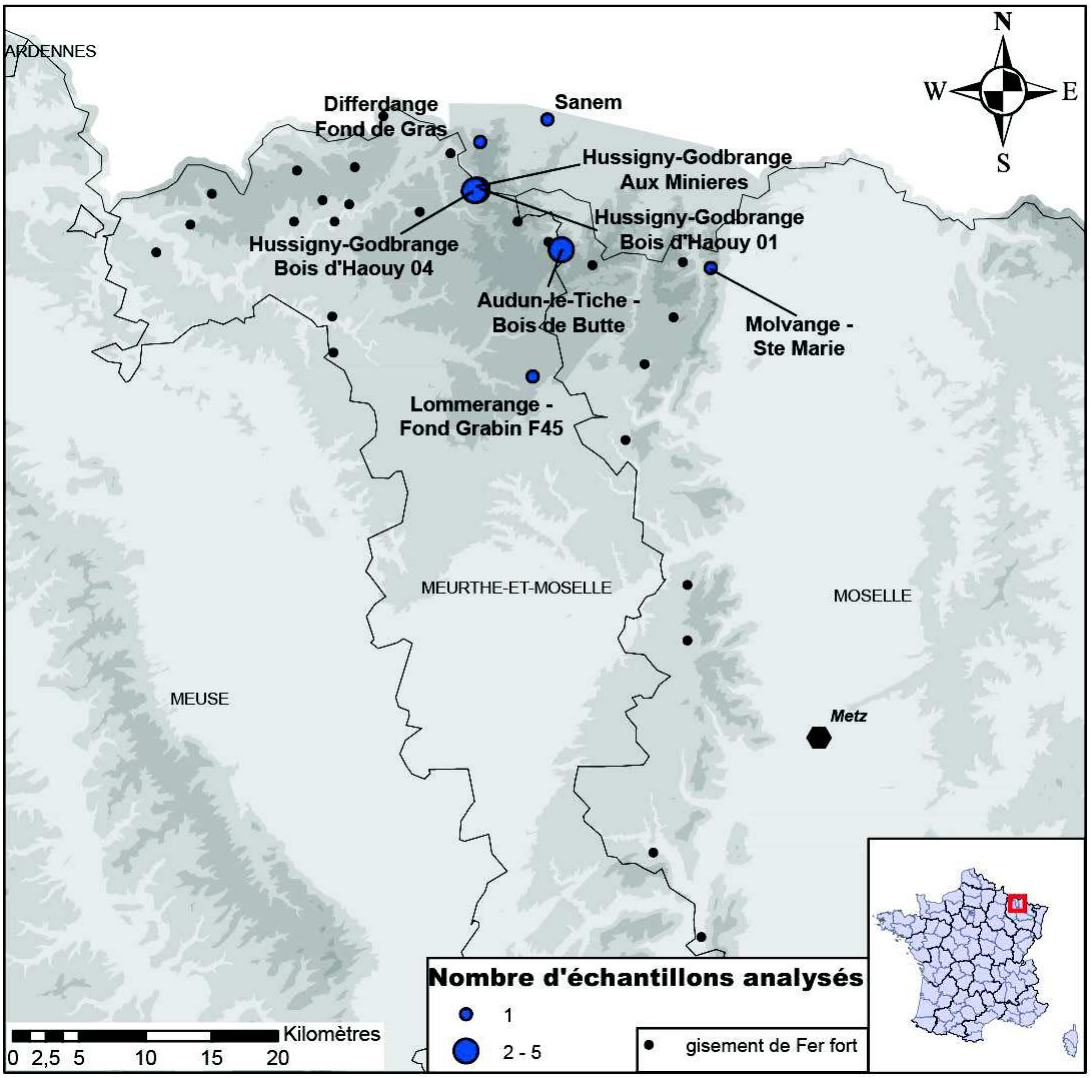


Figure 105 : Carte de répartition des sites liés à l'exploitation du *Fer fort*, pour lesquels les marqueurs géochimiques ont bénéficié d'une caractérisation chimique exhaustive. Les marqueurs circulaires noirs représentent des gisements de minerai recensés dans la littérature (Fonds de carte Pierre Machut et GEOFLA-IGN)

3.1.2.1. Description chimique des minerais

Eléments majeurs – minerai

17 échantillons de minerai de *Fer fort*, issus de 11 sites situés dans le Pays-Haut et dans la partie sud-ouest du Luxembourg, ont été analysés dans le cadre des études de M. Leroy. Les teneurs en fer des échantillons de minerai affectent une valeur moyenne de 55%$_{mass}$ (Cf. Figure 106). Seuls le silicium et l'aluminium présentent des teneurs supérieures à 1%$_{mass}$. L'échantillon de minerai provenant de Pétange se distingue par ailleurs des autres par des teneurs plus importantes en magnésium, phosphore, potassium et manganèse.

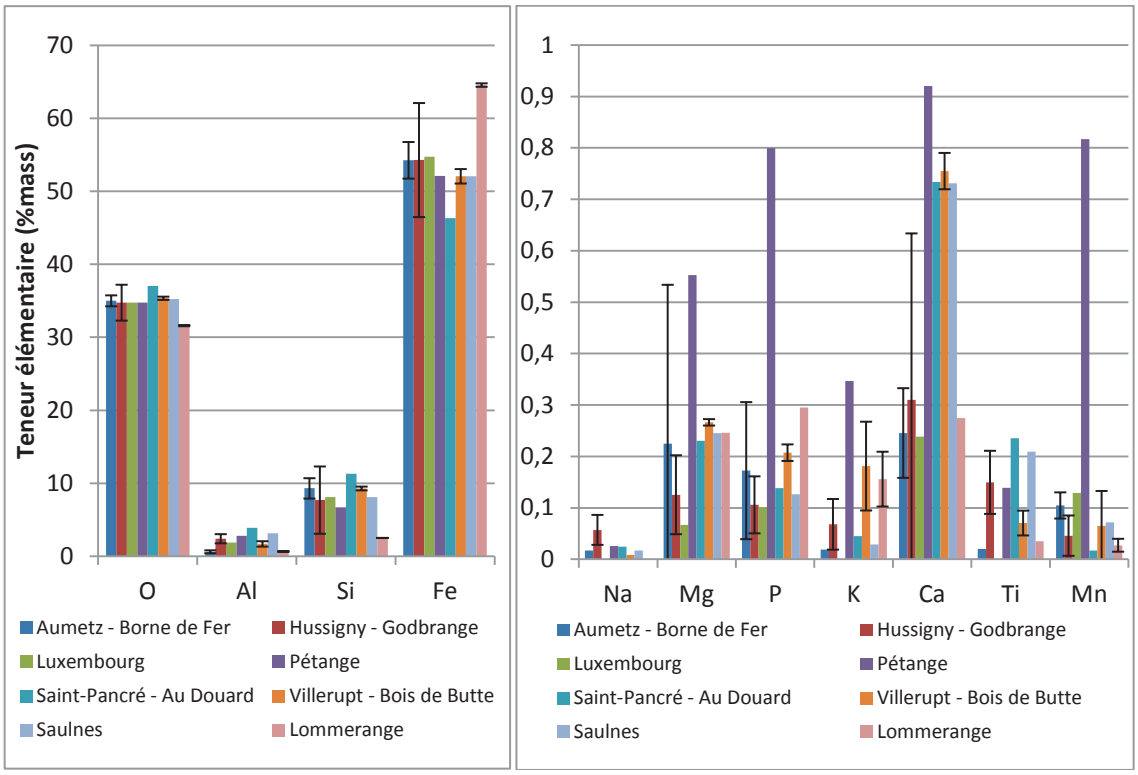


Figure 106 : Teneurs massiques moyennes en éléments majeurs, par site, des échantillons de minerai de *Fer fort* analysés (ICP-MS ; CRPG Nancy et ALS Chemex - Vancouver)

Eléments traces – minerai

Seuls deux échantillons de minerai de *Fer fort* ont fait l'objet d'une caractérisation chimique complète pour les éléments traces[217]. Ils proviennent tous deux du site *Les Minières*, situé à proximité de l'ensemble de ferriers prospecté dans le bois d'Haoüy, à Hussigny-Godbrange.

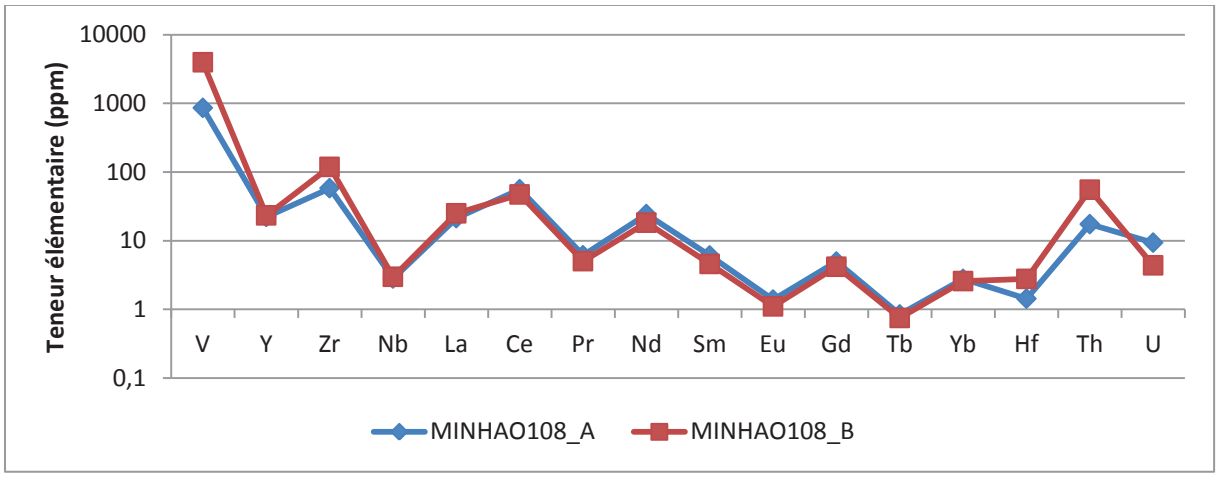


Figure 107 : Teneurs massiques moyennes en éléments traces des fragments de minerai de *Fer fort* analysés (ICP-MS ; CRPG Nancy)

[217] Rappelons-le, la quasi-totalité des minerais ont été analysés durant les années 1990 et n'ont pas bénéficié du dosage du spectre complet des éléments traces.

Les deux profils représentés en Figure 107 montrent des divergences pour les teneurs en vanadium, zirconium, hafnium, uranium et thorium. Ce sont les teneurs de ce dernier élément qui distinguent le plus les deux échantillons considérés. Le nombre très restreint d'échantillons qu'il nous est donné de comparer nous empêche toutefois d'évaluer la variabilité des teneurs en éléments traces des minerais de *Fer fort.*

3.1.2.2. Description chimique des scories de réduction

Eléments majeurs – scories

Vingt-quatre scories issues de sites attribués à la réduction du *Fer fort* ont font l'objet d'une caractérisation chimique en éléments majeurs. Elles proviennent, à l'instar des fragments de minerai décrits *supra*, de contextes situés dans le Pays-Haut et le Sud du Luxembourg. Deux individus ont été prélevés à Differdange – *Fond de Gras*, à proximité de l'oppidum du *Titelberg.* Un autre provient de la commune de Sanem. Une scorie a été analysée pour le site de Molvange – *Sainte Marie.* Deux lots de onze et huit scories provenant respectivement des ensembles de ferriers du secteur du *Bois d'Haoüy* à Hussigny-Godbrange et du *Bois de Butte* à Audun-le-Tiche constituent l'essentiel du corpus analysé.

La scorie de Molvange semble montrer une composition particulière (Cf. Figure 108). Outre une teneur basse en silicium, elle présente également une teneur en phosphore supérieure à la tendance. *A* contrario, la teneur en potassium apparaît très basse. Les scories de Lommerange semblent quant à elles plus calciques, notamment celle issue du ferrier du *Fond Grabin*. Elles apparaissent également plus phosphoreuses.

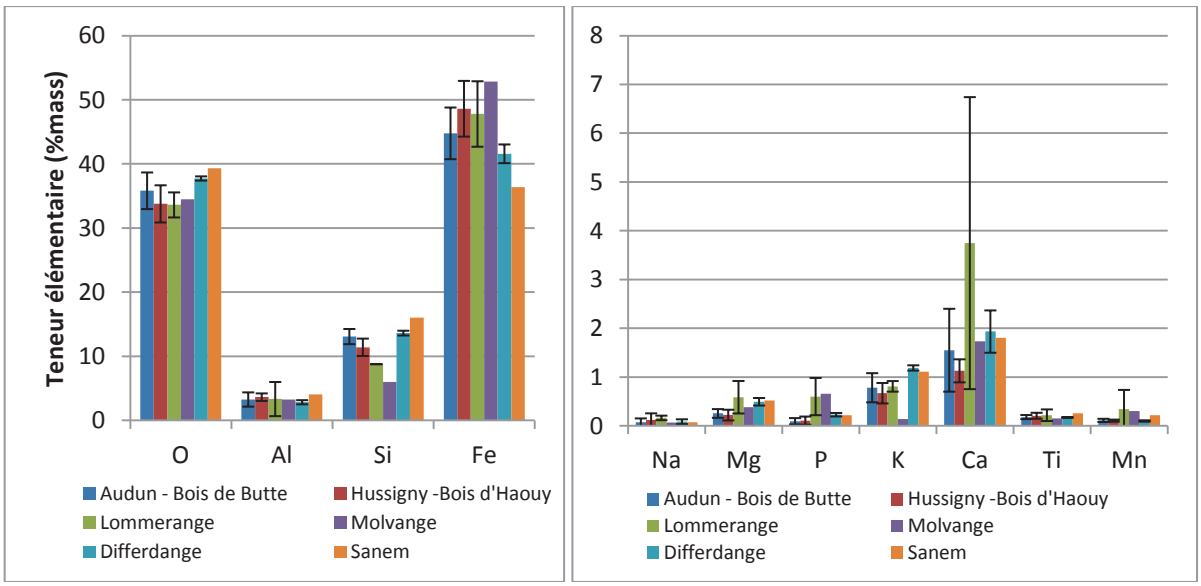


Figure 108 : Teneurs massiques moyennes en éléments majeurs, par ensembles de ferriers, des scories associées à la réduction du *Fer fort* (ICP-MS ; CRPG Nancy et ALS Chemex - Vancouver)

Eléments traces – scories

Seules 19 scories bénéficient d'une caractérisation chimique exhaustive[218]. Onze individus permettent de définir la signature chimique de l'ensemble de ferriers du *Bois d'Haoüy*[219] (Cf. Figure 109). Cinq scories représentent le groupe de ferriers du *Bois de Butte* Les sites du *Fond de Gras* à Differdange et de Sanem sont caractérisés par une scorie chacun.

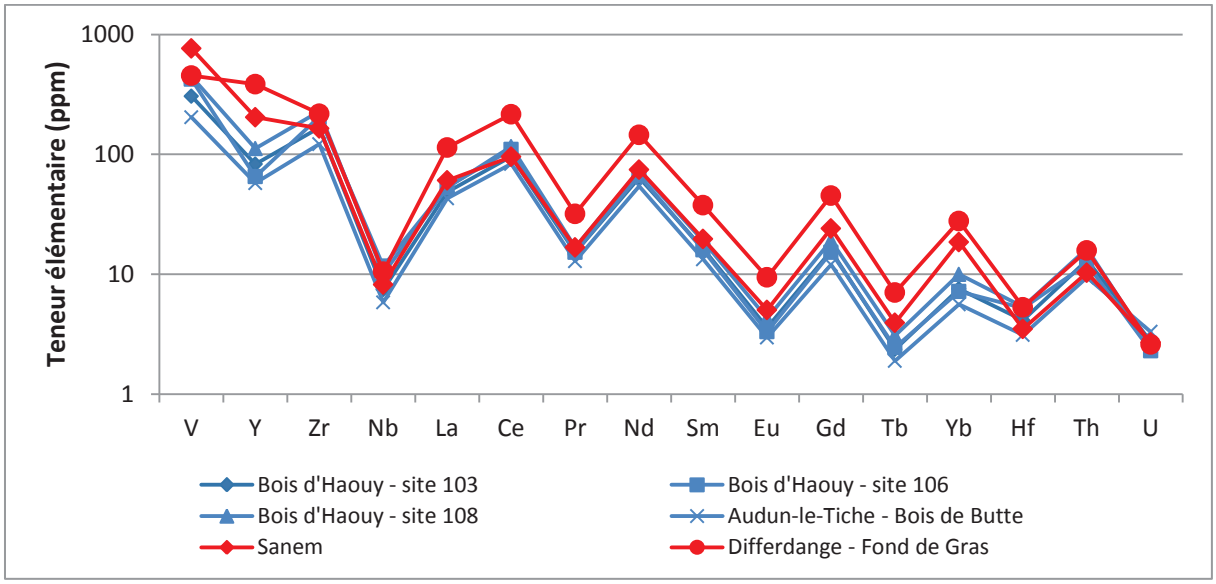


Figure 109 : Teneurs massiques moyennes en éléments traces des fragments de scorie de réduction associées au *Fer fort* analysées (ICP-MS ; CRPG Nancy et ALS Chemex - Vancouver)

Les profils de concentration des échantillons Luxembourgeois apparaissent différents de ceux des échantillons du Pays-Haut. Ceci s'exprime par une variabilité des teneurs pour les éléments suivants : yttrium, zirconium, ytterbium, hafnium, thorium et uranium. Ces sites pourraient ainsi ne pas être liés à l'exploitation du *Fer fort.*

3.1.2.3. Compatibilité chimique entre minerais et scories associés à la réduction du *Fer fort*

Filiation minerai-scorie – éléments majeurs

Les résultats présentés dans les paragraphes 3.1.2.1 et 3.1.2.2 ont été confrontés afin d'évaluer la compatibilité chimique entre les fragments de minerai de *Fer fort* et les scories associées à la réduction de ce dernier.

Une moyenne des teneurs en éléments majeurs des minerais a été réalisée et comparée aux valeurs moyennes des teneurs de chaque groupe de sites ayant livré des scories de réduction (*Fond de Gras* – Differdange, Sanem, *Bois d'Haoüy* – Hussigny-Godbrange, *Bois de Butte* – Audun-le-Tiche (Cf. Figure 110).

[218] Seule une scorie incluse dans la base PalSid avait bénéficié d'un menu analytique complet dans la base PalSid. Les analyses complémentaires ont été effectuées au cours de la thèse auprès d'ALS Chemex - Vancouver.
[219] Cinq scories pour le ferrier 103, une pour le ferrier 106 et cinq pour le ferrier 108.

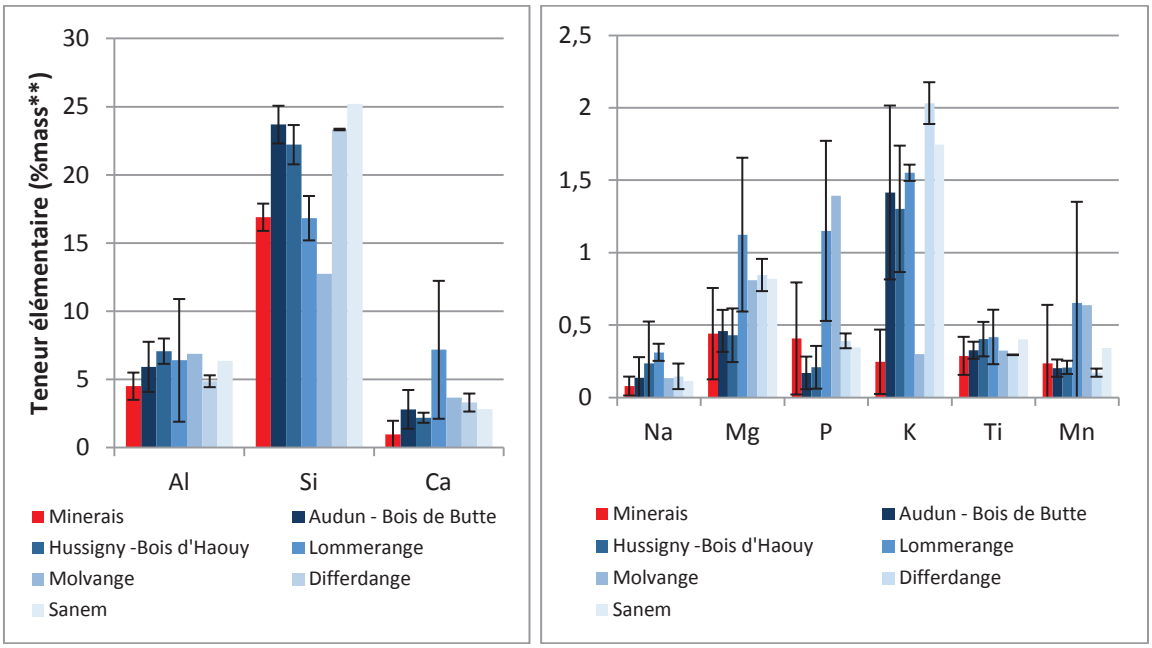


Figure 110 : Comparaison des teneurs massiques en éléments majeurs des échantillons de minerai de *Fer fort* et des scories attribuées à la réduction de ce dernier (ICP-MS ; CRPG Nancy et ALS Chemex - Vancouver)

Les teneurs montrent, dans le cas des principaux composants, une différence de composition (Cf. Figure 110). Les scories apparaissent globalement plus calciques que le minerai. Les teneurs en silicium des scories sont variables, et supérieures à celles du minerai dans la plupart des cas. Dans le cas du magnésium, seules les scories d'Audun – *Bois de Butte* et Hussigny – *Bois d'Haoüy* présentent des teneurs comparables à celle des minerais. Les teneurs en potassium des scories sont généralement bien plus élevées que celle des minerais. Plusieurs composés paraissent ainsi notablement enrichis dans les scories de réduction.

Filiation minerai-scorie – éléments traces

Le faible nombre d'échantillons de minerai ayant fait l'objet d'une caractérisation complète en éléments traces limite la pertinence d'une comparaison des profils de concentration en éléments traces dans le cas du *Fer fort*. Les résultats présentés en Figure 111 ne permettent ainsi, dans ce cas, que de qualifier grossièrement la compatibilité chimique entre minerai et scories de réduction.

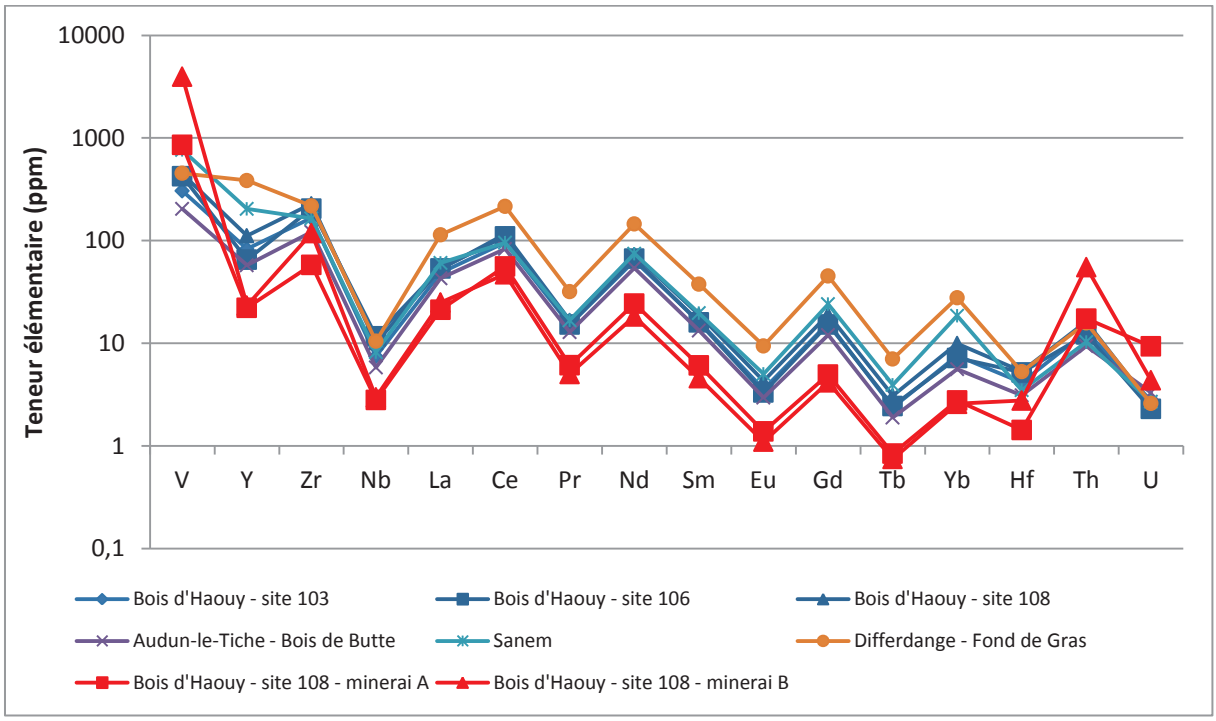


Figure 111 : Comparaison des teneurs massiques moyennes en éléments traces des fragments de minerai et des scories de réduction attribuées au *Fer fort* analysés (ICP-MS ; CRPG Nancy et ALS Chemex - Vancouver)

La comparaison des profils révèle une variabilité de teneurs pour les mêmes éléments déjà identifiés à l'occasion de l'étude des signatures élémentaires spécifiques aux minerais et aux scories de réduction. Les éléments les plus affectés par cette variabilité sont ainsi le vanadium, l'yttrium, le zirconium, l'hafnium, le thorium et l'uranium.

Les marqueurs géochimiques que nous avons attribués à l'exploitation du *Fer fort* montrent, en conclusion, une composition chimique plus variable que ceux considérés précédemment pour le minerai oolithique aalénien. Les comparaisons effectuées au fil de cette sous-partie nous amènent à redéfinir le corpus d'échantillons qui sera employé par la suite pour caractériser l'ensemble de production exploitant le *Fer fort.* En premier lieu, les scories de Sanem et Differdange présentent une signature en traces différente de celle des ensembles de ferriers du *Bois d'Haoüy* et du *Bois de Butte* pour lesquels l'exploitation du minerai sidérolithique est attestée archéologiquement. Les sites luxembourgeois n'étant, par ailleurs, pas suffisamment bien documentés pour démontrer cette exploitation, nous avons pris le parti de les retirer du corpus destiné à caractériser l'ensemble de production. Les scories de Molvange et Lommerange présentent une signature chimique en éléments majeurs moins siliceuse, plus calcique et phosphoreuse que celle du *Bois d'Haoüy* et du *Bois de Butte*. Leur attribution à cet ensemble de production est également remise en question. N'ayant pas fait l'objet d'une caractérisation chimique exhaustive en éléments traces, ils ne seront par ailleurs pas intégrés au référentiel. Enfin, les deux échantillons de minerai caractérisés pour le *Bois d'Haoüy* ne seront pas intégrés à ce référentiel, du fait notamment de teneurs divergentes en hafnium, thorium et uranium. Nous n'avons ainsi retenu que les scories de réduction mises au jour au sein des groupes de ferriers du *Bois d'Haoüy* et du *Bois de Butte* pour définir l'ensemble de production associé à l'exploitation du *Fer fort*

3.1.3. Les sites liés à l'exploitation du minerai géodique et oolithique du Valanginien – secteur du Barrois

Le minerai de fer géodique et oolithique lié aux étages sédimentaires du Valanginien affleure en plusieurs endroits au sein de la partie méridionale du revers des Côtes des Bars, notamment dans le sud du département de la Meuse et le nord-est de la Haute-Marne. A. Buvignier fait notamment mention d'un minerai à Tréveray, qu'il compare à celui de la *Malmaison* à Montiers-sur-Saulx, une commune voisine de celle de Tréveray[220]. Une campagne de prospection effectuée dans ce secteur a permis de repérer et échantillonner quatre ferriers en élévation dans le bois de Tréveray. Deux prélèvements de charbon de bois ont été datés[221] et permettent de proposer une période d'activité prenant part entre l'extrême fin du IVe s. et le milieu du VIe s. ap. J.-C... Un épandage de scorie a également fait l'objet de prélèvement sur le ban de la commune voisine de Hévilliers, au lieu-dit *Fond des Hamelles* (Cf. Figure 112).

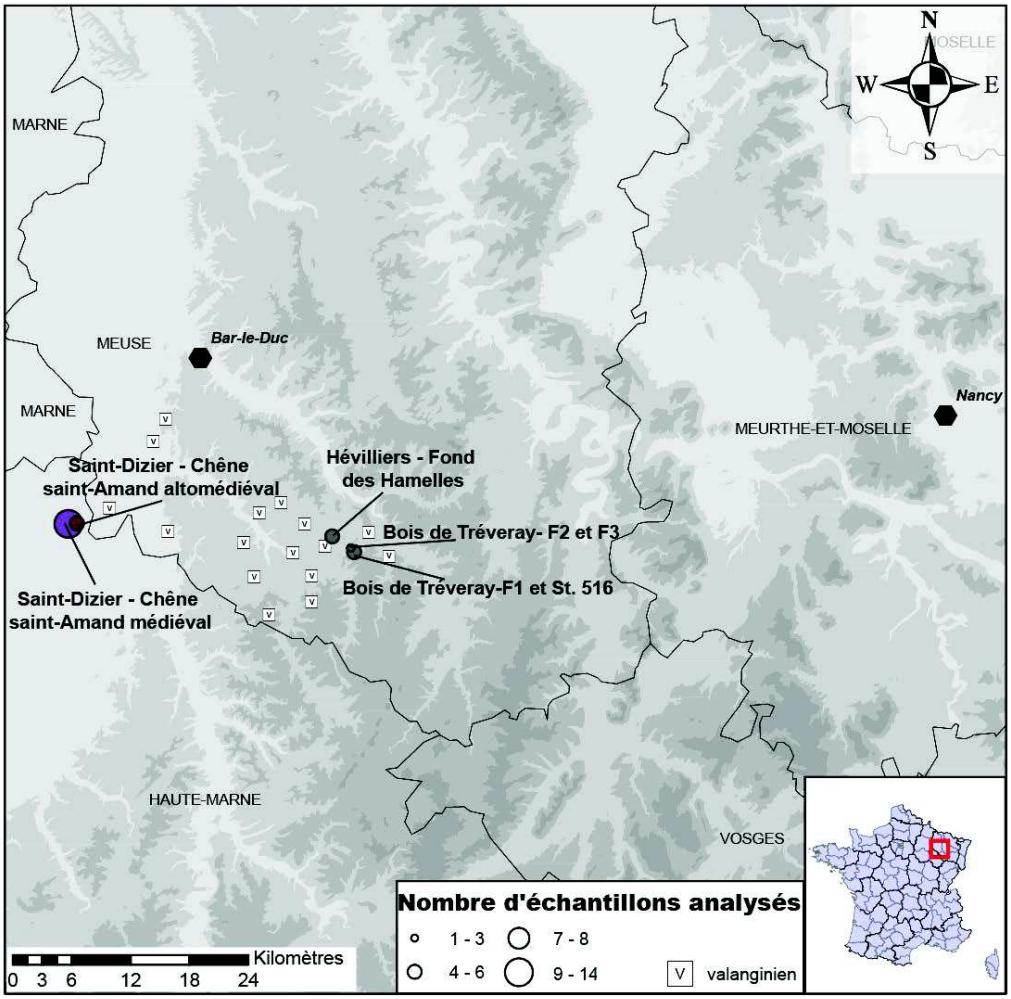


Figure 112 : Répartition des sites liés (ou potentiellement liés) à l'exploitation du minerai valanginien, les marqueurs carrés symbolisent les gisements de minerai mentionnés dans la littérature ou repérés par des prospections récentes (Fonds de carte Pierre Machut et GEOFLA-IGN)

[220] Buvignier 1852, p. 451 : Minerai qualifié de riche et de bonne qualité, se présentant en gros fragments, de texture compacte. Selon l'auteur, le minerai de la Malmaison « *fond bien avec 8% de carbonate de chaux, rend 44% de fer, et produit une scorie qui ne retient qu'une trace de fer* ».

[221] Le premier provenant de l'amas de scories Tréveray-F2 et le second de l'amas Tréveray-St516. (Cf. AnnexeA)

3.1.3.1. Description chimique du minerai

Un seul fragment pouvant être interprété de manière fiable comme minerai de fer a été prélevé au sein de l'amas de scories Tréveray-St516[222], l'un des quatre ferriers repérés dans le *Bois de Tréveray*. Bien que ce seul individu ne nous permette pas de définir les caractéristiques chimiques du minerai, nous le décrirons afin de proposer une première approximation (Cf. Figure 113), qui devra être vérifiée par de nouveaux prélèvements.

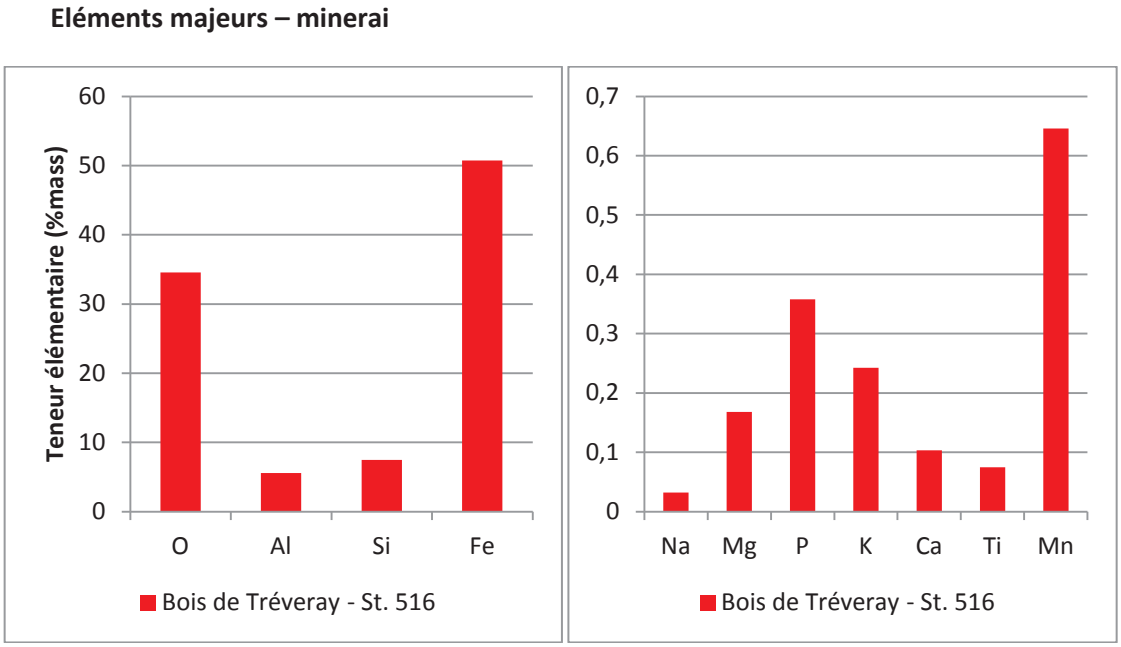


Figure 113 : Composition élémentaire en éléments majeurs du fragment de minerai collecté sur l'amas de scories St.516 du *Bois de Tréveray* (ICP-MS ; CRPG Nancy)

Le minerai se caractérise par une teneur en aluminium relativement importante, quasiment équivalente à celle du silicium. Le calcium est quant à lui présent en très faibles quantités. La teneur en manganèse paraît également importante (0,65%$_{mass}$).

[222] Le diffractogramme effectué sur cet échantillon révèle qu'il s'agit majoritairement d'hématite. (Cf. Annexes C)

Eléments traces – minerai

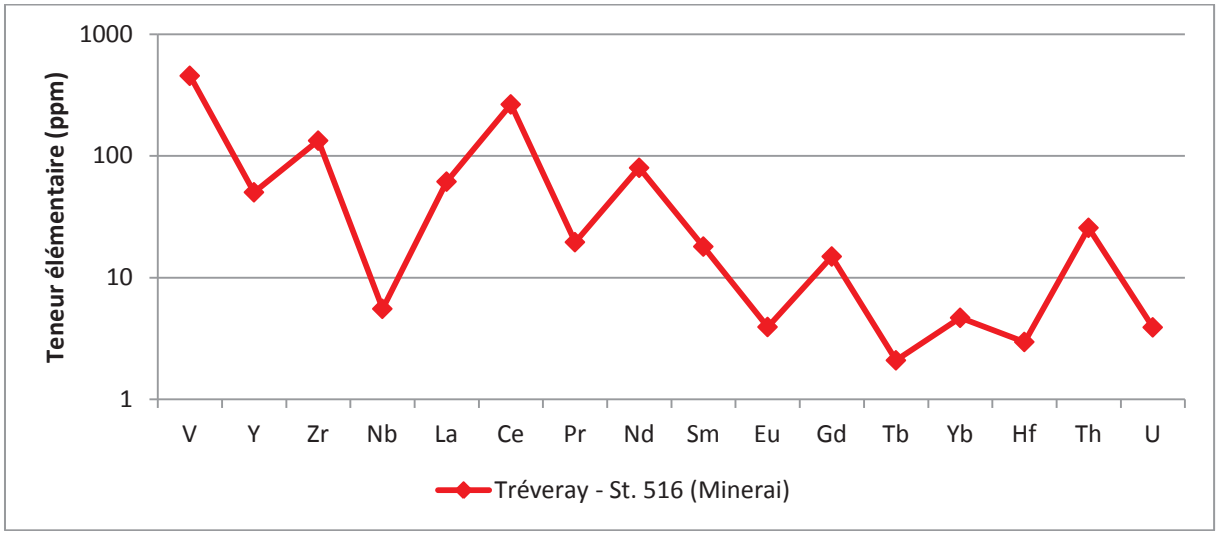


Figure 114 : Teneurs massiques en éléments traces du fragment de minerai du *Bois de Tréveray* – St. 516 (ICP-MS ; CRPG Nancy)

Ne disposant que d'un individu analysé, il s'avère délicat de commenter le profil de concentration du minerai présenté en Figure 114. Tout au plus devons-nous nous contenter de remarquer que les teneurs sont d'un ordre de grandeur similaire à ceux des échantillons de *Fer fort* et de *Minette.*

3.1.3.2. Description chimique des scories de réduction

Dix scories provenant des amas de scorie du *Bois de Tréveray* ont été caractérisées chimiquement, ainsi que cinq individus ramassées sur l'épandage de scories du *Fond des Hamelles.* Tous les échantillons ont fait l'objet d'une caractérisation chimique exhaustive.

Eléments majeurs – scories

Les teneurs élémentaires moyennes des scories apparaissent similaires entre les amas de scories comparés (Cf. Figure 115). Les scories du ferrier 2 de Tréveray apparaissent plus pauvres en magnésium, potassium et calcium que les autres. Toutefois, ceci peut être dû au fait que ces scories soient légèrement plus riches en fer.

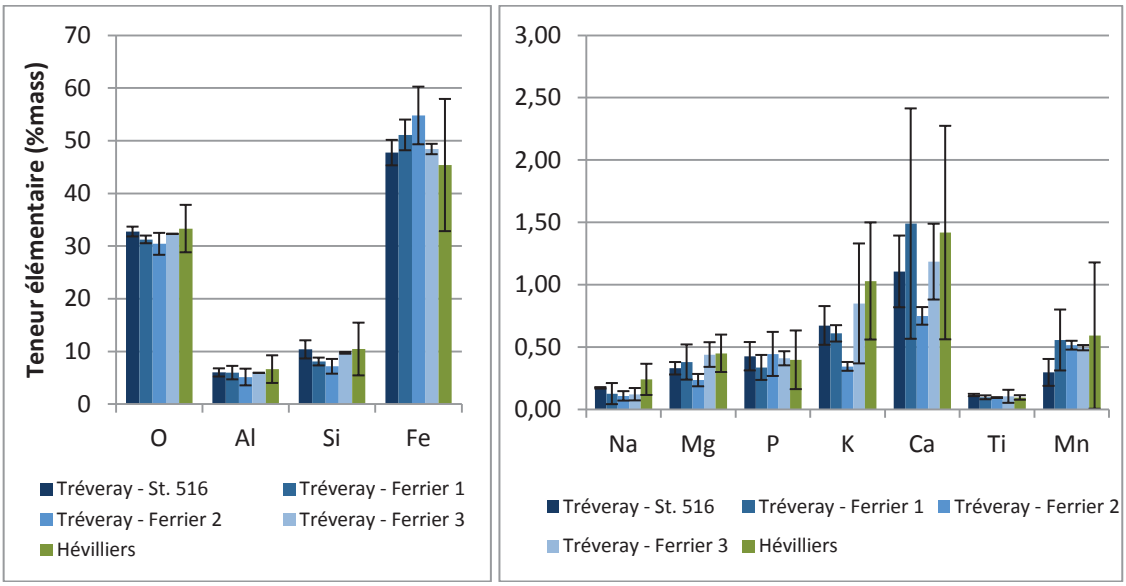


Figure 115 : Teneurs massiques moyennes en éléments majeurs, par amas échantillonné, des scories de réduction (ICP-MS ; ALS Chemex – Vancouver et IRAMAT-CEB / MEB-EDS ; LAPA/SIS2M)

Eléments traces - scories

Les profils de concentration en éléments traces des structures du *Bois de Tréveray* et du *Fond des Hamelles* ne présentent pas de dissemblance notable (Cf. Figure 116). Seule la teneur en hafnium des scories du ferrier 1 de Tréveray apparaissent plus pauvres en hafnium que celles des autres amas. Les teneurs en éléments traces similaires des scories analysées permettent de les considérer comme un ensemble géochimiquement cohérent.

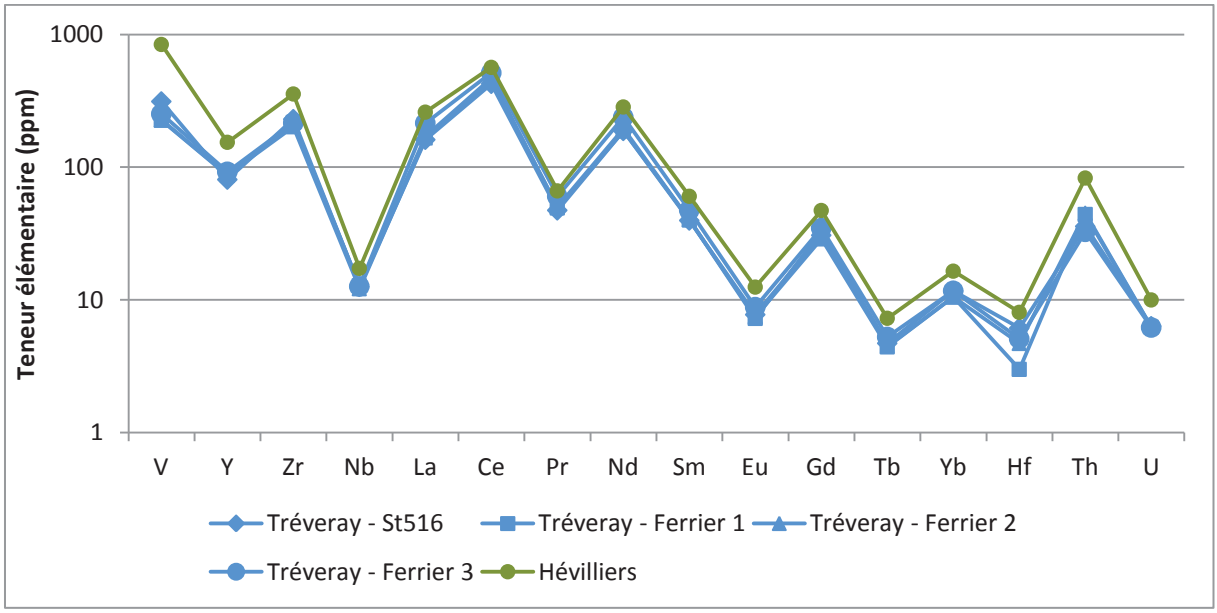


Figure 116 : Teneurs massiques moyennes en éléments traces des scories de réduction du *Bois de Tréveray* et du *Fond des Hamelles* (ICP-MS et LA-ICP-MS ; ALS Chemex – Vancouver et IRAMAT-CEB)

3.1.3.1. Compatibilité chimique entre minerais et scories associés à la réduction du minerai valanginien – secteur du Barrois

Le fait qu'un seul échantillon de minerai ait pu faire l'objet d'une caractérisation chimique nous empêche d'assurer la compatibilité entre ce dernier et les scories de réduction du secteur prospecté. Nous chercherons néanmoins à déterminer si les données apparaissent cohérentes (Cf. Figure 117).

Filiation minerai-scorie – éléments majeurs

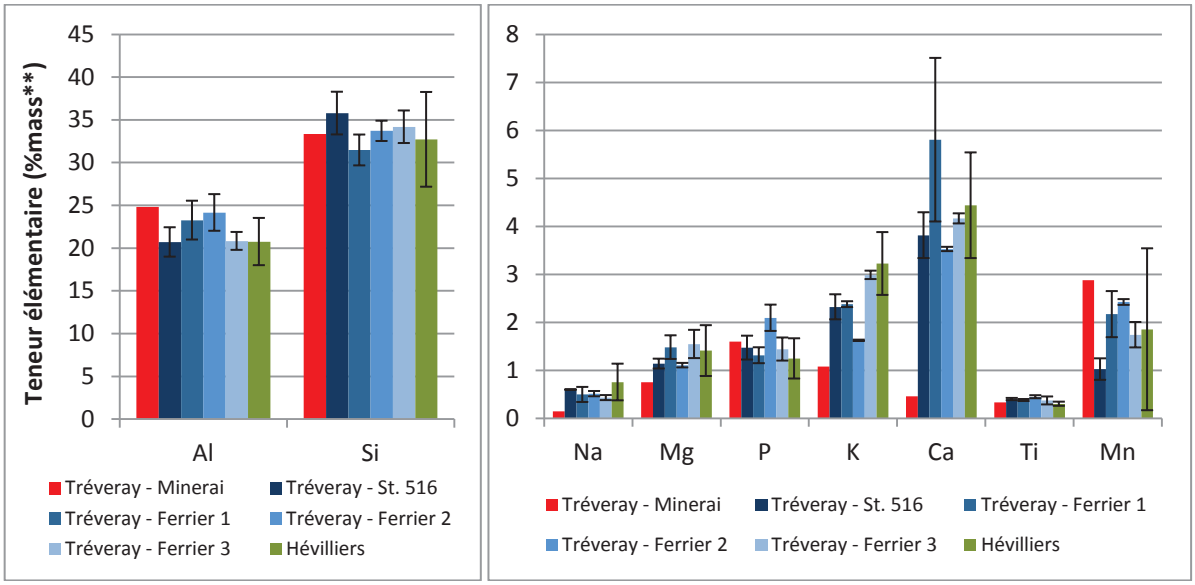


Figure 117 : Concentrations moyennes normalisées en éléments majeurs pour l'échantillon de minerai et les scories de réduction du secteur du Barrois (ICP-MS ; CRPG Nancy et ALS Chemex – Vancouver / LA-ICP-MS ; IRAMAT-CEB / MEB-EDS ; LAPA/SIS2M)

La différence de composition chimique la plus marquée tient aux concentrations en calcium des scories, beaucoup plus élevées que celle du minerai. Les teneurs en potassium, sodium et magnésium semblent également affectées par un enrichissement. Ces différences peuvent être dues à une pollution lors de l'opération de réduction, pouvant être causée par les cendres de charbon de bois notamment. Le minerai analysé peut également ne pas être représentatif de la composition chimique du minerai réduit dans les contextes considérés.

Filiation minerai-scorie – éléments traces

Le profil de concentration en éléments traces du fragment de minerai apparaît cohérent avec les profils moyens caractérisant les amas de scories de réduction, que nous venons par ailleurs de définir comme constituant un ensemble homogène du point de vue géochimique (Cf. Figure 118). Seule la teneur en vanadium[223] de l'échantillon de minerai s'avère comparativement trop importante, et devrait plutôt s'élever à une centaine de ppm.

[223] Ce qui se traduit par une pente importante du segment reliant les teneurs en vanadium et yttrium.

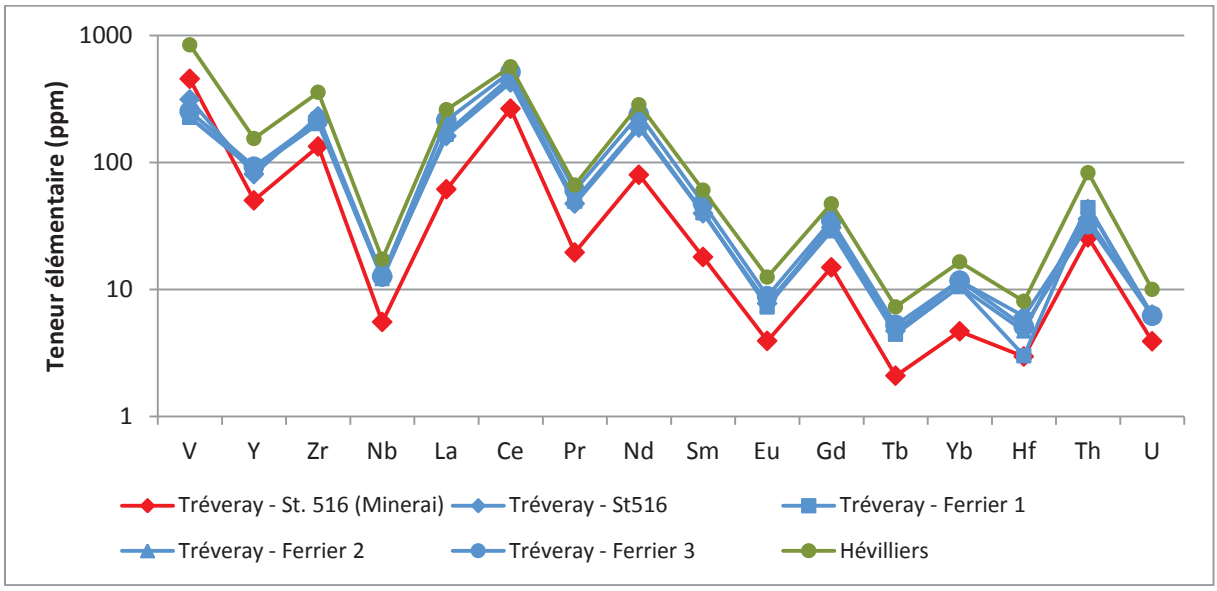


Figure 118 : Teneurs massiques moyennes en éléments traces du minerai et des scories de réduction du secteur du Barrois (ICP-MS ; CRPG Nancy et ALS Chemex – Vancouver / LA-ICP-MS ; IRAMAT-CEB)

Bien qu'il soit impossible pour l'heure d'évaluer la représentativité de l'échantillon de minerai analysé pour ce secteur, sa composition chimique en éléments traces apparaît globalement cohérente avec celle des scories de réduction. Cette cohérence n'est pas observable pour tous les éléments majeurs ; les teneurs en calcium, sodium et potassium des scories sont plus élevées. Les données chimiques dont nous disposons ici laissent supposer qu'il s'agit bien du minerai réduit par les ateliers de Tréveray et Hévilliers, mais dont la signature en éléments majeurs est altérée par des sources de pollution du système de réduction. Tenant compte de cette différence de composition, et dans l'attente de disposer d'autres échantillons de minerai provenant de ce secteur, nous prenons le parti de ne pas intégrer le minerai dans le référentiel constituant l'ensemble de production.

3.1.4. Les ateliers sidérurgiques de Saint Dizier – Chêne Saint-Amand

Deux zones d'ateliers métallurgiques mis au jour lors des travaux d'aménagement de la ZAC du *Chêne-Saint-Amand* à Saint-Dizier se trouvent également situés à proximité d'affleurements de minerai géodique et oolithique insérés dans les étages sédimentaires du Valanginien et du Barrémien supérieur. L'emploi de l'un ou l'autre, voire des deux, par les ateliers a été démontré lors de l'étude archéométallurgique des sites effectuée par M. Leroy et P. Merluzzo (Leroy, Merluzzo 1998).

3.1.4.1. Description chimique du minerai

Sept échantillons de minerai, associés à trois structures de réduction[224], ont été analysés pour les ateliers médiévaux. Deux fragments de minerai, associés à l'un des bas fourneaux de l'atelier altomédiéval, ont également été caractérisés chimiquement.

Eléments majeurs – minerai

La composition chimique en éléments majeurs distingue nettement les minerais mis au jour au sein des deux groupes d'ateliers (Cf. Figure 119). Les échantillons associés au bas fourneau 1000 du site altomédiéval présentent des teneurs en silicium très importantes. Il paraît délicat de considérer l'échantillon BF.1000.3 comme étant un fragment de minerai, au vu des teneurs en silicium et fer. Le site altomédiéval ne serait ainsi représenté que par le seul échantillon BF.1000.8. Cette différence de composition pourrait suggérer deux sources d'approvisionnement en minerai (éventuellement un minerai associé à l'étage valanginien et un autre à l'étage barrémien, relevés par M. Leroy et P. Merluzzo (1998)). Elle pourrait également exprimer une variabilité de la composition chimique du minerai au sein d'un même gisement. Une relative homogénéité de composition est observable par ailleurs pour les minerais récoltés au sein du groupe d'ateliers médiévaux, mis à part les deux échantillons associés au bas fourneau 137. Ces derniers présentent des teneurs en phosphore plus importantes. BF.137.16 montre une teneur en calcium beaucoup plus importante. Une dernière hypothèse peut être formulée au sujet de la filiation chimique entre minerai et scories de réduction. Les fragments de « minerai » collectés au sein des espaces de travail pourraient n'être que des déchets de préparation du minerai. Leur composition chimique peut ainsi être différente de celle de la charge réellement introduite dans les bas fourneaux.

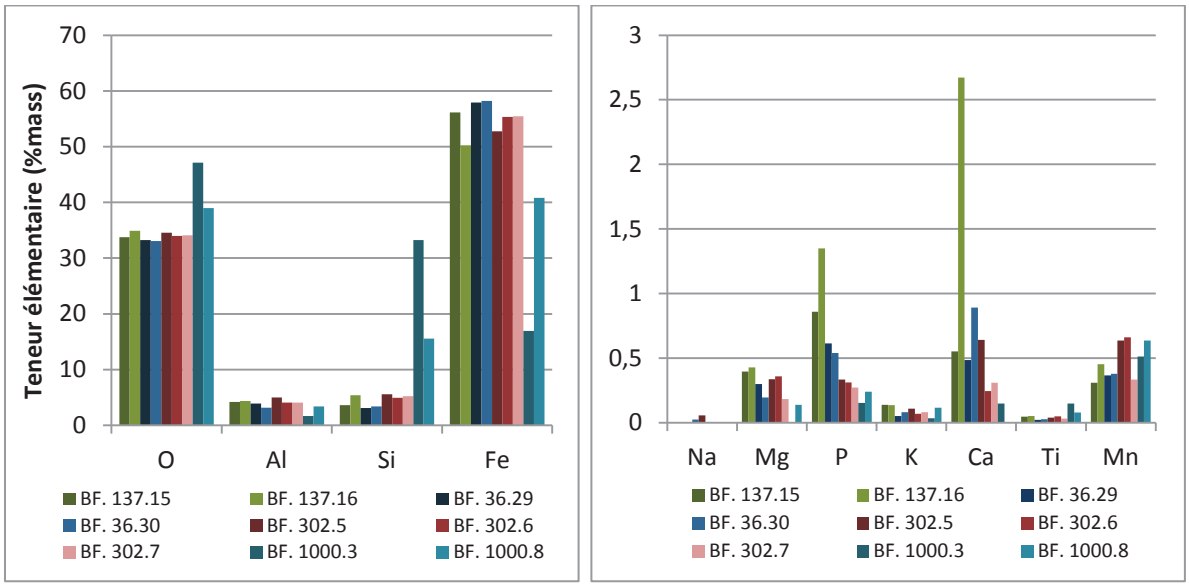


Figure 119 : **Teneurs massiques en éléments majeurs, par structure de réduction, pour les fragments de minerai du *Chêne Saint-Amand* (Données ICP-MS, CRPG Nancy)**

[224] Il s'agit des bas fourneaux BF 36 (2 échantillons), BF 137 (2 échantillons) et BF 302 (3 échantillons).

Eléments traces – minerai

Pour les raisons déjà évoquées dans le cadre de la caractérisation chimique des marqueurs géochimiques du *Fer fort*, seuls six échantillons de minerai provenant du site du Chêne Saint-Amand présentent une caractérisation chimique en éléments traces exhaustive. Cinq proviennent du site daté du Moyen Age classique ; le dernier est issu du site de réduction altomédiéval.

Les fragments provenant des deux bas fourneaux du site médiéval présentent des signatures en éléments traces similaires (Cf. Figure 120), mis à part une légère variabilité des teneurs en yttrium et hafnium. En revanche le minerai recueilli au sein du bas fourneau de l'atelier altomédiéval se distingue des autres échantillons. Son profil de concentration se différencie notamment par les teneurs en lanthane, hafnium et uranium.

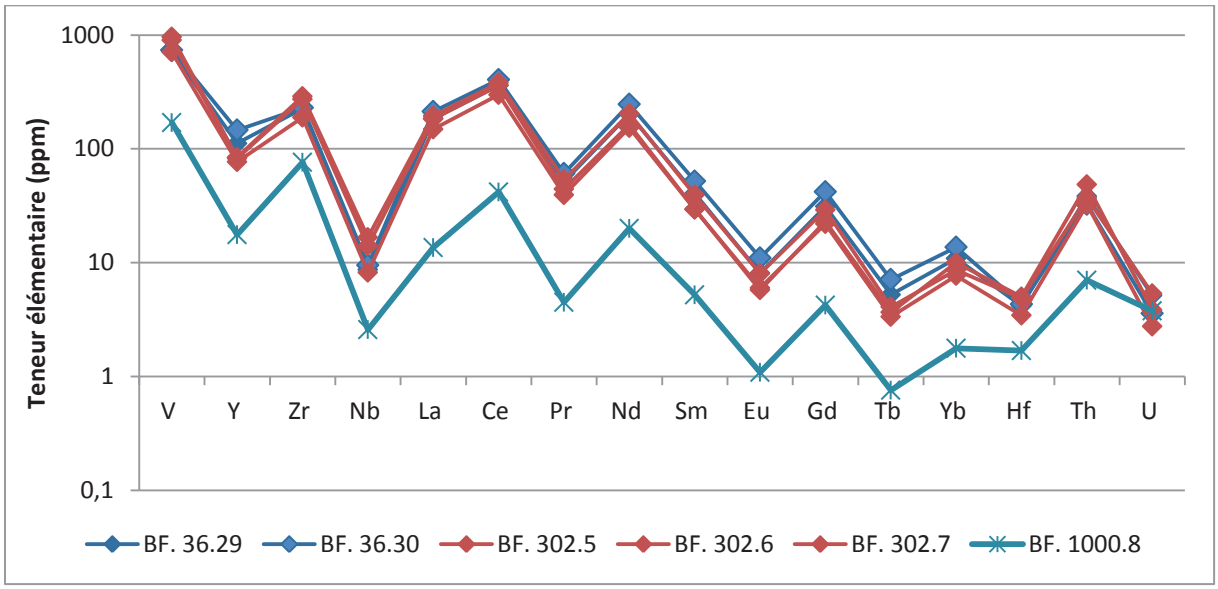


Figure 120 : Teneurs massiques en éléments traces des échantillons de minerai oolithique Valanginien du *Chêne Saint Amand* ; en rouge et bleu, le site médiéval ; en turquoise le site altomédiéval (Données ICP-MS ; CRPG Nancy)

3.1.4.2. Description chimique des scories de réduction

Eléments majeurs – scories

Seize échantillons de scorie de réduction ont été caractérisés chimiquement, douze pour les ateliers médiévaux, réparties entre les trois structures de réduction mentionnées précédemment, et quatre pour l'un des bas fourneaux de l'atelier altomédiéval (Cf. Figure 121).

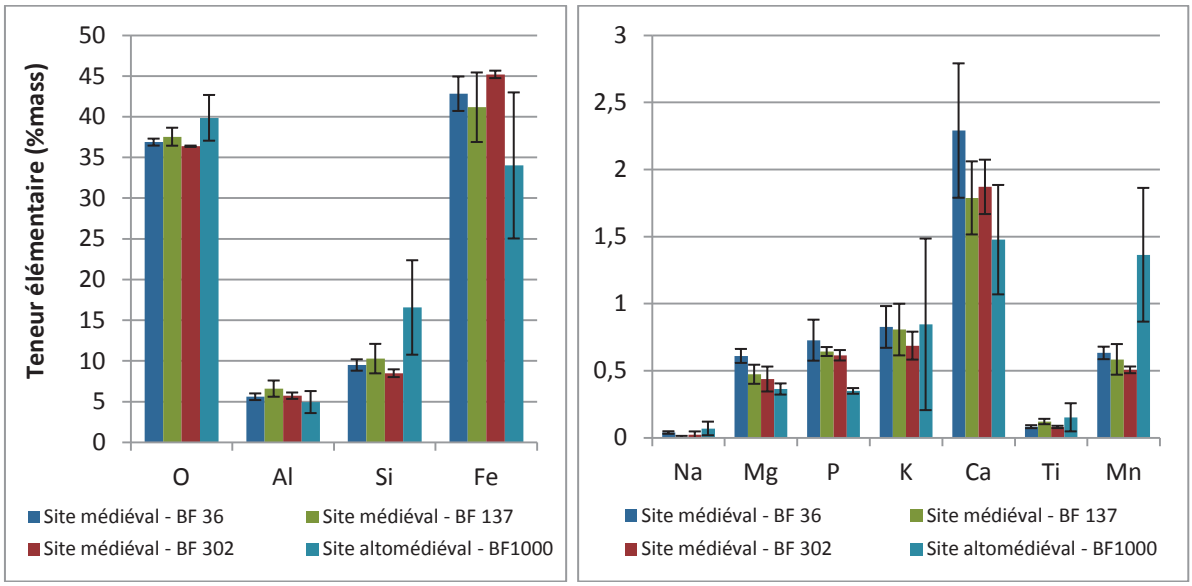


Figure 121 : Teneurs massiques moyennes en éléments majeurs, par structure de réduction, pour les scories de réduction du *Chêne Saint-Amand* (Données ICP-MS, CRPG Nancy)

Alors que les teneurs élémentaires moyennes sont similaires pour les scories associées aux trois structures de réduction du site médiéval, celles du site altomédiéval diffèrent sensiblement de la tendance des ateliers plus tardifs. Plus siliceuses, elles présentent également une teneur en manganèse plus importante.

Eléments traces – scories

Les scories de réduction associées au bas fourneau 137 de l'atelier médiéval, n'ayant pas fait l'objet d'une caractérisation complète en éléments traces, ne seront pas prises en compte ici. Les informations exprimées concernent sept échantillons de scorie pour le site médiéval, répartis entre les deux bas fourneaux 36 (3 scories) et 302 (4 scories), et quatre individus pour le site altomédiéval, associés au bas fourneau 1000. Les profils montrés sont obtenus à partir des concentrations moyennes pour chaque bas fourneau.

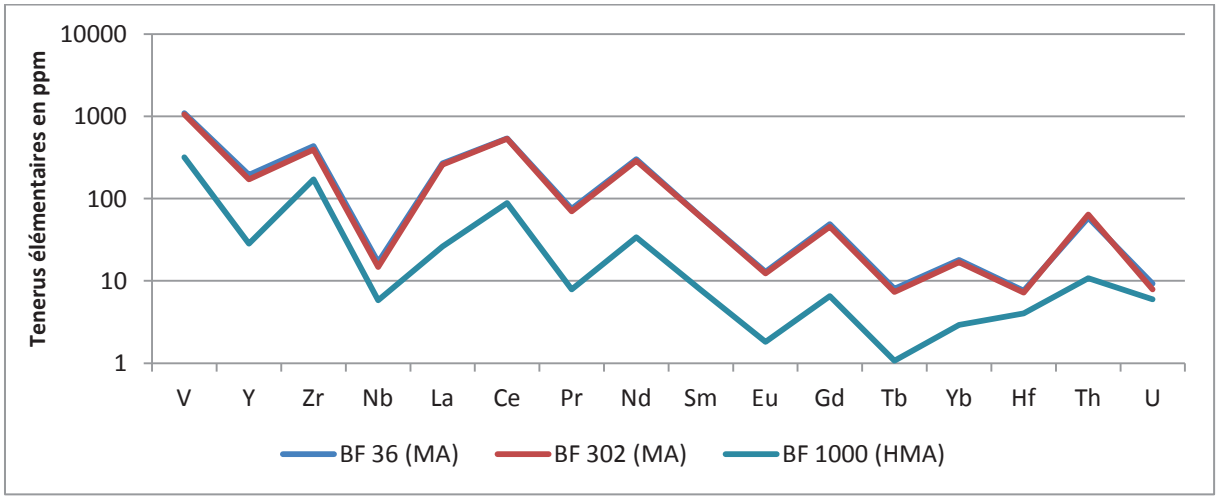


Figure 122 : Teneurs massiques moyennes en éléments traces pour les scories des deux groupes d'ateliers de réduction du *Chêne Saint-Amand* (Données ICP-MS, CRPG Nancy)

Les profils de concentration des bas fourneaux 36 et 302 apparaissent sensiblement identiques. Le profil du bas fourneau 1000 est quant à lui différent, montrant des teneurs moindres en yttrium et lanthane, et des concentrations plus élevées en hafnium et uranium. Ceci confirme bien la différence supposée auparavant entre les deux groupes chronologiques d'ateliers à partir des informations de composition en éléments majeurs.

Il apparaît certain, au vu des résultats décrits à l'occasion des deux paragraphes précédents, que les scories de réduction issues du bas fourneau de l'atelier altomédiéval sont chimiquement différentes de celles produites par les structures de réduction de l'atelier du Moyen Age. Cette observation concorde avec la distinction que nous avions établie auparavant entre les fragments de minerai mis au jour sur les deux sites. Ils seront par conséquent traités indépendamment pour l'établissement d'une compatibilité chimique entre les fragments de minerai et les scories de réduction. Ils seront également distingués dans notre démarche de définition des ensembles géochimiques de production du fer au sein de l'espace lorrain.

3.1.4.1. Compatibilité chimique entre minerais et scories associés à la réduction du minerai valanginien – ateliers du *Chêne Saint-Amand*

Filiation minerai-scorie (site médiéval) – éléments majeurs

La production de l'atelier médiéval est caractérisée chimiquement par les résidus métallurgiques associés aux deux structures de réduction BF 36 et BF 302[225]. Nous intégrons également les fragments de minerais et scories mis au jour en association avec le bas fourneau BF 137. Il a été établi précédemment que les systèmes de réduction des ateliers médiévaux du *Chêne Saint-Amand* ont réduit un minerai similaire et ont produit une scorie de réduction à la composition chimique homogène à l'échelle de l'atelier. Les résultats présentés en Figure 123 sont ainsi les compositions moyennes des échantillons associés à trois structures de réduction parmi les quinze fouillées pour cet atelier ; soit douze échantillons de scorie de réduction et sept échantillons de minerai.

[225] Les minerais et scories du bas fourneau 137 n'ayant pas fait, rappelons-le, l'objet d'une caractérisation chimique complète en éléments traces.

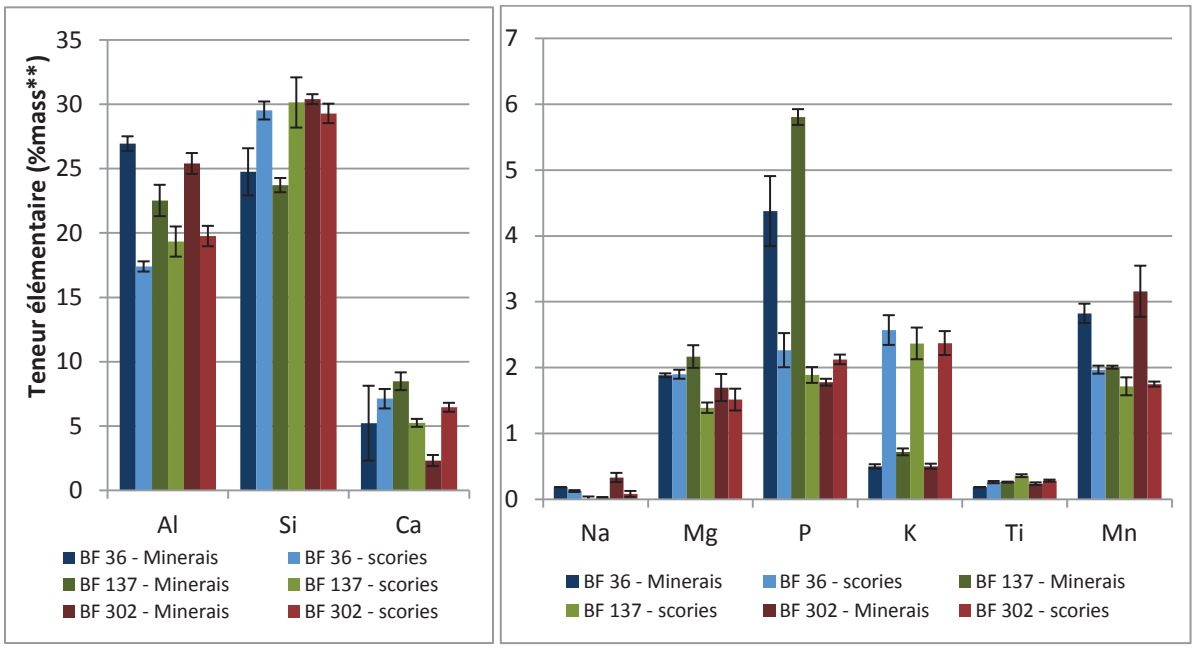


Figure 123 : Comparaison des teneurs massiques moyennes en éléments majeurs entre scories de réduction et minerais du site médiéval du *Chêne Saint-Amand* (normalisées au fer ; données ICP-MS, CRPG Nancy)

La comparaison met en lumière des phénomènes très semblables à ceux observés dans le cas de la minette. La composition de la scorie de réduction montre une déplétion notable en Phosphore pour les bas fourneaux 36 et 137 et en manganèse pour les bas fourneaux 302 et 36, ce qui s'expliquerait comme auparavant par le partitionnement de ces éléments entre métal et scorie de réduction. Cette dernière présente par contre un enrichissement substantiel en potassium. Parmi les constituants principaux, un appauvrissement en aluminium apparaît corrélé à un enrichissement de la scorie en silicium et/ou en calcium.

Filiation minerai-scorie (site médiéval) – éléments traces

Les analyses effectuées sur les échantillons du bas fourneau 137 n'intégrant pas une partie des éléments traces nécessaires à notre méthodologie, les données figurées concernent les bas fourneaux 36 et 302.

Hormis une légère variabilité observée dans les teneurs en Zirconium et hafnium, les profils de concentration élémentaire des minerais et scories analysées pour l'atelier médiéval du *Chêne Saint-Amand* sont identiques (Cf. Figure 124). La compatibilité chimique entre minerai et scorie paraît bien établie dans ce cas. Alors que certains éléments majeurs semblent affectés par un phénomène de pollution, la signature en éléments traces n'apparaît pas altérée par l'opération de réduction.

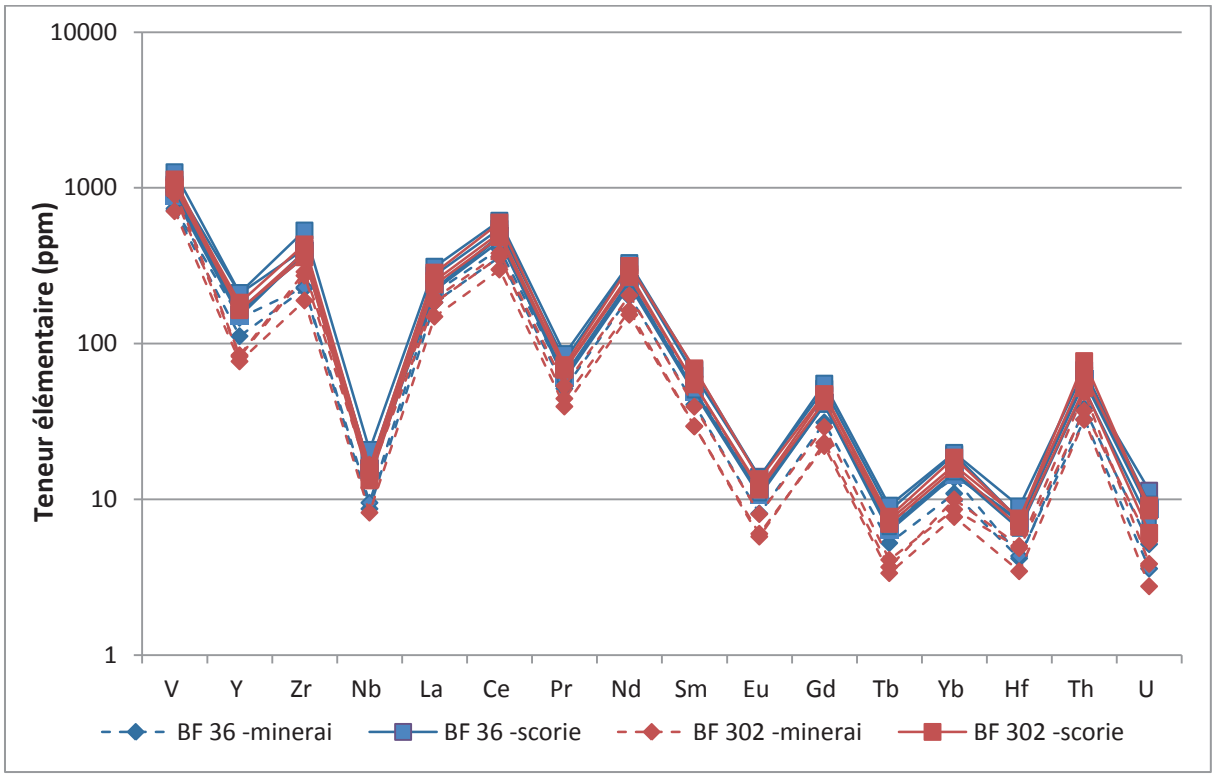


Figure 124 : Teneurs massiques moyennes en éléments traces pour les échantillons de minerai et de scories de réduction du site médiéval du *Chêne Saint-Amand* (Données ICP-MS, CRPG Nancy)

Filiation minerai-scorie (site altomédiéval) – éléments majeurs

La production sidérurgique de cet atelier caractérisée chimiquement que par les échantillons de minerai et scorie de réduction provenant du bas fourneau BF 1000 (Cf. Figure 125). Etant donné le faible nombre d'échantillons disponibles pour la caractérisation de l'atelier, la comparaison est effectuée non pas sur des valeurs moyennes, mais en comparant les compositions individuelles des échantillons.

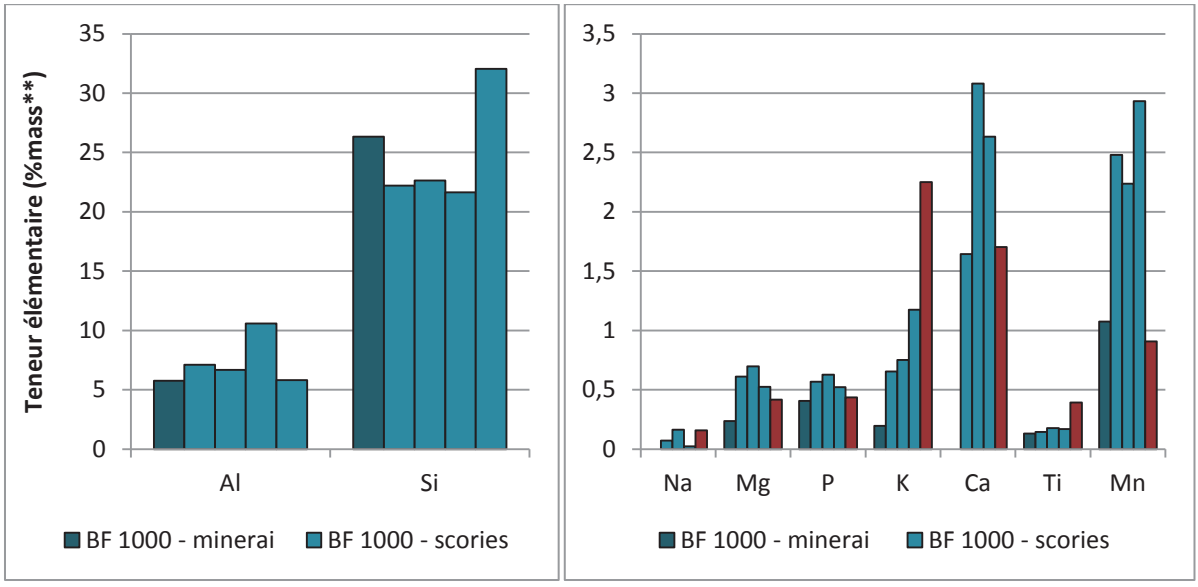


Figure 125 : Comparaison des teneurs massiques moyennes en éléments majeurs entre scories de réduction et minerais de l'atelier médiéval du *Chêne Saint-Amand* (normalisées au fer ; données ICP-MS, CRPG Nancy)

Le faible nombre de données disponibles pour cet atelier impose la plus grande prudence dans l'interprétation, notamment quant à leur représentativité du système de réduction. Un seul échantillon de minerai ayant pu être analysé, nous ne nous aventurerons pas à tirer de conclusions quant à la filiation pour ce système. De plus, un des échantillons de scorie (BF 1000.7), représenté en couleur bordeaux, présente une composition chimique différente des autres, ce qui traduirait une variabilité chimique du système plus importante.

Filiation minerai-scorie (site altomédiéval) – éléments traces

A l'instar de la composition chimique en éléments majeurs, nous ne pouvons pas évaluer la représentativité des profils de concentration en éléments traces pour le bas fourneau 1000 (Cf. Figure 126).

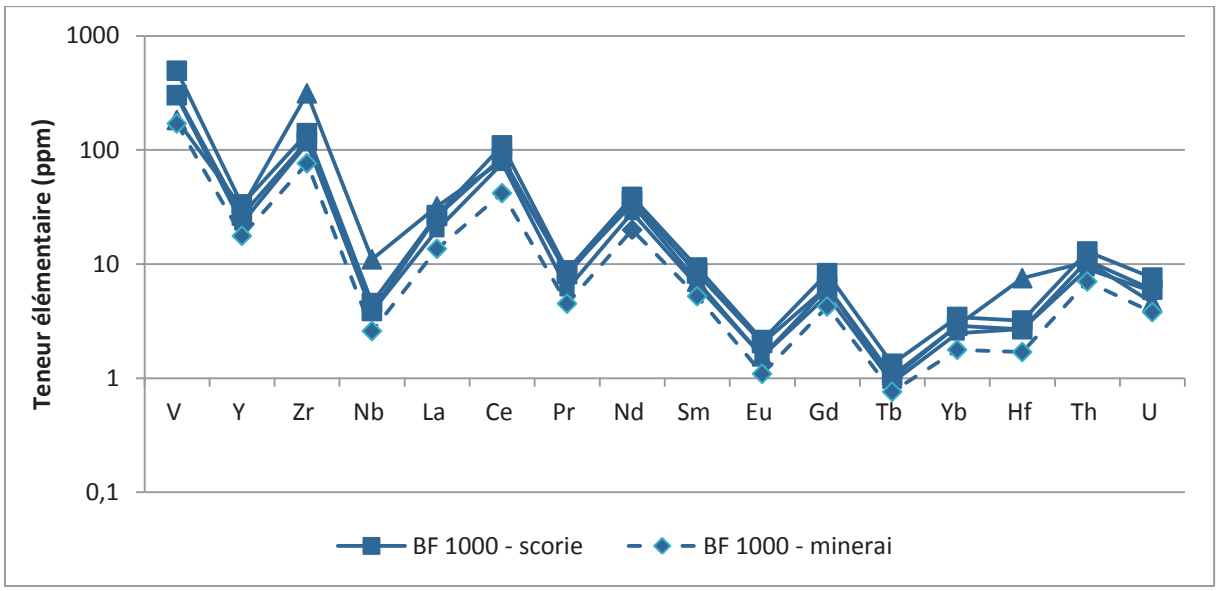


Figure 126 : Comparaison des teneurs massiques en éléments traces pour les échantillons de minerai et de scories de réduction de l'atelier altomédiéval du *Chêne Saint-Amand* (Données ICP-MS, CRPG Nancy)

Si les profils de concentration du fragment de minerai et de trois des scories de réduction concordent bien, la composition chimique en éléments traces de la scorie BF 1000.7 (représentée par les marqueurs triangulaires) diverge de la tendance exprimée par ces derniers. Bien que cela s'exprime par les teneurs en Zirconium, niobium et hafnium, dont nous avons déjà souligné la variabilité pour d'autres contextes, le fait que la composition chimique en majeur de cet échantillon diverge également de la tendance nous amènera à exclure ce dernier des traitements ultérieurs.

Malgré le faible nombre d'échantillons retenus pour définir précisément la signature chimique de ce système de réduction, cette dernière se distingue néanmoins de celle des ateliers sidérurgiques du site médiéval. Il nous est impossible de déterminer si cette différence exprime l'emploi de minerais de compositions chimiques différentes ou des choix opératoires différents. Toutefois les signatures chimiques s'avèrent suffisamment différentes pour pouvoir considérer les ateliers des deux sites comme constituant des ensembles géochimiques de production distincts. Considérons également que le gisement minerai exploité par les ateliers sidérurgiques du *Chêne*

Saint-Amand pourrait présenter une signature chimique similaire à celle des gisements exploités dans le secteur proche du Barrois. Nous comparerons par conséquent les caractéristiques chimiques des résidus de l'atelier médiéval avec les scories analysées pour le secteur du Barrois.

Les ateliers du site médiéval du *Chêne Saint-Amand* constituent un ensemble homogène pour lequel la filiation chimique entre minerai et scorie de réduction a pu être démontrée. Les scories de réduction associées aux bas fourneaux de ce site constituent un marqueur géochimique du minerai oolithique et géodique valanginien exploité à proximité directe de l'atelier[226]. La filiation chimique entre le minerai et les scories mis au jour au sein du site altomédiéval reste quant à elle à confirmer. Si les premiers résultats exposés ici suggèrent effectivement une compatibilité entre minerai et scories pour ce contexte, nous disposons pour l'heure de trop peu de données pour confirmer cette tendance. Si celle-ci venait à être vérifiée, le cas du *Chêne Saint-Amand* illustrerait bien l'influence des partis pris techniques sur la filiation entre minerai géologique et déchets métallurgiques. La différence de composition chimique observée entre les minerais et scories provenant des ateliers insérés dans les deux sites exprimerait ainsi des stratégies d'acquisition de minerai ou des opérations minéralurgiques spécifiques à une époque d'occupation.

[226] Des fragments de ce type de minerai ont été identifiés en contexte d'atelier (Leroy, Merluzzo 1998).

3.1.5. Un site de réduction exploitant un minerai filonien, dans la vallée de la Bruche

Les prospections menées dans la vallée de la Bruche n'ont permis de repérer qu'un seul site à vocation métallurgique, au lieu-dit *Sapin Dessus*, sur le ban de la commune de Saales (Cf. Figure 127).

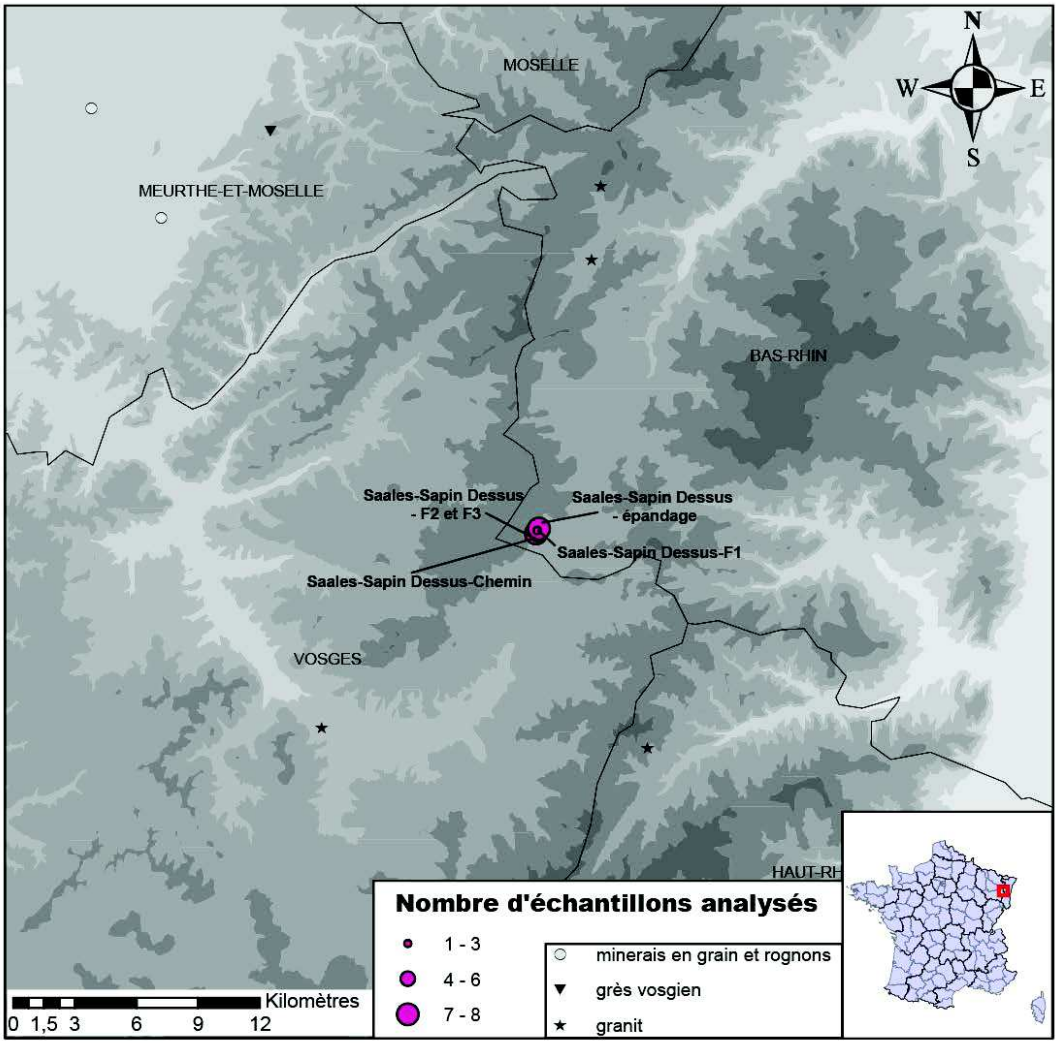


Figure 127 : Répartition des amas de scories liés à l'exploitation d'un minerai filonien et des gisements de minerai mentionnés dans la littérature ou repérés par des prospections récentes (Fonds de carte Pierre Machut et GEOFLA-IGN)

3.1.5.1. Description chimique du minerai

Eléments majeurs – minerai

Seuls deux échantillons de minerai, provenant du ferrier n°2 de Sapin Dessus, ont fait l'objet d'une caractérisation chimique (Cf. Figure 128). Les analyses structurales réalisées par ailleurs suggèrent que le minerai se compose majoritairement de goethite (Cf. Annexe C-1 et C-2).

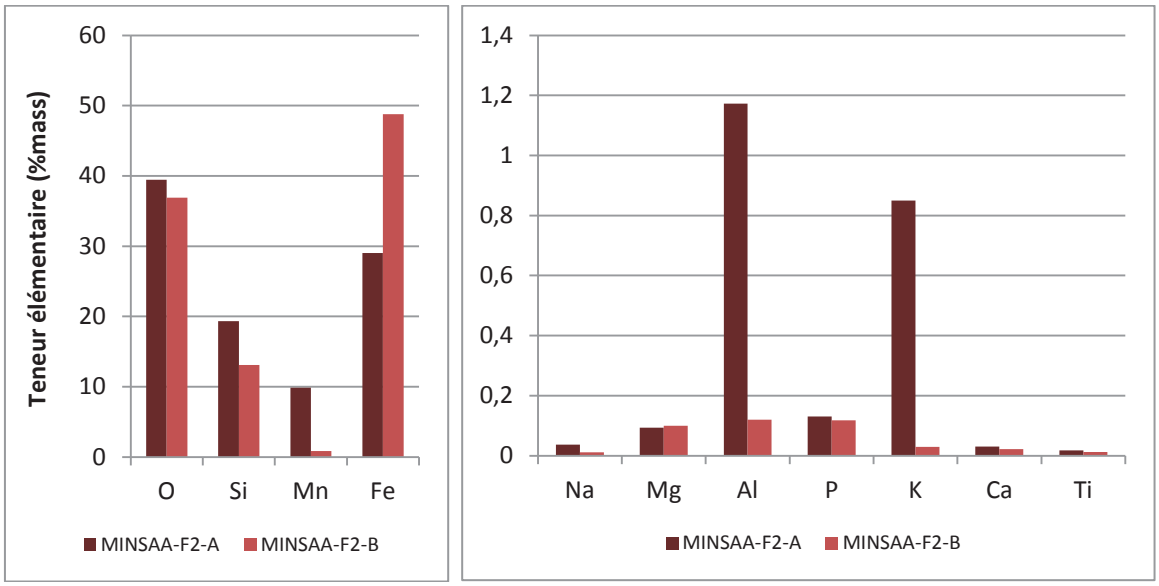


Figure 128 : Teneurs massiques en éléments majeurs des fragments de minerai collectés sur l'amas de scories 2 du *Sapin Dessus* à Saales (Données ICP-MS, CRPG Nancy)

Les fragments de minerai analysés présentent un faciès à dominante siliceuse. L'aluminium est présent en quantités relativement faibles, tandis que le calcium est quasiment absent. Le fragment de minerai MINSAA-F2-A se démarque par une teneur en manganèse importante, de l'ordre de près de 10%$_{mass}$. Les deux fragments présentent des différences de teneurs relativement marquées, notamment en silicium, aluminium et potassium. Ceci peut s'expliquer en partie par l'abondance du fer (près de 50%$_{mass}$ pour MINSAA-F2-B et moins de 30%$_{mass}$ pour MINSAA-F2-A).

Eléments traces – minerai

La caractéristique la plus marquante est la teneur exceptionnellement élevée du minerai en uranium (Cf. Figure 129). Alors qu'elle ne dépasse guère la dizaine de ppm dans le cas des marqueurs géochimiques des autres secteurs intégrés à cette étude, la concentration avoisine ici la centaine de ppm. Les valeurs des autres éléments, relativement faibles, sont tout aussi remarquables. Une certaine variabilité est observable pour plusieurs éléments, notamment en yttrium, zirconium, niobium et hafnium. Pour les deux derniers éléments énumérés, cette variabilité apparente est probablement due en partie à l'emploi d'une échelle logarithmique qui, dans le cas de très faibles teneurs, exacerbe des différences de teneurs qui ne se révèlent pas forcément significatives.

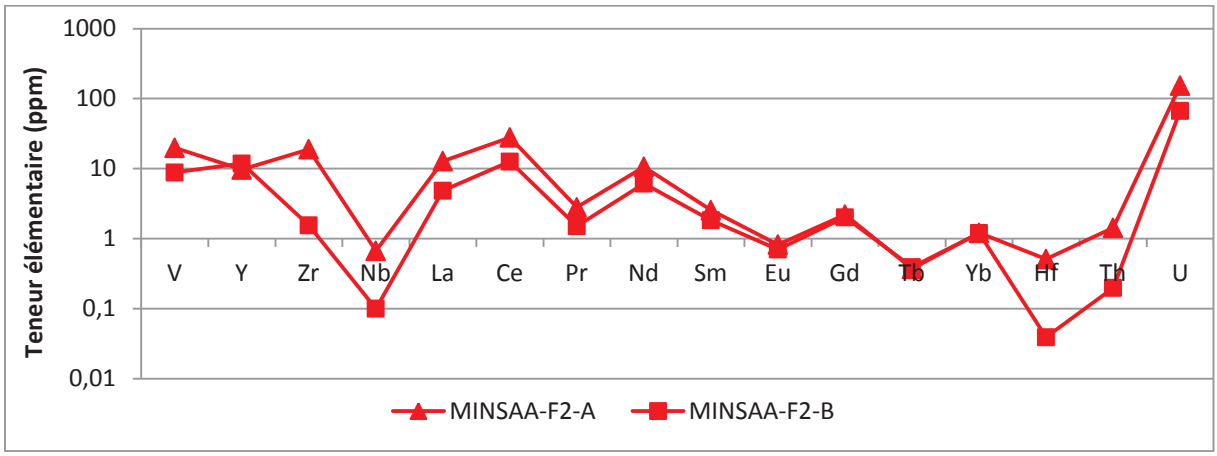


Figure 129 : Teneurs massiques en éléments traces des fragments de minerai issus de l'amas de scories 2 de *Sapin Dessus* (ICP-MS ; CRPG Nancy)

3.1.5.2. Description chimique des scories de réduction

Eléments majeurs – scories

21 scories de réduction, provenant de trois amas de scories, ainsi que d'un épandage se développant autour de ces derniers, ont été analysées.

Les teneurs moyennes (par structure) en éléments majeurs apparaissent cohérentes à l'échelle du corpus considéré (Cf. Figure 130). Seule l'unique scorie analysée pour l'amas de scories n°1 paraît légèrement différente des autres, avec une teneur en en fer supérieure, corrélée à des concentrations en silicium, aluminium, potassium et calcium plus faibles. De manière générale, il semble que les différences de composition observées entre les autres groupes de scories soient également liées à des teneurs en fer différentes.

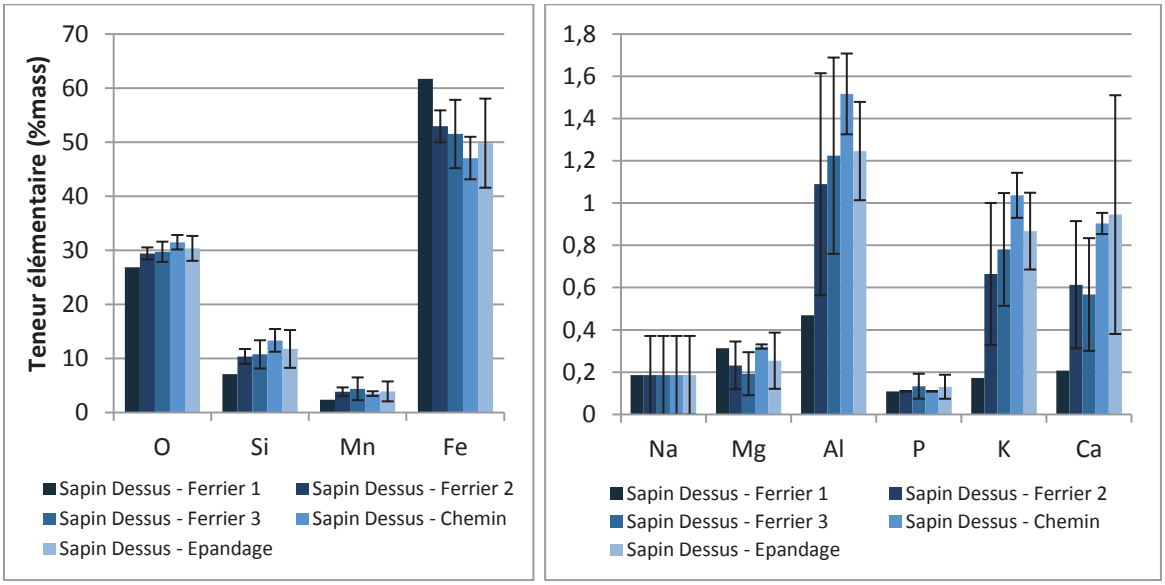


Figure 130 : Teneurs massiques moyennes en éléments majeurs des scories de réduction collectées sur les amas de scories du *Sapin Dessus* à Saales (Données MEB-EDS, LAPA)

Eléments traces – scories

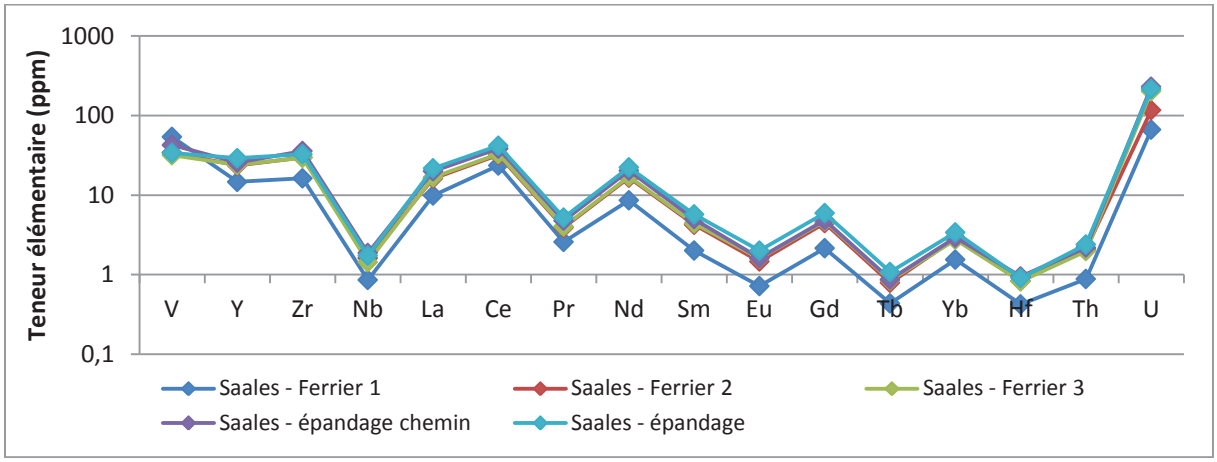


Figure 131 : Teneurs massiques moyennes en éléments traces des scories de réduction issues des amas de scories de *Sapin Dessus* (LA-ICP-MS ; IRAMAT-CEB)

Les profils de concentration en éléments traces des scories de réduction sont identiques (Cf. Figure 131). Seul le profil de la scorie issue de l'amas de scories n°1 montre une teneur en vanadium relative plus importante. A l'instar de ce qui a été observé pour les éléments majeurs, la composition chimique en éléments traces apparaît homogène à l'échelle du site considéré. Les teneurs en uranium sont également très élevées au sein des scories de réduction.

3.1.5.3. Compatibilité chimique entre minerais et scories associés à la réduction du minerai filonien – site de Saales - *Sapin Dessus*

Ainsi qu'évoqué à l'occasion de la description des données concernant les marqueurs géochimiques liés à l'exploitation du *Fer fort* et du minerai valanginien dans le secteur du Barrois, le nombre restreint d'échantillons de minerai analysés n'autorise pas de conclusion définitive en ce qui concerne la compatibilité chimique entre minerai et scories de réduction dans le cas du site de Saales – *Sapin Dessus*[227]. Nous nous proposons toutefois de qualifier sommairement cette dernière.

Filiation minerai-scorie – éléments majeurs

Les scories de réduction, légèrement moins siliceuses que le minerai, semblent avoir subi un enrichissement notable en aluminium et calcium (Cf. Figure 132). Les teneurs en magnésium, le phosphore et le potassium semblent également affectées par un phénomène d'enrichissement. Les concentrations en manganèse sont quant à elles similaires. La composition chimique de la scorie de réduction semble refléter, dans le cas de ce site, un enrichissement des teneurs en magnésium, aluminium et potassium (mis à part pour le ferrier 1), ainsi qu'en calcium.

[227] Ajoutons à ceci le fait que les deux échantillons interprétés comme minerai sont caractérisés par une composition chimique présentant une variabilité importante, due notamment aux teneurs en fer et manganèse.

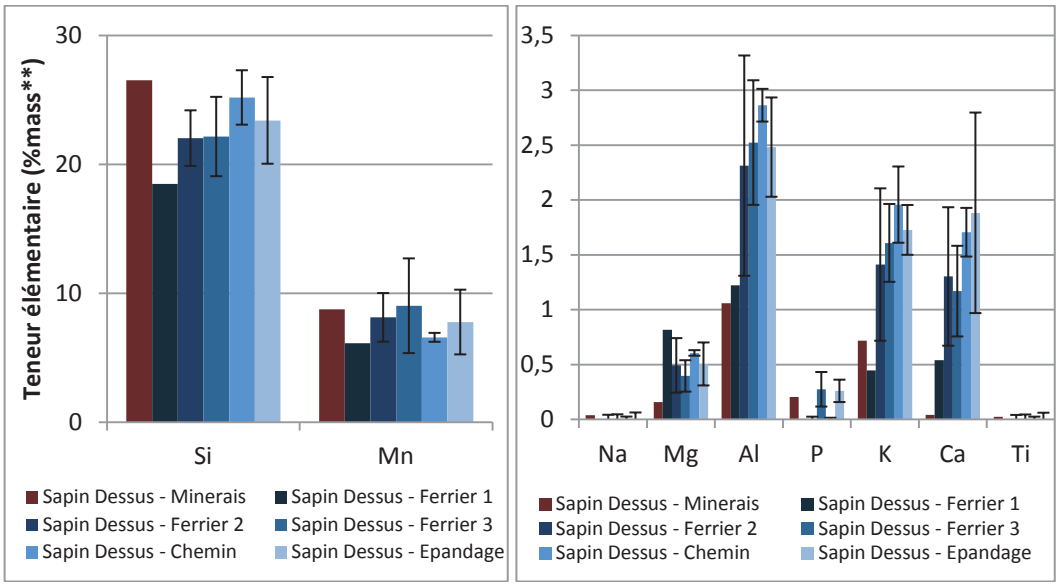


Figure 132 : Comparaison des teneurs massiques moyennes en éléments majeurs entre scories de réduction et minerais du site de Saales – *Sapin Dessus* (Données ICP-MS ; CRPG Nancy / MEB-EDS ; LAPA)

Filiation minerai-scorie – éléments traces

Les profils de concentration apparaissent globalement similaires (Cf. Figure 133). Les principales divergences observables concernent l'échantillon de minerai MINSAA-F2-B. Ainsi que remarqué précédemment, ces différences peuvent être dues aux teneurs globalement faibles des éléments traces dans ce contexte. Contrairement aux éléments majeurs, aucun phénomène d'enrichissement n'est décelable par le biais des profils de concentration réalisés.

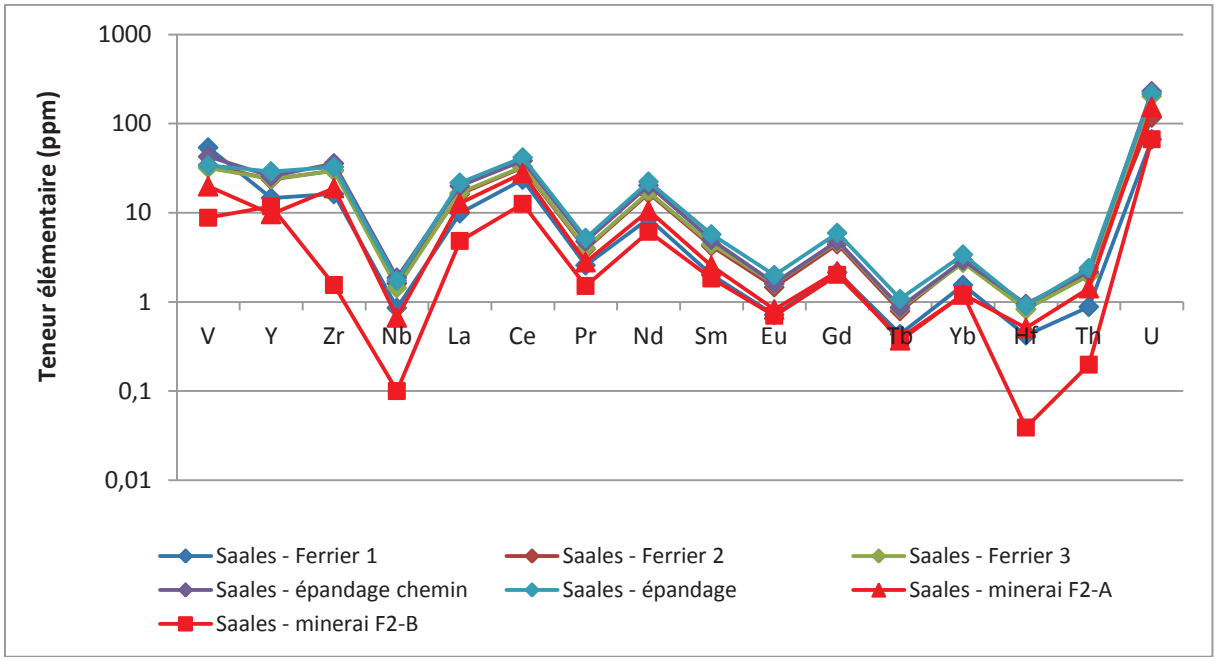


Figure 133 : Comparaison des teneurs massiques en éléments traces pour les échantillons de minerai et de scories de réduction du site de Saales – *Sapin Dessus* (Données ICP-MS ; CRPG Nancy / LA-ICP-MS ; IRAMAT-CEB)

Les teneurs remarquables en uranium observées au sein des fragments de minerai, et confirmées par l'analyse des scories de réduction, corrélées à de faibles concentrations pour les autres éléments traces, distinguent très nettement les résidus métallurgiques de *Sapin Dessus* de ceux analysés pour les autres contextes, marquant une signature élémentaire tout à fait particulière.

3.1.6. *Les sites de réduction de l'âge du Fer de Gondreville – ZAC de la Roseraie et Velaine-en-Haye – ZAC Herbue Chalin*

Ainsi qu'évoqué au fil du [premier chapitre de ce travail], les ateliers de réduction, datés de l'âge du Fer, présents au sein des sites de *ZAC de la Roseraie et ZAC Herbue Chalin* paraissent, au vu des données archéologiques, former un ensemble de production cohérent en relation avec le site fortifié de hauteur de la *Cité d'Affrique* à Messein. Il s'agit par ailleurs des seuls contextes de production datés du premier âge du Fer connus à ce jour au sein de l'espace lorrain.

3.1.6.1. Description chimique des minerais

Eléments majeurs – minerai

Seuls trois fragments de minerai (deux pour le site de Gondreville, un pour le site de Velaine-en-Haye) ont fait l'objet d'une caractérisation chimique. Les trois fragments sont relativement riches en fer (plus de 60%$_{mass}$ de Fe dans les trois cas). Les autres éléments majeurs présentent des concentrations équivalentes (Cf. Figure 134). Les teneurs supérieures dans le cas de l'échantillon 4110-M3 (notamment pour le silicium) sont certainement dues à une teneur en fer inférieure de quelques pourcents par rapport aux deux autres échantillons.

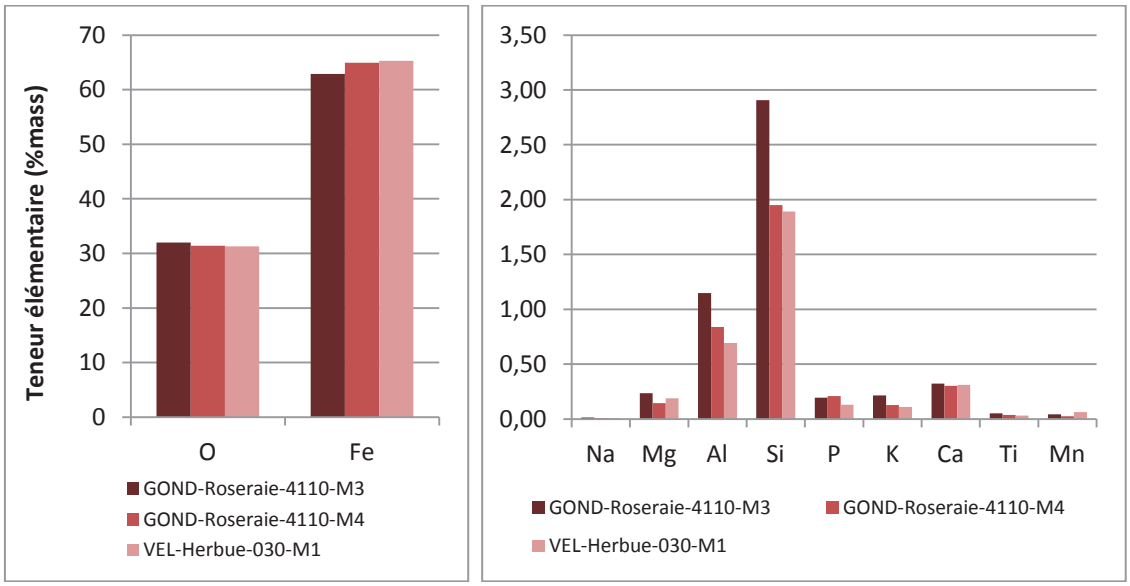


Figure 134 : Composition élémentaire en majeurs des fragments de minerai associés aux structures de réduction des sites de Gondreville – *ZAC de la Roseraie* et Velaine – *ZAC Herbue Chalin* (ICP-MS ; CRPG Nancy)

Eléments traces – minerai

Les teneurs absolues en éléments traces pour les échantillons considérés sont globalement faibles, hormis le vanadium, oscillant entre 0,1 et 20 ppm. On observe des différences de profil notamment pour l'uranium, élément pour lequel les concentrations présentent une variabilité plus importante (Cf. Figure 135). Le minerai de Velaine présente par ailleurs une concentration en lanthane plus importante que les fragments analysés pour le site de Gondreville, ainsi que des concentrations plus faibles en zirconium et hafnium. Les légères différences observées peuvent être dues aux valeurs de teneurs en éléments traces relativement basses au sein des fragments de minerai.

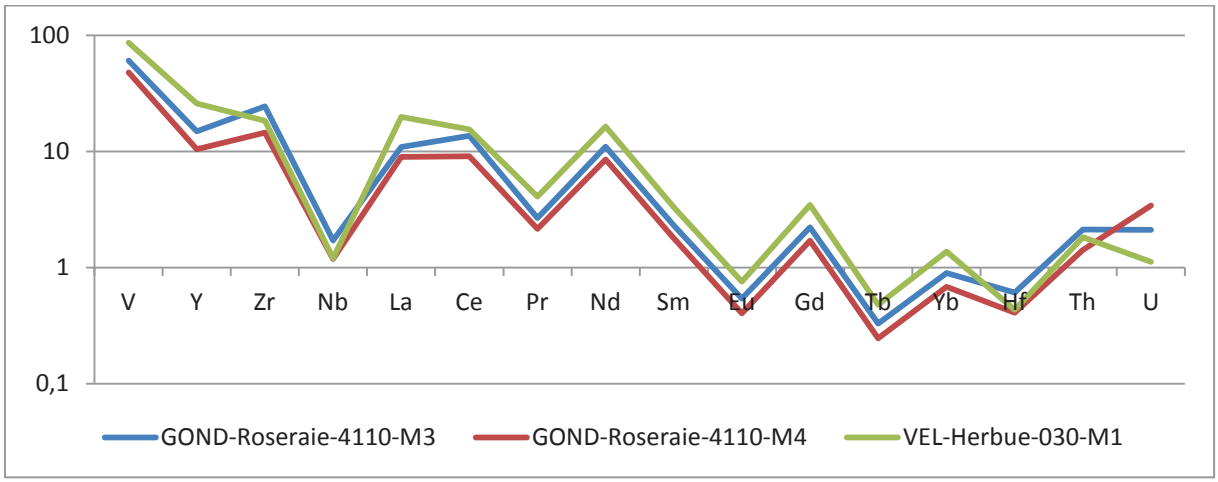


Figure 135 : Teneurs massiques en éléments traces des échantillons de minerai de l'ensemble Gondreville-Velaine (ICP-MS ; CRPG Nancy)

3.1.6.2. Description chimique des scories de réduction

Eléments majeurs – scories

Dix échantillons de scorie de réduction ont été analysés pour le site de Gondreville – *ZAC de la Roseraie*, et deux pour Velaine – *ZAC Herbue Chalin.* Les scories de Gondreville sont toutes associées à la seule structure de réduction reconnue sur le site, le bas fourneau 5001 (Cf. Figure 136).

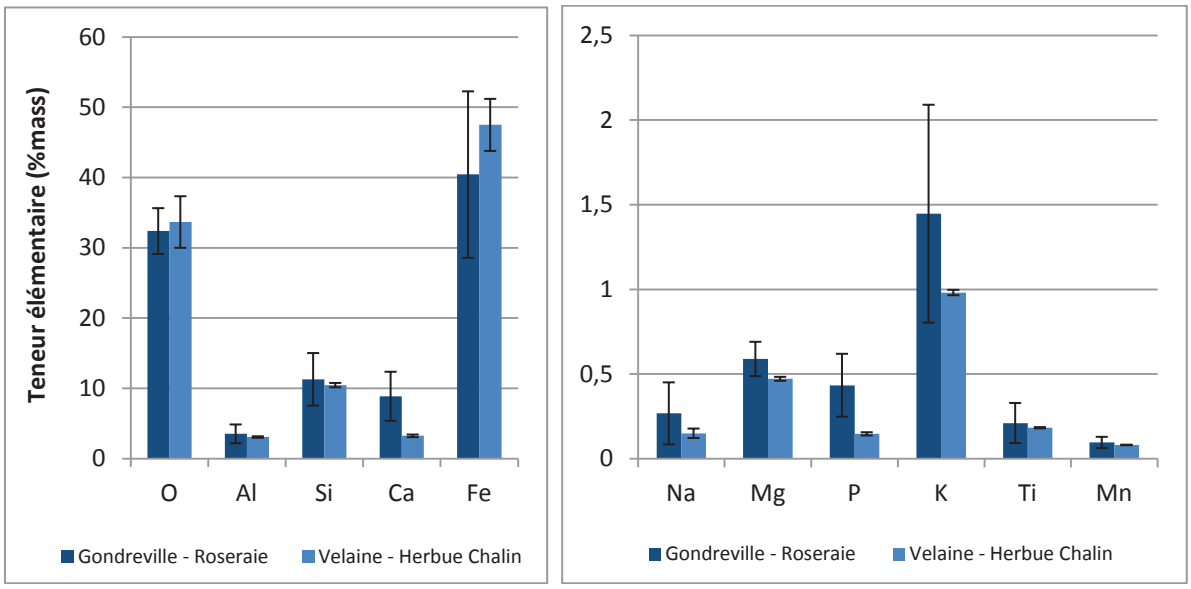


Figure 136 : Teneurs massiques moyennes en éléments majeurs des scories de réduction issues des sites de Gondreville – *ZAC de la Roseraie* et Velaine – *ZAC Herbue Chalin* (ICP-MS ; CRPG Nancy / MEB-EDS ; LAPA)

Une différence de composition en éléments majeurs est observable entre les deux sites. Les scories de Velaine apparaissent moins calciques que celles de Gondreville. Les teneurs en phosphore et potassium sont également, dans une moindre mesure, plus importantes pour les scories de Gondreville. Cette différence peut être par ailleurs exacerbée par le fait que les scories analysées pour le site de Velaine contiennent plus de fer.

Eléments traces – scories

L'intégralité des scories caractérisées par le biais des éléments majeurs ont bénéficié du dosage de l'intégralité des éléments traces nécessaires à notre démarche.

Le profil de l'échantillon GOND5001-12 présente plusieurs différences, pour les teneurs en vanadium, zirconium, hafnium et uranium (Cf. Figure 137). L'échantillon GOND5001-13 montre quant à lui une teneur plus élevée en uranium. Le profil de l'individu GON01 présente quant à lui une teneur plus faible en vanadium. Le profil élémentaire de la scorie issue du site de Velaine correspond bien, quant à lui, à la tendance générale du site de Gondreville.

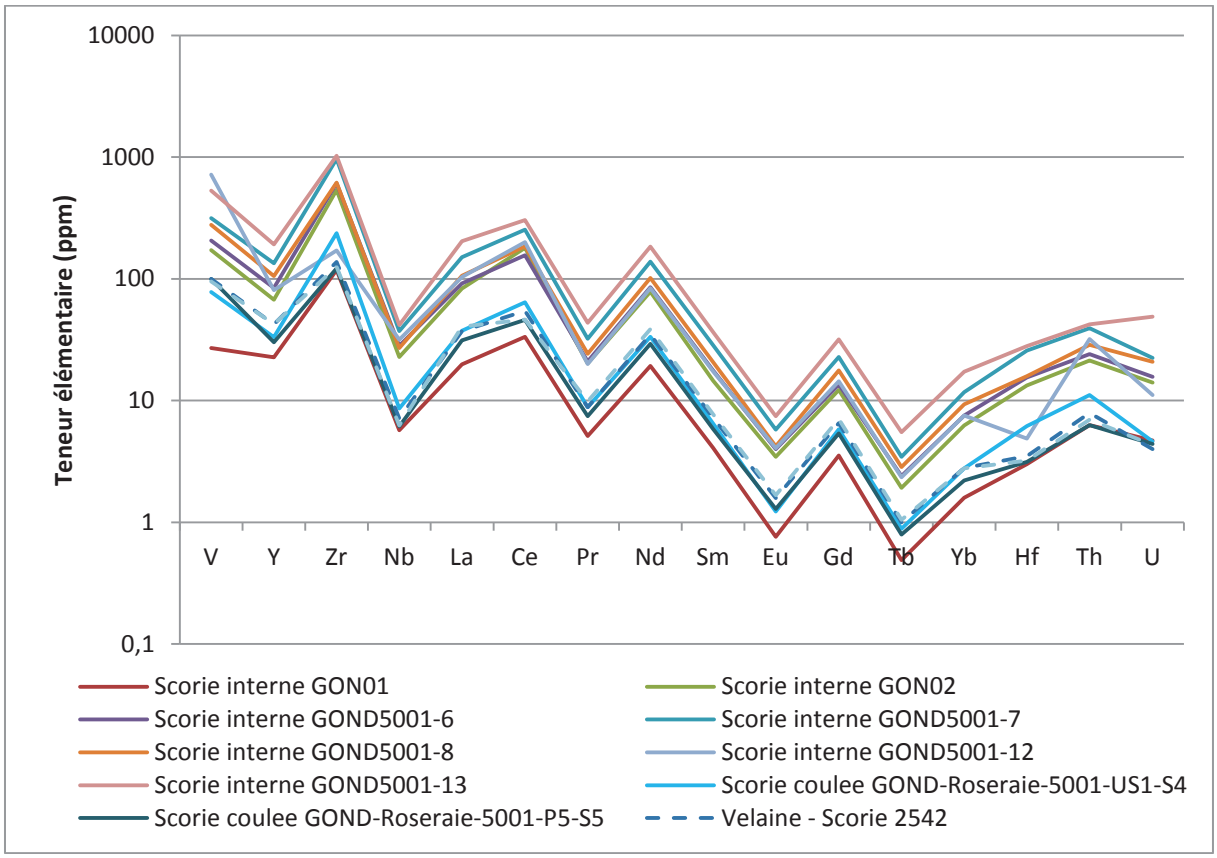


Figure 137 : Teneurs massiques en éléments traces des scories de réduction issues des sites de Gondreville – *ZAC de la Roseraie* et Velaine – *ZAC Herbue Chalin* (ICP-MS ; CRPG Nancy / LA-ICP-MS ; IRAMAT-CEB)

3.1.6.3. Compatibilité chimique entre minerais et scories mis au jour sur les sites de Gondreville – *ZAC de la Roseraie* et Velaine-en-Haye – *ZAC Herbue Chalin*

Dans ce cas également, le faible nombre d'échantillons de minerai analysés empêche de déterminer si le corpus est représentatif du minerai exploité.

Filiation minerai-scorie – éléments majeurs

Les scories de réduction semblent subir, dans les deux contextes, une modification de leur signature chimique en éléments majeurs. Cette dernière se traduit majoritairement par un enrichissement de la scorie en calcium, phénomène qui paraît d'ailleurs très marqué dans le cas du site de Gondreville (Cf. Figure 138). Une perte de phosphore et un enrichissement en potassium, phénomènes affectant également les autres secteurs considérés, sont observables pour les deux sites. Un appauvrissement en magnésium des scories est également constaté pour les deux sites.

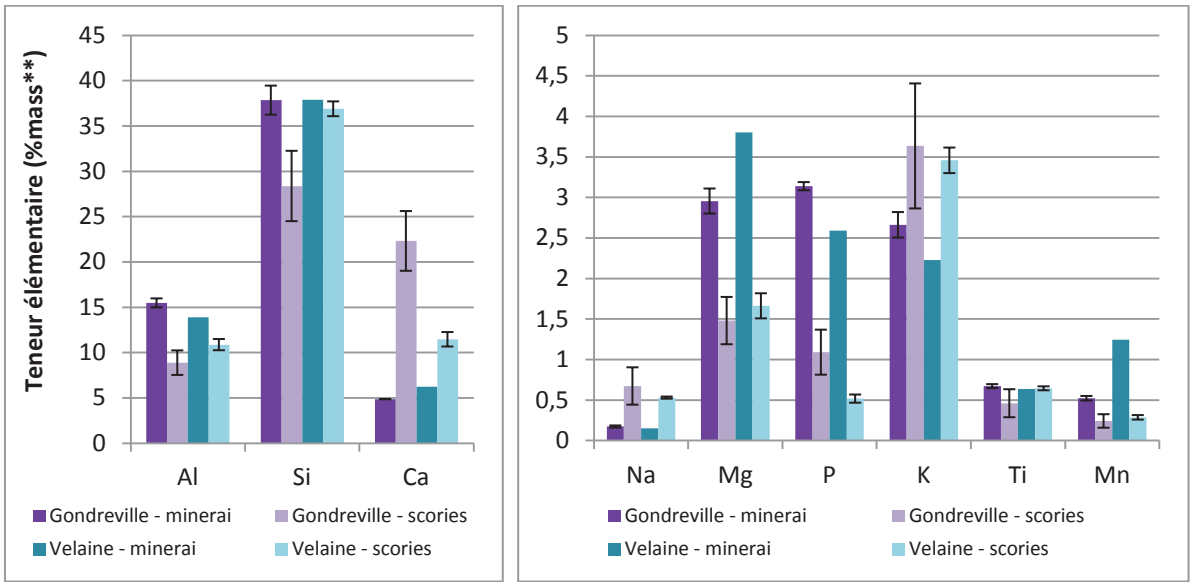


Figure 138 : Comparaison des teneurs massiques moyennes en éléments majeurs entre scories de réduction et minerais des sites de Gondreville - *ZAC de la Roseraie* et Velaine – *ZAC Herbue Chalin* (Données normalisées au fer : ICP-MS ; CRPG Nancy / MEB-EDS ; LAPA)

Filiation minerai-scorie – traces

Les données sont exprimées en teneurs moyennes pour les ensembles de minerais et de scories, en distinguant les deux sites (Cf. Figure 139).

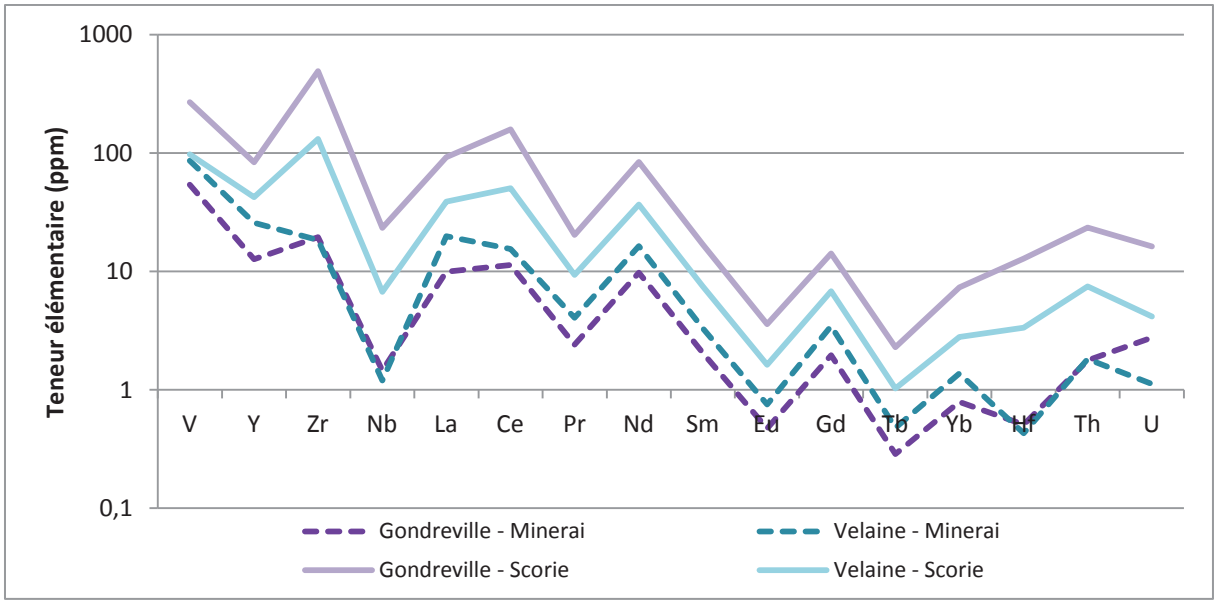


Figure 139 : Comparaison des teneurs massiques en éléments traces pour les échantillons de minerai et de scories de réduction de Gondreville – *ZAC de la Roseraie* et Velaine – *ZAC Herbue Chalin* (ICP-MS ; CRPG Nancy / LA-ICP-MS ; IRAMAT-CEB)

La filiation entre les minerais et les scories semble incertaine dans ce contexte. Dans le cas de Gondreville, les teneurs moyennes en hafnium et uranium ne concordent pas. Dans une moindre mesure, il semble que la concentration en lanthane soit également différente. Dans le cas de Velaine,

on distingue une nette diminution de la teneur en lanthane entre le minerai et la scorie. En revanche, les profils de concentration des scories de réduction issues des deux sites apparaissent similaires (seules de légères différences de teneurs en zirconium, cérium et hafnium sont observables).

Le faible nombre de données disponibles ne nous permet pas de vérifier ou d'infirmer la filiation entre le minerai provenant des deux sites et les scories de réduction associées. Les trois fragments de minerai caractérisés chimiquement ne permettent pas d'estimer la variabilité chimique des sources de minerai employées par les sites de réduction. Les douze scories de réduction associées aux systèmes de réduction montrent toutefois une relative homogénéité de composition chimique. Nous pouvons considérer, de ce point de vue que ces deux sites constituent un ensemble de production à part entière, dont il faudra confirmer l'homogénéité par l'analyse de scories de réduction et de minerai supplémentaires. Constatant les différences de composition chimique distinguant les minerais des scories de réduction, l'ensemble géochimique ne devrait être constitué que de ces dernières. Nous prendrons toutefois le parti de conserver les minerais dans un premier temps. La description et le partitionnement que nous effectuerons à l'issue de ce chapitre permettra de déterminer si la différence observée est significative à l'échelle du référentiel géochimique lorrain.

3.1.7. Les indices de sites de réduction du minerai de fer dans les vallées de l'Othain et du Loison (nord-est de la Meuse)

Les prospections menées sur les indices d'activités paléosidérurgiques dans ce secteur n'ont pas permis la collecte d'échantillons de minerai attestés. Nous commenterons ainsi uniquement la signature chimique des quatorze scories de réduction prélevées sur cinq sites (Cf. Figure 140).

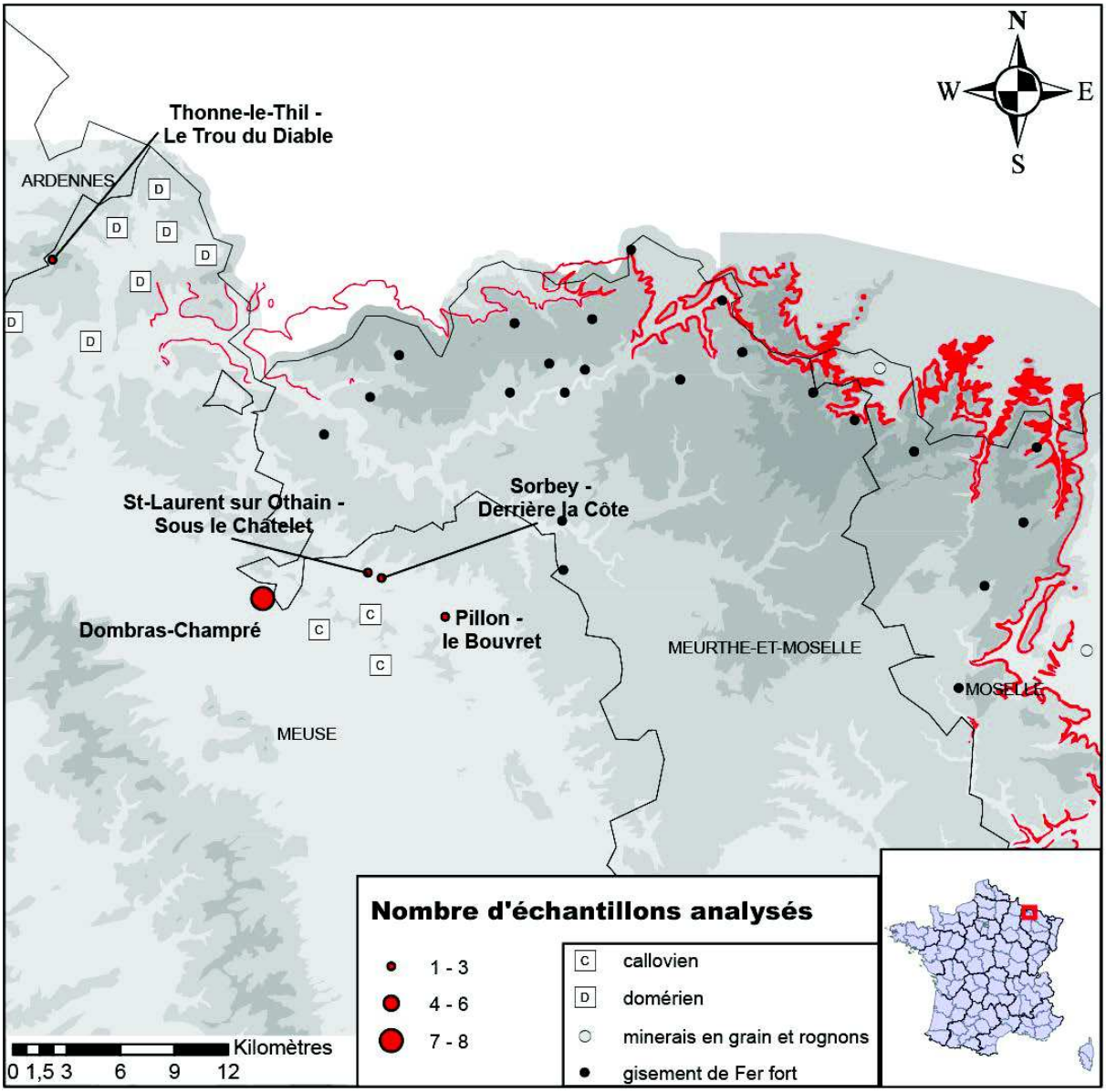


Figure 140 : Répartition des sites prospectés dans le secteur des vallées de l'Othain et du Loison dont les marqueurs géochimiques ont fait l'objet d'une caractérisation chimique complète

Huit échantillons de scories proviennent de Dombras – *Le Champré*. Les sites de Sorbey – *Derrière la Côte* et Saint-Laurent-sur-Othain – *Sous le Châtelet* sont chacun caractérisés chimiquement par deux scories de réduction. Les sites de Pillon – *Le Bouvray* et Thonne-le-Thil – *Le Trou du Diable* n'ont bénéficié que d'une seule analyse.

Eléments majeurs – scories

La composition chimique des scories de réduction du site de Dombras – *Champré* apparaît très particulière. La teneur moyenne en fer est de 11,77%$_{mass}$. Trois des scories sont par ailleurs presque exemptes de fer. Nous normaliserons ainsi les teneurs élémentaires des éléments majeurs à celle du fer afin de pouvoir comparer la composition chimique des échantillons issus des cinq sites prospectés (Cf. Figure 141).

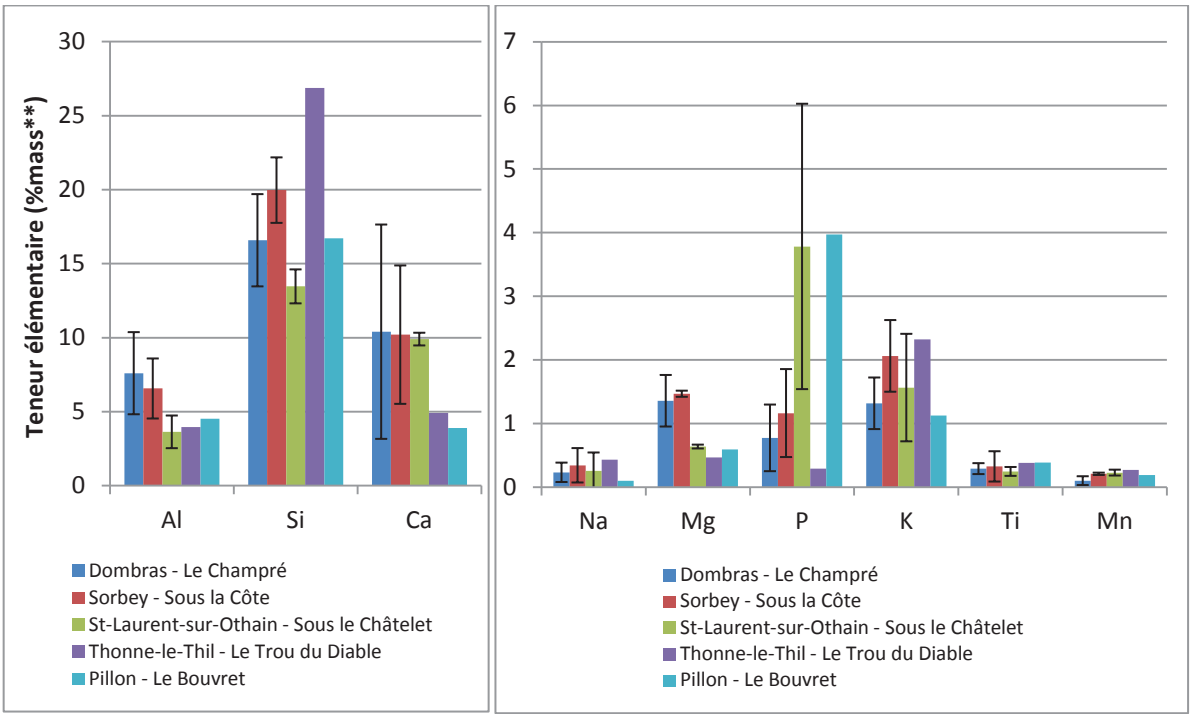


Figure 141 : Composition élémentaire moyenne en majeurs des scories de réduction issues des sites des vallées de l'Othain et du Loison (ICP-MS ; CRPG Nancy / MEB-EDS ; LAPA)

Les concentrations en éléments majeurs des scories issues des sites de ce secteur apparaissent variables. Les scories de Thonne-le-Thil et de Pillon sont par exemple bien moins calciques que les autres. Les scories de Dombras et de Sorbey contiennent quant à elles plus de magnésium. La teneur massique moyenne en aluminium des scories de Dombras apparaît deux fois supérieure à celle des scories de Thonne-le-Thil, Pillon et Saint-Laurent-sur-Othain. Les scories des deux derniers sites sont par ailleurs bien plus phosphoreuses.

Eléments traces – scories

L'observation des profils de concentration en éléments traces des scories confirme le constat formulé sur la base de la composition chimique en éléments majeurs des scories (Cf. Figure 142). Les teneurs de plusieurs éléments, tels que le vanadium, le niobium et le hafnium montrent une variabilité importante. Les teneurs élémentaires plus élevées des échantillons de Dombras sont dues quant à elles au fait que cinq des six échantillons analysés contenaient peu d'oxydes de fer.

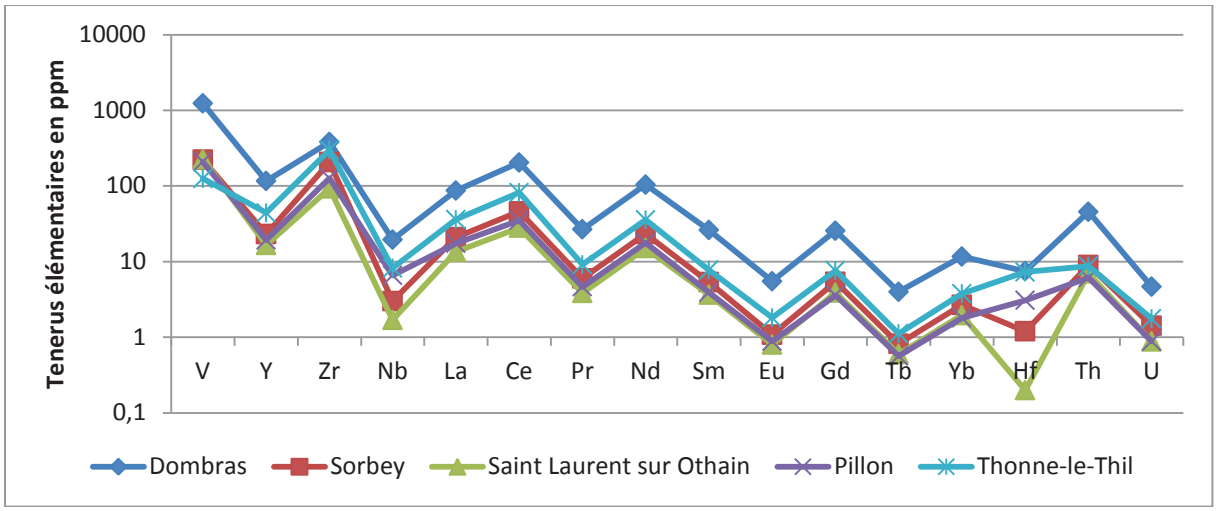


Figure 142 : Teneurs massiques moyennes en éléments traces des scories de réduction issues des sites des vallées de l'Othain et du Loison (ICP-MS ; CRPG Nancy / LA-ICP-MS ; IRAMAT-CEB)

L'hétérogénéité relative des signatures chimiques observées, que ce soit pour les éléments majeurs ou traces, ainsi que l'impossibilité d'établir une filiation entre minerai de fer et scories de réduction dans ce secteur nous amènent à remettre en question la validité de l'ensemble sidérurgique tel qu'il a été défini à l'origine pour le contexte nord-meusien. Nous traiterons cette problématique dans la partie [Comparaison des espaces]. De plus, la similarité de la composition chimique des scories de Dombras avec la signature caractéristique de la *Minette lorraine* amène à s'interroger sur l'éventualité de la réduction de ce minerai dans le secteur considéré. D'autre part, la proximité du site de Thonne-le-Thil avec des gisements de *Fer fort* n'exclue pas, dans ce cas, l'exploitation de ce minerai. Ces hypothèses seront également vérifiées à l'occasion de la seconde partie de ce chapitre.

3.1.8. Bilan intermédiaire sur la définition d'ensembles de production en Lorraine

La description, ainsi que la comparaison des signatures chimiques des échantillons de minerai et scorie analysés a permis d'évaluer l'homogénéité chimique des ensembles de productions potentiels tels que nous les avons définis en cette première partie de chapitre.

Pour un certain nombre de contextes de production, le minerai exploité avait été identifié à l'occasion d'études précédentes. C'est le cas notamment pour le minerai oolithique aalénien (Leroy M. 1997), et le minerai valanginien dans le contexte de l'atelier médiéval du *Chêne Saint-Amand* (Leroy M., Merluzzo 1998). La démarche appliquée dans le cadre de ce travail s'appuie sur cette identification préalable pour la définition d'ensembles de production. La signature chimique des minerais et scories produites par la réduction a été définie de manière plus précise, en considérant un nombre conséquent d'éléments chimiques, plus particulièrement les terres rares. La comparaison des profils de concentration a également permis de mettre en évidence des éléments dont les teneurs semblent plus sujettes à variabilité, tels que le zirconium, le vanadium ou le hafnium.

Le faible nombre d'échantillons de minerai ayant pu faire l'objet d'une caractérisation chimique permet uniquement de supposer une filiation chimique dans d'autres cas (le minerai sidérolithique, le minerai valanginien dans le secteur du Barrois, le minerai filonien de la vallée de la Bruche). Dans le cas de l'ensemble [Gondreville-Velaine], le lien géochimique n'est pas attesté. Toutefois, les relations stratigraphiques entre les entités ayant livré des fragments de minerai et des scories laissent entendre, tout au moins pour le site de Gondreville – *ZAC de la Roseraie*, que le minerai analysé a bien été introduit dans la structure de réduction mise au jour (St. 5001). Les différences de composition chimique observées pourraient dès lors être dues à des sources de pollution ou des partis pris techniques à l'occasion de la réduction du minerai (ajouts de matériaux).

Les opérations archéologiques menées sur les sites des vallées de l'Othain et du Loison n'ont pas permis la collecte de minerai, empêchant l'identification du minerai employé. La similitude de la composition chimique de certaines scories de réduction (notamment celles de Dombras) avec la signature chimique caractérisant d'autres ensembles de réduction (liés à l'exploitation du minerai oolithique aalénien et du minerai sidérolithique) nous amène toutefois à considérer l'éventualité de transport de minerai vers les sites métallurgiques reconnus pour ce secteur.

Par ailleurs, les ateliers de Saint-Dizier – *Chêne Saint-Amand* et les indices repérés dans le secteur du Barrois ont pu exploiter des minerais similaires, insérés dans les étages valanginien et barrémien. Nous comparerons également les signatures chimiques de ces ensembles afin d'évaluer leur homogénéité chimique.

Rappelons enfin que le traitement de problématiques de provenance des produits sidérurgiques revient, à notre sens, à établir la compatibilité géochimique de ces derniers avec un ensemble de production, associé à un ou plusieurs contextes socio-économiques. Cette compatibilité repose sur le lien géochimique entre la scorie produite par le ou les systèmes de réduction constituant cet ensemble et les inclusions de scorie présentes dans le métal des produits sidérurgiques. C'est ainsi la signature chimique des scories de réduction qui constitue le référentiel le plus pertinent pour le traitement de ces problématiques. Toutefois, les fragments de minerai participent également de la définition chimique d'un tel ensemble. Ainsi, nous prendrons le parti, dans un premier temps, d'intégrer au corpus de référence géochimique les échantillons de minerai décrits au fil de cette première partie. La description et le partitionnement de ce corpus, qui seront réalisés par le biais de méthodes statistiques multivariées, permettront de déterminer si la conservation de ces échantillons au sein des ensembles géochimiques de production fait sens à l'échelle du référentiel.

Les quantités de scories de réduction provenant de plusieurs ensembles de production supposés au sein de l'espace lorrain fournissent ainsi pour l'heure un support nous apparaissant suffisant, dans la plupart des cas, pour établir un lien géochimique éventuel entre ces derniers et du métal mis au jour en contexte de consommation. Les ensembles définis, hormis celui lié à l'exploitation de la *Minette lorraine*, devraient toutefois faire l'objet de campagnes analytiques supplémentaires, menées sur des scories de réduction, afin d'affiner la perception de leur signature chimique caractéristique. Les quelques échantillons de minerai analysés pour d'autres ensembles permettent par ailleurs une première identification du minerai réduit selon l'ensemble de production considéré. L'analyse d'échantillons de minerai supplémentaires permettrait à terme de vérifier ce lien géochimique.

Si la plupart des ensembles définis *a priori* se sont révélés valides par la cohérence de la signature chimiques des résidus métallurgiques associés, la démarche appliquée a également permis de mettre en évidence des incohérences. Les deux ateliers du Chêne Saint-Amand, associés dans un premier temps, doivent être considérés comme deux ensembles de production distincts du point de vue chimique. De la même manière, la validité du postulat selon lequel les sites à vocation métallurgique des vallées de l'Othain et du Loison aient pu former un ensemble de production est remise en cause. Ce cas sera maintenant discuté.

3.2. Vers une redéfinition des ensembles géochimiques de production

Les ensembles de production, définis auparavant sur des critères géographiques, présentent globalement des signatures chimiques homogènes soulignant leur cohérence. Seul l'ensemble défini pour les Vallées de l'Othain et du Loison, dans le nord de la Meuse, présente une hétérogénéité chimique majeure. L'absence de données chimiques complètes concernant le minerai potentiellement exploité dans ce secteur empêche de discuter l'éventuelle origine « technique »[228] de cette variabilité. Par ailleurs, les scories issues des sites de Dombras et de Sorbey nous ont semblé présenter une signature chimique similaire à celle d'autres ensembles de production décrits dans la partie 3.1. Nous avons, à ce sujet, formulé l'hypothèse de transport de minerais[229] dont les gisements sont situés dans des secteurs géographiquement proches, tels que le Pays-Haut. Nous comparerons donc, dans un premier temps, la signature chimique des sites nord-meusiens avec celles des ensembles *Minette* et *Fer fort.*

[228] Nous entendons par là les facteurs influant sur le système technique et susceptibles de modifier la composition chimique de la scorie, à savoir des sources de pollution ou l'emploi d'ajouts à l'occasion de la réduction du minerai. Il faut également évoquer les conditions physico-chimiques caractérisant le processus de réduction du minerai.
[229] Minerai oolithique aalénien (*Minette lorraine)* et minerai sidérolithique (*Fer fort*).

Les signatures chimiques définies respectivement pour le groupe de sites découverts dans le Barrois et pour les ateliers du *Chêne-Saint-Amand* semblent montrer une certaine similitude. Les deux ensembles sont en effet caractérisés par un rapport aluminium/silicium élevé (supérieur à 0,7). Les teneurs élémentaires d'autres composés, tels que magnésium, phosphore, manganèse et calcium, présentent des valeurs équivalentes, variant entre 0,5 et 1%$_{mass}$. Le fait que ces ensembles aient pu disposer de sources de minerai de nature similaire nous a amenés à comparer leurs signatures chimiques.

3.2.1. *Comparaison des scories nord-meusiennes avec l'ensemble Minette*

La composition chimique en éléments majeurs des scories nord-meusiennes est comparée aux ensembles de scories du Pays-Haut (51 échantillons) et du plateau de Haye (146 échantillons). Seul le site de Dombras – *Le Champré* est bien représenté (8 scories analysées), les autres sites n'étant renseignés que par une ou deux scories chacun (Cf. Figure 143).

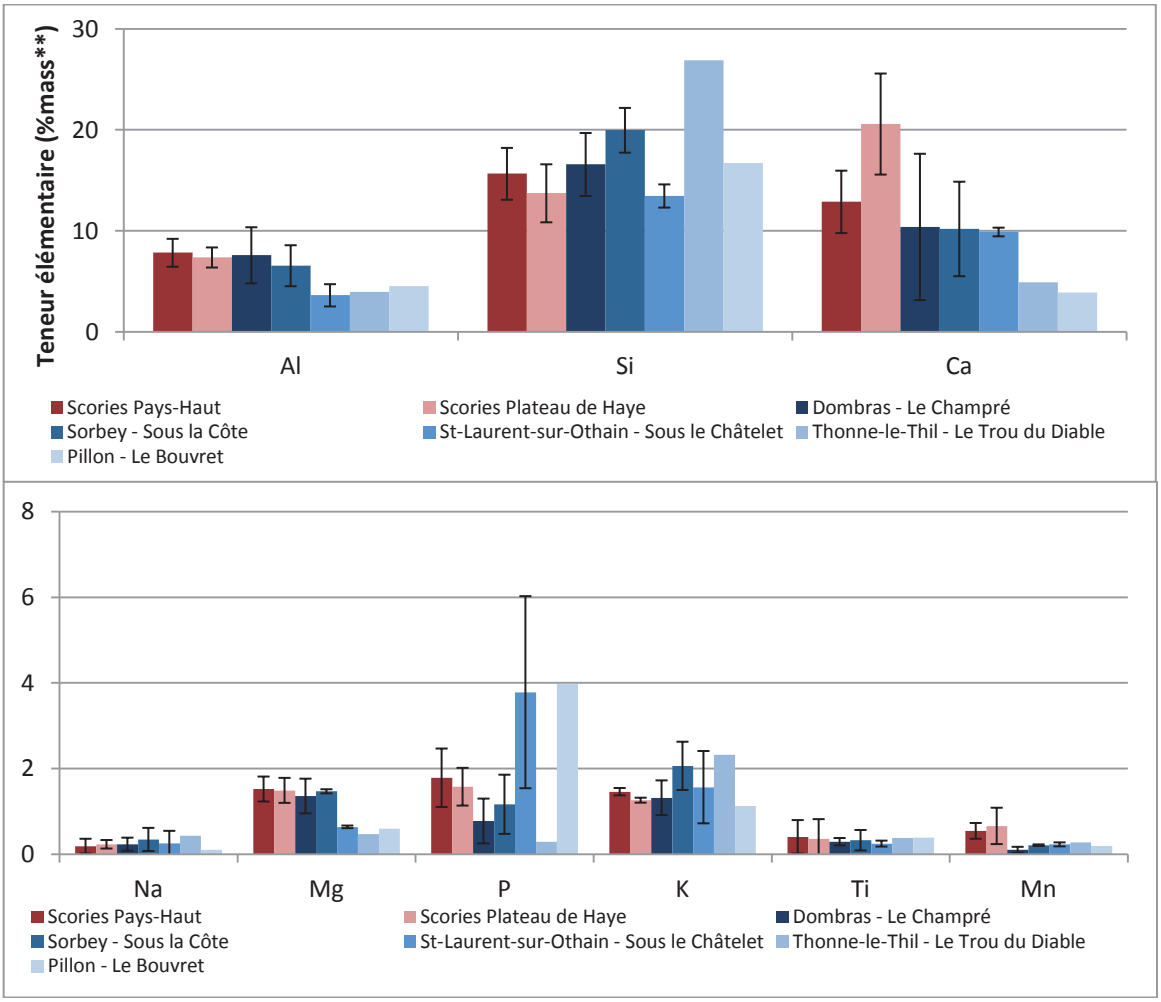


Figure 143 : Comparaison des teneurs massiques moyennes en éléments majeurs entre scories de réduction liées à la *Minette* et sites nord-meusiens (Données MEB-EDS, LAPA ; ICP-MS, CRPG Nancy)

Les scories des sites de Dombras – *Le Champré* et de Sorbey – *Sous la Côte* semble présenter une composition en éléments majeurs similaire à celle des scories liées à la réduction de la *Minette*, si ce n'est un faciès légèrement plus siliceux et mois calcique. Le site de Saint-Laurent-sur-Othain montre quant à lui une composition moins alumineuse, ainsi qu'une teneur en phosphore anormalement élevée. Les scories des sites de Thonne-le-Thil et Pillon sont bien plus siliceuses, et moins calciques que les scories caractérisant la *Minette.*

Tenant compte de cette première approche comparative, nous examinerons dans un premier temps, en Figure 144, les profils de concentration en éléments traces des sites de Dombras et de Sorbey.

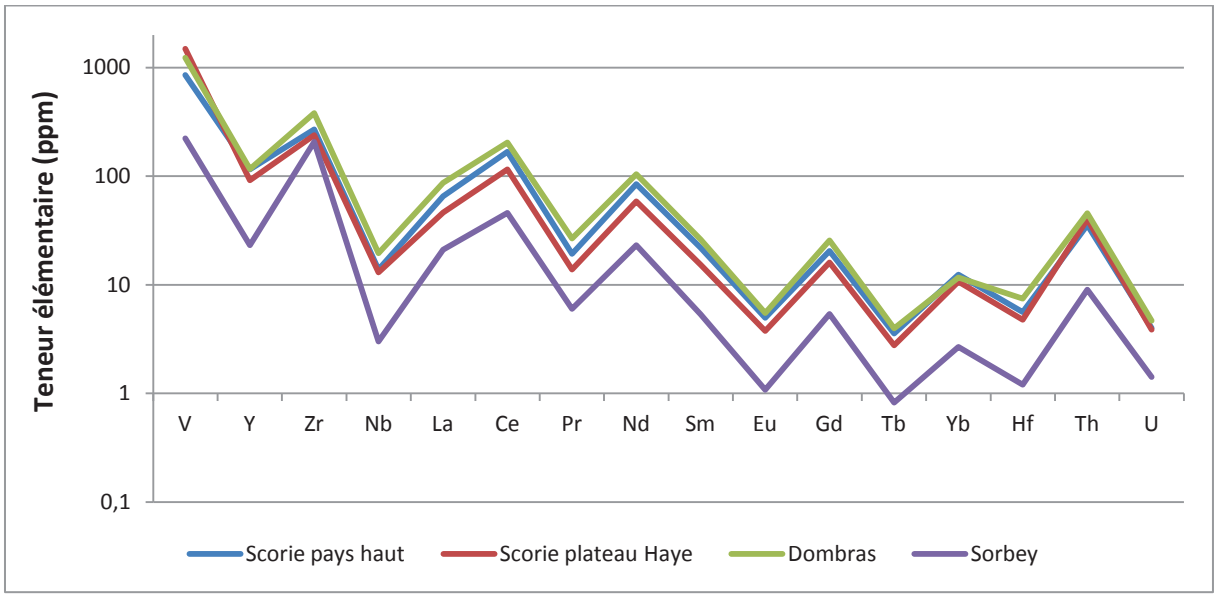


Figure 144 : Comparaison des teneurs massiques en éléments traces pour les échantillons de scorie de Dombras et Sorbey par rapport à l'ensemble *Minette* (Données ICP-MS ; IRAMAT-Orléans, CRPG Nancy)

Le profil de concentration pour les scories de Dombras est presque identique aux profils moyens des scories issues de la réduction de la *Minette*. Celui de Sorbey, malgré des teneurs absolues plus basses, est lui aussi très similaire à ces derniers, et une teneur plus élevée en zirconium.

Les profils de concentration des autres sites nord-meusiens ont également été comparés à ceux de la *Minette* (Cf. Figure 145). Le profil de Pillon diffère par les concentrations en lanthane, et surtout en hafnium. Thonne-Le-Thil se distingue lui aussi par une anomalie positive en hafnium. L'interprétation du profil de Saint-Laurent-sur-Othain est moins aisée, car le mode de représentation en échelle logarithmique a pour effet de distordre les très basses teneurs, comme c'est le cas ici pour le niobium et le hafnium.

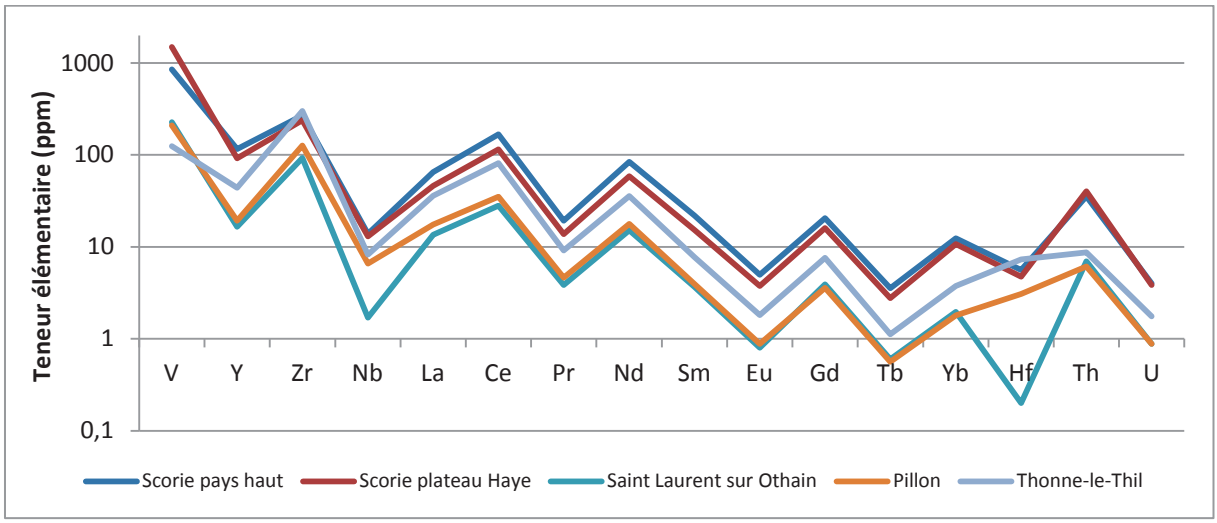


Figure 145 : Comparaison des teneurs massiques en éléments traces pour les échantillons de scorie de Saint-Laurent-sur-Othain, Pillon et Thonne-le-Thil par rapport à l'ensemble *Minette* (Données ICP-MS ; IRAMAT-Orléans, CRPG Nancy)

3.2.2. *Comparaison des scories nord-meusiennes avec l'ensemble Fer fort*

Des gisements de *Fer fort* ont été exploités à quelques kilomètres du secteur d'étude, en bordure occidentale du Pays Haut, et notamment aux environs de Thonne-le-Thil. Ce minerai a pu lui aussi alimenter les ateliers de réduction des vallées de l'Othain et du Loison.

Parmi les principaux constituants des scories de Thonne-le-Thil et Pillon, le silicium et le calcium montrent des teneurs compatibles avec l'ensemble des résidus liés à la réduction du Fer fort (Cf. Figure 146). Elles apparaissent toutefois moins alumineuses. Les scories des trois autres sites sont beaucoup plus calciques, et moins siliceuses. Les teneurs des autres éléments, notamment le magnésium, sont également compatibles pour ces deux sites. Toutefois, comme évoqué précédemment, les scories de Pillon et de Saint-Laurent-sur-Othain présentent un taux particulièrement élevé en phosphore.

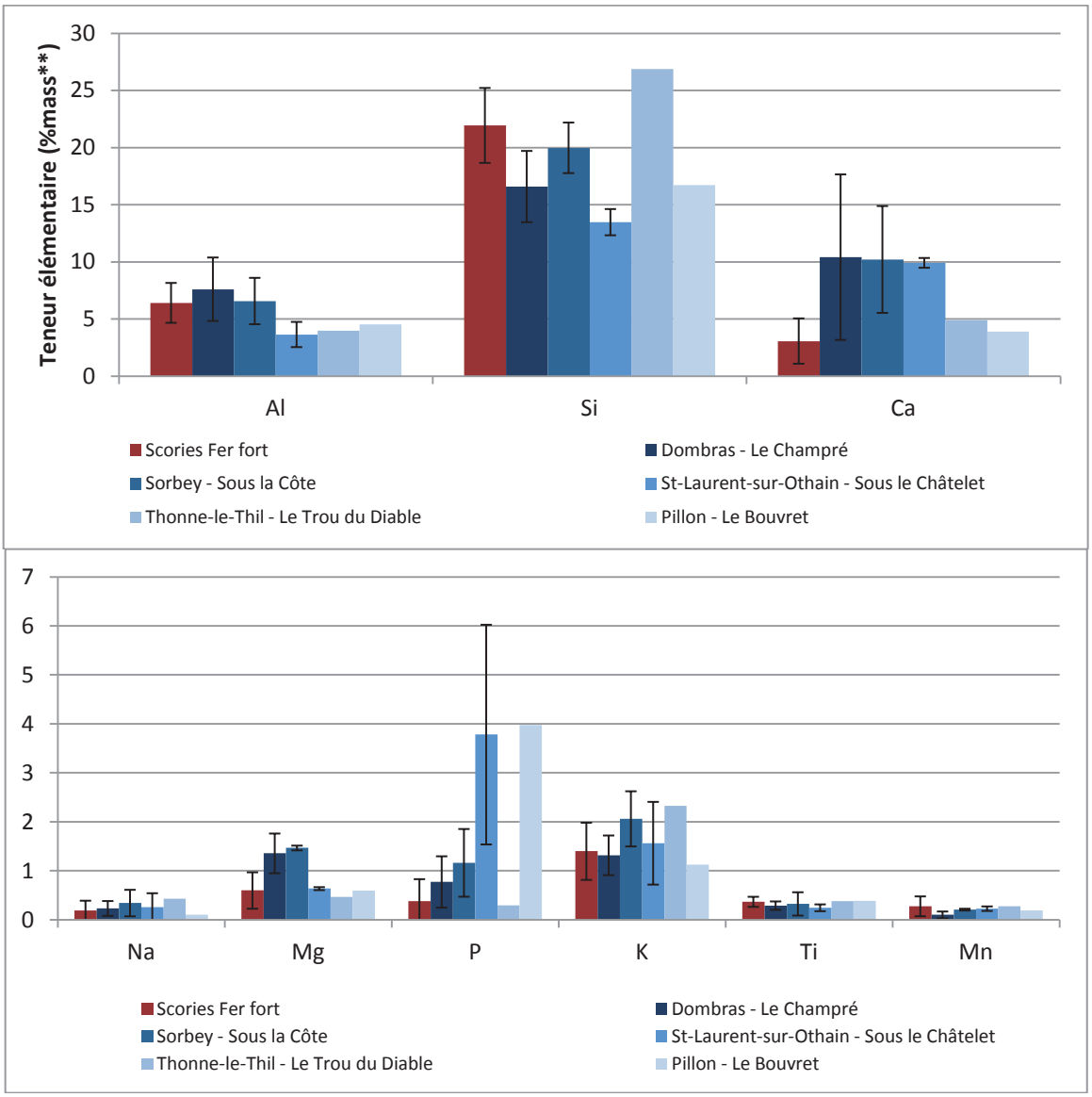


Figure 146 : Comparaison des teneurs élémentaires moyennes en majeurs entre scories de réduction liées au *Fer Fort* et sites nord-meusiens (Données MEB-EDS, LAPA ; ICP-MS, CRPG Nancy)

Les profils de concentration en éléments traces mettent quant à eux en évidence des différences s'exprimant majoritairement par les teneurs en niobium et hafnium (Cf. Figure 147). Par ailleurs, la teneur en thorium des scories de Dombras les distingue bien de l'ensemble [Fer fort]. Il apparait délicat, dans ce cadre, de proposer une compatibilité chimique entre l'ensemble [Fer fort] et l'un des sites de réduction nord-meusiens.

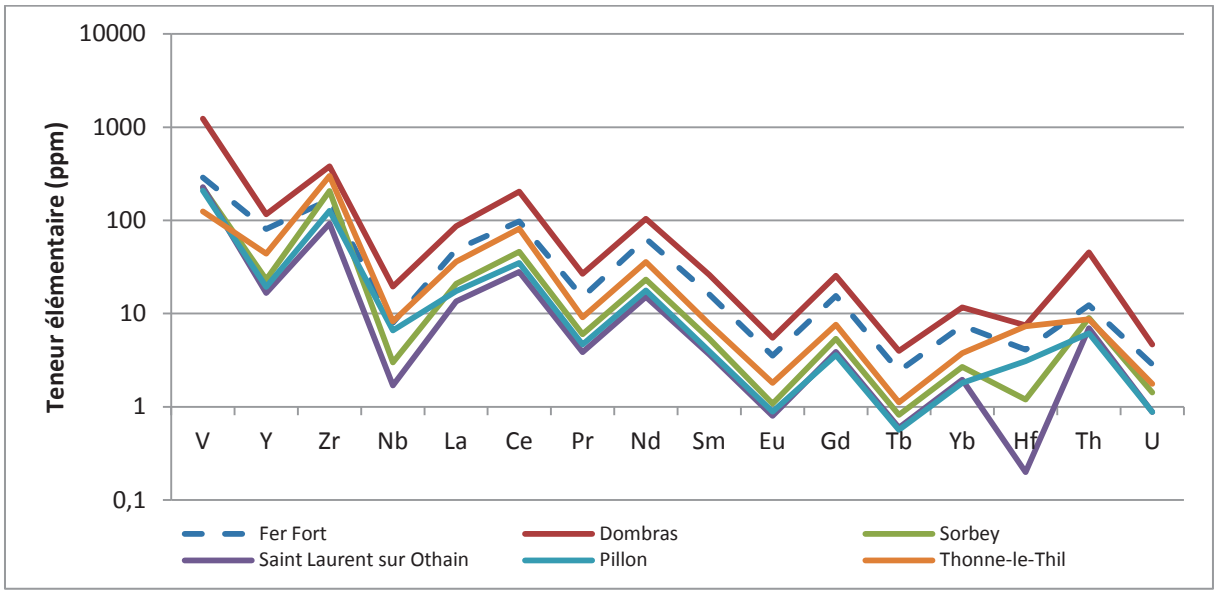


Figure 147 : Comparaison des profils de concentration pour les échantillons de scorie nord-meusiens par rapport à l'ensemble *Fer Fort* (Données ICP-MS ; IRAMAT-Orléans, CRPG Nancy)

3.2.3. *Les vallées de l'Othain et du Loison, un ensemble de production remis en question*

L'intérêt initial porté à ce secteur était dû aux sources de l'époque contemporaine mentionnant l'exploitation d'un minerai oolithique affleurant attribué aux niveaux du Callovien, notamment pour l'alimentation du haut fourneau de Billy-les-Mangiennes, de Longuyon ou de Gorcy[230]. Des mentions sont faites d'une exploitation plus précoce de ce minerai, au cours du Moyen Age, notamment par l'abbaye de Châtillon près de Saint-Laurent-sur-Othain (Girardot 1970). La découverte, dans plusieurs communes du secteur, de scories de réduction présentant un faciès pouvant être mis en relation avec le procédé direct allait dans ce sens.

Toutefois, la définition d'un ensemble de production lié à l'exploitation de ce minerai se heurte encore, à l'heure actuelle, à un nombre trop faible de données. La compatibilité chimique entre le minerai callovien et les sites de production locaux n'a pu être établie. De plus, la plupart des sites ne sont caractérisés chimiquement que sur la base d'un ou deux individus analysés. La production d'un seul site, celui de Dombras – *Le Champré*, apparaît suffisamment bien définie. Or la signature chimique des déchets de réduction de ce site semble fortement compatible avec celle de la *Minette lorraine*. Il faut dans ce cas considérer deux possibilités. La première est que l'atelier de réduction du *Champré* ait réduit du minerai oolithique lorrain. Le scénario alternatif repose quant à lui sur l'exploitation d'un minerai local, probablement le minerai oolithique callovien décrit précédemment. Ce minerai pourrait présenter une signature élémentaire indissociable de celle du minerai de l'Aalénien, ce qui rendrait délicate une distinction chimique des productions associées à l'exploitation de ces minerais. Il est impossible d'établir, à ce jour, une compatibilité chimique entre ce dernier et l'atelier de production de Dombras, puisqu'aucun échantillon de minerai lié de manière

[230] Buvignier 1852, p. 223.

certaine aux activités sidérurgiques de ce secteur n'a pu être collecté. Nous ne pourrons ainsi pas associer de manière certaine le site du *Champré* l'exploitation d'un minerai donné.

Le parti est ainsi pris de ne pas considérer le secteur nord-meusien comme un ensemble de production à part entière. Néanmoins, la production du site de Dombras, bien documentée chimiquement ne doit pas, à notre sens, être ignorée. Des prospections supplémentaires devraient être réalisées afin d'identifier quel minerai a été réduit, et le cas échéant de mettre en évidence l'utilisation de la *Minette lorraine.*

3.2.4. Comparaison des ensembles du Barrois et du Chêne Saint-Amand

La composition des scories prélevées sur les amas prospectés en forêt de Tréveray et au sein de l'épandage d'Hévilliers a été comparée à celle des fragments de minerai et scories de réduction associés aux seules structures de réduction du site médiéval du *Chêne Saint-Amand.* La composition chimique des résidus issus du site altomédiéval apparaît par ailleurs différente de celle des scories prélevées dans le secteur du Barrois. La différence la plus manifeste s'avère être le faciès très siliceux des résidus du site altomédiéval du *Chêne Saint-Amand.*

Compatibilité chimique Barrois/*Chêne Saint-Amand* médiéval – éléments majeurs

Les compositions chimiques, en éléments majeurs, des résidus considérés apparaissent globalement cohérentes (Cf. Figure 148). Les scories du secteur du Barrois apparaissent cependant légèrement plus siliceuses et sodiques que celles de Saint-Dizier. Les fragments de minerai mis au jour sur ce site apparaissent également plus calciques que celui prélevé sur l'un des amas du bois de Tréveray.

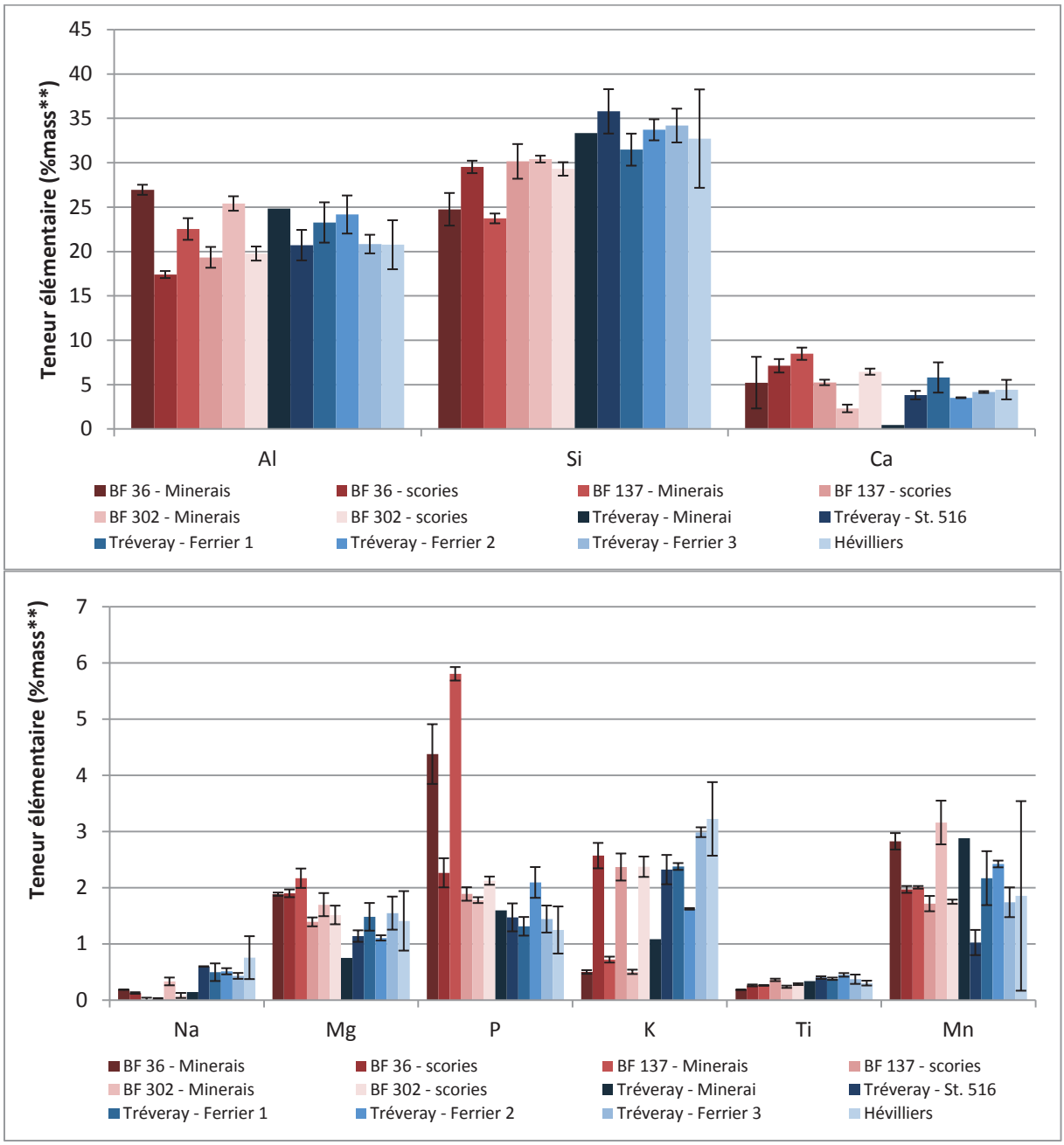


Figure 148 : Comparaison des teneurs massiques, en éléments majeurs normalisées au fer, entre les minerais et scories de réduction issus des sites prospectés dans le secteur du Barrois et des ateliers médiévaux du *Chêne Saint-Amand* (Données ICP-MS ; CRPG-Nancy et ALS-Chemex, Vancouver)

Compatibilité chimique Barrois/*Chêne Saint-Amand* médiéval – éléments traces

La comparaison des résidus métallurgiques des deux ensembles révèle quelques différences de profils de concentration (Cf. Figure 149). Ainsi, plusieurs échantillons de scorie du Barrois montrent des teneurs en vanadium inférieures à ceux de Saint-Dizier. Le fragment de minerai prélevé dans le bois de Tréveray se distingue par une teneur en cérium plus importante. Une certaine variabilité est observable en ce qui concerne les teneurs en hafnium. Hormis les différences que nous venons d'énumérer, les profils de concentration représentant les deux ensembles apparaissent très proches.

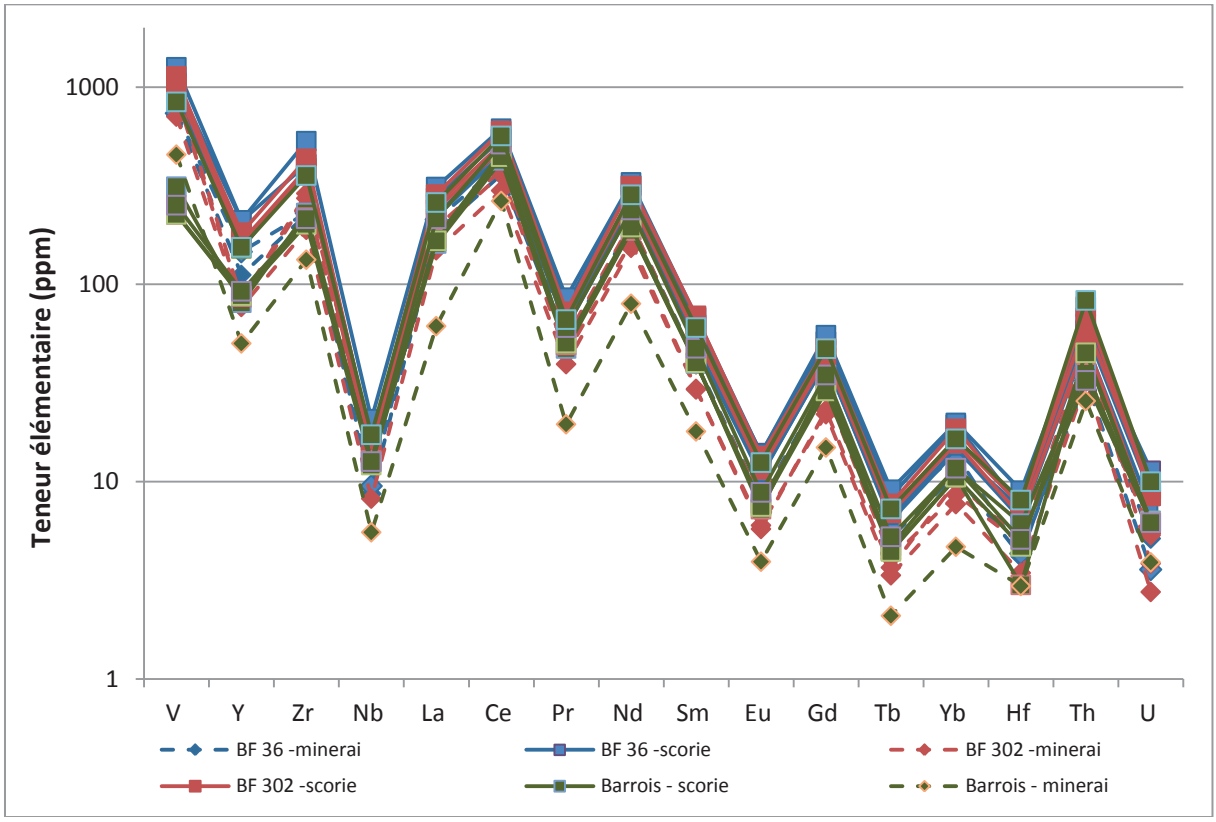


Figure 149 : Comparaison des profils de concentration pour les échantillons de scorie et de minerai du secteur du Barrois par rapport aux résidus du site médiéval du *Chêne Saint-Amand* (Données ICP-MS ; CRPG-Nancy et ALS-Chemex, Vancouver)

Les caractéristiques chimiques des contextes de réduction du Barrois et des groupes d'ateliers du *Chêne-Saint-Amand* ne peuvent être distinguées par le biais de la démarche présentée. Il apparaît très probable que ces derniers constituent eux-mêmes un seul ensemble géochimique de production. Nous vérifierons cette hypothèse à l'occasion de la sous-partie suivante, en employant une démarche statistique multivariée.

3.3. Distinction des ensembles de production définis par le biais d'une approche statistique multivariée

Sur la base des conclusions dressées à l'issue des parties 3.1 et 3.2 nous avons défini sept ensembles de production au sein de l'espace lorrain[231]. Suite aux constats dressés précédemment (partie 3.2), l'intégralité des données concernant les sites du secteur des vallées de l'Othain et du Loison ont été retirées du corpus de référence géochimique pour cette démarche. Afin de constituer un référentiel pertinent pour des études de provenance, il est nécessaire de vérifier que ces ensembles peuvent être chimiquement bien distingués les uns des autres. Pour ce faire, nous emploierons la méthodologie statistique de traitement de l'information, décrite dans les parties 2.3.4 et 2.3.5. La distinction entre les ensembles de production sera réalisée au moyen de méthodes statistiques de partitionnement des données, telles que la CAH ou l'AFD. Les données qui sont traitées ici ont toutes été normalisées selon la méthode des *logratios* décrite dans le paragraphe 2.3.1.3. Rappelons qu'il s'agit de rapports impliquant les logarithmes des teneurs, également dénommés X_{ij}. Nous nous sommes attachés à exploiter deux ensembles de variables, calculés à partir de dix éléments traces[232] et cinq éléments majeurs[233]. Nous avons employé, dans le cas des éléments traces, le dénominateur proposé par S. Leroy (2010). Les logarithmes des teneurs en aluminium, silicium et calcium constituent par ailleurs le dénominateur des *logratios* impliquant les éléments majeurs.

3.3.1. Description des données par Analyses en Composantes Principales

Des travaux antérieurs (Leroy M. 1997) ont montré que des minerais lorrains, le *Fer fort* et la *Minette*, ainsi que la scorie produite lors de la réduction de ces derniers, pouvaient être distingués chimiquement. Ces résultats ont été principalement obtenus par l'exploitation de l'information chimique portée par les éléments majeurs, bénéficiant du caractère typé de la *Minette lorraine*. Nous nous attacherons ainsi, dans un premier temps, à décrire les différences de composition chimique en éléments majeurs des ensembles de production définis, par le biais de l'ACP présentée en Figure 150. Nous nous appuierons sur les cinq X_{ij} calculés à partir des teneurs en éléments majeurs des minerais et scories analysés. Les deux premières composantes principales présentent 79 % de la variance totale du nuage de points. Les deux plans (F1-F2) et (F1-F3) expriment plus de 95 % de cette variance. L'histogramme (Cf. Figure 151) montre la part de variance exprimée par chacune des quatre composantes principales.

[231] Les ensembles [Minette], [Fer fort], [Barrois], [Saint-Dizier – MA], [Saint-Dizier – HMA], [Gondreville-Velaine] et [Bruche].
[232] Yttrium, lanthane, cérium, néodyme, samarium, europium, praséodyme, gadolinium, thorium, uranium.
[233] Magnésium, aluminium, silicium, calcium, manganèse.

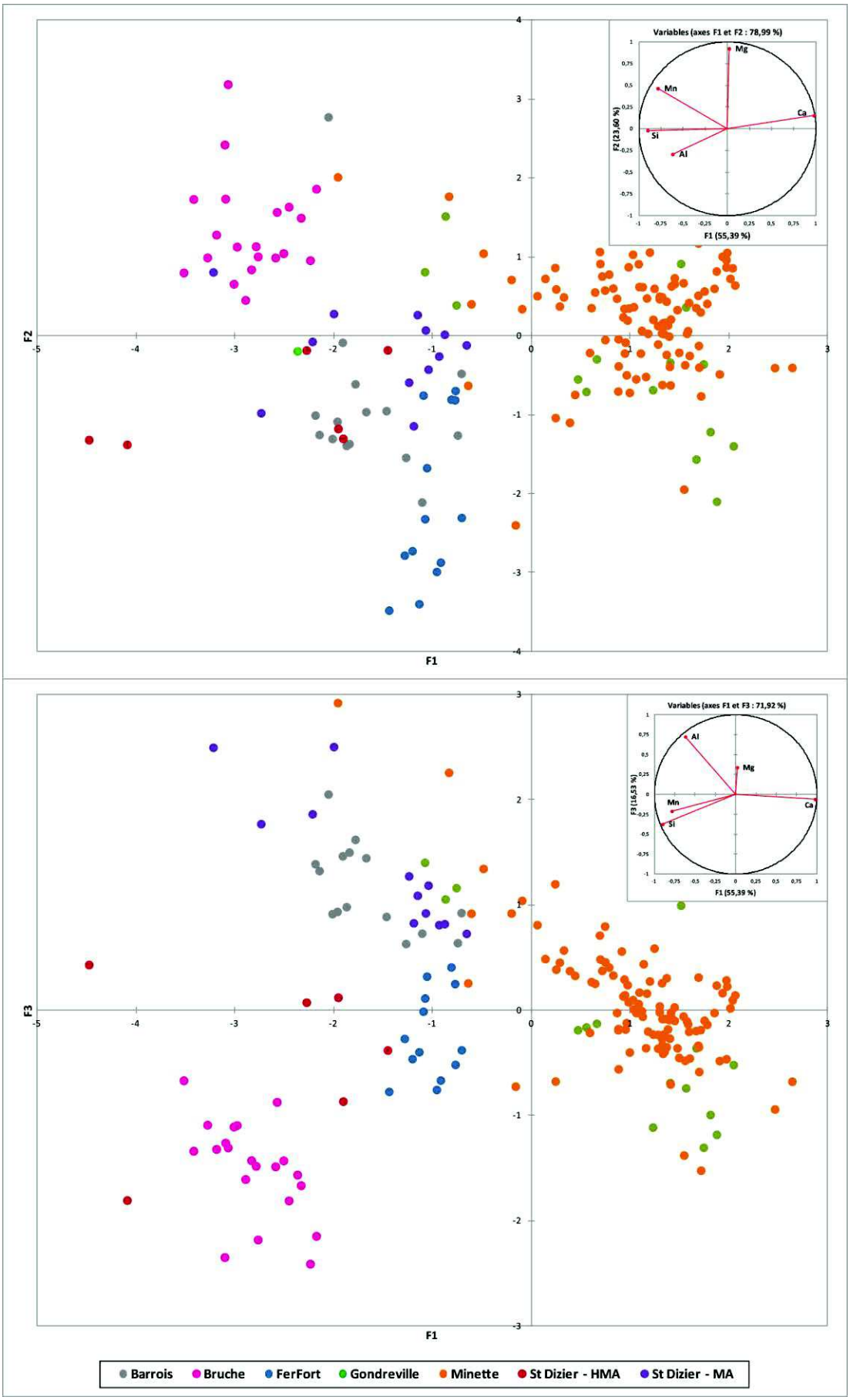


Figure 150 : Projection, sur les plans (F1-F2) et (F1-F3), d'une ACP réalisée sur le référentiel chimique, basée sur les cinq *Xij* calculés à partir des teneurs en éléments majeurs

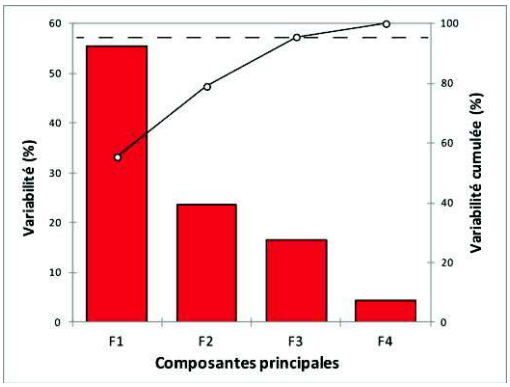


Figure 151 : Part de la variance totale exprimée par chacune des quatre composantes principales de l'ACP présentée en Figure 150

L'ACP permet en effet de distinguer les ensembles de production [Minette] et [Fer fort] quel que soit le plan considéré. Il n'en est pas de même pour les ensembles [Minette] et [Gondreville-Velaine], dont les individus sont confondus sur les deux plans présentés. Un important recouvrement des ensembles [Barrois], [Saint-Dizier - MA] et [Saint-Dizier - HMA] est observable sur le plan (F1-F2). L'ensemble de la [Bruche] est relativement isolé ; seuls quelques individus appartenant aux autres ensembles sont projetés au sein ou en bordure de son domaine chimique. L'examen des cercles des corrélations montre que les ensembles [Minette] et [Gondreville-Velaine] se distinguent par les teneurs en calcium. Ceci montre que le caractère typé de la *Minette lorraine* est bien exprimé par l'analyse effectuée. L'ensemble vosgien de la [Bruche] se démarque quant à lui par les teneurs en manganèse.
L'analyse multivariée réalisée ici décrit bien les tendances chimiques majeures du référentiel. Les interpénétrations entre les ensembles de production sont toutefois importantes. Il ne peut être envisagé de les distinguer sur la base de la composition chimique en éléments majeurs. Nous avons donc réalisé une démarche similaire sur les X_{ij} calculés à partir des teneurs en éléments traces, afin de déterminer si les ensembles étaient mieux distingués par ce biais.

L'ACP suivante (Figure 153) a été réalisée sur les dix X_{ij} évoqués *supra*, calculés à partir des teneurs de dix éléments traces. Les deux premières composantes principales prennent en compte 72,5 % de la variance totale. 83, 55 % de cette dernière est exprimée sur les plans (F1-F2) et (F1-F3) présentés. L'histogramme (Figure 152) montre la part de variance exprimée par chacune des neuf composantes principales.

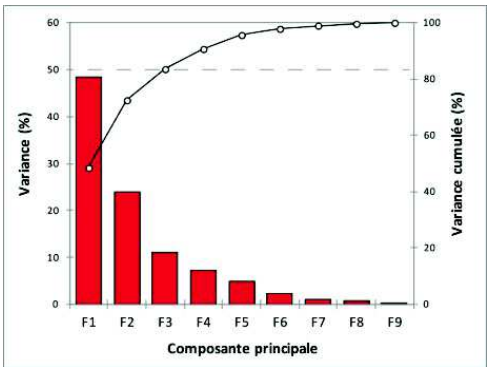


Figure 152 : Part de la variance totale exprimée par chacune des treize composantes principales de l'ACP présentée en Figure 153

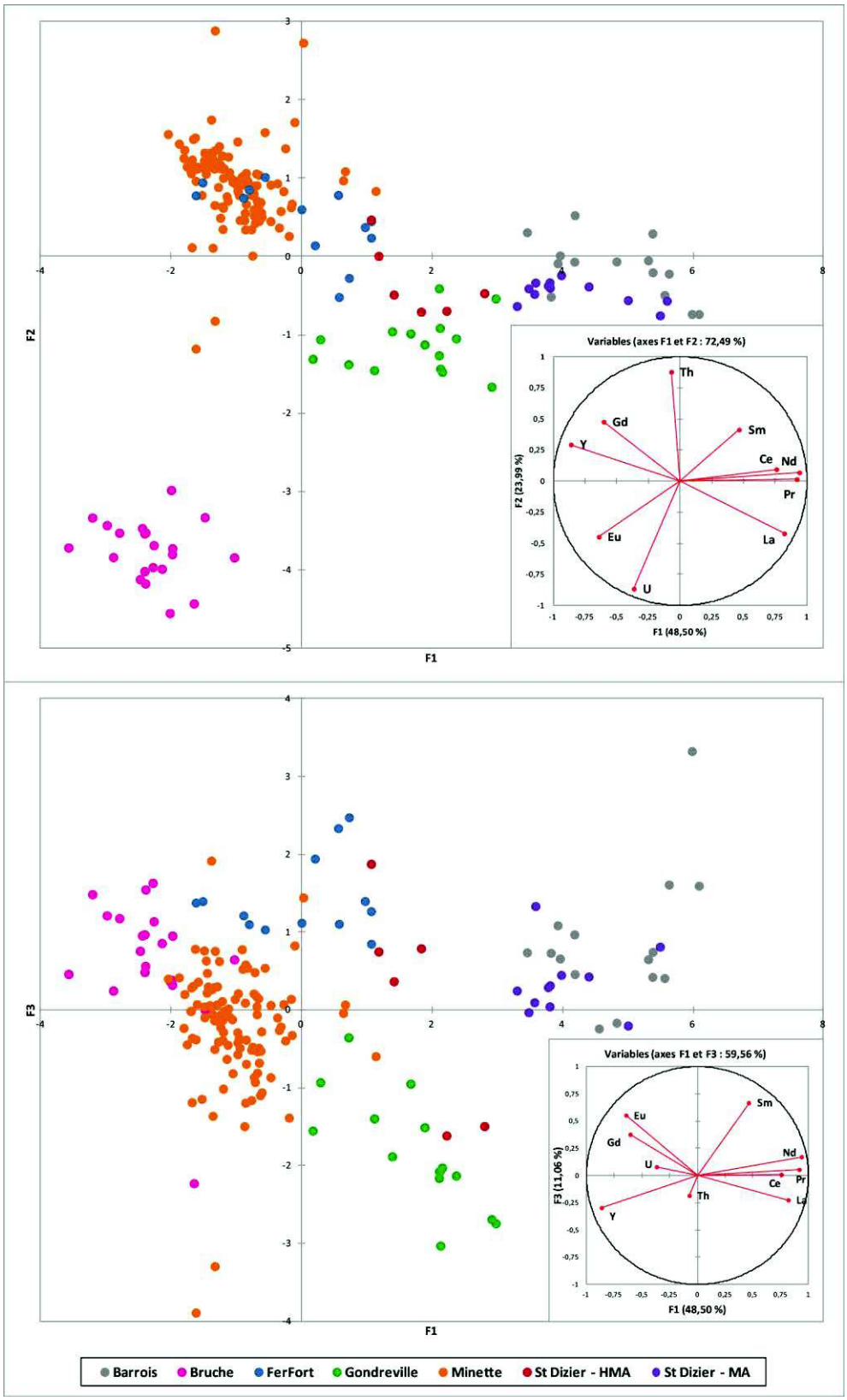


Figure 153 : Projection, sur les plans (F1-F2) et (F1-F3), d'une ACP réalisée sur le référentiel chimique, basée sur les neuf *Xij* calculés à partir des teneurs en éléments traces

Les teneurs en éléments traces permettent de totalement distinguer les ensembles [Minette] et [Gondreville-Velaine] sur le plan (F1-F2). Cependant, les ensembles [Minette] et [Fer fort] ne sont

pas distingués par le biais des teneurs en éléments traces. Les coordonnées des projections apparaissent corrélées aux X_{ij} du thorium, de l'yttrium et du gadolinium. Ces dernières permettent de bien isoler l'ensemble vosgien de la [Bruche] sur le plan (F1-F2). Le cercle de corrélation indique que la [Bruche] se distingue particulièrement à travers les X_{ij} de l'uranium[234] et de l'europium. L'ensemble est toutefois projeté au voisinage de la [Minette] sur le plan (F1-F3). Le [Barrois] et [Saint-Dizier - MA] ne peuvent être distingués, quel que soit le plan considéré. Les projections des individus de ces deux ensembles sont corrélées aux X_{ij} impliquant le néodyme, le praséodyme, le cérium et le lanthane.

Les deux analyses réalisées permettent de distinguer, plus ou moins efficacement, les ensembles géochimiques définis. Il est intéressant de noter que les X_{ij} liés aux teneurs en éléments majeurs et traces n'isolent pas forcément les mêmes ensembles. La distinction de ces derniers pourrait bénéficier de la prise en considération conjointe de ces deux sources d'information.

L'Analyse en Composantes Principales suivante (Cf. Figure 155) a ainsi été employée en vue de décrire simultanément, et de manière synthétique, l'ensemble des informations portées par les quinze variables exploitées. L'histogramme en Figure 154 présente la part de variance totale exprimée par chacune des treize composantes principales. Deux tiers de la variance (66,72%) sont pris en compte par les deux premières composantes. Les deux plans (F1-F2) et (F1-F3) expriment 77,28% de cette variance.

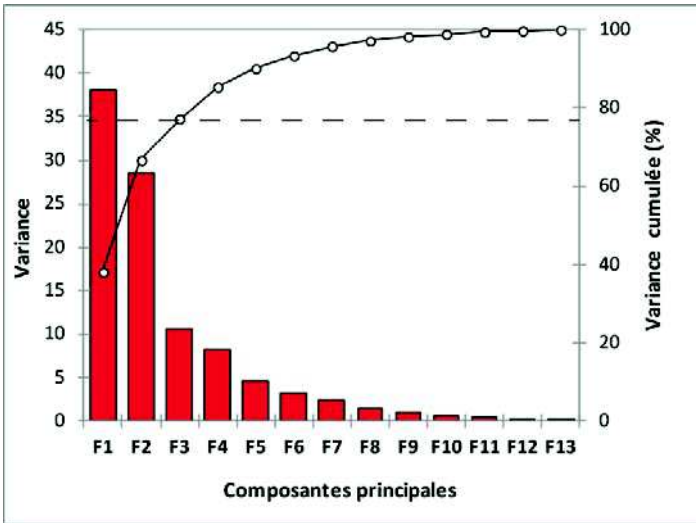


Figure 154 : Part de la variance totale exprimée par chacune des treize composantes principales de l'ACP présentée en Figure 155

La Figure 155 présente les projections, sur ces deux plans, des échantillons de minerai et scories composant le référentiel géochimique constitué.

[234] Le contexte géochimique du site de *Sapin-Dessus*, caractérisé par des roches présentant une forte radioactivité naturelle (Pagel 1982).

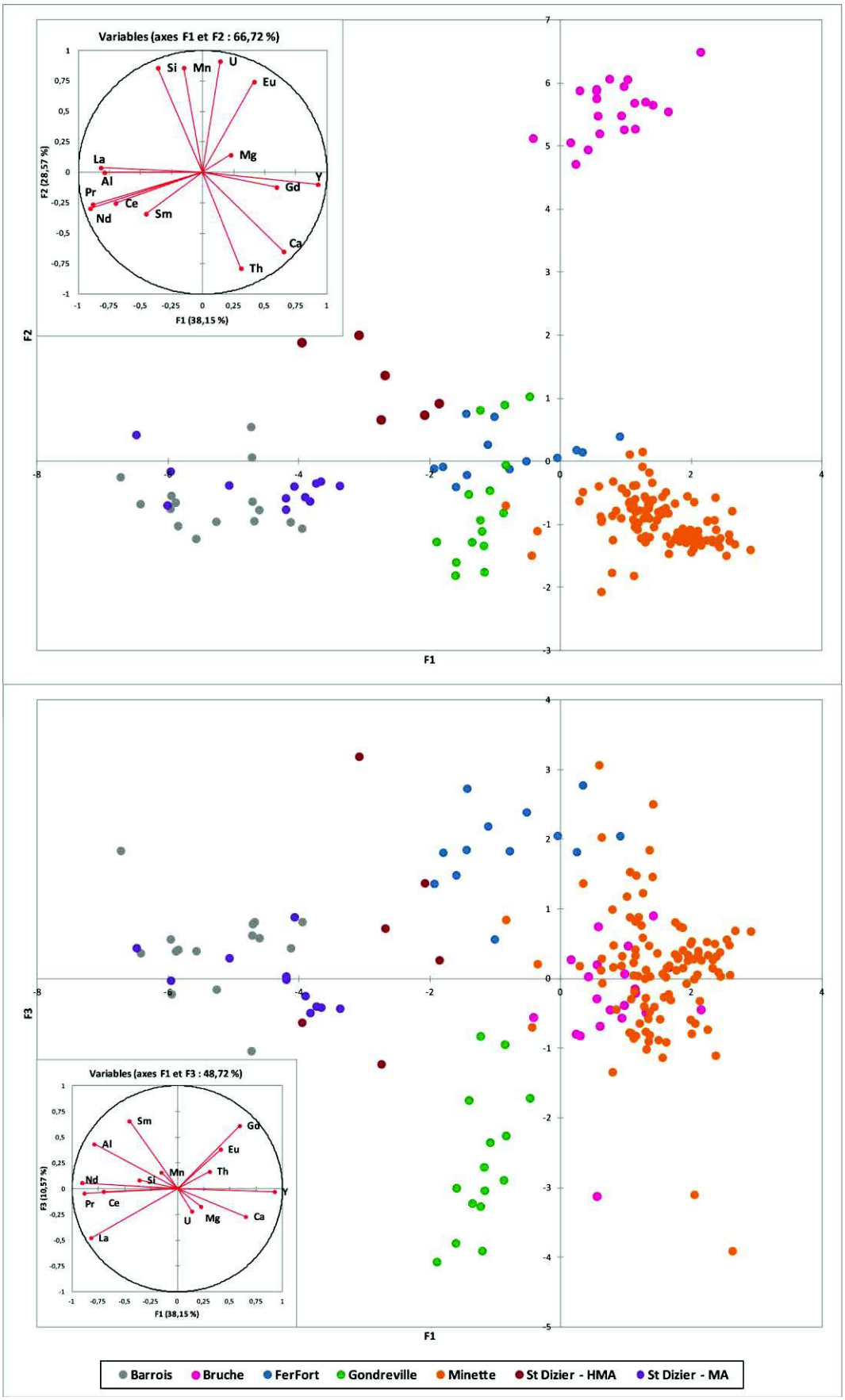


Figure 155 : Projection, sur les plans (F1-F2) et (F1-F3), d'une ACP réalisée sur le référentiel chimique, basée sur les quinze *Xij* calculés à partir des teneurs en éléments majeurs et traces

Cette analyse, réalisée sur l'ensemble des variables caractérisant le référentiel géochimique, montre tout d'abord la nette distinction qu'il est possible de faire, sur le plan de plus grande variance (F1-F2), entre l'ensemble de production vosgien [Bruche] et les autres. Par ailleurs, on peut remarquer que les individus correspondant à chacun des ensembles sidérurgiques sont relativement groupés ; peu d'*outliers* sont observables. L'emploi combiné des X_{ij} associés aux éléments majeurs et traces permet de distinguer de manière satisfaisante l'ensemble [Minette] de l'ensemble [Fer fort] et de l'ensemble [Gondreville-Velaine]. Ces deux derniers ne peuvent être distingués sur le plan (F1-F2), tandis que leurs projections sur le plan (F1-F3) sont séparées. Sur ce dernier plan, l'ensemble vosgien de la [Bruche] est confondu avec celui de la [Minette]. Enfin, quel que soit le plan considéré, les projections des ensembles du Barrois et de l'atelier médiéval de Saint-Dizier – *Chêne Saint-Amand* montrent un recouvrement non négligeable. Les corrélations décrites entre projections et variables sont conservées par l'emploi combiné des deux groupes de X_{ij}.

Les résultats présentés montrent que la distinction des ensembles géochimiques de production définis tire bénéfice de l'association des X_{ij} associés aux éléments majeurs et traces. Ces deux sources d'information ne sont pas redondantes, mais apparaissent bien au contraire complémentaires. Cependant, aucun des plans construits par l'ACP ne permet de distinguer simultanément les ensembles de production définis au fil de ce chapitre. Nous avons par conséquent envisagé de traiter simultanément les informations portées par chacun des plans.

3.3.2. *Partitionnement des données à l'aide de la Classification Ascendante Hiérarchique*

Nous avons conclu le paragraphe précédent en montrant que l'ACP réalisée sur les quinze variables permettait la meilleure distinction des ensembles géochimiques de production. Nous avons également remarqué que les différents plans constitués par les composantes principales permettaient chacun de distinguer des ensembles de production spécifiques. Nous avons ainsi cherché à employer une méthode multivariée permettant la synthèse des informations portées par chacun de ces plans.

Le recours à la Classification Ascendante Hiérarchique a ainsi été envisagé afin d'améliorer la distinction chimique des ensembles de production[235]. Cette méthode permet, rappelons-le, de décrire la structuration de l'information. Des algorithmes de classification sont employés afin d'attribuer les échantillons à des groupes dont la composition chimique est la plus homogène possible. Cette méthode est également non supervisée ; les échantillons ne sont pas attribués *a priori* à un groupe, ce qui permet d'identifier d'éventuels *outliers*.
Afin d'exploiter les informations obtenues à partir des ACP réalisées précédemment, nous avons employé la démarche exposée par Husson *et al.* (2010). Ces derniers proposent de réaliser une CAH sur les coordonnées des projections des échantillons sur les composantes principales d'une ACP. Cette démarche permettrait une classification plus performante, puisqu'employer les composantes principales issues de l'ACP permet de s'affranchir d'une éventuelle colinéarité des variables initiales

[235] Nous renvoyons le lecteur à la sous-partie 2.3.5, exposant dans son ensemble la méthodologie employée.

(les X_{ij} dans notre cas). Rappelons qu'Husson *et al.* (2010) considèrent l'information portée par les dernières composantes principales comme du « bruit », et s'appliquent à réaliser une classification sur les composantes exprimant la plus grande variance. Il est ainsi recommandé de ne prendre en compte que les premières composantes principales, exprimant 80 à 90 % de la variance totale. Nous avons pris le parti de fixer ce seuil à 90 %. De ce fait, la classification présentée par la Figure 156 est effectuée à partir des cinq premières composantes principales parmi les treize définies par l'ACP réalisées sur les éléments majeurs et traces[236].

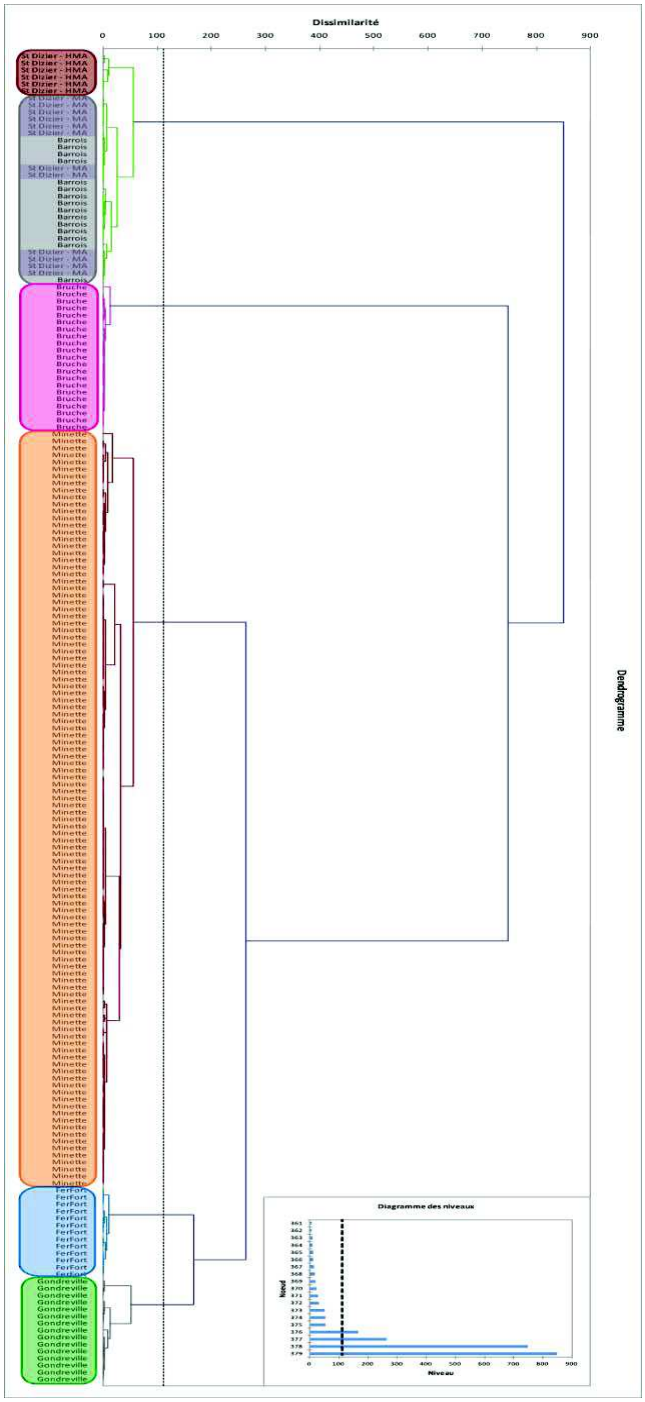


Figure 156 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les composantes principales de l'ACP présentée en Figure 155 pour le corpus de référence géochimique

[236] Les données traitées par la classification sont des distances euclidiennes (coordonnées des individus sur les composantes principales) agrégée par la méthode du saut de Ward.

Nous avons pris le parti de distinguer cinq groupes d'échantillons[237] au sein du référentiel, à partir des sauts d'inertie représentés par l'histogramme situé au bas de la Figure 156[238]. Le premier groupe distingué comporte uniquement les échantillons des ensembles du [Barrois], de [Saint-Dizier – MA] et de [Saint-Dizier – HMA]. L'ensemble vosgien de la [Bruche] est également discriminé à un niveau d'inertie important. Un troisième groupe se compose exclusivement d'échantillons de *Minette lorraine*. Deux autres groupes sont quant à eux constitués uniquement par des échantillons attribués au *Fer fort* et aux minerais et scories mis au jour sur les sites de Gondreville et Velaine.
La classification ne parvient pas à discriminer l'atelier médiéval du *Chêne Saint-Amand* et les sites de réduction du Barrois. En revanche, l'atelier altomédiéval du *Chêne Saint-Amand* est distingué de ces deux ensembles, mais la discrimination intervient à un niveau d'inertie relativement peu élevé, situé sous le seuil fixé.

La discrimination déduite de la classification fait donc sens, les échantillons composant les ensembles de production définis auparavant forment des groupes cohérents. Le fait que les échantillons du [Barrois] et de [Saint-Dizier – MA] forment un groupe par ailleurs bien distingué des autres confirme la forte compatibilité chimique perçue précédemment entre ces deux ensembles.

3.3.3. Remarques sur l'emploi croisé d'ACP et de CAH pour le partitionnement du référentiel géochimique

La combinaison ACP/CAH et la classification qu'elle engendre suggère cinq grandes « familles » géochimiques. La première est représentée par les sites liés à la réduction du minerai oolithique aalénien (ou *Minette lorraine*). La seconde par le site de réduction de Saales – *Sapin Dessus*, dans la vallée de la Bruche (Vosges). Un autre est composé des échantillons liés à l'exploitation du minerai sidérolithique ou *Fer fort.* Les deux sites de réduction de Gondreville et Velaine sont associés dans un groupe chimique qui est également distingué. Enfin, une dernière classe se compose des sites de réduction situés dans le Barrois et à Saint-Dizier. Ainsi, la non-distinction des ensembles du Barrois et de l'atelier médiéval de Saint-Dizier suggère que ces ensembles pourraient être géochimiquement équivalents. Cette éventualité n'est pas à écarter, puisque les ressources ferrifères présentes dans ces deux secteurs, distants d'une vingtaine de kilomètres, apparaissent similaires[239].Toutefois, il est possible de distinguer, au sein de cette dernière classe, les déchets produits par l'atelier altomédiéval du *Chêne Saint-Amand.* Il apparaît, par ailleurs, qu'une démarche multivariée réalisée en intégrant à la fois les informations chimiques liées aux teneurs en éléments majeurs et traces permet une meilleure distinction des ensembles de production tels qu'ils ont été définis au préalable.

Les résultats obtenus par le couplage d'une méthode de réduction de variables (ACP) et une méthode de partitionnement (CAH), appliquée à un corpus non hiérarchisé *a priori* sont, dans

[237] Les ensembles géochimiques de production sont représentés par les couleurs suivantes : le orange pour la [Minette], le bleu pour le [Fer fort], le vert émeraude pour [Gondreville-Velaine], le gris pour le [Barrois], le violet pour [Saint-Dizier – MA], le bordeaux pour [Saint-Dizier – HMA] et le magenta pour la [Bruche]. Ce code couleur restera employé tout au long des chapitres 3 à 5.
[238] Ce choix est justifié dans le paragraphe 2.3.4.1.
[239] Il s'agirait, rappelons-le, d'un minerai à faciès mixte, oolithique/géodique, lié aux niveaux valanginiens.

l'ensemble, en adéquation avec les groupes définis au préalable et valident l'interprétation archéométallurgique des sites de production considérés dans le cadre de notre démarche. Les résultats semblent de plus mettre en évidence une affinité chimique entre ensembles de production en fonction de leur environnement géologique. En effet, les ensembles [Minette], [Fer fort] et [Gondreville-Velaine] se révèlent très proches chimiquement. Ces trois ensembles de production sont liés à l'exploitation de minerais (sédimentaires ou sidérolithiques) associés aux calcaires et marnes du Jurassique moyen. Nous avons également observé une affinité forte entre le [Barrois], [Saint-Dizier – MA], [Saint-Dizier – HMA]. Ces ensembles sont liés à l'exploitation de minerais associés aux calcaires et marnes de la transition entre Jurassique et Crétacé. L'ensemble [Bruche], associé à l'exploitation d'un minerai filonien inséré dans des grès triasiques, est quant à lui isolé du reste du référentiel.

La cohérence chimique des ensembles de production définis au cours de la première partie de ce chapitre a été vérifiée sur un plan multivarié. Rappelons que la distinction des ensembles constitue un prérequis essentiel à une démarche prédictive visant à identifier la source d'un produit sidérurgique d'origine inconnue. Nous distinguerons ainsi les ensembles de production, dont la validité vient d'être confirmée, en appliquant des méthodes discriminantes et supervisées permettant une telle démarche inférentielle.

3.3.4. Approche discriminante basée sur l'emploi de l'Analyse Factorielle Discriminante

L'emploi de l'Analyse Factorielle Discriminante permet, rappelons-le, de réduire l'espace de représentation multivarié des ensembles de production, avec une contrainte imposée : la variance intraclasse est minimisée. En reformulant graphiquement ces considérations, les individus d'un même groupe seront les plus regroupés possible, alors que les différents ensembles seront le plus éloignés possible. Cette méthode présente également une application inférentielle ; il est possible de déduire, à partir de l'analyse, la probabilité d'appartenance d'un échantillon d'origine inconnue à l'un des groupes constitués.

Nous avons effectué une analyse discriminante sur la population considérée dans la sous-partie 3.3.1, à savoir 188 échantillons de minerais et scories issus de sept ensembles de production. Cette population est caractérisée par quinze variables, issues des concentrations en éléments majeurs et traces normalisées séparément à l'aide de rapports logarithmiques.

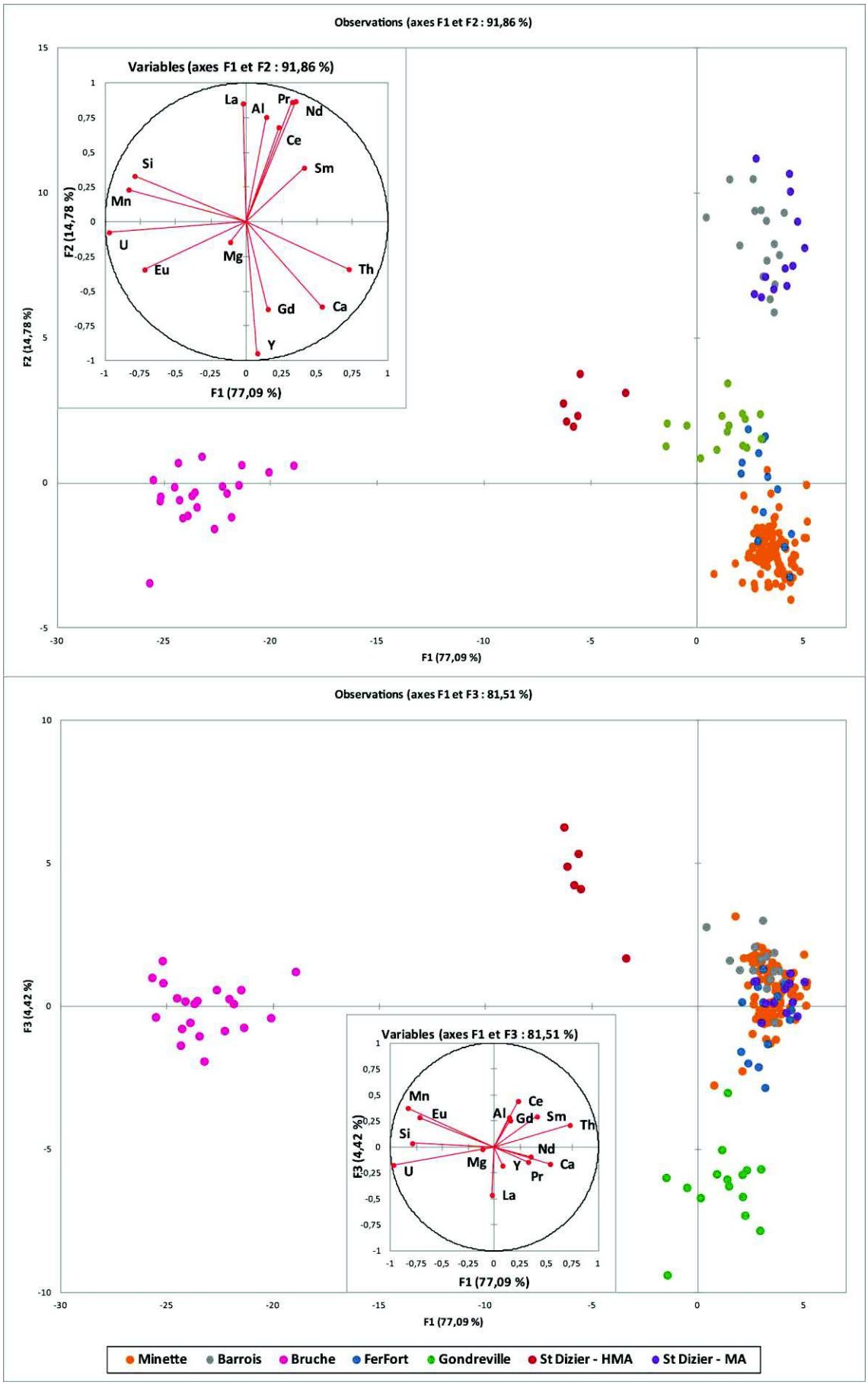


Figure 157 : Projection, sur les plans (F1-F2) et (F1-F3), d'une Analyse Factorielle discriminante réalisée sur le référentiel géochimique caractérisé par les 15 *Xij* majeurs et traces

L'analyse discrimine sans surprise l'ensemble de production vosgien de la [Bruche], quel que soit le plan considéré. L'AFD apparaît dans ce cas fortement influencée par la spécificité de la signature chimique des déchets métallurgiques collectés dans la vallée de la Bruche, minimisant la différence entre les autres ensembles de production. Par conséquent, plusieurs ensembles semblent moyennement discriminés sur le plan (F1-F2), l'espace de dispersion du [Fer fort] recouvrant partiellement ceux de la [Minette] et de [Gondreville-Velaine]. L'ensemble [Saint-Dizier – HMA] est bien individualisé. Comme précédemment, les ateliers médiévaux de Saint-Dizier ne peuvent pas être dissociés de l'ensemble de production du [Barrois]. Sur le plan (F1-F3), seuls la [Bruche], [Saint-Dizier – HMA] et, dans une moindre mesure [Gondreville-Velaine], sont bien isolés. Il n'est pas possible de distinguer les quatre autres ensembles sur ce plan.

Les résultats obtenus à l'issue de l'Analyse Factorielle Discriminante donnent une image de la structuration de l'information chimique similaire à celle offert par la combinaison de l'ACP et de la CAH. Les ensembles [Minette], [Fer fort] et [Gondreville-Velaine] sont associés, ainsi que le [Barrois] et [Saint-Dizier – MA]. Ces deux ensembles n'ont pu être distingués par aucune des analyses multivariées effectuées et ce quelles que soient les composantes principales ou facteurs considérés. Compte tenu du fait que ces deux ensembles sont, en outre, probablement associés à l'exploitation du même minerai à faciès oolithique/géodique de l'étage valanginien, ils semblent constituer un seul et même ensemble de production. Nous prenons ainsi le parti de les associer, et de conserver l'appellation du [Barrois] afin de désigner le nouvel ensemble.
En dernier lieu, l'ensemble [Bruche] est fortement isolé du reste du corpus par l'AFD. La spécificité de la composition chimique de la [Bruche] semblent fortement influencer l'analyse, notamment sur le plan (F1-F3), pour lequel les variables associées (Si, Mn, Eu, U) montrent les plus fortes corrélations avec le facteur F1. Par conséquent, les résultats obtenus suggèrent que les ensembles de production ne peuvent être, dans notre cas, distingués de manière optimale par le biais de l'AFD. Il apparaît dès lors délicat de déterminer l'appartenance d'un échantillon d'origine inconnue à l'une des classes définies en employant cette méthode.

3.3.5. Approche discriminante basée sur l'emploi de la régression logistique

Les analyses statistiques descriptives effectuées au fil des sous-parties 3.3.1 et 3.3.2 montrent qu'il est possible, au sein de l'espace lorrain, de distinguer de façon satisfaisante six ensembles géochimiques de production. La méthode discriminante appliquée dans la sous-partie 3.3.4 ne permet pas, quant à elle, une discrimination suffisante pour pouvoir être employée dans une démarche inférentielle. Nous avons par conséquent pris le parti de tester le potentiel discriminant de la régression logistique dans l'espoir de pouvoir distinguer chaque ensemble de manière satisfaisante.

3.3.5.1. L'ensemble de production exploitant la *Minette lorraine*

L'application de cette méthode statistique multivariée supervisée repose, dans notre cas, sur l'isolement d'un des six ensembles de production retenus, face au reste du référentiel géochimique. Un modèle polynomial, permettant de distinguer au mieux ces deux populations, est ainsi calculé[240]. Cinq modèles[241], isolant chacun l'un des ensembles de production retenus, ont été constitués. La première étape de notre raisonnement, consistant à déterminer si les ensembles de production sont bien discriminés, sera présentée au fil de cette sous-partie. Rappelons par ailleurs que l'objectif de la régression logistique, par son emploi dans une démarche inférentielle, est de répondre à une question dichotomique : « *l'échantillon d'origine inconnue est-il attribuable, d'un point de vue chimique, à l'ensemble de production isolé ?* ». Une probabilité d'attribution de l'échantillon d'origine inconnue à l'ensemble de production est ainsi calculée à partir du modèle. Toutefois, à partir de quelle probabilité pouvons-nous considérer l'échantillon d'origine inconnue comme chimiquement compatible avec l'ensemble de production isolé ?

Nous avons pris le parti de définir une valeur-seuil des probabilités d'attribution pour chaque ensemble de production isolé par une procédure *jackknife*. Pour ce faire, chaque individu composant le corpus, et appartenant à un ensemble de production donné *n*, a été considéré comme un échantillon d'origine inconnue. Un modèle logistique est ainsi calculé à partir des 187 individus restants. Ce modèle est ensuite utilisé pour déterminer si l'échantillon retiré est considéré comme chimiquement compatible avec l'ensemble *n* ou avec le reste du référentiel. L'opération est répétée pour tous les échantillons ; 188 modèles logistiques sont ainsi constitués successivement. Les résultats de cette procédure, pour l'ensemble [Minette], sont présentés dans le Tableau 5.
En termes de probabilités, l'échantillon retiré est, dans un premier temps, attribué à l'ensemble de production *n* si $P_i > 0{,}5$, et au reste du référentiel si $P_i < 0{,}5$. Dans l'exemple ci-dessous (Tableau 5), concernant l'ensemble [Minette], un échantillon est attribué à tort. Par conséquent, en employant ce modèle, le risque estimé d'erreur d'attribution pour un échantillon d'origine inconnue est de 0,53 % pour un seuil P_i défini à 0,5. Nous avons ainsi pris le parti de définir une valeur-seuil plus importante afin de réduire ce risque estimé à 0 %. Plusieurs seuils successifs ont été testés. Dans le cas de la [Minette], cette valeur a été déterminée à $P_i = 0{,}75$. En fixant ce seuil, un intervalle de « non-prédiction » est créé. Dans ce cas, il s'agit de $P_i = [0{,}25\,;0{,}75]$. Ainsi, tout échantillon inconnu associé à une P_i située dans cet intervalle ne peut être attribué de manière certaine à l'ensemble de prédiction *n* ou au reste du corpus.

[240] La formule du modèle est donnée dans le paragraphe 2.3.4.3.
[241] L'ensemble [Saint-Dizier – HMA] n'étant composé que de six échantillons, l'approche logistique n'a pas été mise en œuvre dans ce cas.

Minette						
Seuil	JUSTE		FAUX		NON PREDIT	
	Pourcentage	Nombre	Pourcentage	Nombre	Pourcentage	Nombre
0,5	99,47	187	0,53	1	0	0
0,6	99,47	187	0,53	1	0	0
0,7	99,47	187	0,53	1	0	0
0,74	98,4	185	0,53	1	1,06	2
0,75	98,4	185	0	0	1,6	3
0,8	97,87	184	0	0	2,13	4
0,9	96,81	182	0	0	3,2	6
0,95	93,62	176	0	0	6,38	12

Tableau 5 : Matrice de confusion[242] de l'analyse logistique distinguant la *Minette* des autres ensembles lorrains, permettant la définition du seuil d'attribution spécifique à cet ensemble de production

Les résultats de l'analyse discriminante réalisée en isolant l'ensemble de production [Minette] sont présentés en Figure 158. Une valeur Logit est calculée pour chaque échantillon du référentiel géochimique selon l'équation $\boldsymbol{g(\mu_i) = \log\left(\frac{\mu_i}{1-\mu_i}\right)}$ (Équation 11 exposée dans le paragraphe 2.3.4.3. La distribution de ces valeurs est représentée par deux histogrammes. L'histogramme rouge représente les valeurs associées aux échantillons constituant l'ensemble de production [Minette], isolé du reste du référentiel, représenté par l'histogramme bleu. La courbe sigmoïde rouge représente la probabilité P_i associée à chaque valeur Logit. Pour une valeur Logit nulle, la P_i associée est égale à 0,5. Les seuils d'attribution définis auparavant sont représentés par les lignes pointillées horizontales rouges sur le graphique. L'aplat hachuré rouge représente le domaine d'attribution d'un échantillon d'origine à l'ensemble [Minette]. L'aplat bleu figure le domaine d'exclusion. Enfin, les hachures grises représentent le domaine de non-prédiction. Un échantillon projeté dans ce domaine ne pourra ainsi ni être attribué à l'ensemble isolé, ni exclus de ce dernier.

[242] La démarche de construction d'une matrice de confusion est détaillée dans le sous-paragraphe 2.3.4.3.7.

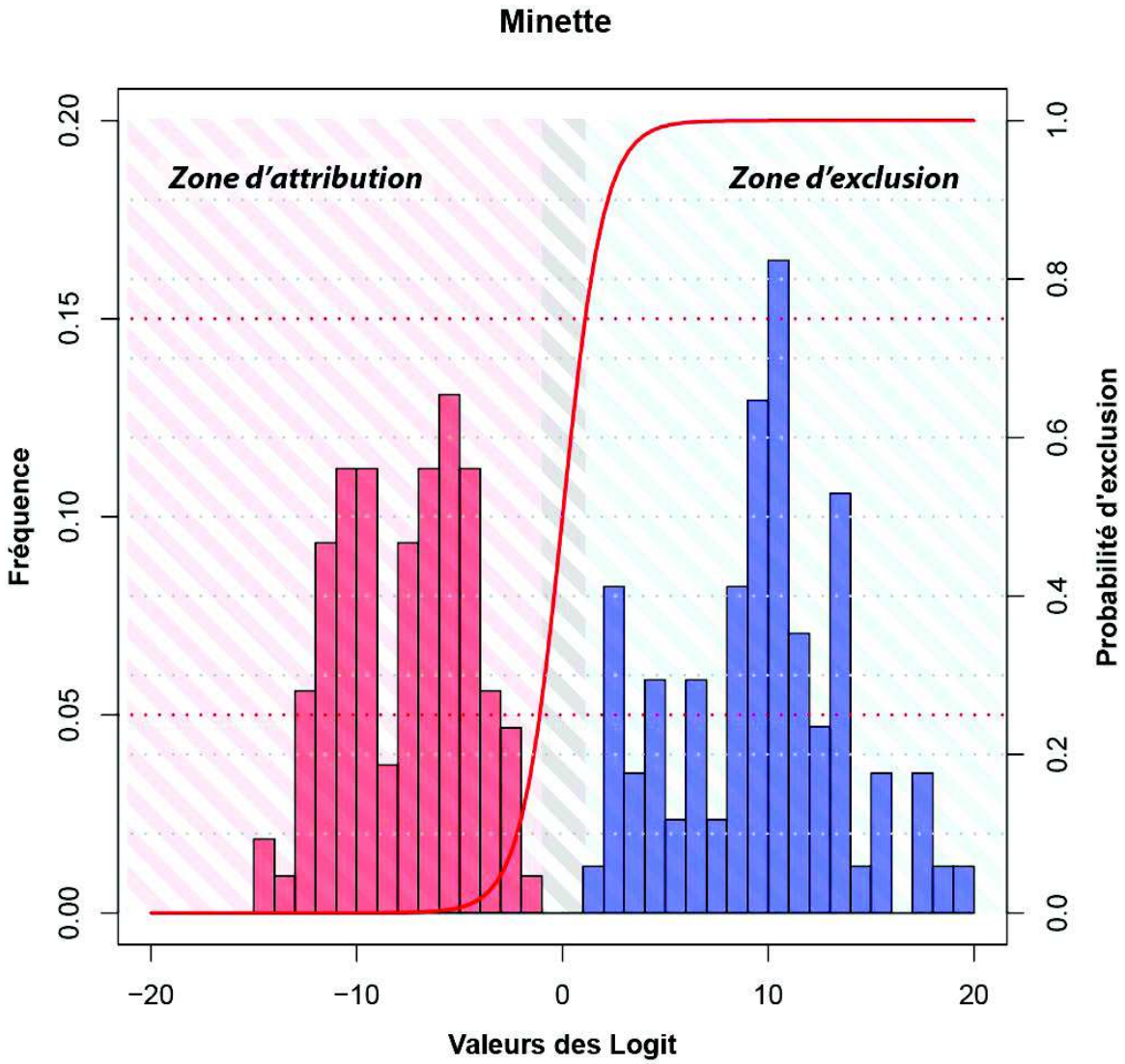


Figure 158 : Histogrammes de fréquence des valeurs Logit pour les échantillons du corpus de référence lorrain ; confrontation de la *Minette* (108 échantillons) aux cinq autres ensembles (80 échantillons)

3.3.5.2. L'ensemble Barrois / atelier médiéval de Saint-Dizier – *Chêne Saint-Amand*

L'ensemble du Barrois/ atelier médiéval de Saint-Dizier – *Chêne Saint-Amand* est constitué de 27 échantillons de minerais et scories de réduction. La distinction entre l'ensemble isolé et le reste du référentiel géochimique est satisfaisante (Cf. Tableau 6) ; aucune erreur d'attribution n'a été observée à l'occasion de la procédure *jackknife*. Le seuil d'attribution peut être fixé dans ce cas à 0,5 (Cf. Figure 159).

Barrois						
Seuil	JUSTE		FAUX		NON PREDIT	
	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre
0,5	100	188	0	0	0	0

Tableau 6 : Matrice de confusion de l'analyse logistique distinguant l'ensemble constitué par les sites du Barrois et de l'atelier médiéval de Saint-Dizier – *Chêne Saint-Amand* des autres ensembles de production lorrains

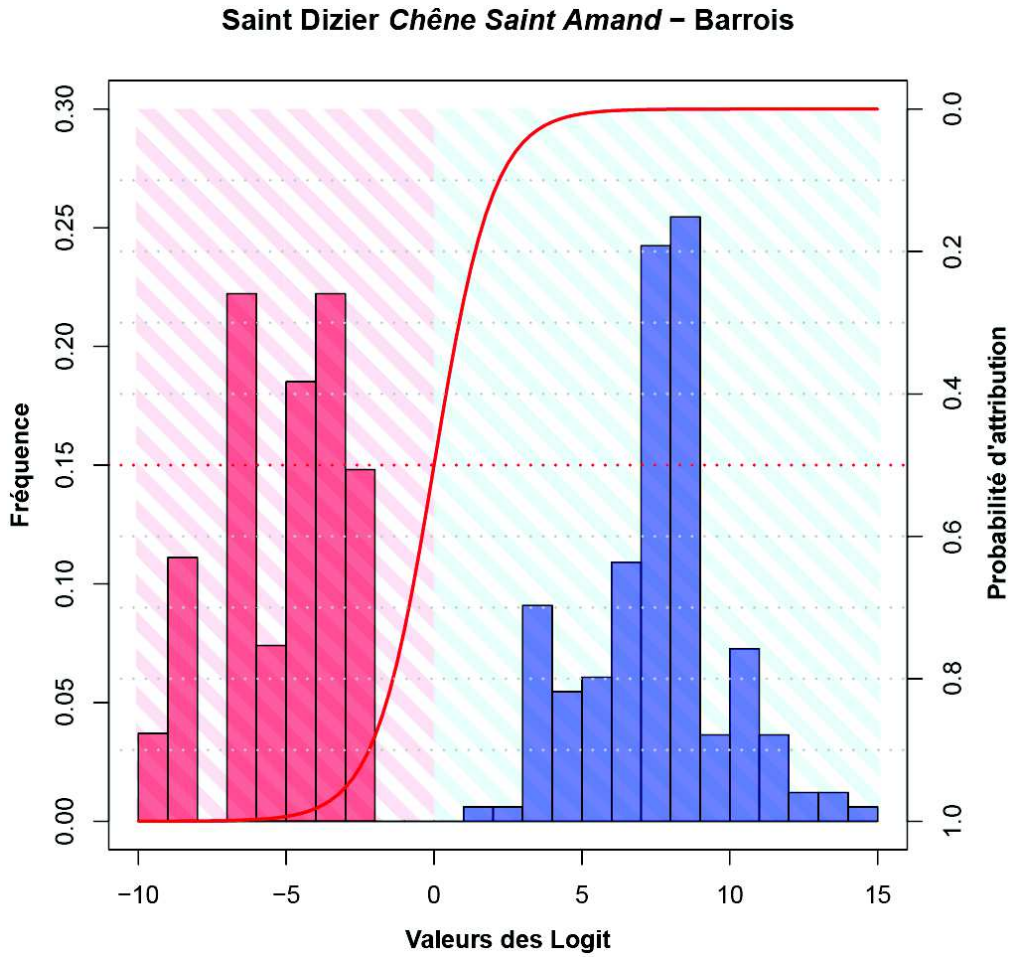


Figure 159 : Histogrammes de fréquence des valeurs Logit pour les échantillons du corpus de référence lorrain ; confrontation du Barrois aux cinq autres ensembles

3.3.5.3. Le site de Saales – *Sapin Dessus* (Vallée de la Bruche)

Les échantillons de scorie prélevés sur les ferriers et épandages du site de production de *Sapin-Dessus* constituent une population de 21 individus. Les analyses statistiques descriptives appliquées au corpus de référence lorrain ont montré que cet ensemble était géochimiquement très distinct des autres, situés dans le bassin sédimentaire parisien. L'analyse discriminante réalisée par régression logistique montre également cette nette différence chimique.

Bruche						
Seuil	JUSTE		FAUX		NON PREDIT	
	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre
0,5	100	188	0	0	0	0

Tableau 7 : Matrice de confusion de l'analyse logistique distinguant le site de Saales – *Sapin Dessus* des autres ensembles lorrains

Une fois encore, aucune erreur d'attribution n'a été enregistrée au cours de la procédure *jackknife* (Cf. Tableau 7). Le seuil d'attribution est également fixé à 0,5 dans ce cas. La distribution des valeurs Logit, représentée sur la Figure 160 : Histogrammes de fréquence des valeurs Logit pour

les échantillons du corpus de référence lorrain ; confrontation de la [Bruche] aux cinq autres ensembles, reflète également la spécificité chimique de l'ensemble de production.

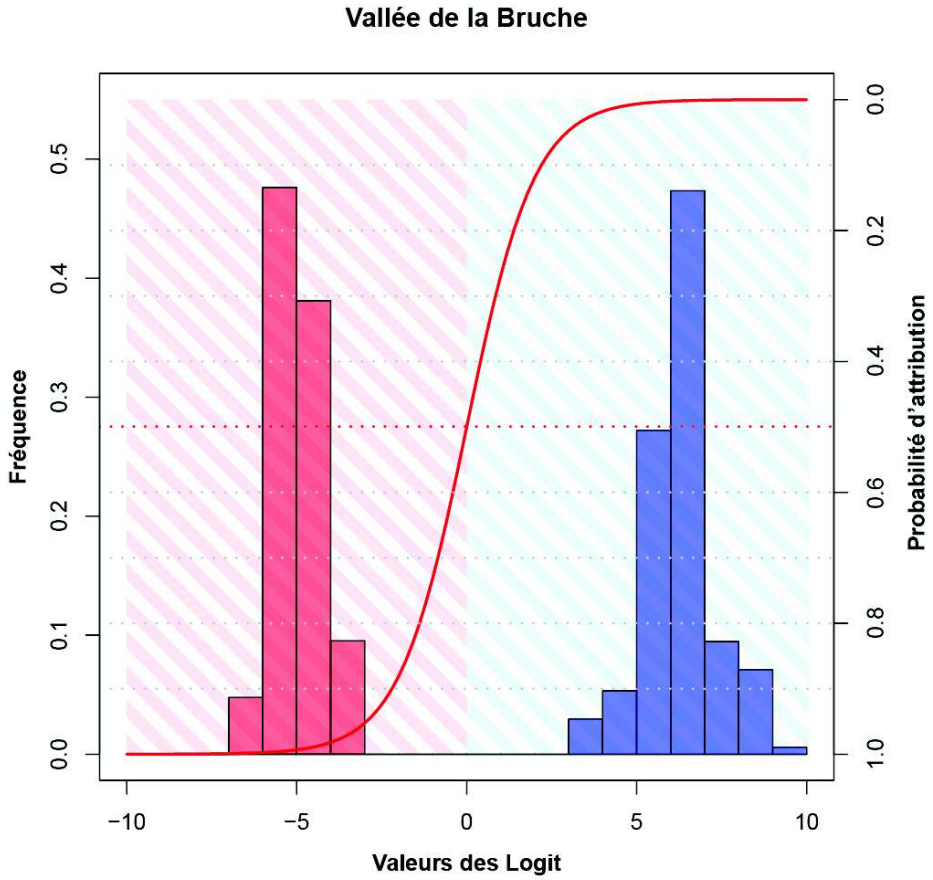


Figure 160 : Histogrammes de fréquence des valeurs Logit pour les échantillons du corpus de référence lorrain ; confrontation de la [Bruche] aux cinq autres ensembles

3.3.5.4. L'ensemble composé des sites de réduction de Gondreville – *ZAC de la Roseraie* et Velaine-en-Haye – *ZAC Herbue Chalin*

L'ensemble de production hallstattien de Gondreville-Velaine est caractérisé par onze scories de réduction et trois fragments de minerai. Un seuil de 0,5 a également été fixé dans ce cas (Tableau 8).

Bruche						
Seuil	JUSTE		FAUX		NON PREDIT	
	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre
0,5	100	188	0	0	0	0

Tableau 8 : Matrice de confusion de l'analyse logistique distinguant Sapin Dessus des autres ensembles lorrains

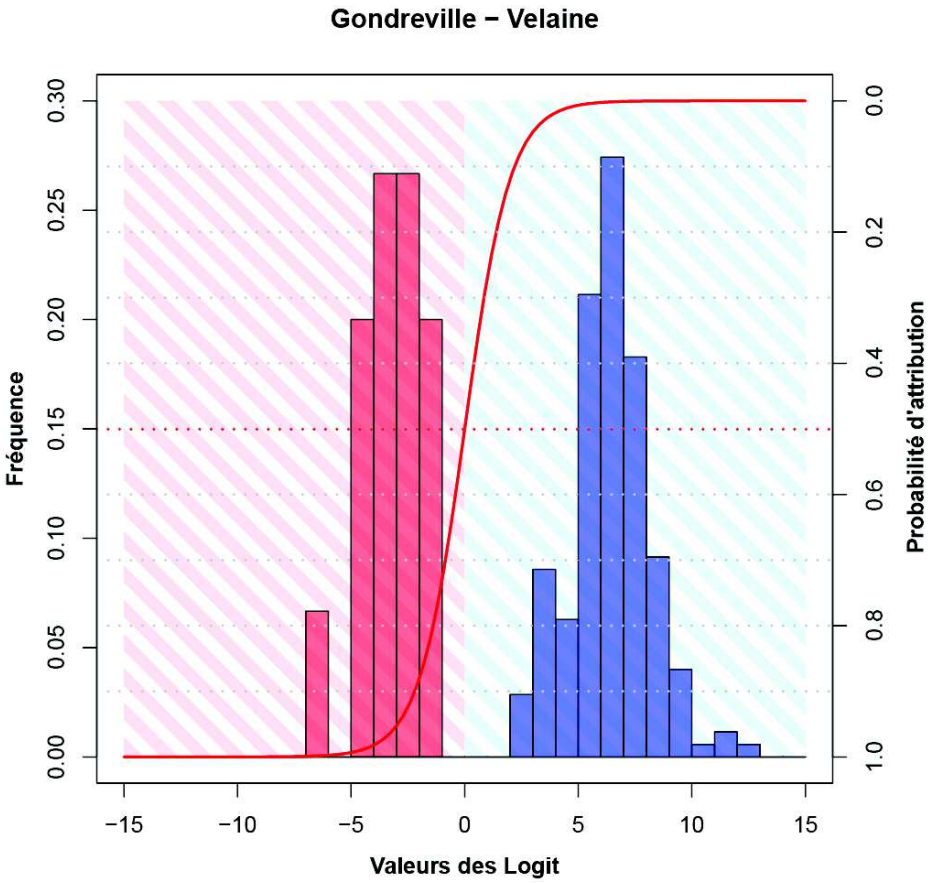


Figure 161 : Histogrammes de fréquence des valeurs Logit pour les échantillons du corpus de référence lorrain ; confrontation de [Gondreville-Velaine] aux cinq autres ensembles

Si les ensembles paraissent bien distingués ici également (Figure 161), le nombre restreint d'échantillons caractérisant cet ensemble (n=14) impose la prudence quant à leur représentativité, ainsi que la qualité discriminante de l'analyse. C'est pour cette même raison que nous avons pris le parti de ne pas réaliser d'analyse questionnant l'atelier altomédiéval du *Chêne Saint-Amand*, le nombre d'échantillons analysés dans ce cas (six individus) étant trop faible.

3.3.5.5. L'ensemble associé à l'exploitation du *Fer fort*

L'ensemble *Fer Fort* est lui aussi caractérisé par un nombre relativement faible (n=13) d'échantillons. Les Analyses Factorielles Discriminantes réalisées auparavant ont montré qu'il était délicat d'isoler géochimiquement cet ensemble de certains autres, celui exploitant la *Minette* et celui constitué par les sites de Gondreville et Velaine-en-Haye notamment.

Fer fort						
Seuil	JUSTE		FAUX		NON PREDIT	
	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre
0,5	99,47	187	0,53	1	0	0
0,6	98,94	186	0,53	1	0,53	1
0,65	98,4	185	0,53	1	1,06	2
0,66	97,87	184	0,53	1	1,6	3
0,67	97,87	184	0,53	1	1,6	3
0,68	97,87	184	0	0	2,13	4
0,7	97,87	184	0	0	2,13	4
0,8	96,81	182	0	0	3,19	6
0,9	95,74	180	0	0	4,26	8
0,95	93,09	175	0	0	6,91	13

Tableau 9 : Matrice de confusion de l'analyse logistique distinguant l'ensemble associé à l'exploitation du *Fer fort* des autres ensembles lorrains

Dans ce dernier cas, à l'instar de ce qui a été observé pour la *Minette*, la distinction n'est plus parfaite selon un seuil d'attribution à 0,5. Un échantillon attribué à l'ensemble questionné est redéfini par l'analyse comme étant géochimiquement compatible avec les autres ensembles. C'est à partir d'un seuil de 0,68 que cet individu n'est plus attribué à tort (Cf. Tableau 9).

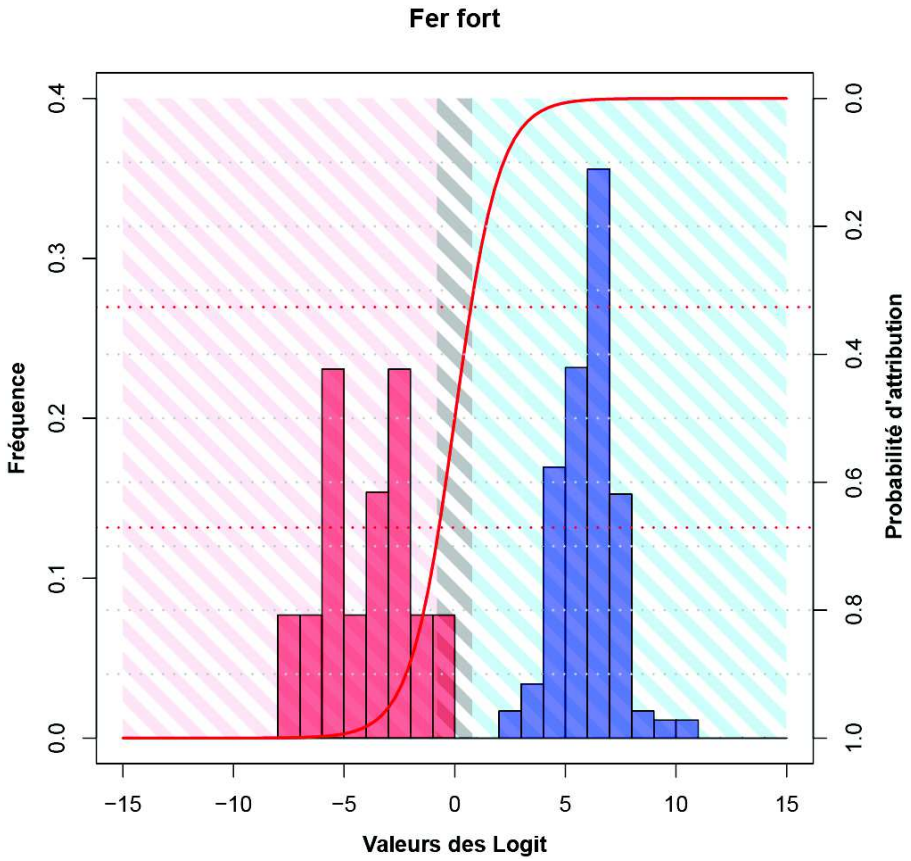


Figure 162 : Histogrammes de fréquence des valeurs Logit pour les échantillons du corpus de référence lorrain ; confrontation du [Fer fort] aux cinq autres ensembles

La qualité moindre de la distinction est due, à notre sens, à la taille relativement restreinte de la population caractérisant l'ensemble de production exploitant *Fer fort*, associée à une certaine similitude de la signature chimique avec celles d'autres ensembles, comme celui associé à la *Minette*.

Ainsi, il est possible de distinguer individuellement chaque ensemble de production défini pour l'heure au sein de l'espace lorrain du reste du référentiel de comparaison (Cf. Figure 162). Seuls les ateliers métallurgiques altomédiévaux de Saint-Dizier n'ont pas fait l'objet d'analyse, étant représentés par un nombre trop restreint d'échantillons. Il a été nécessaire, en revanche, de définir des seuils d'attribution plus restrictifs pour les ensembles [Minette] et [Fer fort]. Ces seuils, dont les valeurs sont définies en fonction du référentiel géochimique constitué à l'heure actuelle pour l'espace lorrain, doivent permettre de prévenir toute attribution à tort d'un échantillon d'origine inconnue à l'une ou l'autre classe.

3.4. Espaces de production sidérurgiques anciens en Lorraine : bilan de la démarche employée

Nous avons mis en évidence, au fil de ce chapitre, plusieurs ensembles géochimiques de production sidérurgique au sein de l'espace géographique considéré. Ces ensembles ont été, dans un premier temps, décrits individuellement afin de définir les caractéristiques chimiques de chacun, et d'évaluer la compatibilité chimique entre minerais et scories de réduction.

Des méthodes d'analyse statistique multivariée descriptive ont par la suite été mises en œuvre afin de décrire les caractéristiques chimiques de ces ensembles, en mettant en jeu quinze variables calculées à partir des teneurs d'éléments majeurs et traces. Cette démarche a permis de mettre en évidence la structuration de l'information chimique et de vérifier la pertinence des groupes d'échantillons constitués *a priori*. Des méthodes discriminantes, offrant en outre la possibilité de prédire l'appartenance d'un échantillon d'origine inconnue à l'un des ensembles définis, ont été par la suite employées. Nous formulerons ici plusieurs remarques tirées de l'emploi de ces méthodes.

L'ensemble des démarches présentées au fil de ce chapitre permettent par ailleurs de dresser un bilan de la diversité géochimique des activités anciennes de production du fer. Nous nous attacherons ici à détailler les cadres spatiaux et chronologiques de chacun.

3.4.1. L'emploi de méthodes statistiques multivariées pour la définition d'ensembles de production

L'objectif de la démarche appliquée à l'étude du référentiel géochimique, reposant sur l'emploi d'analyses statistiques multivariées, était double. Par l'emploi de méthodes descriptives et non supervisées (ACP et CAH), nous avons vérifié la cohérence de l'information chimique au sein de chaque groupe d'échantillons, présentés au préalable dans la partie 3.1. Cette première approche a permis de définir plusieurs ensembles géochimiques de production au sein de l'espace géographique considéré. L'application de ces méthodes a également permis de révéler la structuration de l'information chimique. De manière plus précise, l'application de la CAH a autorisé la distinction chimique des ensembles de production, mais également la mise en évidence d'affinités chimiques entre ces derniers. Nous avons mis celles-ci en relation avec le contexte géologique local des ensembles de production. Les analyses multivariées semblent ainsi distinguer les Côtes de Moselle, la Côte des Bars et les Vosges moyennes. La cohérence chimique de ces ensembles étant assurée, nous avons envisagé d'employer des analyses multivariées supervisées (AFD et régression logistique) afin de prédire l'appartenance d'un échantillon d'origine inconnue à l'un des ensembles définis. La qualité prédictive de ces méthodes a été évaluée en employant le référentiel géochimique en guise de corpus d'apprentissage. L'emploi de la régression logistique a donné en ce sens des résultats encourageants. Nous souhaiterions formuler ici quelques remarques quant à l'application de cette démarche statistique :

- L'emploi graphique des résultats d'une ACP[243] ne permet de considérer qu'une partie de l'information chimique, portée parfois par un nombre important de composantes principales. Il est nécessaire de considérer la part de variance totale exprimée par chacun des plans observés. L'emploi combiné de l'ACP et de la CAH permet, dans une démarche de classification, de prendre en considération la majeure partie de cette information.

- L'AFD réalisée dans la sous-partie 3.3.4 semble trop influencée par la spécificité de la signature chimique de l'ensemble vosgien de la [Bruche]. En conséquence, les différences de composition chimique existant entre les autres ensembles de production sont minimisées, ce qui altère la distinction de ces derniers. L'application de cette méthode, dans une optique inférentielle, apparaît limitée dans le cadre de cette étude.

- Nous avons évoqué à plusieurs reprises le nombre, relativement faible, d'échantillons constituant certains ensembles. Il s'agit des cas de [Gondreville-Velaine], du [Fer fort] et des ateliers de [Saint-Dizier – HMA]. Bien que les modèles logistiques constitués pour les deux premiers ensembles soient valides, un nombre plus important d'échantillons permettrait certainement d'améliorer la qualité prédictive de la méthode. La caractérisation chimique de nouveaux échantillons doit être envisagée.

[243] Nous entendons par là l'examen des plans constitués par les composantes principales.

- L'emploi de la régression logistique apparaît, au vu de nos résultats, comme pertinente dans le cadre de cette étude. La qualité prédictive des modèles constitués pour chaque ensemble de production s'avère satisfaisante. Les probabilités d'attribution pour un échantillon d'origine inconnue sont calculées à partir du référentiel géochimique constitué pour l'espace géographique considéré dans le cadre de cette étude. Les modèles logistiques s'avèrent ainsi performants pour déterminer la source d'un produit sidérurgique provenant de l'un des ensembles constituant le référentiel. Une incertitude persiste ainsi pour les objets produits au sein d'un ensemble de production extérieur au référentiel constitué.

Prenant en compte ce possible biais, nous proposons de mettre en œuvre une dernière démarche confirmant les résultats de l'analyse prédictive. Cette démarche sera décrite au cours du chapitre suivant.

3.4.2. *L'intégration des teneurs en éléments majeurs dans une approche multivariée*

Deux études menées précédemment sur la question de l'héritage chimique du minerai en contexte de réduction directe (Desaulty 2008 ; Leroy S. 2010) avaient mis en évidence des effets d'enrichissement notables de certains éléments chimiques (notamment parmi les éléments majeurs) dus aux composantes du système de réduction (principalement charbon de bois et parois de four). Ces démarches, ayant porté sur la réduction de deux minerais différents[244], ont montré que les éléments sujets aux phénomènes d'enrichissement dépendaient de la nature du minerai réduit. Nous avons ainsi exploité les résultats issus de deux réductions expérimentales de la *Minette lorraine* afin de déterminer quels éléments pouvaient être affectés, dans ce cas, par une pollution issue du système de réduction. Les comparaisons de teneurs effectuées, dans la sous-partie 2.3.2, entre fragments de minerai et scories de réduction (ainsi que des inclusions de scorie contenues dans le métal de la loupe obtenue à l'occasion de la réduction JAR-08) montrent que l'ensemble des éléments de la série des lanthanides, ainsi que le thorium et l'uranium, ne sont pas affectés par des phénomènes notables de pollution. De plus, les teneurs de certains éléments majeurs, notamment l'aluminium, le silicium et le calcium, ne paraissent pas altérées de manière significative par la réduction.

Il n'a pas été possible de réduire expérimentalement d'autres minerais lorrains. Nous avons dû dans ce cas nous contenter d'une approche plus globale, en comparant les caractéristiques chimiques en éléments majeurs et traces des fragments de minerai et scories de réduction intégrés, pour chaque ensemble géochimique, dans le référentiel de comparaison.

L'intégration des éléments majeurs à la démarche multivariée améliore, dans le cadre lorrain, le potentiel discriminant de cette dernière. Nous avons comparé, au cours du chapitre 3, les résultats obtenus en termes de description et de partitionnement multivariés du corpus sur la base de trois

[244] Le minerai brayon étant dans ce cas de type géodique : le wealdien (Desaulty 2008, p. 56) ; le minerai ariégeois est de nature filonienne, à fort caractère manganésifère (Leroy 2010, p. 84)

jeux de variables : majeurs et traces, traces seuls, et majeurs seuls. Il nous est apparu que l'emploi du premier permettait une discrimination plus performante des ensembles géochimiques.

Si nous avons pris le parti, dans le cadre de cette étude, d'intégrer l'information liée aux teneurs de certains éléments majeurs, du fait du caractère typé de la *Minette*, cette démarche pourrait s'avérer inopérante dans d'autres contextes, tels que ceux étudiés par A.-M. Desaulty et S. Leroy. Il faudrait, à notre sens, effectuer des intercomparaisons entre jeux de variables pour chaque contexte considéré, comme cela a été réalisé au cours de ce travail, afin de déterminer quelles sont les variables les plus pertinentes pour la discrimination d'ensembles géochimiques. Les résultats présentés dans la partie 3.3 offrent la possibilité d'enrichir notre perception des activités de production du fer en Lorraine aux époques anciennes.

3.4.3. *Une perception de l'histoire sidérurgique ancienne renouvelée pour la Lorraine*

La production sidérurgique ancienne au sein de l'espace lorrain est réputée avoir grandement profité des quantités considérables de minerai de fer présentes dans le sous-sol des plateaux lorrains, et affleurant plus particulièrement au long des côtes de Moselle. Les opérations de fouille menées depuis la fin des années 1980 dans ce secteur ont permis la mise au jour de nombreux ateliers de réduction du fer, de l'Antiquité à la fin du Moyen Age. La vallée de la Moselle apparaît ainsi comme la zone de production sidérurgique majeure en Lorraine, notamment pour la période médiévale. Bien qu'il soit indéniable que cette zone ait vu se développer des activités de production sidérurgique d'ampleur importante, il faut toutefois pondérer ce constat par la relative disparité que l'on rencontre en Lorraine en termes de travaux archéologiques. En tant que poumon économique de la région, la vallée de la Moselle, de Toul à Thionville, connaît une activité d'aménagement soutenue, engendrant un grand nombre d'interventions archéologiques. A cela s'ajoute le programme de recherche sur la paléosidérurgie en Lorraine, dans le cadre duquel des prospections sont effectuées depuis plus d'une vingtaine d'années, se concentrant principalement sur le Plateau de Haye et le Pays-Haut. D'autres secteurs de production sidérurgiques potentiels apparaissaient moins bien documentés sur le plan archéologique, et partant d'un point de vue géochimique. Il a ainsi été entrepris, dans le cadre de ce travail, de tester le potentiel informatif de ces zones sur le plan archéométallurgique.

Certains secteurs ayant déjà fait l'objet de caractérisations chimiques ont bénéficié d'une nouvelle campagne analytique, focalisée sur des échantillons de scorie et de réduction et de minerai mis au jour en association avec les systèmes de réduction. Il s'agit des ensembles Gondreville-Velaine et Fer fort. D'autres secteurs de production potentiels ont été prospectés : le Barrois[245] et la vallée de

[245] Une partie des territoires communaux de Tréveray et Hévilliers.

la Bruche[246] (Vosges Moyennes). Les sites repérés ont fait l'objet d'une caractérisation chimique des résidus métallurgiques, ainsi que de datations.

Les données chimiques nouvellement acquises ont été confrontées à la base de données paléosidérurgique PalSid. Les traitements statistiques multivariés, dont les principaux résultats viennent d'être présentés, ont permis la définition de six ensembles géochimiques caractérisant des activités de production sidérurgique anciennes (Figure 163).

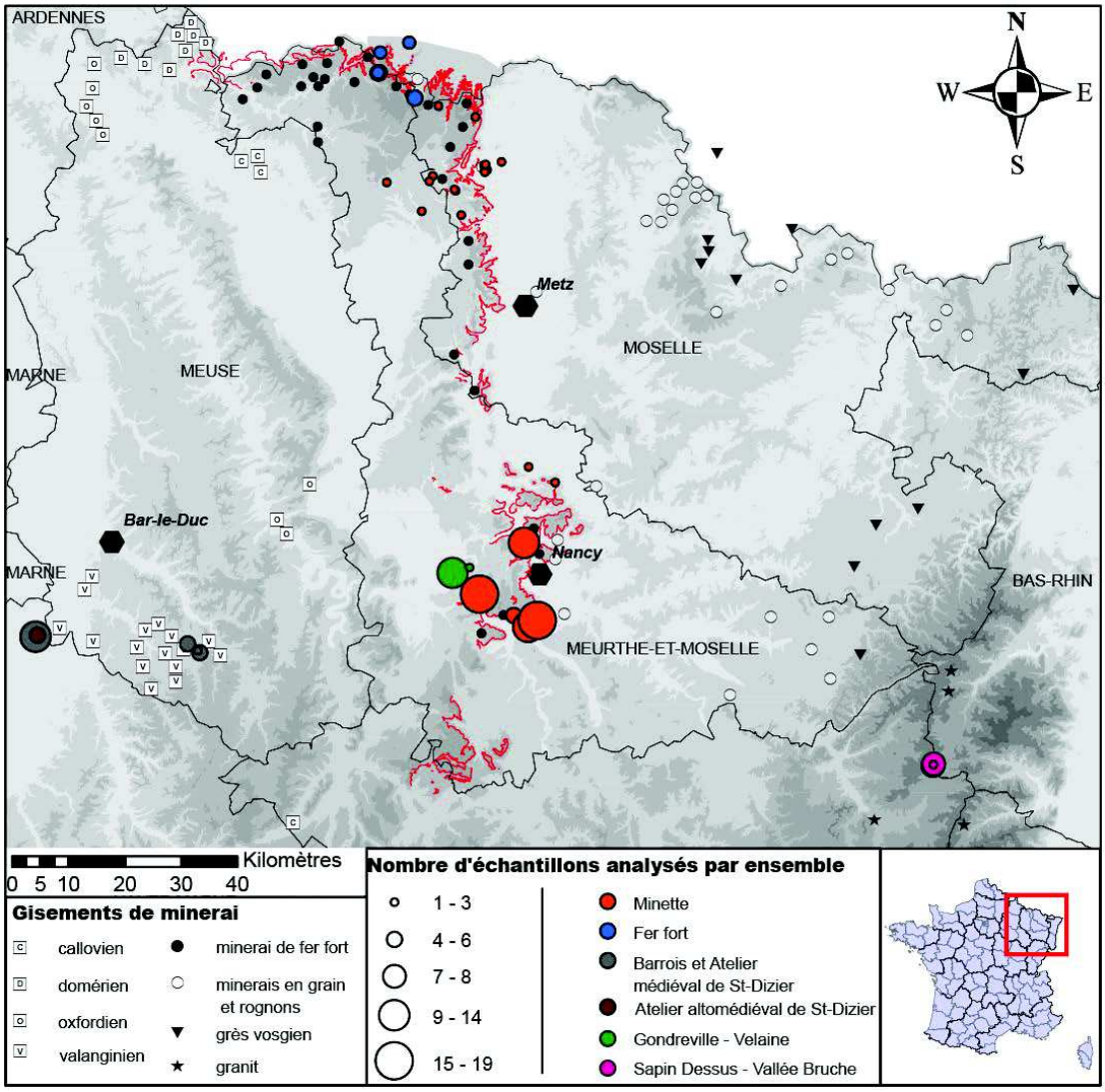


Figure 163 : Répartition spatiale des sites constituant le corpus de référence géochimique

Ces informations, associées aux datations effectuées[247], permettent de brosser un nouveau tableau général de la production sidérurgique ancienne en Lorraine, présenté par la frise chronologique ci-dessous (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**).

[246] Les zones de prospections ont été ciblées d'après les observations de Denis Leypold, sur les bans communaux de Saales, Saulxures et Colroy-la-Roche. Seule la prospection effectuée à Saales s'est révélée fructueuse, en révélant le site de *Sapin-Dessus.*

[247] Les résultats des datations sont exposés en Annexe A.

Ces nouveaux résultats encouragent à poursuivre les campagnes de prospection afin de mieux documenter ces espaces récemment mis en lumière afin d'enrichir la perception de l'histoire sidérurgique ancienne de l'espace lorrain. Enfin, si d'autres ensembles de production ont été définis, l'exploitation de la *Minette* reste prépondérante au vu du nombre de sites répertoriés[248], et ce quelle que soit la période considérée. A ce jour, les autres ensembles ne sont représentés que par un faible nombre de sites (de 1 à 5 ateliers).

Ensemble de production	*Espace géographique*	*Période(s) Chronologique(s)*	*Nombre total de sites considérés dans le cadre de ce travail*[249]	*Minerai potentiellement exploité*
Minette	**Pays-Haut Plateau de Haye**	**De l'époque gallo-romaine au Bas Moyen Age**	**18**	**Minerai oolithique aalénien**
Fer fort	**Pays-Haut**	**Antiquité tardive-époque mérovingienne**	**6**	**Minerai sidérolithique**
Barrois / Ateliers médiévaux de Saint-Dizier	**Barrois / Saint-Dizier**	**Antiquité Tardive-époque mérovingienne ; Moyen Age classique**	**4**	**Minerai oolithique/géodique valanginien**
Ateliers altomédiévaux de Saint-Dizier	**Saint-Dizier**	**Epoque carolingienne**	**1**	**Minerai oolithique/géodique valanginien**
Vallée de la Bruche	**Vosges Moyennes**	**Epoque Mérovingienne-Carolingienne**	**1**	**Minerai triasique inséré en filon dans des grès**
Gondreville-Velaine	**Plateau de Haye**	**Hallstatt final – La Tène précoce**	**2**	**Minerai sédimentaire de la transition Bajocien-Bathonien**

Tableau 10 : Synthèse des ensembles de production définis

Les ensembles de production présentés au fil de ce chapitre ont été définis sur la base d'informations géochimiques, à travers la caractérisation de minerais mis au jour en contexte d'atelier sidérurgique et des déchets issus de la réduction de ces derniers. Le bilan exposé à la lumière de ces résultats montre que la signature chimique d'un ensemble de production n'est pas liée de manière exclusive à un cadre géographique ou chronologique précis. Plus particulièrement, les ateliers altomédiévaux et médiévaux du *Chêne Saint-Amand* à Saint Dizier, bénéficiant des mêmes sources locales de minerai, présentent une signature chimique distincte. L'étude archéométallurgique menée par Leroy M. et Merluzzo (1998) suggère que des modalités d'acquisition de minerai différentes soient à l'origine de cette différence[250]. La possibilité que les fragments de minerai analysés ne soient pas représentatifs de la composition chimique de la charge introduite dans le bas fourneau a également été évoquée[251].

[248] Ce sont près de 150 sites pour lesquels l'emploi de la *Minette lorraine* est attestée, soit plus de 90 % des sites de production, au sein de l'espace lorrain, pour lesquels le minerai exploité a pu être identifié.

[249] Nous rappelons que le nombre figuré ici représente les sites pour lesquels une caractérisation chimique complète a pu être réalisée. Un inventaire exhaustif est présenté dans le paragraphe 2.1.1.1.

[250] L'aspect émoussé des blocs de minerai mis au jour au sein de l'un des ateliers du haut Moyen Age évoque un séjour dans un cours d'eau, en l'occurrence la Marne. La morphologie des blocs de minerai provenant des ateliers médiévaux suggère quant à elle une exploitation directe des gisements du Valanginien (Leroy M., Merluzzo 1998, p. 49-51).

[251] Les fragments de « minerai » recueillis dans les aires de travail seraient ainsi des rebuts, rejetés à l'issue d'un travail de tri.

Les ensembles de production sidérurgique, tels qu'ils sont définis pour l'heure au sein de l'espace lorrain (Tableau 10), n'offrent par ailleurs qu'une image lacunaire de la diversité géochimique présentée par les vestiges des activités anciennes de production du fer à l'échelle de l'espace lorrain. A l'instar de l'ensemble Gondreville-Velaine, de nombreuses unités de production définies par un cadre spatial et chronologique restreint peuvent présenter une signature spécifique. Notre perception de cette diversité peut être enrichie par de nouvelles découvertes archéologiques.

Nous avons, par le traitement de l'information chimique au moyen de méthodes statistiques multivariées, défini six ensembles géochimiques de production du fer au sein de l'espace lorrain et ses marges. Ces ensembles ont été distingués de manière satisfaisante sur la base de leurs caractéristiques chimiques. L'étude de ce référentiel a permis d'évaluer la qualité prédictive de méthodes discriminantes supervisées pouvant être employées dans une démarche inférentielle. Bénéficiant de ces acquis, nous proposerons, au cours des chapitres suivants, l'application d'une méthodologie statistique exploitant le référentiel géochimique constitué. Nous chercherons à établir une compatibilité chimique éventuelle entre des produits sidérurgiques d'origine inconnue et l'un des ensembles géochimiques définis. Cette compatibilité s'appuie sur la signature chimique des inclusions de scories issues de la réduction du minerai. Or, il a été montré que cette signature pouvait être altérée au cours des opérations de post-réduction (Dillmann, L'Héritier 2007 ; Blakelock *et al.* 2009 ; Charlton *et al.* 2012). Nous chercherons ainsi, au fil du chapitre suivant, à qualifier cette altération en considérant la signature chimique inclusionnaire de déchets métalliques associés à différentes séquences de la chaîne opératoire.

Chapitre 4

Filiation chimique entre systèmes de réduction et produits sidérurgiques : étude archéométallurgique et archéométrique de sites de production du fer en Lorraine

Nous nous sommes attachés, au cours du chapitre précédent, à présenter et à définir des ensembles géochimiques de production cohérents au sein de l'espace lorrain ou à ses marges. Ce référentiel a été constitué sur la base des acquis préalables (Leroy M. 1997 ; Leroy, Merluzzo 1998) et des prospections réalisées dans le cadre du présent travail. Il a été démontré qu'il était possible, par l'emploi d'une méthodologie statistique adaptée, de distinguer chimiquement ces ensembles. L'origine d'un produit sidérurgique dont le métal est issu d'un de ces derniers pourra par conséquent être identifiée. La signature chimique caractérisant le système de réduction peut toutefois être altérée, voire effacée, au cours des étapes postérieures de la chaîne opératoire[252]. Il apparaît dès lors nécessaire d'évaluer l'importance relative de ce phénomène dans le cas spécifique de la Lorraine.

Au sein des ensembles mis en évidence en Lorraine, quelques ateliers de production primaire ont bénéficié d'opérations de fouille et sont bien documentés sur les plans archéologique et archéométallurgique. La fouille de ces ateliers a livré des déchets métalliques associés à différentes séquences de la chaîne opératoire, classifiés et interprétés à l'occasion d'études archéométallurgiques. Sur ces sites, l'association entre opérations de réduction et de post-réduction permet de supposer que la grande majorité des déchets métalliques mis au jour est bien issue du travail de métal brut produit sur place et portant la signature chimique du système de réduction. Ces déchets offrent ainsi l'opportunité de considérer la conservation de la signature chimique du système de réduction (et partant de l'ensemble de production) au cours de la chaîne opératoire. Nous chercherons par conséquent à mettre en relation l'altération, voire la disparition, de cette signature chimique et le degré d'élaboration des déchets métalliques.

Peu de contextes d'ateliers présentant des vestiges en lien avec la totalité de la chaîne opératoire ont bénéficié d'opérations de fouille en Lorraine. A ce jour, seul le site de Messein – *Les*

[252] Cette notion est, rappelons-le, développée au cours des parties 1.3 et 1.4.

Noires Terres répond à ces besoins spécifiques. D'autres contextes d'ateliers fouillés sont quant à eux associés uniquement à une seule partie de la chaîne opératoire. Il s'agit majoritairement de sites de réduction du minerai, présentant également des indices de traitement des masses brutes. La fouille des ateliers de Ludres – *Chaudeau* et Chavigny – *Le Haldat*, datés du haut Moyen Age et associés, à l'instar des *Noires Terres*, à l'exploitation du minerai oolithique aalénien, a permis la mise au jour de chutes métalliques attestant de ce premier traitement post-réduction du métal. La fouille du site de Velaine-en-Haye – *ZAC Herbue Chalin,* daté de la fin du premier âge du Fer et associé à l'exploitation d'un autre type de minerai[253], a révélé deux fragments de métal brut portant les traces d'une première mise en forme. L'ensemble de la chaîne opératoire semble être présente dans les ateliers du *Chêne Saint-Amand* à Saint-Dizier, localisés en marge de l'espace lorrain. Toutefois, les chutes de travail métalliques sont très rares, les activités de post-réduction étant presqu'exclusivement représentées par des scories en calotte. Deux fragments métalliques ainsi qu'un objet manufacturé ont été étudiés dans ce contexte.

Chaque lot de mobilier métallurgique considéré a fait l'objet d'une étude archéométallurgique complète, en vue de classer chaque échantillon en fonction de sa place supposée dans la chaîne opératoire d'après la démarche exposée dans le chapitre 2 (Cf. Tableau 11). Chaque catégorie de chutes ou de déchets a été caractérisée chimiquement afin de vérifier la persistance de la signature chimique du système de réduction au sein du métal produit à travers les étapes successives du travail du métal.

Site	Réduction			Epuration		Forge	Total
	Coulure de fer[254]	Grain de minerai métallique	Masse de métal brute	Fer informe dans scorie à billes	Chute facettée	Chute façonnée	
Messein – *Les Noires Terres*	2	8		7	6	4	27
Ludres - *Chaudeau*		2			2		4
Chavigny – *Le Haldat*	1			1	3		5
Velaine – *ZAC Herbue Chalin*		1	1				2
Saint-Dizier – *Le Chêne Saint-Amand*		2					2
Total	**3**	**13**	**1**	**8**	**11**	**4**	**40**

Tableau 11 : Tableau récapitulant les déchets métalliques ayant fait l'objet à la fois d'examens micrographiques et de caractérisation chimique en fonction des contextes d'atelier étudiés

Nous avons décrit précédemment (parties 1.3 et 1.4) les facteurs influant sur la composition chimique de la scorie de réduction au fil de la chaîne opératoire. Etant un matériau polyphasé, les éléments chimiques sont soumis à ségrégation. Par exemple, certains minéraux présentent un faciès plus calciques, d'autres un faciès plus siliceux. La méthodologie analytique a été adaptée afin de s'affranchir de ce phénomène (paragraphe 2.2.3.3 et sous-paragraphe 2.2.4.2.2). Dans certains cas

[253] Rappelons qu'il s'agit d'un minerai inséré entre les étages bajocien et bathonien constituant le revers des Côtes de Moselle.

[254] Ce terme a été choisi en raison de la morphologie du déchet métallique, qui peut présenter dans ce cas des formes de cordons, de languette ou de goutte. Il s'agit toujours d'un alliage fortement carburé, le plus souvent de fonte. Ce type de déchet est fréquemment retrouvé en contexte de réduction de la *Minette lorraine.*

toutefois, le volume analysé ne s'est pas avéré représentatif de la composition chimique moyenne du matériau ; des enrichissements ont été constatés. Les déchets métalliques associés aux phases postérieures de la chaîne opératoire sont par ailleurs susceptibles de contenir des inclusions générées lors de la mise en forme du métal. Rappelons que leur signature chimique n'est pas liée au système de réduction. Par conséquent, elles ne doivent pas être intégrées à une démarche reposant sur l'héritage chimique des systèmes de réduction. Prenant en compte ces deux facteurs, la démarche d'interprétation et de sélection des inclusions présentée dans la partie 2.3.3 a été appliquée. Rappelons que celle-ci repose sur l'emploi de méthodes statistiques descriptives afin d'identifier les inclusions dont la composition chimique est liée au système de réduction.

Les résultats présentés dans ce chapitre expriment, pour chaque échantillon métallique étudié, la composition chimique moyenne des inclusions de scorie conservées à l'issue de cette démarche de sélection. La composition moyenne a été calculée, pour les éléments majeurs, selon la démarche présentée dans le paragraphe 2.3.1.1. Parmi les inclusions sélectionnées pour chaque déchet, une douzaine a fait l'objet d'une caractérisation chimique en éléments traces. Les profils de concentration en éléments traces présentés dans ce chapitre ont été réalisés, pour chaque échantillon, à partir de la moyenne arithmétique des teneurs mesurées.

L'étude de chaque contexte de production se verra achevée par l'application de la méthodologie spécifique de traitement statistique de l'information chimique (voir sous-partie 2.3.5), dont l'objectif est de mettre en relation déchets métalliques et ensembles de production. Celle-ci repose sur la comparaison de ces informations, en considérant dans un premier temps le référentiel géochimique traité au cours du chapitre précédent, afin de déterminer l'ensemble géochimique constituant la source de métal la plus probable. Un dernier traitement, s'appuyant sur la confrontation des signatures chimiques de cette source et des déchets, permet de vérifier la compatibilité chimique entre le métal et l'ensemble de production. Cette démarche sera complétée par la prise en considération d'objets ferreux mis au jour sur les sites de Messein – *Les Noires Terres* et Saint-Dizier – *Chêne Saint-Amand*. Contrairement aux déchets métalliques, aucun argument ne permet d'attester objectivement de la production sur place de ces objets. Nous chercherons ainsi à déterminer si les produits sidérurgiques sont issus des ateliers sidérurgiques en question ou non.

4.1. Ateliers liés à la *minette de Lorraine*

Les trois contextes sidérurgiques dont nous présentons ici l'étude archéométrique ont font l'objet d'une description dans le paragraphe 2.1.2.1.

4.1.1. Les ateliers de Messein les Noires Terres : une chaîne opératoire complète

Les déchets sidérurgiques et les chutes mis au jour au sein de l'atelier ont été affectés aux catégories définies dans la sous-partie 2.2.1. L'association des déchets sidérurgiques à une étape donnée de la chaîne opératoire permet de traiter ces derniers en fonction du degré d'élaboration du métal. Les catégories sont traitées successivement en fonction de leur place dans la chaîne opératoire, en décrivant les principales caractéristiques des fragments métalliques. La scorie adhérant aux surfaces du métal ou piégée dans le métal sous forme d'inclusion, est caractérisée chimiquement. La composition chimique des inclusions de scorie sera également décrite pour chaque catégorie.

4.1.1.1. Les coulures de fer

Quatre échantillons de coulures de fer ont été sélectionnés pour servir de support à cette étude. Quelques inclusions seulement étaient observables sur l'ensemble des surfaces polies. Toutes de forme globulaire, leur diamètre ne dépassait pas quelques microns. En revanche, deux échantillons présentaient des plages de scorie adhérant à la surface. Rappelons que certaines conditions thermodynamiques au sein des bas fourneaux[255] peuvent provoquer la formation localisée de métal très carburé, ce qui entraîne sa fusion et son écoulement sous forme de coulures. L'étude des types de scorie produits par la réduction directe de la *minette de Lorraine* a montré que les conditions de fonctionnement des bas fourneaux pouvaient être comparables à celles caractérisant les premiers hauts fourneaux (Leroy M. *et al.* 2007 ; Le Carlier *et al.* 2007)[256]. La scorie alors produite est définie comme « quasi-laitier* ». Elle se caractérise par une faible teneur en fer et une structure dominée par des phases de type mélilitique*, et constitue un faciès relativement typique lié à la réduction de la *Minette lorraine.* Nous chercherons à vérifier si la scorie adhérant aux coulures de fer correspond à cette catégorie.

Nous nous appliquerons ainsi à décrire les caractéristiques majeures du métal constituant les coulures ainsi que les informations pétrographiques et chimiques afin de vérifier leur adéquation avec ce qui a été observé à travers ces études.

[255] En effet, la production de fonte en contexte de réduction directe est accidentelle (Le Carlier *et al.* 1998). Le métal reste impropre à tout travail de mise en forme ultérieur.

[256] Ces conditions ont pu faciliter la formation de fonte. Les travaux que nous venons de mentionner ont également considéré la morphologie, la minéralogie et la composition chimique des déchets scoriacés. Ces caractéristiques ont permis de définir des catégories de déchets associées à des conditions de fonctionnement précises.

4.1.1.1.1. Observations micrographiques

L'examen métallographique des coulures de métal a révélé une structure eutectique* de fonte blanche (Cf. Figure 164). La structure du métal composant les coulures observées est homogène à l'échelle des sections métallographiques examinées.

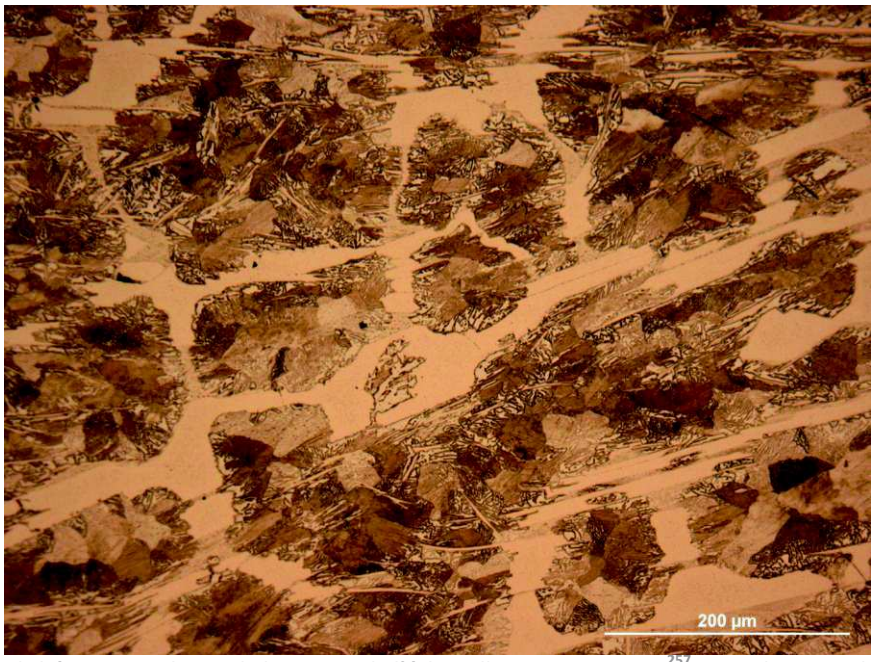


Figure 164 : Cliché micrographique de la section de l'échantillon ME-1960-F001[257] ; on y distingue des plages de cémentites* insérées dans la matrice constituée de grains équiaxes de perlite* (attaque Nital)

La scorie adhérente au métal présente une matrice constituée majoritairement de cristaux quadrangulaires de type mélilitique[258] (Le Carlier, Ploquin 1999, p. 64) dont les dimensions sont de l'ordre de plusieurs dizaines à plusieurs centaines de microns (Cf. Figure 165). Les analyses élémentaires montrent que la scorie adhérente est par ailleurs pauvre en oxydes de fer (de l'ordre de 5 $\%_{mass}$ environ)[259]. Quelques billes métalliques de très petite taille sont observables, présentant un diamètre inframicrométrique à micrométrique. Les caractéristiques pétrographiques de la scorie adhérant aux coulures de fer semblent bien correspondre à ce qui a été observé dans le cadre des études menées auparavant sur la réduction du minerai oolithique aalénien par la filière directe.

[257] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 65.
[258] Les minéraux du groupe des mélilites adoptent la formule chimique générale suivante : $(Na,Ca)_2(Mg,Al)(Si,Al)_2O_7$. L'identification de ces cristaux a été effectuée par le biais d'une caractérisation chimique (Cf. Annexe B).
[259] La moyenne des teneurs massiques en oxydes de fer des scories issues de la réduction en filière directe intégrées à la base PalSid (197 échantillons) est de 41 %.

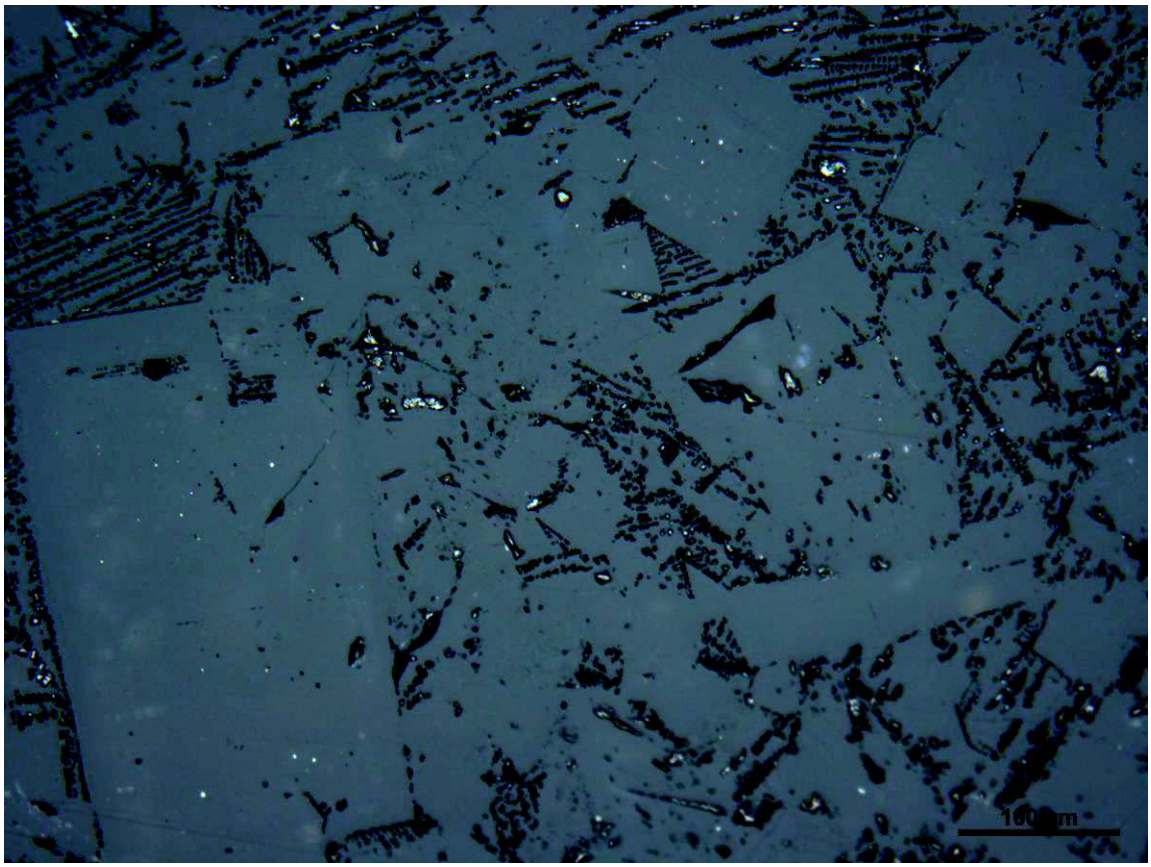


Figure 165 : Cliché micrographique de la section de l'échantillon ME-1960-F001 ; détail mettant en évidence des cristaux de mélilite

Le taux de carburation très important du métal, allié aux très faibles teneurs en oxydes de fer dans la scorie confirment que les coulures de fer et la scorie qui leur est associée ont été produites dans des conditions de fonctionnement similaires à ce qui a été observé par ailleurs pour d'autres sites exploitant la *Minette lorraine*[260]. Nous avons par ailleurs cherché à déterminer si la scorie de réduction adhérant aux coulures de métal pouvait être chimiquement compatible avec le minerai exploité par le site de production des *Noires Terres,* ainsi que les scories de réduction prélevées au sein des crassiers du site.

4.1.1.1.2. Composition chimique – éléments majeurs

Seuls deux exemplaires, ME-1469-F007[261] et ME-1960-F001, comportent des plages de scorie adhérente. La teneur en fer de la scorie associée aux coulures de fer étant nettement inférieure à celle caractérisant les scories dans les ferriers des *Noires Terres,* les teneurs absolues doivent faire l'objet d'une normalisation au fer en vue d'être comparées (Figure 166). Les teneurs représentées sont ainsi les teneurs moyennes pondérées par la surface des analyses effectuées au moyen du MED-EDS (Cf. paragraphe 2.3.1.1), et normalisées au fer (Cf. paragraphe 2.3.1.2). Quatre fragments de

[260] Notamment l'atelier de production altomédiéval de Ludres – *Chaudeau* (Le Carlier *et al.* 2007).
[261] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 62.

minerai et dix scories de réduction sont employés en guise de référence pour le site des *Noires Terres.*

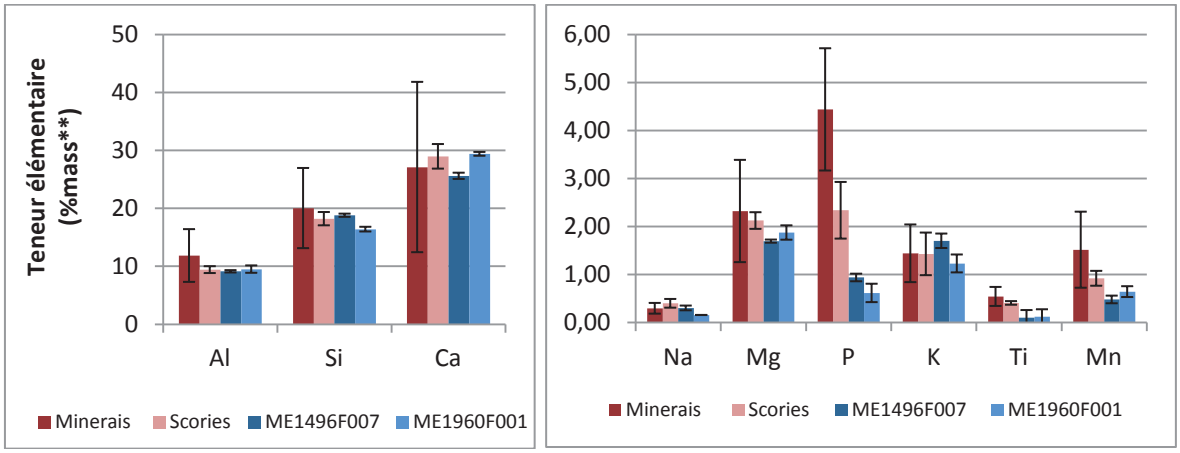


Figure 166 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, des plages de scorie adhérant aux coulures de fer de Messein – *Les Noires Terres*

Les concentrations des éléments majeurs de la scorie adhérant aux coulures de fer correspondent bien à la signature chimique des minerais archéologiques et scories de réduction analysés pour le site de Messein – *Les Noires Terres*[262] (Cf. Figure 167). Seules les teneurs en phosphore des déchets de réduction sont très nettement inférieures à celles des minerais et scories de référence. Il apparaît plausible que le phosphore ait été fortement réduit dans les conditions thermochimiques ayant conduit à la formation d'une fonte.

4.1.1.1.3. Composition chimique – éléments traces

Les profils de concentration en éléments traces des résidus analysés correspondent bien à la signature chimique des fragments de minerai oolithique et des scories de réduction analysées pour le site des *Noires Terres*. La scorie caractérisant les échantillons de coulures apparaît, bien que produite dans des conditions particulières, compatible avec la scorie de réduction de l'atelier sidérurgique.

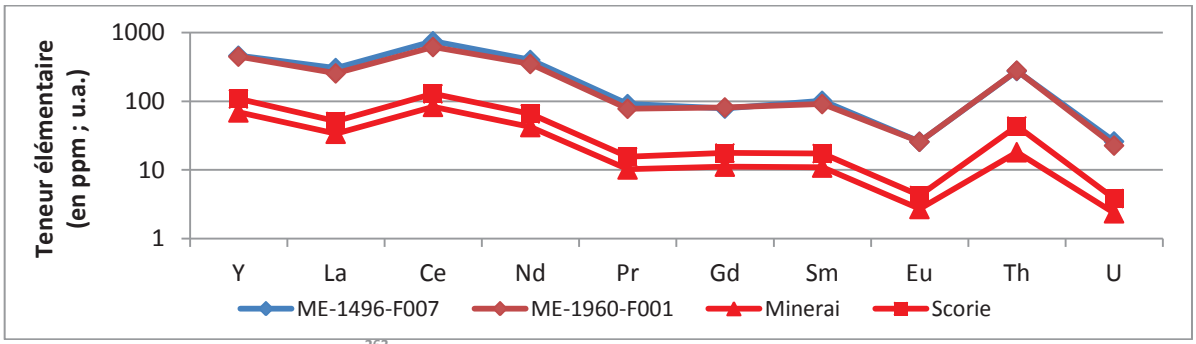


Figure 167 : Profils de concentration[263] en éléments traces des plages de scorie adhérant aux coulures de fer de l'atelier de Messein – *Les Noires Terres*

[262] Les teneurs exprimées sont les moyennes des résultats obtenus pour les lots de minerais (3 individus) et de scorie de réduction (10 individus) des *Noires Terres.* Ces valeurs seront employées pour la comparaison de chaque catégorie de déchets métallurgiques définie avec la signature chimique de référence de l'atelier.

[263] Nous avons pris le parti de conserver, pour établir ces profils de concentration, uniquement les éléments traces employés pour distinguer les ensembles de production mis en évidence à l'issue du chapitre précédent.

4.1.1.2. Les grains de minerai métalliques

Huit déchets composés de grains de minerai agglomérés et réduits sous forme métallique ont été pris en considération pour l'établissement de la filiation chimique des résidus métallurgiques de l'atelier de Messein. Aucun échantillon du corpus n'avait été attribué de prime abord à cette catégorie. En effet, plusieurs échantillons montraient, à l'examen visuel macroscopique, les caractéristiques morphologiques de chutes ayant subi une mise en forme par martelage (une ou plusieurs surfaces planes).

4.1.1.2.1. Observations micrographiques

L'examen métallographique a montré que les échantillons étaient en réalité composés de grains de minerai présentant différents degrés de réduction (Cf. Figure 168). Les surfaces planes observées au préalable et interprétées comme des facettes de martelage, se sont ainsi révélées être les faces de blocs et fragments de minerai introduits dans le bas fourneau.

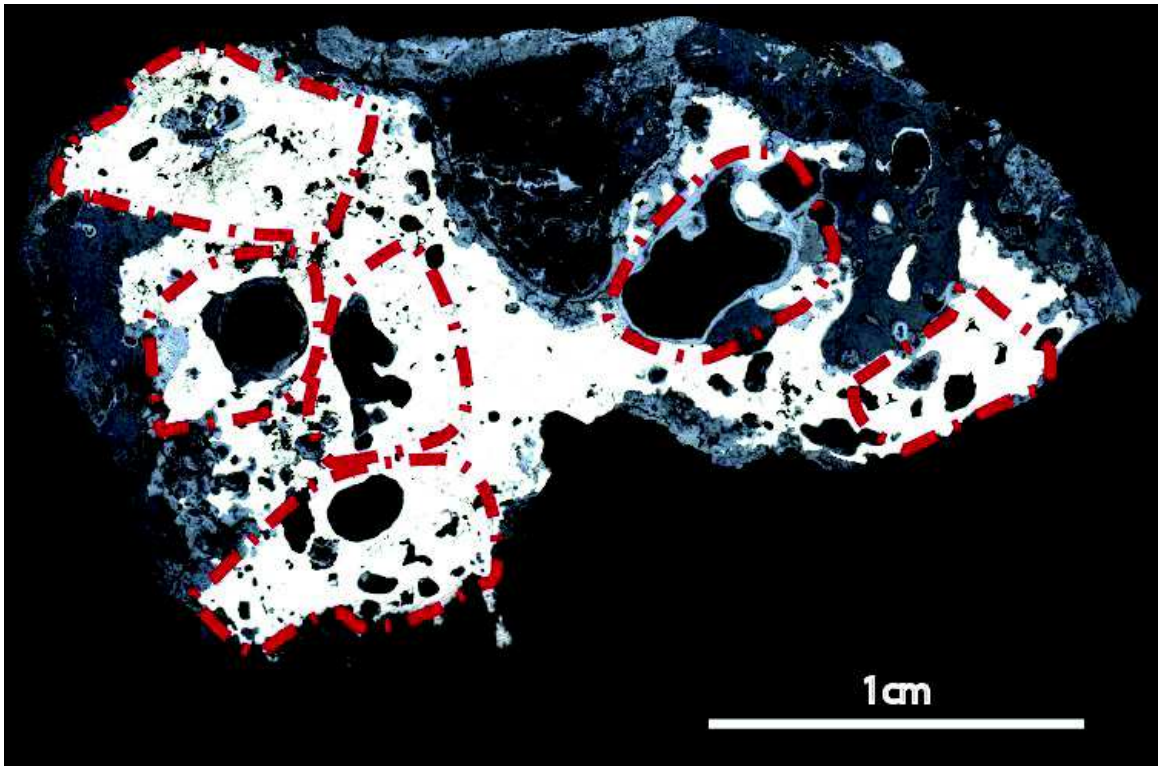


Figure 168 : Restitution des grains de minerai supposés constituant le fragment métallique ME-2077-F003

La proportion de métal est très variable, et dénote des états de réduction du minerai différents. Certains individus se composent d'un métal compact. Dans d'autres cas, ce dernier se présente uniquement sous la forme de filaments Les fragments métalliques compacts présentent une morphologie caractéristique, aux contours anguleux, et contiennent des cavités de taille submillimétrique à millimétrique. Ces cavités se forment vraisemblablement par l'écoulement de la scorie à travers les nodules de minerai réduits. Des fantômes d'oolithes sont également visibles dans la structure métallique (Cf. Figure 169). Les échantillons ayant fait l'objet d'une attaque

métallographique présentent une structure d'acier hypoeutectoïde*[264] à hypereutectoïde. Des zones ferritiques* peuvent être localement présentes.

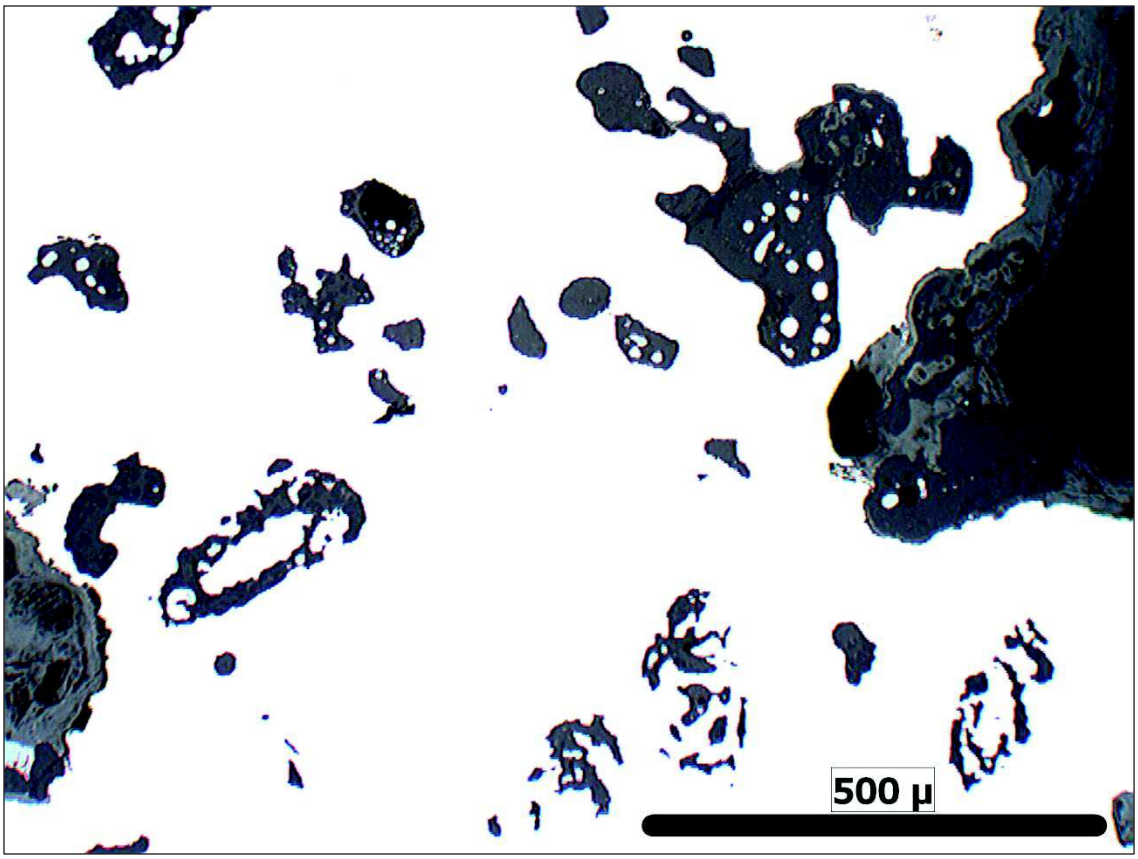


Figure 169 : Reliques d'oolithes matérialisées par de la scorie au sein d'un fragment métallique des *Noires Terres*

Les filaments de métal des fragments les moins réduits ne présentent pas de déformation notable, à l'instar des cavités présentes dans le métal plus compact. Les reliques d'oolithes sont encore bien visibles.

4.1.1.2.2. Composition chimique – éléments majeurs

Les teneurs en éléments majeurs de la scorie associée aux fragments de minerai sont globalement compatibles avec la signature de référence, bien qu'une certaine variabilité soit observable (Cf. Figure 170). La scorie associée aux fragments de minerai est relativement plus siliceuse et moins calcique que les minerais et scories de référence. On remarque également un enrichissement notable en potassium de la scorie incluse pour trois échantillons. Les teneurs en phosphore, bien que variables, ne montrent pas une déplétion d'une ampleur comparable à celle de la scorie associée aux coulures de fer. L'échantillon ME-D2-F002 se démarque nettement de la tendance générale, présentant un profil nettement plus siliceux et moins calcique, ainsi que des concentrations importantes en sodium et potassium.

[264] Seuls deux échantillons ont pu faire l'objet d'une attaque métallographique. Le fragment ME-D2D3-F001 est caractérisé par un taux de carburation moyen de 0,245 %mass C. L'échantillon ME-D2-F002 est composé d'un acier eutectoïde (0,8 %mass C) à hypereutectoïde.

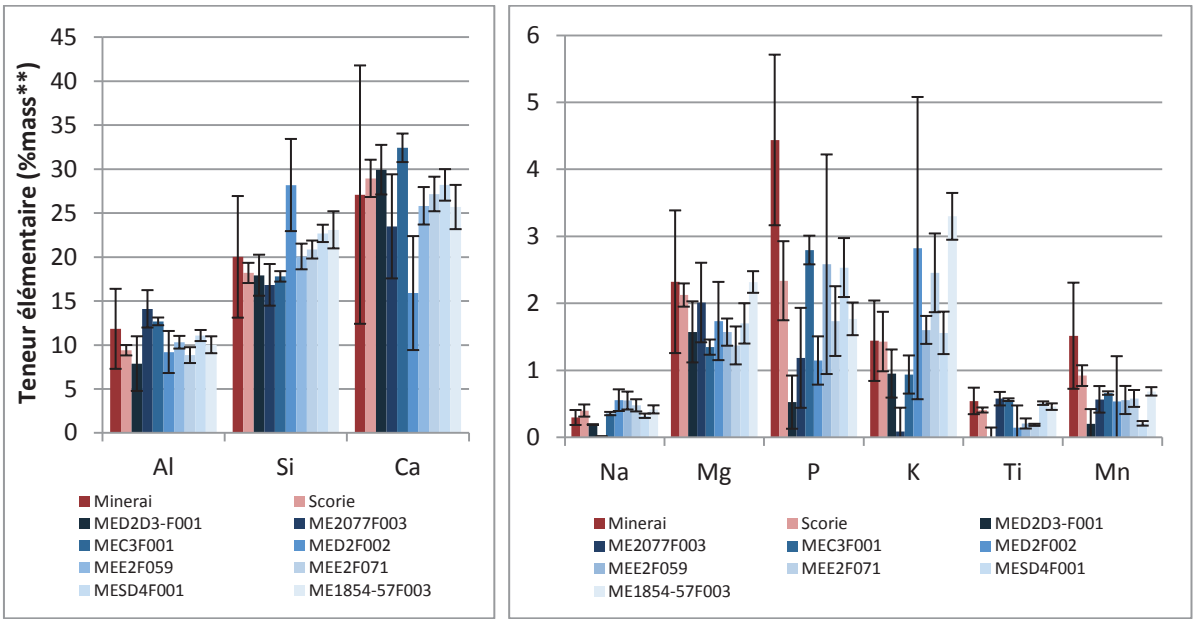


Figure 170 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, de la scorie associée aux fragments de minerai de l'atelier de Messein - *Les Noires Terres*

4.1.1.2.3. Composition chimique – éléments traces

Les profils de concentration des éléments traces apparaissent similaires à ceux des minerais et scories de référence (Cf. Figure 171). Une anomalie des teneurs en lanthane et gadolinium est toutefois perceptible pour l'échantillon ME-D2-F002. Ce même individu présente par ailleurs une composition élémentaire en éléments majeurs se distinguant nettement de la tendance, et ne semble pas représentative des fragments de minerai. Il est donc envisagé de considérer cet échantillon comme atypique, la scorie de réduction étant probablement sujette à un effet d'enrichissement localisé en silice.

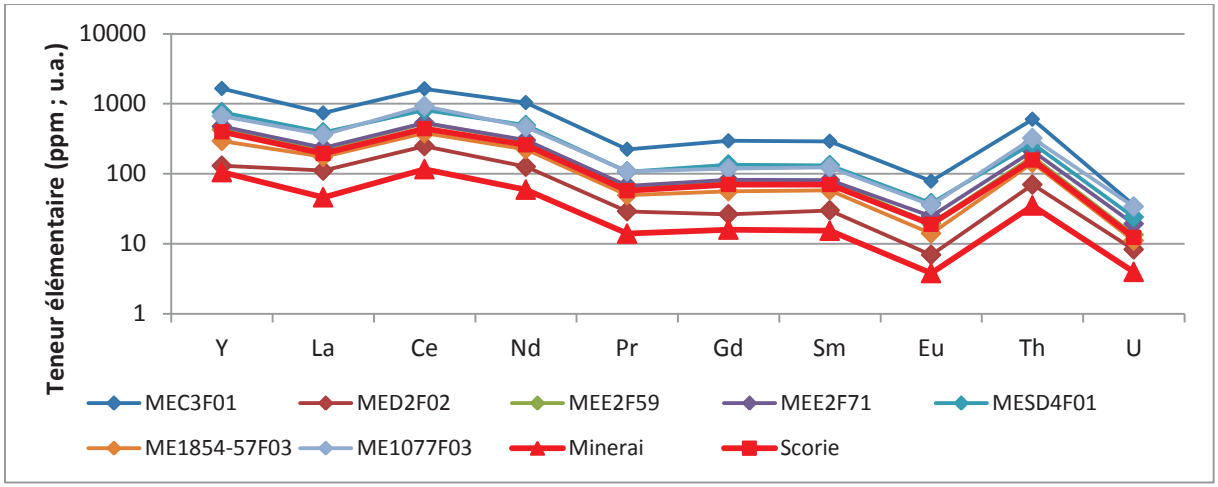


Figure 171 : Profils de concentration en éléments traces des plages de scorie associée aux fragments de minerai en cours de réduction de l'atelier de Messein – *Les Noires Terres*

4.1.1.3. Les fragments de fer informe dans de la scorie à billes

Onze fragments de métal informe ont été intégrés à l'étude. Deux individus ont été retirés, ME-C3-F011 présentant un état de fragilité trop avancé, et ME-1960-F017 se révélant totalement corrodé à l'examen métallographique. Un troisième échantillon, ME-1347-F001, a été réattribué à la classe des minerais métalliques d'après l'examen métallographique. Rappelons que les fragments de fer informes ne présentent aucun caractère lié à une éventuelle opération de post-réduction. La scorie associée à ces fragments doit ainsi être caractéristique du système de réduction.

4.1.1.3.1. Observations micrographiques

Les fragments de fer informes ayant fait l'objet d'une attaque métallographique apparaissent tous constitués d'un acier hypoeutectoïde. Le lecteur pourra se référer aux fiches présentées en annexes pour une description détaillée de chaque fragment. Plusieurs individus se caractérisent par la présence d'eutectiques phosphoreux au sein de la matrice métallique. Ces derniers adoptent généralement une forme circulaire de teinte marron, et sont généralement bordés de ferrite (Cf. Figure 172). La formation de ces eutectiques doit probablement provoquer une décarburation localisée du métal.

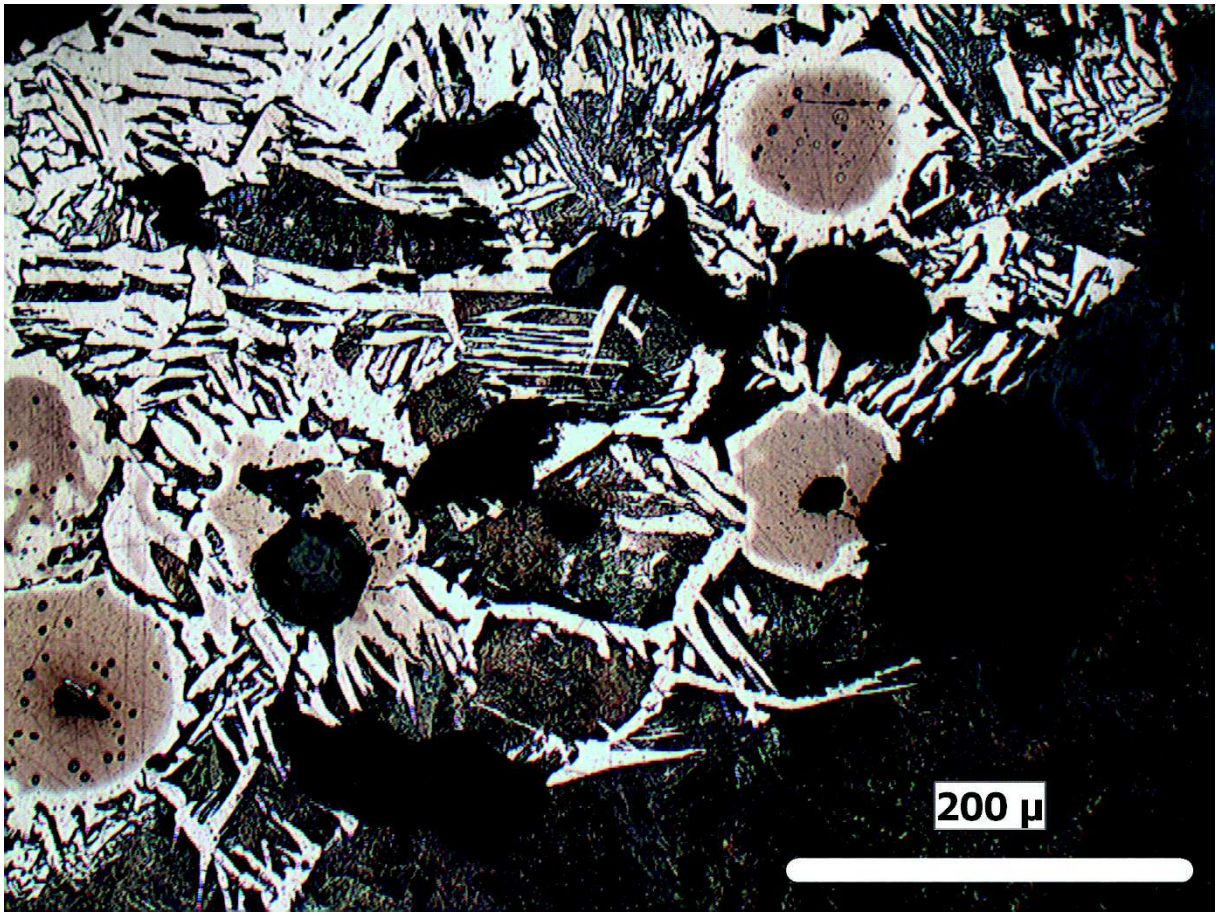


Figure 172 : Plusieurs eutectiques phosphoreux présents dans une matrice ferrito-perlitique, dont la ferrite a cristallisée selon une structure de Widmanstätten ; section polie de l'échantillon ME-2174-F002[265] (attaque Nital)

[265] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 113.

La scorie de réduction associée à ces fragments comporte, dans la majorité des cas observés, des billes de métal d'un diamètre inframillimétrique à millimétrique, ou des agglomérats d'oolithes partiellement réduits en métal (Cf. Figure 173). Ces éléments métalliques peuvent être observés à l'œil nu sur les sections polies et forment les billes visibles en surface de la scorie.

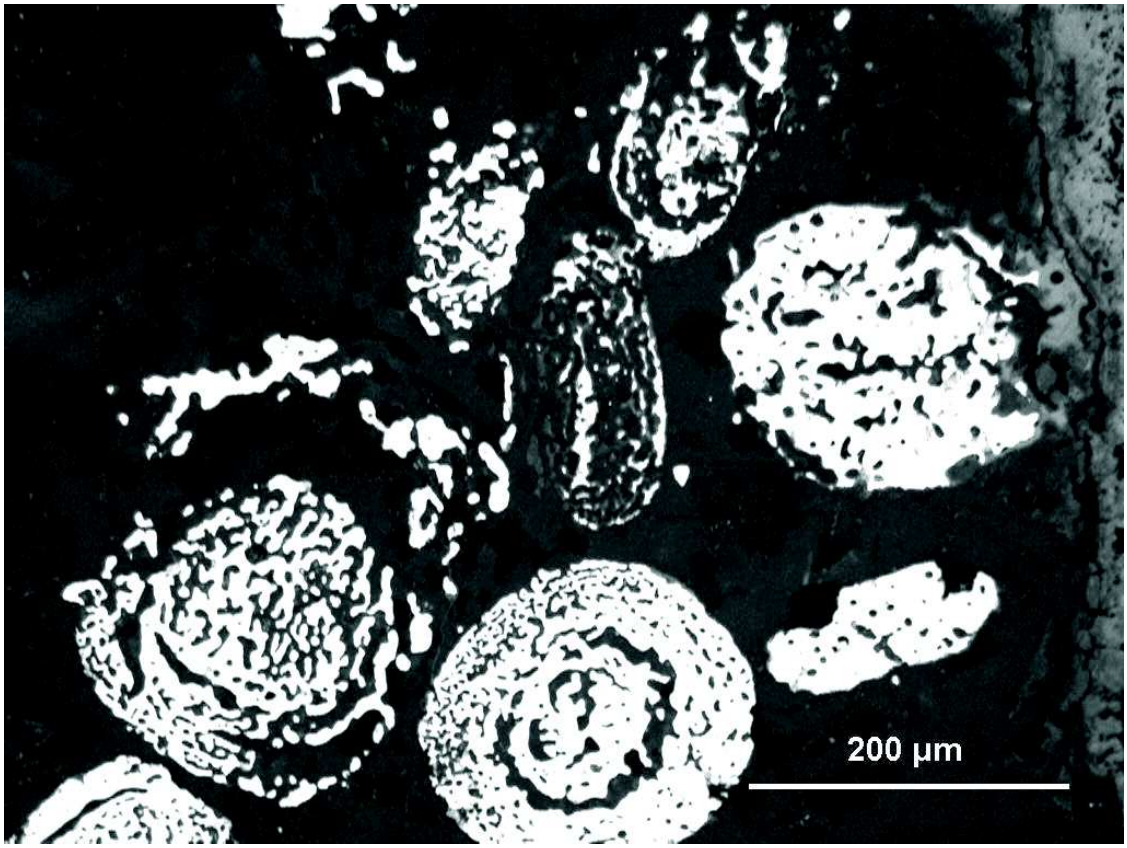


Figure 173 : Fantômes d'oolithes réduits à l'état métallique au sein de la scorie de réduction ; échantillon ME-1578-F012[266]

La structure du métal, caractérisée par les eutectiques décrits ci-dessus, concorde bien avec la nature phosphoreuse du minerai réduit sur le site des *Noires Terres,* et les reliques d'oolithes observables au sein de la scorie de réduction correspondent par ailleurs à la structure de la *Minette lorraine*. Certains fragments de fer informe étudiés montrent bien des caractéristiques structurales en lien avec la nature spécifique de la *Minette lorraine*, réduite par l'atelier des *Noires Terres.*

Les fragments métalliques informes sont généralement imbriqués dans une matrice scoriacée. L'examen micrographique met en évidence, dans plusieurs cas, des cristaux de taille importante (plus d'une centaine de microns). L'exemple présenté ci-dessous (Cf. Figure 174) montre des cristaux (probablement des mélilites calciques) carrés ou sous forme de lattes, dont les plus importants atteignent des dimensions de 200 microns. Par conséquent, nous avons pris soin de réaliser les analyses quantitatives sur des surfaces importantes, afin d'éviter tout biais induit par la ségrégation des éléments chimiques liée à la nature des phases minéralogiques.

[266] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 101.

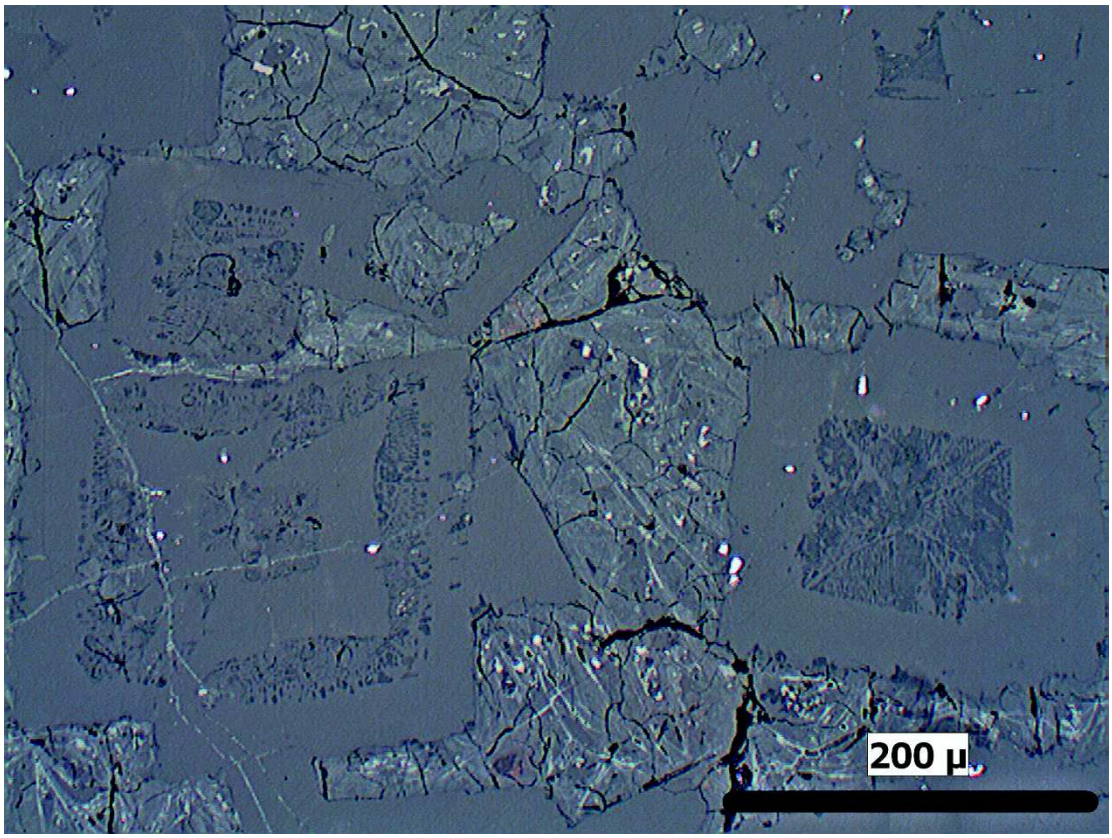


Figure 174 : Faciès minéralogique caractéristique de la scorie adhérant au fragment de fer informe ME-2174-F002

4.1.1.3.2. Composition chimique – éléments majeurs

A l'instar de ce qui a été observé pour la scorie adhérant aux coulures de fer, les différences de composition résident majoritairement dans les concentrations en phosphore et potassium, très variables (Cf. Figure 175). L'écart-type exprimant la dispersion des teneurs apparaît également plus important dans le cas de ces deux éléments. Les écarts-types sont particulièrement importants pour la série d'analyses effectuées sur la scorie du fragment ME-1882-F002. Cette dispersion importante des valeurs montre que les surfaces analysées n'étaient pas suffisamment étendues pour établir la composition chimique moyenne.

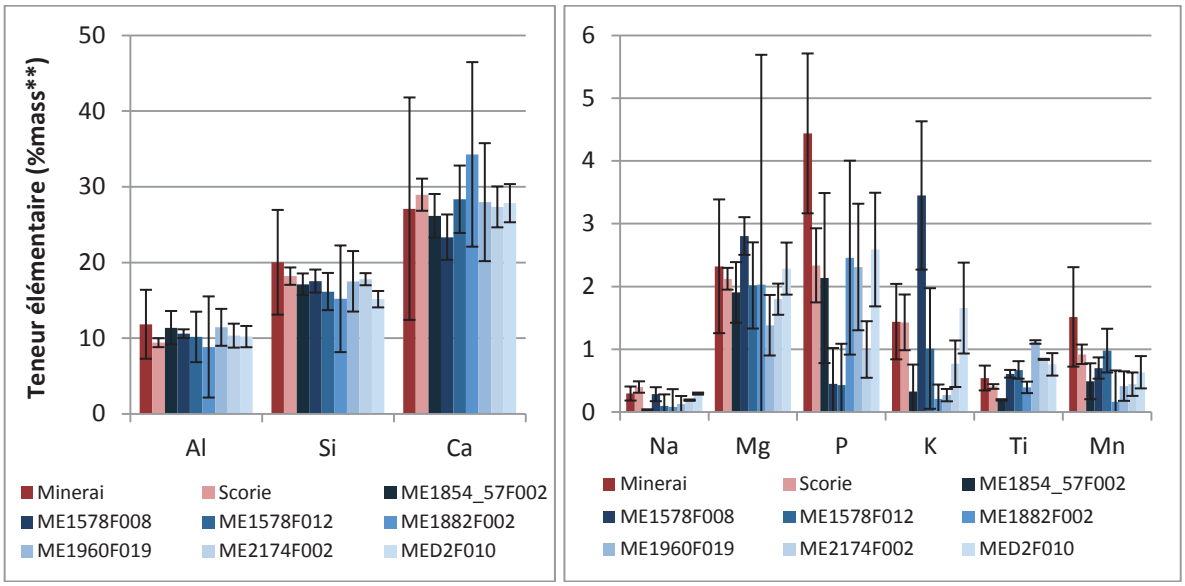


Figure 175 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, des fragments de métal inclus dans de la scorie à billes de l'atelier de Messein – *Les Noires Terres*

4.1.1.3.3. Composition chimique – éléments traces

Mis à part l'individu ME-1578-F012, dont le profil de concentration montre de légères différences des teneurs en gadolinium et thorium, la signature chimique de l'ensemble des fragments de fer informes analysés apparaît très semblable à celle des minerais et scories de référence (Cf. Figure 176).

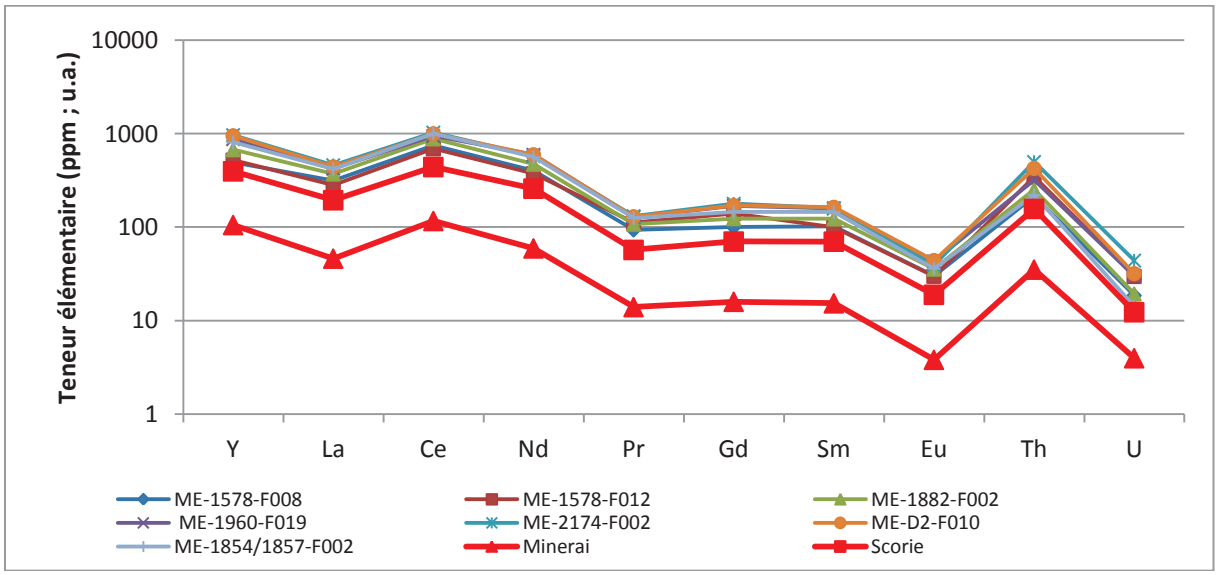


Figure 176 : Profils de concentration en éléments traces de la scorie associée aux fragments de métal informes de l'atelier de Messein – *Les Noires Terres*

L'ensemble des résidus métallurgiques associables à la réduction du minerai de fer présente une signature chimique similaire aux références établies pour le site des *Noires Terres* de Messein[267]. Ceci montre une relative homogénéité de la composition chimique de la scorie. Nous avons évoqué, à plusieurs reprises, la question de la représentativité de l'analyse (ici par ablation laser couplée à un ICP-MS) de matériaux polyphasés dont les dimensions des constituants peuvent être supérieures au volume analysé. Rappelons que nous avons pris le parti de réaliser des cheminements au sein de la scorie[268]. Les résultats obtenus par ce biais ne paraissent pas affectés par ce phénomène.

4.1.1.4. Les chutes de fer facettées

Quinze résidus métallurgiques ont été attribués à la catégorie des chutes de fer facettées à l'issue de l'examen macroscopique. En effet, l'ensemble de ces déchets présentait au moins une facette à surface plane. L'étude des sections polies a montré que plusieurs de ces fragments étaient en réalité des fragments de minerai métalliques agglomérés, et que d'autres étaient constitués très majoritairement de scorie de réduction, le métal n'étant présent que sous la forme de réseaux de filaments. Neuf individus ont été conservés dans cette catégorie, auxquels la chute ME-E2-F072, attribuée au préalable à la catégorie des chutes façonnées, a été adjointe. La pastille de métal ME-2027-F001 n'a pas fait l'objet d'une section, du fait de sa faible épaisseur et de son état de corrosion apparent. L'état d'apparente fragilité de la chute ME-D2-F001 nous a dissuadés d'y réaliser une section polie. L'examen métallographique des chutes ME-2174-F006 et ME-E2-F070 a révélé un état de corrosion du métal très avancé (plus de 80 % de la surface dans le premier cas ; plus de 90 % dans le second), ce qui nous a amenés à ne pas réaliser d'analyses de composition sur ces dernières.

4.1.1.4.1. Observations micrographiques

Les chutes de fer facettées examinées, au nombre de six, présentent une structure composée majoritairement d'un acier hypoeutectoïde. Les individus ME-1471-F001, ME-E2-F072 et ME-A4A5-F007[269] apparaissent constitués principalement d'un alliage peu carburé, de structure ferritique à ferrito-perlitique. Le fragment ME-HS-F003 montre une structure variable, composées de larges plages ferritiques et ferrito-perlitiques, dont le taux de carburation maximum est d'environ 0,5 $\%_{mass}$ C. ME-E2-F046 est constitué d'un acier plus fortement carburé, à 0,8% de carbone (Cf. Figure 177). Des zones présentant une carburation moindre sont observables en périphérie des cavités. Il pourrait s'agir d'une décarburation localisée du métal dû à la circulation de gaz en atmosphère oxydante. La présence de phosphore est suggérée, pour la chute ME-E2-F072, par des marbrures se développant au sein de la matrice ferritique. La matrice eutectoïde des chutes ME-E2-F046 et ME-E2-F052 comporte de nombreux éléments circulaires de petites dimensions (au maximum une dizaine de microns) dont la morphologie évoque les eutectiques phosphoreux présentés précédemment par la Figure 172.

[267] A l'exception du fragment de minerai en cours de réduction ME-D2-F002, dont la scorie apparaît sensiblement plus siliceuse.
[268] Cf. sous-paragraphe 2.2.4.2.2.
[269] Les fiches synthétisant les observations micrographiques effectuées sur les échantillons évoqués sont présentées en annexe H : ME-1471-F001 p. 116 ; ME-E2-F072 p. 128 ; ME-A4A5-F007 p. 119 ; ME-HS-F003 p. 131 ; ME-E2-F046 p. 122 ; ME-E2-F052 p. 125.

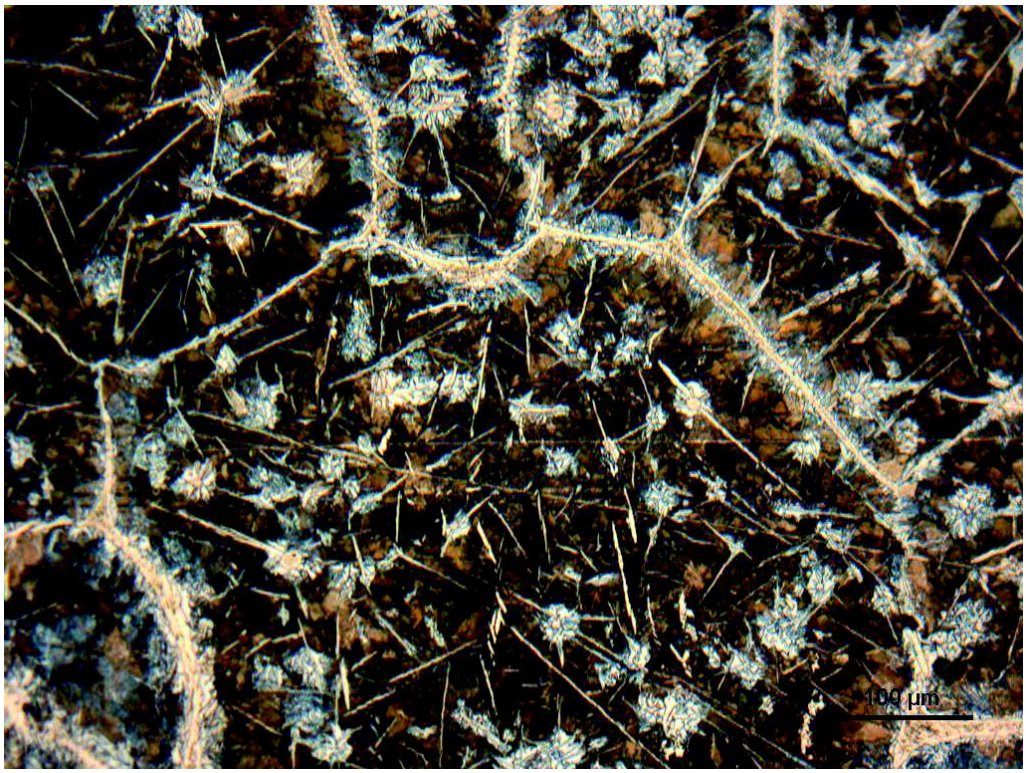


Figure 177 : Matrice métallique de la chute ME-E2-F046 (attaque Nital)

Le métal des trois chutes facettées présentant l'aspect le plus élaboré (ME-1471-F001, ME-A4A5-F007 et ME-E2-F072) comporte par ailleurs de fines fissures intergranulaires, qui laissent à penser que le métal a subi un martelage. De plus, les inclusions et vacuoles situés à proximité des surfaces présentent une déformation (Cf. Figure 178). Ces observations confirment que le métal a bien subi un premier travail de mise en forme.

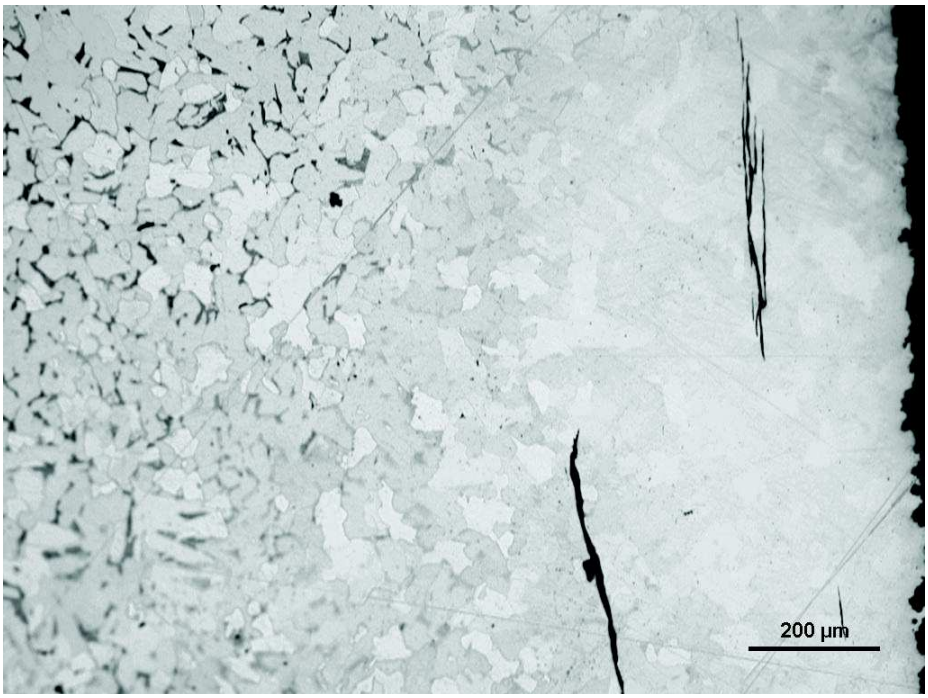


Figure 178 : Inclusions de forme allongée, exprimant un écrasement, situées à proximité d'une des faces planes de la chute ME-1471-F001 (attaque Nital)

4.1.1.4.2. Composition chimique – éléments majeurs

Les inclusions de scorie des six chutes ont été caractérisées chimiquement. La scorie associée aux chutes ME-1471-F001, ME-A4A5-F007, ME-E2-F046 et ME-E2-F072 présente une composition chimique similaire à celle des minerais et scories de réduction de référence, si ce n'est pour les teneurs en potassium et phosphore, comme cela a déjà été observé pour d'autres catégories de résidus métallurgiques (Cf. Figure 179). Les chutes ME-HS-F003 et ME-E2-F052 montrent un profil nettement plus siliceux et moins calcique.

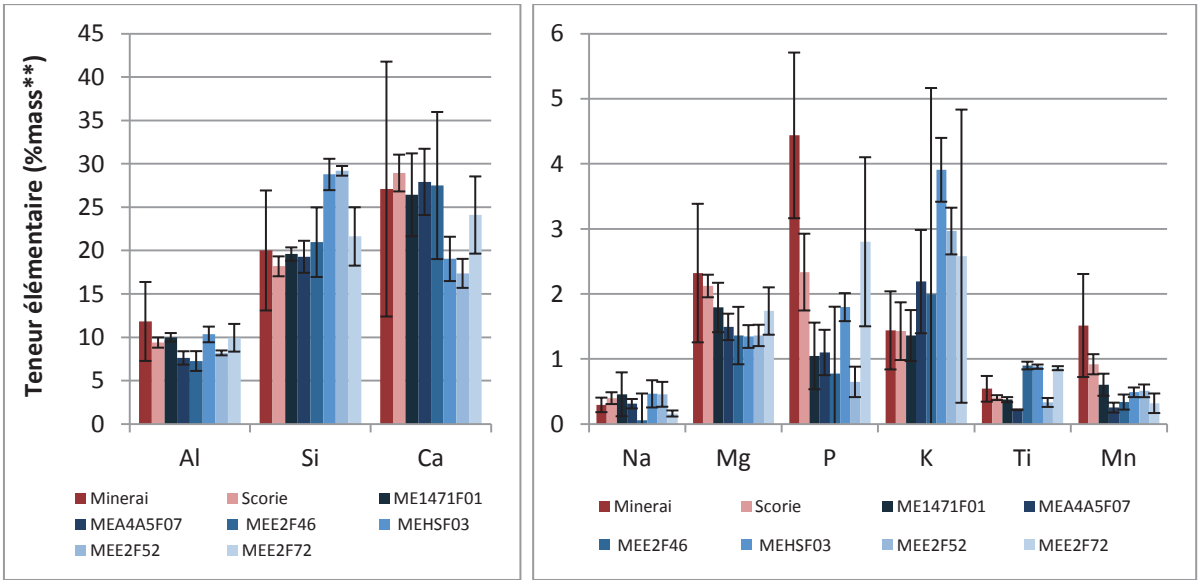


Figure 179 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, des chutes de métal facettées de l'atelier de Messein – *Les Noires Terres*

4.1.1.4.3. Composition chimique – éléments traces

Alors que la composition élémentaire majeure de deux chutes (ME-HS-F003 et ME-E2-F052) divergent de la signature chimique de référence établie pour l'atelier, les profils de concentration en éléments traces des individus apparaissent compatibles avec cette dernière (Cf. Figure 180). Seule la chute ME-E2-F052 se distingue par une teneur en yttrium inférieure à celles des minerais et scories de réduction employés comme références.

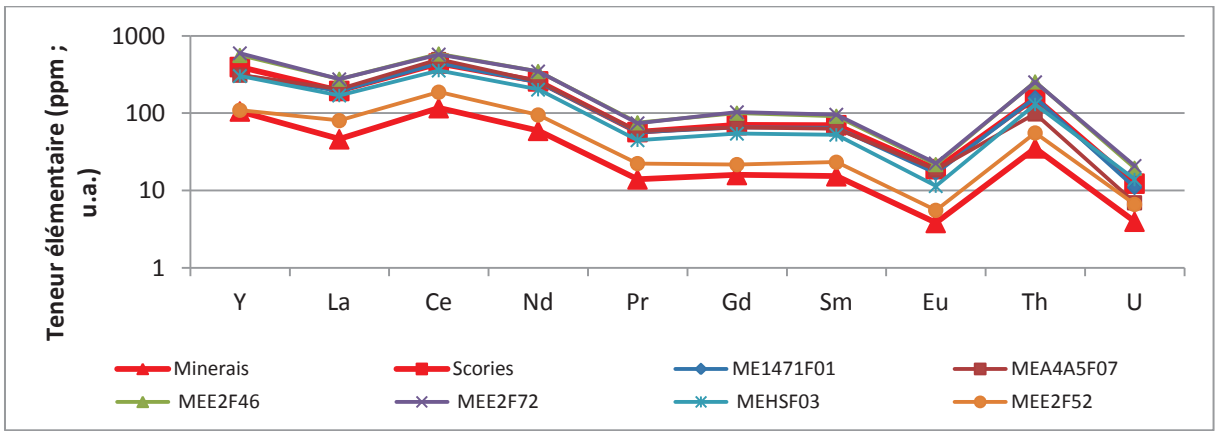


Figure 180 : Profils de concentration en éléments traces des inclusions de scorie présentes dans les chutes facettées de l'atelier de Messein – *Les Noires Terres*

Une composition chimique plus siliceuse est observée pour deux des chutes facettées caractérisées chimiquement (ME-HS-F003 et ME-E2-F052). L'hypothèse de l'emploi d'un ajout siliceux lors du compactage des masses de métal brut a été avancée pour justifier de cet enrichissement. Toutefois l'emploi d'un ajout siliceux aurait conduit à un enrichissement relatif en silicium se faisant au détriment de tous les autres composés majeurs. Or il apparaît dans ce cas que seule la teneur en calcium semble affectée d'un appauvrissement par rapport aux échantillons de référence. Les inclusions des échantillons présentant un faciès plus siliceux seraient ainsi constituées d'une scorie moins calcique que les échantillons employés en guise de référence.

4.1.1.5. Les chutes de fer façonnées

Huit chutes façonnées avaient été identifiées par le biais de l'examen macroscopique. La chute ME-E2-F072, interprétée à l'origine comme étant une chute-tôle, s'est révélée être, à l'issue de l'examen métallographique, une écaille de métal désolidarisée d'une masse en cours de mise en forme. Le fragment ME-1854/1857-F003, qui présentait la morphologie d'une extrémité de tige chutée, a été réattribué[270] à une catégorie liée à la réduction du minerai. En définitive, six chutes à caractère façonné ont été retenues.

4.1.1.5.1. Observations micrographiques

La majorité des fragments métalliques attribués aux autres catégories de déchets décrites *supra* présentaient la structure métallique d'un acier hypoeutectoïde. Les chutes façonnées examinées sont bien moins carburées, avec un faciès à dominante ferritique. Toutefois, des bandes ferrito-perlitiques sont observables pour certains échantillons, notamment la chute-tige ME-1859-F039. Des zones fortement carburées, très proches de l'eutectoïde, sont observables en bordure du métal sur les sections de la chute-barre ME-E2-F001. Il s'agit certainement dans ce dernier cas de carburations accidentelles. [271]

Les inclusions forment, pour la plupart des sections observées, des alignements d'orientation longitudinale. Leur taille diffère selon les échantillons. De l'ordre de plusieurs dizaines de micromètres pour la soie de préhension ME-1750-F001[272] et la chute-barre ME-E2-F001, leur épaisseur dépasse rarement la dizaine de microns dans le cas des chutes ME-C2-F018, ME-C3-F010 et ME-1859-F039. Les inclusions de cette dernière se distinguent des autres par un taux d'oxydes de fer, sous la forme de globules de wüstite, beaucoup plus important (Cf. Figure 181).

[270] La section métallographique réalisée a révélé un métal informe, comportant de nombreuses cavités de dimensions importantes et ne présentant pas les indices d'une mise en forme. L'examen métallographique a permis d'attribuer cet échantillon à la catégorie des fragments de minerai métallique.

[271] Cette hypothèse peut être appuyée par le fait que l'extrémité de la barre présente un faciès peu travaillé. Le forgeron aurait pu négliger cette partie du métal qui n'était pas destinée à une mise en forme poussée.

[272] Les fiches synthétisant les observations micrographiques effectuées sur les échantillons évoqués sont présentées en annexe H : ME-1750-F001 p. 134 ; ME-E2-F001 p. 146 ; ME-C2-F018 p. 140 ; ME-C3-F010 p. 143 ; ME-1859-F039 p. 137.

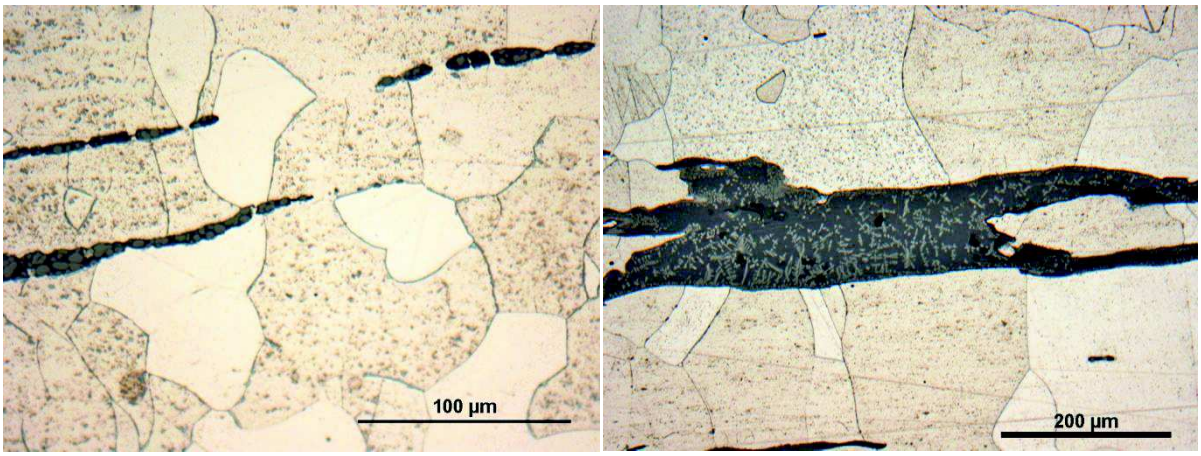


Figure 181 : Proportion des oxydes de fer au sein des inclusions. A gauche, inclusions de la chute-tige ME-1859-F039, riches en oxydes de fer ; à droite, inclusion de la soie de préhension ME-1750-F001, avec de fines dendrites de wüstite (attaque Nital)

4.1.1.5.2. Composition chimique – éléments majeurs

Les chutes de fer façonnées montrent, à l'instar d'une partie des chutes facettées, un enrichissement relatif en silicium par rapport aux échantillons de référence, qui semble se produire principalement au détriment du calcium (Cf. Figure 182). Les teneurs en magnésium semblent elles aussi affectées d'un appauvrissement. Les concentrations en potassium sont dans tous les cas plus élevées que celles des scories de réduction et des minerais. Le phosphore est présent en quantités très variables selon les échantillons. La composition chimique moyenne de la soie de préhension ME-1750-F001 apparaît toutefois plus proche du référentiel de comparaison.

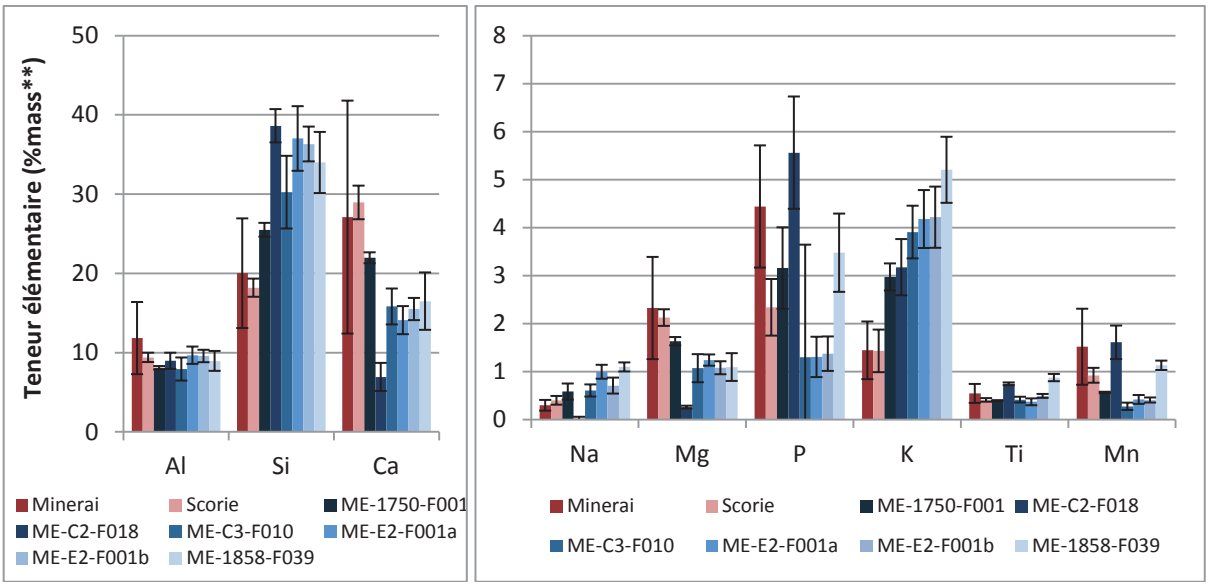


Figure 182 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, des chutes de métal façonnées de l'atelier de Messein – *Les Noires Terres*

Les chutes de métal façonnées, liées à une étape avancée dans la chaîne opératoire, constituent la catégorie de déchets métalliques la plus à même de présenter des indices de l'emploi d'ajouts de forge. Ceci tend à être confirmé par la morphologie d'une partie des inclusions,

notamment celles présentes au sein des échantillons ME-1859-F039 et ME-C2-F018. Nous avons ainsi pris le parti de détailler, sous la forme de graphiques bivariés, les rapports élémentaires impliquant les principaux composés non réduits constituant les inclusions. De façon plus détaillée, l'analyse chimique des chutes façonnées a révélé, à l'exception de la chute-tige ME-1859-F039, une relative constance des rapports élémentaires majeurs pour la majorité des inclusions considérées à l'échelle de l'échantillon[273]. Il paraît étonnant, compte tenu de l'aspect élaboré des chutes façonnées, de ne pas distinguer plusieurs classes chimiques d'inclusions, représentant soit la scorie de réduction, soit des ajouts ou pollutions. Les inclusions présentes dans la chute-barre ME-C2-F018 sont plus siliceuses et nettement moins calciques que les échantillons de minerai et de scorie de réduction considérés comme références pour *Les Noires Terres.*

4.1.1.5.3. Composition chimique – éléments traces

Seuls cinq échantillons ont été caractérisés chimiquement du point de vue des éléments traces. Il n'a pas été possible d'effectuer le dosage des inclusions de la chute-tige ME-1859-F039[274]. Les profils de concentration des chutes façonnées paraissent compatibles avec ceux des échantillons de référence. Seule la chute-barre ME-C2-F018 s'en démarque nettement par une très forte anomalie en thorium, ce qui confirme les hypothèses effectuées suite à l'analyse des éléments majeurs (Cf. Figure 183).

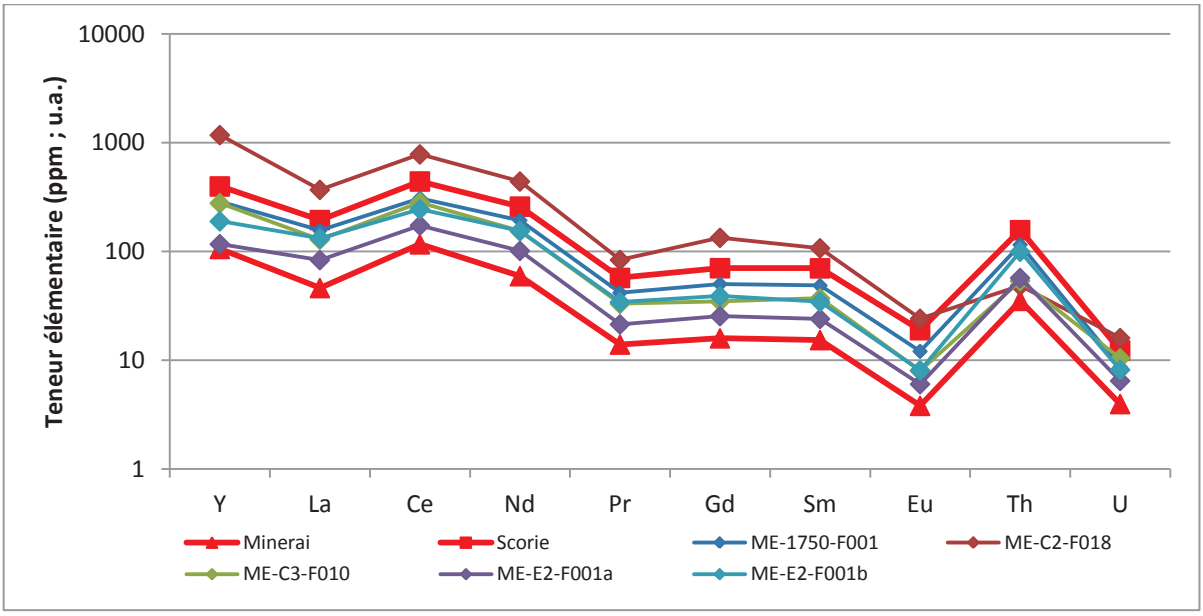


Figure 183 : Profils de concentration en éléments traces des inclusions de scorie présentes dans les chutes façonnées de l'atelier de Messein – *Les Noires Terres*

[273] Seule une partie des inclusions présentes dans l'extrémité (peu travaillée) de la chute-barre ME-E2-F001a montrent une composition plus siliceuse que celles présentes dans la partie compacte de la chute.
[274] Trop peu de matière a pu être extraite par ablation laser, du fait des dimensions réduites des inclusions.

4.1.1.5.4. Conclusion partielle

Les examens métallographiques effectués sur le lot de chutes façonnées montrent bien le caractère élaboré de ces dernières. La compacité du métal ainsi que la forme allongée des inclusions soulignent bien le travail de mise en forme effectué. Seul le métal de la chute-bande ME-E2-F001 présente une extrémité au faciès relativement brut. Cette dernière peut être considérée comme l'extrémité d'une pièce de métal ayant subi une surchauffe accidentelle. La composition chimique en éléments majeurs des inclusions nous est apparue relativement uniforme à l'échelle de chaque chute, à l'exception de la chute-tige ME-1859-F039, caractérisée par une dispersion importante des teneurs élémentaires. Les phénomènes d'enrichissement observés par Dillmann et L'Héritier (2007) sur les produits expérimentaux de Kaymar sont faiblement représentés ici. Il est par ailleurs surprenant de constater que la plupart[275] des chutes de métal façonnées sont marquées par une composition chimique plus siliceuse et moins calcique que les minerais et scories de réduction analysés pour *Les Noires Terres.*

Les profils de teneurs en éléments traces des échantillons ME-1750-F001, ME-C3-F010 et ME-E2-F001 correspondent bien, en revanche, à celui des fragments de minerai et scories de réduction analysés pour ce site. Ce constat sera rediscuté au terme de ce chapitre.

4.1.1.6. Les objets

Treize produits manufacturés mis au jour sur le site des *Noires Terres* ont été sélectionnés pour l'analyse inclusionnaire. Il s'agit de petit outillage (trois couteaux, une tige torsadée, une tige droite, une raclette) ou de quincaillerie (deux clous, un piton, un crochet, un ruban, une frette, un fragment de tôle), ainsi que d'un fer de mulet.

4.1.1.6.1. Observations micrographiques

La structure du métal est très variable selon les échantillons examinés. Il est possible, dans la majeure partie des cas observés, d'établir un parallèle entre la catégorie fonctionnelle des objets et la structure du métal. Ainsi, deux des couteaux examinés présentent un tranchant vraisemblablement rapporté, de structure aciérée, bainitique (ME-1367-001[276]) ou perlitique (ME-2077-002), sur une lame à dominante ferritique (Cf. Figure 184).

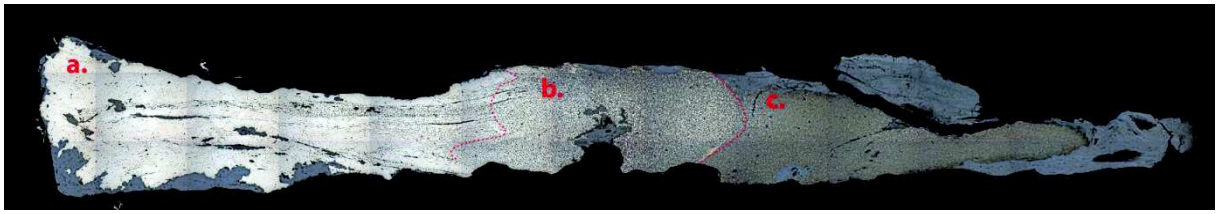


Figure 184 : Section transversale de la lame de couteau ME-1367-001 présentant : a) le dos ferritique de la lame, b) la partie intermédiaire, ferrito-perlitique, c) le tranchant rapporté bainitique (attaque Nital)

[275] Seule la signature chimique des inclusions de la soie de préhension ME-1750-F001 s'en approche.

[276] Les fiches synthétisant les observations micrographiques effectuées sur les échantillons évoqués sont présentées en annexe H : ME-1367-001 p. 152 ; ME-2077-002 p. 176.

Les clous ou le ruban (ME-1841-001) présentent quant à eux une structure à dominante ferritique organisée en bandes d'orientation longitudinale (Cf. Figure 185).

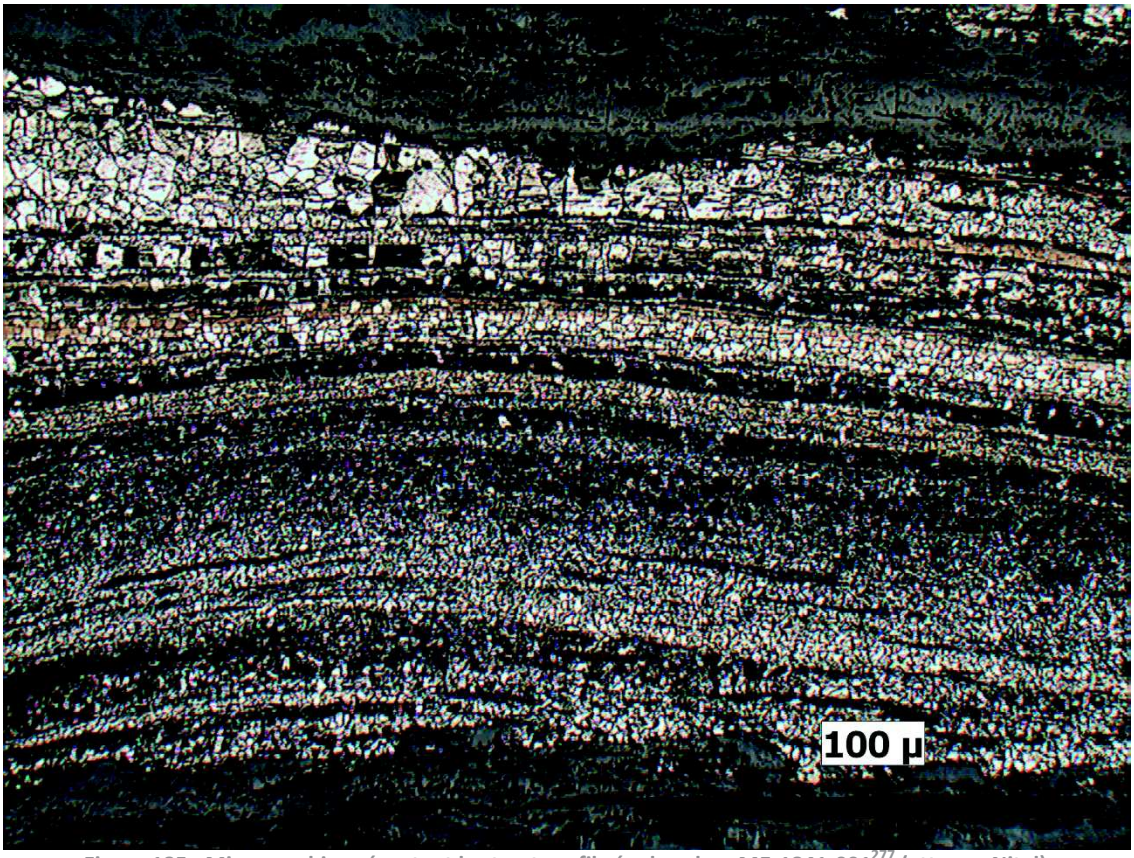


Figure 185 : Micrographie présentant la structure fibrée du ruban ME-1841-001[277] (attaque Nital)

Les inclusions présentes dans la matrice métalliques des objets étudiés sont généralement de très petites dimensions, de quelques microns à quelques dizaines de micromètres. Elles sont, en très grande majorité, de forme allongée. Deux faciès sont majoritairement représentés : des inclusions de structure amorphe, ou dont la structure est extrêmement fine ; des inclusions contenant des quantités importantes d'oxydes de fer, sous la forme de globules de wüstite (Cf. Figure 186). Les premières semblent se situer préférentiellement dans les zones carburées des objets, tandis que les autres types d'inclusions forment en général des alignements au sein de la matrice ferritique[278].

[277] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 164.
[278] Cette organisation est couramment observée, par exemple par Buchwald et Wivel (1998).

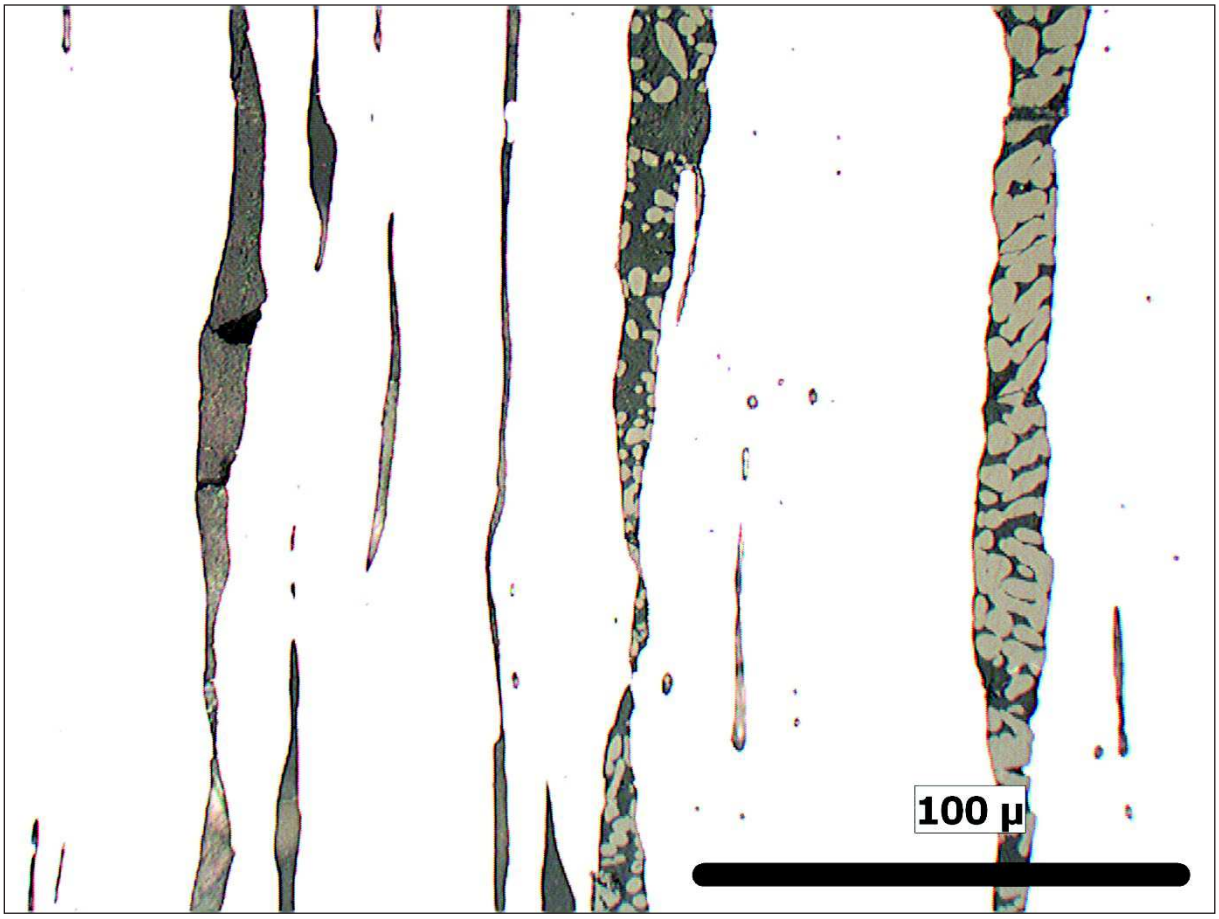


Figure 186 : Micrographie montrant les faciès dominants d'inclusions dans les objets mis au jour sur le site des *Noires Terres* ; échantillon ME-1841-001. A gauche : inclusions à la matrice finement cristallisée ; au centre : inclusions à matrice fayalitique comportant des globules de wüstite ; à droite ; inclusions comportant une majorité de globules de wüstite

4.1.1.6.2. Composition chimique – éléments majeurs

La dispersion, les dimensions réduites, ainsi que le taux d'oxydation important des inclusions ont limité nos efforts en termes de caractérisation chimique. Plusieurs sections n'ont pas pu bénéficier d'une analyse élémentaire. Dans les cas où cette dernière a pu être effectuée, il n'a généralement pas été possible d'analyser plus de quelques dizaines d'inclusions par section. Les petites dimensions des inclusions conduisent également à des effets de fractionnement, affectant localement la constance des rapports élémentaires[279]. Toutefois, comme pour les chutes façonnées, une relative homogénéité des rapports élémentaires a été constatée lors de la sélection des inclusions préalable.

La composition chimique des inclusions est marquée par des teneurs relatives en silicium élevées, et des teneurs relatives en calcium faibles. A ceci s'ajoute, pour certains individus, de faibles teneurs en aluminium (Cf. Figure 187). Les inclusions de la lame de couteau ME-2077-001 contiennent par ailleurs une quantité importante de manganèse. Ces caractéristiques distinguent

[279] Rappelons que de tels phénomènes ont été mis en évidence dans la littérature (particulièrement par Dillmann et L'Héritier 2007).

nettement les objets des échantillons de minerai et de scorie de réduction employés en guise de référence pour *Les Noires Terres.*

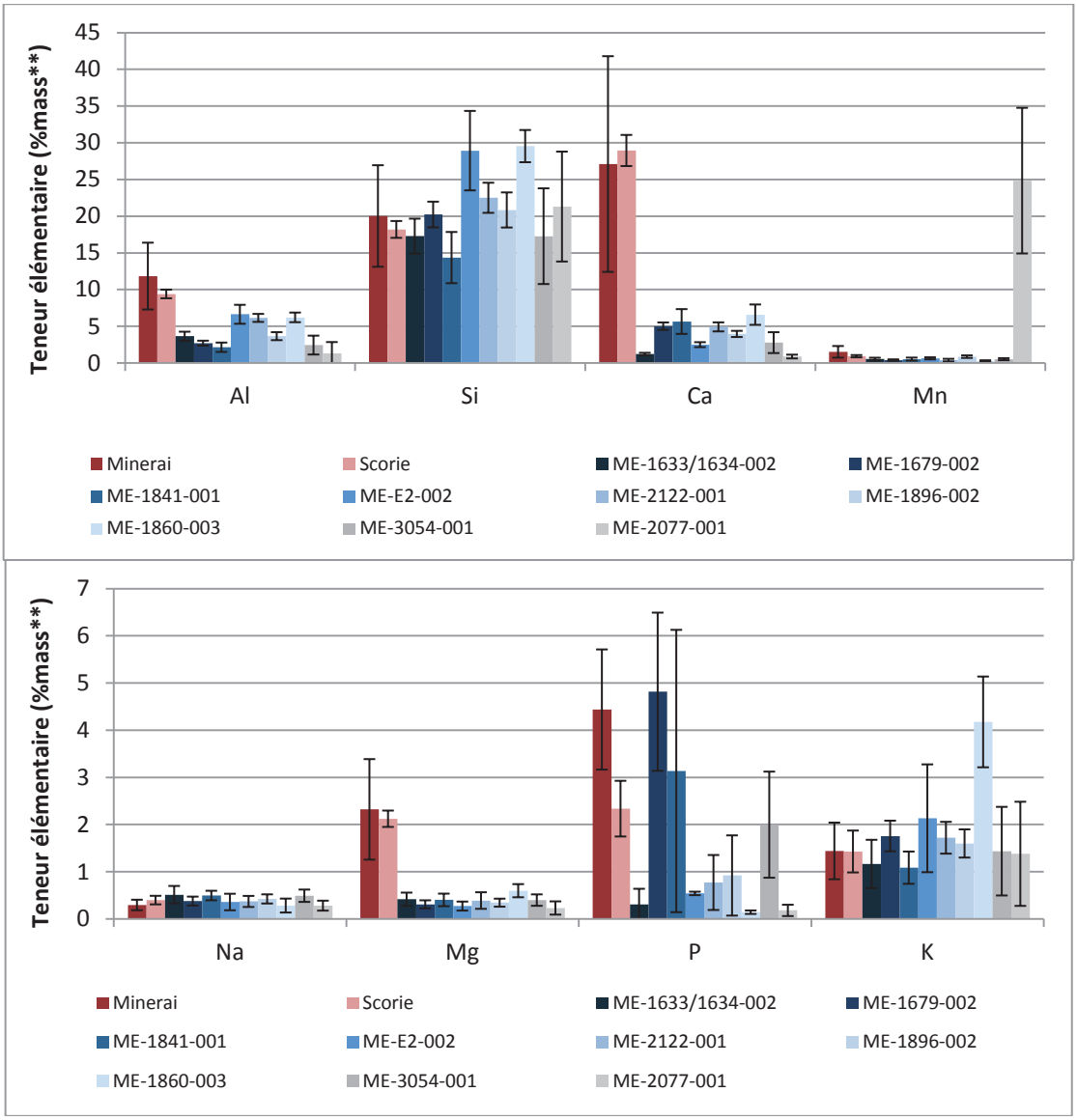


Figure 187 : Composition élémentaire majeure moyenne des objets mis au jour sur le site de Messein – *Les Noires Terres*

4.1.1.6.3. Composition chimique – éléments traces

Compte tenu des dimensions réduites des inclusions dans les objets analysés, seules les analyses de trois échantillons se sont révélées exploitables. La quantité de matière extraite dans les autres cas était insuffisante pour obtenir des quantifications suffisamment fiables.

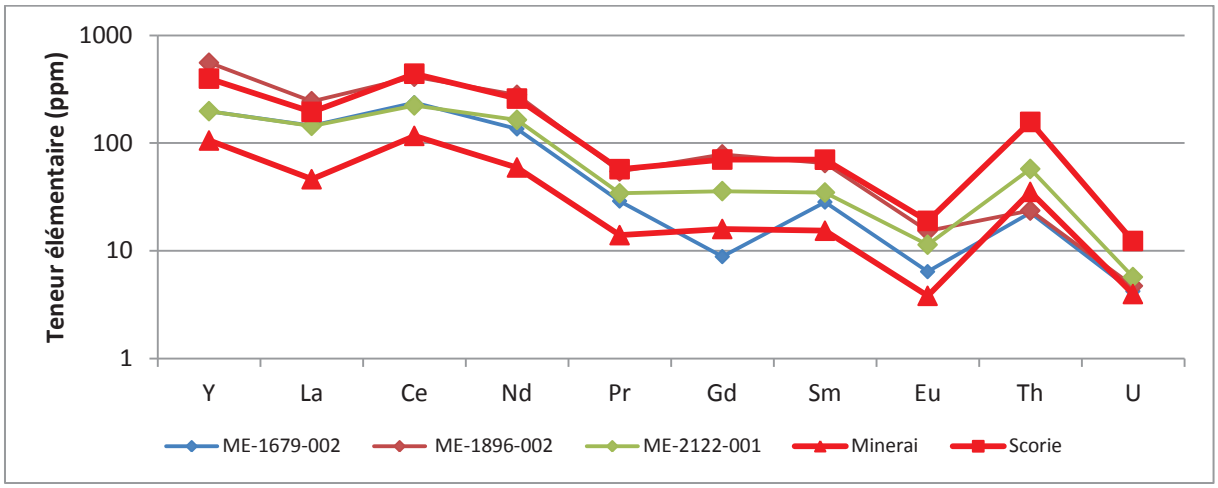


Figure 188 : Profils de concentration en éléments traces des inclusions de scorie présentes dans les objets du site de Messein – *Les Noires Terres*

Seul le clou ME-2122-001 montre un profil de concentration compatible avec les marqueurs chimiques du site de production (Cf. Figure 188). Le profil du crampon ME-1679-001 montre une teneur en gadolinium inférieure à celle des minerais et scories de réduction, et celui de la tige ME-1896-002 une teneur inférieure en thorium. Les deux différences de teneurs observées dans ce cas semblent bien distinguer les deux objets des échantillons de référence. Nous vérifierons néanmoins, par le biais d'une démarche statistique multivariée, la compatibilité chimique entre ces artefacts et le référentiel chimique lorrain constitué à l'occasion du chapitre précédent.

4.1.1.7. Synthèse des examens métallographiques

Certains déchets examinés se sont avérés constitués en majorité par de la scorie de réduction, et n'ont par conséquent pas été intégrés à cette synthèse, centrée sur le métal (carburation, propreté inclusionnaire*,…). Elle repose ainsi sur les observations effectuées sur 25 déchets métalliques et treize objets.

Une méthode a été proposée récemment pour qualifier la matrice métallique, en fonction de la teneur moyenne en carbone et de la surface carburée (Pagès *et al.* 2011a, 2011b ; L'Héritier *et al.* 2013). L'information est exprimée par le graphique bivarié présenté en Figure 189. Une corrélation entre le degré d'élaboration des déchets et le type d'alliage est observable. Les fragments métalliques liés à la réduction du minerai, coulures de fer, grains de minerai métalliques et fragments de fer informes, sont tous très carburés. Les chutes facettées, caractéristiques d'un premier travail d'épuration et de mise en forme du métal, présentent un taux de carburation très variable, de « ferritique » à « aciéré ». Les chutes façonnées, qui traduisent un degré d'élaboration plus important, sont toutes constituées d'un métal ferritique. Le degré de carburation du métal constituant les objets est plus variable, mais la majorité des individus sont néanmoins caractérisés par un métal faiblement carburé (de « ferritique » à « hétérogène »). Cette corrélation entre degrés d'élaboration et de carburation pourrait suggérer dans ce cas une sélection raisonnée du métal au cours des premières étapes de la chaîne opératoire. Les déchets liés à la réduction, fortement carburés, seraient ainsi volontairement dédaignés. Le taux de carburation variable des chutes

facettées suggère l'épuration de masses de métal brut hétérogènes. Notons par ailleurs que les deux chutes facettées les plus travaillées (ME-1471-F001 et ME-A4A5-F007) présentent une structure majoritairement ferritique. Le tri suggéré par le rejet des déchets bruts aciérés semble se poursuivre lors des premières phases de travail du métal. Les chutes façonnées, traduisant les étapes finales de la chaîne opératoire, sont toutes de structures ferritiques. Les objets présentent un degré de carburation plus variable. Ce dernier pourrait être lié à la destination fonctionnelle du métal. Par exemple, deux des objets attribués à la catégorie « hétérogène » sont des couteaux à tranchant aciéré. Le faible taux de carburation des chutes métalliques les plus élaborées pourrait également être dû à une décarburation du métal lors des étapes de mise en forme.

La confrontation présentée ici entre catégories fonctionnelles et qualification du métal semble mettre en évidence certains choix opératoires effectués par les artisans. Ces derniers ont pu ainsi privilégier le travail du fer doux, délaissant une partie des fragments de métal plus aciérés. Cette différence pourrait également traduire la pratique d'une décarburation du métal au cours de la mise en forme. Le taux de carburation de certaines chutes facettées suggère toutefois le travail de l'acier parallèlement à celui d'un métal plus « doux », les types d'alliages travaillés correspondant à la destination fonctionnelle du métal.

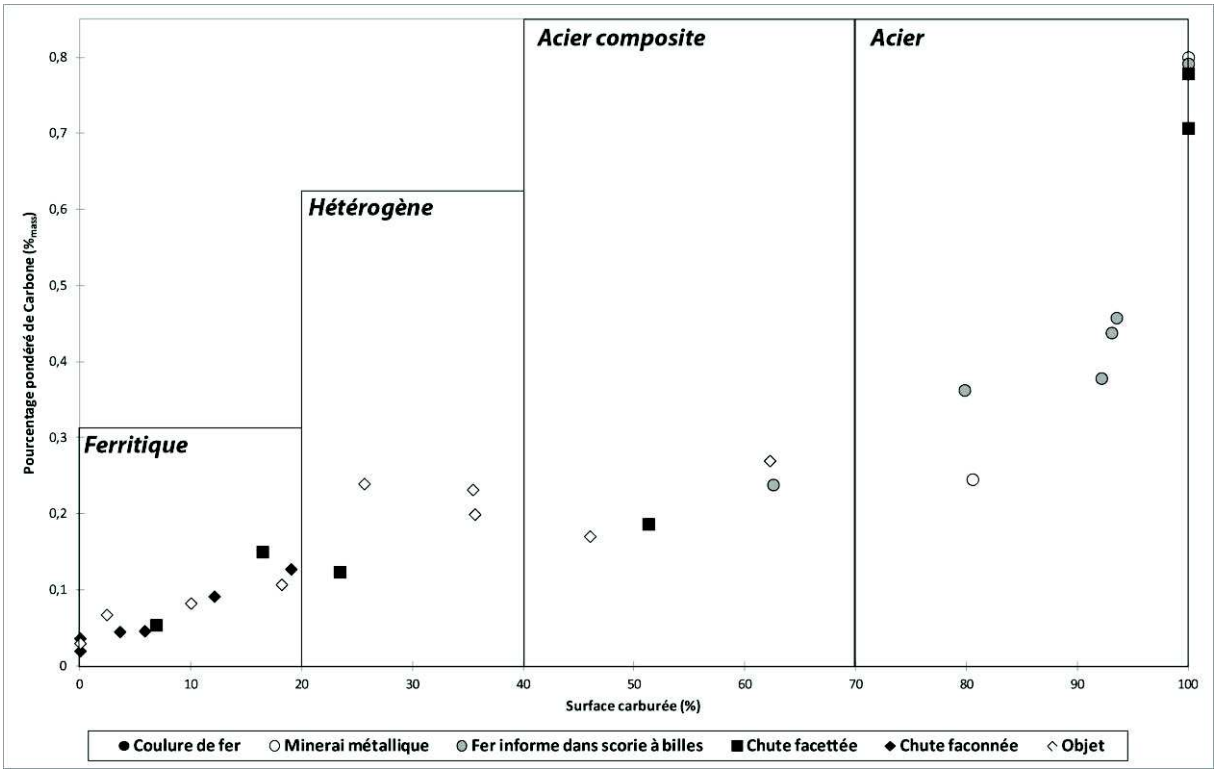


Figure 189 : Qualification de la matrice métallique des déchets et objets de Messein – *Les Noires Terres*

Une partie des déchets étudiés sont composés majoritairement de scorie de réduction. D'autres présentent un état de corrosion avancé. La propreté inclusionnaire n'a été, par conséquent, mesurée que pour 18 individus[280] (Cf. Tableau 12). Les résultats sont représentés par des boîtes à moustaches en Figure 190. Il apparaît que la propriété inclusionnaire, au sein d'une même catégorie,

[280] Une chute facettée, cinq chutes façonnées, et 12 objets.

est très variable. Il est toutefois possible d'observer une meilleure propreté inclusionnaire dans le cas des objets manufacturés. Cette dernière croîtrait en fonction du degré d'élaboration du métal.

Catégorie	Echantillon	Propreté inclusionnaire (%)	Taux de carburation moyen ($\%_{mass}$)	Marbrures/eutectiques phosphoreux
Coulure de fer	ME-1469-F007	N/A	2,11	N/A
	ME-1960-F001	N/A	2,11	N/A
	ME-2052/2055-F001	N/A	2,11	N/A
	ME-HS-F001	N/A	2,11	N/A
Minerai métallique	ME-1854/1857-F002	N/A	N/A	N/A
	ME-1854/1857-F003	N/A	N/A	N/A
	ME-C3-F001	N/A	N/A	N/A
	ME-E2-F071	N/A	N/A	N/A
	ME-SD4-F001	N/A	N/A	N/A
	ME-D2-F002	N/A	>0,8	Non
	ME-E2-F059	N/A	N/A	N/A
	ME-D2D3-F001	N/A	0,245	Non
Fer informe dans scorie à billes	ME-1578-F008	N/A	0,458	Oui
	ME-1578-F012	N/A	N/A	Oui
	ME-1882-F002	N/A	0,363	Non
	ME-1960-F019	N/A	0,792	Non
	ME-D2-F010	N/A	0,238	Non
	ME-2174-F002	N/A	0,438	Oui
Chute facettée	ME-1471-F001	N/A	0,054	Non
	ME-A4A5-F007	N/A	0,15	Non
	ME-E2-F046	N/A	0,707	Non
	ME-E2-F052	N/A	0,779	Non
	ME-E2-F072	3,4	0,124	Oui
Chute façonnée	ME-1750-F001	0,88	0,02	Oui
	ME-1859-F039	3,13	0,05	Non
	ME-C2-F018	0,12	0,037	Oui
	ME-C3-F010	1,3	0,046	Non
	ME-E2-F001	2,55	0,11	Non
Objet	ME-1367-001	0,76	0,232	Non
	ME-1623-001	0,09	0,03	Non
	ME-1633/1634-002	N/A	0,02	Non
	ME-1679-002	1,3	0,27	Oui
	ME-1841-002	1,85	N/A	Oui
	ME-1860-003	0,79	0,068	Non
	ME-1896-002	1,27	0,036	Oui
	ME-2060-004	0,36	0,02	Non
	ME-2077-002	1,34	0,24	Non
	ME-2122-001	1,78	0,2	Non
	ME-2196-001	0,07	0,107	Non
	ME-3054-001	3,54	N/A	Non
	ME-E2-002	1,67	0,127	Non

Tableau 12 : Synthèse des examens métallographiques réalisés sur les déchets métalliques et objets de Messein – *Les Noires Terres*[281]

[281] L'abréviation « N/A » désigne, dans l'ensemble des tableaux présentés dans ce mémoire, des informations non disponibles.

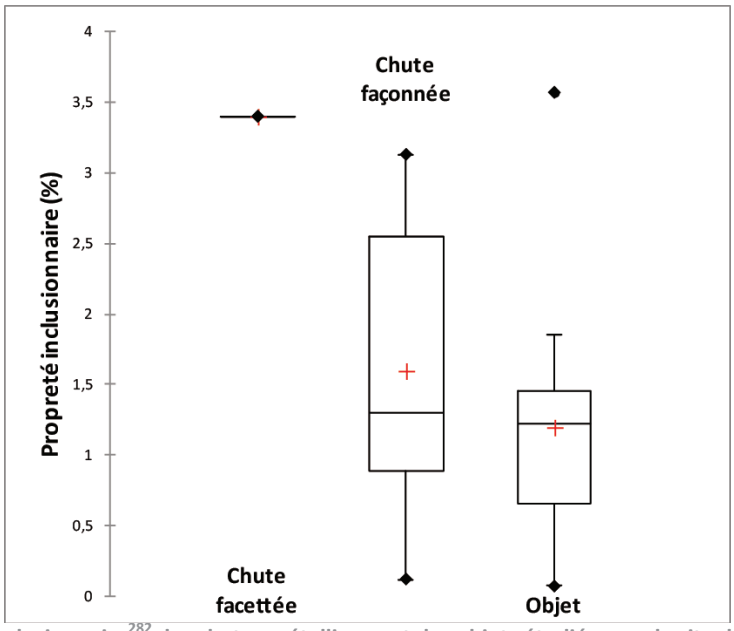


Figure 190 : Propreté inclusionnaire[282] des chutes métalliques et des objets étudiés pour le site de Messein – *Les Noires Terres*

4.1.1.8. Synthèse des comparaisons de composition chimique

Au total, 27 résidus métallurgiques associés à diverses étapes de la chaîne opératoire, ainsi que trois objets ont fait l'objet d'une caractérisation chimique complète en vue de vérifier, pour ce contexte d'atelier, la conservation éventuelle de la signature chimique du système de réduction jusqu'au produit final. Les signatures chimiques caractérisant la majorité des déchets métalliques semblent globalement correspondre, d'après les résultats présentés dans la sous-partie 4.1.1. Considérant les éléments majeurs, la composition chimique des inclusions (et de la scorie adhérente) des déchets métalliques liés aux opérations de réduction et d'épuration est comparable à celles des fragments de minerai et des scories de réduction employés comme référence pour *Les Noires Terres.* Les inclusions des chutes métalliques les plus élaborées présentent un faciès plus siliceux et moins calcique. En revanche, la composition chimique en éléments traces de la plupart des déchets métalliques semble correspondre à celle des minerais et scories analysés.

La différence de composition chimique en éléments majeurs observée entre les déchets « bruts » et les chutes les plus élaborées pourrait s'expliquer par la fragmentation des inclusions de scorie tout au long de la mise en forme du métal. Une partie des phases les plus calciques pourraient être désolidarisées du reste de l'inclusion. Ce phénomène a notamment été observé, pour des minéraux alumineux, par Dillmann et L'Héritier (2007). Toutefois, les examens micrographiques effectués sur les déchets et chutes des *Noires Terres* n'ont révélé aucun indice en faveur d'une fragmentation des inclusions[283].
L'explication la plus probable à la différence observée serait liée à la variabilité de composition chimique de la scorie produite par les systèmes de réduction des *Noires Terres.* Cette scorie pourrait,

[282] Rappelons qu'il s'agit du rapport de la surface occupée par des inclusions ou cavités sur la surface totale observée par microscopie optique.
[283] Très peu d'inclusions monophasées, de petites dimensions, et présentant un enrichissement important en calcium ou aluminium, ont été observées.

selon les opérations de réduction, présenter un faciès plus ou moins calcique ou siliceux. Les échantillons de scorie de réduction employés en guise de référentiel dans le cadre de ce travail ne seraient ainsi pas chimiquement représentatives de l'ensemble des opérations de réduction ayant eu lieu au sein des ateliers du site.

Il apparaît dès lors nécessaire de considérer la compatibilité chimique des déchets métalliques à une autre échelle : celle de l'ensemble de production. Nous avons décrit en détail la variabilité de la composition chimique des scories de réduction associées à la [Minette], et constaté de fortes variations des teneurs en calcium (voir paragraphe 3.1.2.3). La compatibilité chimique des déchets métalliques des *Noires Terres* sera ainsi questionnée par une approche multivariée réalisée sur le référentiel géochimique défini à l'issue du chapitre 3.

4.1.1.9. Vérification d'une compatibilité chimique entre les déchets métalliques et objets des *Noires Terres* et l'ensemble de production [Minette]

Nous le rappelons, l'établissement d'une compatibilité chimique entre des produits sidérurgiques d'origine inconnue et les ensembles de production supposés nécessite dans un premier temps de bien distinguer les signatures chimiques de ces ensembles. Cette distinction a été établie, dans le cas des six ensembles de production considérés ici, au fil des sous parties 3.3.1 à 3.3.5. La première étape de notre raisonnement consiste ainsi à comparer la signature chimique des déchets métalliques au référentiel géochimique. Ces derniers sont ainsi intégrés à l'ACP présentée dans la sous-partie 3.3.1. Nous avons pris le parti le parti de les intégrer en tant qu'individus supplémentaires, afin que leur signature chimique ne modifie pas les résultats de l'ACP dont l'objectif est, rappelons-le, de décrire les caractéristiques chimiques du référentiel géochimique.
La composition inclusionnaire de chaque échantillon métallique est exprimée par des teneurs moyennes en éléments majeurs et traces. Les premières sont les fractions massiques élémentaires moyennes des inclusions analysées au MEB EDS, pondérées par la surface analysée[284]. Les secondes sont des moyennes arithmétiques des teneurs pour les inclusions ayant fait l'objet d'une analyse au moyen du LA-ICP-MS. Les valeurs moyennes caractérisant chaque échantillon métallique ont fait l'objet d'une transformation au moyen de *logratios* telle que nous l'avons définie dans le paragraphe 2.3.1.3.

[284] Selon la méthode proposée par Dillmann et L'Héritier 2007 (paragraphe 2.3.1.1).

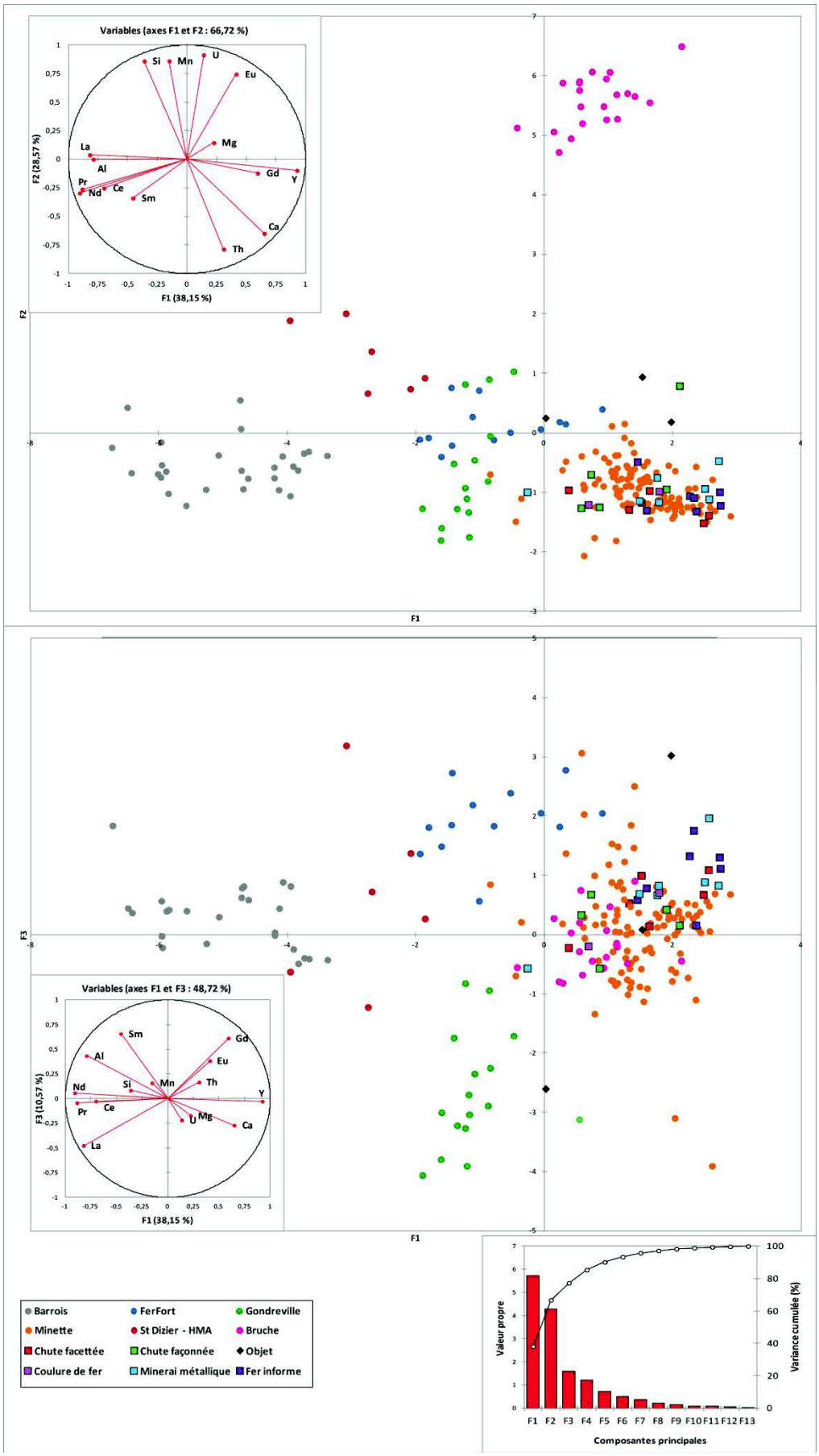


Figure 191 : Projection, sur les deux plans de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, des ensembles de production lorrains et les déchets métalliques et objets du site des *Noires Terres*

Les projections des échantillons, sur le plan de plus grande variance (plan des composantes F1 et F2) défini par le corpus géochimique de référence, se trouvent incluses pour la plupart dans le domaine de l'ensemble [Minette] (Cf. Figure 191). Seuls les trois objets et la chute-barre ME-C2-F018 semblent s'en distinguer légèrement. Sur le plan (F1-F3), seul un objet (ME-1679-002) apparaît projeté hors de ce domaine chimique. Les résultats de l'ACP[285] ont fait l'objet d'une Classification Ascendante Hiérarchique, suivant une démarche identique à celle exposée dans la sous-partie 3.3.2. En plus de restituer la structuration de l'information chimique portée par le référentiel géochimique, l'objectif de cette analyse est ici de déterminer l'attribution des chutes métalliques à l'un des groupes de référence. Cette attribution dénote une affinité chimique des déchets métalliques avec l'ensemble de production concerné. Les résultats sont présentés sous la forme d'un dendrogramme en Figure 192.

[285] Il s'agit ici des valeurs caractérisant, sur les composantes principales établies par l'ACP, chaque individu constituant le corpus de référence et chaque échantillon métallique questionné. Les coordonnées des individus sur les cinq premières composantes, exprimant 90,14% de la variance totale du nuage de points ont été prises en compte.

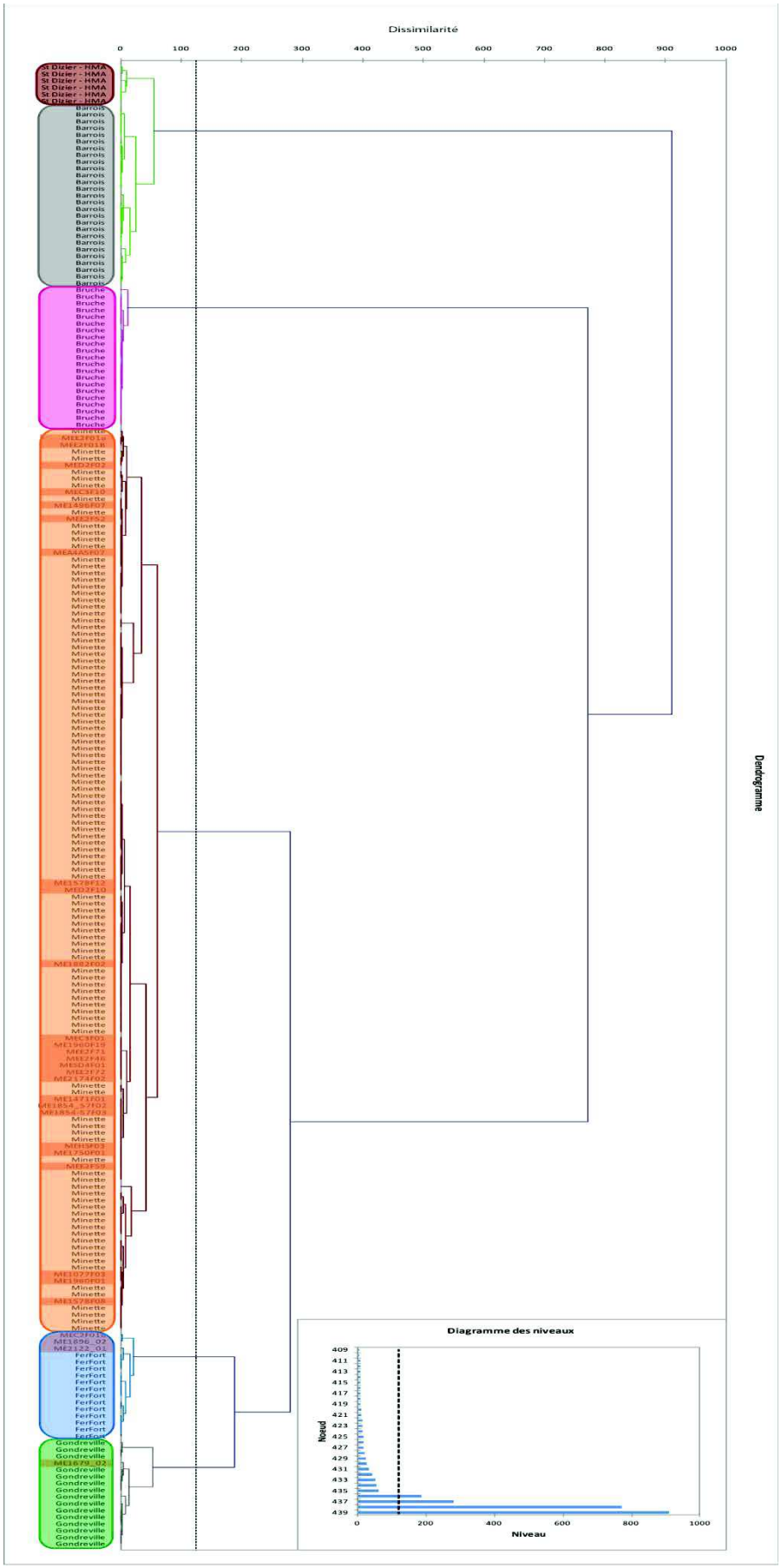


Figure 192 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les cinq premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 191

La classification réalisée permet de distinguer, de manière satisfaisante, les ensembles de production définis à l'occasion du chapitre précédent. 26 échantillons métalliques du site des *Noires Terres* ont été attribués à l'ensemble *Minette* (couleur orange), trois (deux objets et la chute-barre ME-C2-F018) à l'ensemble du Fer fort (couleur bleue), et un dernier à l'ensemble *Gondreville-Velaine* (vert pomme). La méthode employée permet de déterminer quelles sont les sources les plus probables des échantillons questionnés. Nous allons maintenant vérifier, au moyen de la méthode prédictive définie dans le cadre de ce travail, la probabilité d'appartenance des échantillons métalliques étudiés aux trois ensembles de production identifiés par la démarche non supervisée : la [Minette], [Gondreville-Velaine] et le [Fer fort].

La signature des déchets métalliques est ainsi reportée dans l'un des modèles discriminants utilisant la régression logistique et constitués précédemment pour chaque ensemble de production (sous-partie 3.3.5), afin de déterminer si elle est effectivement compatible avec l'ensemble questionné. Les éléments chimiques employés dans ce cadre à l'établissement d'une signature des échantillons métalliques sont ceux employés auparavant pour la distinction des ensembles de production définis pour l'espace lorrain et ses marges.

Le modèle de régression généré pour déterminer la probabilité que les échantillons questionnés aient été produits au sein de l'ensemble [Minette] a été constitué sur l'ensemble des variables Xij ayant servi de support aux analyses multivariées précédentes. L'histogramme de distribution de fréquences de couleur rouge définit l'ensemble [Minette], constitué de scories de réduction et de minerais archéologiques. L'histogramme bleu représente les autres ensembles de production mis en évidence en Lorraine à l'occasion du chapitre 3. Les traits pointillés verticaux verts ont pour abscisse les valeurs de Logit attribuées à chaque échantillon des *Noires Terres.* L'intersection d'un trait donné avec la fonction sigmoïde donne la probabilité d'attribution de l'échantillon à l'ensemble de production [Minette]. La Figure 193 montre que seuls trois échantillons sont exclus de ce dernier ; un seul ne peut être, de manière satisfaisante, attribué à l'ensemble [Minette] ou en être exclu.

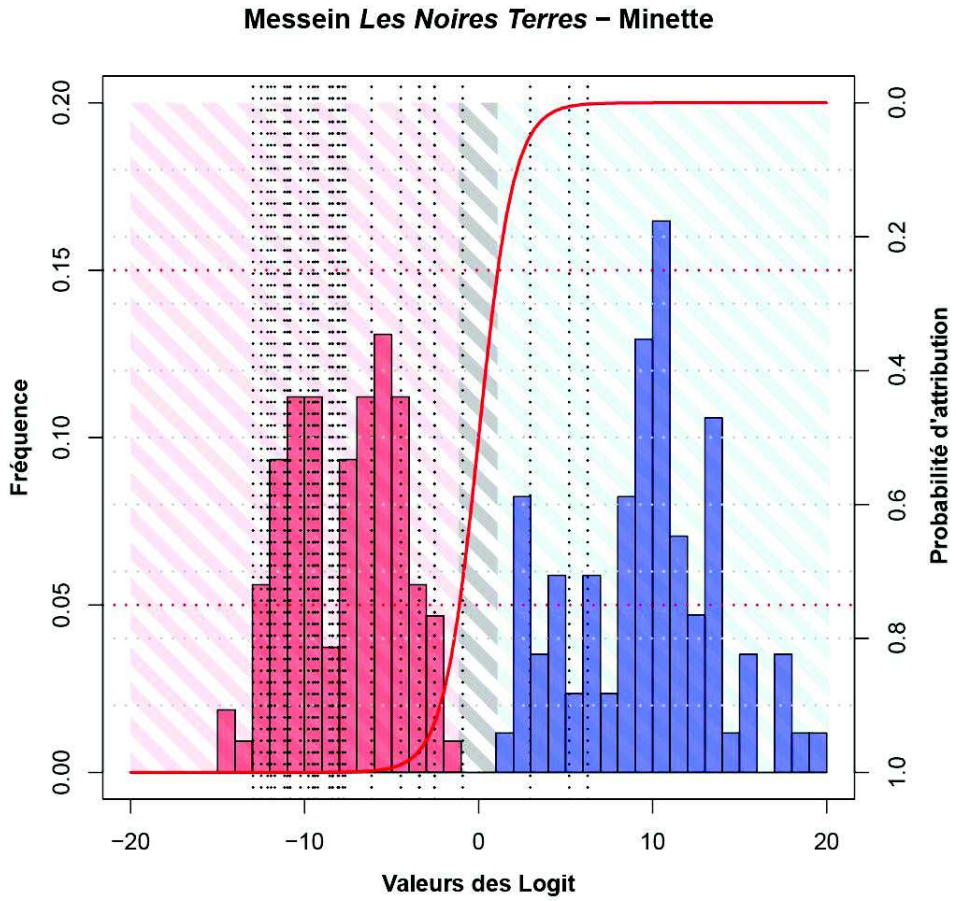


Figure 193 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des échantillons métalliques des *Noires Terres*. En rouge, l'ensemble *Minette lorraine* ; en bleu, les autres ensembles

Le Tableau 13 expose les probabilités d'attribution de chaque échantillon du site des *Noires Terres* à l'ensemble de production [Minette]. Celles-ci sont généralement très fortes, supérieures au seuil d'attribution défini au préalable pour 26 individus. La probabilité d'une attribution erronée est de plus inférieure à une pour mille pour 19 individus. Trois échantillons sont exclus de l'ensemble de production avec une probabilité forte. Il s'agit de la chute-barre ME-C2-F018, du crampon ME-1679-001 et de la tige ME-1896-001. Le clou ME-2122-001 se voit quant à lui attribuer une probabilité d'attribution en deçà du seuil fixé, mais toutefois proche de ce dernier ; il ne peut ainsi être exclu que l'objet soit chimiquement compatible avec l'ensemble *Minette*.

Catégorie	Echantillon	Probabilité d'attribution des échantillons	Valeur du Logit
Coulure de fer	ME-1496-F007	0,999770969	-8,381424702
Coulure de fer	ME1960-F001	0,999991827	-11,71463839
Minerai métallique	ME-2077-F003	0,999943563	-9,782337469
Minerai métallique	ME-C3-F001	0,999993454	-11,93669744
Minerai métallique	ME-D2-F002	0,926684423	-2,536839988
Minerai métallique	ME-E2-F059	0,999926675	-9,520537018
Minerai métallique	ME-E2-F071	0,999985759	-11,15938949
Minerai métallique	ME-SD4-F001	0,999903889	-9,249914785
Minerai métallique	ME-1854/57-F003	0,999809937	-8,567962988
Fer informe dans scorie	ME-1854/57-F002	0,999778564	-8,415153486
Fer informe dans scorie	ME-1578-F008	0,999672702	-8,024311412
Fer informe dans scorie	ME-1578-F012	0,999997667	-12,96842773
Fer informe dans scorie	ME-1882-F002	0,999983298	-10,99997939
Fer informe dans scorie	ME-1960-F019	0,999980159	-10,82773324
Fer informe dans scorie	ME-2174-F002	0,999994601	-12,12923246
Fer informe dans scorie	ME-D2-F010	0,999996267	-12,49816543
Chute facettée	ME-1471-F001	0,999917998	-9,408688714
Chute facettée	ME-A4A5-F007	0,999594539	-7,810079607
Chute facettée	ME-E2-F046	0,999980853	-10,86332848
Chute facettée	ME-HS-F003	0,997883414	-6,15583185
Chute facettée	ME-E2-F052	0,98870757	-4,472266059
Chute facettée	ME-E2-F072	0,999964434	-10,24408897
Chute façonnée	ME-1750-F001	0,99953657	-7,676390683
Chute façonnée	ME-C2-F018	0,048859195	2,968719529
Chute façonnée	ME-C3-F010	0,926519477	-2,534414686
Chute façonnée	ME-E2-F001a	0,96735856	-3,38898657
Chute façonnée	ME-E2-F001b	0,968132635	-3,41378666
Objet	ME-1679_02	0,001883759	6,272600349
Objet	ME-1896_02	0,005478316	5,201464106
Objet	ME-2122_01	0,71370434	-0,913443734

Tableau 13 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour qualifier la compatibilité chimique des échantillons métalliques du site de Messein – *Les Noires Terres* avec l'ensemble [Minette][286]

Une démarche identique a été effectuée en questionnant la compatibilité chimique des échantillons métalliques des *Noires Terres* avec l'ensemble du [Fer fort] (Cf. Figure 194).

[286] Le code couleur suivant sera employé pour l'ensemble des tableaux qui présenteront les résultats issus des analyses en régression logistique. La couleur **blanche** indique un résultat positif, la probabilité d'attribution est supérieure au seuil fixé. La couleur **rouge** indique un résultat négatif, la probabilité est inférieure au seuil d'exclusion. Les couleurs **jaune** et **orange** indiquent une valeur ne permettant pas d'attribuer, ni d'exclure, l'individu testé de l'ensemble de production questionné.

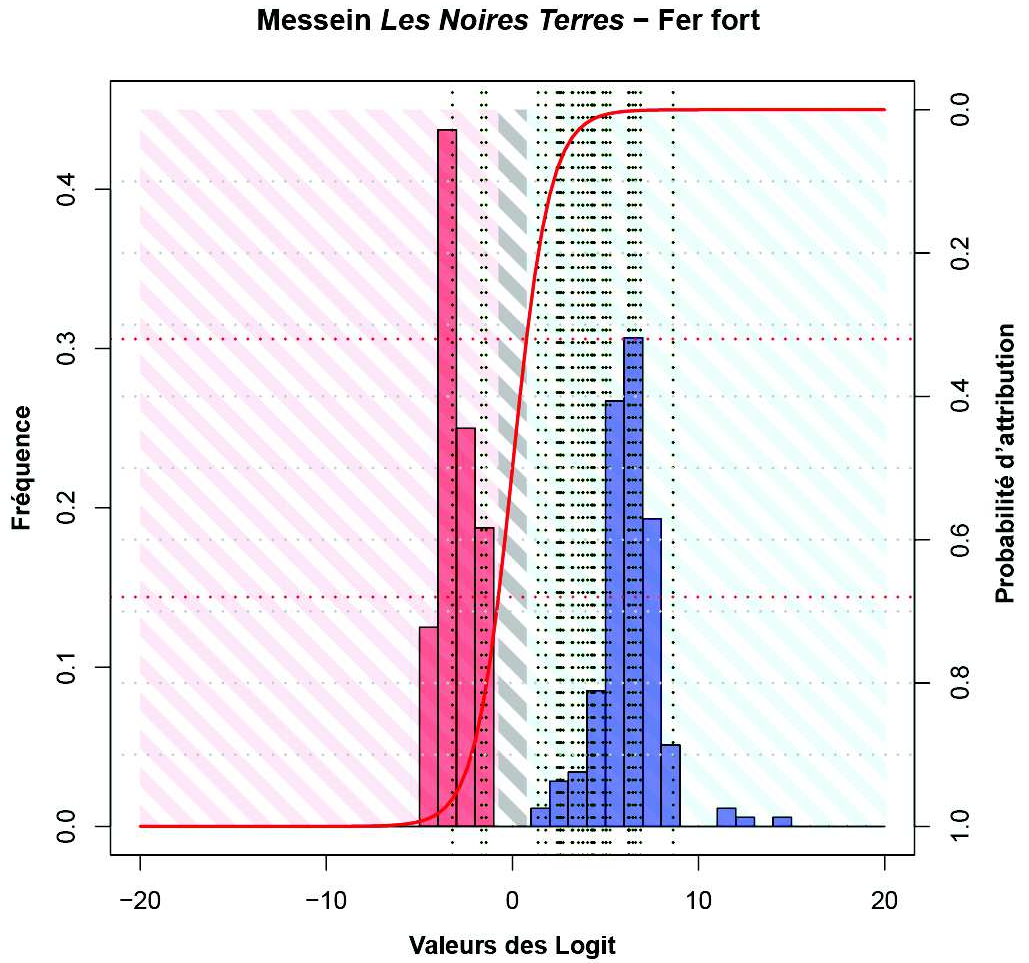


Figure 194 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des échantillons métalliques des *Noires Terres*. En rouge, l'ensemble [Fer fort] ; en bleu, les autres ensembles

Les probabilités d'attribution des trois échantillons métalliques associés, à l'issue de l'étape 1, avec l'ensemble du [Fer fort], confirment les observations réalisées après le partitionnement du corpus de référence. Ainsi, la tige ME-1896-001 ainsi que la chute-barre ME-C2-F018, qui n'avaient pas été attribuées à l'ensemble [Minette] par l'analyse logistique présentée auparavant, sont caractérisées par des probabilités permettant d'envisager une compatibilité chimique avec l'ensemble du [Fer fort] (Cf. Tableau 14). Le clou ME-2122-001, dont la compatibilité avec l'ensemble [Minette] n'a pu être confirmée ou invalidée précédemment, se voit également attribué à l'ensemble de production lié à l'exploitation du minerai sidérolithique. La signature chimique du crampon ME-1679-002, associé à l'ensemble de production [Gondreville-Velaine] à l'issue de la première étape de notre raisonnement, est bien distinguée des domaines chimiques de la [Minette] et du [Fer fort].

Catégorie	Echantillon	Probabilité d'attribution des échantillons	Valeur du Logit
Coulure de fer	ME-1496-F007	0,001015786	6,891076469
Coulure de fer	ME1960-F001	0,001339075	6,614435953
Minerai métallique	ME-2077-F003	0,001952782	6,236545551
Minerai métallique	ME-C3-F001	0,069846178	2,589054613
Minerai métallique	ME-D2-F002	0,001943311	6,241416614
Minerai métallique	ME-E2-F059	0,013399651	4,299036358
Minerai métallique	ME-E2-F071	1,20E-02	4,406759707
Minerai métallique	ME-SD4-F001	0,142893775	1,791460342
Minerai métallique	ME-1854/57-F003	0,006448893	5,037377013
Fer informe dans scorie	ME-1854/57-F002	0,022122709	3,788779536
Fer informe dans scorie	ME-1578-F008	0,001863461	6,28345458
Fer informe dans scorie	ME-1578-F012	0,001541463	6,473480663
Fer informe dans scorie	ME-1882-F002	0,017357582	4,036215863
Fer informe dans scorie	ME-1960-F019	0,082868626	2,403994188
Fer informe dans scorie	ME-2174-F002	0,014176578	4,241886064
Fer informe dans scorie	ME-D2-F010	0,006458548	5,035871267
Chute facettée	ME-1471-F001	0,007700475	4,858743007
Chute facettée	ME-A4A5-F007	0,027894403	3,551038368
Chute facettée	ME-E2-F046	0,0391794	3,19963662
Chute facettée	ME-HS-F003	0,037302044	3,250691601
Chute facettée	ME-E2-F052	0,005226886	5,248699051
Chute facettée	ME-E2-F072	0,075427235	2,506163344
Chute façonnée	ME-1750-F001	0,022367096	3,777543293
Chute façonnée	ME-C2-F018	0,840352677	-1,660854503
Chute façonnée	ME-C3-F010	0,201374612	1,377725073
Chute façonnée	ME-E2-F001a	0,069250534	2,598259289
Chute façonnée	ME-E2-F001b	0,061247494	2,729628942
Objet	ME-1679_02	0,012952978	4,333391955
Objet	ME-1896_02	0,804996053	-1,417817572
Objet	ME-2122_01	0,961789725	-3,225691387

Tableau 14 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour qualifier la compatibilité chimique des échantillons métalliques du site de Messein – *Les Noires Terres* avec l'ensemble [Fer fort]

Le crampon ME-1679-002 ayant été associé à l'ensemble de production [Gondreville-Velaine] à l'occasion la classification effectuée à l'occasion de l'étape précédente, la probabilité d'attribution a également été testée à l'issue de la discrimination de cet ensemble par rapport au reste du corpus de référence (Cf. Figure 195).

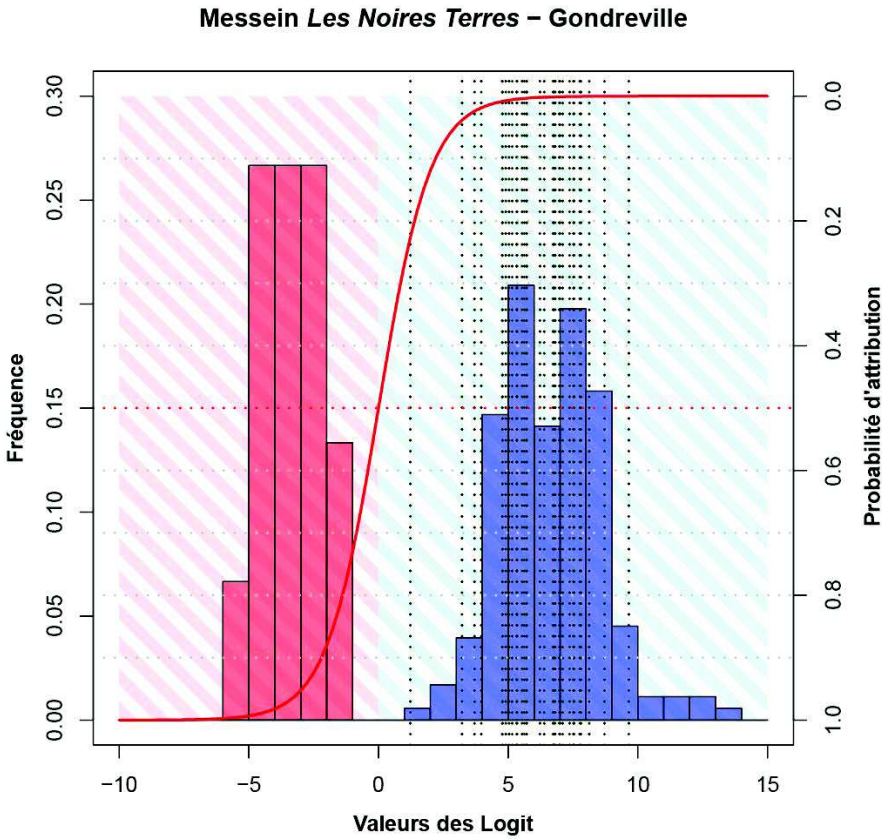


Figure 195 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des échantillons métalliques des *Noires Terres*. En rouge, l'ensemble [Gondreville-Velaine] ; en bleu, les autres ensembles

Le seuil d'attribution a été défini à 0,5 dans le cas de l'ensemble [Gondreville-Velaine]. La totalité des échantillons métalliques caractérisés pour le site de Messein – *Les Noires Terres* affectent une probabilité inférieure à ce seuil. L'hypothèse selon laquelle le crampon ME-1679-02 présente une signature chimique compatible avec cet ensemble de production peut ainsi être rejetée. L'ensemble de production en question ne constitue une source de métal potentielle pour aucun échantillon provenant du site de Messein –*Les Noires Terres.*

- **Vérification de la compatibilité chimique entre les échantillons métalliques et les ensembles de production les plus probables**

Les tests effectués au moyen d'analyses discriminantes permettent de supposer que la plupart des résidus métalliques mis au jour sur le site des *Noires Terres* sont issus de la réduction du minerai oolithique aalénien. Trois individus, parmi les plus ouvragés, semblent présenter une signature chimique inclusionnaire compatible avec l'ensemble de production lié à la réduction du *Fer fort.* Gardons toutefois à l'esprit que les probabilités obtenues sont contraintes par notre perception actuelle de la diversité chimique des ensembles de production du fer en Lorraine, et ne constituent pas des probabilités **absolues**. Les ensembles de production étant individuellement discriminés du reste du corpus par le biais de l'analyse discriminante, il est cependant envisageable de confronter directement la signature chimique des échantillons métalliques à celle de l'ensemble de production

auquel ils ont été attribués. Les signatures chimiques moyennes des échantillons métalliques des *Noires Terres* ayant été évalués comme compatibles avec un ensemble de production ([Minette] ou [Fer fort] dans ce cas) seront par conséquent comparées à la dispersion chimique de l'ensemble en question.

- L'ensemble [Minette]

Les 26 échantillons ayant été déterminés comme compatibles avec l'ensemble de production [Minette], ainsi que le clou ME-2122-01, ont ainsi été intégrés en tant qu'individus supplémentaires dans une Analyse en Composantes Principales exprimant la dispersion de la signature chimique des fragments de minerai et scories de réduction définissant l'ensemble de production, le plan exprimant la plus grande variance est représenté par la Figure 196.

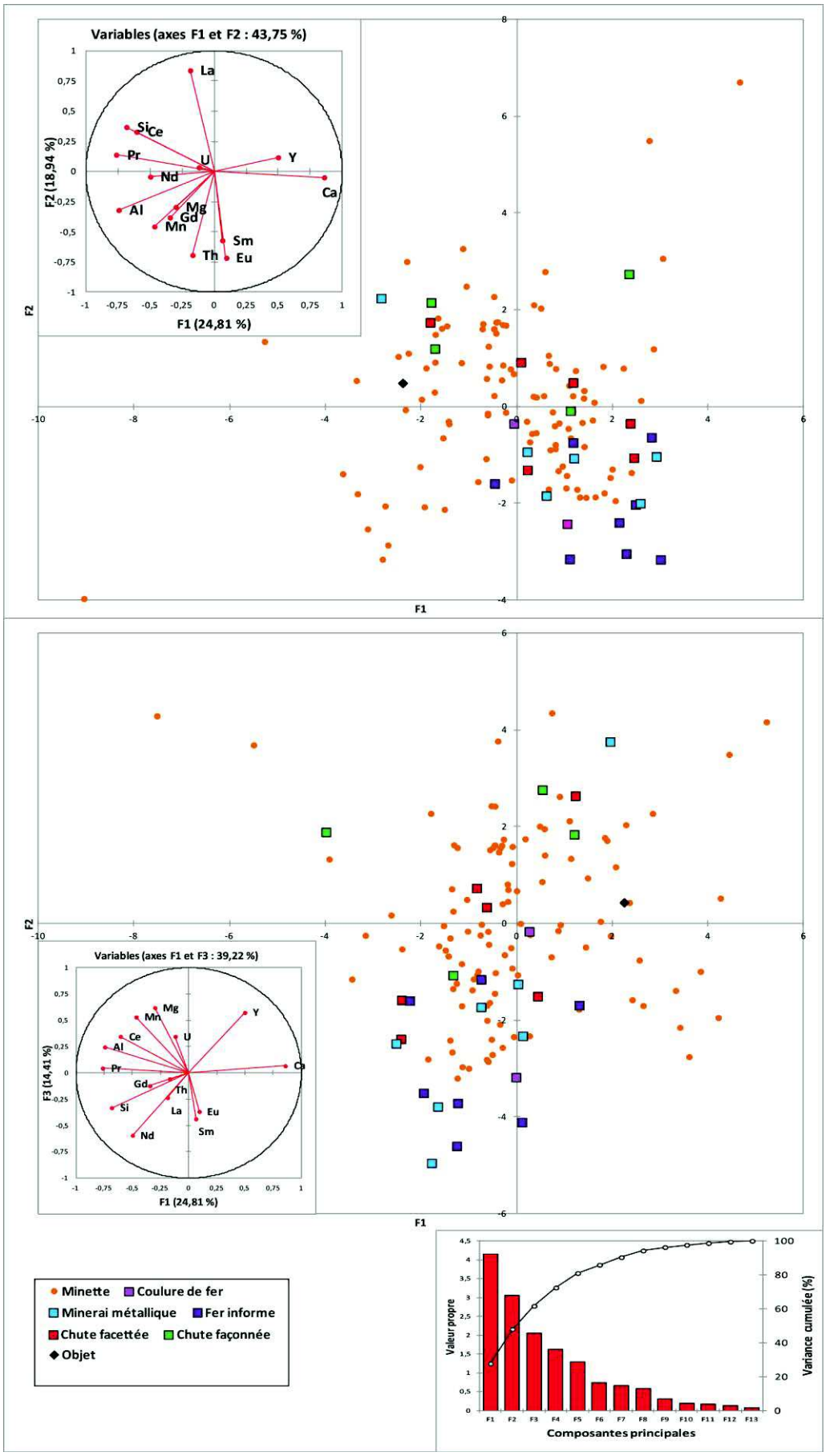


Figure 196 : Projection, sur les deux plans de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, de l'ensemble de production [Minette] et des déchets métalliques et objets du site des *Noires Terres*

Notons que la fraction de variance exprimée par les composantes F1 et F2 est relativement faible dans ce cas, puisqu'elle ne représente qu'un peu plus de la moitié de la variance totale du nuage de points (58,16 %). Le recours à la classification hiérarchique, réalisée ici sur les sept premières composantes principales (Cf. Figure 197), s'avère tout particulièrement indiqué dans ce cas, exprimant 89,98 % de cette variance.

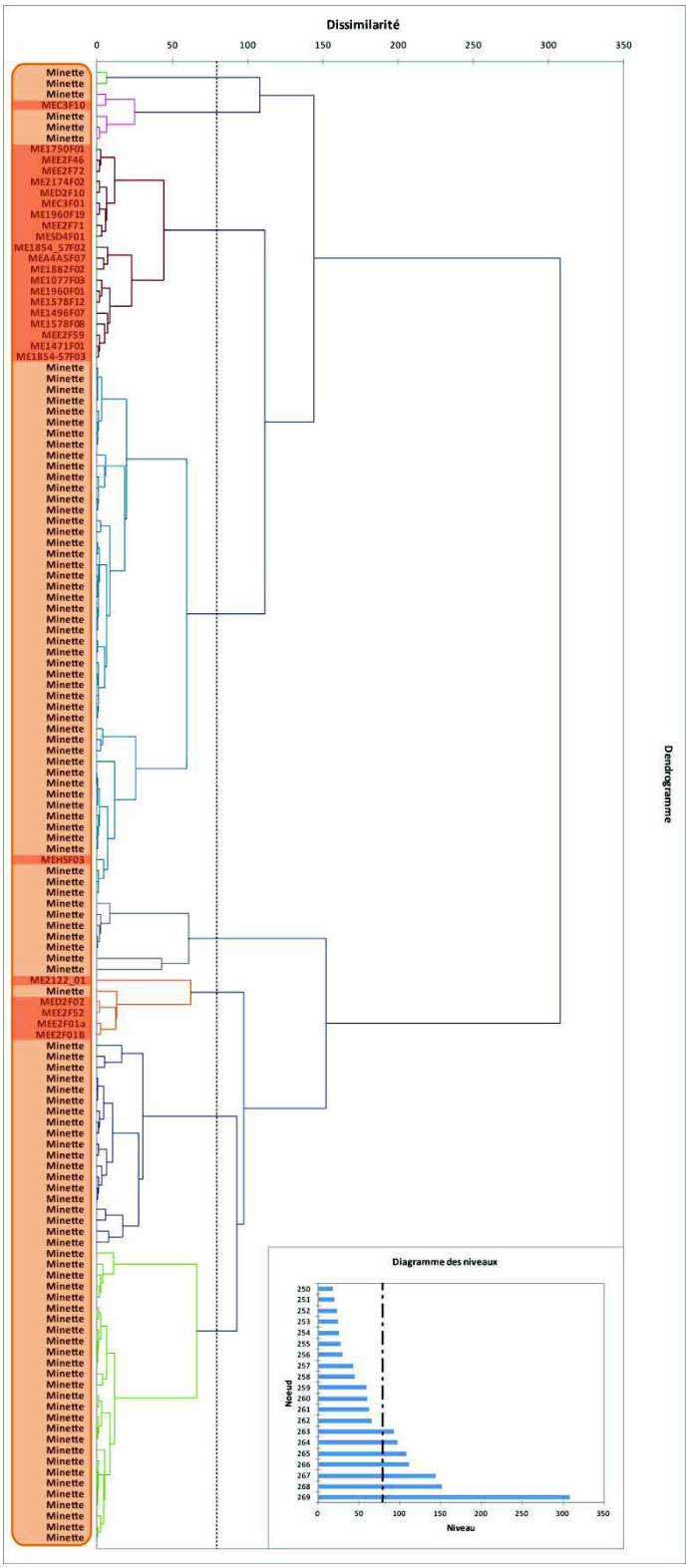


Figure 197 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les sept premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 196

La totalité des échantillons métalliques intégrés à l'ACP ne peuvent être distingués de l'ensemble de production dans l'espace multivarié. Il est par conséquent possible de considérer les premiers comme étant compatibles, de manière absolue, avec l'ensemble *Minette.*

- L'ensemble [Fer fort]

La question de la compatibilité absolue entre trois échantillons métalliques et l'ensemble [Fer fort], suggérée la démarche non supervisée réalisée initialement sur la totalité du référentiel géochimique lorrain, a été traitée de la même manière. Il est possible de distinguer d'emblée, sur le plan de plus grande variance (F1-F2), les produits métalliques des *Noires Terres* des échantillons définissant l'ensemble de production [Fer fort]. Par conséquent, seul ce plan est présenté sur la Figure 198.

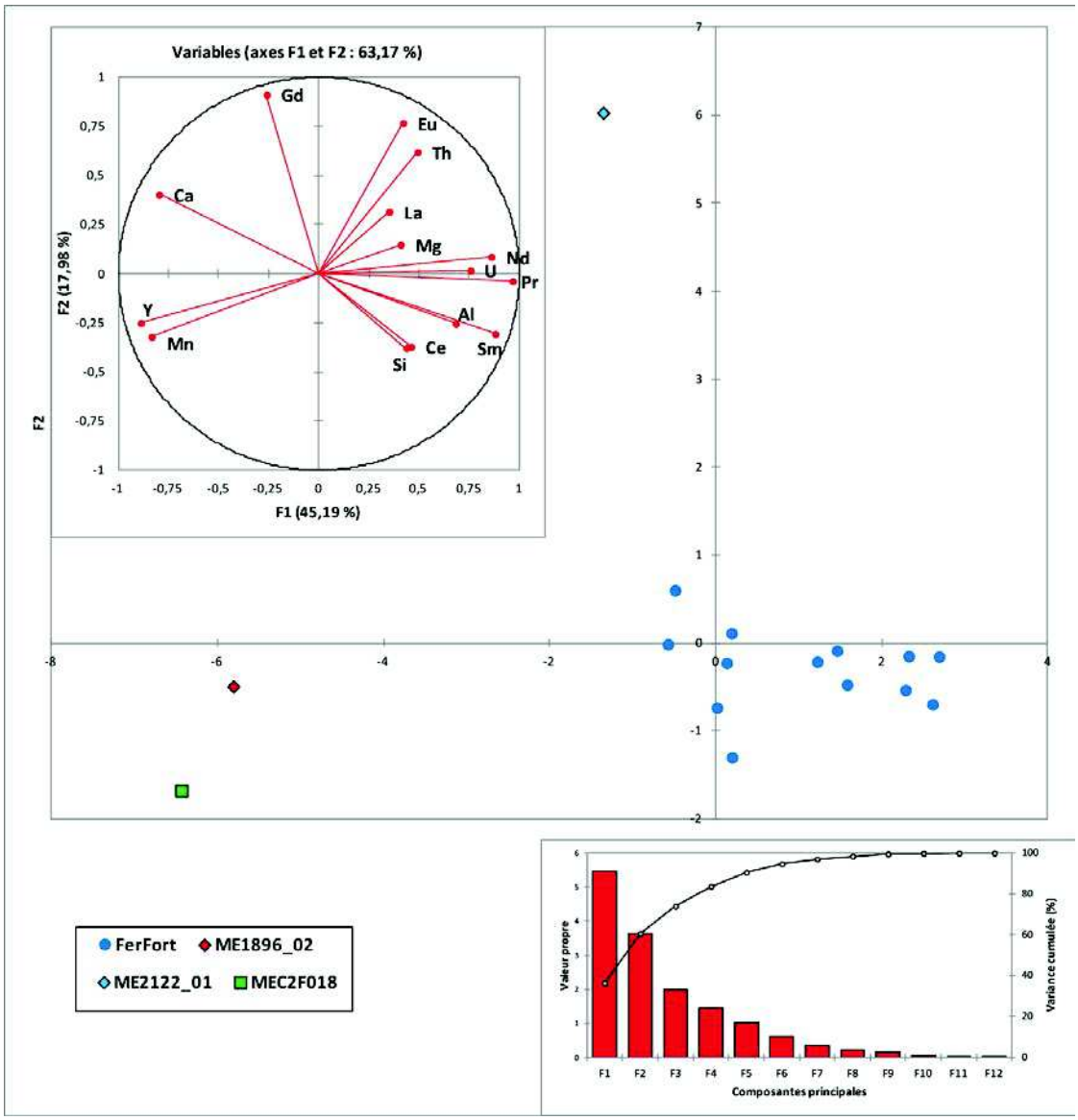


Figure 198 : Projection, sur le plan de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, de l'ensemble de production [Fer fort], ainsi que d'une chute façonnée et deux objets du site des *Noires Terres*

La CAH a été réalisée sur les coordonnées des seize individus (treize échantillons de référence et les trois échantillons métalliques) sur les cinq premières composantes principales, afin de prendre en compte 92,79 % de la variance totale du nuage de points.

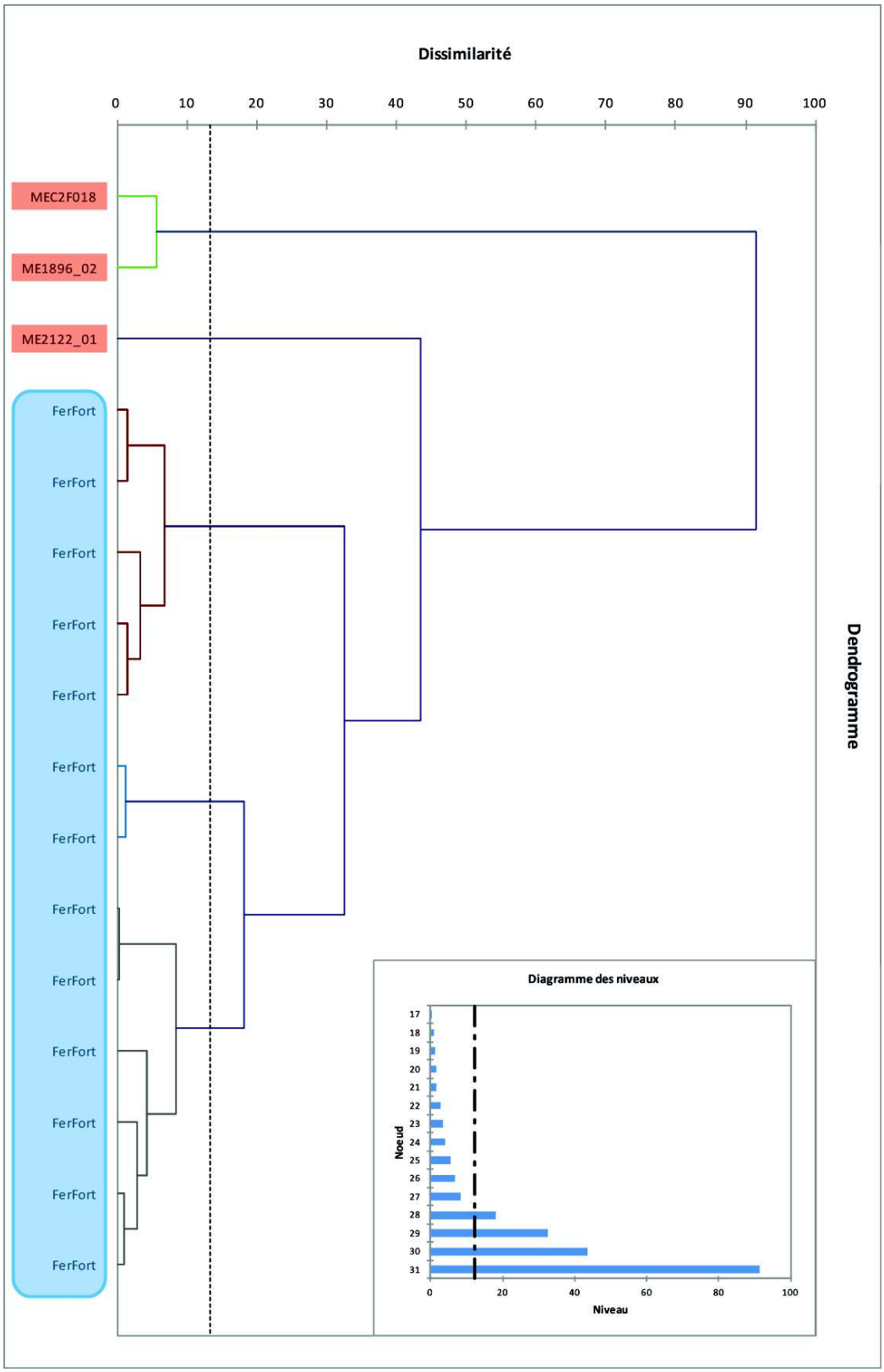


Figure 199 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les cinq premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 198

Les projections des deux objets et la chute façonnée considérés, à l'issue de l'analyse discriminante, comme potentiellement compatibles avec l'ensemble [Fer fort], se trouvent exclues du nuage de points représentant la dispersion chimique de cet ensemble de production. Nous nous sommes assurés de cette façon que les échantillons ME-1896-001 et ME-C2-F018 ne sont chimiquement compatibles avec aucun des ensembles de production caractérisés pour l'heure au sein de l'espace lorrain. Le clou ME-2122-001 apparaît quant à lui comme compatible avec l'ensemble de production [Minette].

4.1.1.10. Remarques effectuées à l'issue des traitements analytiques et statistiques effectués sur les déchets métalliques et objets issus de Messein – *Les Noires Terres*

L'étude archéométallurgique réalisée sur le site de production altomédiéval des *Noires Terres* a permis de caractériser des déchets métalliques en liaison avec l'intégralité des étapes de la chaîne opératoire. Nous avons par ailleurs, établi, par le biais d'une étude inclusionnaire, la compatibilité chimique entre l'intégralité des déchets liés aux étapes précoces de la chaîne opératoire et l'ensemble de production [Minette], dans lequel le site est intégré. Une chute façonnée ainsi que deux objets mis au jour sur le site apparaissent quant à eux incompatibles. Le fait que ces échantillons ne présentent pas de signature chimique inclusionnaire liée à l'utilisation de la *Minette lorraine* nous amène à nous interroger sur l'origine des inclusions.

La variabilité de composition chimique des scories[287] produites par différentes opérations de réduction, évoquée précédemment (paragraphe 4.1.1.8), ne constitue pas un frein à l'établissement d'une compatibilité chimique entre les déchets métalliques les plus travaillés et les systèmes de réduction, par le biais d'une démarche statistique multivariée réalisée sur l'ensemble du référentiel géochimique lorrain. Par ailleurs, peu d'inclusions pouvant être interprétées comme exogènes (créées par exemple par l'emploi d'ajouts lors des opérations de forge) ont été mises en évidence, lors de la démarche de sélection préalable[288], au sein des chutes les plus élaborées. Il semble par conséquent peu probable que l'impossibilité d'attribuer chimiquement certaines de ces chutes à l'ensemble de production [Minette] soit due à une pollution lors de la mise en forme du métal.

Prenant ces éléments en considération, il paraît raisonnable de penser que le métal constituant ces chutes ait été produit au sein d'un ensemble de production extérieur au référentiel géochimique constitué dans le cadre de ce travail. Par conséquent, les ateliers de Messein – *Les Noires Terres* n'utiliseraient pas exclusivement du métal produit sur place par la réduction de la *Minette lorraine.* Quant aux objets mis au jour dans le hameau des *Noires Terres*, aucun indice ne permettait *a priori* de supposer qu'ils aient été produits par les ateliers sidérurgiques. Leur activité n'est sans doute pas tournée vers la production des objets ferreux utilisés par les habitants.

Enfin, nous nous sommes trouvés confrontés, dans le cadre de cette étude, à une limite analytique fortement contraignante, déjà évoquée à l'occasion de travaux précédents[289]. Le degré d'élaboration du métal induit, dans la majorité des cas, une bonne propreté inclusionnaire. Les

[287] Dans le cas des éléments majeurs.
[288] Evoquée en introduction du présent chapitre.
[289] Notamment par S. Leroy (2010).

inclusions sont rares et souvent de faibles dimensions, et présentent par ailleurs une forme allongée. Les examens métallographiques et les analyses chimiques effectuées sur le corpus de déchets et d'objets du site de Messein-*Les Noires Terres* mettent également en évidence la difficulté d'établir la signature chimique originelle des produits sidérurgiques lorsque les inclusions présentent de faibles dimensions. Plus particulièrement, les limites analytiques induites par le volume d'analyte nécessaire au dispositif employé pour le dosage des éléments traces ont empêché la caractérisation chimique complète de la plupart des objets sélectionnés.

4.1.2. Le site de réduction de Ludres-Chaudeau, indices d'épuration du métal

Contrairement à l'atelier des *Noires Terres*, seules des activités liées à une première mise en forme (épuration) ont été mises en évidence sur le site de Ludres-*Chaudeau.* La présence de scories en calottes et de chutes facettées attestent *a minima* du premier traitement des masses brutes de métal à proximité des installations de réduction du minerai. Des catégories de déchets métalliques liés aux premières étapes de la chaîne opératoire ont été mises en évidence sur ce site (Leroy M., Cabboi dir. 2013, vol. 2, p. 321-337).

4.1.2.1. Les coulures de fer

Onze coulures de fer, parmi celles qui ont été mises au jour au sein de l'atelier, ont été sélectionnées pour étude. Un individus a été sectionné pour examen métallographique. Comme dans le cas du site des *Noires Terres,* les fragments métalliques en forme de coulures présentent un taux de carburation important, avec une structure dominante de fonte hypoeutectoïde comprenant des eutectiques phosphoreux. Des cavités de forme arrondie sont observables sur les sections polies. La scorie n'est présente que de manière occasionnelle sous la forme de petites plages adhérant à la surface des fragments, ou d'inclusions globulaires de dimensions micrométriques.

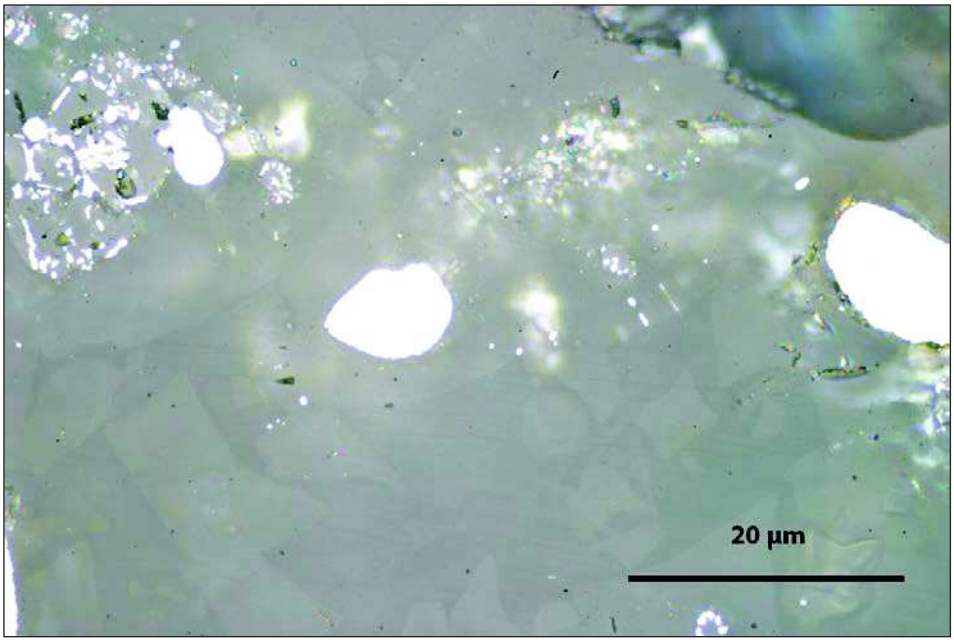


Figure 200 : Détail d'une inclusion de scorie dans la coulure de fer LUD-F212 ; cliché : P. Merluzzo

Les rares inclusions de scorie observées présentent une matrice très finement cristallisée de couleur gris foncé contenant de petites billes ou des globules de métal. Des cristallisations sont localement visibles, de forme quadrangulaire et présentant de petites protubérances aux angles (Cf. Figure 200). La forte présence de ces cristaux, certainement de mélilite, suggère que le minerai réduit dans ce cas est calcique. Etant donné le caractère anecdotique de la présence de scorie au sein de ces échantillons, aucune analyse inclusionnaire n'a été entreprise.

4.1.2.2. Les grains de minerai métalliques

4.1.2.2.1. Observations micrographiques

Les grains de minerai métalliques constituent la catégorie de déchets métalliques la plus représentée sur le site. 26 individus ont été isolés pour étude. Cinq échantillons ont été sectionnés[290]. Les échantillons présentent des caractéristiques morphologiques similaires à ceux observés dans le cas des *Noires Terres*. Seuls les échantillons LUD-F220, LUD-F221 et LUD-F224[291] comportaient des inclusions de dimensions suffisamment importantes pour faire l'objet d'analyses chimiques. Le premier est constitué de grains de minerai bien réduits mais disjoints, inclus dans de la scorie. Le second est quant à lui constitué de grains bien réduits et agglomérés, formant une masse métallique relativement dense. Le dernier est constitué majoritairement d'oolithes métalliques inclus dans de la scorie de réduction. Les deux échantillons les plus métalliques montrent tous deux une structure hétérogène, avec un taux de carburation variable, mais avec un faciès d'acier hypoeutectoïde dominant (Cf. Figure 201).

[290] Il s'agit des échantillons LUD-F218, F220, F221, F224 et F248

[291] Les fiches synthétisant les observations micrographiques effectuées sur les échantillons évoqués sont présentées en annexe H : LUD-F220 p. 198 ; LUD-F221 p. 201 ; LUD-F224, p. 204.

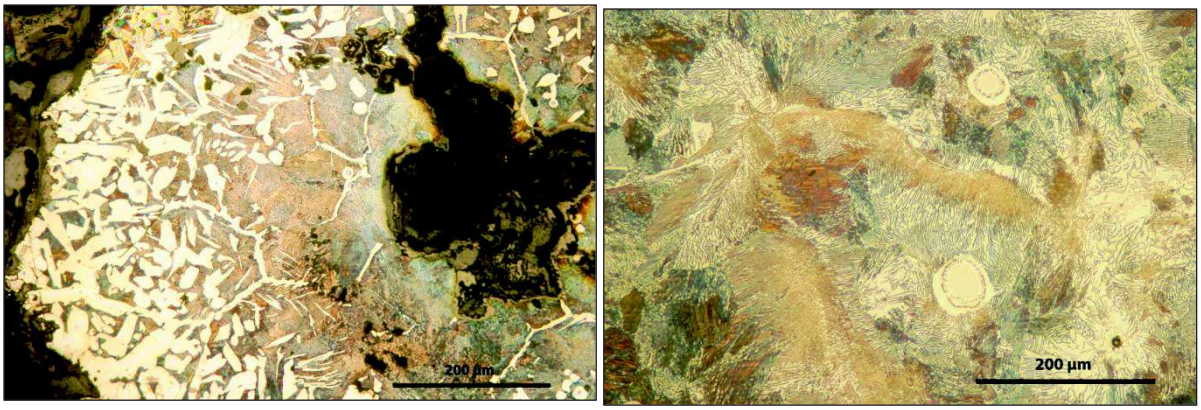


Figure 201 : Microstructures typiques des grains de minerai métalliques de Ludres – *Chaudeau.* A gauche : acier hypoeutectoïde avec des structures ferrito-perlitiques et perlito-ferritiques ; à droite : structure perlitique avec phosphures de forme arrondie.

La scorie associée aux grains de minerai métalliques est constituée de cristaux de dimensions importantes, de l'ordre de plusieurs dizaines à plusieurs centaines de micromètres (Cf. Figure 202). La taille importante des phases présentes, du même ordre de grandeur que les surfaces analysées par MEB-EDS, peut affecter la représentativité des microanalyses de rayons X. Nous nous sommes ainsi efforcés, quand cela a été possible, d'analyser les surfaces les plus importantes possibles, afin d'éviter tout effet de ségrégation chimique. La même démarche a été adoptée pour les analyses en éléments traces au LA-ICP-MS. Les ablations ont été effectuées au sein de la scorie en suivant des cheminements afin de prélever un analyte représentatif de la composition chimique globale du matériau.

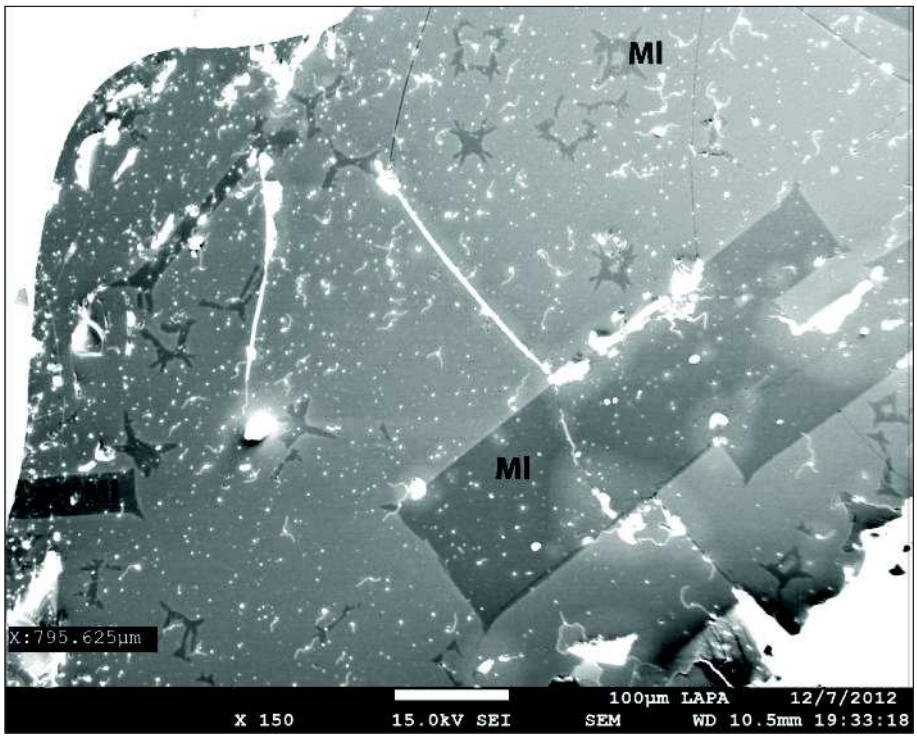


Figure 202 : Cliché MEB en électrons secondaires de l'inclusion 17 du fragment de minerai métallique LUD-F220. Ml : cristaux de mélilite.

Une étude pétrographique réalisée sur les scories de réduction du site de Ludres – *Chaudeau* a par ailleurs mis en évidence la diversité des phases minéralogiques constitutives du matériau (Leroy M. *et al.* à paraître)[292]. Cette étude suggère que la scorie de réduction de la *Minette lorraine* présente un faciès pétrographique hétérogène. Une cartographie élémentaire a ainsi été effectuée sur une parcelle de scorie de l'échantillon LUD-F224 (Cf. Figure 203) afin de mettre en évidence une éventuelle ségrégation des éléments selon les phases minéralogiques constitutives du matériau.

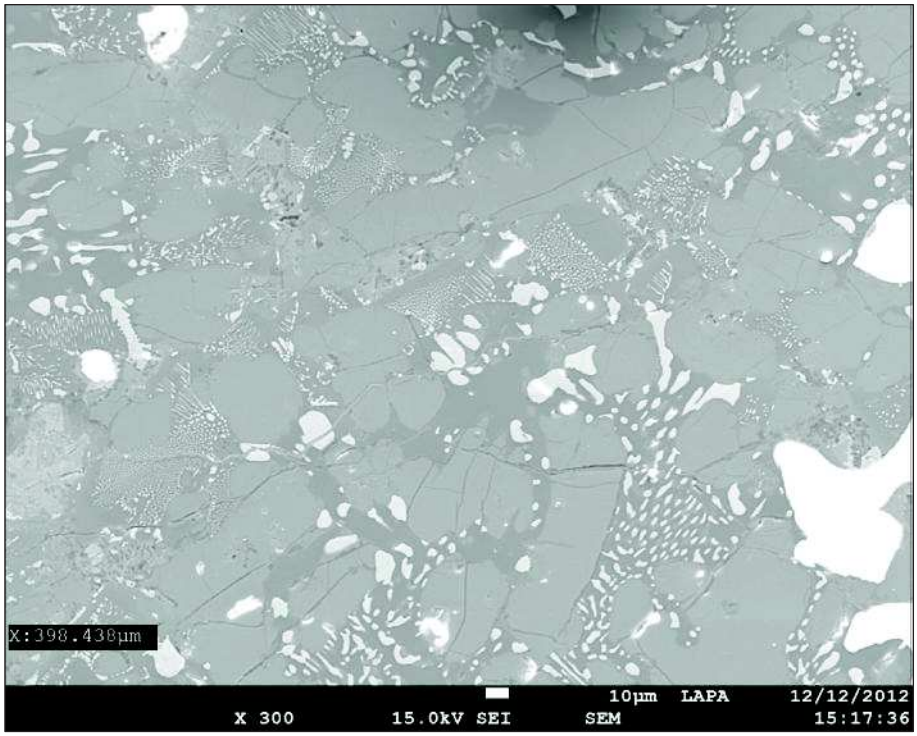


Figure 203 : Cliché MEB en électrons secondaires de l'analyse 13 du fragment de minerai métallique LUD-F224. La valeur X indique la largeur de l'image.

[292] Une dizaine de phases ont été mises en évidence dans le cadre de cette étude.

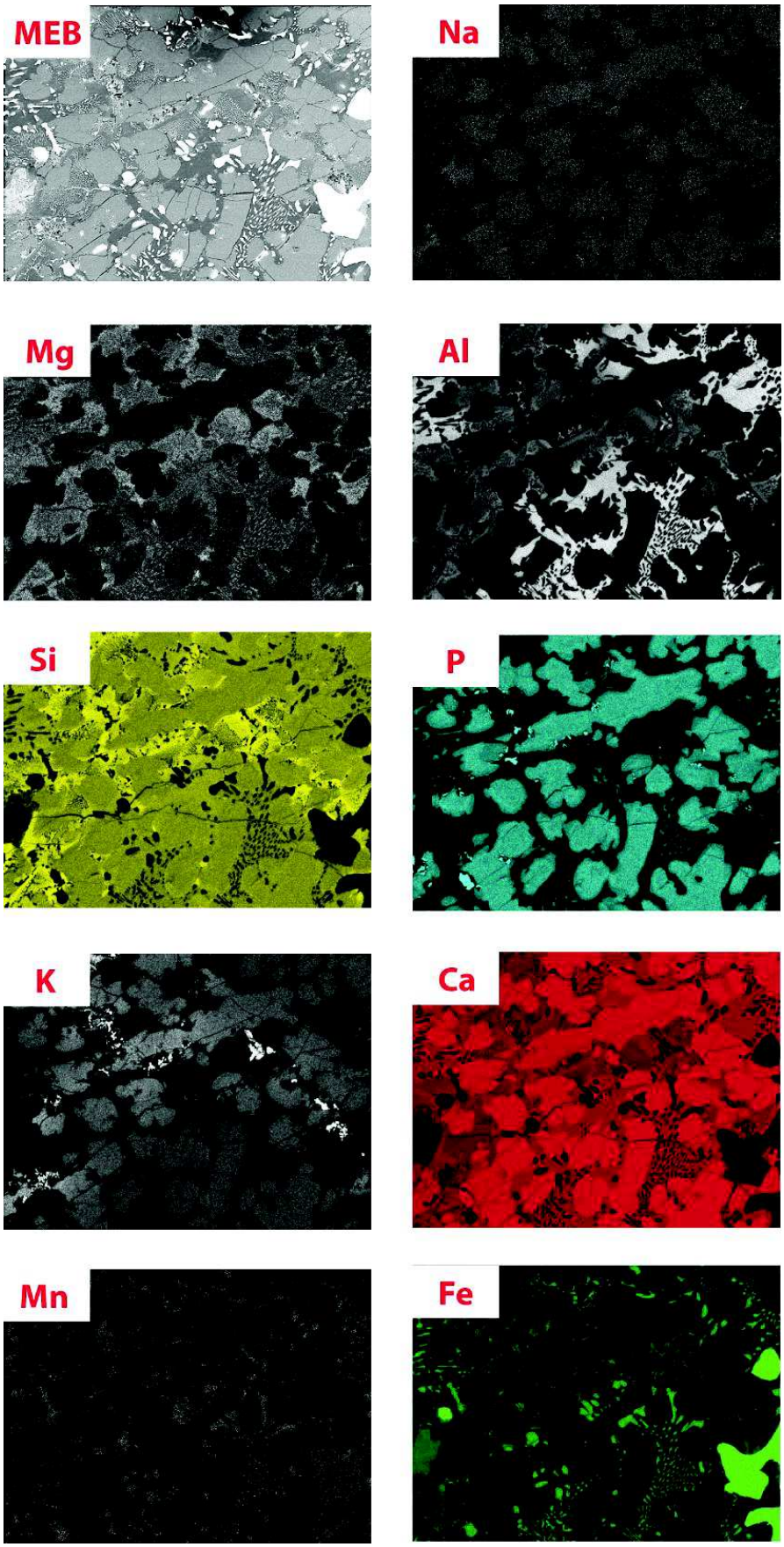


Figure 204 : Cartographies élémentaires EDS réalisées sur l'aire d'analyse 13 de l'échantillon LUD-F224. L'intensité des couleurs est proportionnelle à l'abondance de l'élément considéré.

La cartographie élémentaire (Figure 204) met en évidence quatre faciès de composition élémentaire. La première, dominante, est constituée majoritairement de calcium, de phosphore et, dans une moindre mesure, de silicium et de potassium. Les espaces interstitiels présentent un faciès alumineux. Des oxydes de fer forment quant à eux des complexes myrmékitiques au sein de ces espaces. Enfin, des plages plus siliceuses, comprenant localement du potassium, occupent l'espace interstitiel laissé par les éléments plus alumineux. L'ampleur du phénomène de ségrégation chimique mis en évidence nous amène à considérer l'échantillon LUD-F224 comme inexploitable dans le cadre d'une réflexion portant sur la filiation chimique d'un système de production sidérurgique. En effet, il est délicat d'évaluer la représentativité de l'analyse chimique réalisée par LA-ICP-MS dans un tel cas.

4.1.2.2.2. Composition chimique – éléments majeurs

La scorie présente dans le métal des minerais métalliques a été analysée en priorité, bien que les plages de scories adhérant aux surfaces du métal et aux parois des cavités aient également été caractérisées. Des échantillons de minerai et de scorie de réduction mis au jour au sein de l'atelier ont fait l'objet d'une caractérisation chimique. Nous avons employé ces échantillons en guise de référentiel de comparaison. Les teneurs moyennes des minerais archéologiques sont définies par les compositions de 7 individus ; celles des scories de réduction par celles de onze échantillons (Cf. Figure 205).

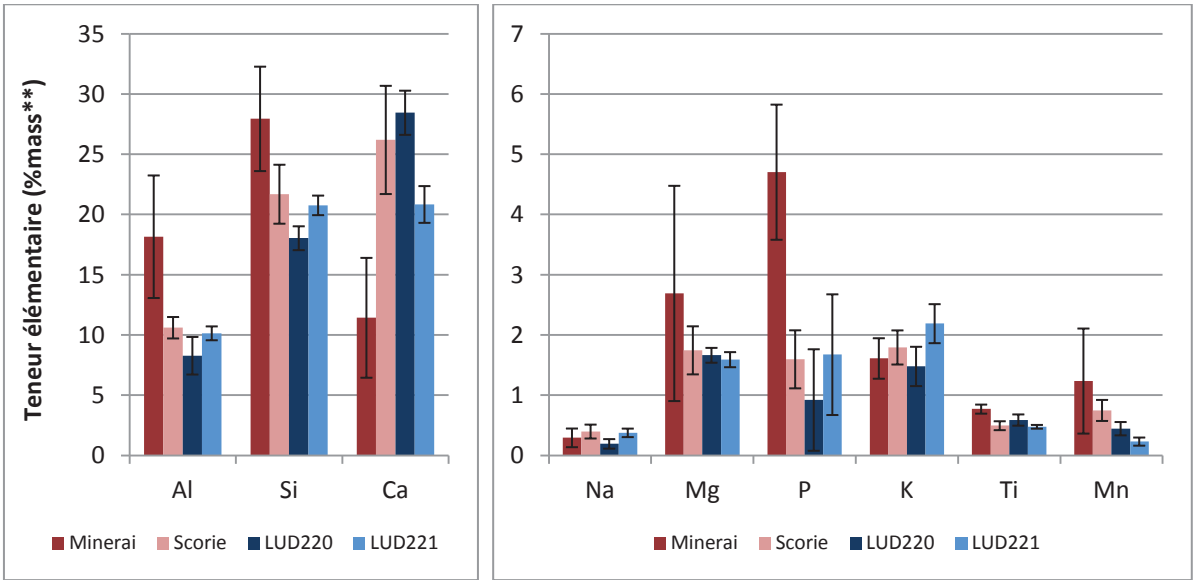


Figure 205 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, de la scorie associée aux fragments de minerai métalliques du site de Ludres – *Chaudeau*

Une différence majeure de composition est perceptible entre les minerais archéologiques et la scorie de réduction. Les teneurs en calcium sont doublées dans ces dernières. Cette caractéristique se retrouve au sein de la scorie composant les deux fragments de minerai métalliques étudiés. Ce constat a déjà été établi, à l'échelle de la zone de production du Plateau de Haye, lors de la définition des ensembles de production lorrains (Cf. paragraphe 3.1.1.3). Parmi les autres éléments majeurs, seul le phosphore subit une déplétion notable à l'occasion de la réduction du minerai. Cette

observation est en accord avec celles effectuées sur l'atelier des *Noires Terres.* Le phosphore contenu dans le minerai serait ainsi partiellement réduit et se partitionnerait entre la scorie et le métal.

4.1.2.2.3. Composition chimique – éléments traces

Alors qu'une différence notable affecte la composition élémentaire en éléments majeurs des minerais archéologiques et des scories de réduction, les profils de concentration en éléments traces apparaissent identiques. Les parcelles de scorie associées aux fragments de minerai métalliques LUD-F220 et LUD-F221 présentent par ailleurs un profil tout à fait semblable (Cf. Figure 206).

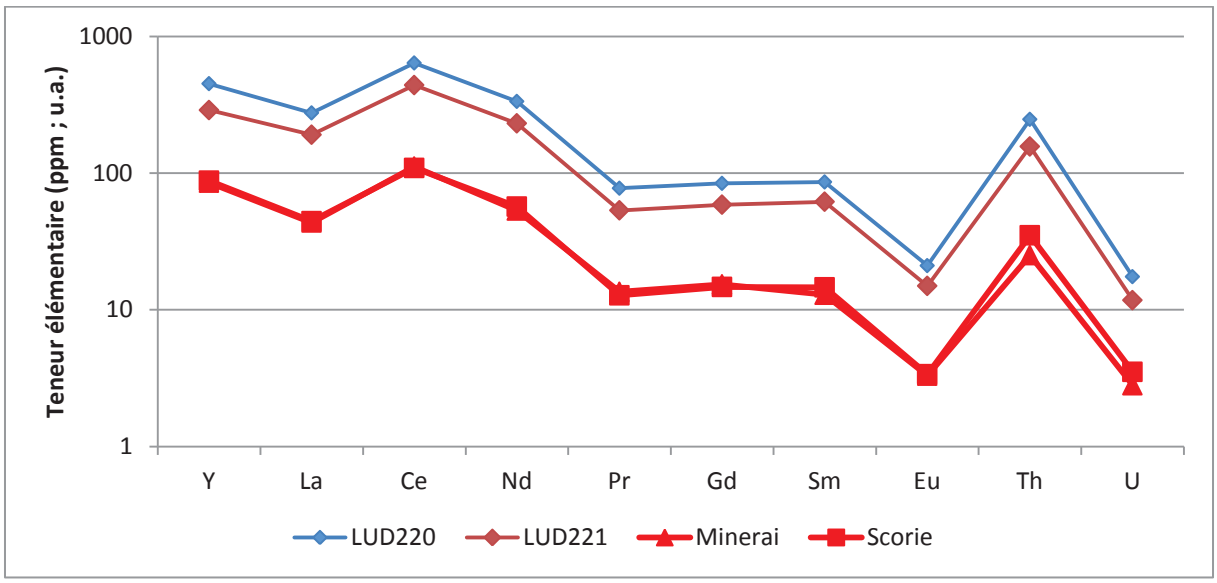


Figure 206 : Profils de concentration en éléments traces de la scorie associée aux fragments de minerai métalliques de l'atelier de Ludres – *Chaudeau*

4.1.2.3. Les chutes de fer facettées

Seuls trois fragments de métal présentant des indices de mise en forme ont été mis au jour pour l'atelier du *Chaudeau.* Des sections ont été réalisées sur deux d'entre eux.

4.1.2.3.1. Observations micrographiques

Le métal présente, dans les deux cas, une structure hétérogène, de ferrito-perlitique à perlitique. De manière générale, le métal est peu carburé aux abords des surfaces présentant des indices de mise en forme. Une forte carburation est en revanche observable au cœur des fragments et à proximité des surfaces irrégulières, que l'on peut interpréter comme les surfaces de rupture entre les fragments et les masses de métal principales. Le métal apparaît plus compact à proximité des faces planes. Le cœur des fragments contient des vacuoles de dimensions très variables, de micrométriques à millimétriques, ainsi que de nombreuses fissures intergranulaires (Cf. Figure 207). Ces observations confirment bien que ces fragments de métal ont subi un premier travail de compactage.

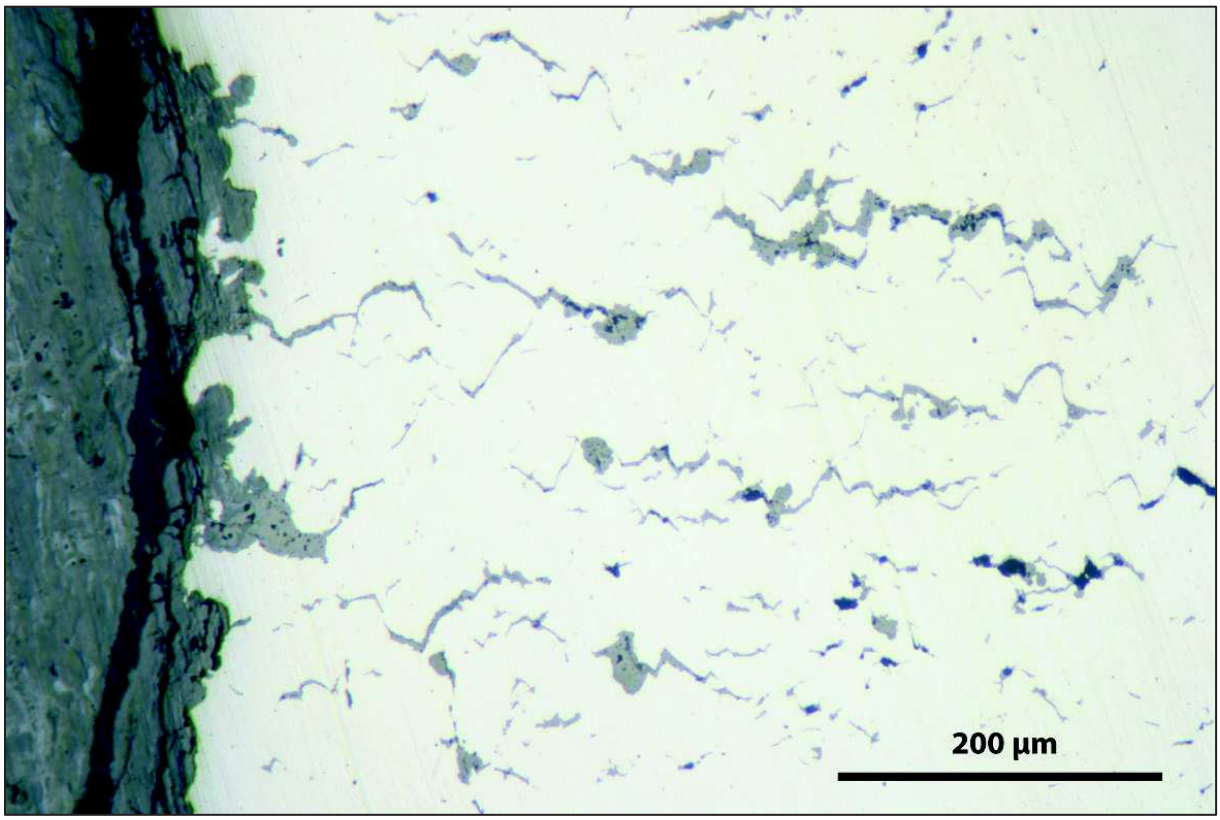


Figure 207 : Cliché micrographique montrant des fissures intergranulaires d'orientation perpendiculaire à la surface plane de la chute facettée LUD-F209 ; Cliché P. Merluzzo

Les fragments de métal contiennent globalement peu de scorie de réduction. Seule une plage importante est visible sur la section de l'échantillon F209. Hormis ce cas particulier, la scorie est conservée sous la forme d'inclusions de taille réduite (quelques dizaines de microns) et de contours arrondis. La scorie incluse ne présente généralement pas de cristallisation visible. Seule l'inclusion millimétrique du fragment F209 semble composée de cristaux anguleux, mais qui sont difficilement visibles.

4.1.2.3.2. Composition chimique – éléments majeurs

La composition chimique moyenne en éléments majeurs des inclusions des chutes facettées est similaire à celle de la scorie associée aux fragments de minerai métalliques. Légèrement moins siliceuses et plus calciques, elles présentent par ailleurs une teneur en potassium bien inférieure à celles des minerais et scories de réduction analysés (Cf. Figure 208). Les concentrations en aluminium et magnésium des inclusions dans les chutes sont identiques à celles des scories de réduction. La scorie incluse dans la chute LUD-F209 est par ailleurs exempte de phosphore.

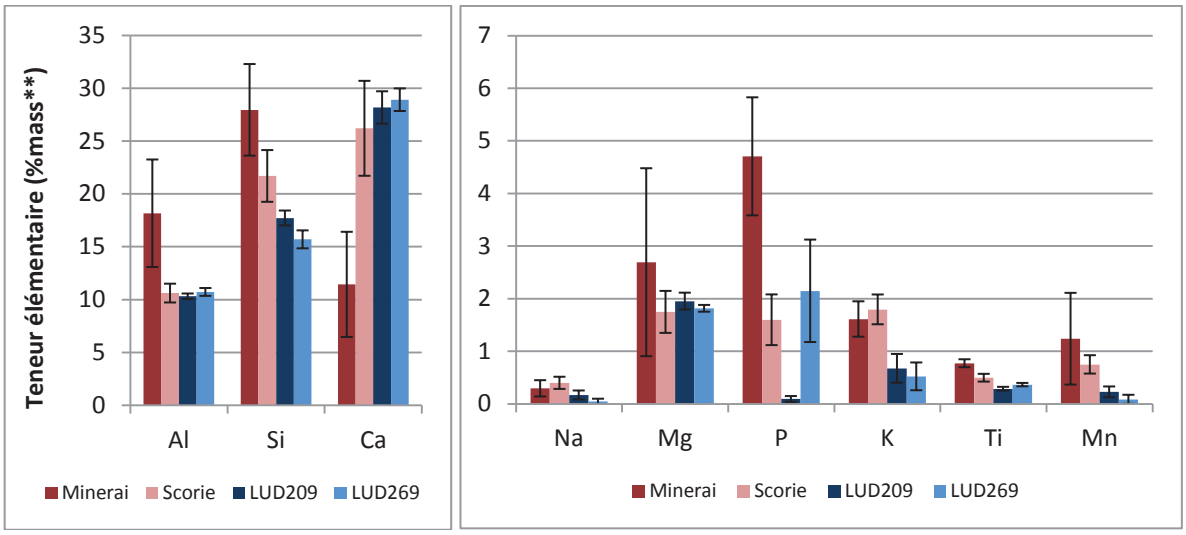


Figure 208 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, de la scorie incluse dans les chutes de fer facettées du site de Ludres – *Chaudeau*

4.1.2.3.3. Composition chimique – éléments traces

Les profils de concentrations en éléments traces des inclusions de scorie dans les chutes facettées correspondent, mis à part quelques légères variations, à ceux des échantillons de minerai et scorie de réduction constituant la référence pour l'atelier du *Chaudeau* (Cf. Figure 209).

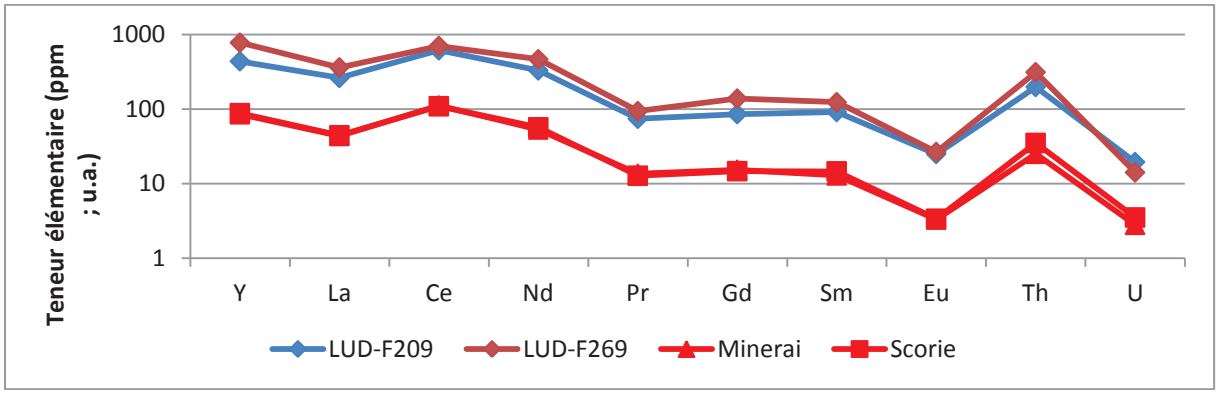


Figure 209 : Profils de concentration en éléments traces de la scorie incluse dans les chutes facettées de l'atelier de Ludres – *Chaudeau*

4.1.2.4. Vérification de la compatibilité chimique entre les déchets métalliques du *Chaudeau* et l'ensemble de production [Minette]

La composition chimique de la scorie associée aux déchets sidérurgiques de Ludres-*Chaudeau* a été comparée à la signature chimique caractéristique de l'ensemble de production *Minette*, auquel appartient l'atelier. Une Analyse en Composantes principales a été réalisée, portant sur les caractéristiques chimiques des ensembles de production lorrains définis auparavant (Cf. Figure 210). Les échantillons de Ludres-*Chaudeau* ont été ajoutés à l'analyse afin de déterminer si leur composition chimique globale était similaire à celle d'un des ensembles. Les variables exprimées sont les *logratios* des teneurs des dix éléments traces présentés, ainsi que les majeurs Mg, Al, Si, Ca,

Mn. Le phosphore et le potassium ont été exclus de l'analyse en raison des phénomènes notables d'enrichissement ou de déplétion les affectant.

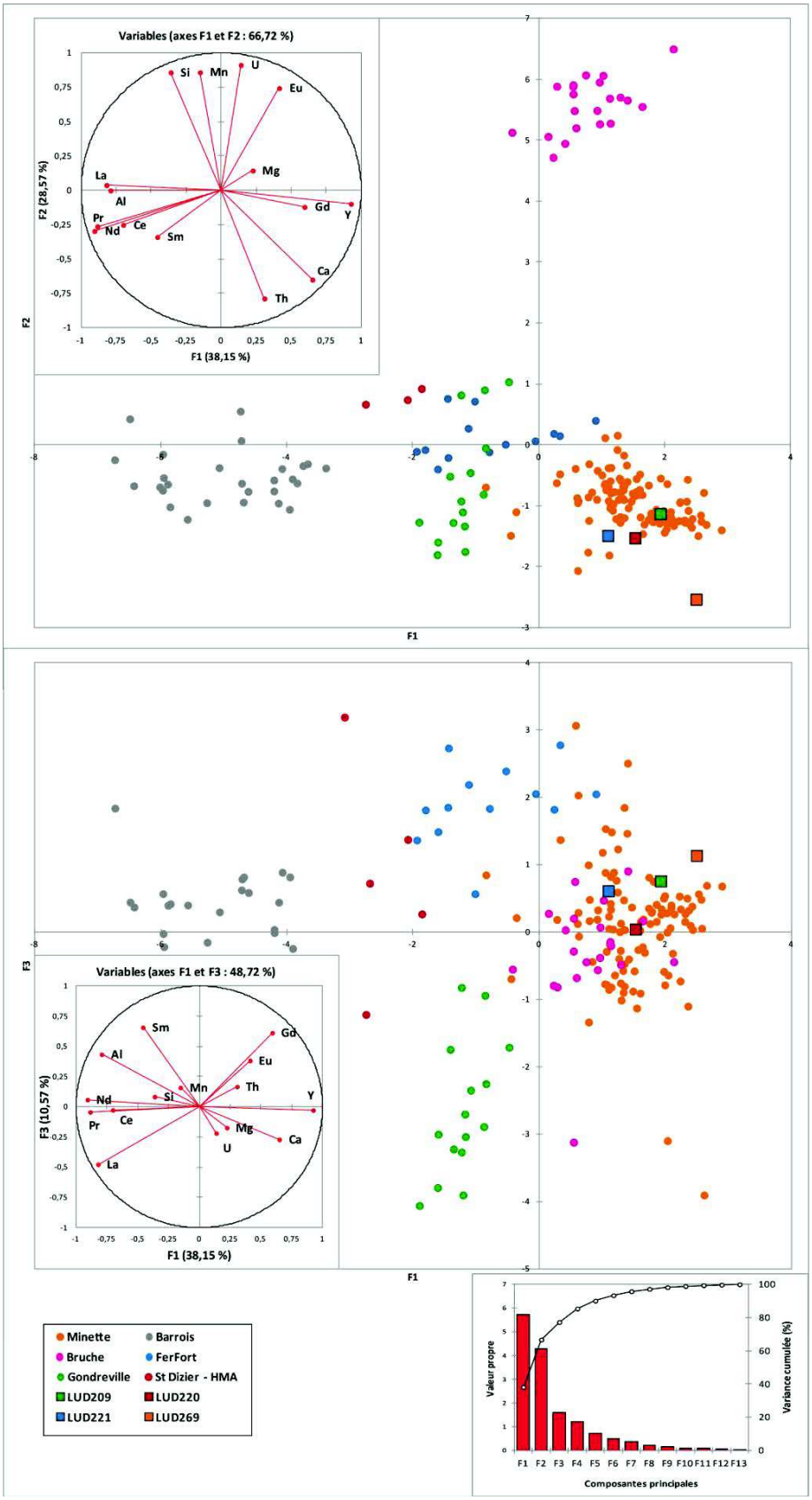


Figure 210 : Projection, sur les deux plans de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, des ensembles de production lorrains et les déchets métalliques de Ludres-*Chaudeau*.

Les échantillons de Ludres présentent une composition chimique globale similaire à la signature de l'ensemble [Minette] dans l'espace multivarié défini. Seule la chute facettée LUD-F269 se distingue du nuage de points exprimant les caractéristiques chimiques de la [Minette]. Toutefois, cette distance n'est pas suffisante pour exclure cet échantillon *a priori*.

Une Classification Ascendante Hiérarchique a été réalisée suivant le raisonnement présenté à l'occasion de l'exposé méthodologique (sous-partie 2.3.5). Les coordonnées des individus sur les cinq premières Composantes Principales ont fait l'objet d'une Classification Hiérarchique. Les quatre échantillons de Ludres sont associés à l'ensemble de production [Minette] (Cf. Figure 211) à l'issue de la classification.

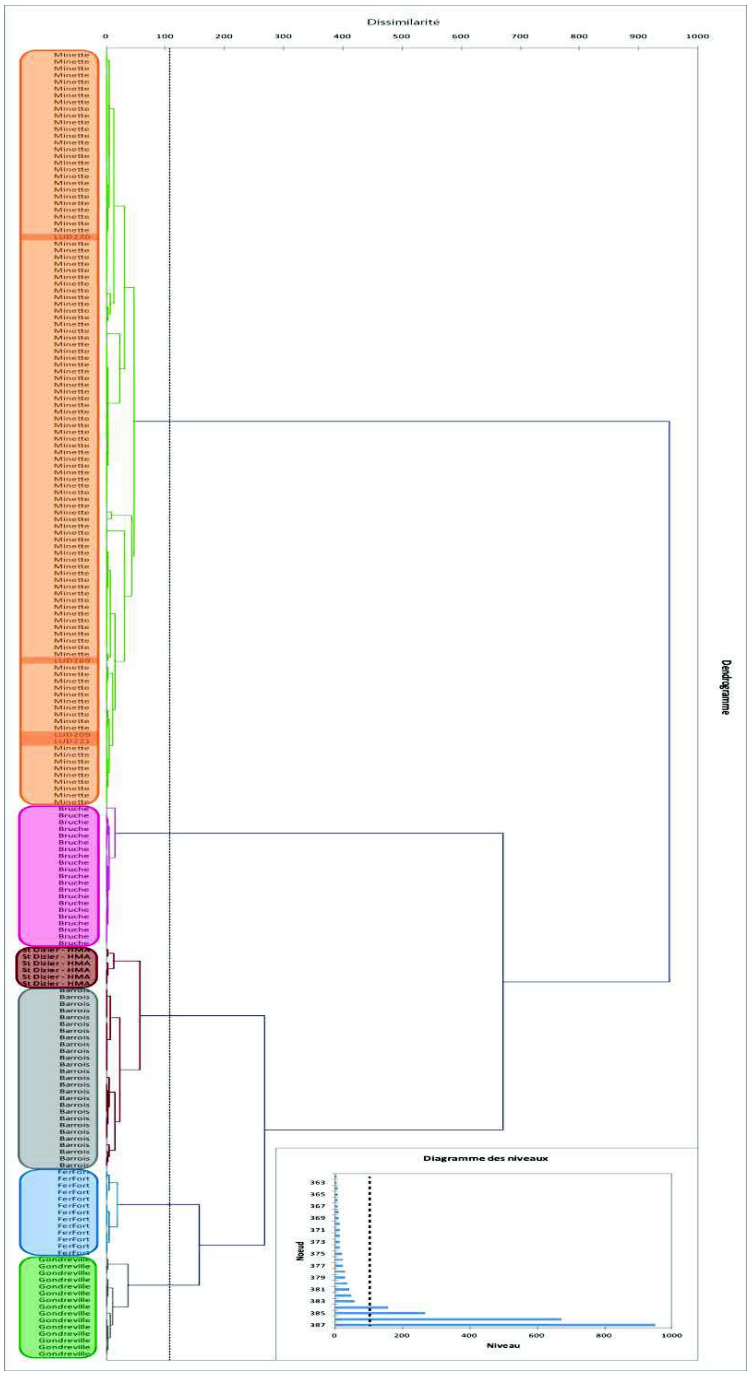


Figure 211 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les cinq premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 210

Une approche prédictive a été réalisée, portant sur les mêmes variables que précédemment (Cf. Figure 212). Les quatre échantillons considérés pour le site de Ludres – *Chaudeau* sont attribués à l'ensemble de production [Minette]. Les probabilités d'attribution sont dans tous les cas fortes (p_i > 0.999), et semblent bien confirmer la compatibilité chimique des déchets métalliques considérés avec l'ensemble de production dans lequel est compris l'atelier de Ludres (Cf. Tableau 15).

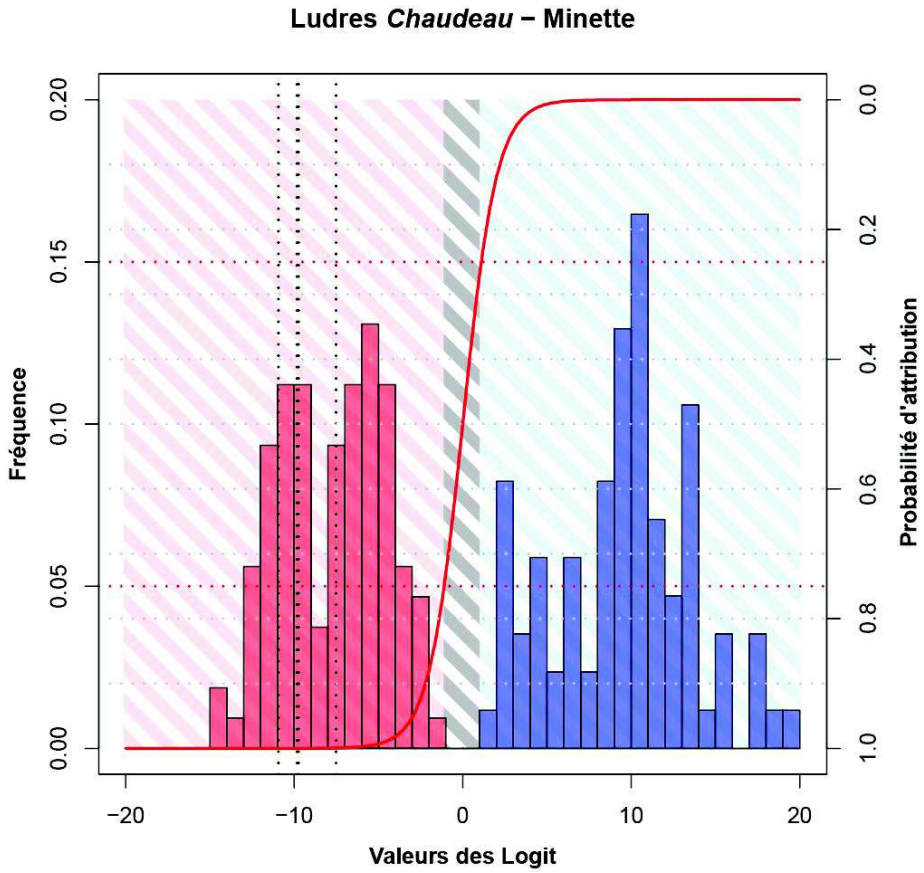


Figure 212 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des échantillons métalliques du *Chaudeau*.

Catégorie	Echantillon	Probabilité d'attribution des échantillons	Valeur du Logit
Minerai métallique	LUD220	0,999946842	-9,842197086
Minerai métallique	LUD221	0,999459109	-7,521752415
Chute facettée	LUD209	0,999941027	-9,738367684
Chute facettée	LUD269	0,999982216	-10,93721644

Tableau 15 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour les échantillons métalliques de l'atelier du *Chaudeau*

Afin de déterminer si la signature chimique des échantillons métalliques de Ludres – *Chaudeau* s'intègre au sein de la dispersion chimique de l'ensemble de production [Minette], une ACP a été réalisée sur les Xij caractérisant les échantillons définissant ce dernier (Cf. Figure 212).

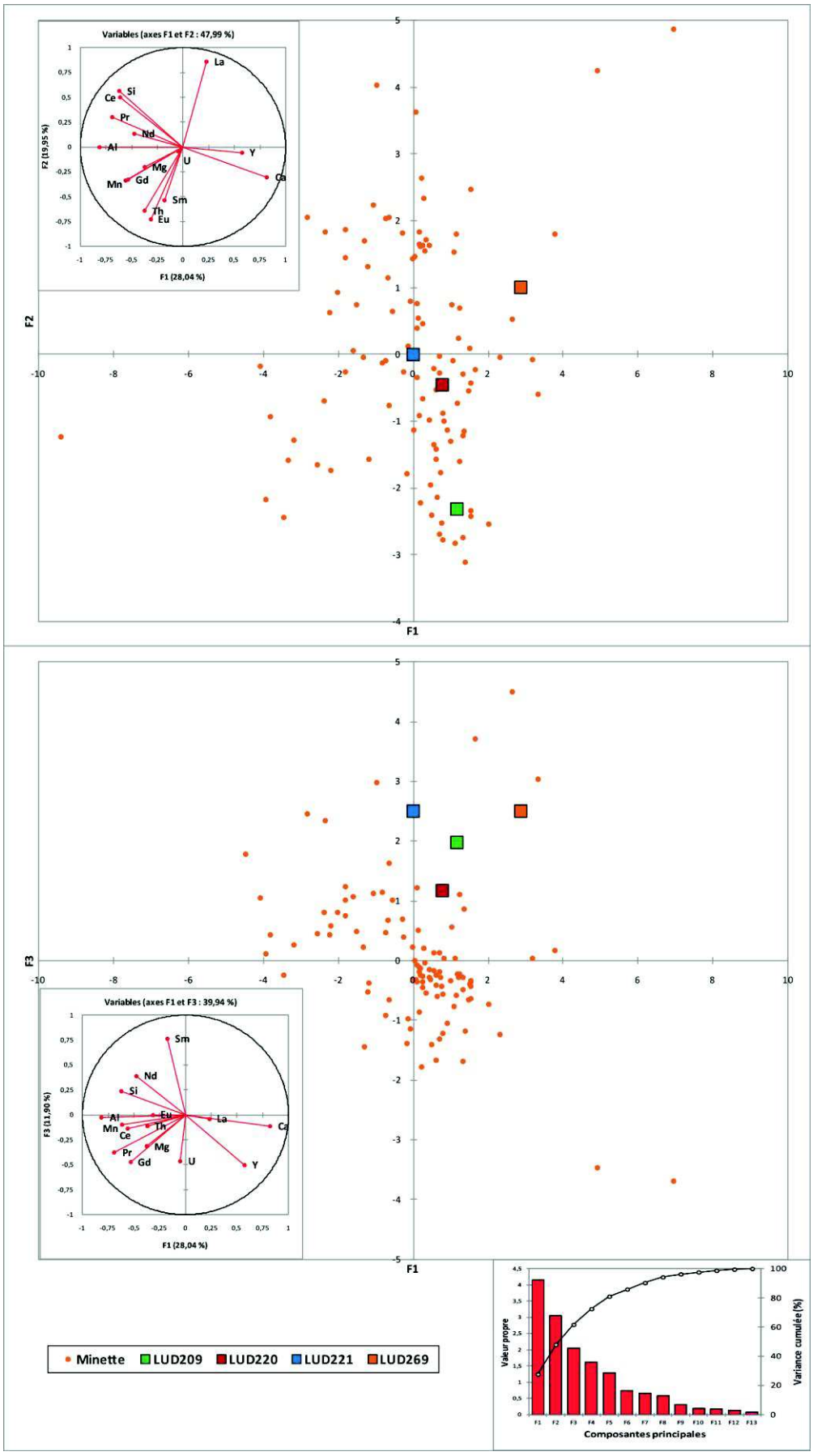


Figure 213 : Projection, sur les deux plans de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, de l'ensemble de production *Minette* et des déchets métalliques du site de Ludres –*Chaudeau*

Les projections, sur les deux plans de plus grande variance, des grains de minerai métalliques et la chute facettée F209 demeurent au sein de la partie la plus dense du nuage de points tandis que la chute F269 se trouve reléguée en périphérie de ce dernier. Cette chute métallique paraît toutefois chimiquement compatible avec le domaine chimique de la [Minette], puisque les projections de certains des individus constituant ce dernier apparaissent plus éloignées du nuage le plus dense.

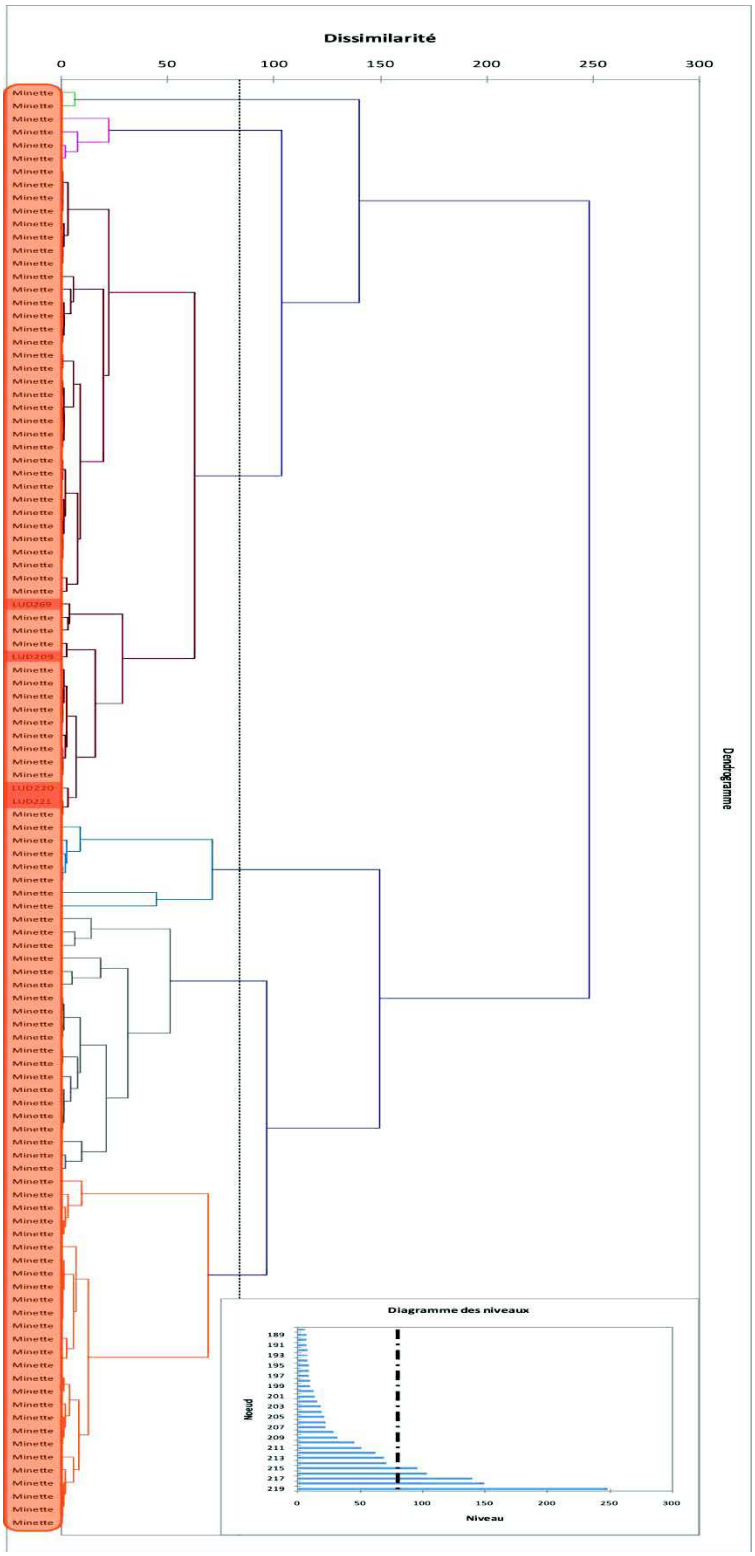


Figure 214 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les sept premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 213

Les quatre échantillons métalliques mis au jour sur le site de Ludres – *Chaudeau* présentent une signature chimique incluse dans la définition chimique de l'ensemble de production [Minette] (Cf. Figure 214). Ces derniers peuvent être considérés comme chimiquement compatibles avec les fragments de minerai aalénien et les déchets scorifiés associés à sa réduction.

4.1.3. Le site du Haldat, à Chavigny

Le site est constitué de plusieurs fonds de cabane et fosses, localisés à proximité du site de réduction de *La Crassière*. La mise au jour, au sein de ces structures, de très nombreux déchets associés à la réduction de minerai de fer permet de supposer l'association du *Haldat* à l'atelier sidérurgique proche. Plusieurs fragments métalliques présentant les traces d'une première mise en forme ont également été découverts. Un ensemble de dix éléments métalliques a été sélectionné, comprenant des fragments en forme de coulure, des débris informes montrant des surfaces hérissées, des chutes présentant des faces planes, ainsi que des chutes façonnées.

4.1.3.1. Les coulures de fer

Trois individus, parmi le corpus échantillonné, avaient été interprétés comme des coulures de métal à l'occasion de l'examen visuel. L'étude métallographique a permis d'y adjoindre les échantillons CHAV-ST5-F02 et CHAV-ST12-F04, définis auparavant comme des chutes façonnées. En effet, la première présentait les caractères morphologiques d'une chute-barre, et la seconde ceux d'une chute-tige, montrant toutes deux les traces de pincement d'un outil de préhension, ce qui ne s'est pas révélé exact.

4.1.3.1.1. Observations micrographiques

L'attaque métallographique a révélé une structure très carburée dans les deux cas, typique d'une fonte blanche phosphoreuse (Cf. Figure 215), ce qui exclut de fait l'hypothèse d'un métal ayant fait l'objet d'un travail en forge. Cette structure caractérise également les trois autres individus sélectionnés.

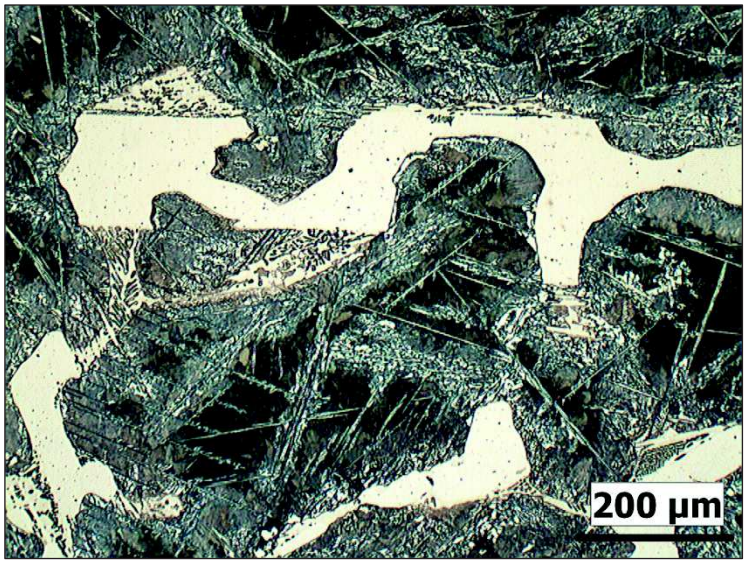


Figure 215 : Cliché micrographique montrant une structure de fonte blanche. Les ensembles gris clair visibles autour des cristaux anguleux de cémentite constituent des eutectiques phosphoreux. Echantillon CHAV-ST12-F04

Les coulures CHAV-ST12-F01 et CHAV-ST12-F02[293] présentent des cavités en nombre restreint, mais de dimensions importantes, généralement plurimillimétriques. *A contrario*, le métal des individus CHAV-ST5-F02 et CHAV-ST12-F04 est compact. Ce dernier présente deux plans de fissuration perpendiculaires, ce qui laisse entendre que le métal aurait pu néanmoins subir une action mécanique telle qu'un martelage (Cf. Figure 216).

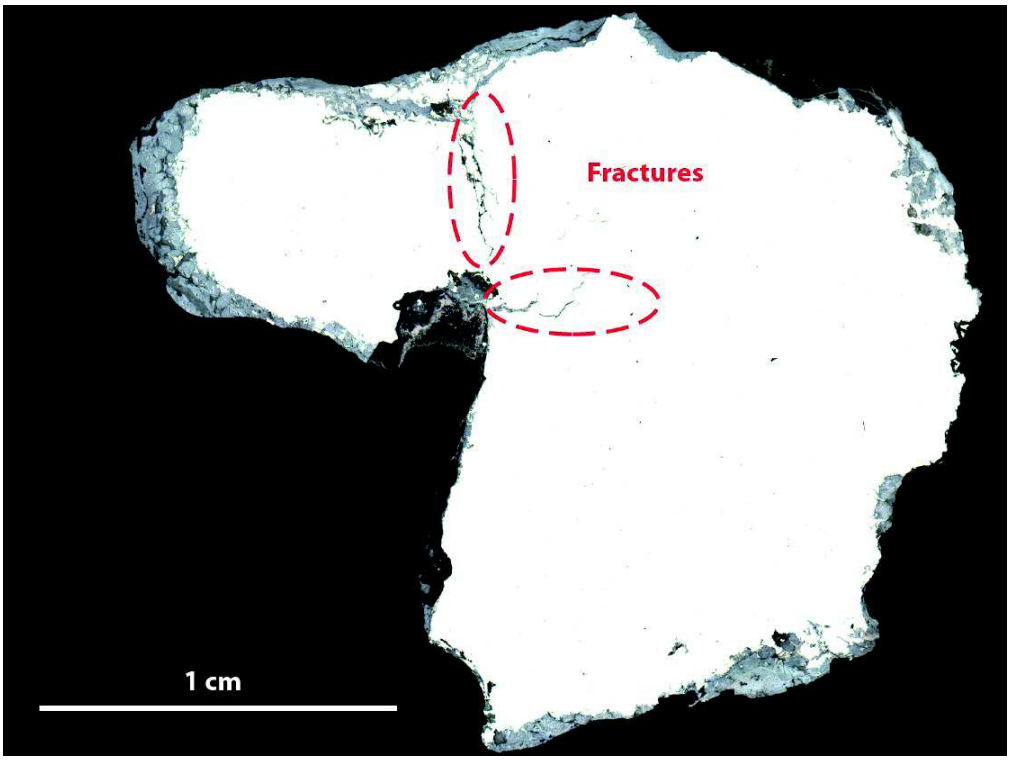


Figure 216 : Section polie transversale de la coulure CHAV-ST12-F04

[293] Les fiches synthétisant les observations micrographiques effectuées sur les échantillons évoqués sont présentées en annexe H : CHAV-ST12-F01 p. 214 ; CHAV-ST12-F02 p. 217 ; CHAV-ST12-F04 p. 220 ; CHAV-ST5-F02 p. 211.

Le métal contient très de peu de scorie. Cette dernière est systématiquement présente sous la forme d'inclusions globulaires d'une dizaine de microns de diamètre au maximum. La scorie est dans ce cas vitreuse. Des plages de scorie adhérant aux surfaces de l'échantillon CHAV-ST12-F04 sont également visibles.

4.1.3.1.2. Composition chimique – éléments majeurs

Les dimensions et le nombre réduits des inclusions n'a pas permis leur caractérisation chimique. Seule la scorie adhérant à la coulure ST12-F04 peut permettre d'établir une compatibilité chimique avec l'atelier voisin de *La Crassière,* duquel proviennent probablement les déchets métalliques étudiés.

Aucun fragment de minerai archéologique recueilli sur le site de réduction proche de *La Crassière* n'a fait l'objet d'analyses chimiques. En revanche, cinq échantillons de scorie de réduction ont été caractérisés, constituant le référentiel de comparaison pour les déchets du *Haldat.*

La composition chimique majeure de la scorie adhérente apparaît sensiblement différente de la moyenne des scories de réduction (Cf. Figure 217). Moins alumineuse, elle contient également moins de magnésium et est quasiment exempte de phosphore et de manganèse. Le caractère plus siliceux de la scorie peut être expliqué dans ce cas par la présence de grains de quartz dans le matériau (Cf. Figure 218).

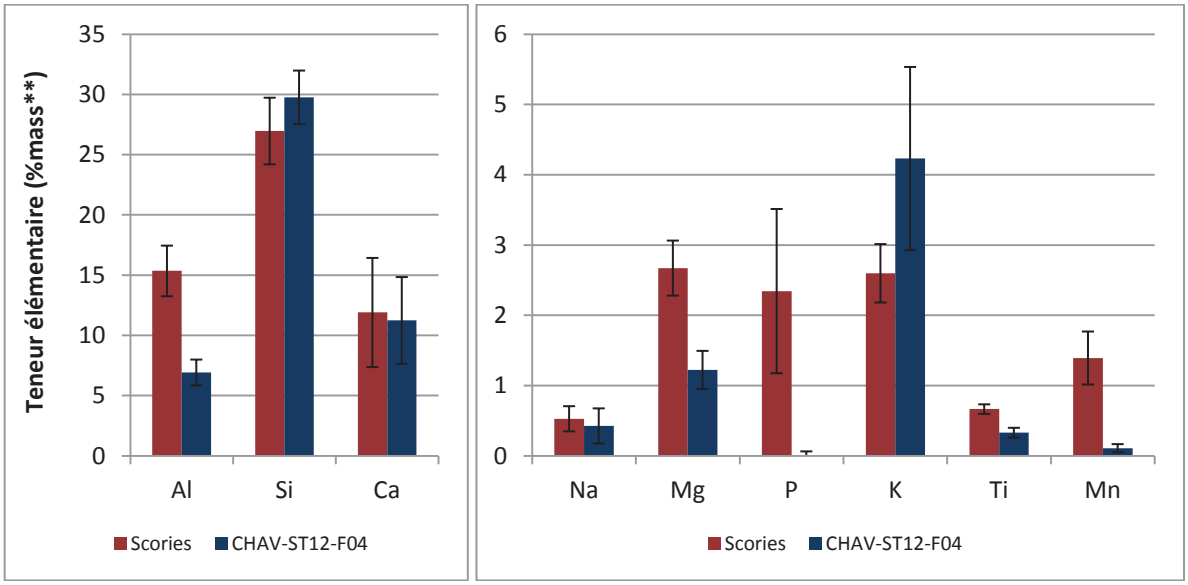


Figure 217 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, de la scorie associée à la coulure de fer CHAV-ST12-F04 issue du site d'habitat de Chavigny – *Le Haldat*

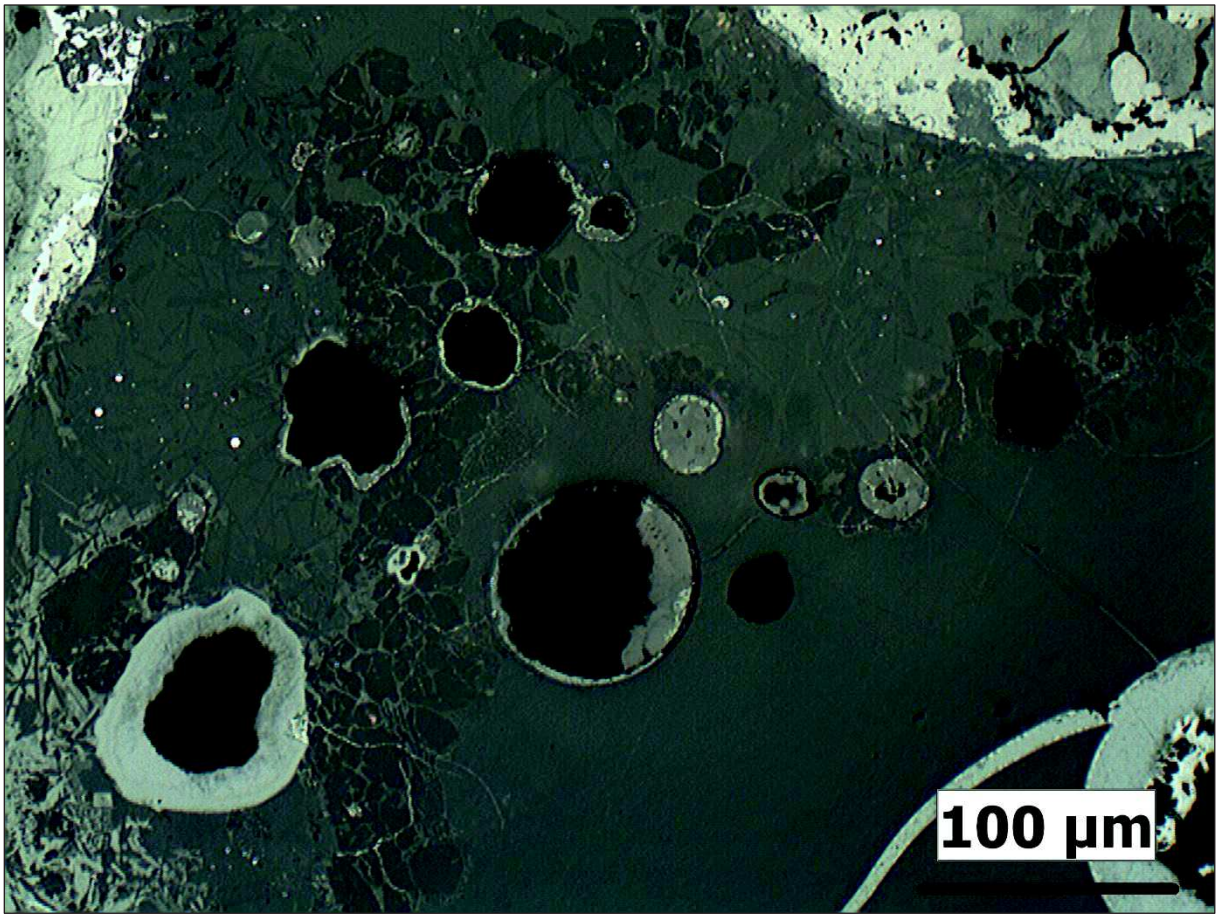


Figure 218 : Micrographie montrant la scorie adhérant à CHAV-ST12-F04, des grains de quartz aux contours arrondis ainsi que des billes de métal sont visibles dans une matrice dont on ne distingue pas la texture

4.1.3.1.3. Composition chimique – éléments traces

Le profil de concentration caractérisant la scorie associée à la coulure de fer CHAV-ST12-F04 correspond bien, pour les éléments traces considérés, à celui des scories de réduction du site de la *Crassière* (Cf. Figure 219).

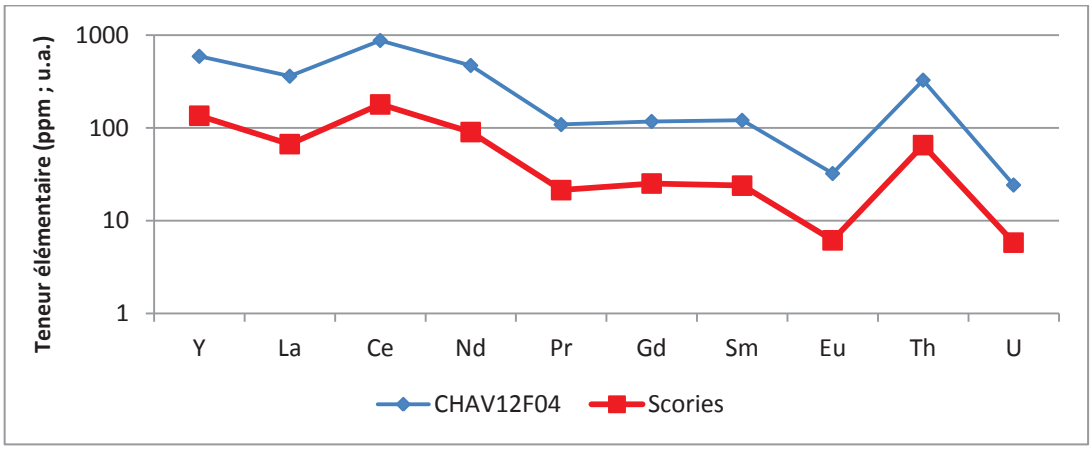


Figure 219 : Profil de concentration en éléments traces de la scorie adhérant à la coulure CHAV-ST12-F04 du site de Chavigny – *Le Haldat*

Bien que la signature chimique en éléments traces de la scorie de la coulure soit compatible avec les déchets de réduction caractérisant l'atelier de *La Crassière*, l'examen métallographique et les analyses chimiques réalisées au MEB-EDS suggèrent que le matériau n'est pas constitué exclusivement de scorie de réduction. Les grains siliceux incorporés dans la scorie adhérente laissent supposer une pollution. Cet échantillon ne sera donc pas intégré plus avant dans nos réflexions.

4.1.3.2. Les débris de métal informes

Deux fragments de métal informes ont fait l'objet d'examens métallographiques et d'analyses chimiques. Les deux échantillons présentent une structure carburée ; CHAV-ST12-F05 est majoritairement composé d'un acier hypereutectoïde (Cf. Figure 220), et CHAV-ST12-F07 d'une fonte blanche.

4.1.3.2.1. Observations micrographiques

Alors que le métal de CHAV-ST12-F07 est compact, celui de CHAV-ST12-F05[294] présente plusieurs cavités de forme irrégulière, et de dimensions inframillimétriques à plurimillimétriques. Aucune ne montre de déformation, ce qui suggère que le fragment de métal n'a subi aucun travail de mise en forme. La section de ST-12-F07 est exempte de scorie. Le métal de ST12-F05 contient de très faibles quantités de scorie, sous la forme d'inclusions globulaires présentes en nombre restreint. Toutefois, deux plages de scorie contenant de petites billes de métal adhèrent à sa surface. En raison des faibles dimensions des inclusions de scorie, seules ces deux plages ont fait l'objet d'analyses par LA-ICP-MS.

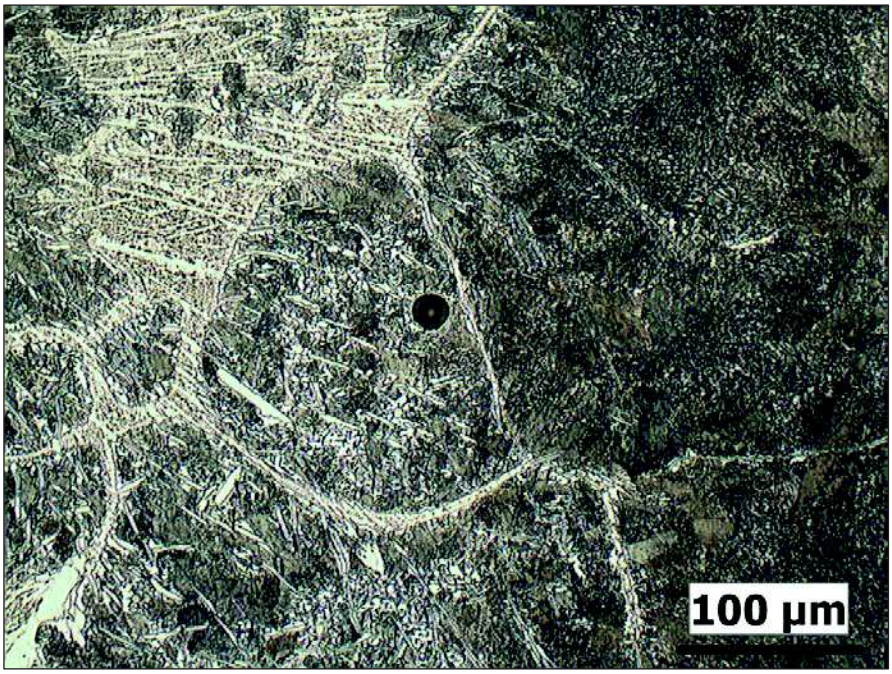


Figure 220 : Structure aciérée hypereutectoïde de CHAV-ST12-F05. Une inclusion de scorie vitreuse est visible au centre.

[294] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 223.

4.1.3.2.2. Composition chimique – éléments majeurs

La scorie associée au débris informe CHAV-ST12-F05 présente un faciès sensiblement plus calcique que celles constituant le référentiel chimique de l'atelier de *La Crassière.* Tout comme le matériau adhérant à la coulure CHAV-ST12-F04, la scorie est dans ce cas exempte de phosphore. Les teneurs en potassium et manganèse sont également plus faibles.

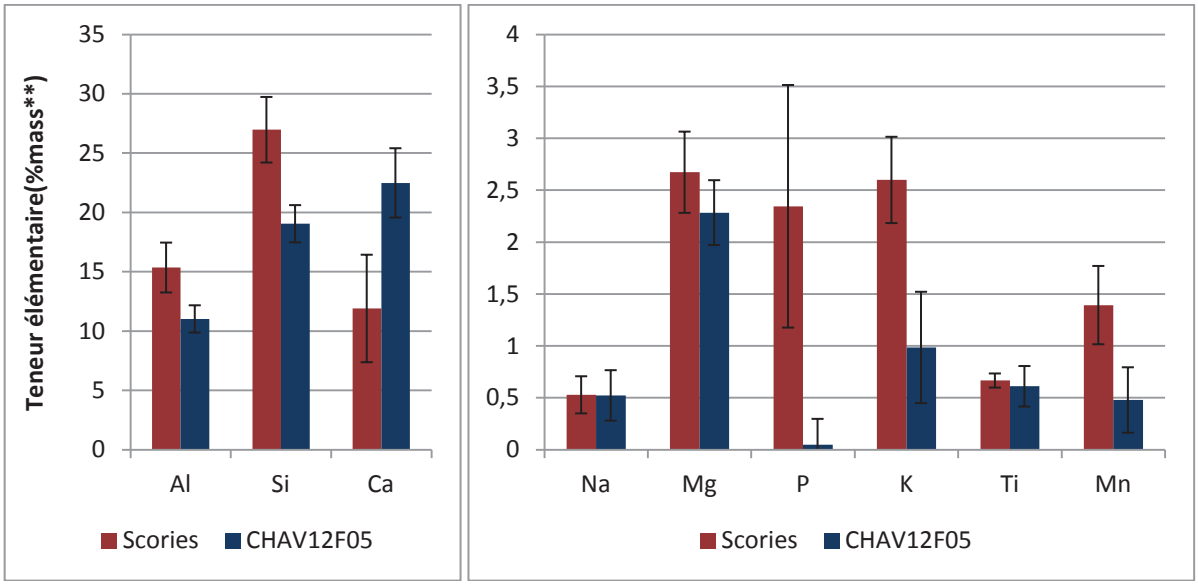


Figure 221 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, de la scorie associée au débris informe CHAV-ST12-F05 du site de Chavigny- *Le Haldat*

4.1.3.2.3. Composition chimique – éléments traces

En dépit des différences observées pour les compositions en éléments majeurs, le profil de concentration en éléments traces de la scorie caractérisant le débris informe est identique à celui des scories de réduction de l'atelier de *La Crassière* (Cf. Figure 222). Aucun indice issu de l'examen métallographique ne nous permet, dans ce cas, de mettre en évidence un phénomène de pollution de la scorie. Nous chercherons par conséquent à vérifier la compatibilité chimique de cet échantillon avec l'ensemble de production *Minette.*

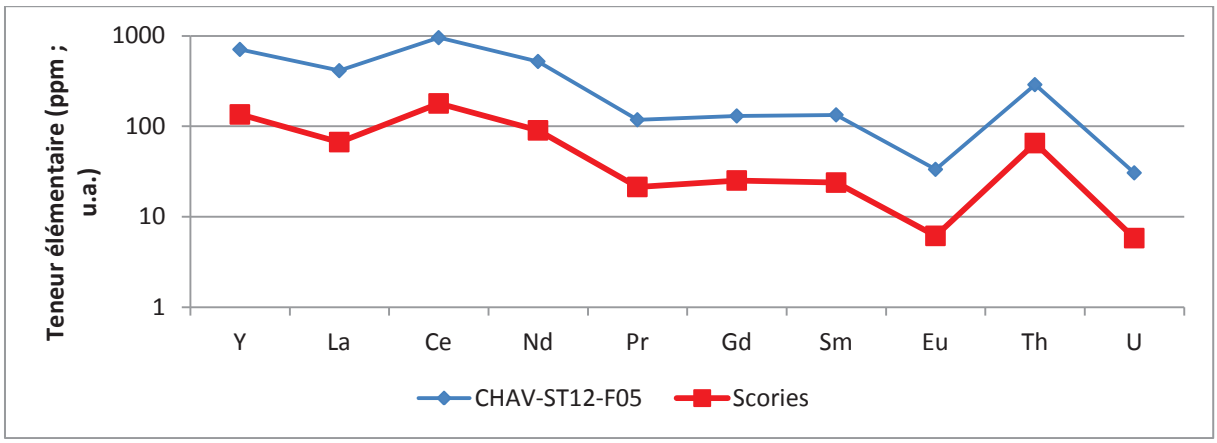


Figure 222 : Profil de concentration en éléments traces de la scorie adhérant au débris informe CHAV-ST12-F05 du site de Chavigny – *Le Haldat*

4.1.3.3. Les chutes de métal facettées

Trois chutes de métal facettées constituent l'ensemble de déchets métalliques les plus élaborés du site du *Haldat*.

4.1.3.3.1. Observations micrographiques

Les trois fragments présentent une structure carburée, typique d'un acier hypereutectoïde, et comprenant des eutectiques phosphoreux (Cf. Figure 223).

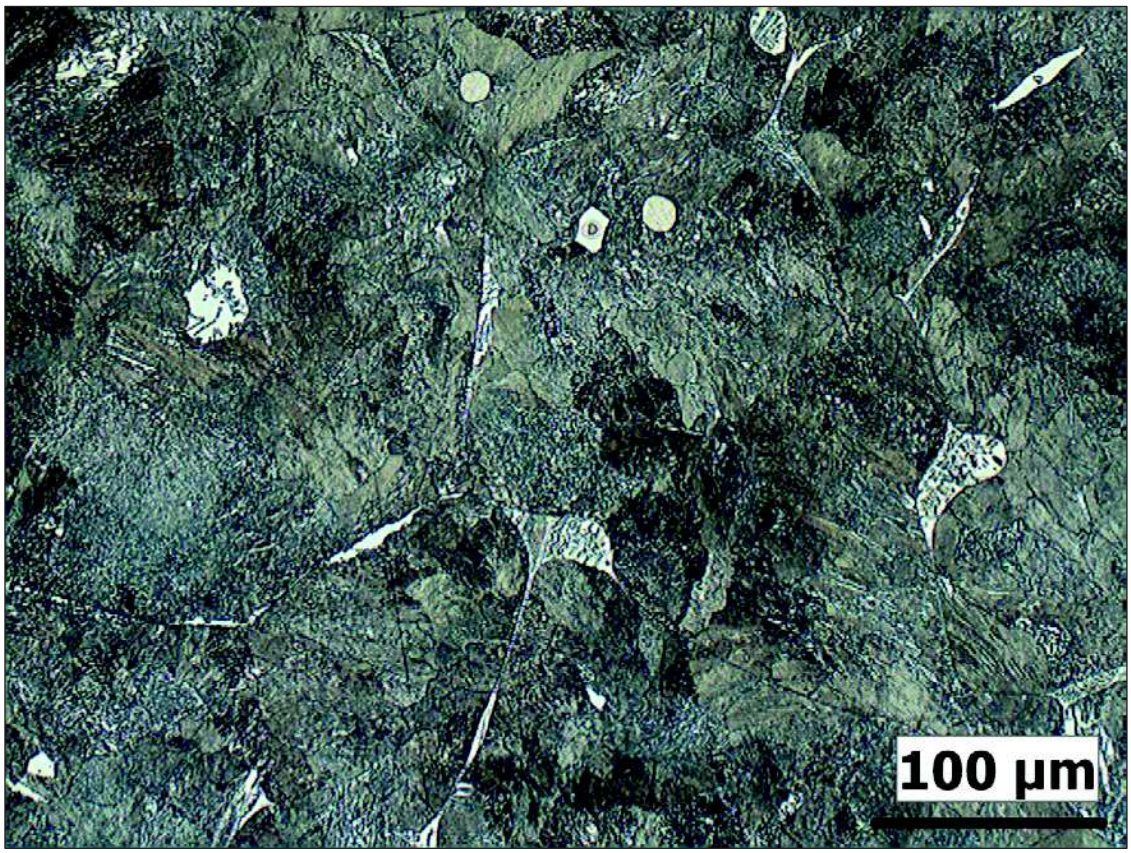


Figure 223 : Structure aciérée hypereutectoïde de CHAV-ST12-F06. La matrice, majoritairement perlitique, comprend des aiguilles de cémentite* formant localement de la lédéburite*, ainsi que des eutectiques phosphoreux de forme globulaire.

Le métal de la chute ST54-F03[295] est compact, ne contenant que quelques cavités de faibles dimensions (quelques dizaines de microns de long). La section de ST12-F06 montre quant à elle un métal compact dans la partie présentant une face plane, et des cavités de forme arrondie (de dimensions millimétriques) par ailleurs. Le métal de ST54-F02, comportant peu de cavités, est traversé par un réseau de fissures sur toute la largeur de la section observée (Cf. Figure 224). Seule la partie jouxtant la face plane montre un métal plus compact. Les fissures se développent à deux échelles. Les fissures les plus importantes présentent des liserés de corrosion à chaud. Les plus fines se sont formées aux joints de grains. Ces caractéristiques confirment que le morceau de métal a bien fait l'objet d'un travail de post-réduction.

[295] Les fiches synthétisant les observations micrographiques effectuées sur les échantillons évoqués sont présentées en annexe H : CHAV-ST12-F06 p. 226 ; CHAV-ST54-F02 p. 229 ; -ST54-F03 p. 232.

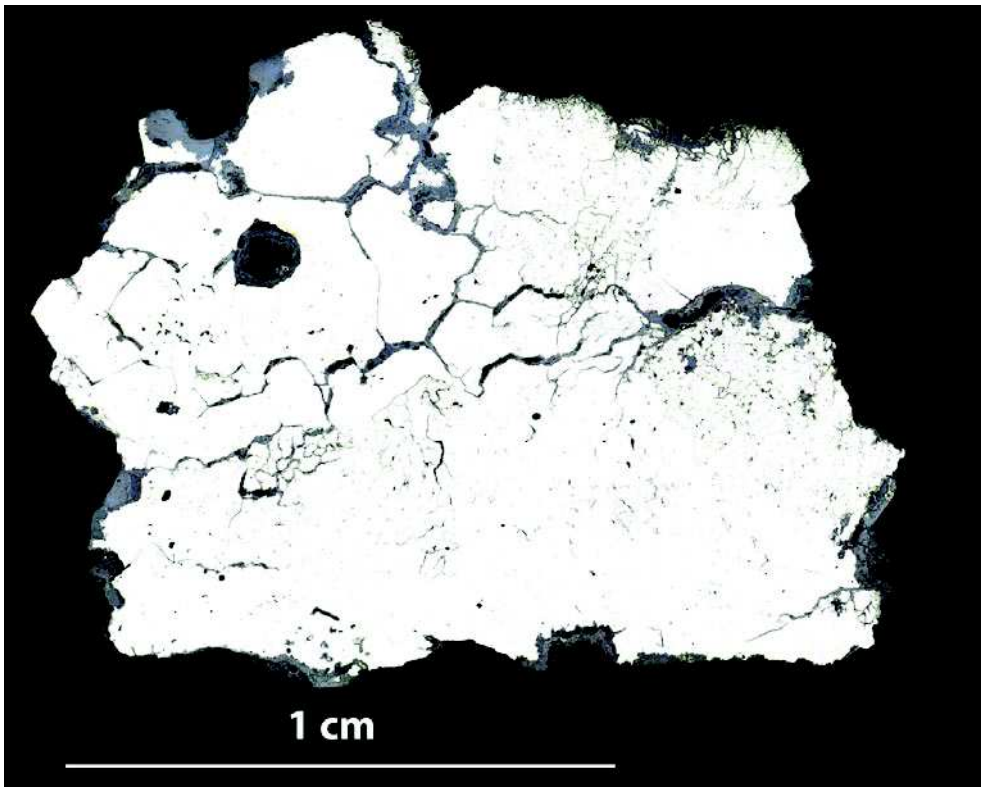


Figure 224 : Section polie transversale de la chute facettée CHAV-ST54-F02

La section de la chute ST12-F06 ne montre qu'une plage de scorie, tapissant la paroi d'une des cavités. Les deux autres contiennent de la scorie sous la forme d'inclusions globulaires de quelques dizaines à plus d'une centaine de micromètres de diamètre (Cf. Figure 225).

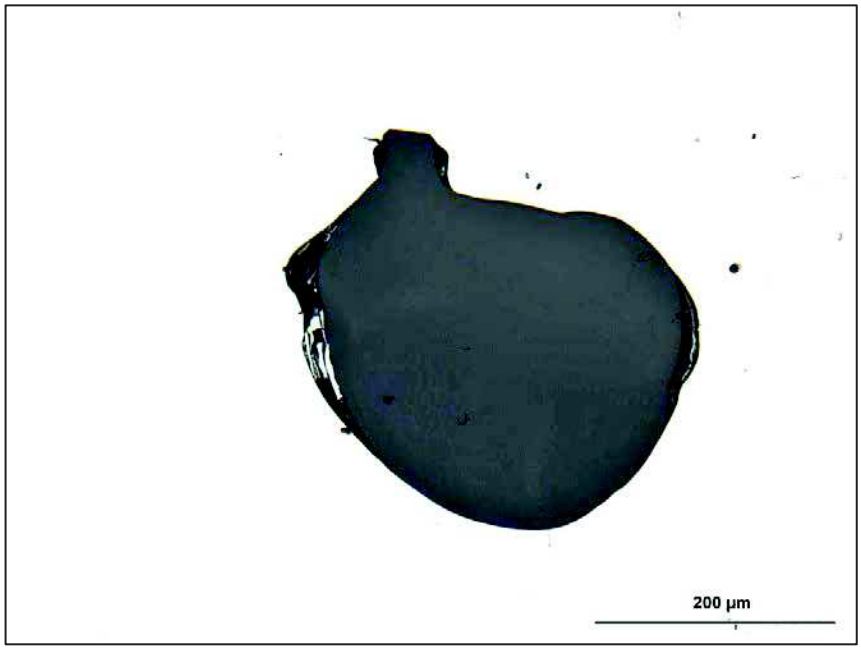


Figure 225 : Scorie à fine cristallisation incluse dans le métal de CHAV-ST54-F02

4.1.3.3.2. Composition chimique – éléments majeurs

Les trois chutes ont fait l'objet d'une caractérisation chimique au moyen du MEB-EDS. Pour ST12-F06, seule la plage de scorie évoquée *supra* a été analysée. La composition de la scorie incluse est similaire à celle adhérant au débris décrit précédemment. Elle se distingue des scories de réduction de *La Crassière* par une teneur en calcium bien supérieure (Cf. Figure 226). Le phosphore est présent en quantités variables, mais bien inférieures aux teneurs des scories de réduction. Les concentrations en magnésium et manganèse sont également inférieures à celles de la scorie de réduction.

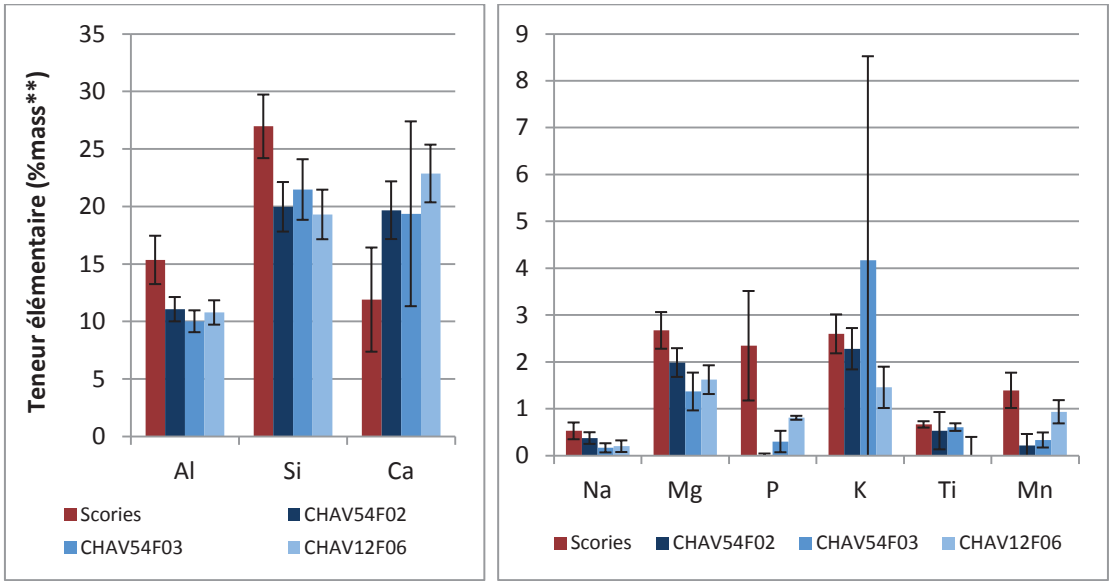


Figure 226 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, de la scorie incluse dans les chutes de métal facettées du site de Chavigny- *Le Haldat*

4.1.3.3.3. Composition chimique – éléments traces

A l'instar de ce qui a été observé pour la coulure et le débris informe analysés, la signature chimique en éléments traces des chutes facettées correspond bien à celle de la scorie de réduction de l'atelier de *La Crassière* (Cf. Figure 227).

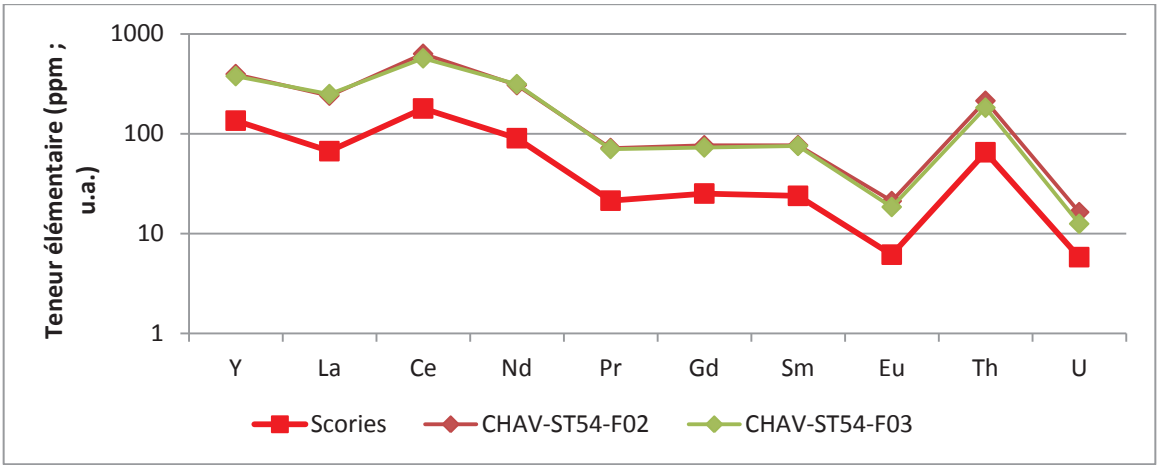


Figure 227 : Profils de concentration en éléments traces de la scorie incluse dans les chutes de métal facettées du site de Chavigny – *Le Haldat*

4.1.3.4. *Le Haldat* : des activités de post-réduction liées à un site de production du fer altomédiéval ?

La caractérisation chimique, en éléments majeurs, de la scorie associée aux déchets métalliques permet de mettre en évidence une différence de composition par rapport à la scorie de réduction du site de la *Crassière.* Cette différence est avant tout marquée par le faciès plus calcique de la scorie associée aux déchets métalliques (Cf. Figure 228). De plus, nous observons dans certains l'absence de phosphore. La composition atypique des scories de réduction de l'atelier de *La Crassière* par rapport à la tendance du Plateau de Haye a déjà été mise en évidence à l'occasion de la caractérisation chimique des ensembles de production lorrains (Cf. paragraphe 3.1.1.3). La signature chimique caractérisant les déchets a ainsi été comparée à celle de la totalité des échantillons de fragments de minerai et scories de réduction analysées pour le Plateau de Haye.

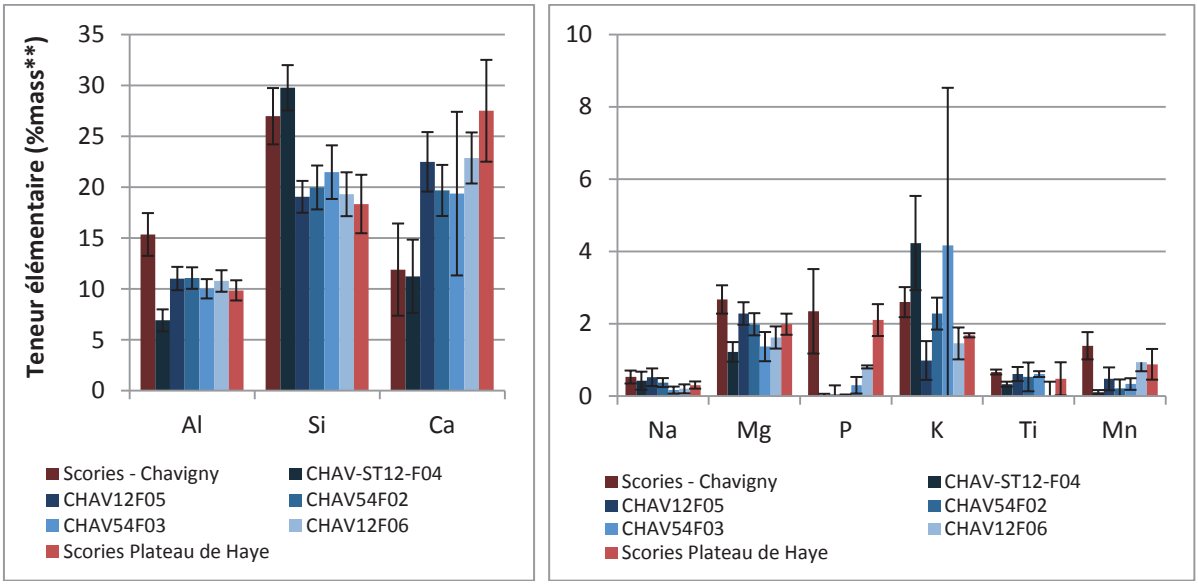


Figure 228 : Comparaison entre les teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, des déchets métalliques du site de Chavigny- *Le Haldat*, des scories de réduction de l'atelier de *La Crassière*, et celles du secteur du Plateau de Haye

Les teneurs moyennes en calcium de la scorie associée aux déchets métalliques du *Haldat* sont similaires à la concentration moyenne pour le Plateau de Haye, qui est environ deux fois supérieure à celle des scories de réduction du site de réduction de *La Crassière.* Seule CHAV-ST12-F04, la coulure de fer, se démarque nettement de cette tendance par son faciès plus siliceux, ce qui confirme que la scorie adhérente n'est pas strictement de la scorie de réduction[296].

La composition des autres déchets métalliques du *Haldat* apparaît compatible avec la signature chimique globale du Plateau de Haye. Ce sont les scories de réduction analysées pour le site de réduction de *La Crassière* qui s'en démarquent. Deux phénomènes peuvent ainsi expliquer la différence observée entre les deux sites médiévaux de Chavigny. La composition chimique des scories échantillonnées sur le site de réduction ne serait pas représentative de la tendance générale caractérisant la production de *La Crassière.* Il faudrait s'en assurer en analysant d'autres échantillons

[296] Les grains de quartz observés pourraient provenir dans ce cas de débris des parois de la structure de réduction, ou du sol du canal de coulée équipant le bas fourneau.

provenant des amas de scorie de ce site. Si cette particularité venait à se confirmer, il faudrait envisager la possibilité que les déchets métalliques étudiés pour *Le Haldat* soient issus d'une ou plusieurs opérations de réduction particulières[297], caractérisées par la production d'une scorie. La composition chimique de la scorie associée aux déchets métalliques apparaît toutefois similaire à la signature chimique globale du secteur du Plateau de Haye.

4.1.3.5. Vérification de la compatibilité chimique entre les déchets métalliques du *Haldat* et l'ensemble de production *Minette*

La signature chimique des échantillons étudiés pour l'habitat altomédiéval de Chavigny apparaissant compatible avec celle de l'ensemble [Minette], une démarche multivariée de confrontation a été entreprise. Une Analyse en Composantes Principales a été réalisée à partir du même jeu de données de référence que précédemment (Cf. Figure 229). Les quinze variables, *logratios* de teneurs en éléments traces et majeurs, ont été conservées.

[297] Par rapport aux scories de réduction analysées pour le site de Chavigny – *La Crassière.*

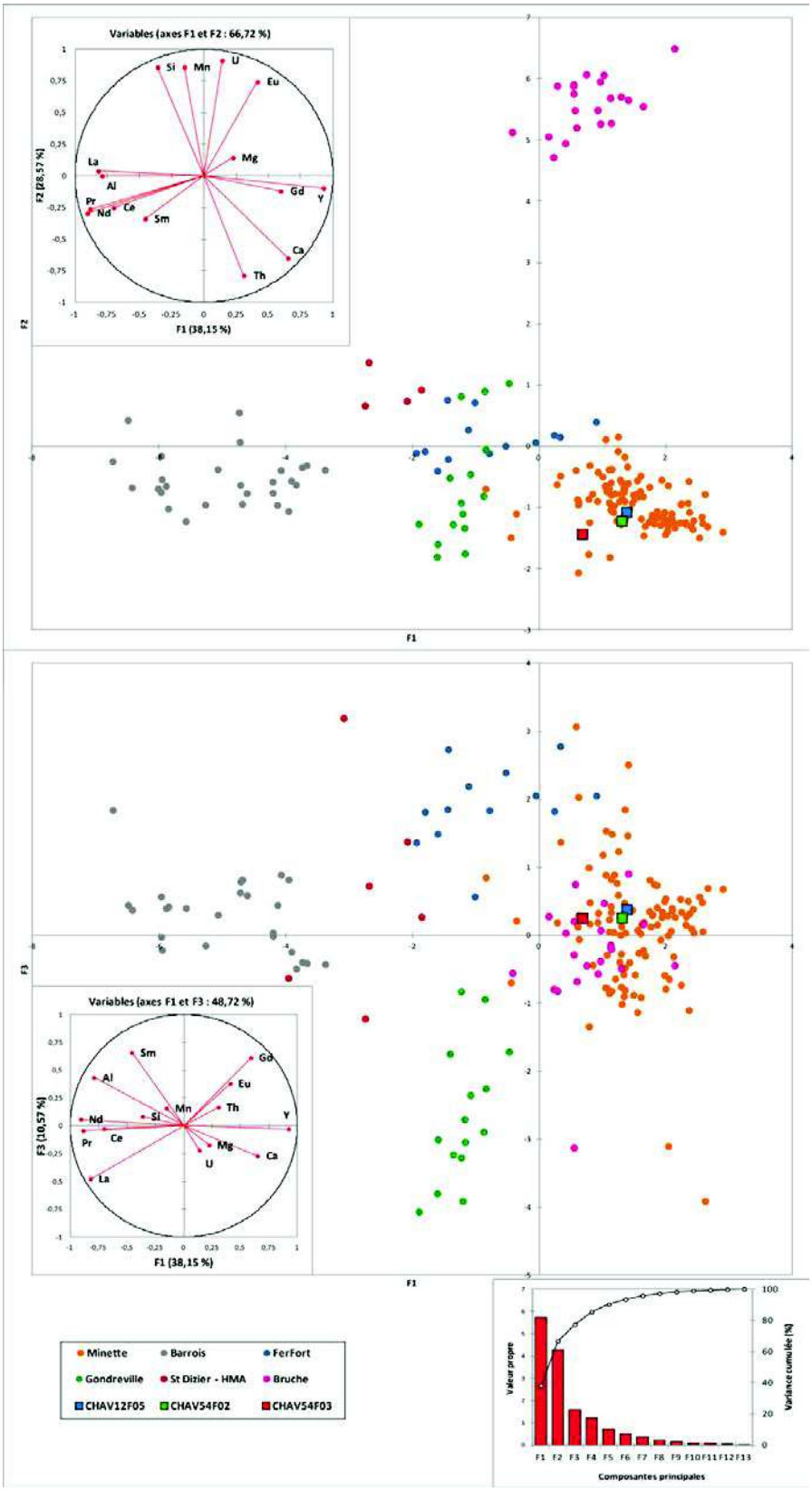


Figure 229 : Projection, sur les deux plans de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, des ensembles de production lorrains et des déchets métalliques de Chavigny- *Le Haldat*

La signature chimique des trois déchets métalliques du *Haldat* apparaît compatible avec le domaine chimique défini par les scories de réduction et minerais liés à l'exploitation de la *Minette lorraine* tel qu'il est représenté dans le plan de plus grande variance, défini par les composantes F1 et

F2. Ceci est confirmé par le partitionnement effectué par une Classification Ascendante Hiérarchique réalisée sur les coordonnées des individus sur les cinq premières composantes principales définies à l'occasion de l'analyse précédente (Cf. Figure 230).

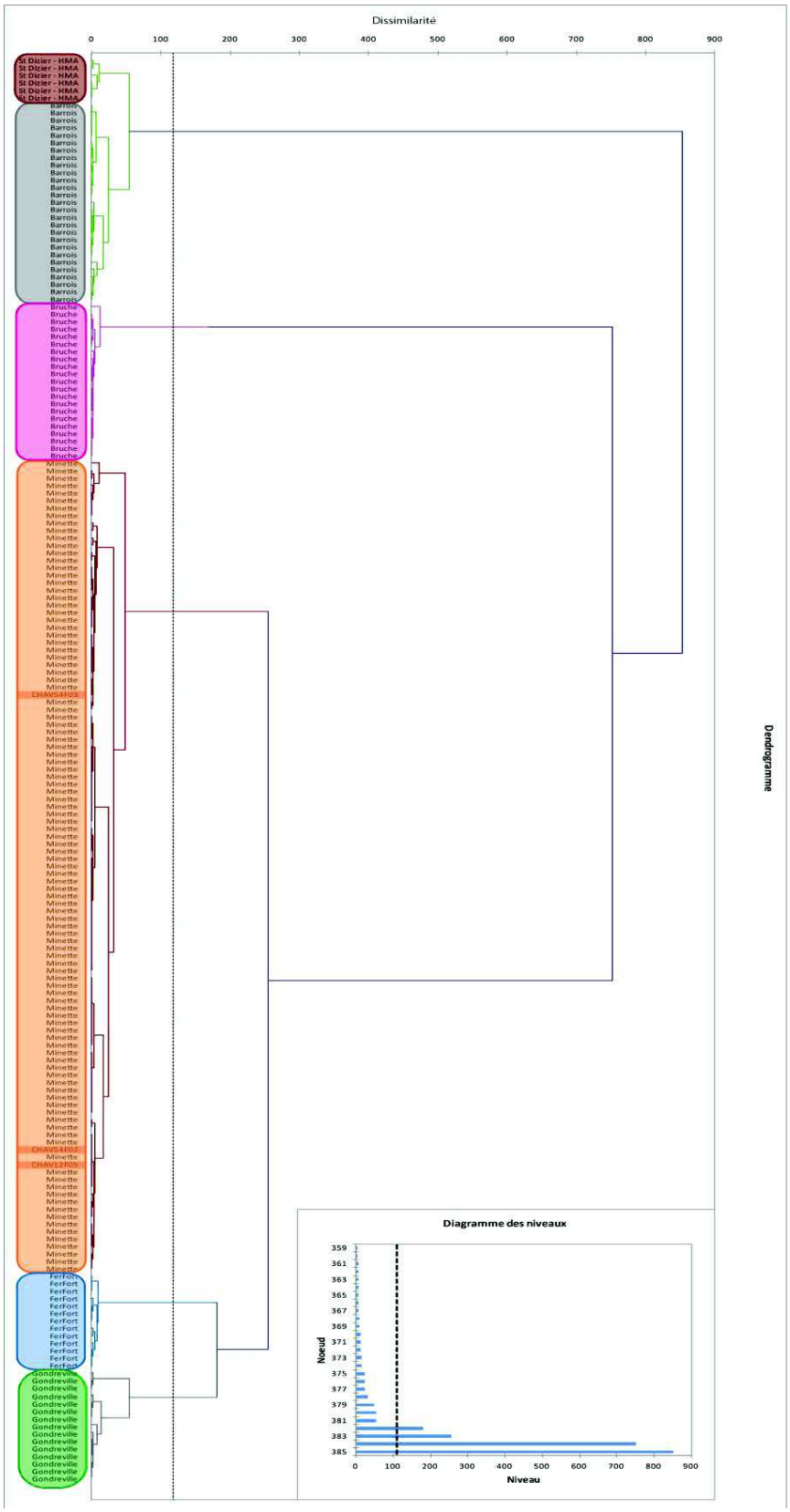


Figure 230 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les cinq premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 229

Une régression logistique a été réalisée afin de déterminer les probabilités d'attribution des trois déchets analysés pour *Le Haldat* à l'ensemble de production défini comme le plus probable par l'approche descriptive (Cf. Figure 231).

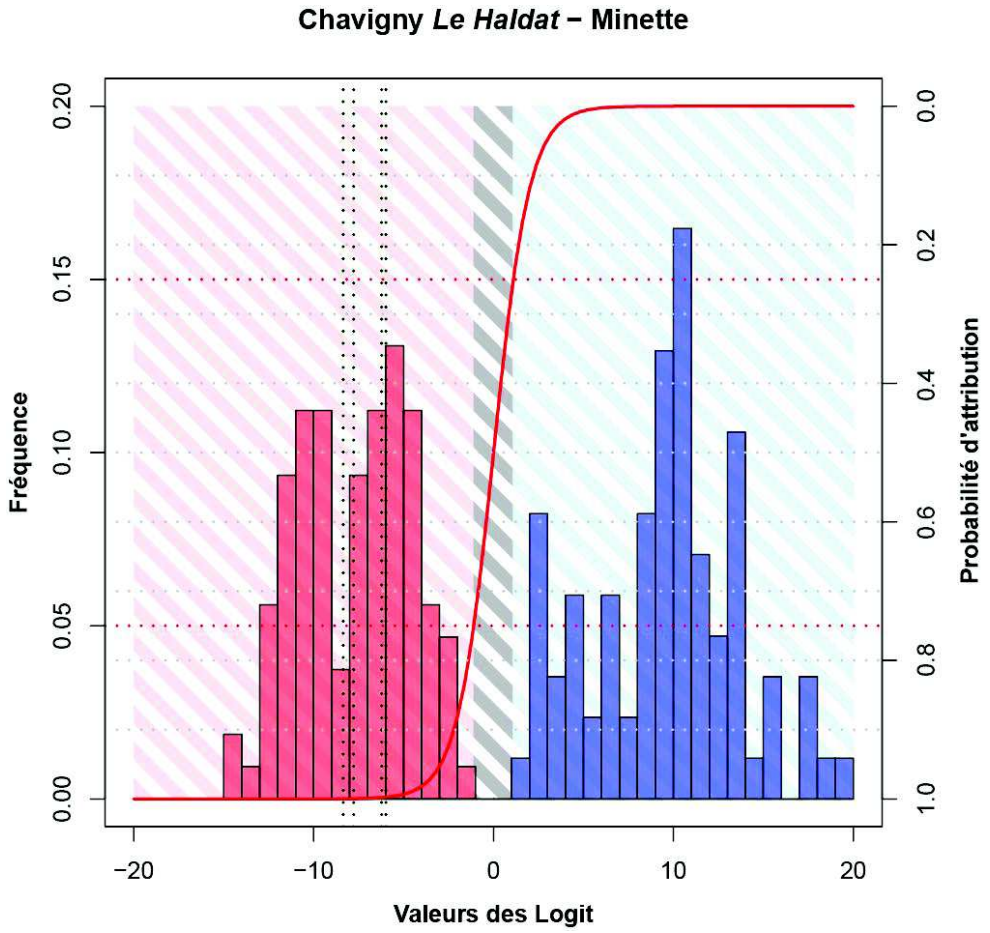


Figure 231 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des échantillons métalliques du *Haldat* (traits pointillés verts).

Les valeurs logit calculées pour les trois échantillons du *Haldat,* à partir du modèle constitué pour la discrimination de l'ensemble *Minette*, sont élevées (entre -6 et -8,2) (Cf. Tableau 16). Les probabilités d'attribution de ces échantillons à l'ensemble *Minette* sont également très fortes, toutes supérieures à 0,999. Ainsi, au vu de notre perception actuelle de la diversité chimique des fragments de minerai et scories de réduction associés aux activités anciennes de production du fer en Lorraine, ces déchets métalliques sont très probablement issus de la réduction du minerai oolithique aalénien.

Catégorie	Echantillon	Probabilité d'attribution des échantillons	Valeur du Logit
Fer informe	CHAV12F05	0,999580266	-7,77546991
Chute facettée	CHAV54F02	0,999765759	-8,358927531
Chute facettée	CHAV54F03	0,998022453	-6,223918433

Tableau 16 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour les échantillons métalliques de l'atelier du *Haldat*

Le dernier traitement statistique appliqué aux données chimiques recueillies à partir de ces déchets vise à confronter directement la signature de ces derniers à la dispersion de l'ensemble de production le plus probable (Cf. Figure 232).

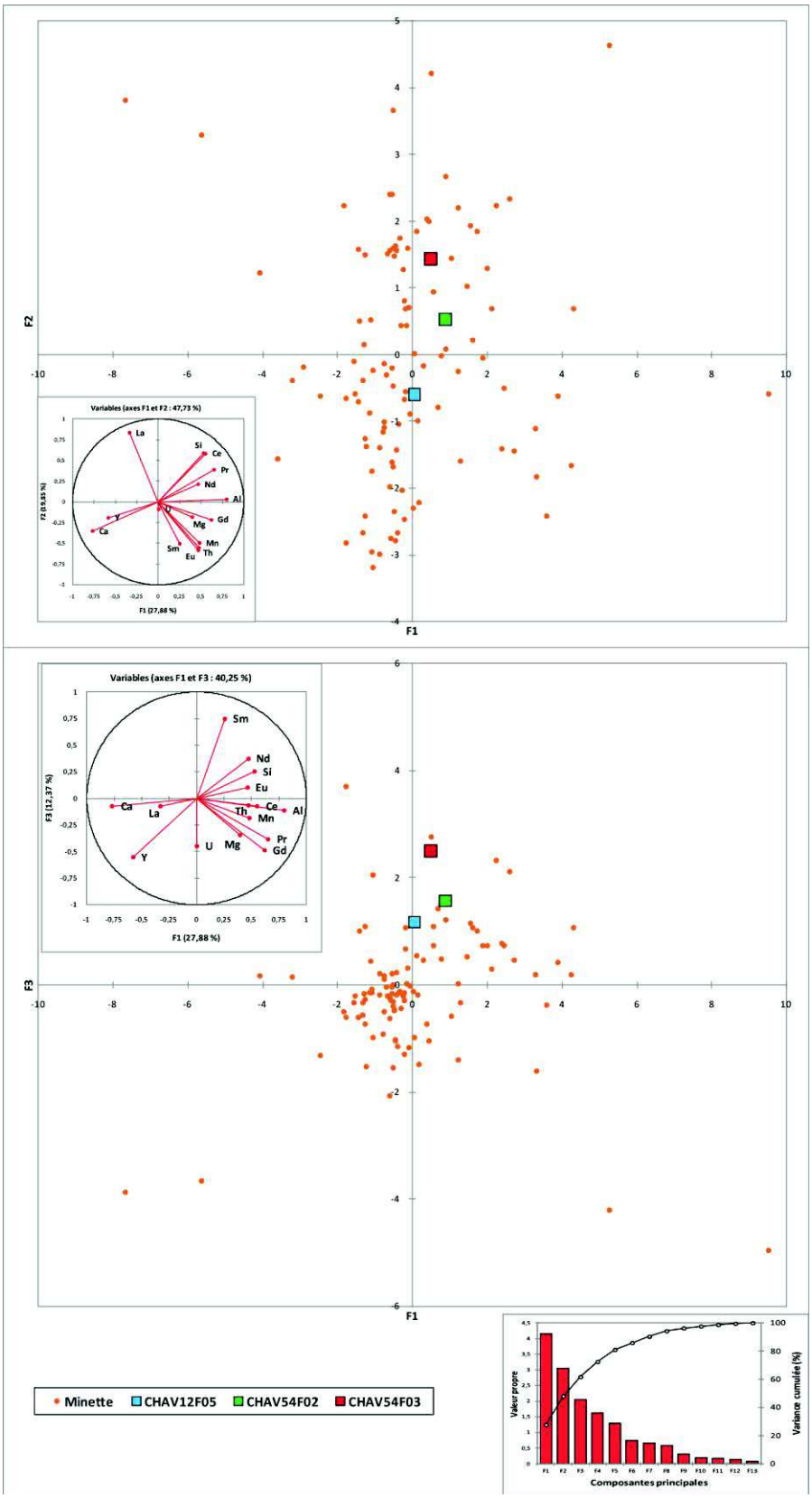


Figure 232 : Projection, sur les deux plans de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, de l'ensemble de production *Minette* et des déchets métalliques du site de Chavigny – *Le Haldat*

La faible part de la variance totale du nuage de points exprimée par les deux principaux plans discriminants, déjà observée dans le cas des sites étudiés précédemment au fil de cette partie, nous amène à réaliser une classification des coordonnées des individus sur les sept premières composantes principales (Cf. Figure 233).

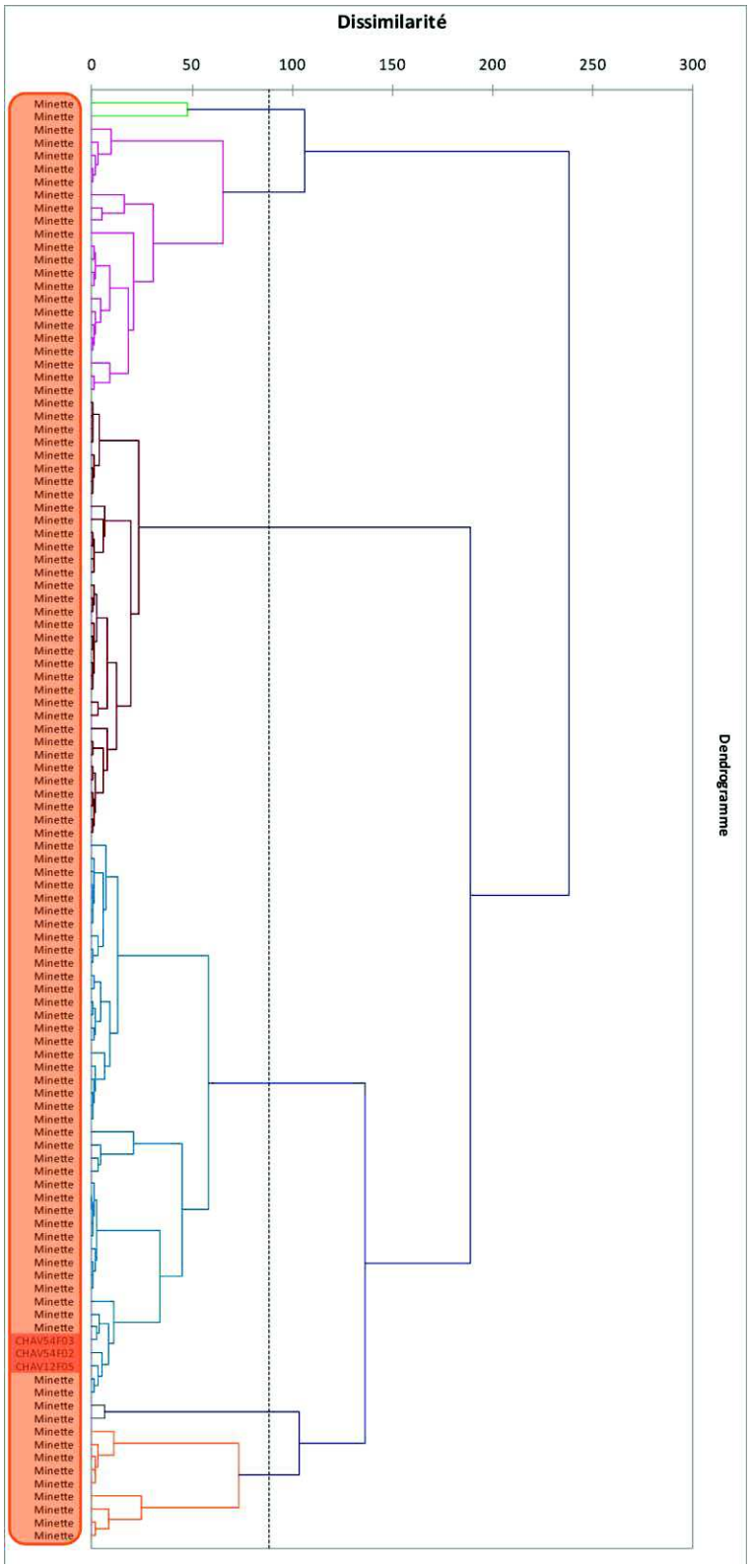


Figure 233 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les sept premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 232

Les trois déchets métalliques *du Haldat* à Chavigny ne peuvent être distingués de l'ensemble de production *Minette* du point de vue de leur signature chimique inclusionnaire. Ils peuvent ainsi être considérés comme étant issus de la réduction du minerai oolithique aalénien.

4.1.3.6. Conclusion partielle

Les indices d'activités sidérurgiques mises au jour sur le site d'habitat du *Haldat* à Chavigny suggèrent la proximité de structures liées à la réduction du minerai (certainement, dans ce cas, l'atelier situé au lieu-dit *La Crassière*, situé à une centaine de mètres de là), ainsi que la présence d'activités de post-réduction. Une dizaine de fragments métalliques, parmi les 78 isolés en traitement post-fouille, ont fait l'objet d'un examen plus poussé. Celui-ci a permis de mettre en lumière le lien des déchets métalliques avec des phases relativement précoces de la chaîne opératoire. En effet, les fragments les plus élaborés peuvent être associés à un travail de première mise en forme du métal brut. Il est également remarquable que la totalité des échantillons considérés montrent un faciès très carburé, la structure dominante étant dans ce contexte un acier hypereutectoïde, proche de la fonte. Il est envisageable de considérer ces déchets comme étant des reliquats abandonnés à l'occasion de premiers traitements de masses de métal brutes produites à partir de la réduction de la *Minette* au sein de l'atelier voisin de *La Crassière*. Ainsi, on pourrait imaginer qu'une aire de travail liée à des activités d'épuration se soit trouvée à proximité directe des fonds de cabane fouillés, et que les déchets métalliques retrouvés soient uniquement des fragments métalliques considérés comme impropres au forgeage à l'issue d'un travail de tri et rejetés à proximité de l'espace de travail.

4.2. Les sites de production associés à l'emploi d'autres minerais

4.2.1. Le site de réduction de Velaine-en-Haye – ZAC Herbue Chalin

4.2.1.1. Description structurale des masses de métal brut

Le site de la *ZAC Herbue Chalin* fait partie, rappelons-le, d'un ensemble comprenant deux ateliers ayant réduit, à la fin du premier âge du Fer, un minerai inséré entre les niveaux bajocien et bathonien. Les scories de réduction de ce site définissent, avec celles mises au jour sur le site de Gondreville – *ZAC de la Roseraie*, l'ensemble [Gondreville-Velaine]. Deux fragments métalliques, interprétés comme des masses brutes, ont été mis au jour sur le site. Le métal de la première,

Velaine-002[298], présente une compacité médiocre. Bien que le métal soit dans ce cas aggloméré, de nombreuses cavités de dimensions inframillimétriques à millimétriques parsèment la section polie. Le métal contient des inclusions de scorie présentant une forme de globules (Cf. Figure 234). La présence de ces structures, alliée au fait que ni les cavités ni les inclusions de scorie n'ont subi de déformation, confirme qu'il s'agit bien là d'un fragment de métal brut issu de la réduction.

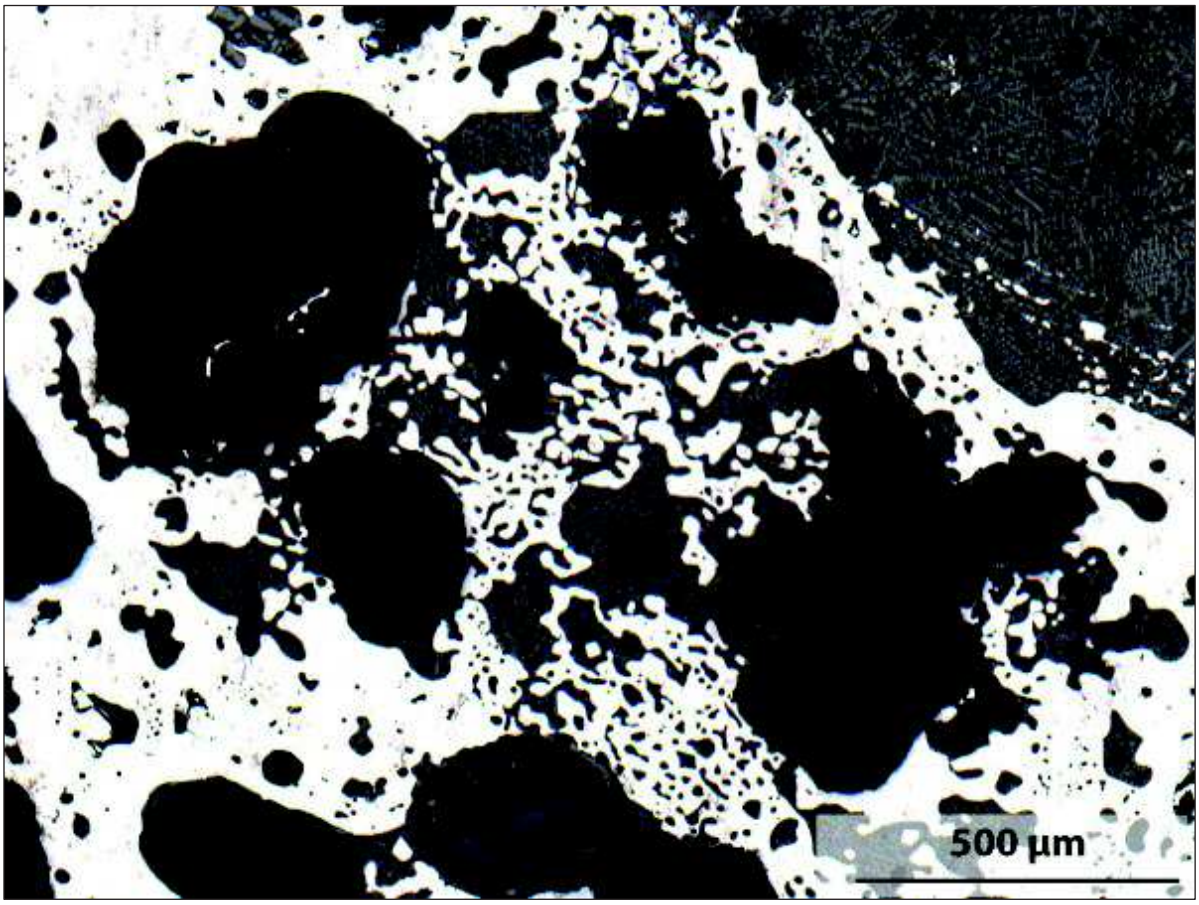


Figure 234 : Micrographie de la masse brute Velaine-002 montrant des plages de scorie de tailles et de formes diverses (Cliché : S. Bauvais, repris)

L'échantillon Velaine-027[299] est un fragment constitué de métal et de scorie présentant une face plane, évoquant un détachement lors de la mise en forme d'une masse de métal brut. Le fragment est constitué de métal en cours de réduction, présent sous la forme de filaments et de globules plus ou moins agglomérés. La morphologie des éléments métalliques évoque la structure du minerai mis au jour sur le site. En effet, des fantômes d'oolithes sont visibles par endroits sur la section (Cf. Figure 235). Plus de la moitié de la section observée est constituée de scorie, comportant beaucoup d'oxydes de fer présents sous forme de globules, ou de dendrites épaisses.

[298] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 236.
[299] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 239.

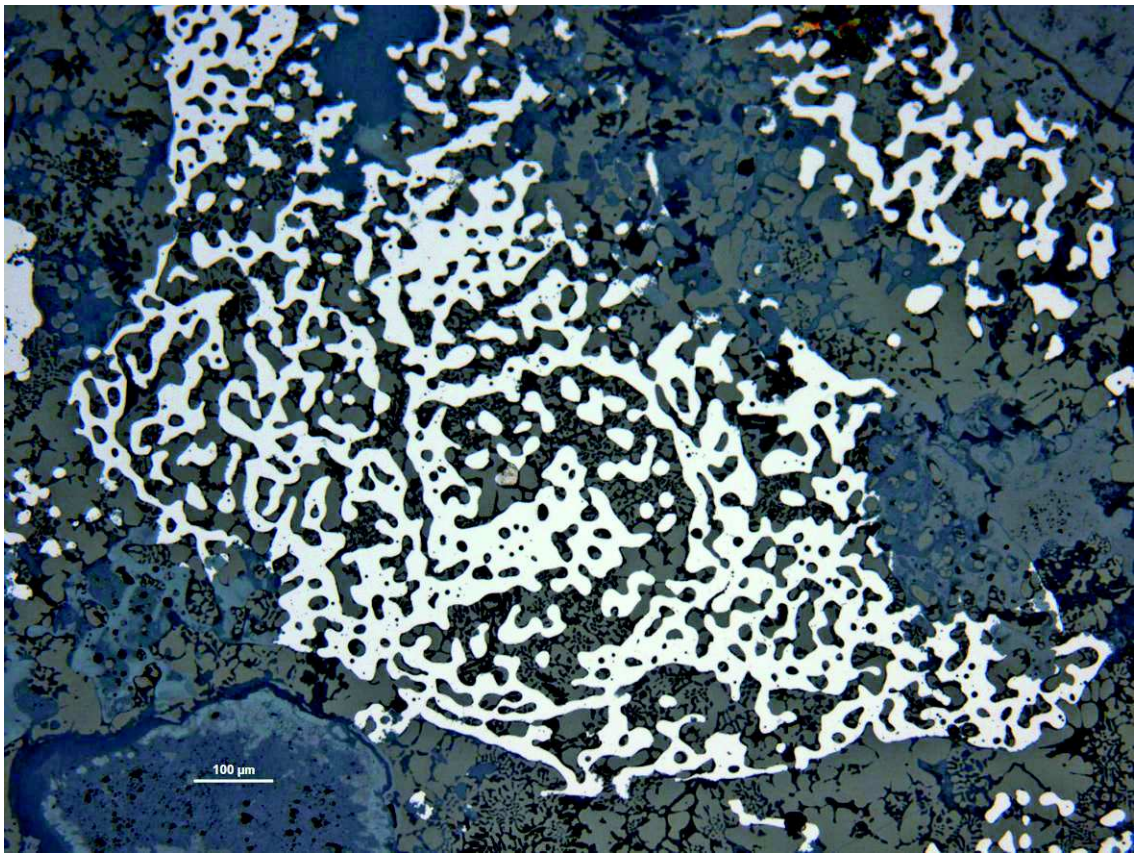


Figure 235 : Micrographie montrant des filaments de métal évoquant localement la structure oolithique du minerai, au sein d'une scorie riche en oxydes de fer. (Cliché : S. Bauvais, repris)

Les deux fragments sont constitués d'un métal très majoritairement ferritique. Velaine-002 présente toutefois quelques plages ferrito-perlitiques. Il s'agit bien ici de deux masses brutes issues de la réduction, et présentant deux degrés de réduction du métal. Alors que Velaine-002 est suffisamment compact pour être travaillé et peut être considéré comme un fragment métallique à proprement parler, Velaine-027 apparaît comme un fragment détaché d'une masse de métal plus compacte. Ce dernier paraît semblable à certains déchets étudiés par ailleurs pour le contexte d'atelier des *Noires Terres*[300].

Suivant le parti pris d'intégrer, au sein d'un même ensemble, les marqueurs géochimiques des ateliers de la *ZAC Herbue-Chalin* et de la *ZAC de la Roseraie*, la signature des masses brutes présentées *supra* sera comparée à l'ensemble défini dans la sous-partie 2633.1.6. Les oxydes de fer représentant plus de 80 % de la masse du matériau dans le cas des minerais et de l'échantillon Velaine-027, une comparaison des teneurs normalisées pour les éléments majeurs, telle que réalisée pour les autres contextes, s'avère ici inappropriée. Seule sera utilisée la comparaison avec les éléments traces.

[300] Principalement les échantillons ME-E2-F071, ME-C3-F001 et ME-Sd4-F001.

4.2.1.2. Comparaison des caractéristiques chimiques des masses brutes et des scories de réduction

Il a été établi, dans le chapitre précédent (voir paragraphe 3.1.6.3), que la filiation chimique entre les minerais et scories échantillonnés et analysés n'était pas assurée dans ce cas précis. Seuls les échantillons de scorie, au nombre de onze, seront ainsi employés en tant que référentiel de comparaison dans ce cas (Cf. Figure 236).

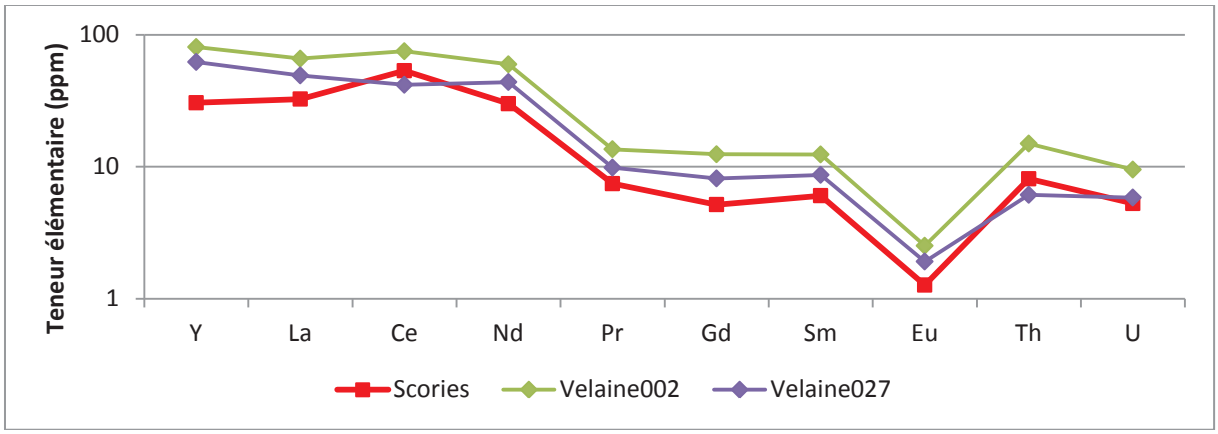


Figure 236 : Profils de concentration en éléments traces de la scorie incluse dans la masse de métal brute Velaine-002 et la scorie constituant le déchet de réduction Velaine-027 mis au jour sur le site de la *ZAC Herbue Chalin*

Le profil de concentration de la scorie présente au sein de la masse de fer brute Velaine-002 montre de légères différences (teneur plus faible en cérium et plus importante en gadolinium) par rapport à la scorie de réduction. La différence est plus marquée dans le cas de la signature du déchet de réduction Velaine-027, et implique plus particulièrement les teneurs en cérium et thorium.

4.2.1.3. Compatibilité chimique entre les masses brutes et l'ensemble [Gondreville-Velaine]

L'Analyse en Composantes Principales a été réalisée dans les mêmes conditions (corpus et variables employés) que précédemment pour les sites de production associés à la *Minette lorraine* (Cf. Figure 237). Les projections, sur le plan de plus grande variance, des deux masses brutes du site de Velaine – *Herbue Chalin* suggère une affinité chimique entre ces dernières et les scories de réduction et fragments de minerai définissant les ensembles de production [Gondreville – Velaine] et [Fer fort]. Afin de préciser cette tendance, un partitionnement du référentiel géochimique a été effectué.

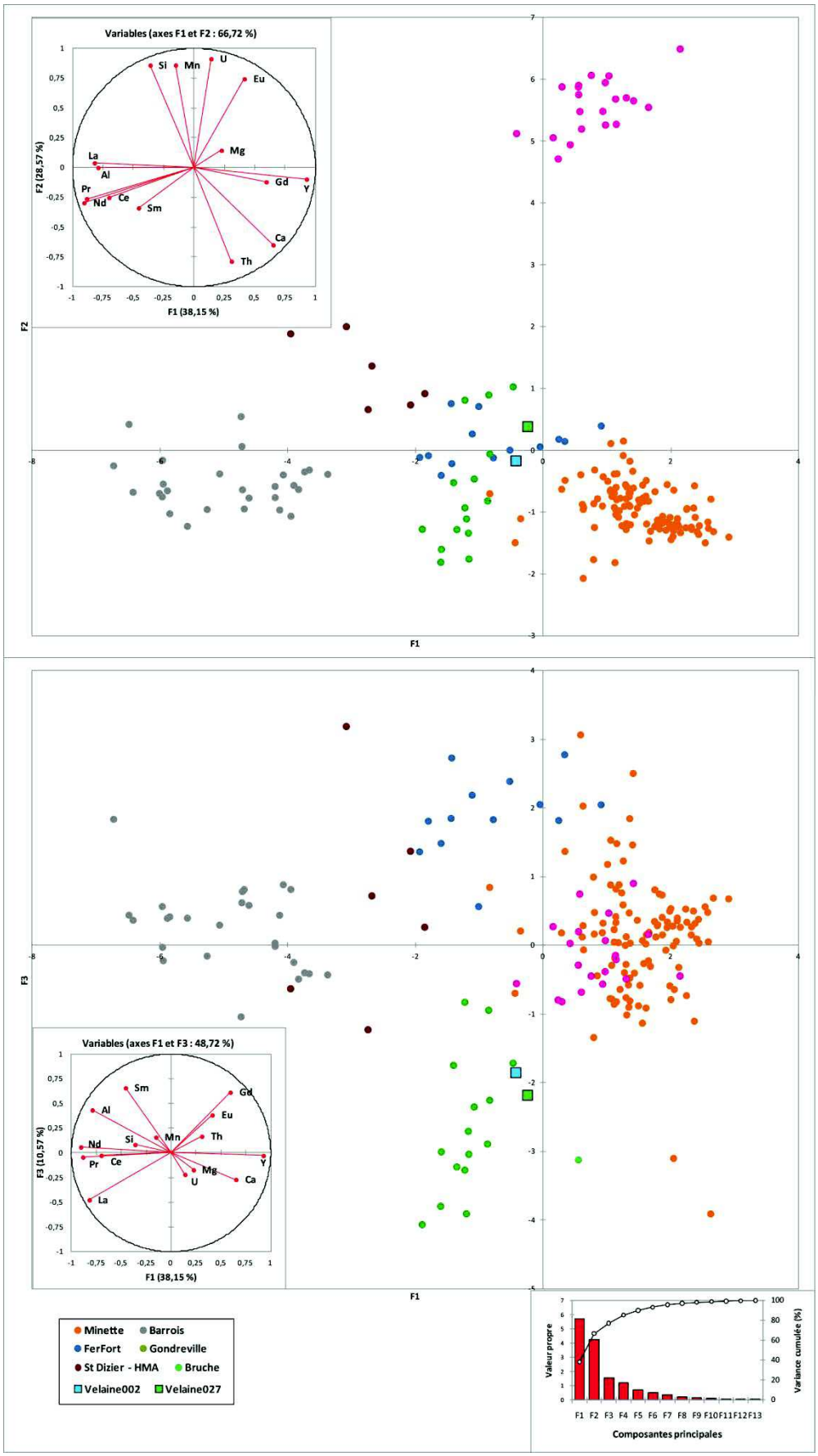


Figure 237 : Projection, sur les deux plans de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, des ensembles de production lorrains et des fragments mis au jour sur le site de la *ZAC Herbue Chalin*

La CAH réalisée sur les coordonnées[301] des individus composant le corpus de référence et des deux échantillons attribue bien ces derniers à l'ensemble de production [Gondreville – Velaine]. L'ensemble apparaît par ailleurs bien distingué des autres (Cf. Figure 238).

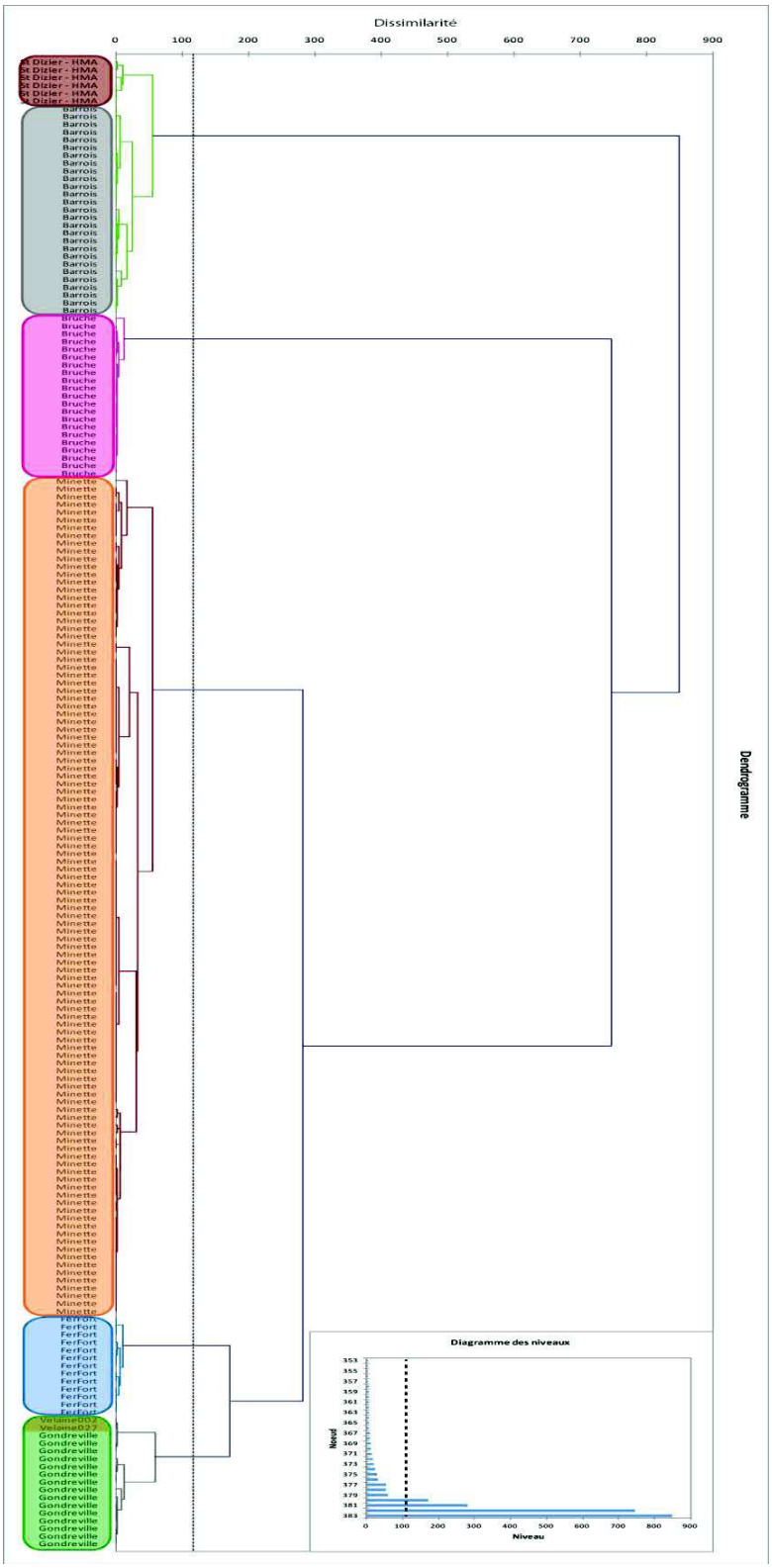


Figure 238 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les composantes principales de l'ACP présentée en Figure 237 pour les échantillons mis au jour sur le site de la *ZAC Herbue Chalin*

[301] Des individus sur les cinq premières composantes principales de l'ACP en Figure 237.

La régression logistique effectuée pour évaluer la probabilité que les deux masses brutes de Velaine soient chimiquement associées à l'ensemble sidérurgique [Gondreville – Velaine] permet d'y attribuer ces derniers avec une relative certitude (les probabilités d'attribution sont fortes, alors que le seuil défini pour le modèle est de 0.5) (Cf. Figure 239 et Tableau 17). Bien que [Gondreville – Velaine] soit bien distingué des autres ensembles lorrains, le faible nombre d'individus le composant nous amène cependant à considérer les résultats du test avec prudence, comme cela a été souligné dans le chapitre 3.

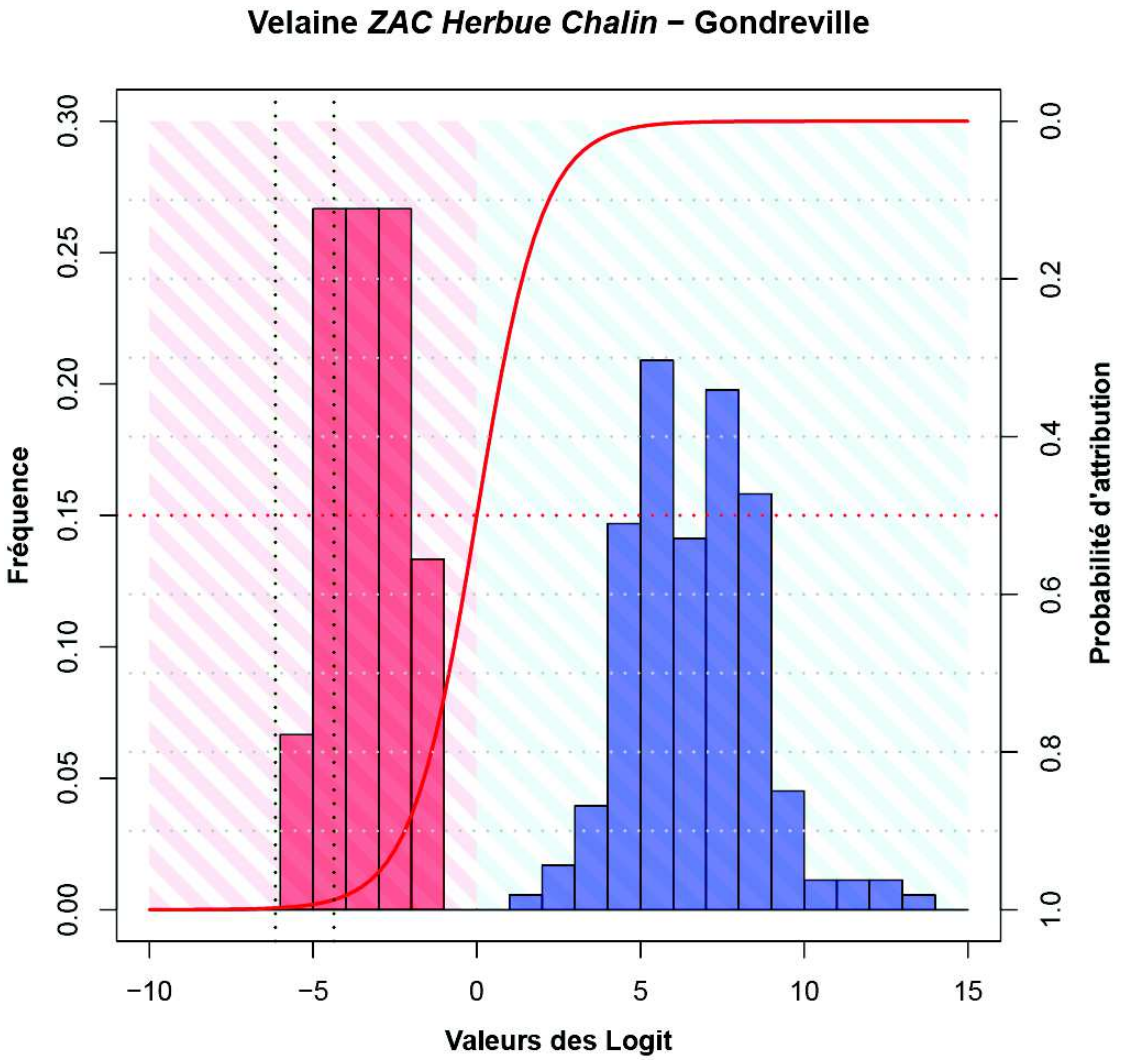


Figure 239 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des masses brutes de Velaine – *ZAC Herbue Chalin* (traits pointillés verts).

Catégorie	Echantillon	Probabilité d'attribution des échantillons	Valeur du Logit
Masse brute	Velaine002	0,987389794	-4,360558422
Masse brute	Velaine027	0,997872607	-6,15072825

Tableau 17 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour les fragments de Velaine – *ZAC Herbue Chalin*

L'ensemble de production [*Gondreville – Velaine*] peut être aisément discriminé des autres ensembles constituant le référentiel. Il est par conséquent possible de comparer directement la signature chimique des masses brutes de Velaine – *ZAC Herbue Chalin* au domaine chimique de ce dernier (Cf. Figure 240 : Projection, sur les deux plans de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, de l'ensemble de production [Gondreville-Velaine] et des fragments mis au jour sur le site de la *ZAC Herbue Chalin*).

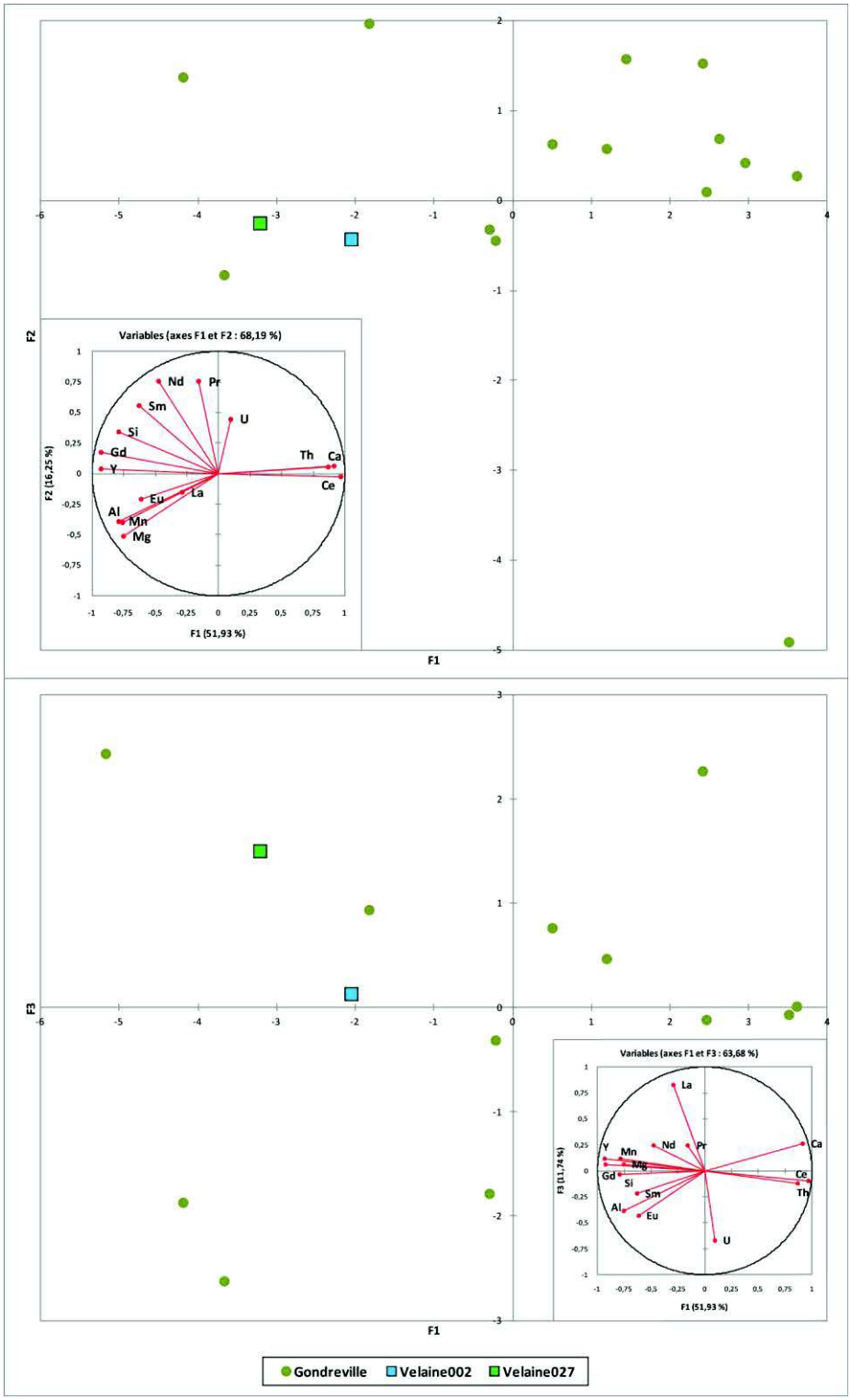


Figure 240 : Projection, sur les deux plans de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, de l'ensemble de production [Gondreville-Velaine] et des fragments mis au jour sur le site de la *ZAC Herbue Chalin*

Dans le plan de plus grande variance de l'espace multivarié, les projections des deux fragments issus du site de la *ZAC Herbue Chalin* s'insèrent dans le nuage de points exprimant le domaine chimique de l'ensemble de production considéré. La part de la variance totale exprimée sur ce plan étant d'environ 70 %, une classification a été réalisée sur les cinq premières composantes principales, totalisant 91,8 % de cette variance (Cf. Figure 241).

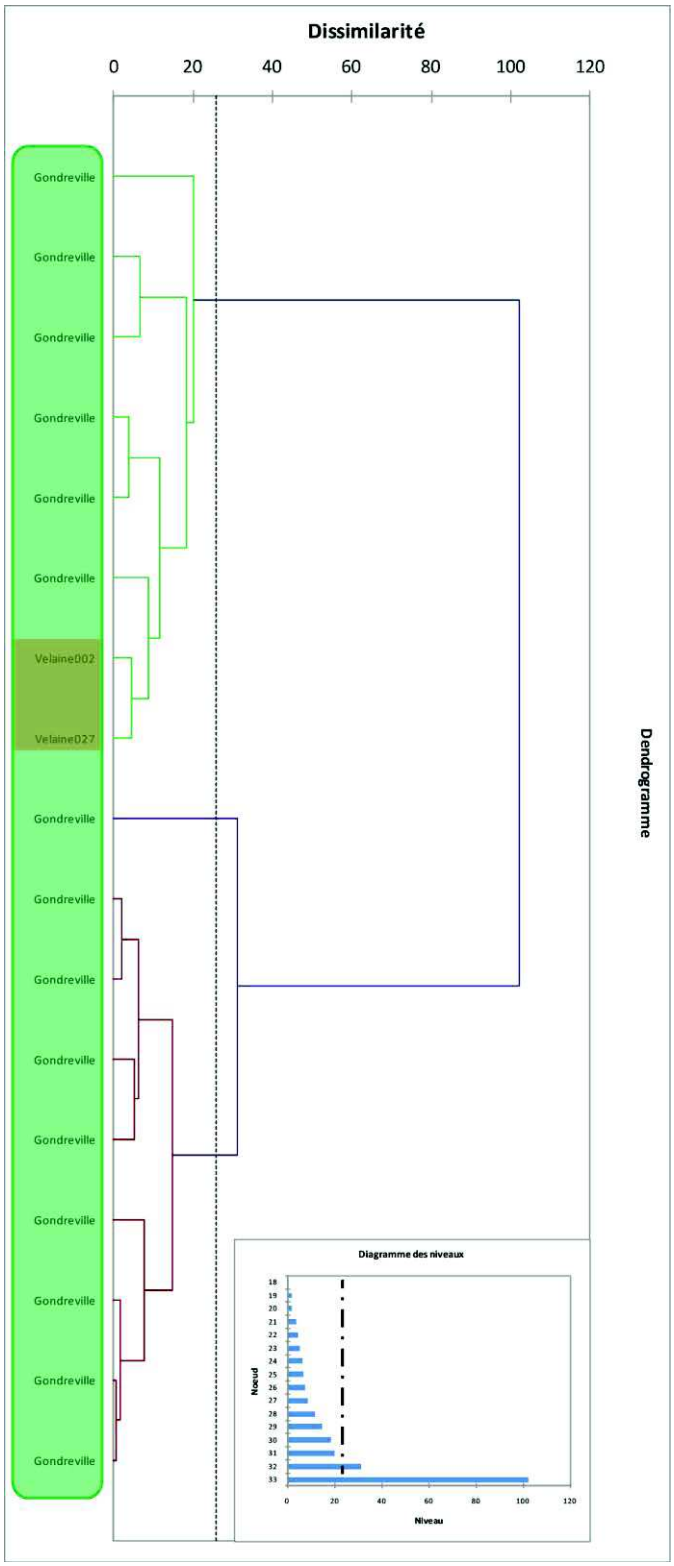


Figure 241 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les cinq premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 240

La composition chimique caractérisant la scorie associée aux deux masses brutes de Velaine-en-Haye – *ZAC Herbue Chalin* se trouve associée de manière forte aux échantillons définissant l'atelier de réduction de ce même site, ainsi que celui de Gondreville – *ZAC de la Roseraie*. Cette similitude permet de considérer que les masses brutes proviennent bien de la réduction du minerai utilisé par les deux ateliers constituant l'ensemble de production.

4.2.2. Les ateliers de production du Chêne Saint-Amand, à Saint-Dizier

La fouille des ateliers de production du fer présents sur les sites du *Chêne Saint-Amand* à Saint-Dizier n'a livré que peu de déchets métalliques. Il est toutefois à noter la découverte d'une masse de métal pesant près de deux kilogrammes, provenant du site altomédiéval du *Chêne Saint-Amand* (Leroy M., Merluzzo 1998, p. 91-92). Provenant de ce même site, un bloc de minerai réduit sous forme métallique, associé au bas fourneau BF1000, a été étudié dans le cadre de ce travail. Le seul déchet métallique notable issu du site médiéval[302], provenant d'un fond de cabane (St. 172), présente une forme parallélépipédique. Il pourrait ainsi s'agir d'un bloc de minerai totalement réduit en métal, ou d'un fragment détaché d'une masse de métal plus importante. Ce fragment a également été considéré dans le cadre de cette étude. Un fragment de fer à cheval a par ailleurs été mis au jour lors de la fouille de ce fond de cabane. Nous avons par conséquent voulu déterminer s'il était chimiquement compatible avec les ateliers de production du site médiéval du *Chêne Saint-Amand.* Nous avons montré, à l'occasion du chapitre précédent, que les productions des ateliers des sites du *Chêne Saint-Amand* pouvaient être distinguées chimiquement. Nous chercherons par conséquent à vérifier dans un premier temps la compatibilité chimique entre le déchet métallique et le fragment de fer à cheval issus du fond de cabane ST. 172 et les scories de réduction et minerai analysés pour le site médiéval. Nous considérerons par la suite l'éventuelle compatibilité chimique entre le fragment de minerai métallique associé au bas fourneau BF1000 et l'ensemble représenté par les ateliers de production altomédiévaux.

4.2.2.1. Les ateliers médiévaux

Des déchets caractéristiques des opérations de post-réduction (battitures et scories en calotte) ont été mis au jour sur le site médiéval, suggérant la présence d'une chaîne opératoire complète. Etant donné le faible nombre de déchets métalliques mis au jour, il ne sera pas possible d'étudier en détail l'évolution de l'héritage chimique du système de réduction, à l'instar de ce qui a été réalisé pour le site de Messein – *Les Noires Terres.* Il est toutefois possible d'émettre l'hypothèse selon laquelle le fer à cheval évoqué *supra* ait été produit sur place. Nous décrirons successivement les caractéristiques structurales et chimiques du bloc métallique et du fragment de fer à cheval mis au jour dans le fond de cabane St. 172.

[302] Le fragment, de dimensions centimétriques, pèse 130 grammes. Il provient d'un fond de cabane dont le creusement recoupe le bas fourneau 130.

4.2.2.1.1. Observations micrographiques

Le fragment métallique interprété comme agglomérat de grains de minerai réduits (StDz132[303]) présente bien les caractéristiques morphologiques propres à cette catégorie de déchets, détaillée en particulier à l'occasion de l'étude des sites de Messein – *Les Noires Terres* et Ludres – *Chaudeau.* Des cavités de dimensions importantes (submillimétriques à millimétriques) et ne montrant pas trace de déformation sont visibles sur la section. La plupart de ces vacuoles sont remplies de produits de corrosion. La propreté inclusionnaire est médiocre ; de la scorie se trouve incluse dans des poches aux contours complexes (Cf. Figure 242). La structure du métal apparaît majoritairement ferritique.

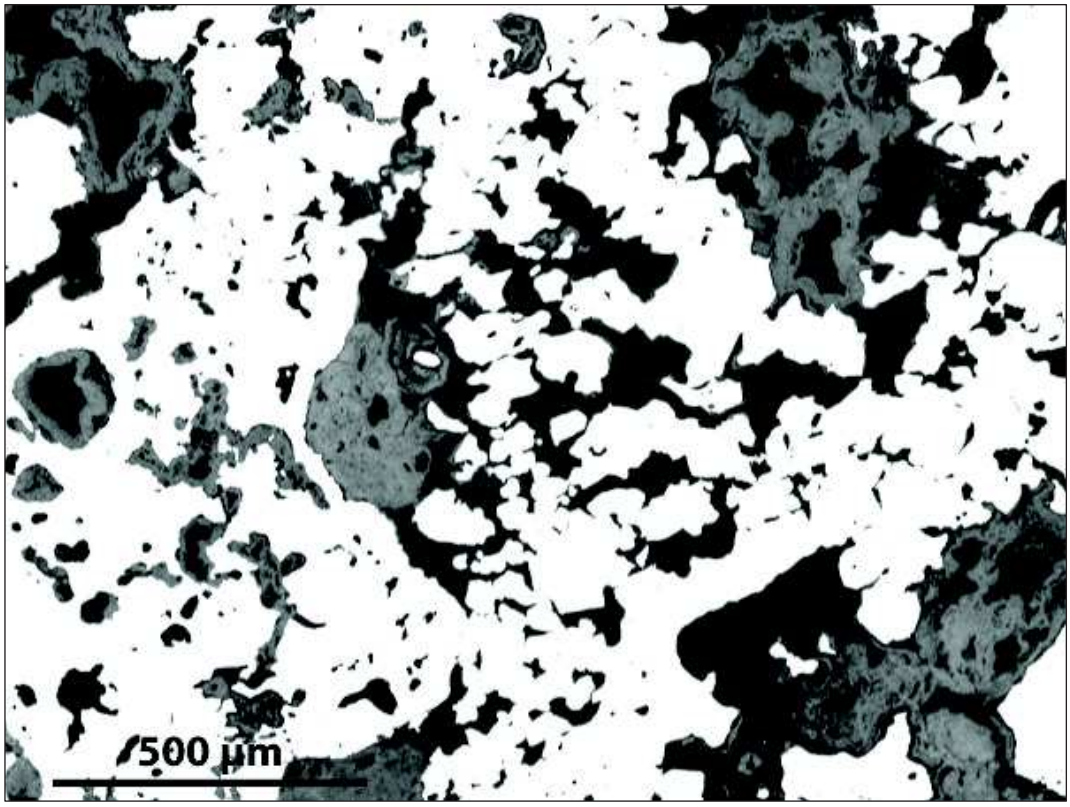


Figure 242 : Micrographie mettant en évidence la scorie incluse et les cavités présentes au sein du métal de StDz132

La structure du métal est dans, le cas du fer à cheval StDz172-3[304], entièrement ferritique. La taille des grains est importante, de l'ordre de la centaine de microns de côté. La structure du métal ne présente pas d'écrouissage, ce qui peut paraître étonnant pour un objet de ce type, soumis aux contraintes induites par la masse de l'animal ferré. Des structures fantômes sont visibles, réparties sur l'ensemble de la section polie (Cf. Figure 243).

[303] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 243.
[304] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 249.

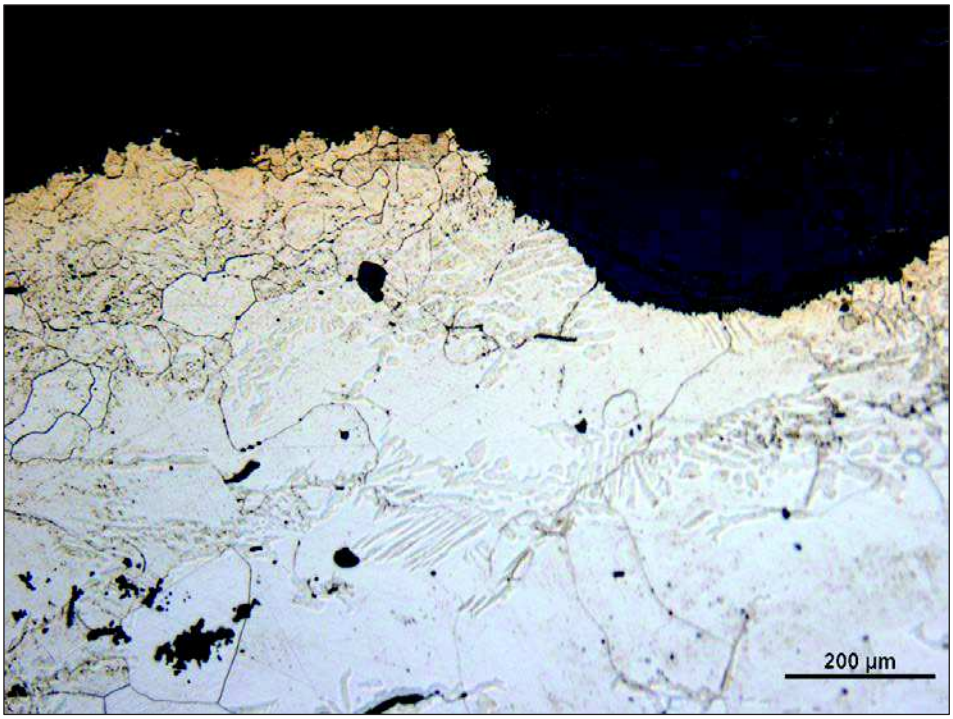


Figure 243 : Micrographie mettant en évidence la structure du métal du fer à cheval StDz172-3

Une de ces structures fantômes souligne par ailleurs une ligne de soudure visible sur l'axe longitudinal de la section. La propreté inclusionnaire de l'échantillon est relativement médiocre. La scorie est présente sous la forme d'inclusions pulvérisées, de dimensions micrométriques. Des inclusions de plus grande taille sont également visibles, de forme généralement complexe. D'autres sont allongées, et forment des alignements. La morphologie des inclusions, dont une partie montre une forme irrégulière et trapue[305], laisse entendre qu'une partie de la scorie de réduction est restée piégée dans le métal, et est restée conservée tout au long de l'élaboration de l'objet.

4.2.2.1.2. Composition chimique – éléments majeurs

La signature chimique des ateliers de réduction médiévaux du *Chêne Saint-Amand* est caractérisée chimiquement par cinq échantillons de minerai et sept échantillons de scorie de réduction. La composition élémentaire en éléments majeur des deux échantillons métalliques a été comparée à ce corpus de référence.

L'information la plus marquante est la présence, en quantités très importantes, de phosphore dans les inclusions du fer à cheval StDz 172-3[306] (Cf. Figure 244). Il est également fort probable que la présence de cet élément au sein de la matrice métallique soit à l'origine des structures fantômes observées lors de l'examen métallographique. Ces concentrations importantes entraînent une baisse des teneurs relatives des autres éléments majeurs. Ainsi, les teneurs en aluminium, silicium et calcium seraient équivalentes, en s'affranchissant de la teneur en phosphore,

[305] Semblables aux inclusions observées sur la section polie de la soie de préhension ME-1750-F01 de Messein – *Les Noires Terres* (Cf. sous-paragraphe 4.1.1.5.1.).
[306] Le phénomène affecte de manière équivalente les 150 inclusions de scorie analysées sur la section polie de l'objet.

à celles observées pour les scories de réduction et l'agglomérat de grains de minerai métalliques. Ces dernières apparaissent par ailleurs légèrement plus siliceuses et plus calciques que le minerai. Le potassium, contenu en faible quantité dans le minerai, est enrichi dans la scorie de réduction et les inclusions. Les teneurs plus importantes en potassium dans la scorie de réduction et les inclusions laissent supposer un apport relatif élevé du charbon de bois au cours de la réduction du minerai.

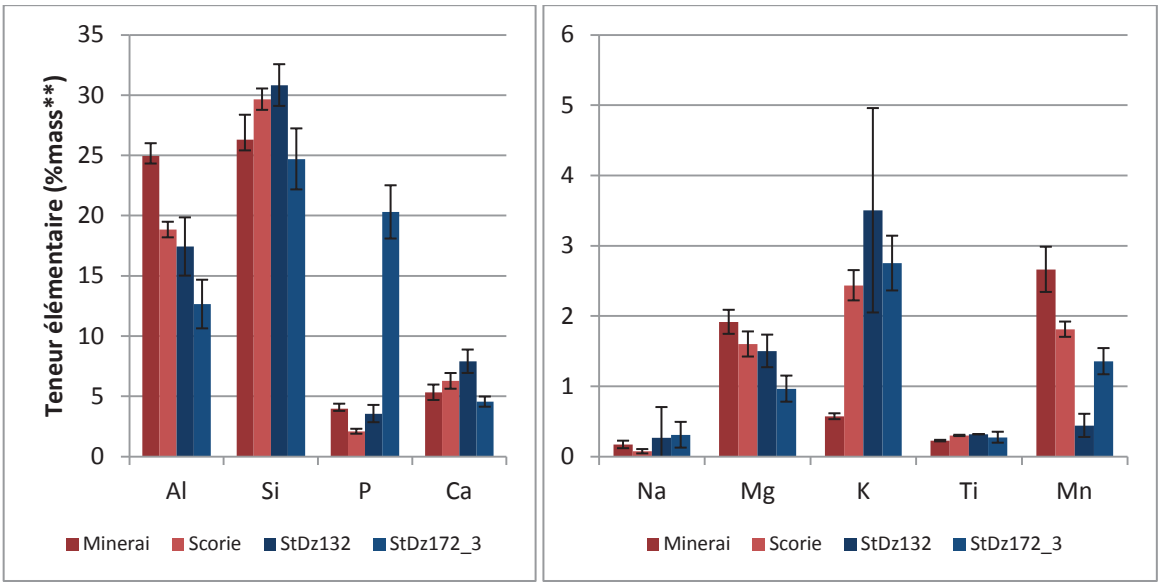


Figure 244 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, de la scorie incluse dans les échantillons métalliques du site médiéval du *Chêne Saint-Amand*

4.2.2.1.3. Composition chimique – éléments traces

Malgré les différences observées dans la composition en éléments majeurs entre le minerai d'une part et la scorie de réduction et les inclusions d'autre part, les profils de concentration en éléments traces sont identiques (Cf. Figure 245).

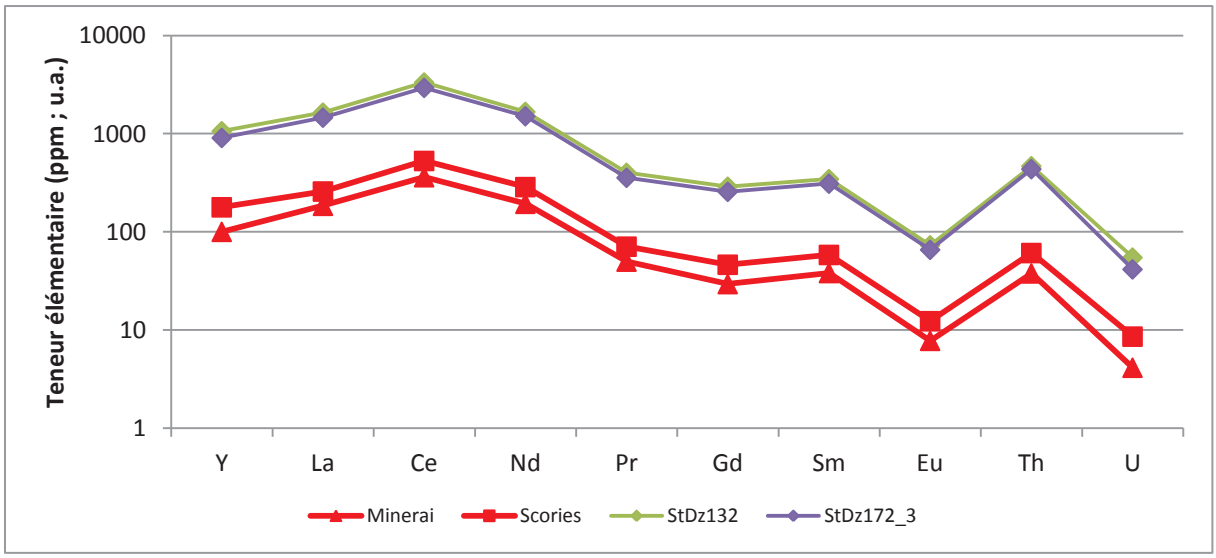


Figure 245 : Profils de concentration en éléments traces de la scorie incluse dans les échantillons métalliques du site médiéval du *Chêne Saint-Amand*

4.2.2.2. Les ateliers altomédiévaux

Le seul déchet métallique disponible pour étude est associé à l'opération de réduction du minerai de fer. La masse de métal mentionnée *supra,* dont les examens macroscopique et métallographique amènent à considérer cette dernière comme le produit d'une épuration, n'a pas pu être intégrée au présent travail.

4.2.2.2.1. Observations micrographiques

L'échantillon StDzBF1000[307] présente les caractéristiques d'un bloc de minerai réduit sous forme métallique. La section montre un métal parsemé de cavités de dimensions variables, dont les plus importantes adoptent des dimensions millimétriques. Certaines de ces cavités présentent une organisation typique d'un métal brut de réduction (Cf. Figure 246). Aucune de ces cavités n'est déformée. Les inclusions de scorie sont relativement rares, majoritairement de petites dimensions et de forme subcirculaire. Le bloc métallique présente des plages de scorie adhérente polyphasée, comprenant principalement des cristaux de spinelle aux contours anguleux et des lattes de fayalite. Des billes métalliques sont également observables.

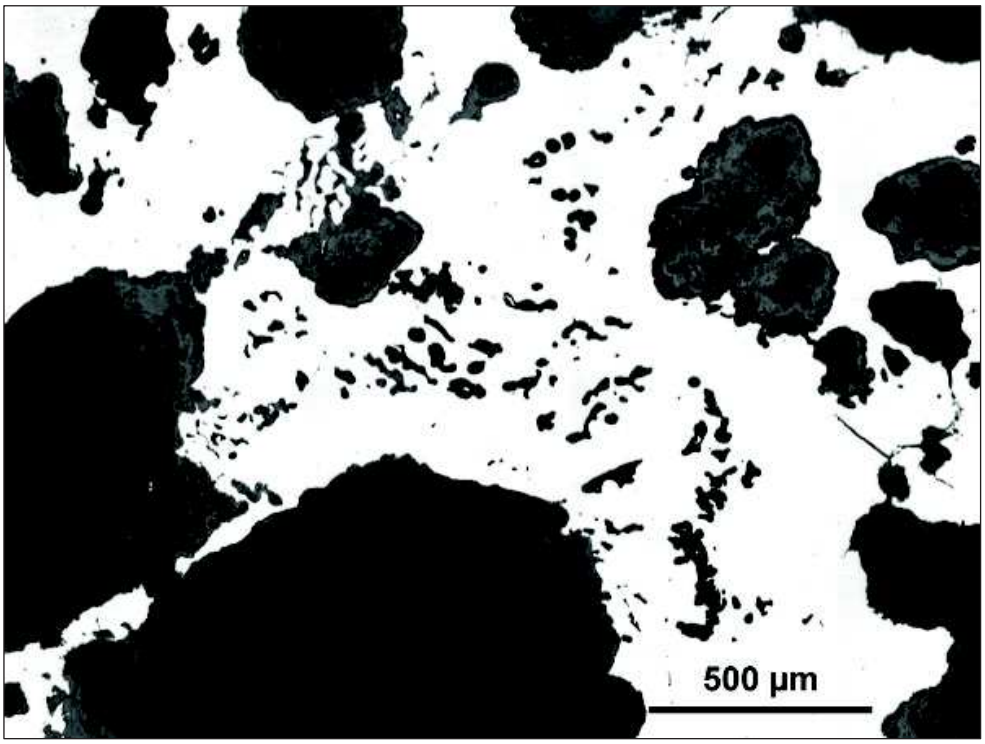


Figure 246 : Micrographie montrant des cavités de forme vermiculée, caractéristiques d'un métal brut de réduction

4.2.2.2.2. Composition chimique – éléments majeurs

La signature chimique de l'atelier altomédiéval du *Chêne Saint-Amand* est caractérisée chimiquement par deux échantillons de minerai et quatre échantillons de scorie de réduction. La

[307] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 246.

composition chimique de la scorie adhérente et incluse dans le bloc de grains de minerai métallique a été confrontée à ce référentiel.

Le faible nombre d'échantillons, particulièrement en ce qui concerne le minerai, limite la représentativité du corpus de référence. Il apparaît toutefois que la scorie associée au fragment métallique est plus alumineuse et moins siliceuse que la scorie de réduction caractérisant l'atelier. Ce constat est par ailleurs en accord avec les observations effectuées à l'occasion de l'examen métallographique, la scorie présentant dans ce cas une proportion importante des spinelles, certainement de l'hercynite*. Elle présente également un faciès plus potassique. Enfin, elle comporte une teneur anormalement élevée en manganèse (Cf. Figure 247).

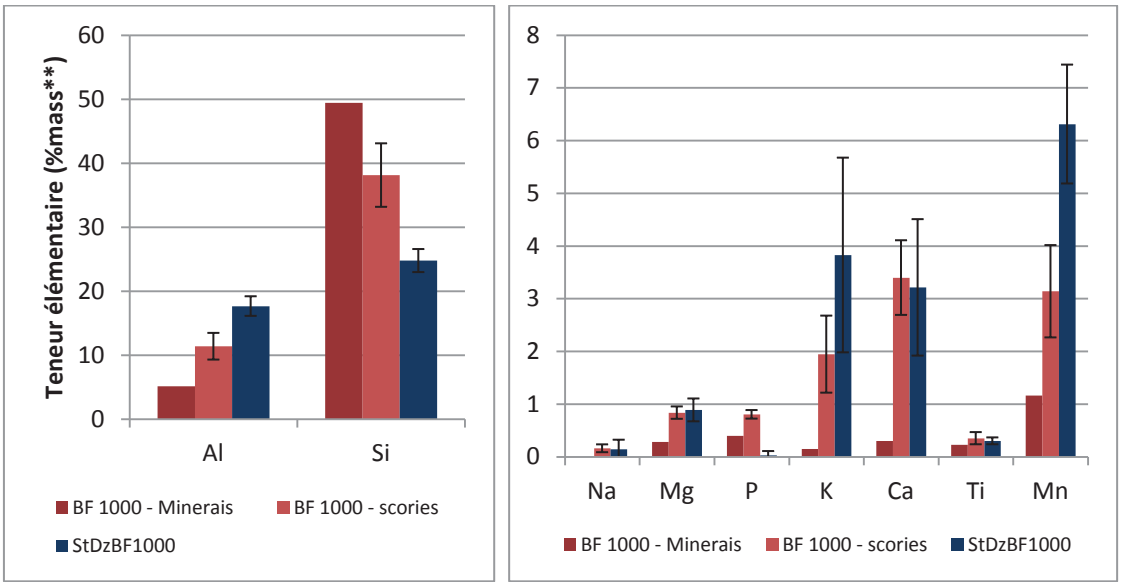


Figure 247 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, de la scorie incluse dans l'agglomérat de grains de minerai métalliques du site altomédiéval du *Chêne Saint-Amand*

4.2.2.2.3. Composition chimique – éléments traces

Le profil de concentration en éléments traces de la scorie associée à l'échantillon StDzBF1000 est similaire à ceux des échantillons de référence analysés pour cet atelier (Cf. Figure 248). Toutefois, une teneur en uranium plus importante est observable.

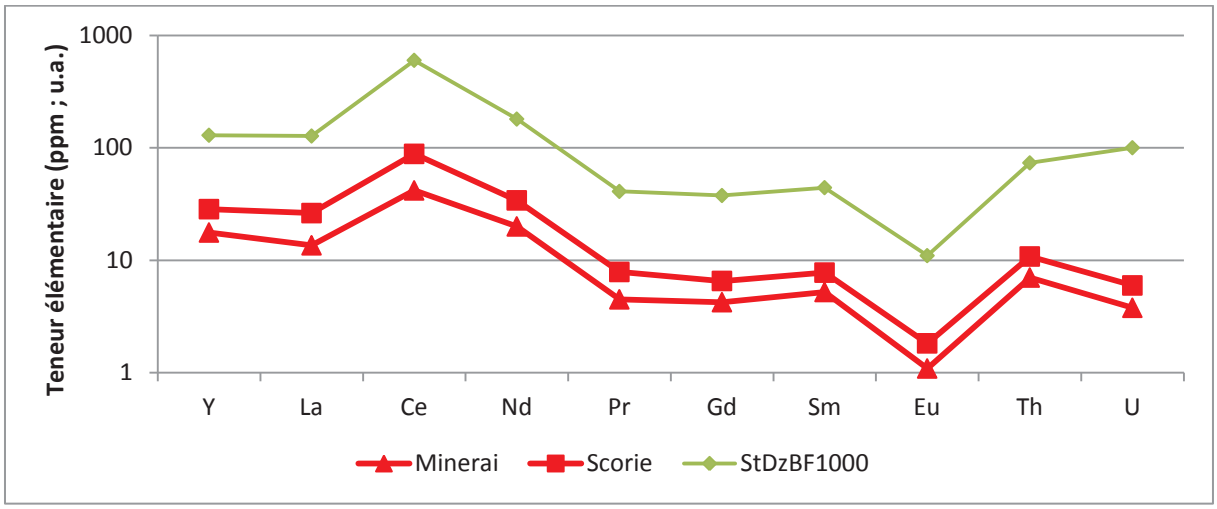


Figure 248 : Profils de concentration en éléments traces de la scorie incluse dans l'agglomérat de grains de minerai métalliques du site altomédiéval du *Chêne Saint-Amand*

Les inclusions de scorie de l'échantillon StDzBF1000 semblent se distinguer, d'un point de vue chimique, des échantillons de minerai et scorie de réduction. Les teneurs en éléments majeurs, notamment en manganèse et silicium, diffèrent sensiblement de celles des échantillons définissant la signature chimique de l'ensemble de production. Parmi les éléments traces, l'uranium est présent en quantités plus importantes dans les inclusions du fragment métallique. Nous chercherons à déterminer si ces différences sont suffisamment importantes pour pouvoir distinguer ce fragment métallique de l'ensemble de production, à l'échelle du corpus de référence.

4.2.2.3. Les productions des ateliers sidérurgiques du *Chêne Saint-Amand :* une filiation chimique assurée

Une approche multivariée a été appliquée afin de déterminer si les trois échantillons métalliques analysés étaient chimiquement compatibles avec les deux phases chronologiques d'ateliers de production du *Chêne Saint-Amand.* Chacun a été comparé à l'ensemble du référentiel géochimique constitué pour l'espace lorrain dans le cadre de ce travail. L'atelier médiéval du *Chêne Saint-Amand* ayant été intégré auparavant à l'ensemble [Barrois], nous chercherons à estimer la compatibilité des échantillons métalliques avec ce dernier.

Le fragment de minerai métallique ainsi que l'objet mis au jour au sein de l'atelier médiéval apparaissent bien inclus dans le domaine chimique du référentiel de l'ensemble [Barrois] (Cf. Figure 249). La projection du fragment de métal brut associé au comblement du bas fourneau 1000 du site altomédiéval se trouve quant à elle intégrée aux quelques échantillons de scorie de réduction définissant cet atelier. Toutefois le nombre d'individus constituant ce dernier est trop restreint pour estimer une compatibilité sur la base d'une Analyse en Composantes Principales.

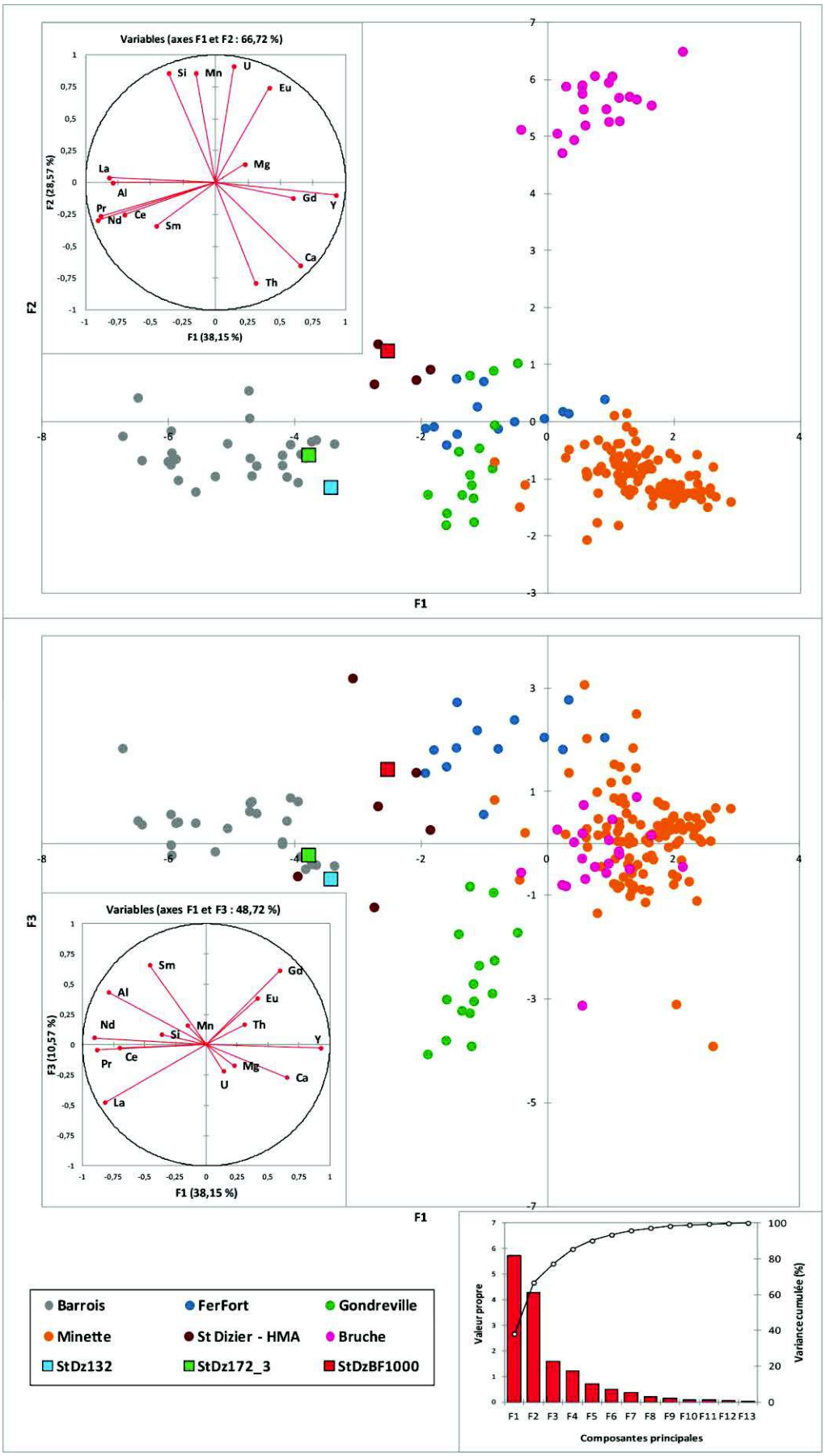


Figure 249 : Projection, sur les deux plans de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, des ensembles de production lorrains et des échantillons métalliques des deux ateliers du *Chêne Saint-Amand*

Le partitionnement des individus constituant le corpus de référence géochimique et des échantillons métalliques semble confirmer l'attribution des deux échantillons de l'atelier médiéval à l'ensemble [Barrois](Cf. Figure 250). Le partitionnement inclut, par ailleurs, le fragment de métal brut StDzBF1000 dans la classe définie exclusivement par des échantillons analysés pour l'atelier altomédiéval.

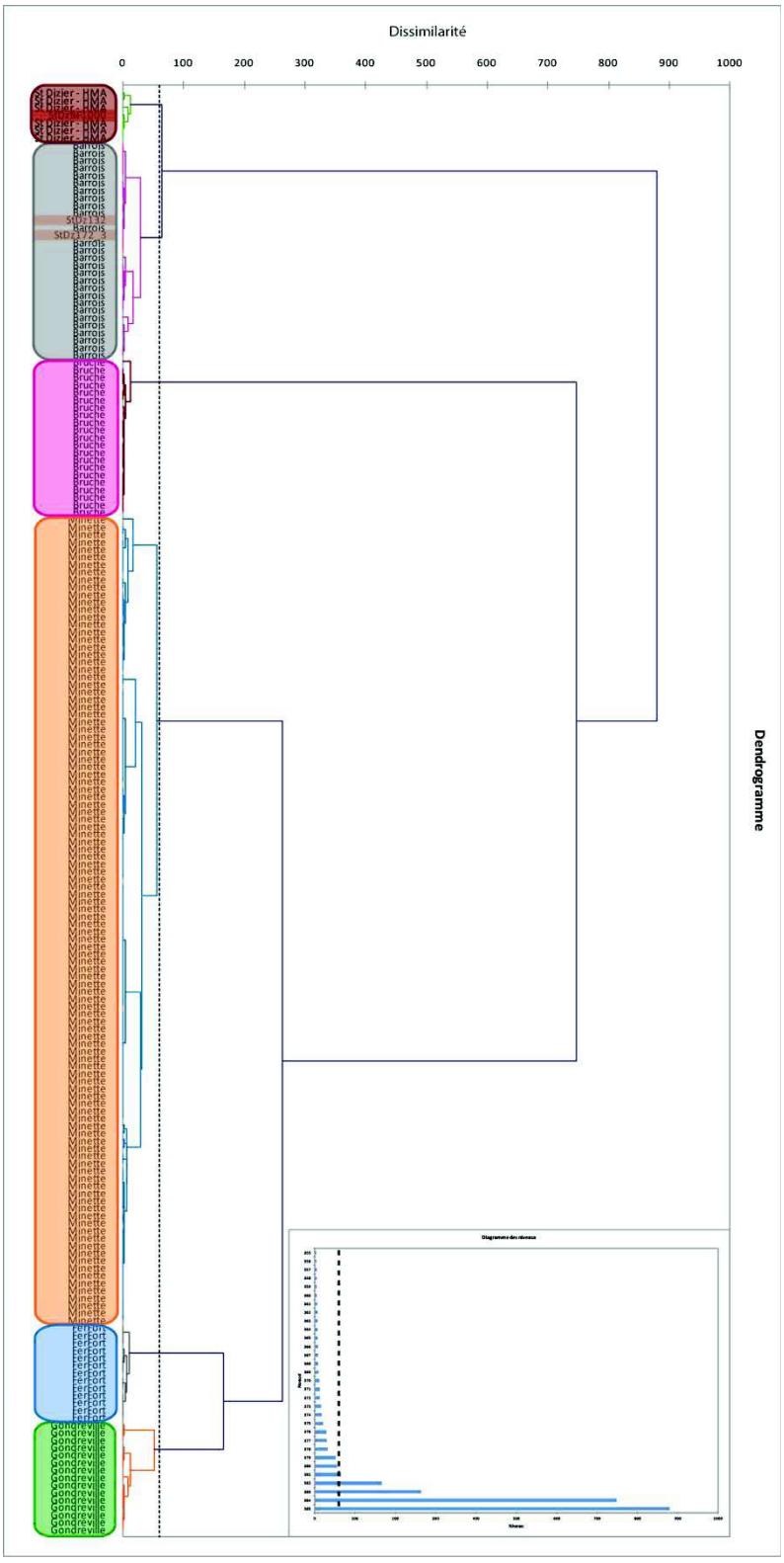


Figure 250 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les composantes principales de l'ACP présentée en Figure 249 pour les échantillons métalliques des deux ateliers du *Chêne Saint-Amand*

La démarche prédictive a été réalisée sur les trois échantillons, le [Barrois] étant l'ensemble questionné[308] (Cf. Figure 251). L'échantillon du site altomédiéval est bien exclu de ce dernier, alors que le fragment de minerai métallique et l'objet provenant de l'atelier médiéval y sont inclus. Les probabilités d'attribution sont moins fortes que pour les contextes présentés auparavant. Toutefois, le modèle calculé montre une capacité prédictive forte (bonne séparation des ensembles de production). La probabilité d'attribution des échantillons à cet espace reste alors forte. Le corpus d'échantillon caractérisant l'ensemble [Saint Dizier – HMA], constitué pour l'heure du seul atelier altomédiéval du *Chêne Saint-Amand,* est trop réduit pour pouvoir l'employer de manière pertinente dans la démarche régressive employée.

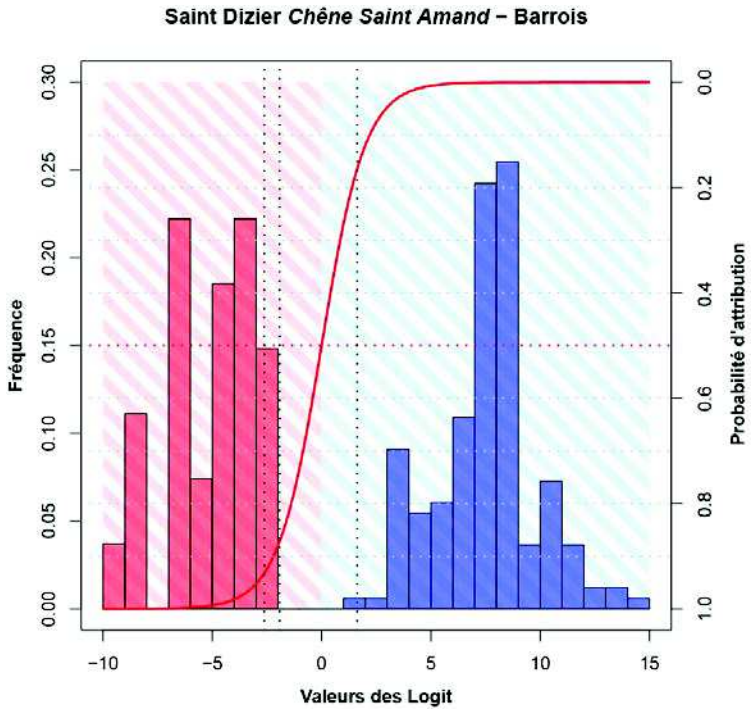


Figure 251 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des échantillons métalliques des deux ateliers du *Chêne Saint-Amand* (traits pointillés verts)

Le seuil d'attribution d'échantillons d'origine inconnue à l'ensemble de production [Barrois] ayant été précédemment fixé à 0,5, les résultats de la démarche prédictive suggèrent dans ce cas que les deux échantillons mis au jour au sein de l'atelier médiéval soient compatibles chimiquement avec ce dernier. Le grain de minerai métallique issu du bas fourneau 1000 peut être quant à lui considéré comme incompatible (Cf. Tableau 18).

Catégorie	Echantillon	Probabilité d'attribution des échantillons	Valeur du Logit
Minerai métallique	StDz132	0,87204489	-1,919161405
Objet	StDz172_3	0,93245117	-2,624966042
Minerai métallique	StDzBF1000	0,164703554	1,623639472

Tableau 18 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour les échantillons des deux ateliers du *Chêne Saint-Amand* questionnant la compatibilité entre les échantillons métalliques et l'ensemble de production [*Barrois*]

[308] L'ensemble [Saint-Dizier – HMA] étant représenté par un faible nombre d'individus, nous avons pris le parti de ne pas calculer de modèle isolant les ateliers altomédiévaux de Saint-Dizier des autres ensembles de production lorrains.

Les premières analyses descriptives et prédictives réalisées ont montré que les échantillons métalliques analysés et associé à l'un ou l'autre des deux groupes d'ateliers de Saint-Dizier sont chimiquement proches des deux ensembles de production représentés. Une dernière démarche, reposant sur un corpus restreint incluant uniquement les marqueurs géochimiques des ensembles de production [*Barrois*] et [*Saint Dizier – HMA*], vise à déterminer si les échantillons métalliques ont effectivement été produits sur place[309].

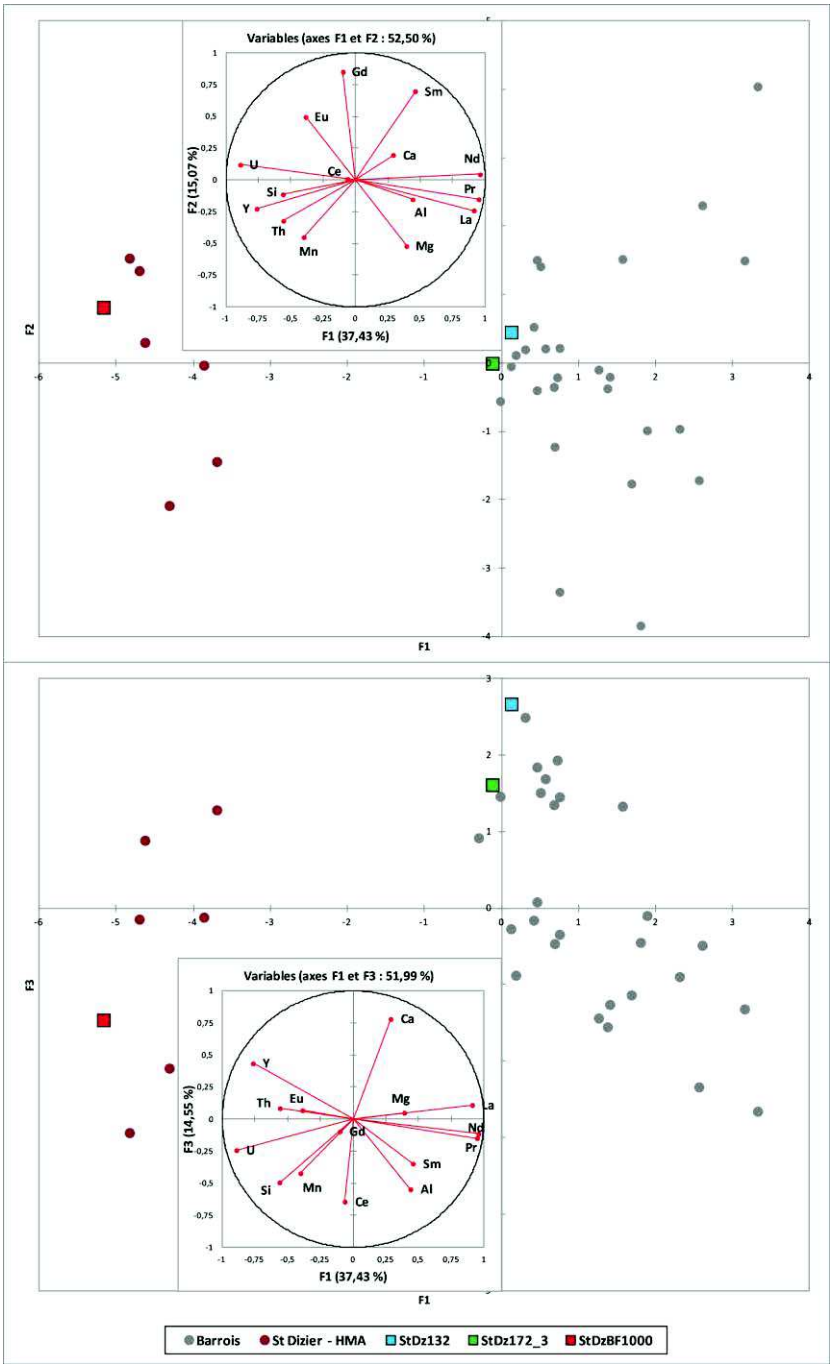


Figure 252 : Projection, sur les deux plans de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, des ensembles de production *[Barrois] et [Saint Dizier – HMA]* et des échantillons métalliques issus des ateliers du *Chêne Saint-Amand*

[309] Les analyses multivariées réalisées au préalable ont montré que les ensembles *Barrois* et [*Saint Dizier – HMA*], bien que distincts chimiquement, restent apparentés à l'échelle du référentiel géochimique lorrain (Cf. [CAH étape 1]. Nous nous permettons, dans ce cas particulier, de réaliser notre démarche sur un corpus comportant deux ensembles de production.

Les échantillons mis au jour au sein de l'atelier médiéval restent inclus dans le nuage de point représentant la diversité géochimique de l'ensemble de production [Barrois] (Cf. Figure 252). Il en est de même pour celui issu de l'atelier altomédiéval du *Chêne Saint-Amand.* Notons par ailleurs que, dans ce contexte également, les plans définis par les trois premières composantes principales ne représentent qu'une part faible de la variance totale du nuage de points. La classification (Cf. Figure 253) a ainsi été réalisée sur les six premières composantes (92,63% de la variance totale).

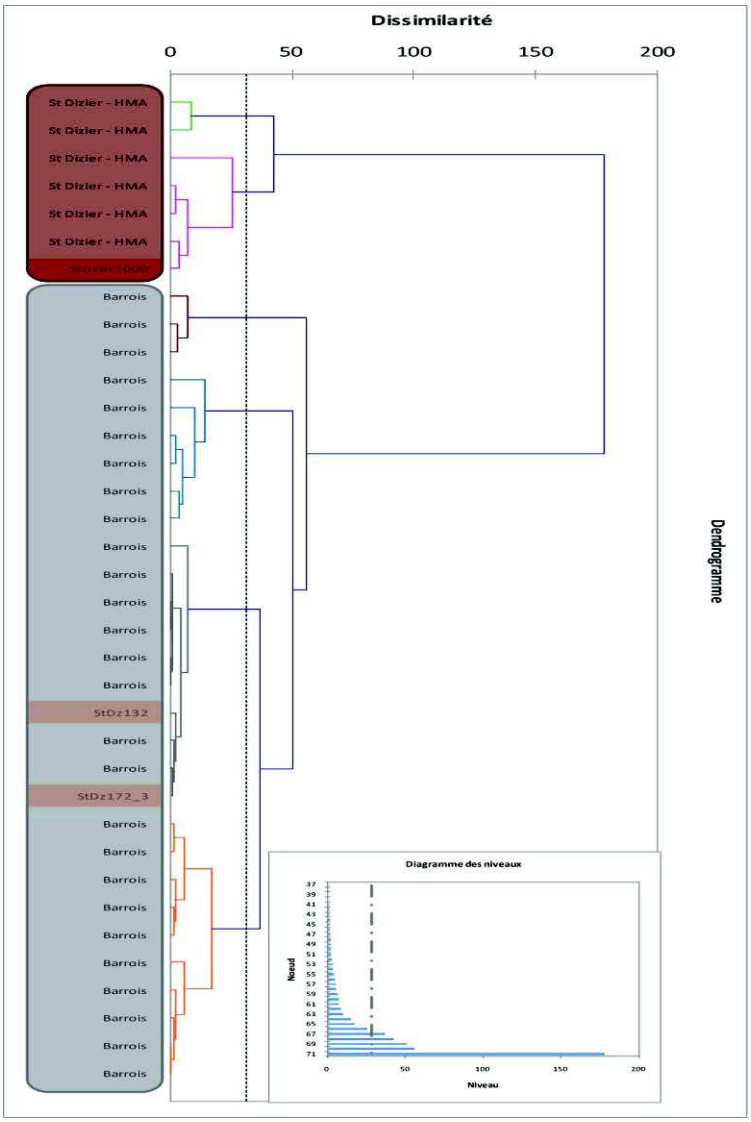


Figure 253 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les six premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 252

La classification confirme les observations effectuées sur les deux premiers plans discriminants de l'ACP. Les projections des échantillons métalliques sont bien incluses dans la dispersion chimique de chaque ensemble de production supposé. La filiation entre l'ensemble de production [Barrois] et les échantillons métalliques de l'atelier médiéval apparaît assurée par l'application des démarches multivariées descriptives et prédictives. Malgré le peu de données disponibles, le fragment de fer brut provenant du second site paraît compatible chimiquement avec les quelques échantillons caractérisant pour l'heure cet ensemble [Saint Dizier – HMA]. En plus de mettre en évidence une filiation chimique entre systèmes de production et produits sidérurgiques

pour le site du Moyen Age, la méthode employée montre qu'il est possible de distinguer le métal produit au sein de ces deux groupes d'ateliers, distingués dans le troisième chapitre de ce travail, sur la base de la signature chimique des résidus métallurgiques qui leur sont associés.

4.3. Du minerai à l'objet : une filiation chimique assurée pour plusieurs contextes de production du fer en Lorraine

4.3.1. Démonstration de la filiation chimique pour les sites de production considérés

La fouille de quelques contextes lorrains d'ateliers sidérurgiques présentant des vestiges liés à tout ou partie de la chaîne opératoire a offert l'opportunité d'observer l'évolution de la signature inclusionnaire des déchets sidérurgiques en fonction de leur degré d'élaboration. L'étude archéométallurgique du site de production de Messein – *Les Noires Terres* a mis en évidence la conservation de cette signature pour tous les déchets associés aux étapes de réduction et d'épuration. Trois chutes métalliques plus élaborées présentent également les caractéristiques chimiques de la *Minette lorraine.* Un objet mis au jour sur le site peut par ailleurs être associé chimiquement à un système de réduction employant la *Minette.* L'étude d'autres contextes de production liés à l'utilisation de ce minerai[310] a abouti à des conclusions semblables. Faute de chutes métalliques élaborées, les observations portent sur les opérations de réduction et d'épuration[311]. Par ailleurs, les analyses effectuées sur les échantillons métalliques des ateliers médiévaux du *Chêne Saint-Amand* permettent d'établir la filiation chimique entre la production sidérurgique propre à ce site et un objet, laissant entendre que cet atelier se caractérise par une chaîne opératoire complète. Enfin, la masse de métal brute retrouvée en connexion avec l'ensemble de production [Gondreville-Velaine] sur le site de la *ZAC de la Roseraie* a également été attribuée à ce dernier. Il a ainsi été possible d'établir, pour trois ensembles de production lorrains, la filiation chimique entre les systèmes de production et des déchets métalliques.

[310] Présentant uniquement des vestiges de réduction du minerai et d'épuration du métal.
[311] Pour les sites de Ludres – *Chaudeau* et Chavigny – *Le Haldat.*

4.3.2. Emploi d'une méthodologie analytique adéquate

Les études effectuées montrent bien les difficultés pouvant être rencontrées en appliquant la démarche présentée. La première est celle de la reconnaissance, par un examen à l'œil nu, d'un déchet métallique et son attribution à une catégorie précise. Les cas des *Noires Terres* et du *Haldat* illustrent bien ceci ; plusieurs échantillons ont été réattribués à d'autres catégories après la réalisation d'une étude métallographique. Les seules caractéristiques morphologiques, parfois très similaires entre des déchets issus de différentes étapes de la chaîne opératoire, se révèlent parfois insuffisantes pour l'attribution certaine des déchets métalliques à une catégorie. Une démarche combinant examens macro- et microscopiques est nécessaire afin d'attester l'attribution d'un déchet métallique à une catégorie donnée.

Deux phénomènes ont par ailleurs limité la caractérisation chimique de certains produits sidérurgiques : le fractionnement chimique induit par le polyphasage de la scorie de réduction, ainsi que les dimensions réduites d'une partie des inclusions de scorie dans le métal. La méthodologie analytique ainsi que le traitement de l'information chimique ont été adaptés, conformément aux travaux de Dillmann et L'Héritier (2007) et de Disser *et al.* (2014). Ces choix seront brièvement discutés ici.

4.3.2.1. La représentativité des analyses de caractérisation chimique

L'étude des chutes métalliques les moins élaborées, comportant d'importantes plages de scories, a mis en évidence une ségrégation chimique non négligeable, due au caractère polyphasé du matériau. On remarque particulièrement une anticorrélation entre les principaux composés non réduits de la scorie, l'aluminium, le silicium et le calcium. Ces phases peuvent être présentes en proportions variables en fonction de la zone analysée. De plus, il n'est pas rare que les cristaux observés affectent des dimensions de plusieurs centaines de microns, de loin supérieures au diamètre d'ablation du LA-ICP-MS. On s'expose ainsi au risque d'une surreprésentation de certaines phases par rapport à d'autres, nous écartant par conséquent de la composition chimique globale du matériau.

Afin de limiter au mieux ce biais, les protocoles analytiques ont été adaptés. Les surfaces analysées au MEB-EDS ont été étendues afin de caractériser une zone qui soit la plus représentative de la composition globale de la scorie. Des cartographies élémentaires hyperspectrales ont été réalisées, selon la méthode décrite dans le paragraphe 2.2.3.2. La sélection des zones à analyser, basée sur la répartition de l'oxygène au sein du matériau, permet de traiter l'ensemble de l'inclusion, indépendamment des phases minérales présentes. De plus, les résultats de composition acquis ont été pondérés par la surface d'analyse, selon la méthode proposée par Dillmann et L'Héritier (2007). La moyenne pondérée d'un nombre suffisant d'analyses se révèle ainsi représentative de la composition globale du matériau.

La méthode d'ablation lors des analyses LA-ICP-MS a également été modifiée. L'échantillon a été déplacé tout au long de l'acquisition, formant un « circuit » d'ablation à la surface de celui-ci et

autorisant un prélèvement qui soit le plus représentatif possible de la composition globale du matériau.

Nous avons qualifié chaque chute métallique, dont la scorie présentait un phénomène de ségrégation chimique, par la moyenne pondérée des teneurs en éléments majeurs, et la moyenne arithmétique des teneurs en éléments traces[312]. Cette composition moyenne a fait l'objet des traitements statistiques dont les résultats sont présentés au cours du chapitre 4. Ces déchets métalliques ont été attribués justement, dans la plupart des cas, aux ensembles de production auxquels sont affiliés leurs contextes de découverte. Les dispositions prises pour pallier au phénomène de ségrégation chimique au sein de la scorie se sont, dans ce cas, révélées adaptées à la définition d'une signature chimique représentative de la composition globale du matériau.

4.3.2.2. La caractérisation chimique des produits élaborés : le frein des inclusions de taille réduite

Les chutes façonnées et les objets mis au jour sur le site de Messein – *Les Noires Terres* présentent, pour la plupart, des inclusions de dimensions réduites et de forme allongée et fine. Cette morphologie est due à la succession de séquences opératoires destinées à la mise en forme du métal. Les dimensions réduites des inclusions limitent l'acquisition des données chimiques, notamment celle des éléments traces. En effet, le dispositif analytique utilisé actuellement implique, pour une extraction d'analyte suffisante, un diamètre d'ablation de 80 microns, souvent bien supérieur aux dimensions des inclusions dans les produits sidérurgiques élaborés. Ceci limite grandement la définition de la signature chimique de l'échantillon, puisque les quantités de nombreux éléments chimiques sont alors en deçà de la limite de détection.

Il s'agit dans ce cas d'une limite purement technique. Une modification du dispositif analytique employé, notamment l'utilisation d'un dispositif d'ablation laser autorisant une plus grande efficacité extractive, permettrait de réduire le diamètre d'ablation tout en prélevant de plus grandes quantités d'analyte[313].

La méthodologie analytique employée actuellement permet de traiter certains problèmes dus aux qualités intrinsèques du matériau étudié. Les développements prévus par ailleurs sur le dispositif analytique LA-ICP-MS devraient également élargir les possibilités d'étude aux échantillons métalliques élaborés, dont la plupart des individus dont nous avions envisagé l'étude ici n'ont pu faire l'objet d'une caractérisation chimique complète.

[312] Nous avons effectué, à titre de comparaison, un traitement statistique identique en prenant en compte la signature chimique de chaque inclusion analysée à la fois par MEB-EDS et LA-ICP-MS. Les résultats s'étant révélés cohérents, nous avons privilégié les valeurs moyennes, dans un souci de clarté de lecture des graphiques présentés.

[313] Un dispositif d'ablation permettant de s'adapter aux faibles dimensions des inclusions, ainsi qu'une sensibilité supérieure compensant le volume d'analyte réduit. Une telle modification devrait être effectuée prochainement au CEB-IRAMAT.

4.3.3. L'influence des activités de forge sur la signature chimique inclusionnaire des déchets métalliques

L'étude archéométallurgique et archéométrique réalisée sur les chutes métalliques les plus travaillées de l'atelier sidérurgique de Messein – *Les Noires Terres* n'a pas mis en évidence les phénomènes d'ajout présentés par Dillmann et L'Héritier (Dillmann, L'Héritier 2007) à partir d'un corpus expérimental et de produits sidérurgiques mis au jour sur le site d'Oulches – *Le Latté* (Dieudonné-Glad 2000). Les rapports élémentaires des principaux composés non réduits apparaissent relativement constants. Est-ce à dire que le métal ne comporte pas d'inclusions générées lors des opérations de mise en forme ?

Bien qu'apparaissant relativement constants, les rapports entre principaux composés non réduits[314] des inclusions présentes dans les échantillons métalliques les plus travaillés des *Noires Terres* ne correspondent pas exactement à ceux des scories de réduction et des déchets liés à des étapes précoces de la chaîne opératoire. Il s'agirait d'une déplétion relative affectant majoritairement l'aluminium et le calcium. Les inclusions pourraient-elles être reliées chimiquement à la réduction du minerai oolithique sur le site des *Noires Terres* ? Les rapports élémentaires mettant en jeu les éléments traces tendent à le confirmer. Comment expliquer, dès lors, les différences observées pour les éléments majeurs ? L'une des observations effectuées sur les deux corpus expérimentaux étudiés par Dillmann et L'Héritier (2007) et dans le cadre de ce travail apportent un élément de réponse à cette question. Dans les deux cas, des inclusions monophasées très alumineuses ont été analysées. Cette fragmentation conduirait à un appauvrissement relatif, en aluminium, d'inclusions polyphasées. Les différences observées dans le cas des chutes les plus élaborées de l'atelier des *Noires Terres* pourraient résulter, au moins partiellement, d'un tel phénomène.

L'approche statistique multivariée employée a cependant permis la démonstration d'une filiation chimique entre les chutes façonnées ME-1750-F001, ME-E2-F001 et ME-C3-F010 et les marqueurs géochimiques de la réduction du minerai oolithique aalénien. Par l'approche adoptée, considérant un nombre important de rapports élémentaires, le hiatus mis en évidence par l'étude des déchets et chutes des *Noires Terres* ne constitue pas un frein à l'association chimique entre système de réduction et produits métalliques. Les éléments traces considérés dans le cadre de cette étude ne semblent pas affectés par le fractionnement chimique observé par l'intermédiaire des éléments majeurs.

Deux chutes métalliques élaborées mises au jour au sein de l'atelier des *Noires Terres,* la chute-barre ME-C2-F018 et la chute-tige ME-1859-F039, ne comporteraient aucune inclusion liée à la réduction de la *Minette.* Les examens microscopiques révèlent des inclusions très fines, allongées, et contenant majoritairement des globules de wüstite. La caractérisation chimique en éléments traces n'a pu être effectuée pour ME-1859-F039. La signature chimique inclusionnaire de la chute-barre ME-C2-F018 permet d'infirmer une éventuelle filiation chimique entre cette dernière et les marqueurs géochimiques de la réduction de la *Minette.* Deux possibilités peuvent dès lors être envisagées :

[314] Nous ne traitons ici que les éléments majeurs

- les inclusions liées à la réduction du minerai ont été totalement éliminées du métal au cours des séquences d'épuration et de mise en forme du métal, les seules inclusions visibles étant celles introduites au cours de ces séquences. Ce métal peut être issu de la réduction de minerai de fer autant que d'un recyclage.

- le métal constituant les chutes a été produit au sein d'un ensemble géochimique qui n'a pas encore été caractérisé.

De manière générale, les résultats présentés dans ce chapitre laissent entendre une influence limitée des ajouts employés au cours des séquences avancées de mise en forme sur la signature inclusionnaire du métal ouvragé. Les effets de pollution importants observés par Dillmann et L'Héritier (2007) pourraient ainsi être dus à d'autres phénomènes, tels que l'emploi d'un ajout siliceux dès les premières étapes de post-réduction[315]. Ce geste opération, appliqué à des masses de métal brutes plus ou moins poreuses, pourrait grandement faciliter l'incorporation de matériaux exogènes, ces derniers se trouvant piégés dans les anfractuosités en surface du métal à l'occasion du compactage.

Afin de vérifier cette hypothèse, une campagne expérimentale est envisagée. Celle-ci se déclinerait en quatre séquences distinctes, résumées par le Tableau 19 suivant.

Séquence	***Emploi d'ajout lors de l'épuration***	***Emploi d'ajout lors de la mise en forme***
1	Non	Non
2	Non	Oui
3	Oui	Non
4	Oui	Oui

Tableau 19 : Séquences opératoires envisagées dans le cadre d'une nouvelle campagne expérimentale sur l'influence des ajouts lors des séquences de forge

Ce protocole devrait permettre d'identifier la phase de travail au cours de laquelle l'influence d'un ajout est la plus forte. Pour la séquence 4, l'emploi de deux matériaux de natures différentes devrait être envisagé, afin de pouvoir distinguer la répartition et l'importance relative des inclusions générées au cours des séquences d'épuration et des séquences de mise en forme du métal.

[315] Les auteurs de l'article font mention de l'emploi de sable pour souder deux masses brutes de réduction, épurer la masse ainsi obtenue, et réaliser deux replis (Dillmann, L'Héritier 2007, p. 1813).

4.3.4. Un traitement de l'information chimique adaptée à l'établissement d'une filiation

La méthode de traitement statistique des données adoptée dans le cadre de ce travail, basée à la fois sur des approches descriptive et prédictive, montre sa validité pour le traitement de problématiques liées à la filiation chimique. Nous nous sommes cantonnés à considérer des déchets métalliques dont le contexte de découverte s'avérait suffisamment fiable pour espérer établir un lien entre ces derniers et les ateliers de production en relation avec lesquels ils ont été mis au jour. L'outil statistique a permis de confirmer ce lien dans la plupart des cas, et à requestionner les échantillons exclus de l'ensemble de production le plus probable. Les analyses employées permettent par ailleurs d'exclure une filiation potentielle avec d'autres ensembles géochimiques. L'approche développée présente une sensibilité et une spécificité[316] satisfaisantes. Ces résultats apparaissent suffisamment encourageants pour appliquer cette méthodologie à des contextes pour lesquels la provenance des produits sidérurgiques est inconnue.

[316] Rappelons que la **sensibilité** exprime dans notre cas la capacité de la démarche à établir une filiation chimique lorsqu'elle existe. La **spécificité** exprime la capacité de la démarche à exclure la possibilité d'une filiation lorsqu'elle n'existe pas.

Chapitre 5

L'origine d'artefacts ferreux potentiellement produits au sein de l'espace lorrain

Les résultats présentés dans les chapitres 3 et 4 ont permis de mettre en évidence, en Lorraine, plusieurs ensembles de production caractérisés par une signature chimique spécifique. La démarche statistique multivariée mise en œuvre autorise une distinction fiable de ces derniers. Il a été démontré, pour certains de ces ensembles, que cette signature restait perceptible à travers la scorie incluse dans les déchets métalliques et chutes liés à différentes étapes de la chaîne opératoire, établissant par là une filiation chimique entre le système de réduction du minerai et le produit final. Les recherches paléosidérurgiques menées depuis la fin des années 1980, ainsi que les informations nouvelles obtenues au cours de ce travail, laissent entrevoir la trame d'une activité sidérurgique à peu près continue dans cette région. Les vestiges les plus anciens attestent d'une activité précoce dès la fin du premier âge du Fer. Les indices liés à la production sidérurgique resteront rares jusqu'à l'Antiquité tardive ou le haut Moyen Age, époque à partir de laquelle le volume d'activité semble croître de manière importante, et ce tout au long de la période médiévale (Leroy *et al.* 2000, Leroy, Cabboi *et al.* 2007). Cette persistance transcende bon nombre de contextes politiques et de formes d'organisation du territoire qui ont pu avoir un impact sur l'organisation de la production sidérurgique et les réseaux de diffusion du métal.

Ainsi que nous l'avons décrit à l'occasion de la sous-partie 1.2.2, l'organisation de la production ainsi que les modalités de circulation du métal ont connu de nombreux changements, depuis les âges du Fer jusqu'à la période médiévale. L'ampleur des réseaux d'échange a ainsi connu de fortes variations. Le métal est produit principalement dans des districts sidérurgiques très importants (tels que la Montagne Noire, ou le Morvan-Auxois) à l'époque gallo-romaine, alimentant un marché à grande échelle. A partir du haut Moyen Age, de nombreux ateliers de production se sont développés au sein de l'espace lorrain. Ces centres ont pu alimenter un réseau d'échange d'échelle locale, voire régionale. Un objet ferreux mis au jour dans un contexte médiéval en Lorraine pourrait ainsi avoir été produit localement, alors que cette probabilité apparaît plus faible dans un contexte antique.

Nous souhaitions ainsi jeter un éclairage nouveau sur les modalités de circulation du métal au sein de l'espace lorrain en regard de contextes historiques et économiques différents. Pour ce

faire, nous avons sélectionné quatre contextes de consommation de produits sidérurgiques. Ces contextes ont été retenus en fonction d'indices archéologiques ou historiques permettant de supposer que le métal employé a été produit au sein d'un des ensembles de production identifiés précédemment.

Des activités de production étant attestées sur le Plateau de Haye à la fin du premier âge du Fer, nous envisageons la possibilité d'une production locale de demi-produits mis au jour en Lorraine et en Alsace, dans la mesure où aucune autre zone de production primaire du fer n'a été mise en évidence, pour cette période, dans le grand-est de la France. L'atelier de post-réduction d'un établissement routier de l'époque gallo-romaine, s'insérant dans un terroir densément occupé[317], pourrait également avoir été approvisionné en métal d'origine locale. Au cours de l'époque carolingienne, période marquée par une importante activité sidérurgique en Lorraine centrale, des renforts architecturaux ferreux ont été mis en œuvre dans la maçonnerie d'un pont enjambant la Moselle. Il est raisonnable de penser que le chantier de construction ait été approvisionné par des sources locales de métal. Nous avons par ailleurs évoqué la redevance due par la châtellenie de Briey (Pays-Haut) aux bourgeois messins. Ces ressources ont pu être mobilisées à l'occasion du chantier de réfection du beffroi municipal, à la fin du XVe s.

Nous nous attacherons ainsi, pour chaque période considérée, à détailler les contextes de découverte en présentant les indices permettant d'envisager une source locale de métal. Les caractéristiques chimiques de chaque ensemble de produits sidérurgiques étudié seront présentées et discutées afin de distinguer, s'il y a lieu, plusieurs familles chimiques. La démarche statistique de traitement des informations chimiques employée à l'occasion du chapitre précédent sera appliquée à ces contextes afin de mettre en évidence une éventuelle compatibilité chimique entre les produits sidérurgiques et les ensembles de production locaux.

5.1. Les éléments de renfort métalliques de la tour de Mutte, cathédrale Saint-Etienne de Metz

Les problématiques liées à l'usage d'éléments de renforts ferreux dans la construction de la tour de Mutte ont été exposées dans le paragraphe 2.1.3.1. Afin d'y répondre, nous nous sommes largement appuyés sur la caractérisation chimique des inclusions de scorie dans le métal, ainsi que des plombs de scellement. Une étude métrologique et morphologique a été menée au préalable sur l'ensemble du corpus prélevé. Nous présenterons ainsi en premier lieu les caractéristiques morphométriques, techniques et microstructurales des renforts architecturaux. La signature chimique des plombs de scellement a également été exploitée pour la définition de groupes de

[317] Comme le montre l'étude du parcellaire, effectuée dans le cadre d'un programme de recherche pluridisciplinaire coordonné par Murielle Georges-Leroy.

disposition de renforts sur le bâtiment. La méthodologie employée a permis de sélectionner les renforts ferreux probablement disposés sur l'édifice lors de sa construction. La pertinence de cette sélection a été vérifiée par la datation de plusieurs renforts. Nous nous attacherons ensuite à distinguer le procédé sidérurgique employé pour la production des renforts sélectionnés. Nous conclurons la présentation de notre démarche par la vérification d'une éventuelle compatibilité chimique entre les renforts ferreux issus du procédé direct et un ensemble de production lorrain.

5.1.1. Description générale des crampons prélevés

Les éléments de renfort ferreux ayant été disposés à différentes époques sur le bâtiment, nous pouvons supposer que leurs caractéristiques morphologiques, techniques, ainsi que leurs dimensions aient pu varier en fonction des phases de construction et de restauration successives. Nous tâcherons ainsi de déterminer si, à travers la description de ces caractéristiques, des tendances liées à l'époque de mise en œuvre peuvent être discernées.

5.1.1.1. Caractéristiques métrologiques

Les caractéristiques métrologiques relevées pour chaque individu sont la longueur du corps du crampon, les dimensions de la section de la pièce de métal, ainsi que la longueur des tenons. Les points de mesure adoptés à l'occasion de l'étude morphologique du corpus sont présentés par la Figure 254. Les observations métro- et morphologiques ont été réalisées sur 343 individus.

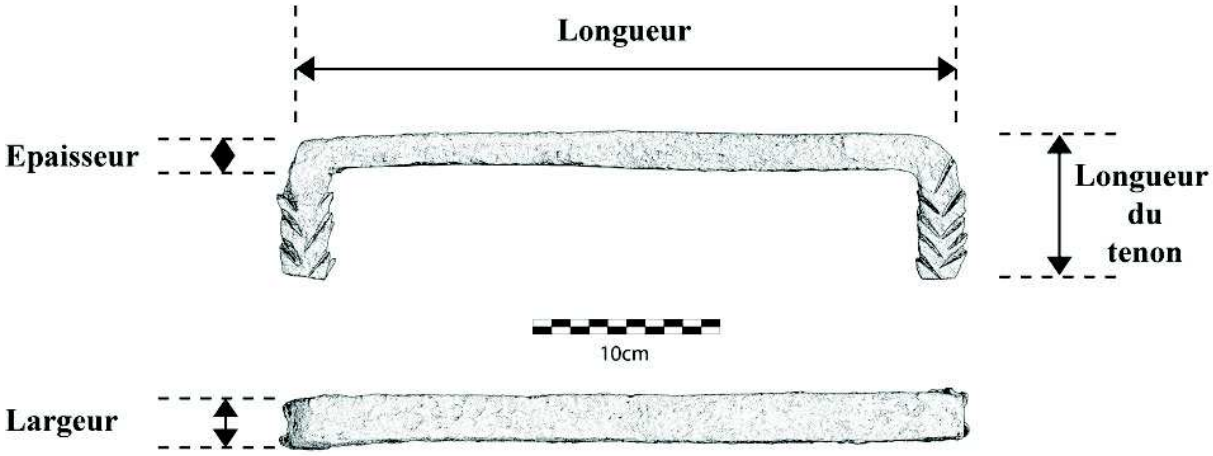


Figure 254 : Prises de mesure des crampons. Echantillon 54E18 (Dessin : Sylvain Bauvais, LAPA, repris)

- **Longueur du fer plat**

La longueur des crampons varie de 15 à 130 centimètres. Toutefois, plus de 90 % des individus présentent une longueur comprise entre 20 et 60 centimètres (Cf. Figure 255). Un peu plus de la moitié des fers mesurés sont caractérisés par une longueur de 30 à 40 centimètres, pour une valeur modale de 34 centimètres. La distribution des valeurs présente un caractère multimodal, avec

notamment un pic pour les valeurs comprises entre 46 et 50 cm (26 individus, soit 8% du corpus mesuré). La forte représentation de la classe modale suggère que, malgré la variabilité importante de la longueur des crampons, un module ait été privilégié dans l'emploi d'agrafes métalliques sur le bâtiment.

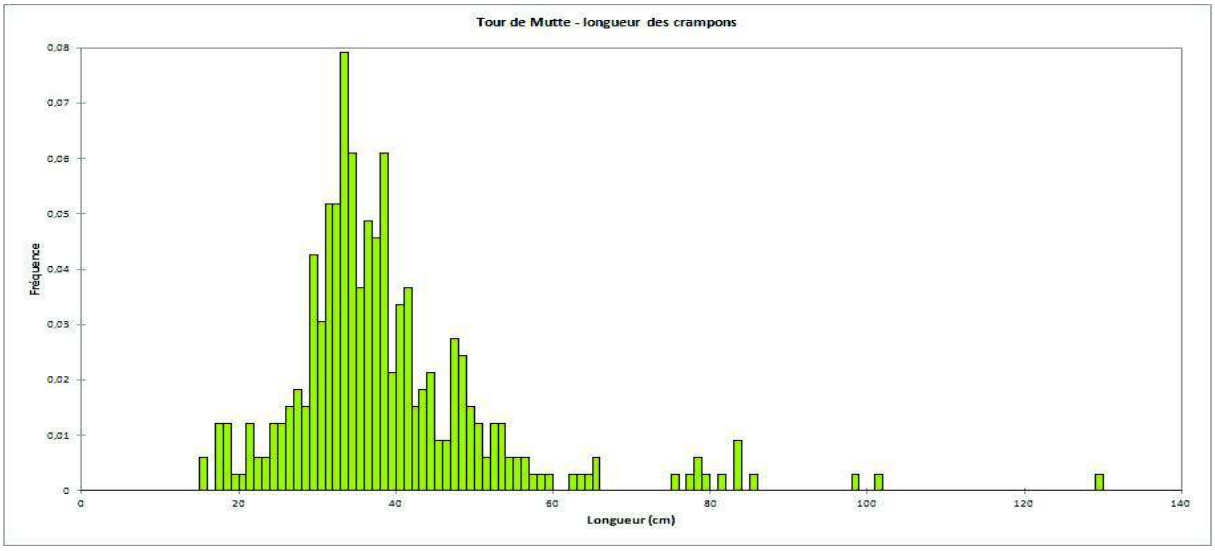


Figure 255 : Histogramme en fréquence exprimant la distribution des longueurs des crampons de la tour de Mutte

- **Forme de la section**

La distribution du rapport d'aplatissement de la section (rapport de la largeur sur l'épaisseur du corps des crampons) des agrafes est quand à elle plus homogène (Cf. Figure 256). Un dixième des crampons présentent une section carrée. L'indice d'aplatissement[318] est compris entre 1 et 2 dans plus de trois cas sur quatre. La majorité des agrafes présentent ainsi une section relativement trapue. Six individus se caractérisent par un rapport inférieur à 1 ; ils sont plus épais que larges.

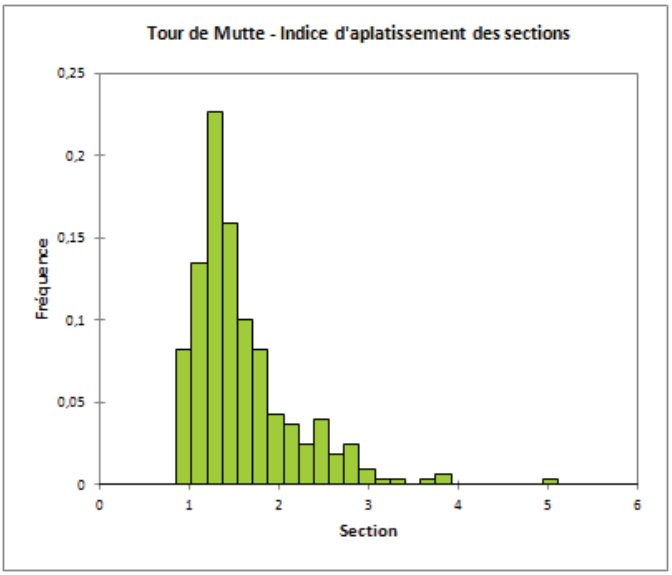


Figure 256 : Histogramme en fréquence exprimant la distribution du rapport de section des crampons de la tour de Mutte

[318] L'indice d'aplatissement est le rapport de la largeur du fer plat sur son épaisseur.

- **Masse des crampons**

La masse des crampons se distribue elle aussi de manière quasi-normale, avec pour intervalle modal une masse comprise entre 1000 et 1500 grammes. Près de cinquante pourcents des individus pèsent entre 1 et 2 kilogrammes (Cf. Figure 257).

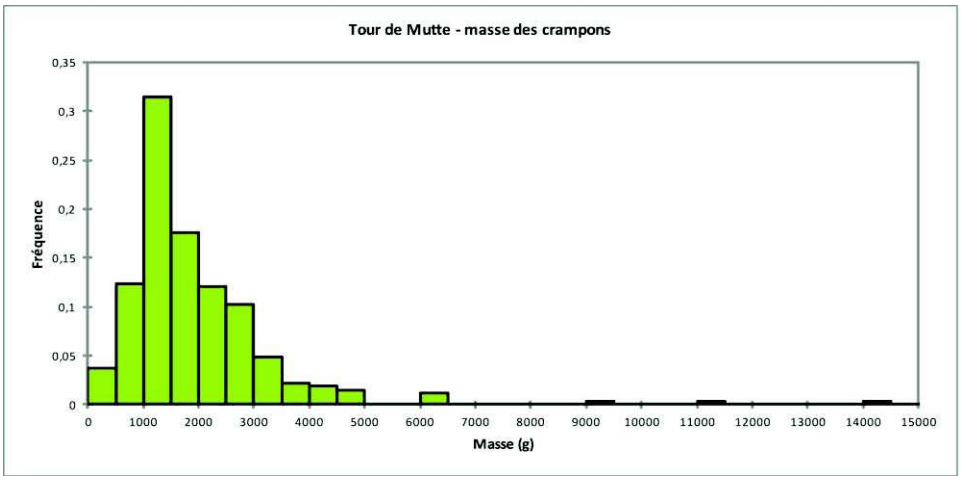


Figure 257 : Histogramme en fréquence exprimant la distribution de la masse des crampons de la tour de Mutte

Les principales caractéristiques métrologiques décrites suggèrent que le corpus présente une tendance majeure, caractérisée par des éléments dont la longueur est globalement comprise entre trente et quarante centimètres (171 individus, soit 52,5% du corpus mesuré), pesant entre un et deux kilogrammes (159 individus, soit 48,5%), et formés d'un corps métallique relativement trapu, forme illustrée par un indice d'aplatissement compris entre 1 et 2 (244 individus, soit 74,3%). Les valeurs de masse et de facteur d'aplatissement des renforts adoptent une distribution quasi-normale, de sorte qu'il s'avère impossible de distinguer de quelconques groupes morphologiques par le biais de ce critère.

Seule la distribution des longueurs des crampons suggère des modules distincts, avec une classe modale comprise entre 30 et 40 centimètres, et une classe distincte comprise entre 46 et 50 centimètres. Nous avons cherché à déterminer si ces modules pouvaient être corrélés à des ensembles de disposition d'éléments de renfort sur le bâtiment (Cf. Figure 258). Les crampons ne semblent pas présenter de répartition cohérente en fonction de cette caractéristique.

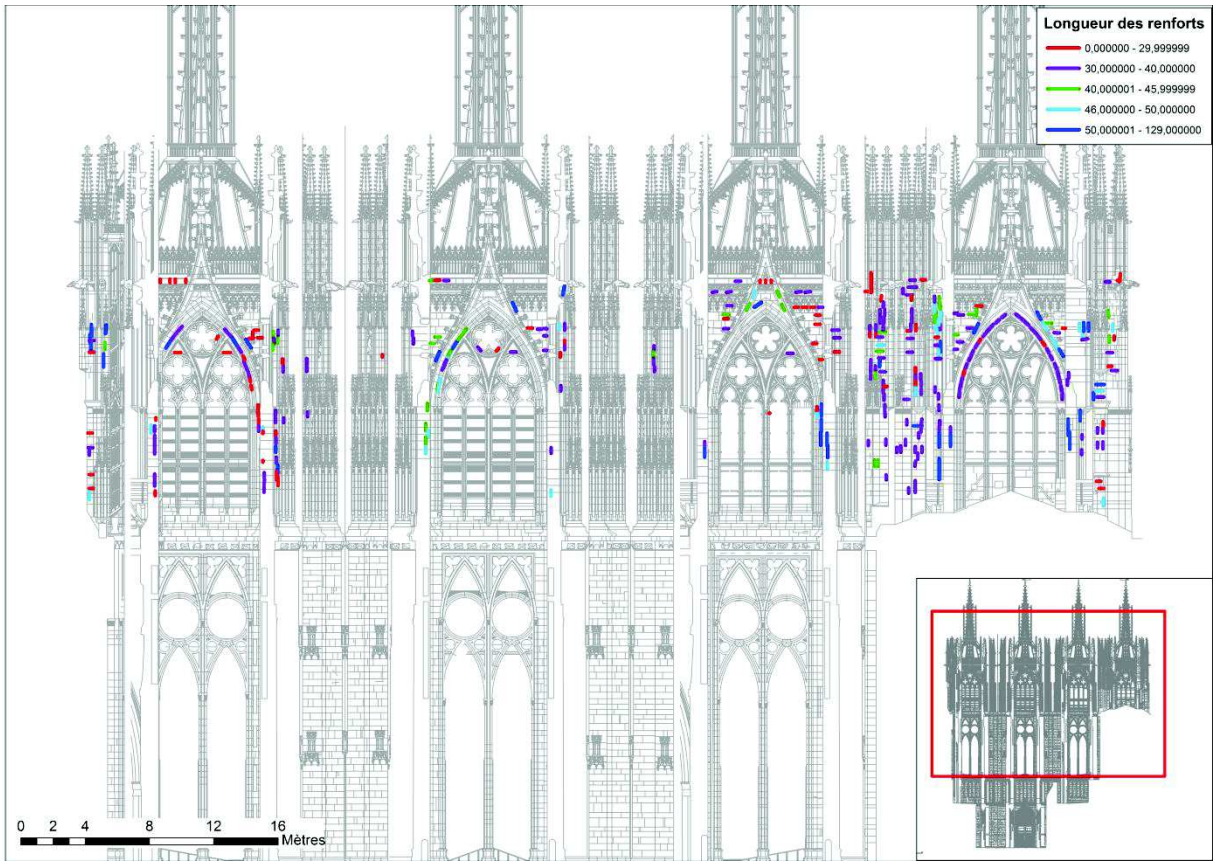


Figure 258 : Répartition des éléments de renfort ferreux sur les façades de la tour de Mutte en fonction de leur longueur

Les caractéristiques morphométriques des éléments de renfort ne permettent pas de mettre en évidence de schéma de disposition cohérent. Il apparaît peu probable qu'un module dimensionnel particulier ait été privilégié à l'occasion des phases de construction et restauration successives.

5.1.1.2. Caractéristiques techniques des crampons prélevés

Si les agrafes apparaissent globalement similaires d'un point de vue morphologique, un examen plus détaillé de ces dernières permet de distinguer quelques variantes que nous qualifierons ici de « techniques ».

- **Morphologies et dispositifs d'accroche des tenons**

Dans la grande majorité des cas (plus de 95% du corpus étudié), les tenons sont formés par repli à 90° des deux extrémités de la pièce de métal mise en forme. Seuls trois crampons se distinguent par le fait que seule une des extrémités a été repliée. Ceci tiendrait à des raisons fonctionnelles, puisque ces agrafes joignent deux parements perpendiculaires[319].

Douze individus montrent des tenons torsadés, obtenus par un aplatissement des extrémités du métal suivi du repli des deux angles du tenon (Cf. Figure 259). Il est intéressant de noter que sept

[319] Dans notre cas, il s'agit des angles formés par les façades de la tour et les massifs de flanquement situés aux angles de la tour.

de ces éléments ont été disposés sur la corniche de l'entablement soutenant la terrasse de la tour, sur les façades orientale et occidentale. Trois autres individus de ce type ont été disposés sur le gable de la baie nord de la salle de la cloche (Cf. Figure 260).

Figure 259 : Détail d'un des tenons torsadés de l'agrafe 54N22

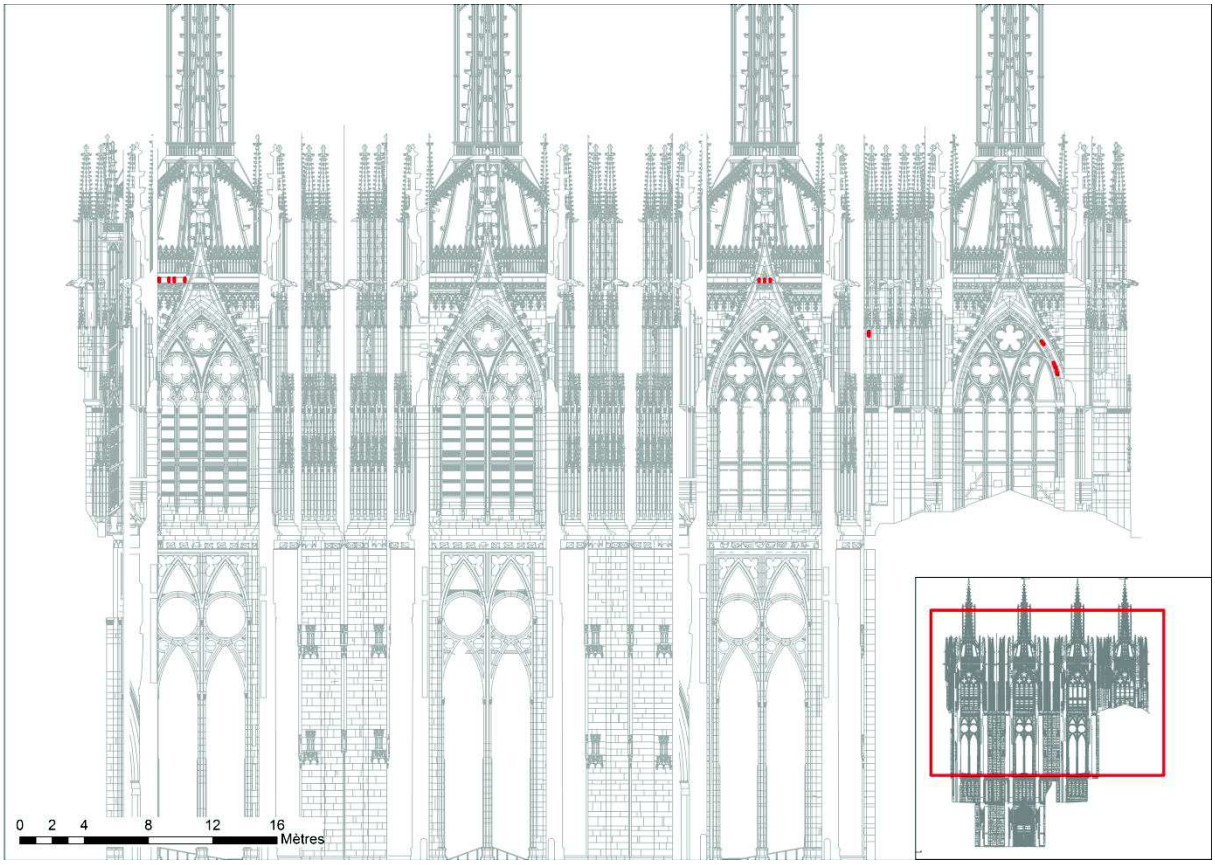


Figure 260 : Répartition, sur les façades de la tour de Mutte, des éléments de renfort ferreux avec tenons torsadés

Un cas isolé possède des tenons en queue d'aronde, obtenus par l'aplatissement des extrémités de la barre de métal avant d'être repliées. Il est disposé lui aussi sur le gable de la baie nord.

Les tenons se distinguent également par leurs finitions. Hormis les agrafes possédant des extrémités torsadées ou en queue d'aronde, les tenons présentent tous des crans, réalisés à l'aide d'un outil tranchant. De nombreuses variantes ont été observées concernant le nombre et la disposition de ces derniers. Dans certains cas, ils sont présents uniquement sur les angles externes du tenon. Dans d'autres, ils le sont à la fois sur les angles externes et internes. On observe également deux variantes en ce qui concerne le plan de frappe de l'outil ayant servi à former ces crans (Cf. Figure 261). Dans le premier, l'outil est posé perpendiculairement à l'une des faces latérales du tenon. Dans le second, l'outil est maintenu à 45° par rapport à l'axe longitudinal du crampon.

Le soin apporté à la finition des tenons n'a aucun rôle fonctionnel apparent, puisque ces derniers sont intégralement scellés au plomb. Toutefois, une variante observée pourrait être révélatrice des habitudes de travail d'un artisan en particulier. Il serait ainsi possible de corréler l'une d'elles avec un groupe de disposition d'agrafes sur le bâtiment, comme cela est d'ailleurs le cas pour les tenons torsadés. Ces caractéristiques ont ainsi été décrites pour chaque individu du corpus, dans l'optique d'une confrontation ultérieure entre informations métro- et morphologiques, spatiales, et chimiques.

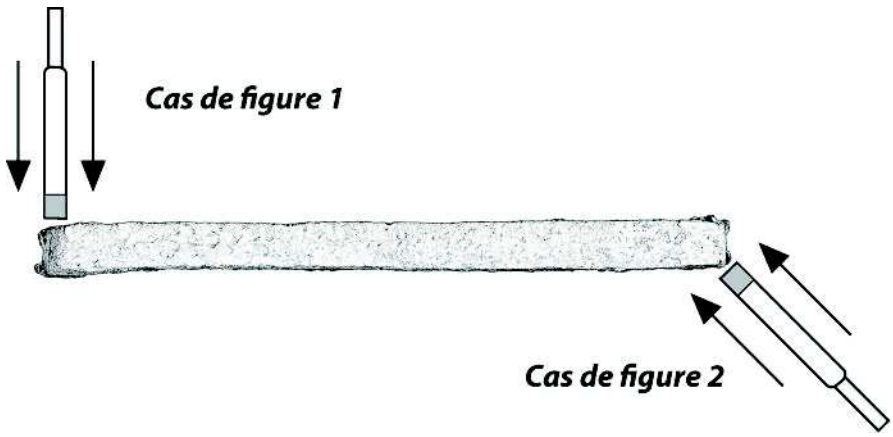


Figure 261 : Schéma illustrant l'angle de frappe de l'outil servant à former les crans des tenons

Une caractéristique de cet ordre peut être plus particulièrement liée à une disposition localisée de fers architecturaux sur le bâtiment. Il s'agit des crampons dont les tenons sont crantés à la fois sur leurs faces externes et internes (Cf. Figure 262). Ces derniers sont présents uniquement sur la façade nord, ainsi que sur les deux massifs de flanquement nord-est et nord-ouest. Ainsi qu'évoqué *supra*, cette partie de l'édifice a subi d'importants dommages à l'occasion de l'incendie de la charpente de la nef en 1877. Le schéma de disposition des éléments de renforts suggère que cette caractéristique technique puisse être liée à la campagne de restauration consécutive à cet incident.

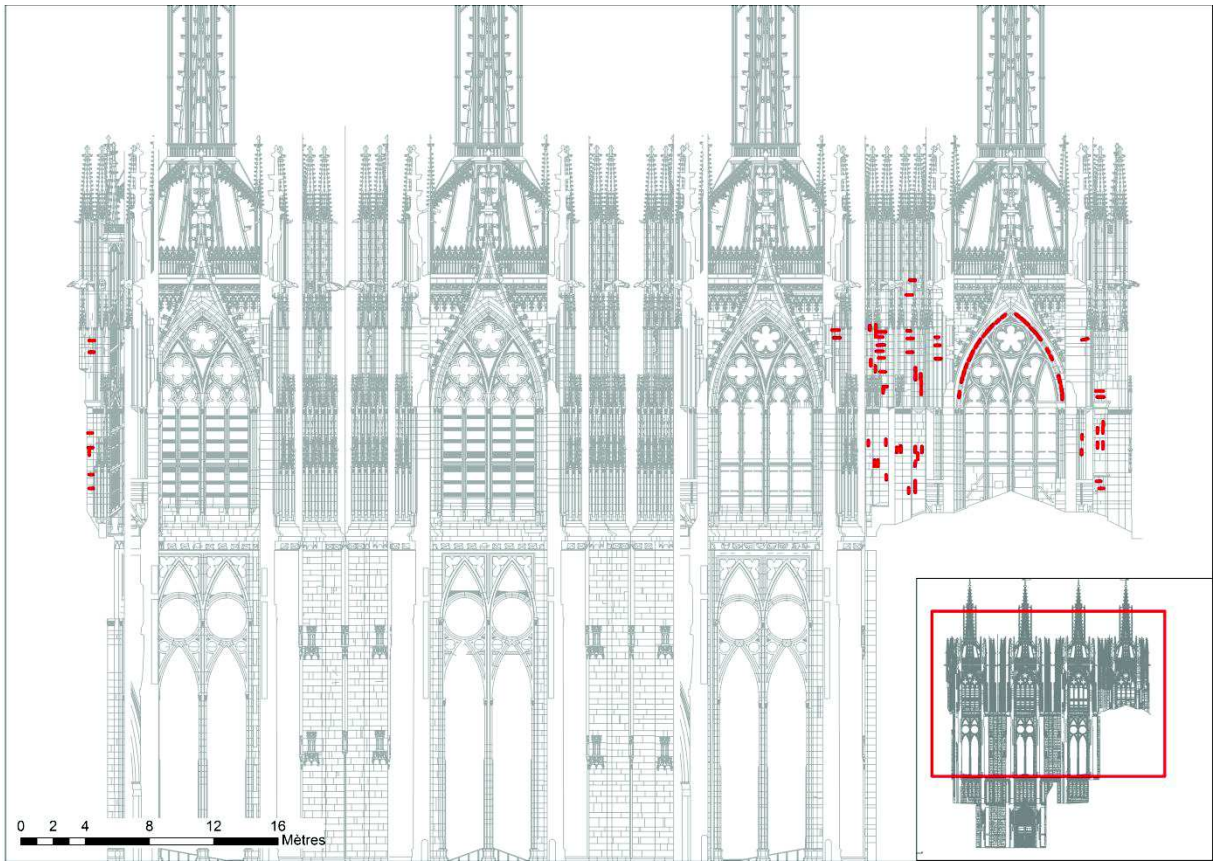


Figure 262 : Répartition, sur les façades de la tour de Mutte, des éléments de renfort ferreux avec tenons crantés à la fois sur les faces externes et internes

- **La mise en forme par laminage**

80 éléments de renfort, soit 18,8% du corpus prélevé, présentent des faces parfaitement planes, sans les bosselures caractéristiques d'un martelage. Les arêtes sont régulières et rectilignes. L'épaisseur et la largeur du corps des crampons sont également régulières (Cf. Figure 263). Ces caractéristiques nous amènent à penser que les agrafes en question ont été mises en forme à partir d'un métal ayant subi un laminage. Ce procédé n'étant apparu, pour les alliages ferreux, qu'au milieu du XVIIIe s. (Calmon, Cenac 1994, p. 3 ; Belhoste 1996), il est indubitable que les exemplaires présentant ces caractères aient été disposés sur le bâtiment à l'occasion de campagnes de consolidation de la structure maçonnée relativement tardives.

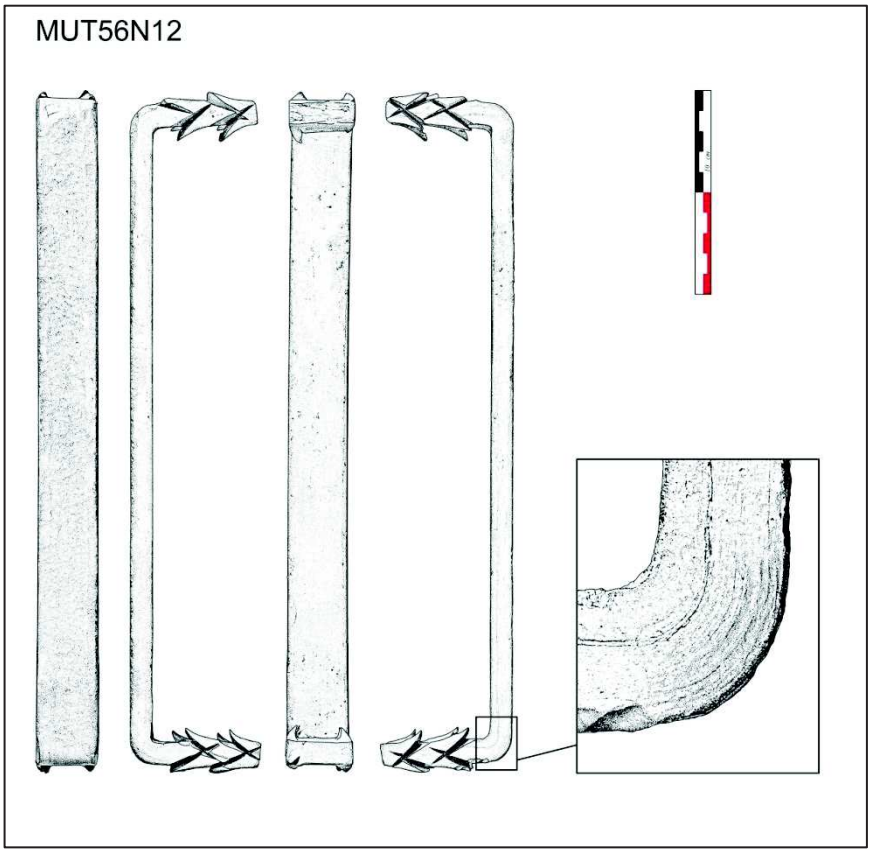


Figure 263 : Représentation des faces d'une agrafe laminée ; crampon 56N12 (Dessin : Sylvain Bauvais, LMC)

Certaines informations d'ordre technique apparaissent corrélées avec les modalités de disposition des renforts métalliques sur la tour de Mutte. La plupart des crampons à tenons torsadés sont disposés sur la corniche de l'entablement situé à la base de la terrasse de l'édifice. Les éléments dont les tenons crantés à la fois sur leurs faces externes et internes pourraient quant à eux avoir été disposés à l'occasion d'une campagne de restauration consécutive à l'incendie de 1877. Enfin, la mise en forme par laminage de certains crampons fournit un terminus *post quem* à leur mise en place. Les caractéristiques d'ordre technique présentent un potentiel informatif que nous exploiterons par la suite pour l'interprétation de groupes de disposition d'éléments de renfort ferreux sur le bâtiment.

5.1.2. Groupes de disposition des renforts ferreux

Les résultats présentés à l'occasion de la sous-partie précédente révèlent qu'un certain nombre d'informations techniques pouvaient être corrélées à une certaine répartition spatiale sur l'édifice. Nous nous emploierons ici à définir des groupes cohérents de disposition d'éléments de renfort, à partir des schémas de disposition de ces derniers. Nous évaluerons également le potentiel informatif de la signature chimique des plombs de scellement dans ce but.

5.1.2.1. Disposition des renforts métalliques dans la maçonnerie

La construction de la structure maçonnée de la tour de Mutte s'est effectuée, rappelons-le, en deux grandes phases. La base de la tour a été édifiée à l'occasion du même chantier qui vit l'élévation de la nef. Selon A. Villes, celle-ci aurait été achevée aux alentours de 1280 (Villes 2004, p. 266). Le clocher de pierre, remplaçant le beffroi en bois coiffant à l'origine la base de pierre du XIIIe s., fut quant à lui achevé en 1483, après quatre ans de travaux[320]. Suite aux fréquentes dégradations subies par la maçonnerie au fil des siècles, de nombreuses campagnes de restauration et de consolidation ont été nécessaires. Ainsi, à de multiples reprises, des éléments de renforts métalliques supplémentaires ont été engagés dans la maçonnerie, répondant à des fragilités localisées de la structure. Il en résulte un manque apparent de régularité dans la disposition de certains ensembles de renforts sur le bâtiment (Cf. Figure 264).

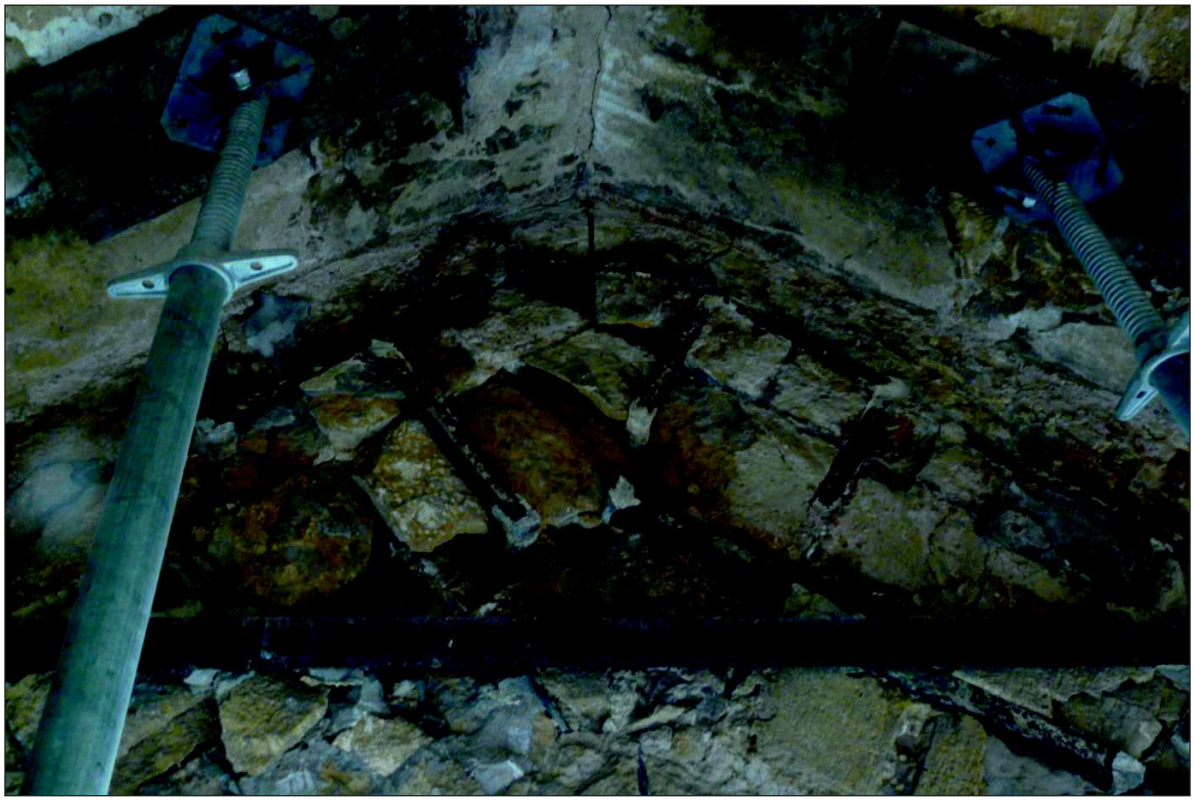


Figure 264 : Crampons engagés dans le parement intérieur de la façade sud de la tour ; niveau : salle de la cloche.

La position de chaque élément de renfort a été relevée lors des campagnes de prélèvement, et intégrée à un système d'information géographique. Un examen détaillé de la disposition des fers architecturaux permet de distinguer plusieurs ensembles de mise en œuvre présentant un schéma de disposition régulier. Parmi les plus remarquables, nous pouvons évoquer les agrafes disposées sur les arcs composant la voûte de la salle de la cloche[321]. Sur les parements extérieurs, les agrafes disposées sur les écoinçons de la baie de l'abat-son oriental, ainsi que celles engagées sur l'arc en ogive de l'abat-son septentrional, montrent également un schéma de disposition régulier (Cf. Figure 265). Cette régularité nous a amenés à considérer ces ensembles comme ayant été disposés de

[320] Jacob 1864, p. 27 : « Les gros travaux de maçonnerie et de sculpture de la flèche furent terminés au commencement de septembre 1483. A cette époque on s'occupait déjà du drapeau de fer-blanc qui devait couronner l'édifice. »
[321] Six agrafes disposées sur ces arcs ont été étudiées dans le cadre de ce travail.

manière raisonnée à l'occasion de la construction de la tour, et ainsi à étudier en priorité les fers architecturaux les constituant.

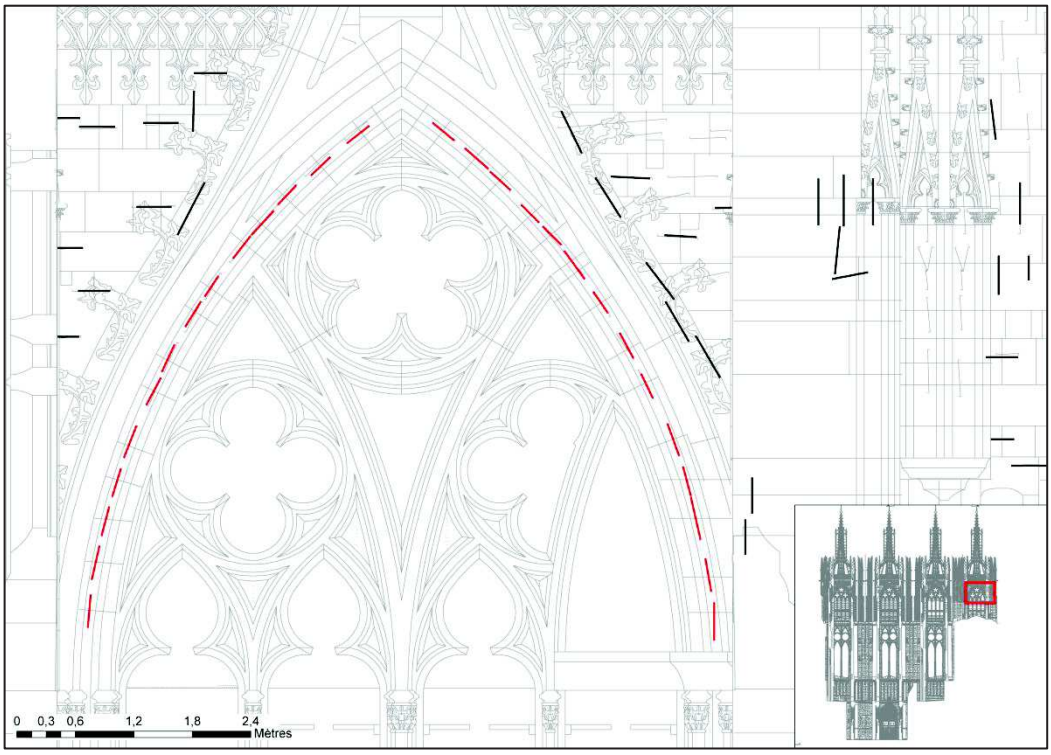


Figure 265 : Détail de la façade nord de la tour de Mutte ; en rouge : les agrafes disposées sur le gable de la baie de l'abat-son

5.1.2.2. Les groupes de composition chimique du plomb de scellement

Près de trois cents échantillons de plomb de scellement, issus des parements externes des façades, ainsi que de la voûte de la salle de la cloche, ont été prélevés. Cette campagne analytique s'inscrit dans le cadre d'une étude en cours sur l'emploi du plomb dans différents édifices gothiques (cathédrales de Chartres, Bourges, Beauvais,…)[322].

Le plomb est un matériau à la mise en œuvre aisée, employé à la couverture des édifices ou au scellement des renforts métalliques. Le métal contient des éléments chimiques mineurs ou présents à l'état de traces, caractéristiques du minerai exploité. Du fait de la facilité de recyclage du plomb, la signature chimique originelle du minerai tend toutefois à s'effacer rapidement au gré du mélange d'alliages d'origines diverses. Toutefois, les scellements de plomb présentent une signature chimique caractéristique de ce mélange. Ainsi, les plombs de scellement issus d'une même coulée doivent présenter une composition chimique commune. Prenant cette caractéristique en considération, nous avons cherché à déterminer s'il était possible de distinguer plusieurs groupes de composition chimique au sein du corpus de plombs de scellement analysé.

[322] L'intégralité des échantillons de plomb ont été analysés par Adrien Arles, Centre Ernest Babelon – UMR 5060 IRAMAT, Orléans.

Un traitement statistique multivarié a ainsi été appliqué sur les teneurs de neuf éléments traces présents dans le plomb[323]. Les teneurs des éléments chimiques considérés étant parfois distinctes de plusieurs ordres de grandeur[324], nous avons pris le parti de les normaliser selon la méthode des *logratios* (Cf. sous-partie 2.3.1.3). L'Analyse en Composantes Principales réalisée (Cf. Figure 266) permet de distinguer trois *clusters* majoritaires. Le premier, de coordonnées négatives sur F1 et positives sur F2, est corrélé à de fortes teneurs relatives en étain, or et bismuth. Le second, de coordonnées positives sur F1 et F2, apparaît lié à de fortes teneurs en cadmium, cuivre et nickel. Le troisième, de coordonnées négatives sur F2, paraît caractérisé par de faibles teneurs pour ces six éléments.

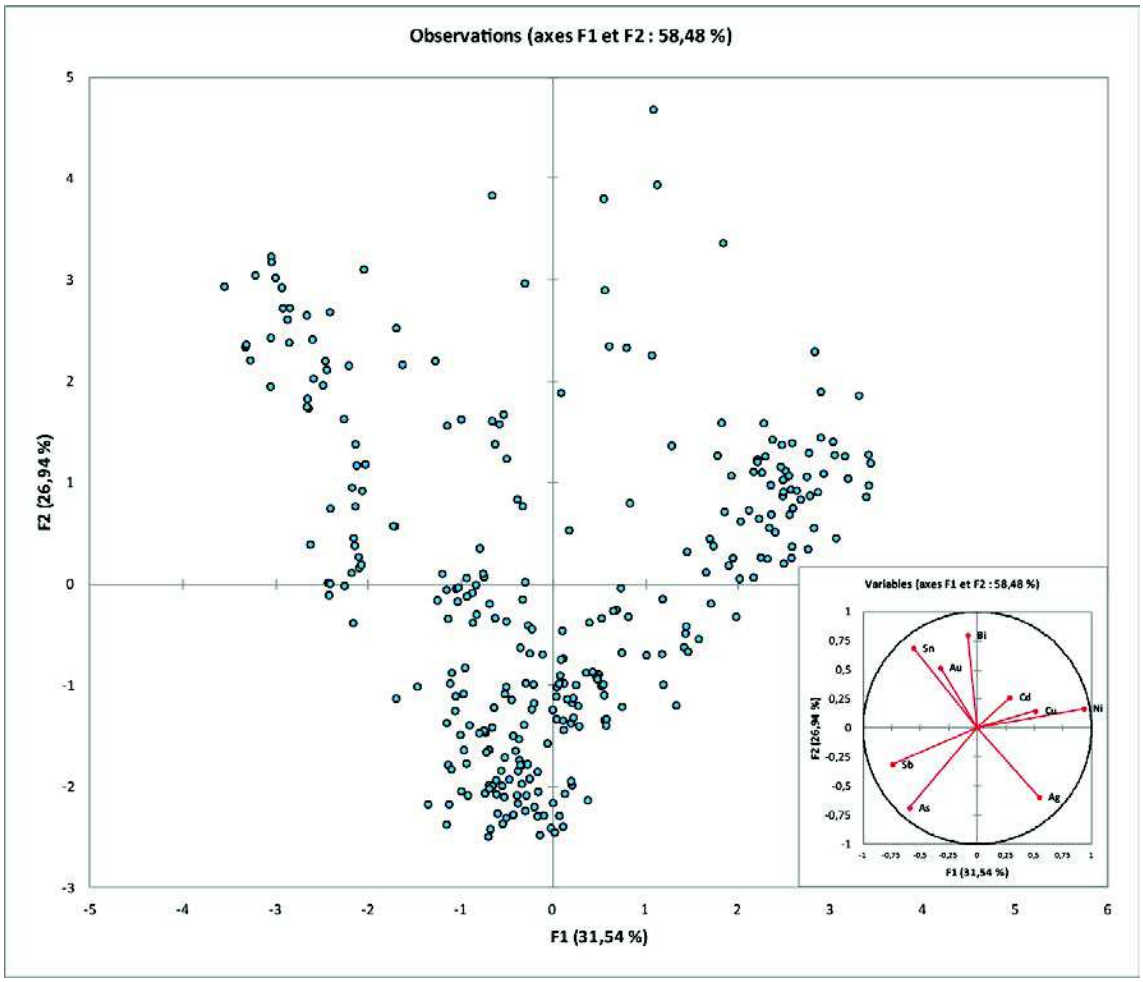


Figure 266 : Plan défini par les composantes principales F1 et F2 de l'ACP réalisée sur la signature chimique de plombs de scellement de la tour de Mutte

Une Classification Ascendante Hiérarchique a été réalisée sur les projections des individus sur les cinq premières composantes principales (représentant 90% de la variance totale). Les plombs de scellement ont été répartis en sept classes (Cf. Figure 267).

[323] Il s'agit de Ni, Cu, As, Ag, Cd, Sb, Au, Bi et Sn.
[324] De 0,02 ppm pour l'or jusqu'à 8,9%$_{mass}$ pour l'étain.

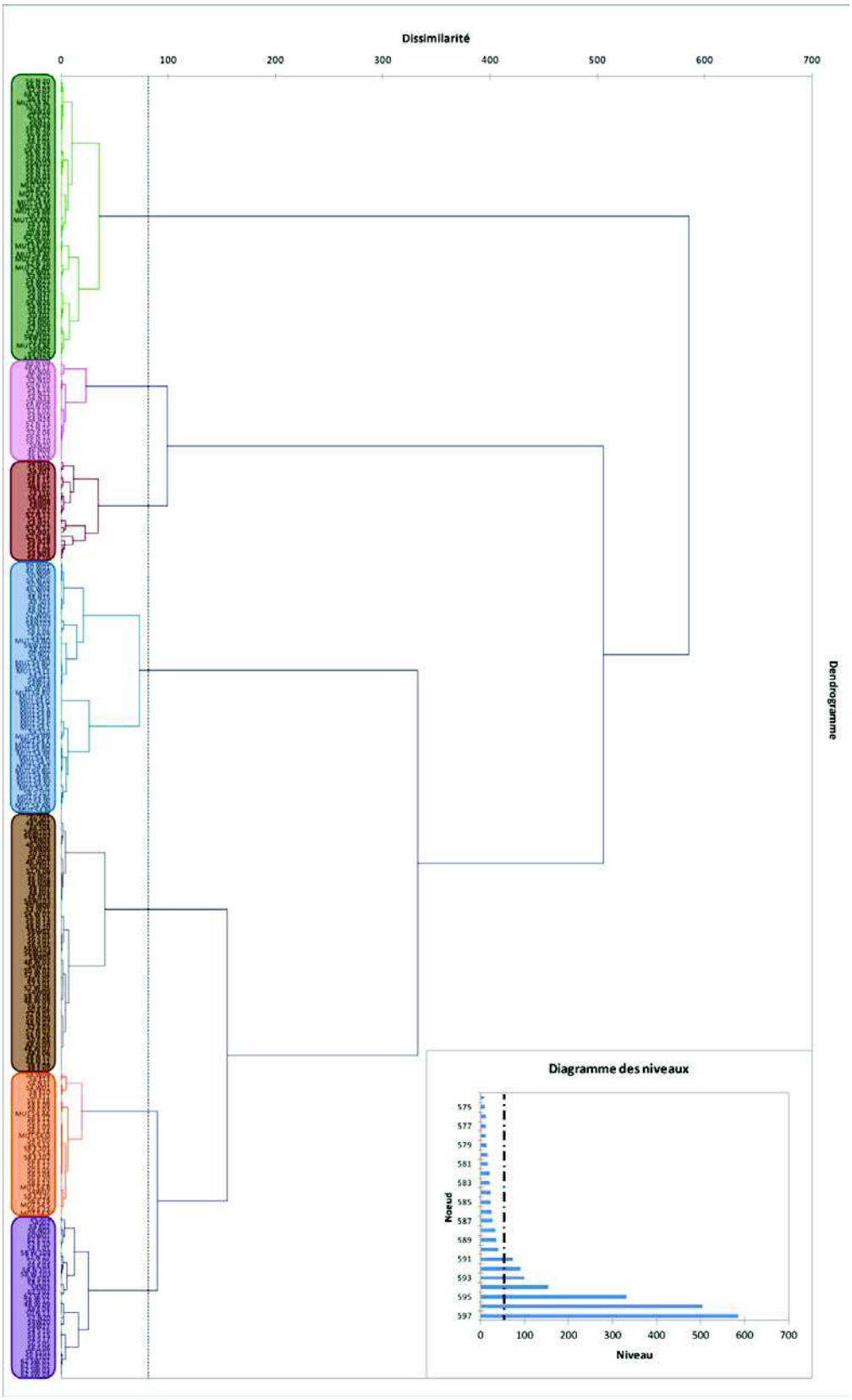


Figure 267 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les cinq premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 266

Les classes définies par le biais de la classification ont été intégrées au SIG en tant qu'attributs des fers architecturaux, afin d'examiner la répartition spatiale des groupes de

composition chimique du plomb. Deux situations sont distinguées : les façades extérieures de la tour et la voûte de la salle de la cloche.

- **Les façades extérieures de la tour**

Certains de ces groupes sont très dispersés sur les façades, sans organisation apparente, ce qui peut être expliqué par les interventions effectuées pour la consolidation de la maçonnerie (Cf. Figure 268). D'autres groupes de composition chimique du plomb semblent toutefois former des ensembles plus cohérents. La classe 7 est présente essentiellement au niveau des écoinçons de la baie de l'abat-son oriental, ainsi que sur l'entablement soutenant la terrasse, sur les façades est et sud. Les scellements du groupe 4 sont quant à eux disposés majoritairement sur les polylobes des baies de la salle de la cloche. Une partie des scellements de plomb attribués aux groupes 1 et 2 sont disposés sur le gable de la baie nord et composent un ensemble de mise en œuvre cohérent. Les scellements attribués par classification à ces deux groupes apparaissent par ailleurs chimiquement proches (Cf. Figure 267).

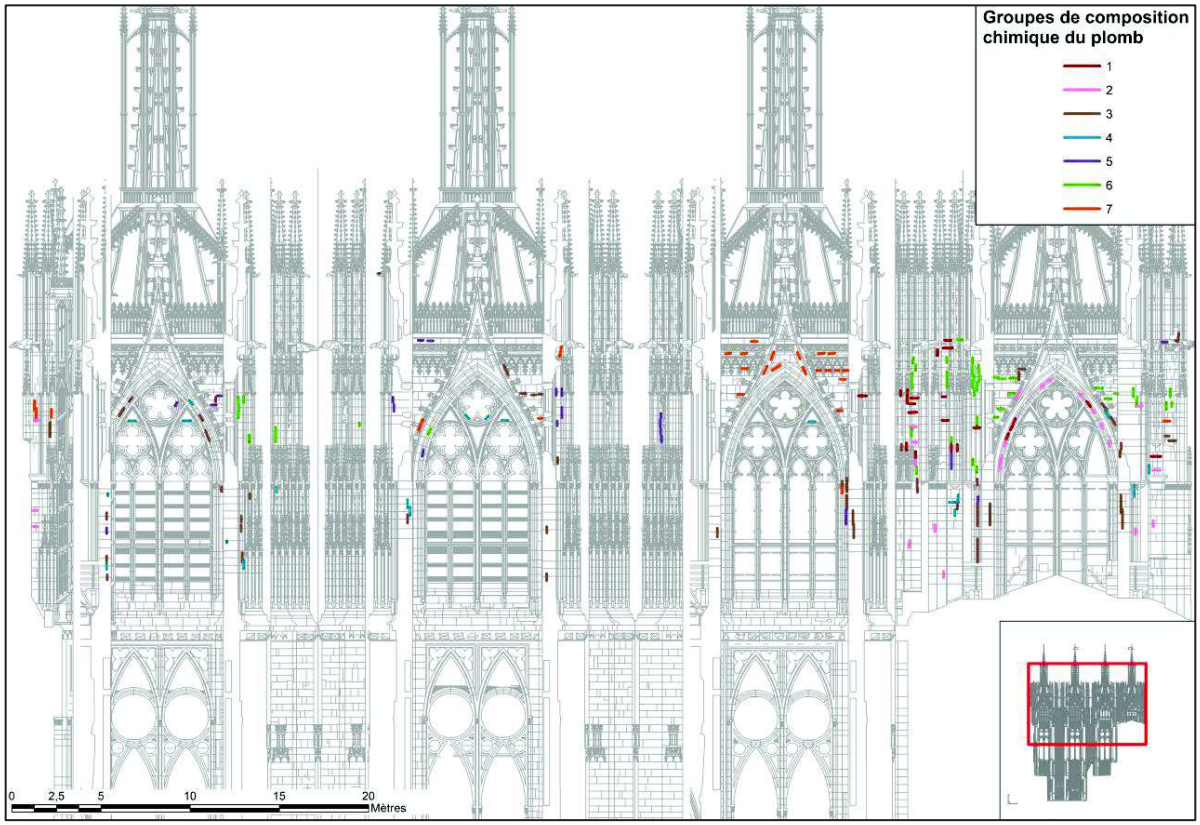


Figure 268 : Patron déroulé des façades de la tour de Mutte. Les groupes de composition du plomb mis en évidence sont symbolisés par le code couleur employé en Figure 267.

- **La voûte de la salle de la cloche**

39 scellements en plomb prélevés sur la voûte de la salle de la cloche ont été intégrés aux analyses multivariées présentées *supra*. La répartition des groupes de composition chimique est figurée sur le plan suivant (Cf. Figure 269). Les plombs attribués au groupe 6 (en vert) apparaissent employés comme scellement des agrafes fixées sur l'intrados des arcs de la voûte. Les plombs formant le groupe 4 (en bleu) sont liés aux agrafes fixées sur les flancs de ces arcs. Enfin, les plombs

attribués au groupe 7 (en orange) sont liés aux agrafes fixées sur l'intrados des voussures formant les bras orientaux de la voûte. La composition chimique des scellements de plomb semble, dans ce cas, en adéquation avec des ensembles de mise en œuvre de fers architecturaux.

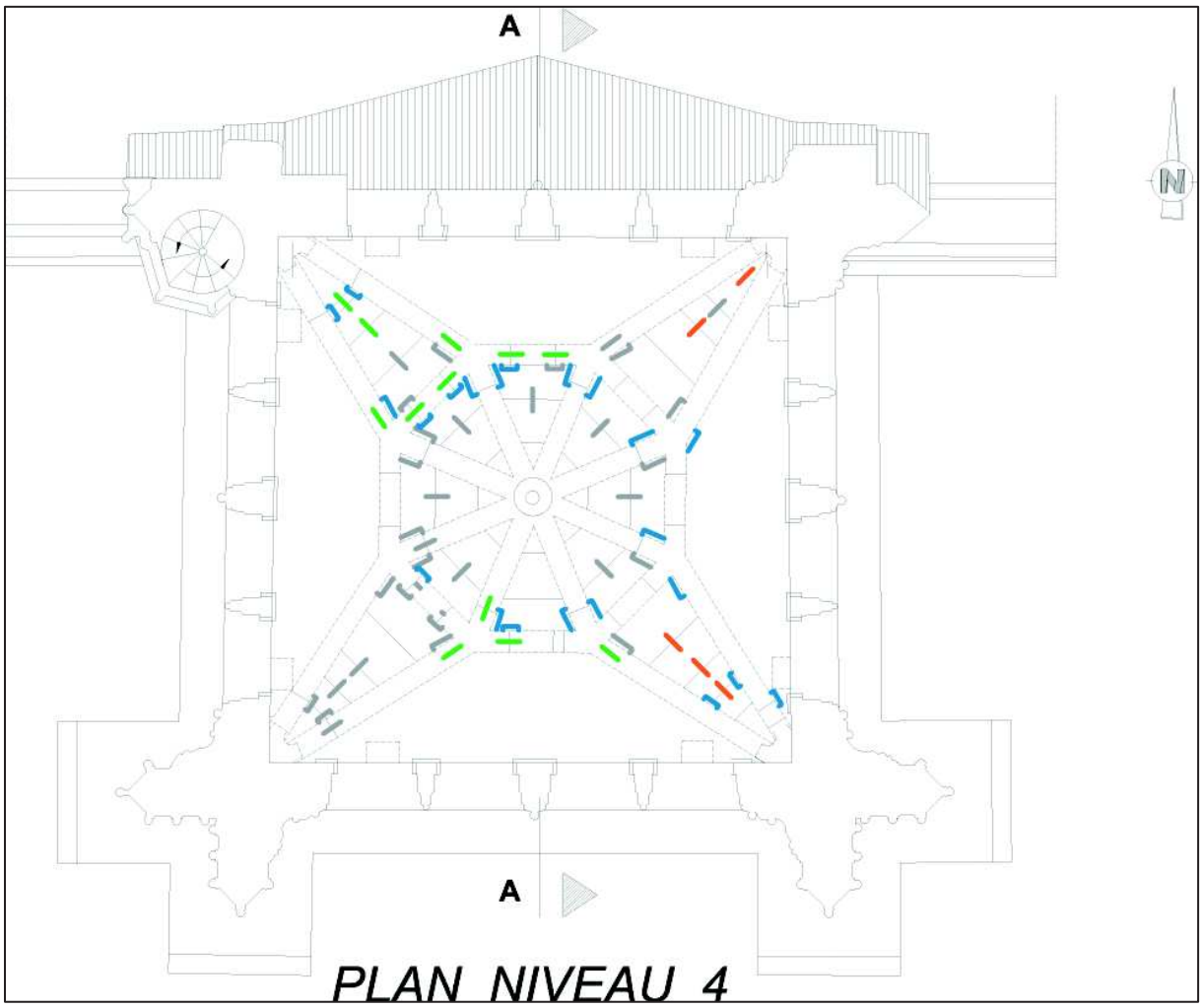


Figure 269 : Vue en plongée de la voûte de la salle de la cloche de la tour de Mutte montrant la répartition des scellements de plomb analysés.

Les résultats obtenus à partir de la caractérisation chimique des plombs de scellement semblent souligner les observations faites à l'occasion des campagnes de prélèvement concernant la régularité de la disposition de certains ensembles de fers architecturaux. Cette régularité nous apparaît comme un argument fort en faveur d'une mise en œuvre des renforts ferreux à l'occasion de la construction de l'édifice. Nous avons ainsi pris le parti d'analyser en priorité des agrafes au sein de ces ensembles. Neuf agrafes disposées sur le gable de la baie nord ont ainsi été sélectionnées. Sept éléments de renforts mis en œuvre sur les écoinçons de la baie orientale ont également été intégrés à l'étude inclusionnaire. Six crampons disposés sur la voûte ont été pris en considération, à raison de deux individus par groupe de composition chimique mis en évidence. Nous avons également sélectionné une agrafe disposée sur un polylobe de la baie sud.

Nous avons également pris soin de sélectionner des renforts architecturaux localisés dans plusieurs secteurs d'intérêt. Seuls deux éléments provenant des niveaux inférieurs, édifiés au XIIIe s., ont pu être prélevés sur le bâtiment à ce jour. De la même manière, seuls trois crampons, ainsi qu'un

fragment de tirant, se sont révélés accessibles pour prélèvement dans les parties sommitales de l'édifice (terrasse et pinacles). Ces six fers architecturaux ont ainsi été sélectionnés. Enfin, treize renforts ferreux issus de plusieurs ensembles dispersés sur les façades ont également été pris en considération. Afin de s'assurer de la pertinence du raisonnement développé en vue de sélectionner les renforts métalliques mis sur l'édifice lors de la construction, quatre individus intégrés aux groupes de disposition cohérents ont été datés.

5.1.2.3. Datation absolue de quatre crampons

Un protocole analytique développé récemment au sein du LAPA a été employé en vue de dater plusieurs renforts ferreux par le biais de la datation radiocarbone. Lors de la réduction du minerai de fer, une partie du carbone du charbon de bois se trouve incorporée dans la matrice métallique sous forme de cémentite (Fe_3C). La méthodologie repose ainsi sur l'extraction du carbone contenu dans les phases carburées du métal (perlite). L'utilisation de la spectrométrie de masse par accélérateur (AMS) permet de réduire à quelques milligrammes la masse de carbone nécessaire.

Un individu (36E01) issu de la partie basale de la tour (édifiée au XIIIe s.), deux agrafes (52N15 et 54N21) issues du gable de l'abat-son nord, ainsi qu'un crampon (54AF) disposé sur la voûte de la salle de la cloche, ont été datés. Nous avons pris soin de sélectionner des renforts au sein d'ensembles de disposition que nous avons interprétés comme contemporains de la construction de la tour. Les résultats obtenus concordent avec les phases de construction de l'édifice (Cf. Figure 270)[325]. Le métal du crampon 36E01 a certainement été produit à la fin du XIIe ou au début du XIIIe s. Le métal de l'agrafe disposée sur la voûte de la salle de la cloche a certainement été produit au cours de la première moitié du XVe s. Le métal de l'agrafe 52N15 semble avoir été produit plusieurs décennies avant celui de l'agrafe 54N21, alors qu'elles ont été toutes deux mises en œuvre sur le gable de l'abat-son nord de l'édifice. Ceci pourrait être expliqué par le réemploi d'un métal plus ancien pour former le crampon 52N15. Quoiqu'il en soit, aucun des renforts métalliques considérés n'apparaît comme postérieur aux phases de construction de la tour de Mutte. Ceci renforce notre sentiment selon lequel les ensembles de disposition définis *supra* correspondent bien à l'édification du monument.

Les 43 éléments de renfort ferreux sélectionnés ont ainsi fait l'objet d'études métallographiques et inclusionnaires en vue de distinguer, dans un premier temps, le procédé sidérurgique par lequel le métal a été produit. Nous chercherons à déterminer par la suite si les renforts issus de la filière directe ont été produits au sein d'un des ensembles de production sidérurgique lorrains, et plus particulièrement celui lié à l'exploitation de la *Minette.*

[325] Les datations ont été calibrées au moyen du logiciel OxCal, au moyen de la courbe présentée par Reimer *et al.* (2013).

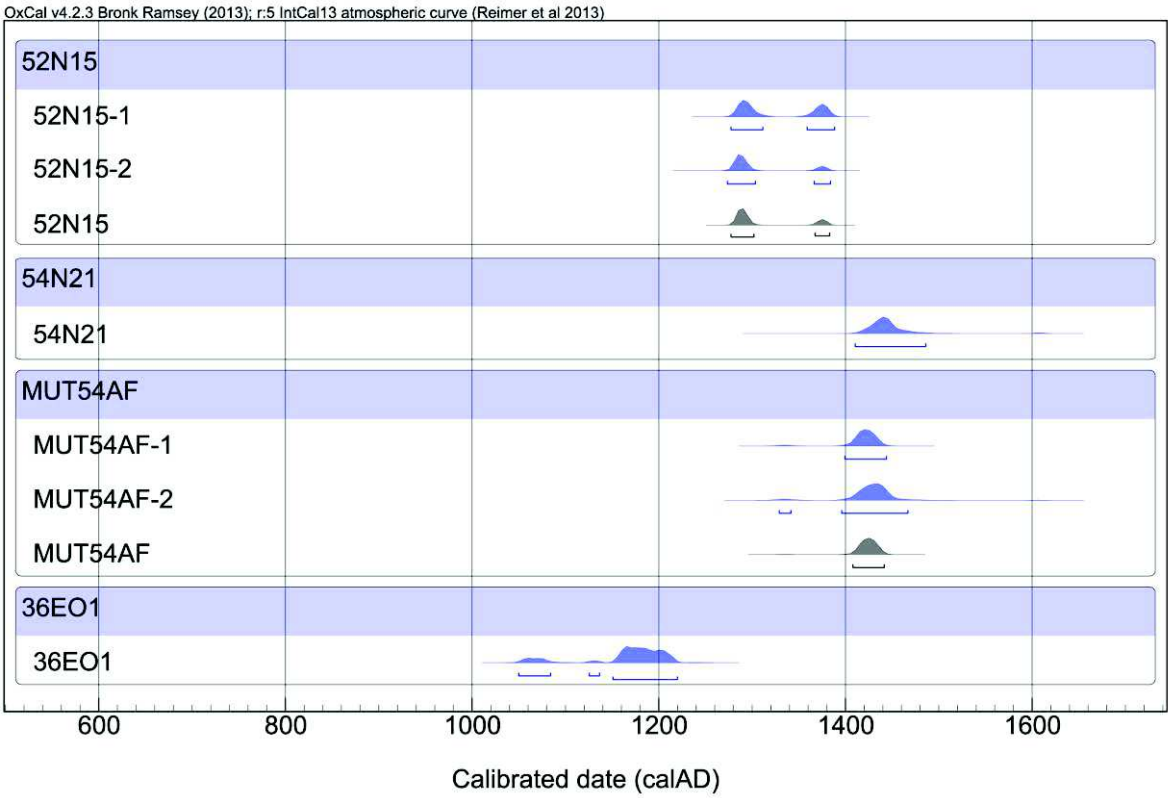


Figure 270 : Résultats des datations radiocarbone (AMS) effectuées sur quatre crampons de la tour de Mutte, calibrés en âge calendaire (Datation laboratoire LMC14 – CEA Saclay).

5.1.3. *Les principales caractéristiques de la microstructure des crampons*

Parmi le corpus sélectionné, 39 individus ont subi une attaque métallographique et fait l'objet d'examens micrographiques. Nous décrirons par conséquent les caractéristiques majeures de la microstructure des éléments de renfort examinés.

Une méthode de représentation du taux de carburation du métal développée par Pagès *et al.* (2008) et L'Héritier *et al.* (2013) a été employée pour qualifier la matrice métallique des renforts ferreux (Cf. Figure 271). Parmi les 39 sections observées après attaque, 23 révèlent un métal de structure majoritairement ferritique. Seul le crampon 56E18[326] est composé d'un métal à dominante ferrito-perlitique (0,2%$_{mass}$ de C), permettant de le qualifier d'« acier composite ». La matrice métallique du crampon 56N32[327] peut quant à elle être qualifiée d'« hétérogène ». La structure du métal est à dominante ferritique dans la plupart des cas. Des plages aciérées (en général 0,5-0,6% $_{mass}$ de C) sont toutefois régulièrement observables (dans 18 cas sur 39). Six crampons présentent une structure exclusivement ferritique, et seize autres apparaissent composés de zones carburées (> 0,2-0,3 % $_{mass}$ C) sur moins de 5% de la surface observée. Il est intéressant de noter que le phénomène de carburation du métal n'est pas exclusivement observé en périphérie du métal. Cette dernière ne

[326] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 346.
[327] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 358.

serait ainsi pas causée par un accident de chauffe au cours des dernières phases de mise en forme du métal. Ces plages de métal carburées présentent généralement des formes irrégulières qui pourraient évoquer des cavités présentes au sein de la masse de métal brute, et résorbées au cours de la mise en forme. La carburation peut être due à la circulation de gaz réducteurs au cours de la réduction du minerai, favorisée par la porosité de la masse métalliques en formation. Ces plages carburées sont d'ailleurs régulièrement soulignées par les tracés de lignes d'inclusions (Cf. Figure 272). Ces ensembles semblent constituer les reliques de la mise en forme d'un métal issu de la réduction. La micrographie ci-dessous, relativement caractéristique des observations effectuées sur l'ensemble du corpus ayant fait l'objet d'une attaque métallographique[328], met bien en évidence ces plages carburées aux formes irrégulières.

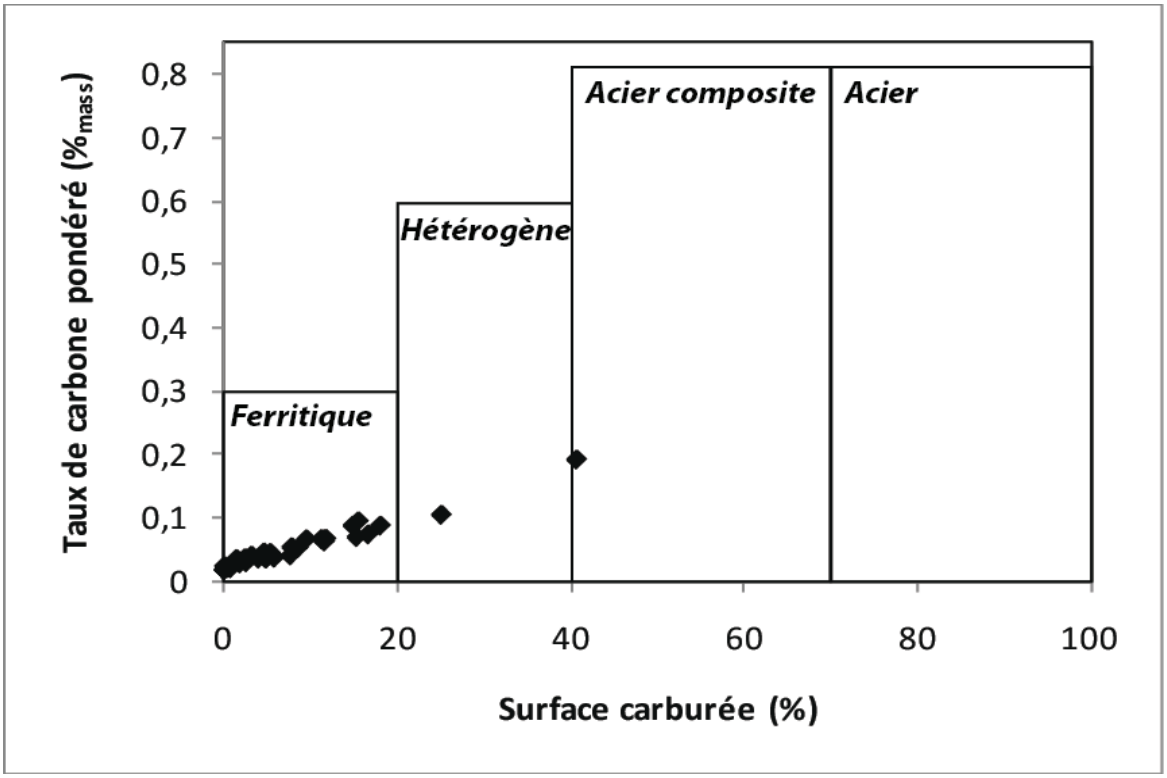


Figure 271 : Qualification de la matrice métallique des renforts ferreux de la tour de Mutte

Quatre renforts, les agrafes 54N19 et 56E13, le crampon présentant un tenon non-perpendiculaire 54E16, ainsi que le fragment de tirant 62SW01[329], présentent de manière certaine une soudure, prouvant que le métal a été replié, dans ce cas, selon l'axe longitudinal de la pièce de métal travaillée. Cinq renforts, dont quatre sont situés sur le gable de l'abat-son nord[330].

[328] Sur les 24 échantillons attaqués, 17 sections révèlent de manière claire un phénomène similaire.
[329] Les fiches synthétisant les observations micrographiques effectuées sur les échantillons évoqués sont présentées en annexe H : 54N19 p. 304 ; 56E13 p. 340 ; 54E16 p. 298 ; 62SW01 p. 376.
[330] Il s'agit de 54N18, 54N19, 54N21 et 56N10. Le crampon 56E12 est quant à lui localisé sur la façade est.

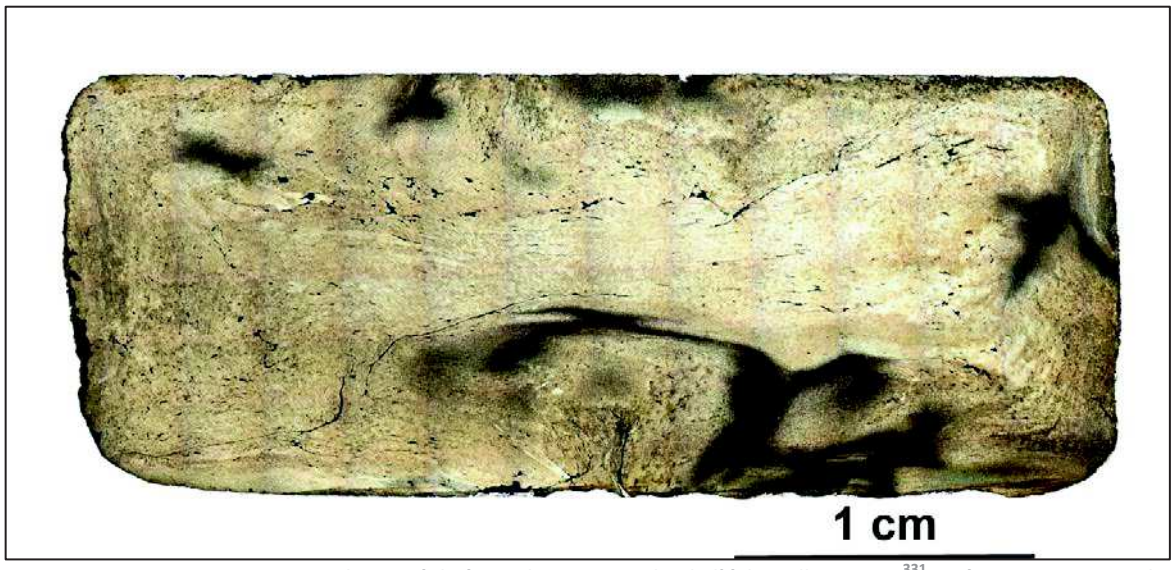


Figure 272 : Mosaïque micrographique réalisée sur la section polie de l'échantillon 54E14[331] après attaque au Nital

Des structures fantômes sont par ailleurs observables sur environ la moitié des sections examinées (18 individus sur 39) (Cf. Figure 273). Ces marbrures sont dues à une hétérogénéité chimique au sein de la structure, impliquant le phosphore ou l'arsenic. Ce phénomène a été étudié plus particulièrement par Stewart *et al.* (2000), ainsi que par Neff, Dillmann (2001) et Vega *et al.* (2003). Ces structures ont par ailleurs été souvent observées lors de l'étude des déchets métalliques issus des sites de production du fer ayant exploité la *Minette.* Ces structures ont été attribuées à la présence de phosphore dans le métal.

Figure 273 : Structures fantômes (ou marbrures) visibles dans la matrice ferritique du crampon 36E02[332], après attaque Nital

[331] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 295.

La propreté inclusionnaire du métal apparaît très variable. Les inclusions représentent 0,5% de la surface observée pour l'individu le plus « propre », et 7,7% pour le plus « sale ». La majorité des renforts ferreux sont caractérisés par une propreté inclusionnaire comprise entre 1 et 4% (Cf. Figure 274). Les agrafes mises en œuvre sur le gable de l'abat-son nord présentent une propreté inclusionnaire relativement mauvaise par rapport aux individus des autres groupes. Les renforts de la façade est, ainsi que ceux prélevés sur divers massifs de flanquement et façades, paraissent globalement plus propres. La répartition des inclusions au sein du métal varie sensiblement selon les cas. Certaines sections montrent des inclusions formant des alignements. D'autres prélèvements montrent des inclusions peu déformées, et sans organisation particulière.

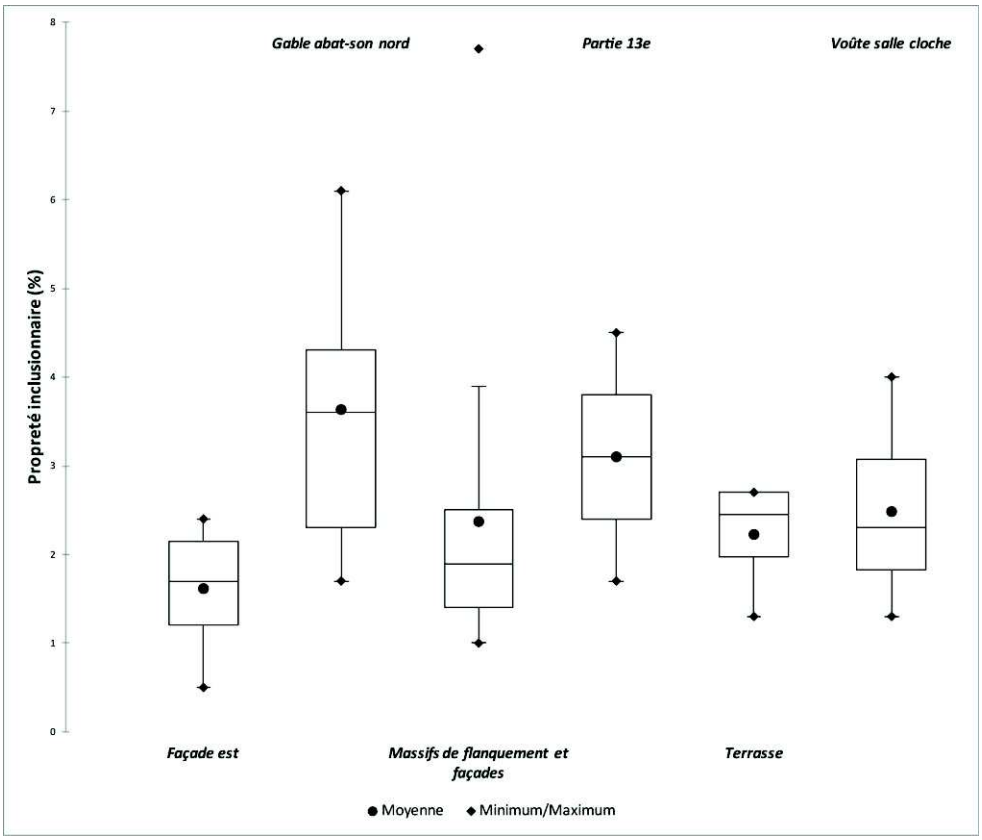


Figure 274 : Distribution des valeurs de propreté inclusionnaire des renforts en fonction des groupes de disposition définis

Le faciès pétrographique de ces inclusions varie également. Deux faciès semblent toutefois dominer. Le premier est caractérisé une matrice fayalitique, cristallisée sous forme de lattes, ou en gerbe. Les inclusions peuvent contenir des quantités très variables de wüstite[333], sous forme de dendrites ou de globules, ainsi que d'autres minéraux, de type mélilite, ou spinelle (hercynite[334] ou magnétite[335]). Des phosphates (apatites*[336]) sont également observables, généralement sous la forme de cristaux en « grains de riz » (Cf. Figure 275). L'identification des phases observées en

[332] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 256.
[333] La formule brute de la wüstite est : FeO
[334] La formule brute de l'hercynite est : $FeAl_2O_4$
[335] La formule brute de la magnétite est : Fe_3O_4 (1 Fe(II) ; 2 Fe(III))
[336] La formule brute de l'apatite est : $Ca_5(PO_4)_3(OH,Cl,F)$

microscopie optique a été vérifiée par des cartographies élémentaires réalisées au MEB-EDS (Cf. Annexe B).

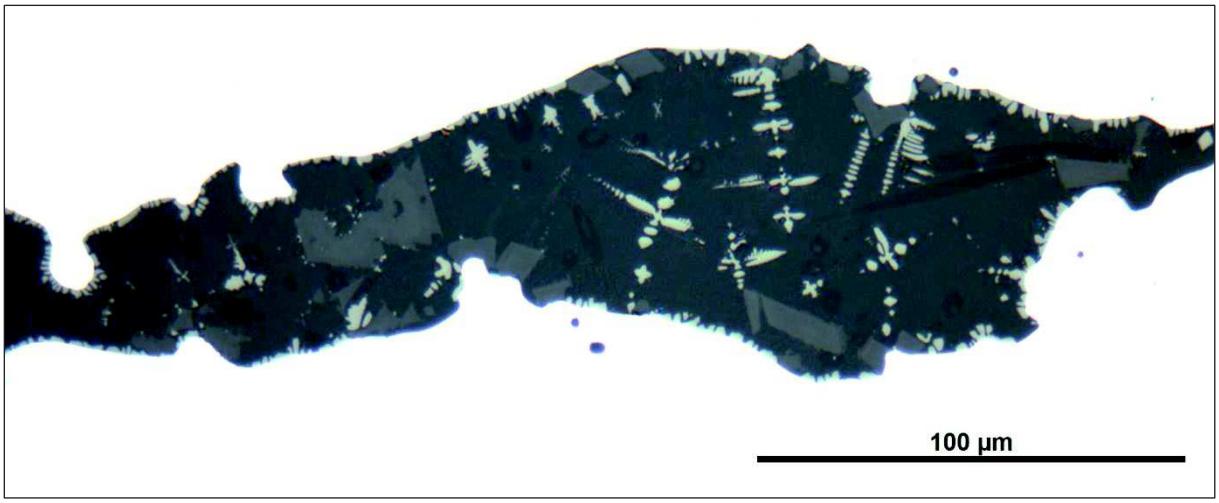


Figure 275 : Inclusion à matrice fayalitique fine, contenant des cristaux anguleux gris clair, des cristaux allongés d'apatite (gris foncé), ainsi que de la wüstite sous forme de dendrites et de globules (échantillon 52N15[337])

Le second est caractérisé par une matrice amorphe ou à cristallisation très fine. Ces inclusions peuvent contenir des globules d'aspect vitreux (Cf. Figure 276). Afin de définir la nature chimique de ces globules, une cartographie élémentaire a été réalisée par MEB-EDS (Cf. Annexe B). Les résultats obtenus suggèrent qu'il s'agit d'une démixtion de globules siliceux se développant dans une matrice ferro-silicatée.

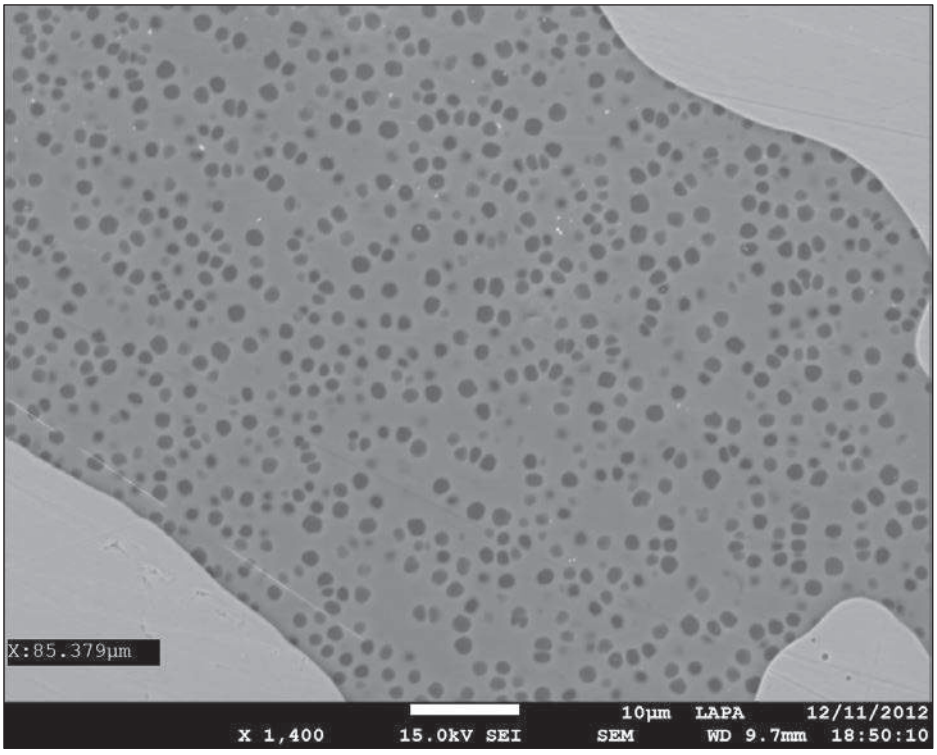


Figure 276 : Inclusion à matrice amorphe contenant des globules d'aspect vitreux (Cliché MEB – électrons secondaires)

[337] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 274.

Les critères micrographiques de qualification des sections (structure du métal, propreté inclusionnaire, faciès des inclusions,…) varient de manière significative à l'échelle du corpus. Ceci peut s'expliquer aisément par le caractère hétérogène de ce dernier, les éléments métalliques ayant été disposés à l'occasion de différents chantiers, et cela sur une période de plusieurs siècles. Toutefois le faciès relativement brut du métal, marqué notamment par la propreté inclusionnaire, ainsi que la présence de nombreuses plages carburées informes constituant des reliques de la réduction du minerai, constitue une caractéristique commune à la majorité des renforts étudiés.

5.1.4. Distinction des procédés de production du fer

Plusieurs sources documentaires laissent présumer de la mise en place, au cours des XIVe et XVe s., d'ateliers sidérurgiques employant le procédé indirect en Lorraine (Girardot 1976). Le chantier de construction de la partie supérieure de l'édifice a ainsi pu être approvisionné en métal issu de cette filière. Rappelons par ailleurs que la tour de Mutte a subi, depuis le XVe s., de nombreuses campagnes de restauration, à l'occasion desquelles du métal produit par le procédé indirect a pu être disposé sur l'édifice.

La distinction du procédé par le biais duquel le métal engagé dans le bâtiment a été produit constitue ainsi un préalable nécessaire à notre démarche, qui n'est valide que pour des produits sidérurgiques issus de la filière directe. Desaulty (2008, p. 48), ainsi que Dillmann et L'Héritier (2007, p. 1818) rappellent en effet que les inclusions générées par le procédé indirect[338] présentent une composition chimique non représentative de celle du minerai, puisqu'elles sont générées lors de l'affinage de la fonte. Ces auteurs ont mis au point une méthode de distinction des produits issus de ces filières, reposant sur la composition chimique des inclusions générées par l'un ou l'autre des procédés. Cette méthode a été décrite dans la sous-partie 1.5.3.

Le corpus de référence constitué par Dillmann et L'Héritier (2007) pour la distinction des procédés comprend 138 échantillons, dont les inclusions sont caractérisées par cinq Composés Non Réduits. Nous avons cherché à établir un modèle statistique permettant la distinction des procédés en employant un nombre plus important de composés majeurs des inclusions. Les variables employées dans le cadre de ce travail sont ainsi les teneurs des oxydes MgO, Al_2O_3, SiO_2, P_2O_5, K_2O, CaO et MnO normalisées au fer. Cette transformation a été privilégiée car elle permet de ne pas tenir compte de la teneur relative des oxydes de fer dans les inclusions, puisque celle-ci varie fortement en fonction des conditions thermodynamiques lors de l'opération de réduction. Plusieurs dizaines à quelques centaines d'inclusions ont analysées par MEB-EDS pour chaque échantillon de renfort métallique issu de la tour de Mutte. Les teneurs normalisées ont été calculées pour chaque individu (Cf. Tableau 20) sur la base des inclusions conservées après le traitement de sélection décrit *supra*. Deux groupes de compositions peuvent être grossièrement distingués par la seule observation de ces teneurs. Ils se différencient majoritairement par les teneurs normalisées en oxydes de magnésium et alumine. Par ailleurs, les échantillons présentant de fortes teneurs pour ces deux oxydes semblent également se caractériser par une teneur en phosphate plus faible.

[338] Il s'agit plus particulièrement des matériaux inclus dans le métal à l'occasion de l'affinage des fontes.

Name	MgO**	Al2O3**	SiO2**	P2O5**	K2O**	CaO**	MnO**
MUT36E01	4,00	16,90	47,00	9,40	4,00	16,50	1,87
MUT36E02	3,20	14,60	41,00	21,10	2,94	15,20	1,58
MUT46E02	0,95	2,99	47,00	31,30	1,51	15,00	0,95
MUT52E04	0,99	4,20	58,00	18,20	2,84	14,80	0,80
MUT52E10	1,37	4,60	66,00	8,60	2,94	16,20	0,78
MUT52N13	4,00	19,40	33,00	14,40	4,20	24,00	0,94
MUT52N15	4,10	27,40	40,00	6,40	1,64	20,00	0,80
MUT54E14	1,97	2,79	40,00	21,30	1,82	31,20	0,79
MUT54E16	1,13	4,00	57,00	17,80	2,35	16,70	1,09
MUT54N18	1,19	6,10	31,50	44,00	1,19	12,10	3,50
MUT54N19	1,44	7,10	32,00	34,00	1,44	17,40	6,60
MUT54N21	2,17	5,40	54,00	10,10	4,50	22,70	0,82
MUT54N22	2,16	17,90	40,00	7,20	2,80	29,30	0,73
MUT54N24	1,05	7,10	34,00	34,00	1,01	18,70	4,70
MUT54N30	2,96	24,40	46,00	4,30	2,28	19,00	0,58
MUT54N33	1,45	4,60	63,00	12,00	2,54	15,60	0,78
MUT54S10	1,23	3,30	53,00	31,30	3,20	4,80	3,07
MUT54W04	0,87	5,90	58,00	8,80	3,50	22,20	0,68
MUT54W16	1,73	3,50	61,00	15,00	2,86	15,40	0,69
MUT56E03	3,30	20,00	48,00	5,30	2,57	19,70	1,14
MUT56E09	1,05	2,46	59,00	22,70	2,05	11,80	1,01
MUT56E12	3,30	19,60	44,00	8,10	2,54	21,60	0,70
MUT56E13	3,40	23,20	48,00	6,10	2,73	16,00	0,57
MUT58E17	1,55	2,86	60,00	19,30	1,91	13,00	1,03
MUT56E18	1,94	2,02	58,00	18,90	1,94	15,10	1,94
MUT56E23	1,65	2,84	75,00	8,00	2,95	8,70	0,77
MUT56N10	1,10	8,70	32,00	30,50	0,78	21,70	5,20
MUT56N11	0,87	5,40	25,00	43,00	0,87	22,10	2,33
MUT56N32	2,28	2,67	73,00	8,90	2,59	9,70	1,10
MUT56S02	0,96	2,73	56,00	26,00	2,03	11,60	0,92
MUT56S05	1,04	3,80	53,00	26,60	2,48	12,50	0,78
MUT58E09	1,00	4,20	67,00	12,50	1,25	13,50	0,90
MUT58E10	3,20	20,10	45,00	8,20	2,87	19,70	0,54
MUT58N01	1,28	2,87	46,00	35,00	1,28	12,60	1,28
MUT60N01	2,07	3,80	72,00	2,45	3,30	16,00	0,48
MUT60N02	1,41	1,64	46,00	38,00	6,60	4,40	1,64
MUT62SW01	2,87	19,20	43,00	9,20	2,87	22,20	0,75
MUT54S	1,09	3,40	67,00	13,90	2,32	11,40	0,73
MUT54AF	1,29	2,72	57,00	19,60	1,98	16,60	1,24
MUT54AN	2,10	5,30	59,00	12,40	3,70	16,40	1,11
MUT54BB	1,02	4,10	66,00	12,90	2,48	12,30	0,99
MUT54BV	2,06	4,20	54,00	13,00	2,71	22,70	0,81
MUT54CE	1,99	5,40	56,00	15,90	3,90	15,60	0,99

Tableau 20 : Teneurs moyennes, pondérées par la surface des inclusions dosées et normalisées au fer, des éléments de renfort ferreux de la tour de Mutte.

La problématique présentant un caractère dichotomique[339], nous avons pris le parti d'employer la régression logistique afin de distinguer les fers directs et indirects du corpus de référence, et d'estimer les probabilités d'attribution de 43[340] renforts ferreux de la Mutte à l'un des procédés. Un modèle a ainsi été calculé (Cf. Figure 277) à partir des teneurs normalisées au fer, caractérisant les 138 échantillons constituant le référentiel employé par Dillmann et L'Héritier (2007). Les paramètres de l'analyse, notamment la définition des seuils d'attribution, sont détaillés dans le paragraphe 2.3.4.3.

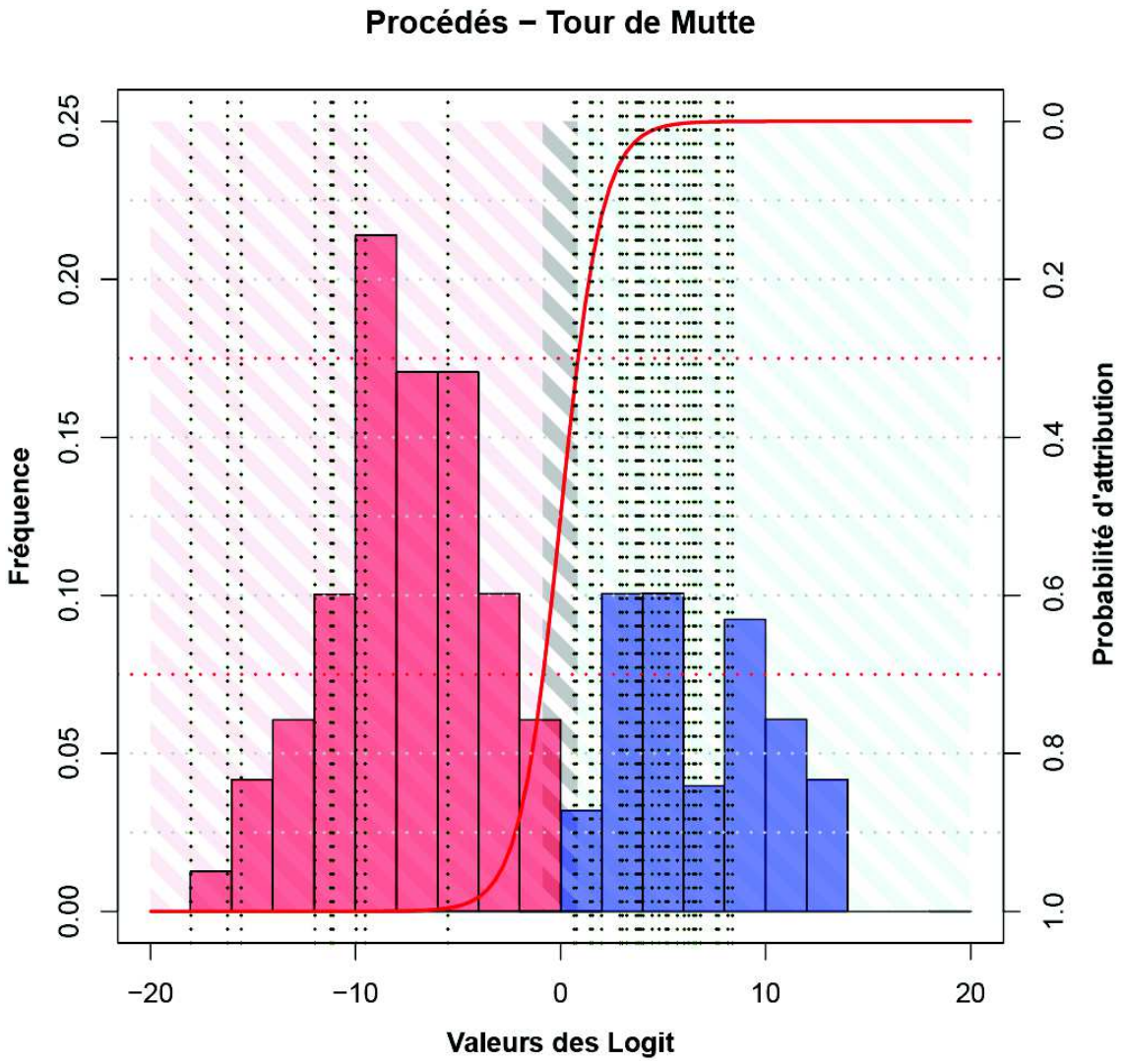


Figure 277 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus de référence pour la distinction des procédés, ainsi que des éléments de renfort ferreux de la tour de Mutte (en rouge : distribution des valeurs logit du corpus *direct* ; en bleu : distribution des valeurs logit du corpus *indirect*)

Les résultats de l'analyse montrent que la majorité des agrafes et tirants prélevés et analysés pour la tour de Mutte sont attribuables au procédé indirect. Onze individus sont quant à eux issus du procédé direct. Deux individus, 54N21 et 54W04, ne peuvent être reliés à un procédé. Les valeurs du logit, ainsi que les probabilités d'attribution à l'un ou l'autre procédé, sont détaillées pour chaque échantillon dans le Tableau 21.

[339] « Les renforts ferreux ont-ils été produits par le biais du procédé direct **ou** indirect ? ».
[340] Il n'a pas été possible d'établir la signature élémentaire majeure des échantillons 48S01 et 60N03.

Echantillon	Procédé	*Pi* (Direct)	*Pi* (Direct)	Logit(p)
MUT36E01	Direct	0,000050	1,000000	-9,91
MUT36E02	Direct	0,004450	0,996000	-5,41
MUT46E02	Indirect	1,000000	0,000462	7,68
MUT52E04	Indirect	0,974000	0,025500	3,64
MUT52E10	Indirect	0,876000	0,124000	1,95
MUT52N13	Direct	0,000015	1,000000	-11,10
MUT52N15	Direct	0,000000	1,000000	-18,00
MUT54E14	Indirect	0,999000	0,000506	7,59
MUT54E16	Indirect	0,988000	0,012300	4,38
MUT54N18	Indirect	0,999000	0,001160	6,76
MUT54N19	Indirect	0,991000	0,008770	4,73
MUT54N21	Indéterminé	0,678000	0,322000	0,75
MUT54N22	Direct	0,000079	1,000000	-9,45
MUT54N24	Indirect	0,994000	0,006060	5,10
MUT54N30	Direct	0,000000	1,000000	-16,20
MUT54N33	Indirect	0,942000	0,058500	2,78
MUT54S10	Indirect	0,995000	0,005000	5,29
MUT54W04	Indéterminé	0,667000	0,333000	0,69
MUT54W16	Indirect	0,980000	0,020200	3,88
MUT56E03	Direct	0,000006	1,000000	-12,10
MUT56E09	Indirect	0,998000	0,001890	6,27
MUT56E13	Direct	0,000000	1,000000	-15,50
MUT56E12	Direct	0,000014	1,000000	-11,10
MUT56E17	Indirect	0,997000	0,003330	5,70
MUT56E18	Indirect	0,999000	0,001430	6,55
MUT56E23	Indirect	0,948000	0,051900	2,90
MUT56N10	Indirect	0,972000	0,027900	3,55
MUT56N11	Indirect	1,000000	0,000292	8,14
MUT56N32	Indirect	0,975000	0,025200	3,66
MUT56S02	Indirect	0,998000	0,001500	6,50
MUT56S05	Indirect	0,995000	0,004840	5,33
MUT58E09	Indirect	0,982000	0,018000	4,00
MUT58E10	Direct	0,000006	1,000000	-12,00
MUT58N01	Indirect	1,000000	0,000247	8,30
MUT60N01	Indirect	0,819000	0,181000	1,51
MUT60N02	Indirect	0,994000	0,006110	5,09
MUT62SW01	Direct	0,000018	1,000000	-10,90
MUT54S	Indirect	0,980000	0,020300	3,88
MUT54AF	Indirect	0,998000	0,002340	6,05
MUT54AN	Indirect	0,801000	0,199000	1,39
MUT54BB	Indirect	0,955000	0,044800	3,06
MUT54BV	Indirect	0,977000	0,023500	3,73
MUT54CE	Indirect	0,806000	0,194000	1,43

Tableau 21 : Tableau récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour chaque élément de renfort de la tour de Mutte analysé

Les objets réalisés à partir du procédé direct sont répartis sur l'ensemble de la hauteur de la tour ayant fait l'objet de prélèvement (Cf. Figure 278). Les deux crampons disposés dans les *oculi* de la base de la tour, édifié au XIIIe s., sont attribuables sans grande surprise au procédé direct. Le métal du tirant 62SW01, engagé dans un des pinacles du niveau de la terrasse, a également été produit par le biais de ce procédé. Les autres éléments issus de ce même procédé sont répartis au sein de divers ensembles prélevés au niveau de la salle de la cloche. Trois ont été prélevés sur le gable de la baie nord. Trois autres proviennent des écoinçons de l'abat-son et de l'entablement de la façade orientale de la tour. Les trois autres crampons formés à partir d'un métal issu du procédé direct ne font pas partie d'un ensemble défini, et sont situés soit sur les massifs de flanquement soit sur les façades. Les six agrafes provenant de la voûte qui ont été analysées sont toutes attribuables au procédé indirect.

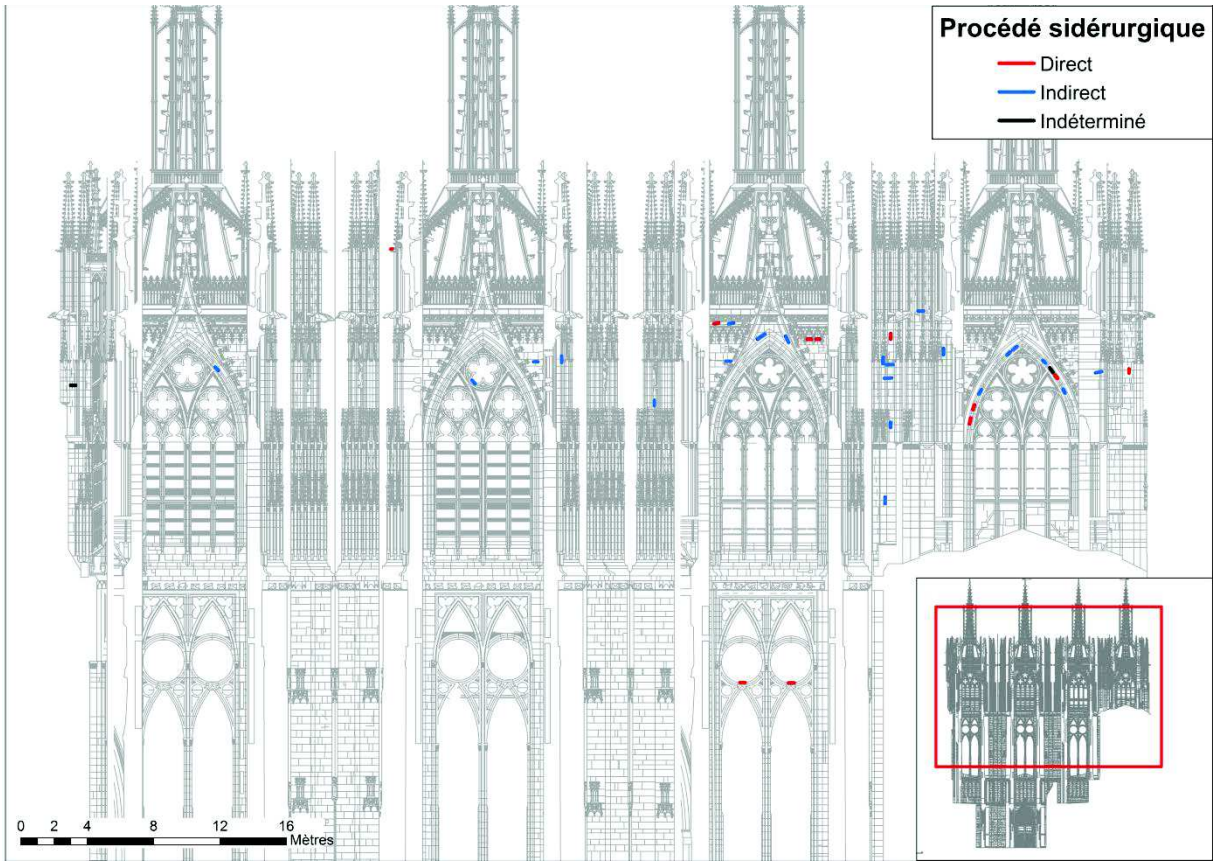


Figure 278 : Localisation des éléments ferreux sur le bâtiment en fonction de leur attribution à un procédé de production

5.1.1. *Interprétation d'ensembles de mise en œuvre des renforts ferreux*

A la lumière des résultats présentés au fil des sous-parties précédentes, il est possible de qualifier une quarantaine de renforts métalliques par le biais de leurs caractéristiques morphologiques et techniques, mais également au moyen du procédé sidérurgique dont le métal est issu. Ces sources d'informations ont été exploitées pour interpréter certains ensembles de renforts métalliques mis en œuvre sur le bâtiment.

5.1.1.1. Le gable de l'abat-son nord : un exemple de restauration

Les crampons disposés sur le gable de l'abat-son nord présentent plusieurs caractéristiques communes. Scellés par du plomb dont la composition chimique paraît relativement homogène, ils présentent tous des tenons crantés sur leurs faces externes et internes, une caractéristique propre aux renforts de la façade nord. Ces indices nous amènent à considérer que les crampons forment un ensemble de mise en œuvre cohérent. D'autres critères permettent toutefois de distinguer les agrafes. Certains éléments (tels que 56N10 et 56N11) ont été laminés, tandis que la majorité des crampons sont martelés (Cf. Figure 279). La mise en œuvre concomitante de renforts issus des deux filières techniques de réduction (directe et indirecte) a également été mise en évidence.

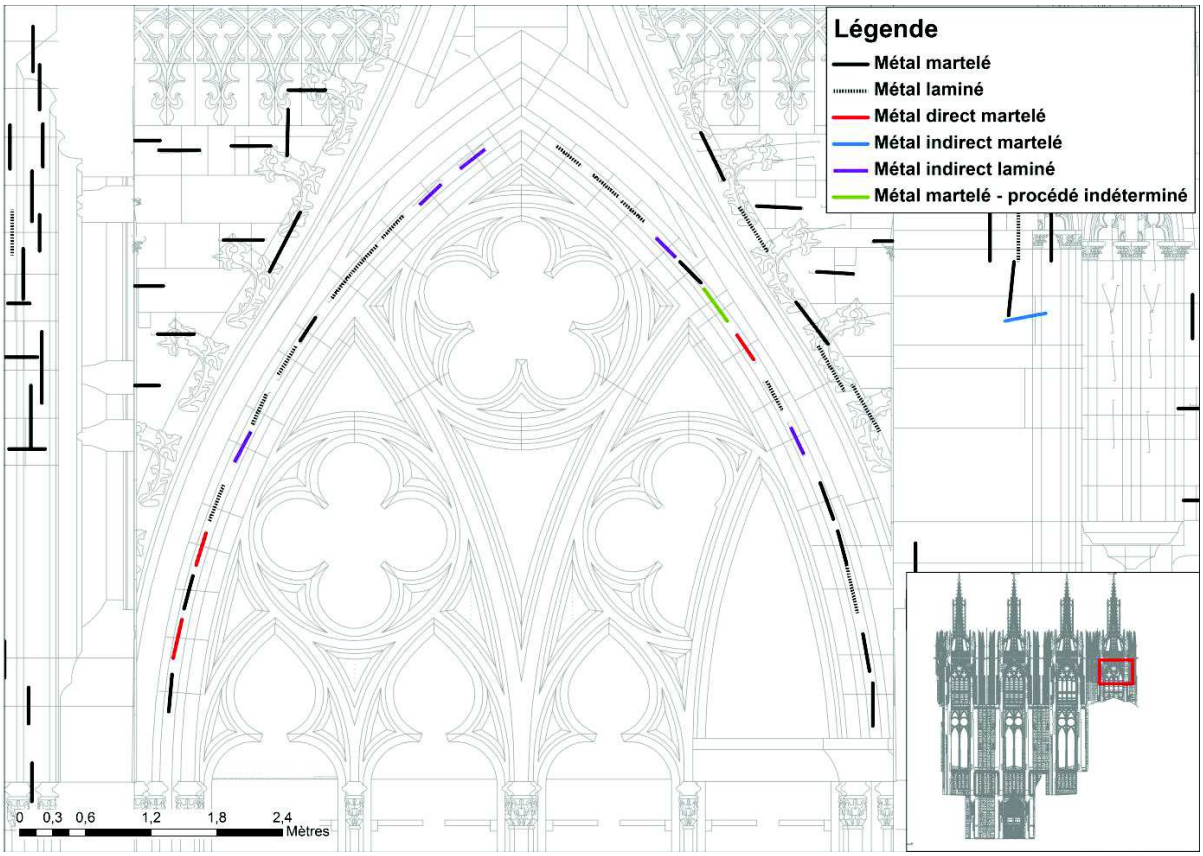


Figure 279 : Détail du gable de l'abat-son nord ; distinction des crampons en fonction du procédé sidérurgique et de la méthode de mise en forme du métal

La présence d'éléments laminés atteste d'une mise en œuvre postérieure à la construction de l'édifice, probablement à l'époque contemporaine. Il peut paraître étonnant de mettre en évidence, au sein de cet ensemble, des crampons dont le métal est issu du procédé direct, et certainement produits au Bas Moyen Age[341]. Ceci peut être expliqué par le remploi, lors de la campagne de restauration, de crampons médiévaux. Cette éventualité sera discutée dans le chapitre suivant.

[341] Rappelons que les crampons 52N15 et 54N21 ont été datés par radiocarbone.

5.1.1.2. Les écoinçons et l'entablement de la façade est

L'homogénéité de la composition chimique des scellements en plomb nous avait également amenés à considérer des agrafes, disposées dans cette partie de la façade est, comme constituant un ensemble de mise en œuvre cohérent. L'ensemble des crampons ont été mis en forme par martelage. Sans pouvoir affirmer que cet ensemble ait été placé lors de la construction de l'édifice, les indices recueillis rendent cette hypothèse fort probable. Des renforts dont le métal est issu de l'un ou l'autre procédé de réduction sont ici associés (Cf. Figure 280). Il s'agit plus particulièrement des agrafes 58E09 et 58E10, situées dans la partie gauche de l'illustration. Cette association suggère que le chantier de construction de la tour de Mutte a été approvisionné en métal issu à la fois du procédé direct et du procédé indirect. Il s'agirait dans ce cas d'un témoin important de la coexistence, en Lorraine à la fin du Moyen Age, des deux filières techniques de réduction du minerai de fer.

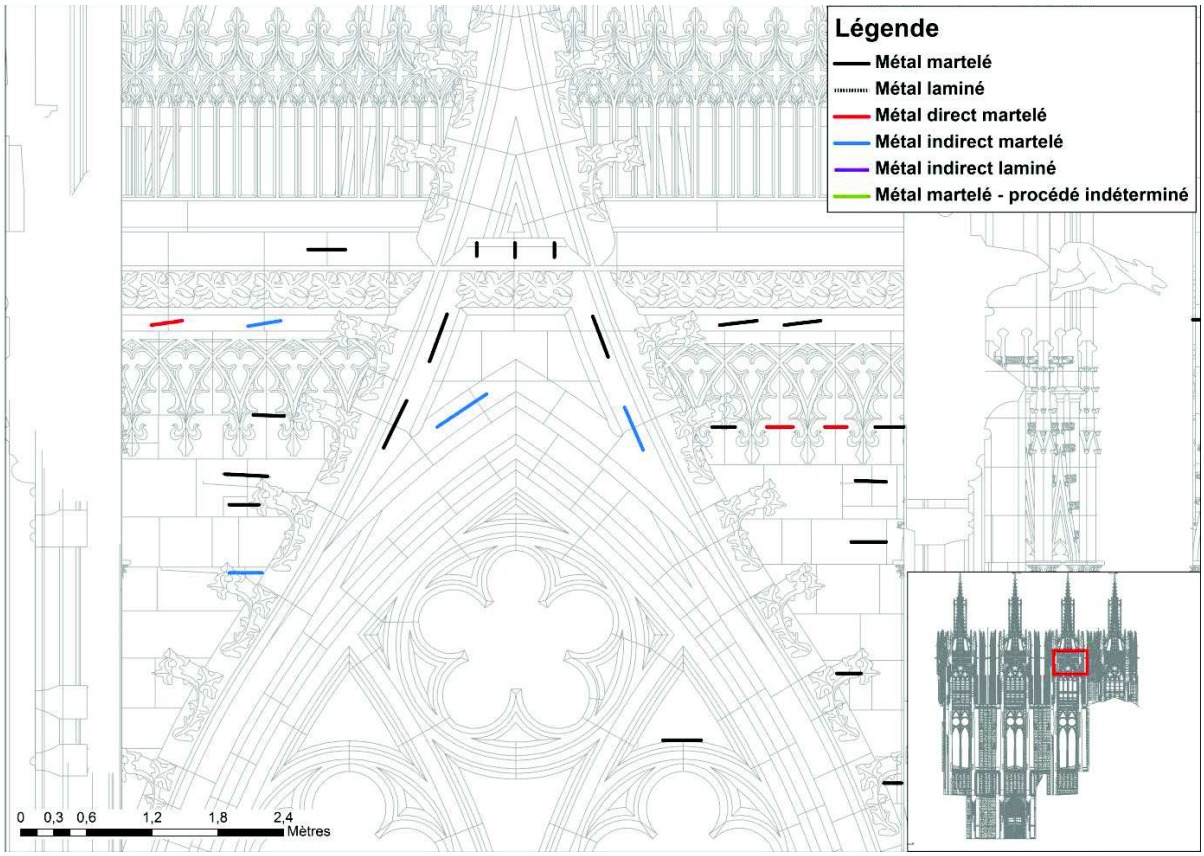


Figure 280 : détail de la façade est de la tour de Mutte ; distinction des crampons en fonction du procédé sidérurgique et de la méthode de mise en forme du métal

5.1.2. *Détermination de la provenance des agrafes issues du procédé direct*

Seuls les produits sidérurgiques issus du procédé direct peuvent faire, rappelons-le, l'objet d'une démarche visant à établir une filiation chimique avec un ensemble de production sur la base de la signature chimique inclusionnaire. Nous chercherons ainsi à déterminer la compatibilité chimique éventuelle des onze éléments de renfort issus du procédé direct avec une source potentielle de métal, en mettant en œuvre la démarche décrite dans la sous-partie 2.3.5. Rappelons que la première étape consiste à déterminer si les produits sidérurgiques présentent une signature chimique similaire à celle d'un des ensembles de production considérés. Les renforts ferreux de la tour de Mutte ont ainsi été intégrés en tant qu'individus supplémentaires à l'Analyse en Composantes Principales réalisée dans la sous-partie 3.3.1. Les variables considérées sont les quinze rapports logarithmiques employés au cours des chapitres 3 et 4.

Les projections de la composition chimique moyenne de dix individus se superposent, sur les deux plans de plus grande variance, au domaine chimique de l'ensemble *Minette*. Seul le crampon 36E01 est légèrement isolé du domaine chimique de l'ensemble de production (Cf. Figure 281). De plus, huit individus présentent des coordonnées très proches. Seuls les deux crampons engagés dans le niveau édifié au XIIIe s. (36E01 et 36E02), et l'un des crampons disposés sur le gable de la baie nord (54N22), se distinguent légèrement de ce groupe homogène.

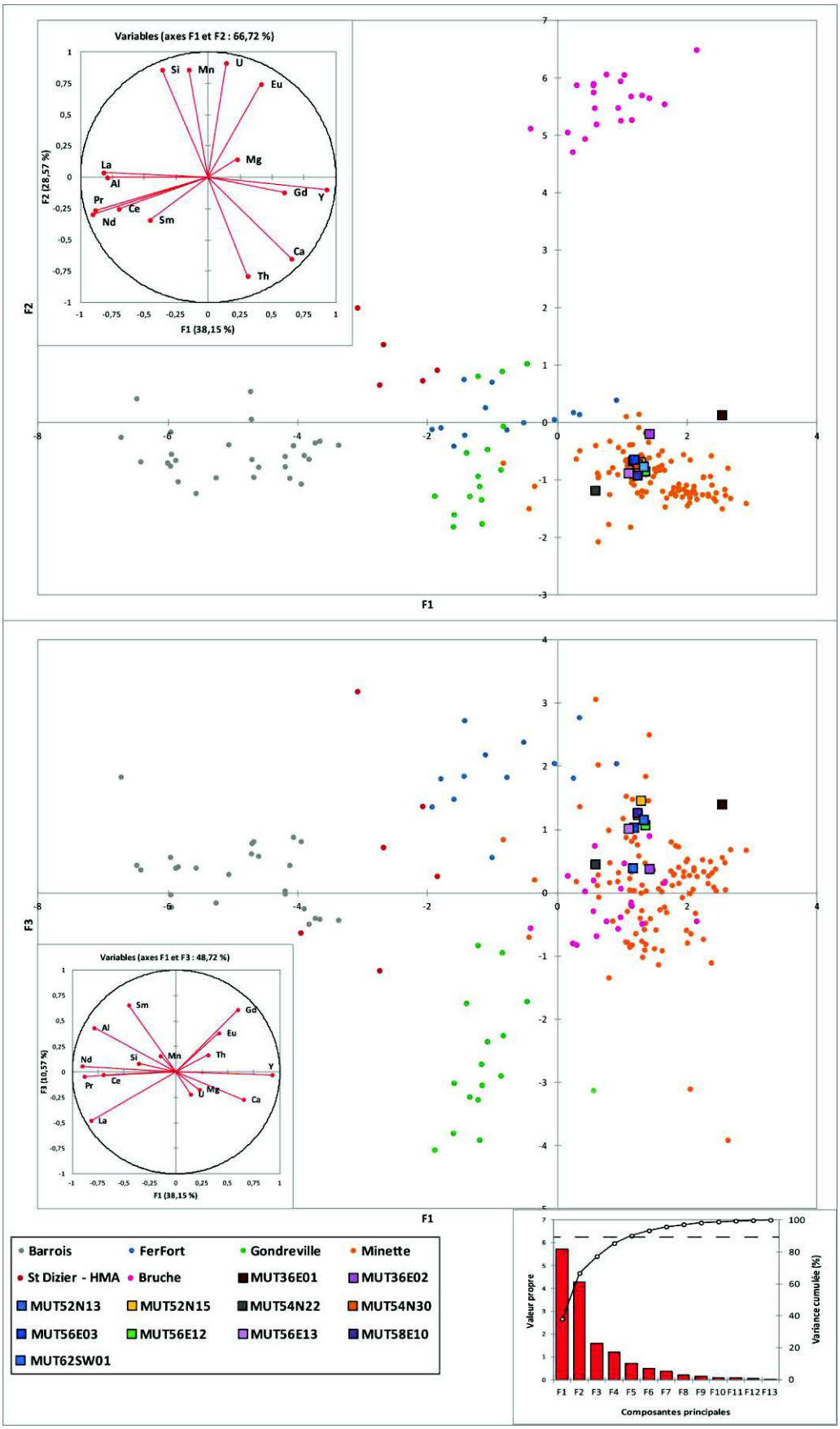


Figure 281 : Projections, sur les axes F1, F2 et F3 de l'ACP, des signatures inclusionnaires des crampons issus du procédé direct disposés sur la tour de Mutte, face au référentiel de comparaison lorrain

Les deux plans présentés en Figure 281 n'expriment qu'environ 77% de la variance totale du nuage de points. Afin de prendre en compte plus de 90% de cette variance, une Classification Ascendante Hiérarchique a été réalisée sur les cinq premières composantes principales. La classification, qui distingue cinq classes, attribue les onze renforts à la branche du dendrogramme représentée exclusivement par l'ensemble de production [Minette] (Cf. Figure 282). Ceci suggère des signatures chimiques très proches. Par ailleurs, le crampon 36E01, dont la projection était légèrement différente du domaine chimique de l'ensemble de production sur l'ACP, semble ici compatible chimiquement avec les minerais et scories associés à la [Minette].

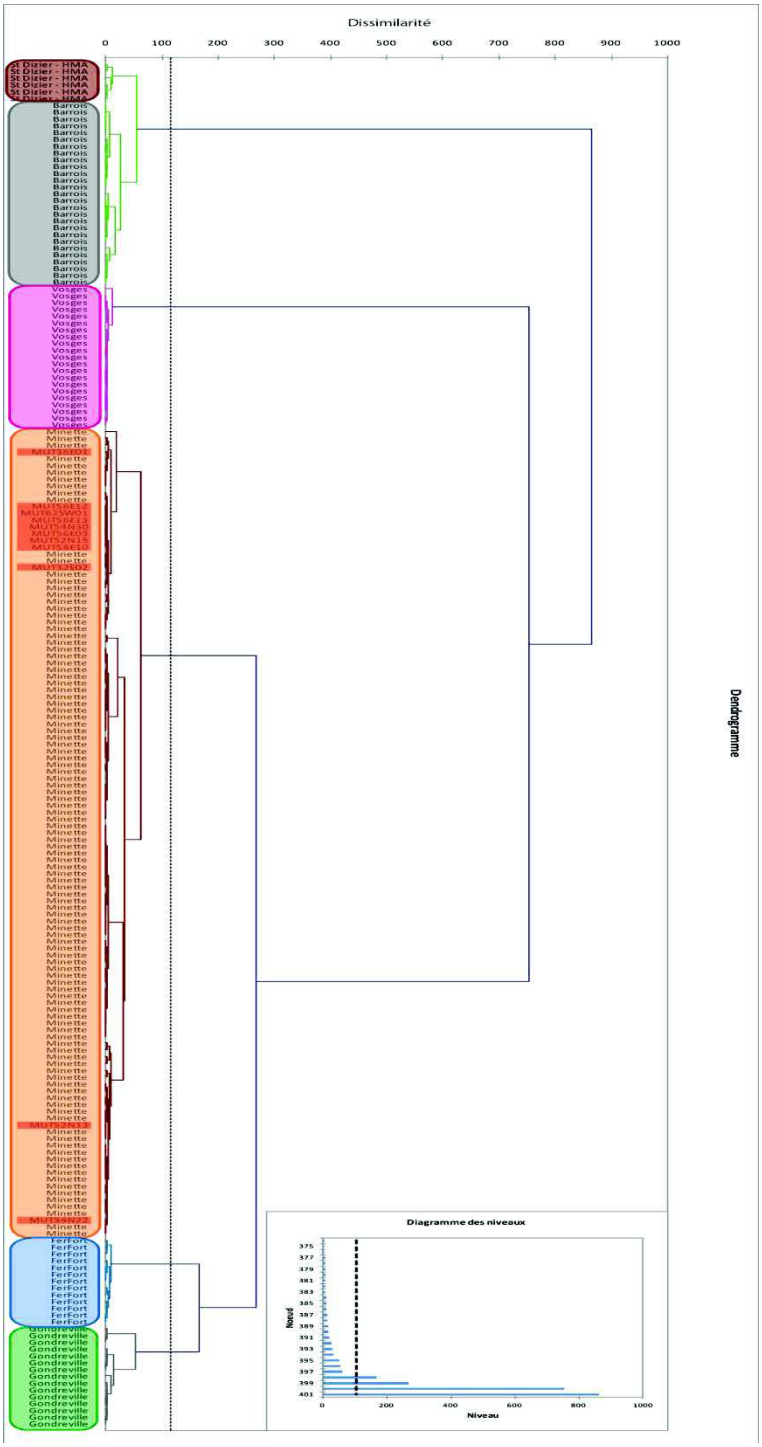


Figure 282 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les cinq premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 281 pour les éléments de renfort de la tour de Mutte

Bien que l'ensemble de production [Minette] soit bien isolé du reste du référentiel par la CAH, nous avons cherché à confirmer nos observations par l'emploi de la méthode discriminante basée sur l'emploi de la régression logistique. Nous avons confronté les onze renforts au modèle régressif visant à distinguer au mieux l'ensemble de production *Minette* du reste du corpus de référence (Cf. Figure 283). Les variables intégrées au modèle sont celles employées pour la démarche descriptive (ACP et CAH) qui vient d'être présentée.

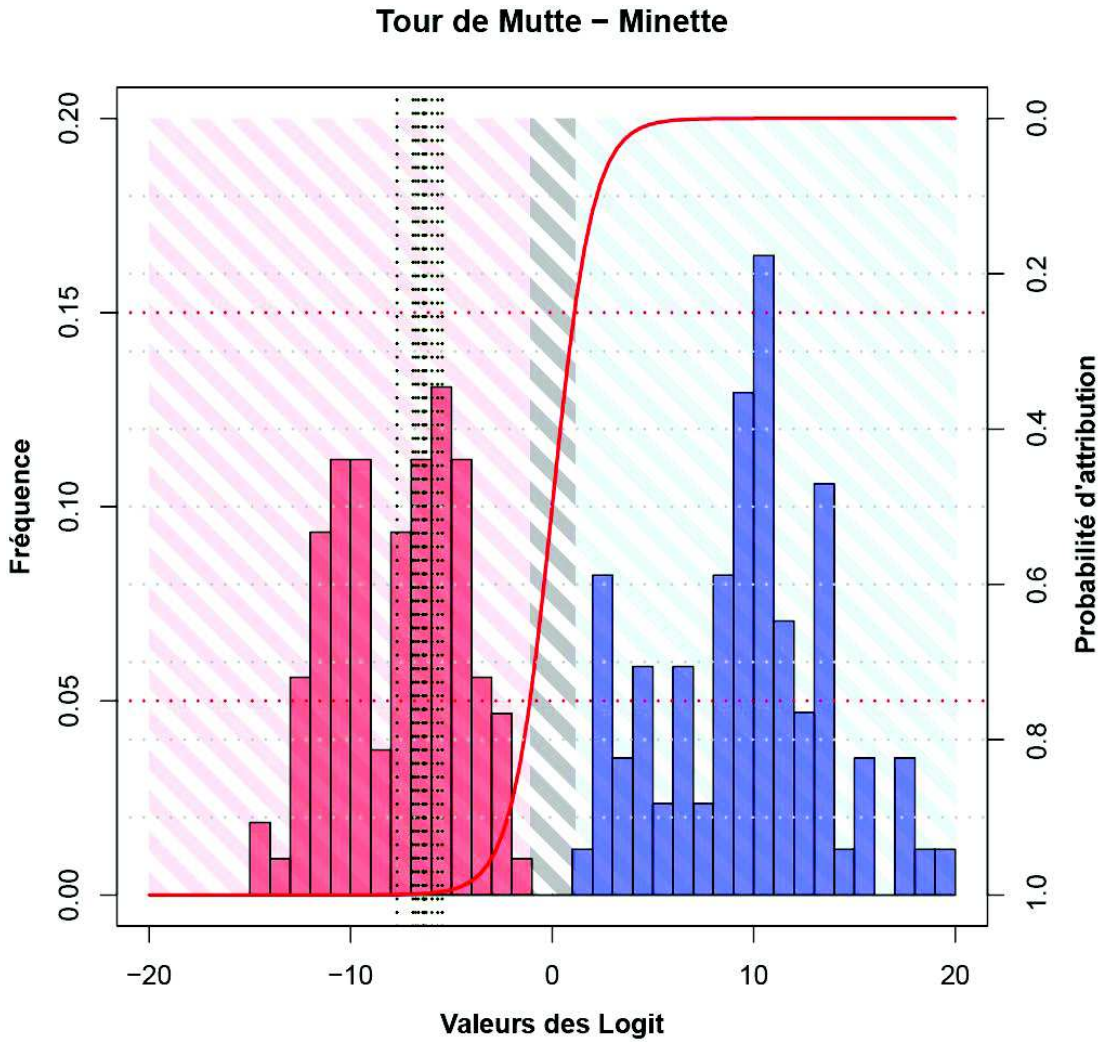


Figure 283 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des éléments de renfort de la tour de Mutte ; confrontation de l'ensemble *Minette* au reste du corpus de référence

Les probabilités d'attribution des onze renforts à l'ensemble de production [*Minette*] sont très fortes, toutes supérieures à 99% (Cf. Tableau 22). Les résultats de la régression logistique confirment bien les observations effectuées à l'issue de l'ACP et de la CAH. Rappelons toutefois que ces probabilités ne sont pas absolues. En effet, ces dernières sont calculées en fonction du référentiel constitué. Ne pouvant être certains d'avoir intégré tous les ensembles de production potentiels au sein de ce dernier, nous sommes contraints de confronter directement la signature chimique des renforts ferreux au domaine de l'ensemble de production le plus probable : la [Minette].

Catégorie	Echantillon	Probabilité d'attribution des échantillons	Valeur du Logit
Crampon	MUT36E01	0,999676654	-8,036463619
Crampon	MUT36E02	0,99826148	-6,352981014
Crampon	MUT52N13	0,99871898	-6,658817185
Crampon	MUT52N15	0,999375247	-7,377528521
Crampon	MUT54N22	0,996979893	-5,799438267
Crampon	MUT54N30	0,998233669	-6,337082859
Crampon	MUT56E03	0,998825936	-6,746109275
Crampon	MUT56E12	0,999217982	-7,152850012
Crampon	MUT56E13	0,995451077	-5,388305535
Crampon	MUT58E10	0,998309444	-6,381005949
Tirant	MUT62SW01	0,998903987	-6,814979261

Tableau 22 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour les éléments de renfort métalliques de la tour de Mutte face à l'ensemble de production *Minette*

Nous cherchons, à ce stade de notre raisonnement, à déterminer si les signatures chimiques des renforts ferreux correspond au domaine chimique de l'ensemble de production le plus probable. Pour ce faire, l'approche la plus pertinente consiste à notre sens, à décrire l'information chimique de manière non supervisée. Nous avons ainsi réalisé une Analyse en Composantes Principales intégrant les 108 individus de l'ensemble [Minette] et les onze renforts ferreux de la tour de Mutte (Cf. Figure 284). Puisque l'objectif de cette démarche est de confronter directement les signatures chimiques, les renforts sont intégrés en tant qu'individus à part entière (et non en tant qu'individus supplémentaires). Le résultat de l'ACP présentée ci-dessous montre que les signatures chimiques des renforts sont incluses dans le domaine chimique de l'ensemble de production *Minette* sur les plans définis par (F1-F2) et par (F1-F3). Seul le crampon 36E01 est projeté en périphérie de ce domaine sur le plan défini par les composantes F1 et F2. La part de la variance exprimée par les deux plans présentés ne représente que 61,65% de la variance totale du nuage de points.

Nous synthétiserons par conséquent l'information exprimée par les sept premières composantes principales (90,33% de la variance totale) au moyen d'une Classification Ascendante Hiérarchique (Cf. Figure 285). De ce fait, si les projections des renforts ferreux sur un ou plusieurs des sept plans de l'ACP se révèlent différentes du domaine chimique de la [Minette], les produits sidérurgiques seront intégrés à une classe isolée des échantillons de l'ensemble de production.

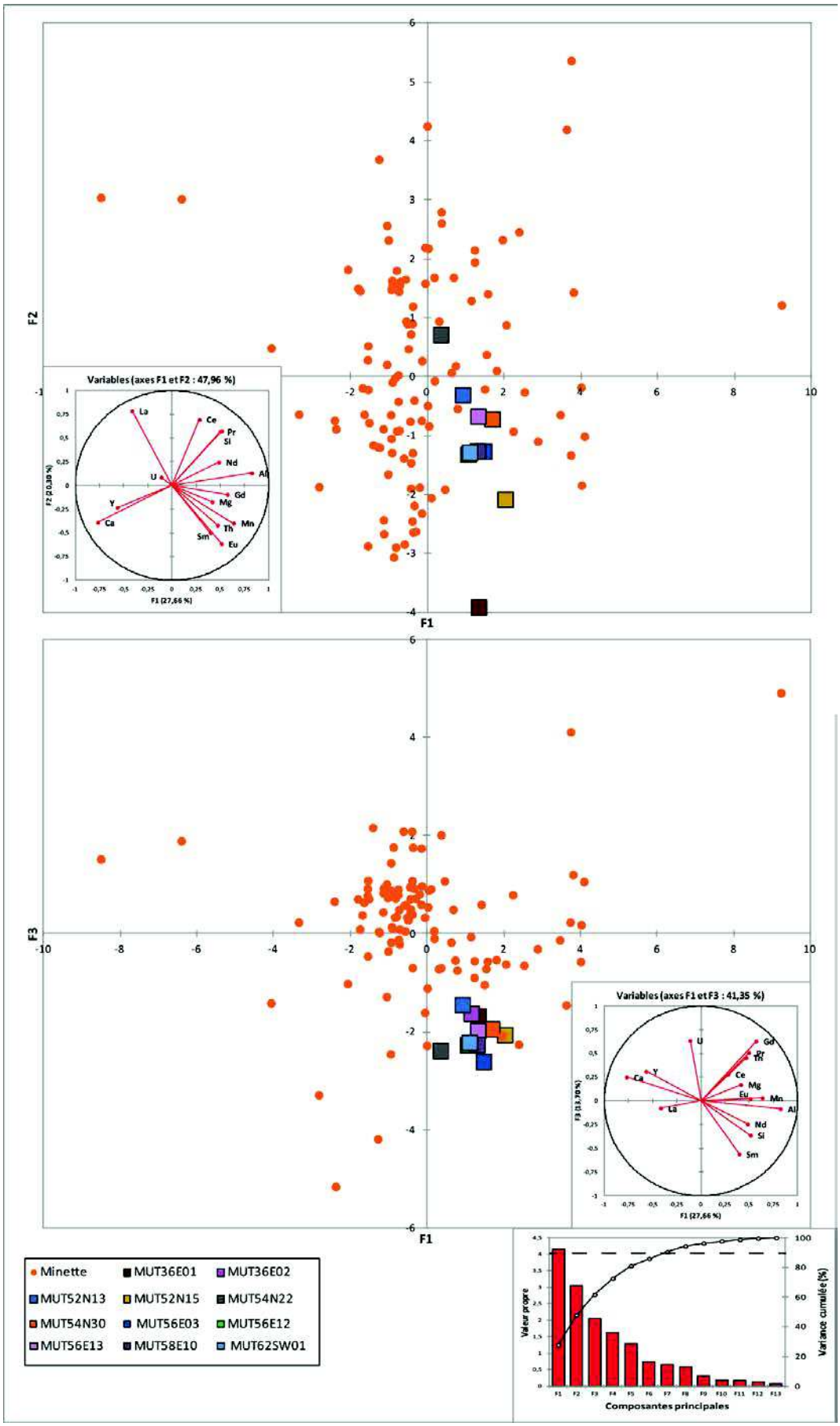


Figure 284 : Plans définis par les composantes (F1-F2) et (F1-F3) de l'Analyse en Composantes Principales réalisée sur l'ensemble de production *Minette* et onze crampons de la tour de Mutte.

La CAH réalisée sur les coordonnées des individus sur les sept premières composantes de l'ACP montre une faible hiérarchisation des données. La population décrite a été répartie en douze classes. Aucun renfort ferreux prélevé sur la tour de Mutte ne peut être distingué chimiquement de l'ensemble de production *Minette.* Huit des onze crampons constituent l'une des classes, qui n'est distinguée qu'à un faible niveau de dissimilarité. Les deux crampons prélevés sur les niveaux inférieurs (36E01 et 36E02) sont tous deux intégrés à une autre classe.

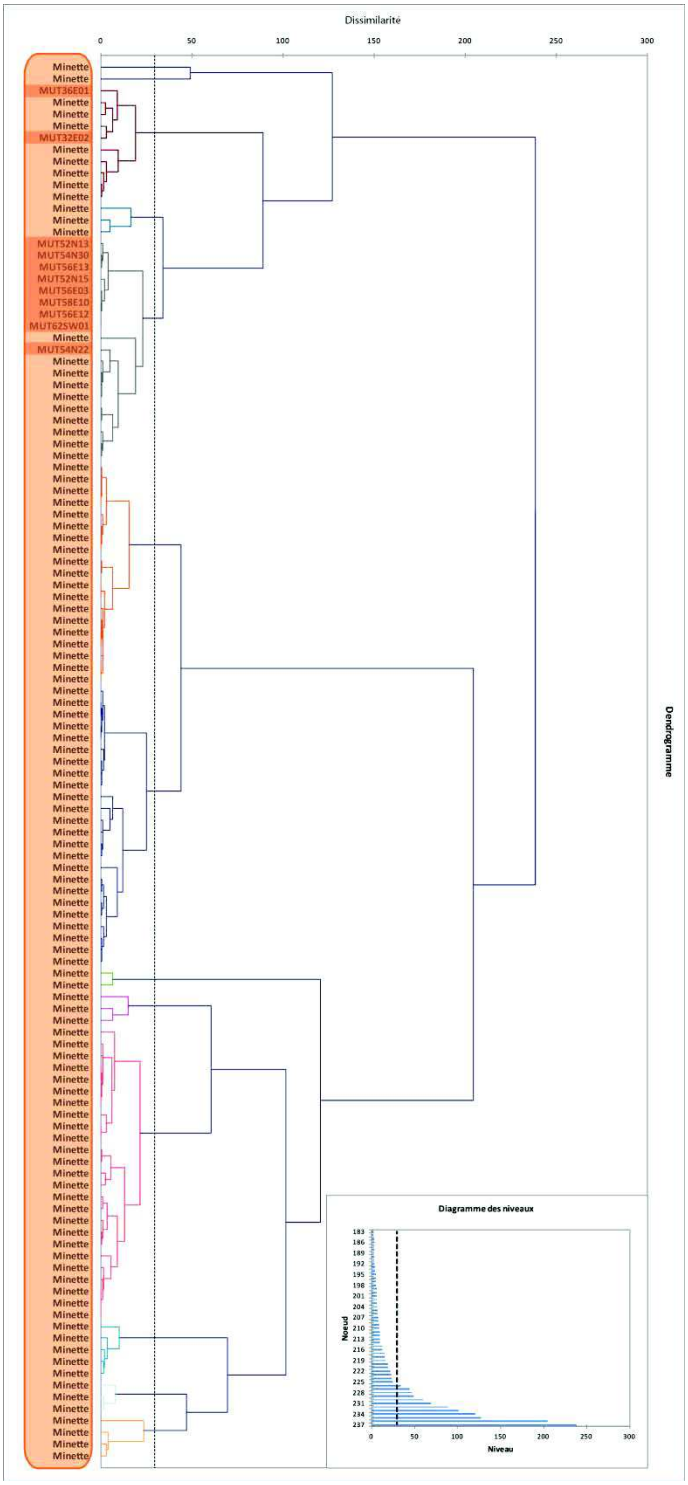


Figure 285 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les sept premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 284

En conclusion, la compatibilité chimique entre ces renforts et l'ensemble de production *Minette* apparaît assurée, étant validée par l'ensemble des tests statistiques proposés dans notre démarche méthodologique (Cf. Tableau 23). La totalité des renforts ferreux de la tour de Mutte liés au procédé direct ont été obtenus à partir d'un métal produit par un atelier exploitant la *Minette lorraine.* Compte tenu de la localisation de ces agrafes sur l'édifice, deux d'entre elles peuvent être datées du XIIIe s., et neuf du XVe s., fait qui a par ailleurs été confirmé par la datation de deux individus (36E01 et 52N15)[342]. Les chantiers de construction de l'édifice ont, à deux siècles d'intervalle, été approvisionnés en métal produit localement par l'exploitation du minerai oolithique de l'Aalénien (la *Minette*).

Echantillon	Etape 1 (ACP + CAH)	Etape 2 (Régression logistique)	Etape 3 (ACP + CAH)	Ensemble de production
36E01	Minette	Minette	Minette	**Minette**
36E02	Minette	Minette	Minette	**Minette**
52N13	Minette	Minette	Minette	**Minette**
52N15	Minette	Minette	Minette	**Minette**
54N22	Minette	Minette	Minette	**Minette**
54N30	Minette	Minette	Minette	**Minette**
56E03	Minette	Minette	Minette	**Minette**
56E12	Minette	Minette	Minette	**Minette**
56E13	Minette	Minette	Minette	**Minette**
58E10	Minette	Minette	Minette	**Minette**
62SW01	Minette	Minette	Minette	**Minette**

Tableau 23 : Synthèse des résultats obtenus par le biais des tests statistiques réalisés successivement en vue de déterminer la provenance des renforts ferreux de la tour de Mutte

[342] Les résultats des datations sont exposés dans le paragraphe 5.1.2.3.

5.2. Les crampons en fer du pont carolingien de Dieulouard-*Scarponna*

Nous avons développé, au cours du paragraphe 2.1.3.2, l'intérêt que présente la réalisation d'une étude de provenance sur les crampons en fer du pont carolingien de Dieulouard. Ce site représente en effet une opportunité de considérer les modalités de circulation du métal au cours de l'époque carolingienne, au sein d'un espace géographique connaissant une situation politique fluctuante.

Un état des connaissances sur la production locale de fer a été dressé à partir des données recueillies dans le cadre du PCR *Les formes d'organisation de la production du fer en métallurgie ancienne* afin d'identifier les potentielles sources locales de métal. Aucune unité de réduction du minerai de fer n'est connue à ce jour à proximité de l'agglomération de *Scarponna*. Toutefois, plusieurs sites de réduction contemporains de l'édification du pont ont été identifiés. Parmi ceux-ci, deux sites ont connu une intense activité. Les amas de déchets fouillés en partie à Chavigny, au lieu-dit *La Crassière*, couvriraient une superficie de plus d'un hectare. La quantité de scories de réduction est évaluée là à plusieurs dizaines de tonnes. Le site de Ludres *Hôtel de Ville* a quant à lui été fouillé sur une surface équivalente au dixième de la superficie estimée. Les estimations établies à partir des restitutions de volume des ferriers laissent à penser que plusieurs milliers de tonnes de scories auraient été produites. D'après les estimations de rendement effectuées par M. Leroy (Cabboi *et al.* 2007), plusieurs dizaines voire centaines de tonnes de fer y auraient été produites. L'importance des volumes de production du fer à l'échelle locale laisse à penser que des chantiers de construction tels que celui du pont carolingien de Dieulouard aient pu privilégier une telle source d'approvisionnement.

Rappelons que les chartes d'époque mérovingienne et carolingienne décrivent le statut d'une partie de la Lotharingie, objet de convoitise entre les royaumes de Francie occidentale et Francie orientale (Parisse 1990). La fin du IXe s., période supposée de la construction du pont, voit la souveraineté du *pagus* passer de main, pour échoir finalement à la Germanie (Davillé 1906, p. 60). Il est enfin attesté qu'au terme du Xe s., le comté de Scarpone est donné à l'évêque de Verdun par le duc de Lorraine. Cette situation politique fluctuante a pu exercer une influence sur les réseaux de distribution du métal. Les renforts métalliques du pont ont ainsi pu être acheminés depuis des centres de production afférant à l'une ou l'autre des parties se disputant ce territoire. Enfin, une dernière hypothèse peut être envisagée concernant l'origine du métal de scellement du pont. Ce dernier pourrait éventuellement provenir du démantèlement de bâtiments monumentaux de l'agglomération antique de *Scarponna*, comme cela a été démontré pour les blocs de pierre mis en œuvre dans l'édification du pont (Boulanger, Gücker 2008). On ne peut ainsi écarter la possibilité du remploi d'éléments de renfort antiques qui ont pu être acquis à l'occasion du démantèlement des bâtiments antiques.

5.2.1. Caractérisation du corpus

Les crampons de fer ont été mis au jour lors de fouilles de sauvetage effectuées en 2005, dans une gravière située sur le territoire de la commune de Dieulouard (Meurthe-et-Moselle), au lieu-dit *Sur le Vieux Pont*, à une quinzaine de kilomètres au Nord de Nancy. La fouille a été codirigée par David Gücker (INRAP) et Jean-Pierre Legendre (SRA Lorraine). Les crampons ont été employés en tant qu'éléments de renfort de la structure maçonnée, en liant les pierres de taille. Les crampons ont été introduits dans des orifices creusés au foret dans le lit d'attente des blocs architecturaux. Les orifices ont par la suite été scellés au plomb, afin d'empêcher l'altération et la dilatation du fer des crampons, prévenant ainsi le risque de fracturation des blocs.

Les fouilles ont permis la récupération de 43 crampons en fer, parmi lesquels 12 ont été sélectionnés afin de servir de support à l'étude. Au sein de ce corpus, 8 échantillons proviennent de la pile n° 1, 3 de la pile n° 2, et un dernier n'a pu être localisé précisément Les crampons ont été globalement bien préservés de la corrosion grâce à leurs scellements en plomb. L'état de conservation des objets s'avère toutefois hétérogène, certains d'entre eux ont subi des déformations, d'autres ont été fragmentés. Seuls 13 crampons étaient conservés intégralement, 27 étaient incomplets, et trois crampons ont été retrouvés dans un état très fragmentaire, ne permettant pas d'étude métrologique.

5.2.1.1. Description morphologique des crampons

Les individus étudiés présentent des caractéristiques métrologiques comparables. Sans pour autant dire que les dimensions soient normées, il semble que les éléments de renforts aient été réalisés selon une certaine régularité (Cf. Tableau 24). Les objets sont tous du même type, il s'agit de crampons à tenons recourbés. Par ailleurs, l'examen visuel des agrafes montre qu'elles ont été mises en forme par un processus semblable. Les tenons ont été formés par un repli à 90° des extrémités de la barre. Le moyen d'obtention de ces tenons varie selon les cas. Les faces internes du corps des agrafes peuvent présenter des entailles en biseau à la base des tenons afin de faciliter le pliage. Dans d'autres cas, le fer plat a subi un martelage afin de l'affiner. On observe enfin des pliages obtenus par simple déformation du métal, sans traitement particulier. Les tenons ont été réalisés soit par enroulement des extrémités des fers plats sur eux-mêmes (220A1), soit par un repli transversal du métal sur lui-même, en forme de « S » (256A1).

Crampon n°	Longueur (mm)	Largeur max. (mm)	Largeur min. (mm)	Epaisseur du corps (mm)	Longueur moyenne des tenons (mm)	Poids (g)
100A1	111 cons.	39		9	40	145
220A1	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
251A1	250	40	32	8	43	412
256A1	175 cons.	36	31	6	42	201
272A1	161 cons.	32	30	6	37	160
411A1	146 cons.	38	30	8	33	235
489A1	225	35	31	8	38	445
510A1	82 cons.	37	N/A	8	46	N/A
1052A1	224	37	29	8	56	426
1167A1	270	34	28	8	53	214
1219A2	196	33	31	8	54	N/A
HSA3	235	36	30	8	43	297
Moyenne	233,33	36,09	30,22	7,73	44,09	358,80
Ecart-type	10,80%	6,84%	3,98%	11,71%	16,93%	27,72%

Tableau 24 : Caractéristiques métrologiques des crampons échantillonnés pour le pont carolingien de Dieulouard[343]

Le corps de certains crampons montre un épaulement sur l'un des angles (Cf. Figure 286), indiquant que le fer plat a subi localement un martelage sur ses tranches. Cela suggère que les éléments de renfort ont subi un travail correctif afin des les ajuster aux orifices des lits d'attente des blocs.

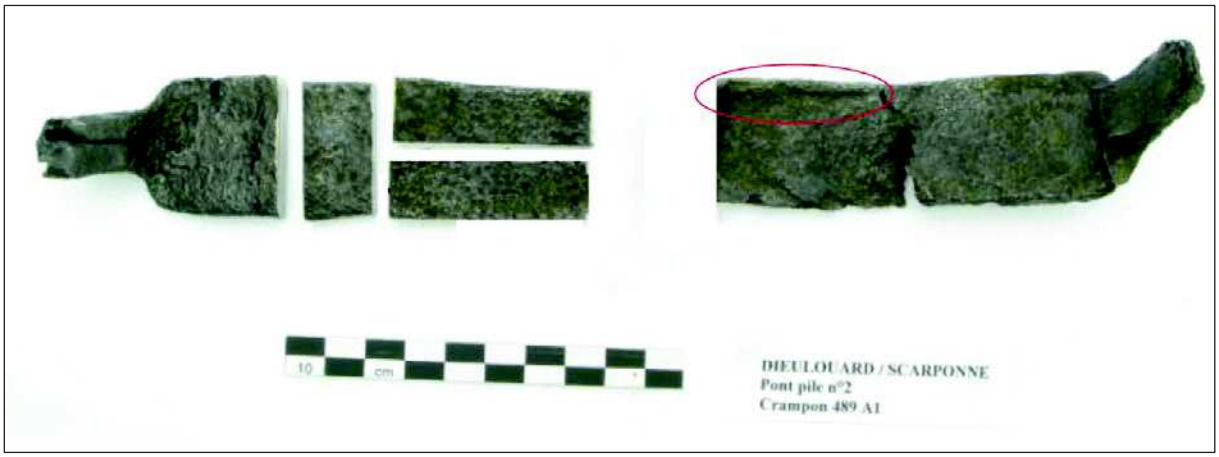


Figure 286 : Cliché du crampon 489A1 montrant un ajustement de la largeur du fer plat (Cliché : Paul Merluzzo)

L'examen visuel du lot d'éléments de scellement du pont met en évidence certaines caractéristiques communes. Plus particulièrement, la section des crampons varie très peu. Huit individus se composent d'un fer plat d'une épaisseur de huit millimètres. La largeur moyenne des parties plates varie également peu[344]. La longueur des crampons n'observe pas la même régularité. Le plus court exemplaire étudié mesure 19,6 cm, le plus long 25 cm. La méthode de mise en forme des tenons diffère fortement également, deux techniques pouvant être appliquée au façonnage des

[343] La masse moyenne des éléments a été calculée uniquement à partir des individus conservés en intégralité.
[344] On observe toutefois une différence entre les largeurs minimales et maximales pouvant atteindre huit millimètres pour un même fer plat.

tenons d'un même crampon. Le crampon 489A1 illustre bien cette diversité, l'un des tenons étant formé en *S* tandis que l'autre est formé par un repli du fer plat sur lui-même. Les douze individus étudiés dans le cadre de ce travail présentent ainsi des caractéristiques morphologiques et techniques relativement variables. Seule la forme de la section du fer plat apparaît comme constante.

5.2.1.2. Microstructure du métal

Les douze échantillons étudiés ont fait l'objet d'examens microscopiques[345]. La structure du métal varie peu entre les individus. Ils sont tous constitués, à l'exception de l'individu 510A1, d'une matrice presque totalement ferritique. Seules quelques plages plus carburées peuvent être observées localement, mais sont toujours situées en périphérie du métal. Il s'agit certainement d'une carburation accidentelle de ce dernier au cours d'une chauffe. La structure du métal s'organise en bandes longitudinales, qui se distinguent soit par une taille différente des grains de ferrite, soit par l'alternance de bandes présentant des marbrures[346] et de bandes qui en sont dépourvues (Cf. Figure 287).

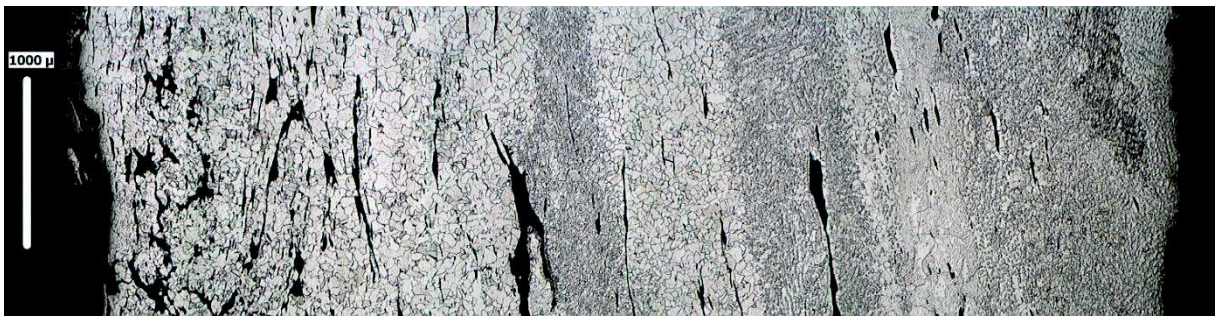


Figure 287 : Profil transversal du fer plat du crampon 489A1 montrant une structure ferritique en bandes

Le crampon 510A1[347] présente une structure essentiellement composée d'un acier hypoeutectoïde. La répartition de plages plus ou moins carburées souligne également une structure en bandes. Les deux sections métallographiques observées effectuées dans l'axe longitudinal du fer plat, présentent un taux de carburation du métal très variable[348] (Cf. Figure 288). Ceci suggère une hétérogénéité importante de la matrice métallique de ce crampon.

[345] Les emplacements des sections sont indiqués [en annexes]

[346] Rappelons que ces marbrures peuvent être dues à une hétérogénéité chimique au sein de la matrice métallique, ou à un phénomène de recristallisation.

[347] Les fiches synthétisant les observations micrographiques sont présentées en annexe H p. 398-403.

[348] 0,362 $\%_{mass}$ de carbone et 88,77 % de surface carburée pour la section 510A1-3D1 ; 0,194 $\%_{mass}$ de carbone et 45,33 % de surface carburée pour la section 510A1-3D2.

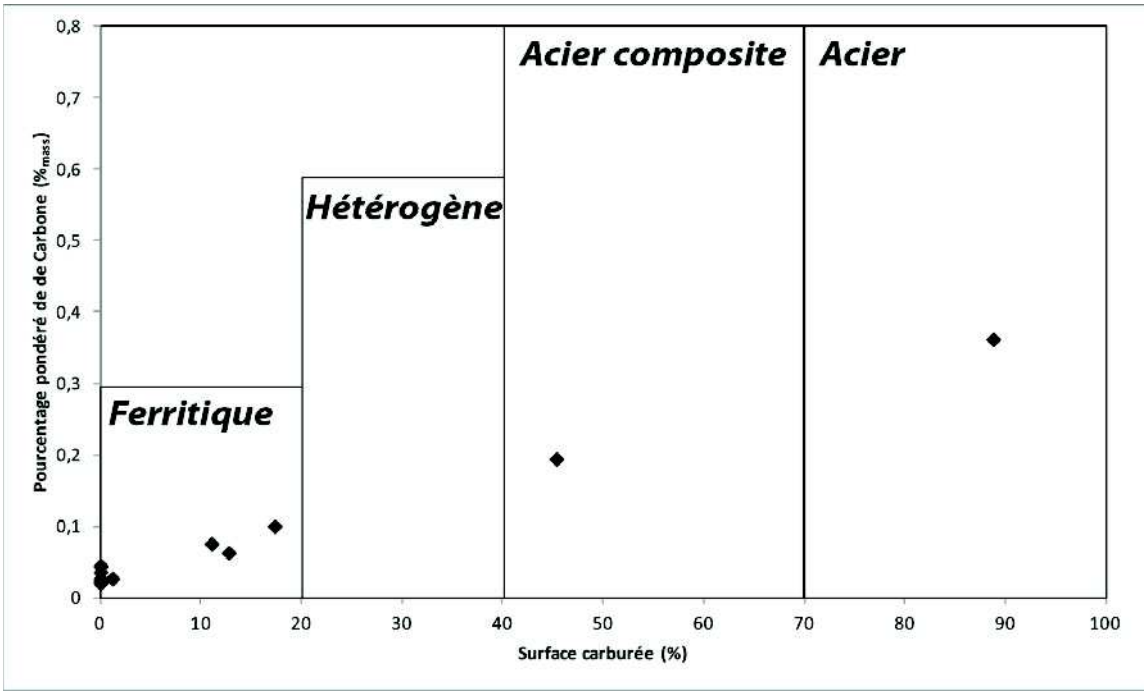


Figure 288 : Qualification de la matrice métallique des renforts ferreux du pont de Dieulouard

5.2.1.3. Inclusions de scorie

Les inclusions présentes dans le métal sont majoritairement allongées, soulignant le travail de mise en forme des fers plats. L'épaisseur de ces inclusions est variable, de quelques microns à plus d'une centaine de micromètres dans certains cas. La morphologie des inclusions est elle aussi variable. Alors que certaines sont longilignes, d'autres présentent des contours plus complexes (Cf. Figure 289).

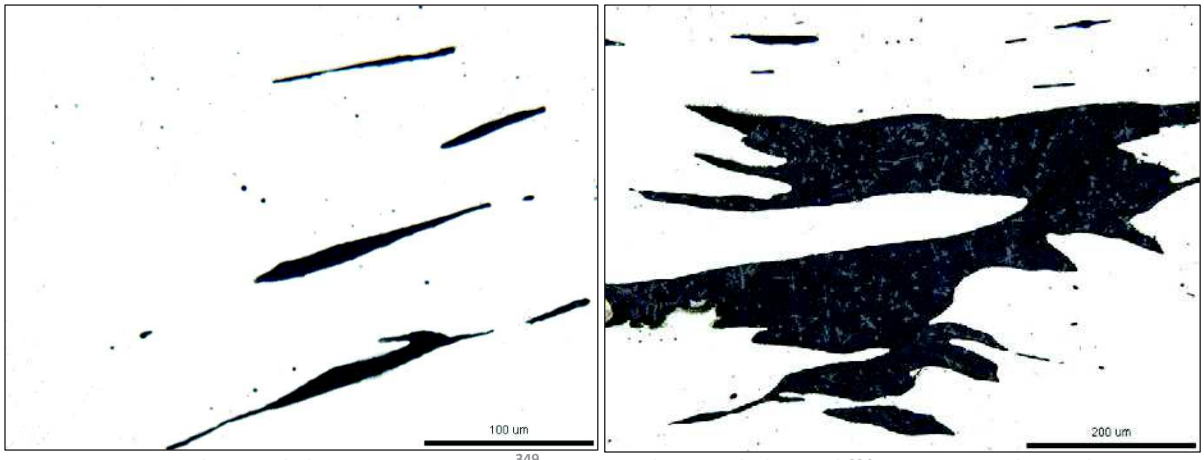


Figure 289 : Inclusions de la section 251A1 2G1[349] montrant des morphologies différentes. A gauche : inclusions longilignes ; à droite : inclusion à contours complexes

La propreté inclusionnaire varie considérablement au sein du corpus étudié, allant de 0,11% à 4,60 % de la surface observée par section (Cf. Tableau 25). Il est intéressant de noter que cette

[349] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 383.

propreté varie également fortement à l'échelle d'un individu. Les sections observées dans le cas des crampons 256A1 et 510A1 sont adjacentes, mais présentent toutefois une différence significative en termes de propreté inclusionnaire. Un autre cas de figure est représenté par le crampon 251A1, dont le fer plat est constitué de deux barres soudées. L'une d'elles montre une propreté inclusionnaire excellente (0,11% de la surface). L'autre présente une propreté moyenne (1,35% de la surface). Il ne s'agit pas, dans ce cas, d'une propreté inclusionnaire variable à l'échelle d'une pièce de métal, mais de deux barres de qualité différente.

Section polie	Propreté inclusionnaire
100A1	1,81%
251A1 barre 1	1,35%
251A1 barre 2	0,11%
256A1 2a	1,51%
256A1 2b	0,38%
272A1	0,32%
411A1	0,91%
489A1	3,82%
510A1 3D1	2,35%
510A1 3D2	4,60%
1052A1	2,28%
1167A1	2,33%
1219A2 3D1	1,80%
HSA3	3,32%

Tableau 25 : Propreté inclusionnaire des crampons du pont de Dieulouard

Deux individus, 489A1[350] et 510A1 présentent des zones de mauvaise propreté inclusionnaire (Cf. Figure 290). Cette zone est située dans les deux cas en bordure de la surface du métal. La scorie est contenue dans le métal sous la forme d'inclusions trapues, dont la forme laisse supposer un travail de mise en forme sommaire du métal, ou une introduction massive d'ajouts dans un métal déstructuré en surface. Cette question sera rediscutée au cours du paragraphe suivant.

[350] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 395.

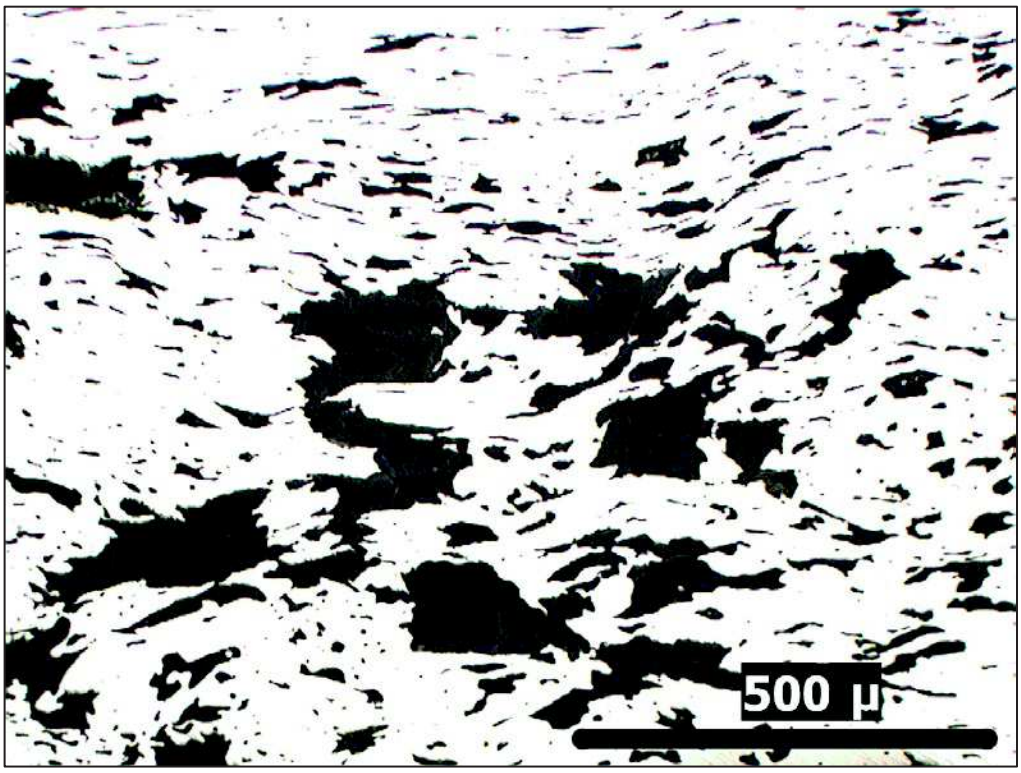


Figure 290 : Zone de mauvaise propreté inclusionnaire comprise dans le métal du crampon 510A1 (Cliché : Paul Merluzzo)

Par ailleurs, les sections de trois échantillons, 251A1, 272A1 et 1219A2[351], montrent une ligne de soudure. Dans les trois cas, il ne s'agit pas de soudure consécutive à un repli du métal, mais de l'assemblage de deux fers plats constituant le corps du crampon. La soudure observée sur la section du crampon 272A1 est discrète, révélée seulement à l'issue de l'attaque métallographique. Elle est bien visible pour les deux autres individus, matérialisée par une inclusion de près de 200 microns d'épaisseur et de plusieurs millimètres de longueur. L'inclusion du crampon 251A1 est constituée très majoritairement de globules de wüstite. Elle est bordée de part et d'autre par des micro-inclusions d'oxydes de fer figurant l'oxydation des surfaces du métal lors de la soudure (Cf. Figure 291). Celle de 1219A2 est quand à elle fortement corrodée. L'épaisseur importante du matériau inclus, principalement des oxydes de fer, montre qu'aucun soin particulier n'a été pris dans la réalisation de la soudure.

[351] Les fiches synthétisant les observations micrographiques effectuées sur les échantillons évoqués sont présentées en annexe H : 272A1 p. 389 ; 1219A2 3D1 p. 410 ; 1219A2 3D2 p. 413.

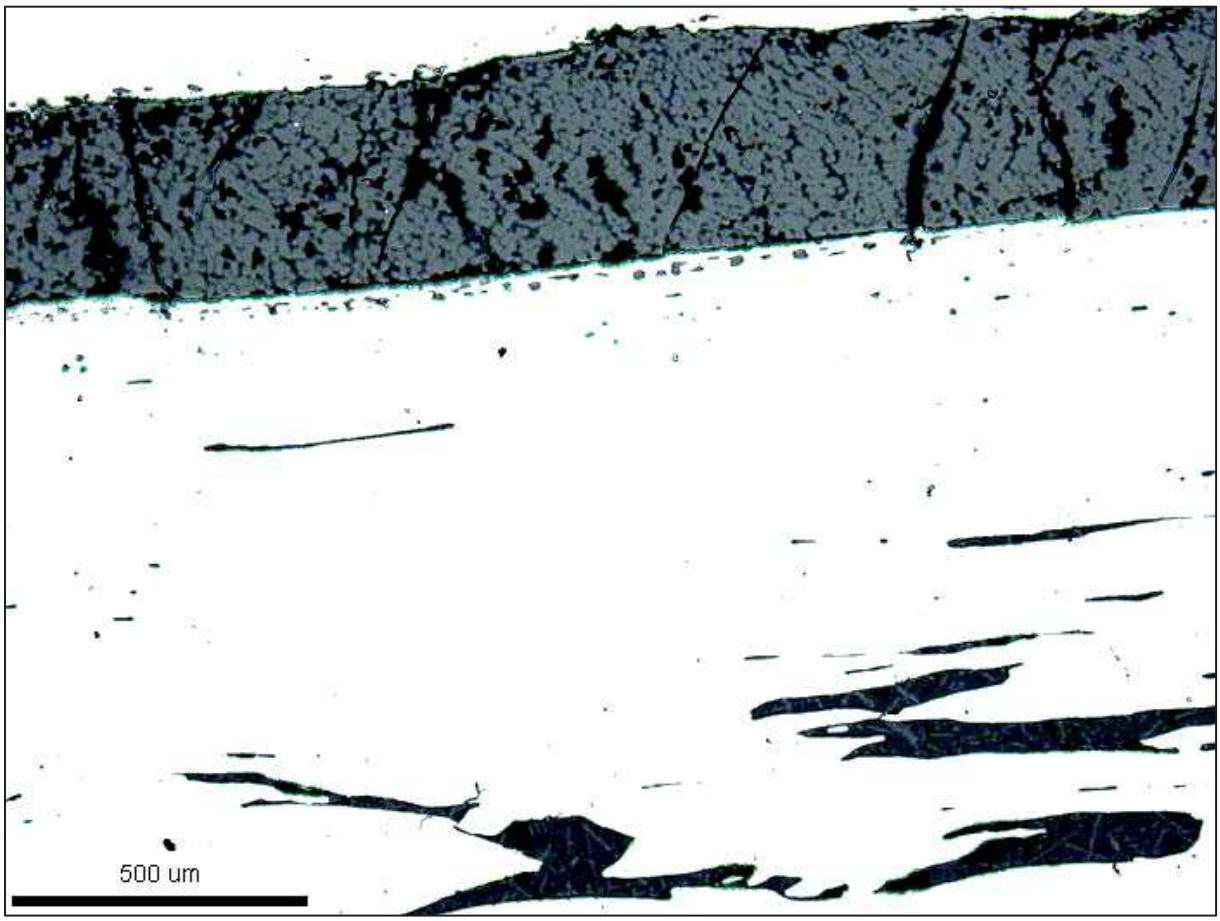


Figure 291 : Micrographie montrant l'inclusion de soudure du crampon 251A1

Enfin, la majorité des inclusions comprises dans les crampons montrent une matrice silicatée de type fayalitique. Seule l'agrafe 100A1[352] se démarque notablement de cette tendance, puisque les inclusions la composant sont toutes constituées principalement de globules de wüstite. Ces dernières seraient générées, au cours de la mise en forme, par réaction entre les ajouts de forge et les oxydes de fer formés en surface du métal au cours des chauffes. Ce type d'inclusion est ainsi observable de manière localisée au sein du métal, en général à proximité des lignes de soudures. Dans le cas du crampon 100A1, le fait que la totalité des inclusions présentent ce faciès laisse supposer qu'il s'agit intégralement d'inclusions formées au cours des opérations de post-réduction. Il est possible d'envisager que le métal ait été obtenu par une agglomération à chaud*.

En conclusion, les observations effectuées aux échelles macroscopique et microscopique permettent une première qualification du corpus d'éléments de scellement du pont de Dieulouard. Présentant une longueur variable, mais de section identique, les crampons apparaissent morphologiquement similaires. Une observation plus détaillée permet de distinguer de légères variantes dans la mise en forme du métal, principalement dans l'élaboration des tenons. L'examen micrographique des sections montre qu'une partie des crampons est réalisée par la soudure de deux morceaux de métal. Ceci peut paraître étonnant étant donné la faible masse des produits finis. De plus, l'agrafe 100A1 (Cf. Figure 292) pourrait avoir été obtenue par la mise en forme d'un métal

[352] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 380.

produit par agglomération à chaud, opération pouvant être mise en œuvre dans le cadre de recyclage de métal.

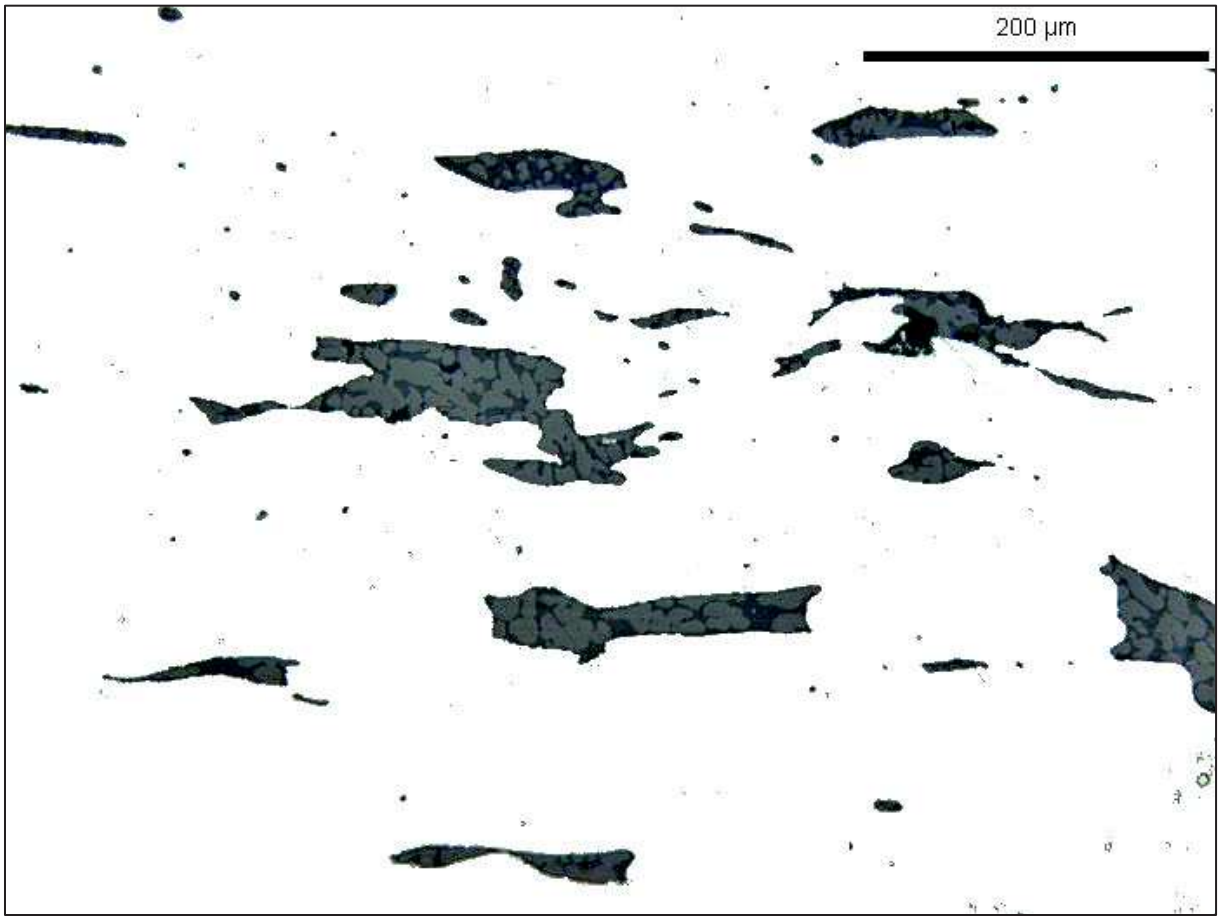


Figure 292 : Inclusions contenant une proportion importante d'oxydes de fer, sous la forme de globules de wüstite, dans le crampon 100A1

5.2.2. La signature chimique des inclusions de scorie

5.2.2.1. La sélection des inclusions issues de la réduction

Les examens métallographiques, dont les principaux résultats ont été exposés *supra*, ont permis de mettre en évidence trois catégories d'inclusions, définies par leur morphologie ainsi que les parties du métal dans lesquelles elles sont situées. Nous résumerons leurs principales caractéristiques de la manière suivante :

- **Les inclusions de soudure :** ces inclusions, dont l'épaisseur est variable, présentent une forme allongée et sont situées sur les lignes de soudure ou à leurs abords. Les inclusions sont composées majoritairement d'oxydes de fer, sous forme de globules ou de dendrites. Ce type d'inclusion est présent dans les crampons 251A1 et 1219A2.
- **Les inclusions non déformées :** ces inclusions sont généralement de forme trapue, de dimensions importantes, et présentent des contours complexes et irréguliers.

Elles forment des groupes denses dont l'organisation laisse supposer que le métal environnant a subi peu de déformations. Seuls les crampons 489A1 et 510A1 comportent de tels groupes d'inclusions.

- **Les inclusions dans la masse :** la majorité des inclusions observées dans les crampons ne montrent pas de caractéristiques permettant de les attribuer à l'une ou l'autre des catégories décrites *supra*. Leur forme et leurs dimensions sont variables ; elles peuvent être plus ou moins longilignes. Les propriétés du métal environnant ne permettent pas par ailleurs d'interpréter plus précisément ce type d'inclusions.

Nous considérerons la composition chimique des inclusions afin de vérifier les faciès morphologiques et pétrographiques observées sont corrélées à des compositions chimiques différentes. Il s'agira de ne sélectionner que les inclusions issues de la réduction pour une comparaison avec les domaines chimiques des ensembles de production. Afin de considérer uniquement les inclusions issues de la réduction du minerai, plusieurs démarches ont été développées récemment (Dillmann, L'Héritier 2007 ; Charlton *et al.* 2012 ; Disser *et al.* 2014). L'emploi d'analyses statistiques multivariées permet de distinguer différentes familles d'inclusions sur la base des teneurs des Composés Non Réduits. Charlton *et al.* (2012) suggèrent d'interpréter la composition chimique de ces inclusions afin d'identifier les composantes des systèmes techniques (parois, charbon, minerai ou ajouts) à l'origine de leur création. La méthodologie employée dans le cadre du présent travail, basée principalement sur l'emploi de la CAH et de l'ACP, est présentée en détail par Disser *et al.* (2014). Afin d'illustrer cette démarche appliquée dans le cadre de l'étude des crampons de Dieulouard, nous présenterons le traitement de sélection effectué sur les inclusions de l'échantillon 251A1.

Conformément à la méthode multivariée décrite dans la sous-partie 2.3.3, les familles chimiques d'inclusions sont définies par une Classification Ascendante Hiérarchique réalisée sur les teneurs normalisées (par *logratios*) de cinq NRC : Mg, Al, Si, Ca et Mn. Le traitement a été effectué sur les 150 inclusions analysées au sein de l'échantillon. Quatre groupes d'inclusions ont été définis (Cf. Figure 293). Le premier (couleur bleue), comprend la très grande majorité des inclusions analysées. Le second (groupe vert) est distingué du premier à un haut niveau d'inertie (510). Les inclusions le composant sont ainsi chimiquement très différentes de celles qui constituent le groupe majoritaire. Les deux classes restantes (rouge et orange) sont distinguées de la première à un niveau d'inertie plus faible.

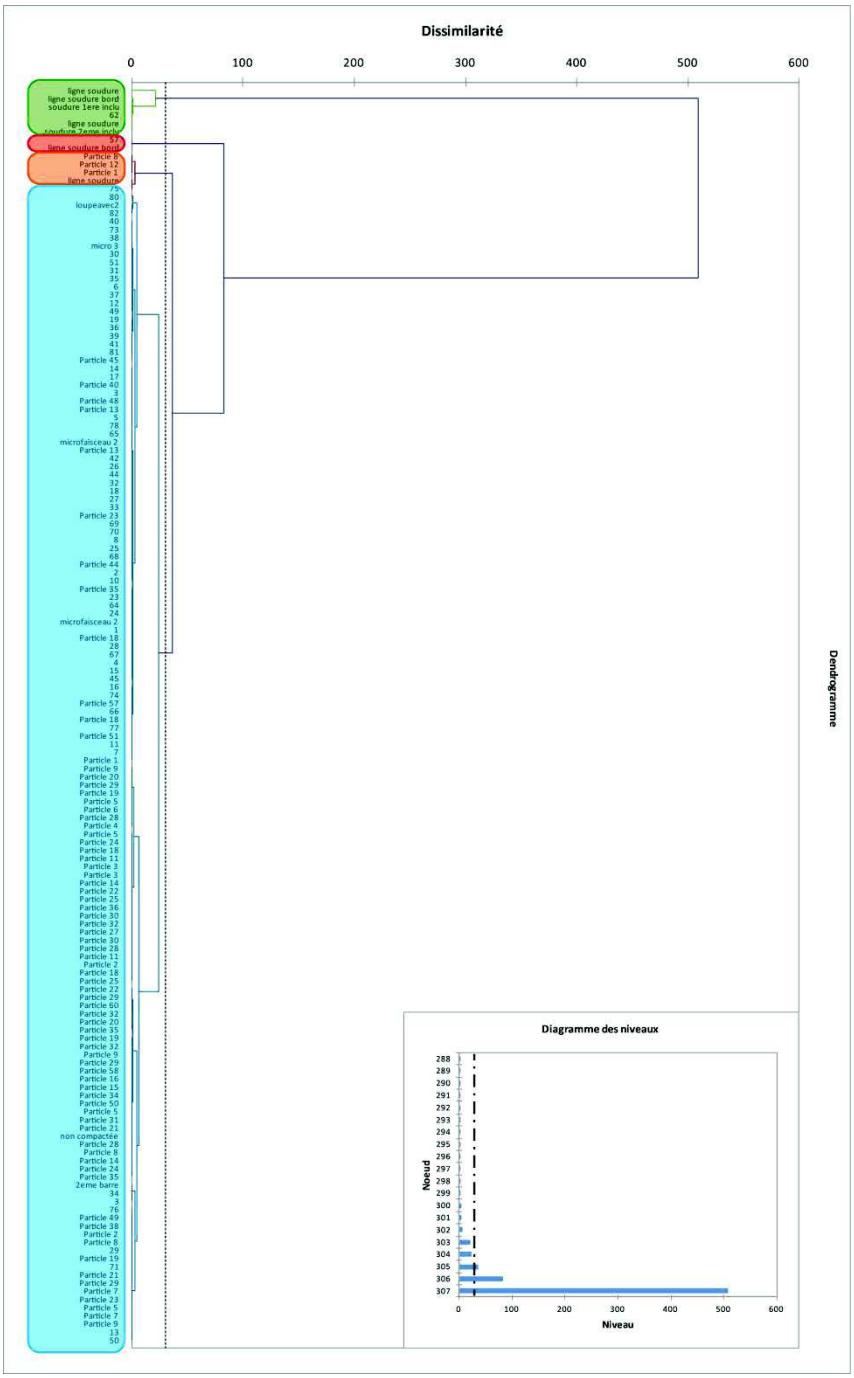


Figure 293 : Classification Ascendante Hiérarchique réalisée sur les teneurs normalisées des Composés Non Réduits pour les 150 inclusions analysées au sein du crampon 251A1

Si plusieurs classes sont distinguées, ce premier traitement s'avère insuffisant pour interpréter la composition chimique des inclusions. Une Analyse en Composantes Principales a ainsi été réalisée sur les teneurs normalisées des NRC, en définissant chaque inclusion par la classe à laquelle elle a été attribuée par la CAH précédente (Cf. Figure 294).

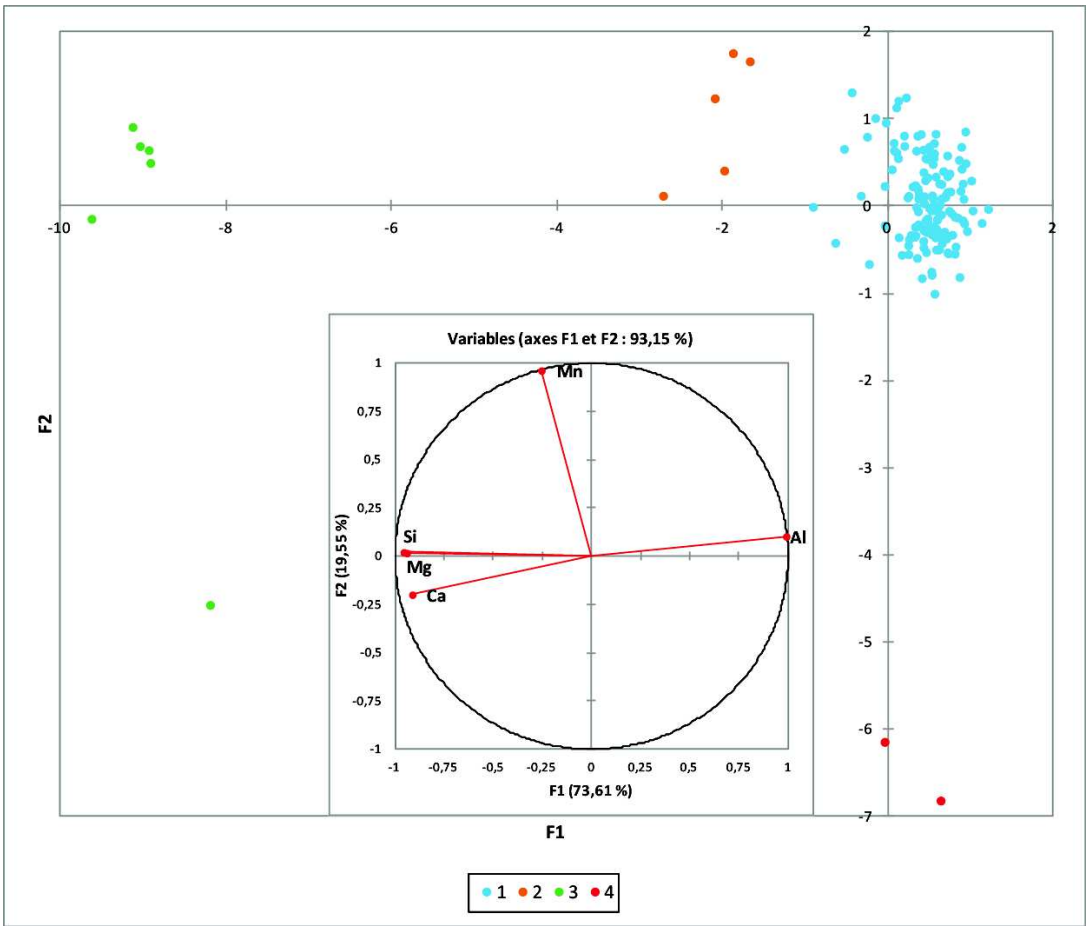


Figure 294 : Analyse en Composantes Principales réalisée sur les teneurs normalisées des Composés Non Réduits pour les 150 inclusions analysées au sein du crampon 251A1, identifiées par les résultats de la CAH précédente

L'analyse met en évidence en évidence la pertinence du choix effectué auparavant, à savoir la distinction de quatre groupes d'inclusions. Les groupes vert et rouge sont projetés, sur le plan (F1-F2), à une distance importante de la classe majoritaire (couleur bleue). Bien que moins éloignées, les inclusions du groupe restant (couleur orange) sont isolées de cette classe dominante. L'analyse montre par ailleurs que des teneurs normalisées en silicium, magnésium et calcium, opposées aux teneurs normalisées en aluminium. Le groupe rouge paraît quant à lui distingué sur la base de la teneur normalisée de manganèse.

Afin de pouvoir déterminer quelle classe d'inclusions peut être associée à la réduction du minerai, des graphiques bivariés, présentant les teneurs des éléments définis comme anti-corrélés par l'ACP, ont été réalisés. Parmi les graphiques présentés en Figure 295, celui qui confronte les teneurs en aluminium et silicium des inclusions met bien en évidence les différences chimiques entre les groupes définis par la classification. Les inclusions des groupes 2 et 3, et dans une moindre mesure, celles du groupe 4, sont caractérisées par de fortes teneurs relatives en silicium, et une quasi-absence d'aluminium. De précédents travaux (Dillmann, L'Héritier 2007 ; Charlton *et al.* 2012) soulignent que ces caractéristiques chimiques sont liées à des pollutions, ou à l'emploi d'ajouts de forge sableux. Ainsi, seules les inclusions constituant le groupe 1 sont considérées comme étant associées à la réduction du minerai, et sont conservées en vue des traitements ultérieurs.

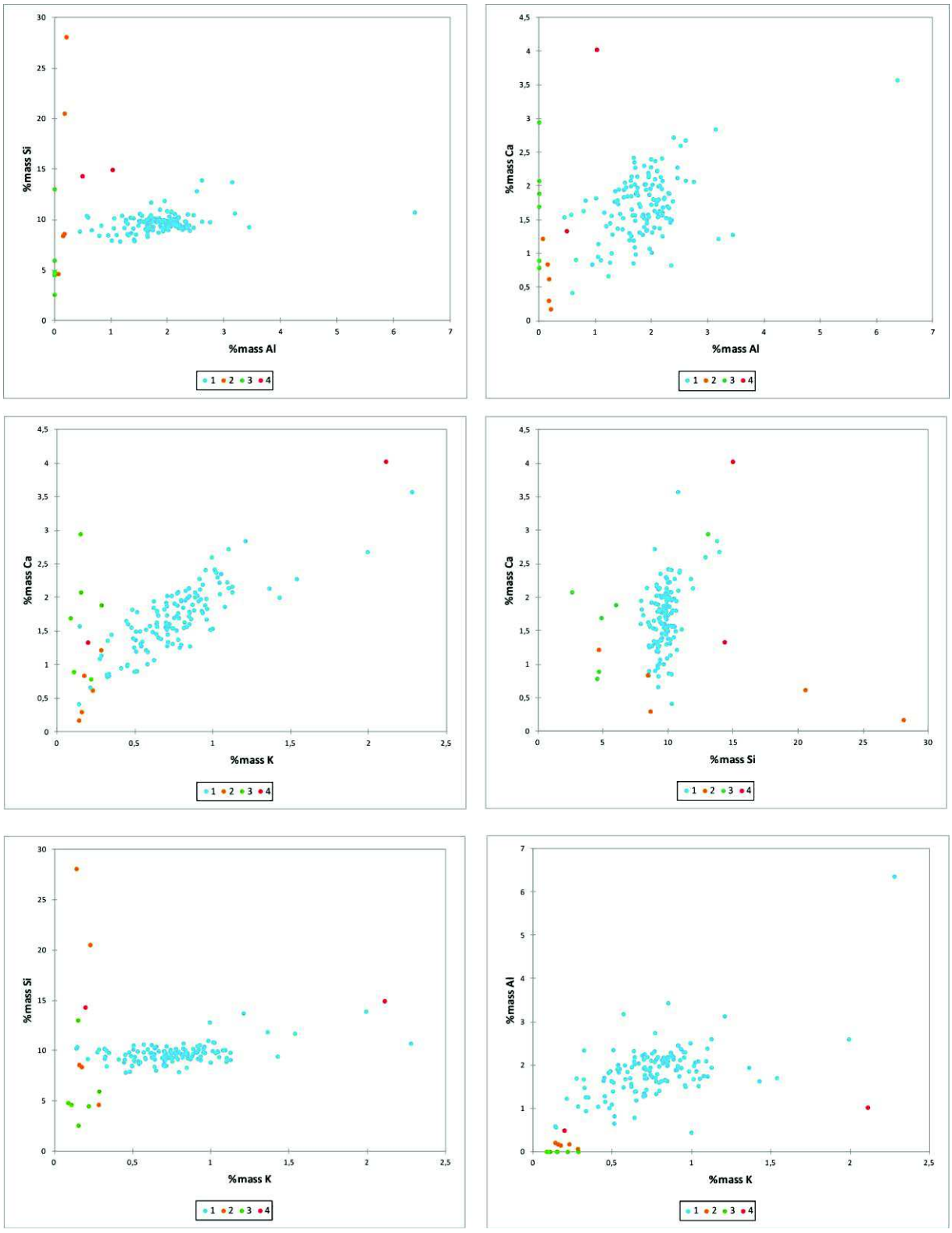


Figure 295 : Graphiques bivariés présentant les teneurs des principaux NRC (silicium, aluminium, potassium et calcium) des inclusions du crampon 251A1, en fonction des classes attribuées par la Classification Ascendante Hiérarchique

Les inclusions ont été identifiées sur la section polie du crampon (Cf. Figure 296), en fonction du groupe auquel elles ont été attribuées par la Classification Ascendante Hiérarchique. La plupart

des inclusions présentes dans la masse du métal font partie du groupe 1 (bleu)[353], que nous avons pris le parti de conserver en tant qu'inclusions représentatives de la réduction du minerai. Les inclusions attribuées aux groupes 3 et 4 (vert et rouge) sont toutes situées sur la ligne de soudure. Certaines analyses ont porté sur le liseré constitué en majorité d'oxydes de fer, bien visible sur la section. Les autres ont été réalisées sur de petites inclusions situées dans le prolongement, ou en bordure, de ce liseré. Les inclusions du groupe 2 (orange) sont localisées majoritairement dans la masse, mais se distinguent chimiquement des inclusions du groupe 1. La localisation des inclusions sur cette section selon leur groupe d'attribution confirme que les inclusions éliminées sont bien exogènes (issues d'une soudure pour la plupart).

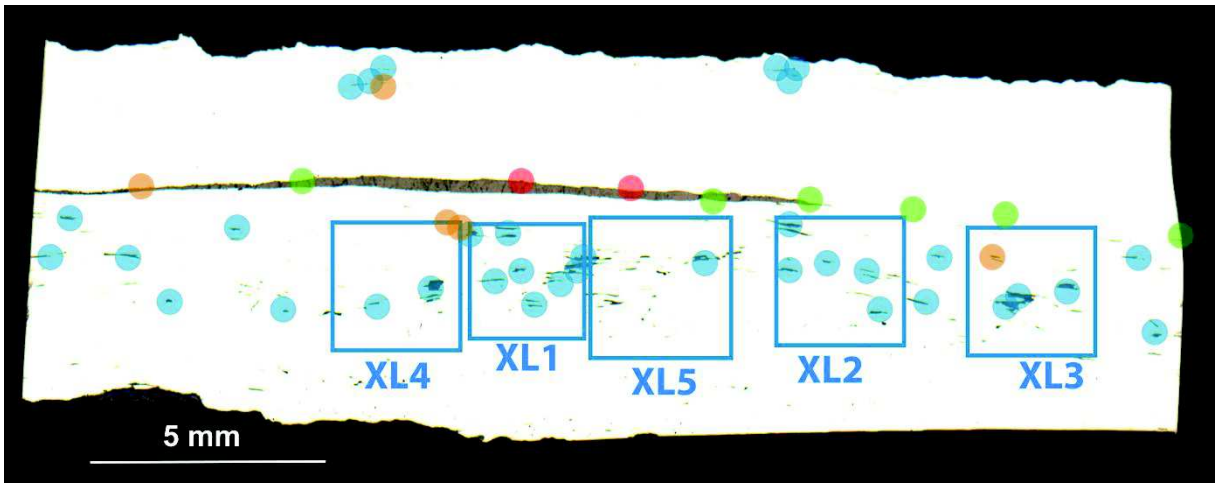


Figure 296 : Localisation des inclusions analysées pour le crampon 251A1, en fonction de leur attribution à l'issue du traitement de sélection

Un traitement de sélection des inclusions a été appliqué pour chacun des crampons du pont de Dieulouard. Une partie des inclusions conservées ont fait l'objet d'une quantification des éléments traces afin de définir leur signature chimique.

5.2.2.2. Homogénéité de la signature chimique des inclusions

Une fois la sélection des inclusions effectuée, nous avons cherché à déterminer si les crampons présentaient une signature chimique homogène, ou si plusieurs groupes pouvaient être distingués. Pour ce faire, une Analyse Factorielle Discriminante a été réalisée (Cf. Figure 297), portant sur les quinze variables considérées tout au long de ce travail. Les douze classes sont constituées d'inclusions appartenant au même crampon. Rappelons que l'analyse discriminante favorise la distinction des classes. Si plusieurs classes ne peuvent être distinguées, leurs caractéristiques chimiques sont similaires.

Les plans définis par les facteurs (F1-F2) et (F1-F3) expriment 92,1 % de la variance totale du nuage de points. L'examen du plan (F1-F2) de l'Analyse Factorielle Discriminante met en évidence la différence de composition chimique entre les inclusions des crampons 510A1 et 251A1 et celles des

[353] Les inclusions analysées par cartographies hyperspectrales (XL1 à 5) sont très majoritairement attribuées au groupe 1. Les quelques inclusions analysées par ce biais et attribuées au groupe 2 ont été mises en évidence sur la section.

autres individus constituant le corpus analysé. Ces derniers forment un amas dispersé, sans qu'il soit toutefois possible d'isoler l'un des individus. Les projections des signatures chimiques des inclusions sur le plan (F1-F3) confirment ces observations.

La description de la signature chimique des inclusions, en éléments majeurs et traces, suggère que le métal travaillé pour obtenir les crampons ne provient pas d'une source unique. A tout le moins, deux individus, 251A1 et 510A1, ont été fabriqués à partir de fers présentant une signature chimique distincte de la tendance majoritaire du corpus. Nous chercherons à déterminer si, parmi ces signatures chimiques, certaines pourraient être compatibles avec celles d'ensembles de production définis pour l'espace lorrain.

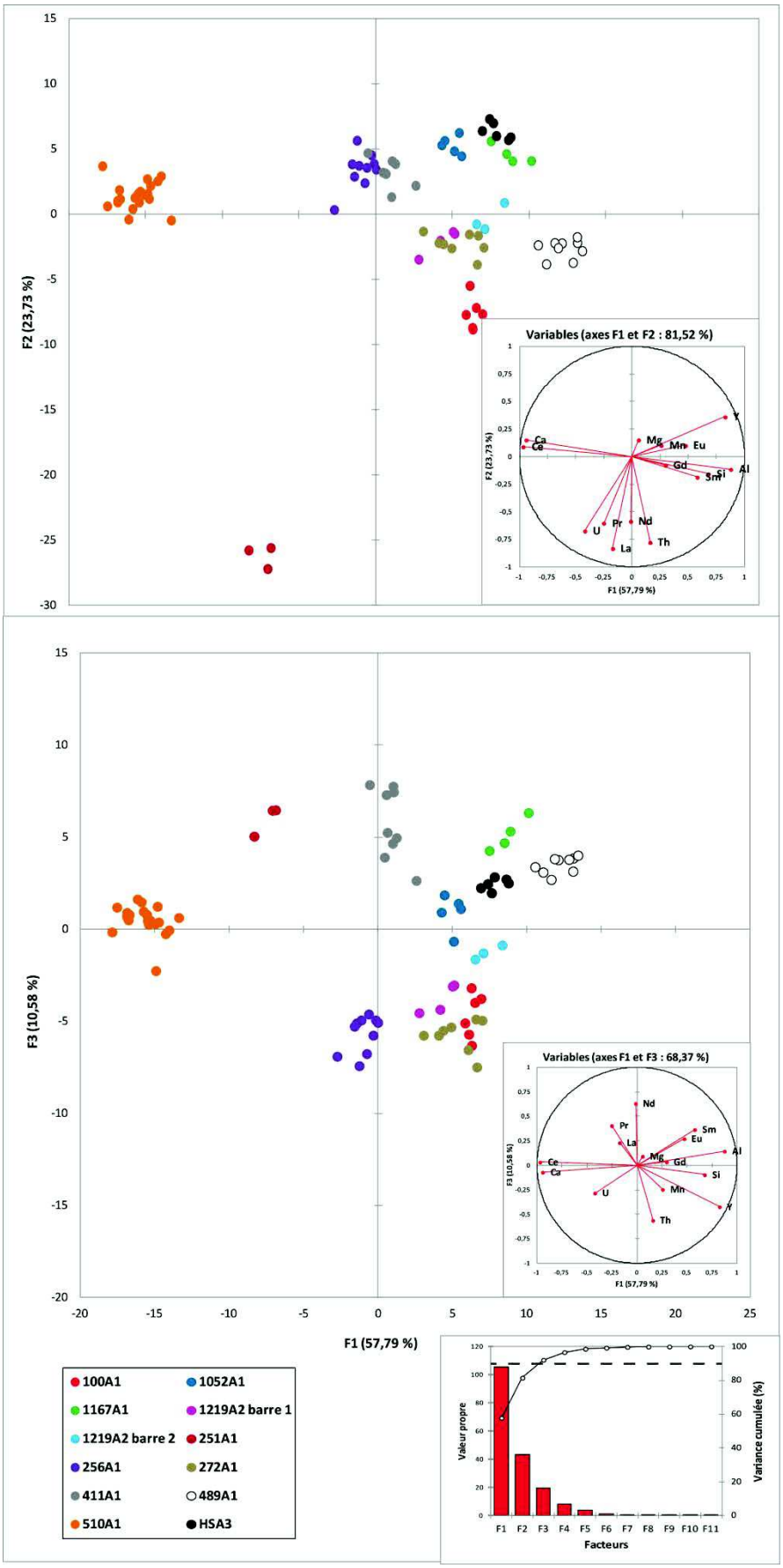


Figure 297 : Plans défini par les axes factoriels (F1-F2) et (F1-F3) de l'Analyse Factorielle Discriminante réalisée sur les *logratios* des teneurs en éléments majeurs et traces des inclusions des crampons du pont de Dieulouard

5.2.3. Provenance des renforts ferreux

Rappelons que la localisation du pont de Dieulouard, ainsi que sa date supposée d'édification, pourraient favoriser un approvisionnement en fer d'origine locale, puisque des ateliers de réduction de la *Minette* étaient en activité à quelques kilomètres de là, dans le secteur du Plateau de Haye. Nous comparerons ainsi la signature chimique des crampons à celles des différents ensembles de production définis pour l'espace lorrain selon la démarche développée dans la sous-partie 2.3.5.

5.2.3.1. Relations chimiques entre référentiel chimique et renforts ferreux

Le corpus de comparaison est constitué par les six ensembles géochimiques de production définis dans le chapitre 3. L'Analyse en Composantes Principales suivante (Cf. Figure 298) a été réalisée à partir des quinze variables, *logratios* de teneurs en éléments majeurs et traces, employées tout au long de ce travail. Nous avons établi, pour chaque crampon, la moyenne des teneurs en éléments majeurs et traces des inclusions analysées. Nous chercherons, dans un premier temps, à déterminer si la signature chimique des renforts ferreux s'apparente au domaine chimique de l'un des ensembles de production. Les crampons ont par conséquent été intégrés à l'analyse en tant qu'individus supplémentaires.

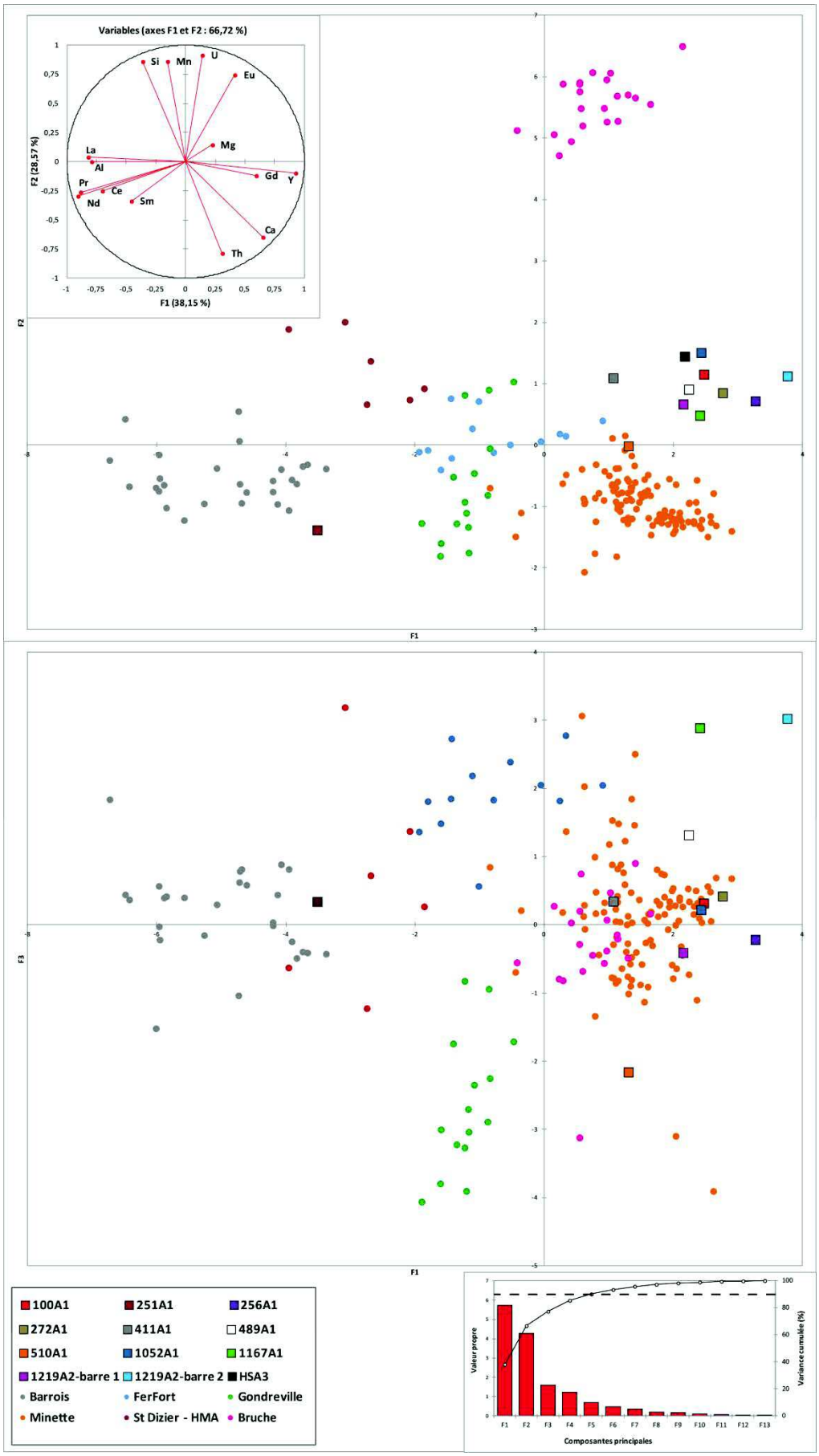


Figure 298 : Projections des signatures inclusionnaires des crampons de Dieulouard face au référentiel de comparaison lorrain ; en haut : plan défini par les composantes F1 et F2 ; en bas : plan défini par les composantes F1 et F3

Les projections des individus sont relativement groupées sur le plan constitué par les composantes F1 et F2. Elles apparaissent plus dispersées sur le plan défini par F1 et F3. Conformément aux observations effectuées au cours de la sous-partie précédente, la projection de la signature chimique de l'échantillon 251A1 se distingue nettement des autres agrafes, et se trouve superposée au domaine du [Barrois]. Le crampon 510A1 se distingue également des autres, et plus particulièrement sur le plan défini par les axes F1 et F3. Sur le plan de plus grande variance, la majorité des projections sont isolées des domaines chimiques des ensembles de production. Seul le crampon 510A1 est projeté au sein du domaine chimique de la [Minette] sur les deux plans.

Une Classification Ascendante Hiérarchique a été réalisée sur les coordonnées de chaque individu pour les cinq premières composantes principales sur lesquelles porte l'analyse présentée en Figure 298. La plupart des agrafes forment une sous-classe isolée, mais chimiquement proche du domaine chimique du [Fer fort]. L'échantillon 510A1 est isolé du reste du corpus et attribué à la classe composée uniquement d'échantillons de l'ensemble [Minette]. Alors que le crampon 251A1 paraissait apparenté au [Barrois] sur les deux premiers plans de plus grande variance, la classification l'en distingue. Ceci est dû à la prise en considération des composantes F4 et F5[354]. L'information supplémentaire portée par ces derniers permet la distinction.

D'après les observations effectuées par le biais des analyses multivariées descriptives présentées, deux ensembles de production potentiels se démarquent : [Minette] et [Fer fort]. La démarche prédictive sera ainsi orientée vers l'éventualité d'une appartenance chimique des crampons à l'un de ces deux domaines.

[354] Une classification similaire, réalisée sur les seules composantes F1 à F3, place cet échantillon au sein de la classe représentée par le domaine chimique du [Barrois].

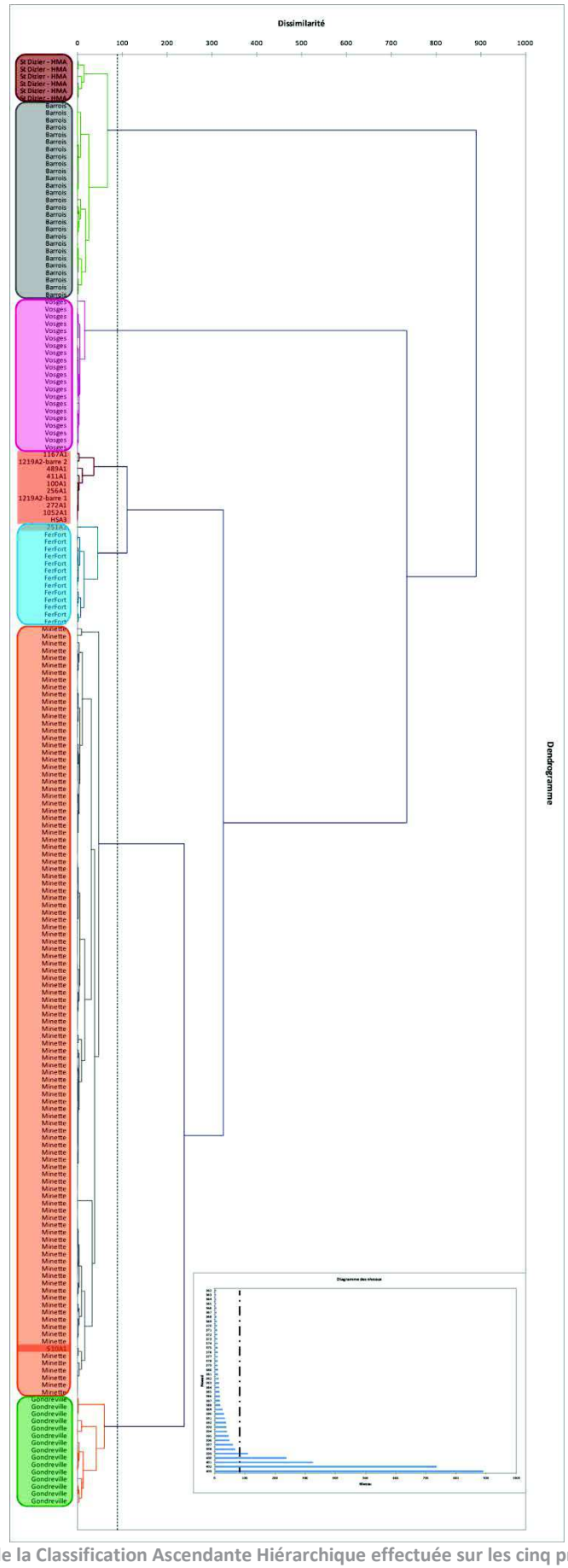


Figure 299 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les cinq premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 298 pour les éléments de scellement du pont de Dieulouard

5.2.3.2. Filiation chimique avec l'ensemble de production [Minette]

Les résultats du paragraphe précédent amènent à questionner l'éventualité d'une compatibilité chimique entre certaines agrafes du pont de Dieulouard et l'ensemble de production [Minette]. Une analyse en régression logistique a ainsi été réalisée (Cf. Figure 300). Nous avons pris le parti de questionner l'attribution de la totalité des agrafes à l'ensemble de production. L'analyse a été réalisée à partir des quinze variables, *logratios* de teneurs élémentaires, employés tout au long de ce travail.

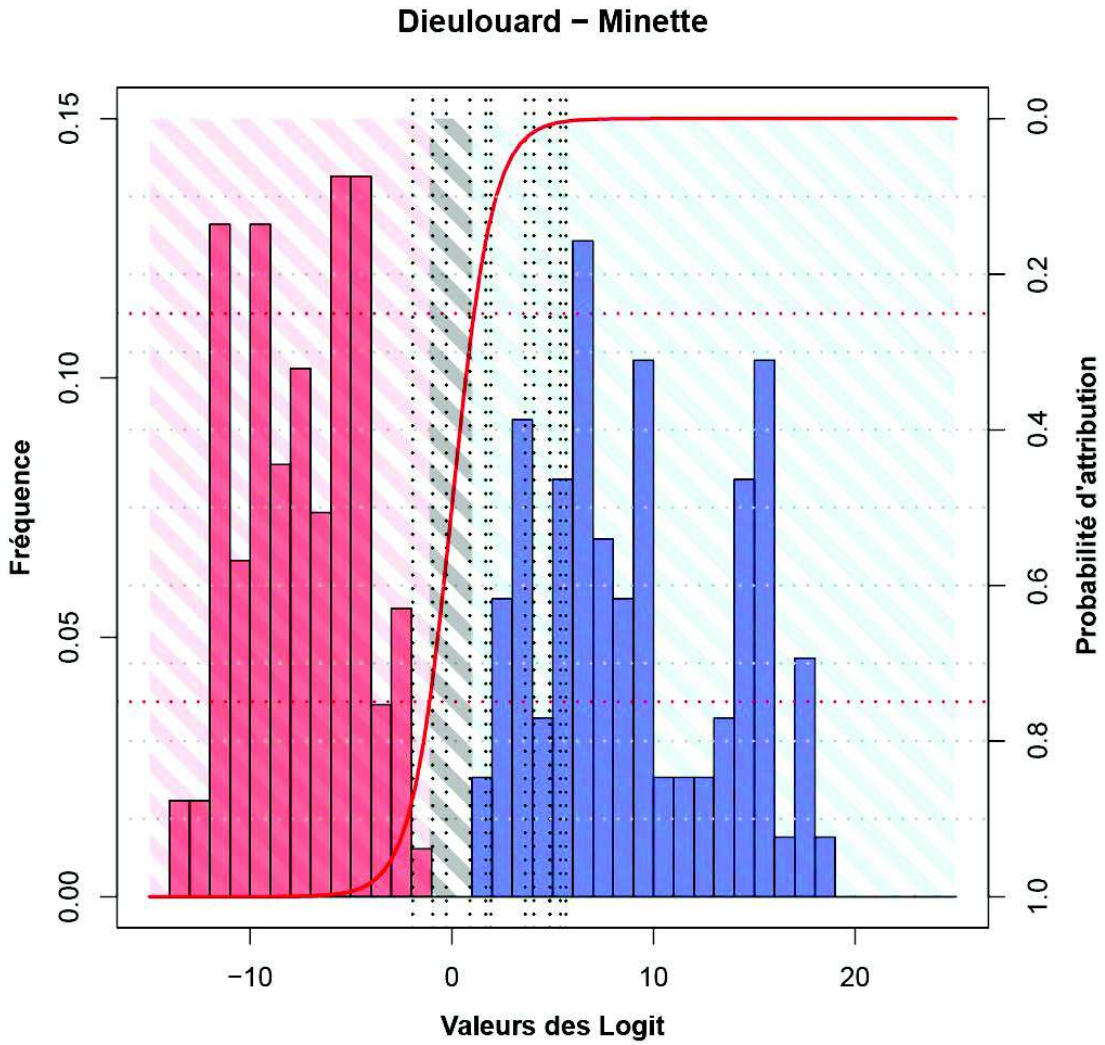


Figure 300 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des éléments de renfort du pont de Dieulouard ; confrontation de l'ensemble *Minette* au reste du corpus de référence

La distribution des valeurs Logit montre que six crampons[355] ne sont pas compatibles avec l'ensemble de production [Minette]. Le modèle constitué ne permet pas de déterminer si la barre 1 du crampon 1219A2 est chimiquement compatible ou non avec cet ensemble. Le métal de quatre agrafes, ainsi que celui de la barre 2 de 1219A2 est compatible avec l'ensemble de production considéré.

[355] 256A1, 272A1, 510A1, et 1052A1.

Catégorie	Echantillon	Probabilité d'attribution des échantillons	Valeur du Logit
Crampon	100A1	0,150949589	1,72717263
Crampon	251A1	3,65E-06	12,5208947
Crampon	256A1	0,993095149	-4,96860221
Crampon	272A1	0,803637492	-1,4091858
Crampon	411A1	0,237380891	1,16709272
Crampon	489A1	0,020681044	3,85763983
Crampon	510A1	0,989178578	-4,51534723
Crampon	1052A1	0,769745297	-1,20687358
Crampon	1167A1	0,191544692	1,44000424
Partie de crampon	1219A2-barre 2	0,945940944	-2,86210305
Partie de crampon	1219A2-barre 1	0,290966086	0,89069664
Crampon	HSA3	0,239429019	1,15581244

Tableau 26 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour les éléments de renfort métalliques de Dieulouard face à l'ensemble de production *Minette*[356]

La signature chimique de cinq individus est considérée, d'après le test en régression logistique, compatible avec l'ensemble de production [Minette]. Gardons toutefois à l'esprit la contrainte inhérente à l'emploi d'un test statistique de ce type. Les résultats positifs signifient que, **en fonction du référentiel géochimique constitué** (six ensembles de production lorrains), l'ensemble [Minette] apparaît comme la source la plus probable. Les probabilités d'attribution livrées par le test ne révèlent ainsi pas une compatibilité chimique absolue (Cf. Tableau 26). Il est ainsi nécessaire de confronter directement la signature chimique des renforts ferreux au domaine chimique de la [Minette].

L'ACP présentée ci-dessous (Cf. Figure 301) suggère que quatre échantillons se distinguent de l'ensemble de production questionné. Puisqu'il s'agit ici de confronter directement la signature chimique des crampons au domaine de la [Minette], les crampons sont intégrés à l'analyse en tant qu'individus à part entière (et non en tant qu'individus supplémentaires). L'observation du cercle des corrélations montre que ces agrafes s'en distinguent majoritairement par leurs teneurs en yttrium et silicium. Seule la projection du crampon 510A1 ne peut être distinguée du domaine chimique de la *Minette,* car située au voisinage de quelques échantillons constituant le référentiel de comparaison.

[356] Rappelons la signification du code couleur employé pour les tableaux synthétisant les résultats de l'analyse régressive : le blanc indique que l'échantillon considéré est attribué à l'ensemble de production questionné par l'analyse ; le jaune et l'orange indiquent que la valeur Logit se situe dans l'intervalle d'indétermination ; le rouge indique que l'hypothèse d'appartenance peut être rejetée pour les échantillons concernés.

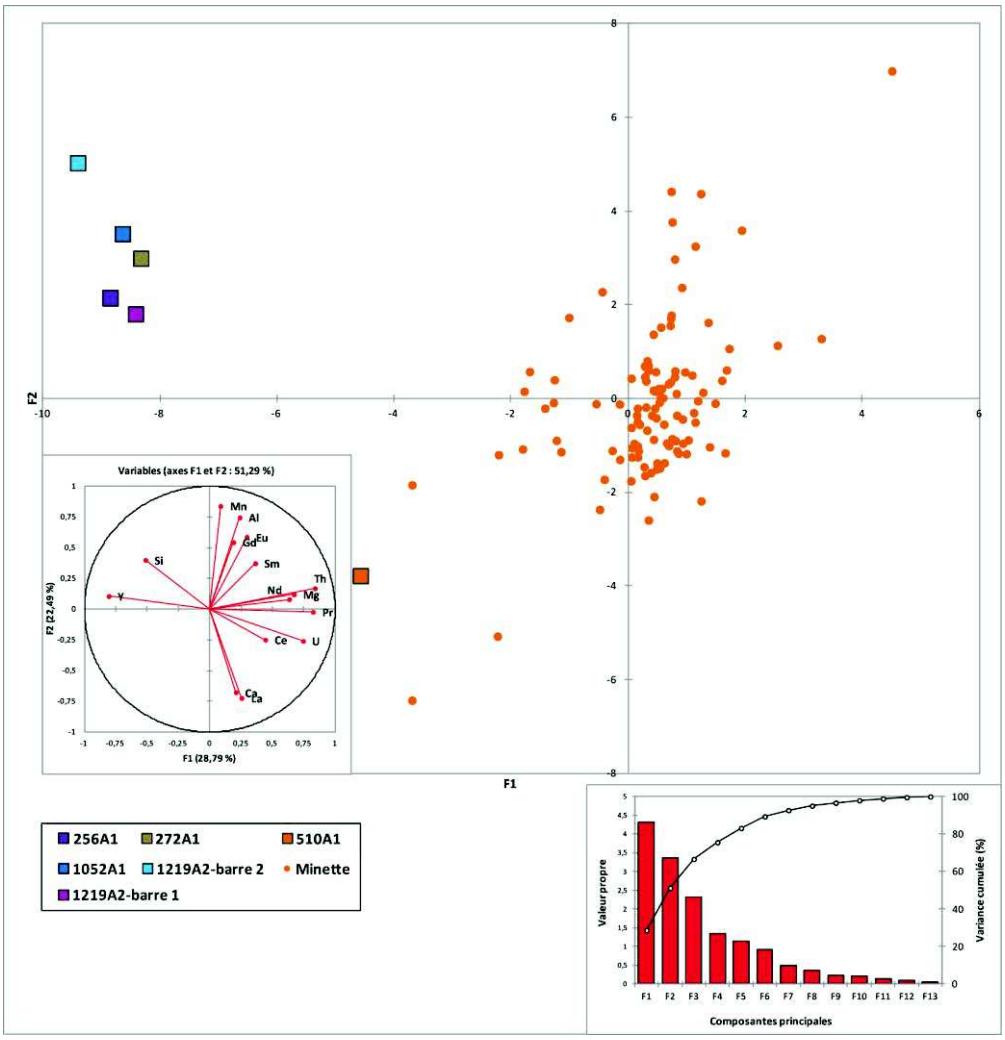


Figure 301 : Plan défini par les composantes F1 et F2 de l'Analyse en Composantes Principales réalisée sur l'ensemble de production *Minette* et cinq crampons du pont de Dieulouard

La CAH subséquente, réalisée sur les coordonnées des individus sur les sept premières composantes principales (exprimant 92,73 % de la variance totale du nuage de points), isole les cinq crampons (Cf. Figure 302). L'individu 510A1 constitue une classe à part entière tandis que les quatre autres crampons apparaissent relativement proches les uns des autres. Ainsi, tout en permettant de distinguer les agrafes de l'ensemble de production, le résultat de cette classification est en accord avec les observations effectuées lors de la description des informations chimiques effectuée au fil de la sous-partie 5.2.2.

Les traitements statistiques multivariés réalisés montrent que ces cinq crampons en fer du pont de Dieulouard ne sont pas compatibles chimiquement avec l'ensemble de production sidérurgique exploitant le minerai oolithique de l'Aalénien.

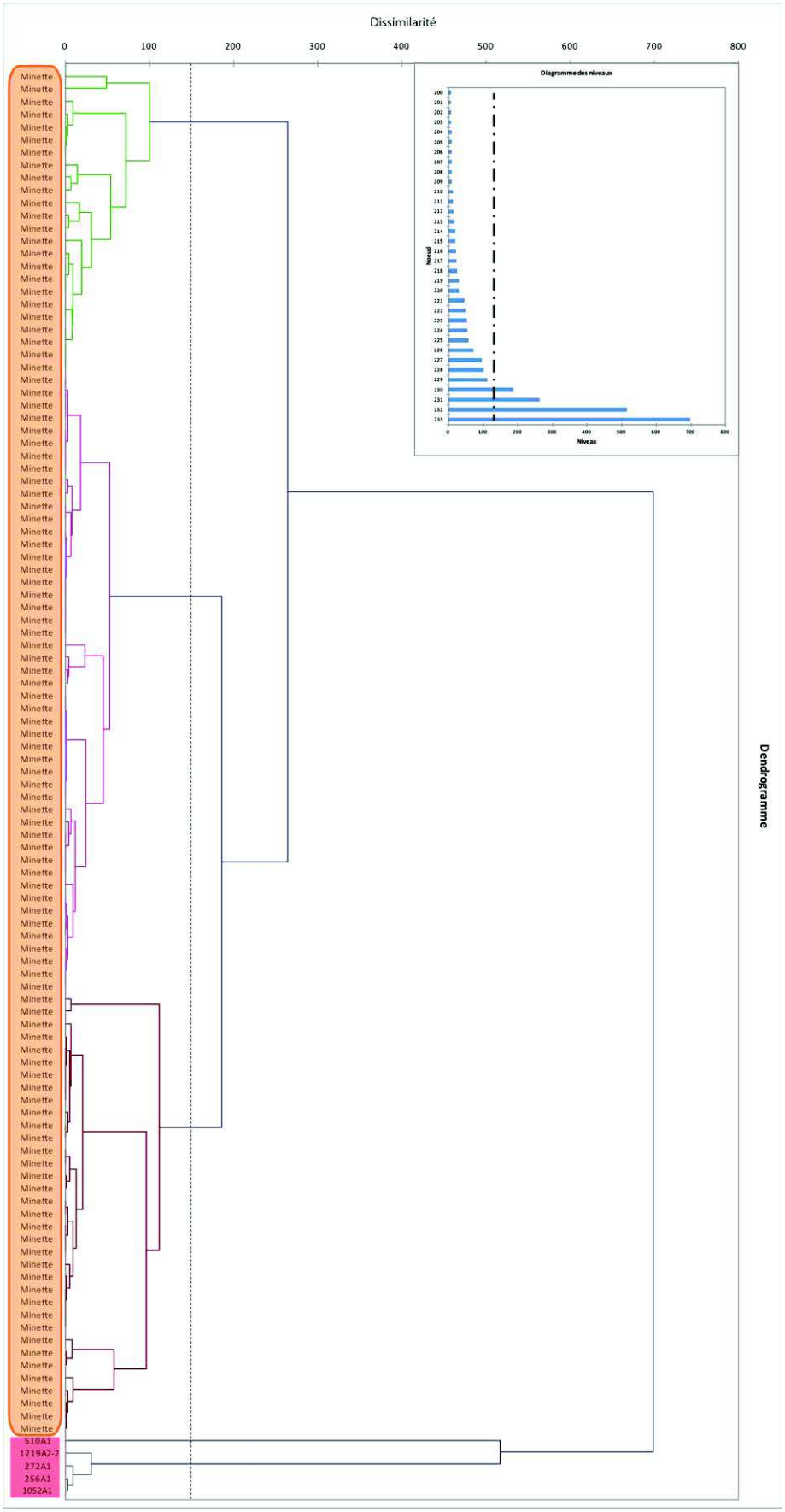


Figure 302 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les sept premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 301

5.2.3.3. Filiation chimique avec l'ensemble de production [Fer fort]

Les analyses multivariées effectuées dans le paragraphe 5.2.3.1 désignent l'ensemble de production [Fer fort] comme étant une source de métal potentielle pour certains crampons. A l'instar du cas précédent, concernant la [Minette], le modèle logistique établi au cours du Chapitre 3 a été employé afin de déterminer les probabilités d'attribution des agrafes à l'ensemble de production [Fer fort] (Cf. Figure 303).

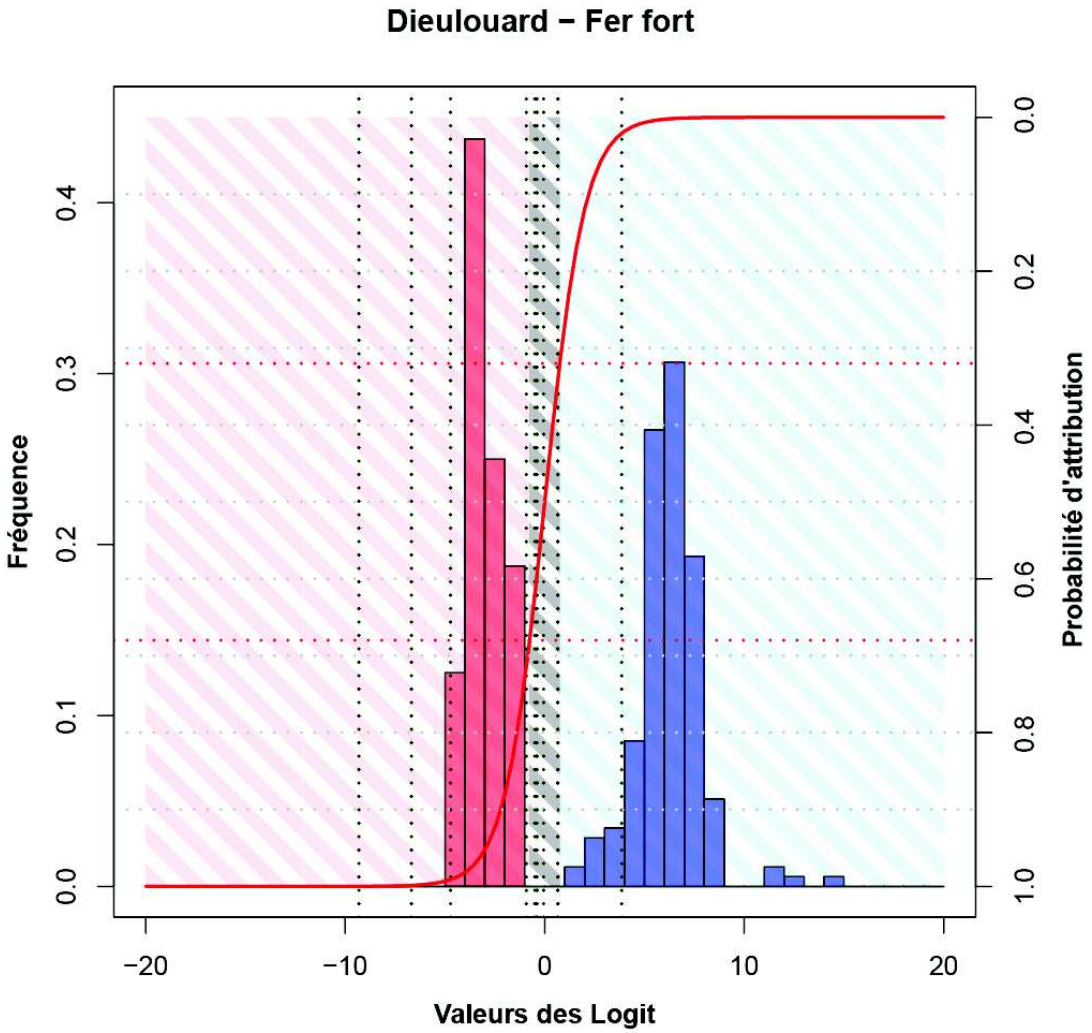


Figure 303 : Distribution des valeurs Logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des éléments de renfort du pont de Dieulouard ; confrontation de l'ensemble *Fer fort* au reste du corpus de référence

Trois individus (489A1, 1167A1 et la barre 2 de 1219A2) montrent une probabilité d'attribution forte à l'ensemble considéré. Les crampons 1052A1 et HSA3 sont également considérés comme compatibles avec l'ensemble de production. L'agrafe 510A1 présente quant à elle une valeur d'exclusion forte. Les six autres présentent des valeurs qui ne permettent pas de les attribuer ou de les exclure avec un risque d'erreur satisfaisant. L'ensemble *Fer fort* apparaît effectivement comme une source d'approvisionnement probable pour cinq crampons du pont de Dieulouard. Cependant, les probabilités associées à plusieurs crampons (100A1, 251A1, 411A1) sont proches du seuil

d'attribution[357]. Par conséquent, la signature chimique des crampons surlignés en jaune dans le tableau suivant (Cf. Tableau 27) sera également intégrée une analyse non supervisée, afin de les comparer à au seul domaine chimique de cet ensemble.

Catégorie	Echantillon	Probabilité d'attribution des échantillons	Valeur du Logit
Crampon	100A1	0,652396911	-0,62959186
Crampon	251A1	0,620079839	-0,48988711
Crampon	256A1	0,308466446	0,8072986
Crampon	272A1	0,518818052	-0,07530778
Crampon	411A1	0,621651297	-0,49656305
Crampon	489A1	0,997275093	-5,90259224
Crampon	510A1	0,007995914	4,82079651
Crampon	1052A1	0,760253924	-1,15407214
Crampon	1167A1	0,99999125	-11,6464202
Partie de cra	1219A2-barre 2	0,999763982	-8,351368
Partie de cra	1219A2-barre 1	0,303175674	0,83222092
Crampon	HSA3	0,897049405	-2,16486173

Tableau 27 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour les éléments de renfort métalliques de Dieulouard face à l'ensemble de production *Fer Fort*

Pour ce faire, une Analyse en Composantes Principales a été réalisée, intégrant les 13 marqueurs géochimiques (minerai et scories de réduction) constituant l'ensemble [Fer fort], ainsi que neuf crampons du pont de Dieulouard. La comparaison s'effectue encore une fois sur la base des quinze variables que constituent les *logratios* de quinze teneurs élémentaires.

Les projections des crampons, sur le plan de plus grande variance de l'ACP réalisée, sont toutes distinctes du nuage de points figurant le domaine chimique de l'ensemble de production associé à l'exploitation du *Fer fort* (Cf. Figure 304). Le crampon 251A1 se trouve isolé de tout autre individu, tandis que les huit autres crampons forment deux groupes.

[357] Fixé dans ce cas à 0,68.

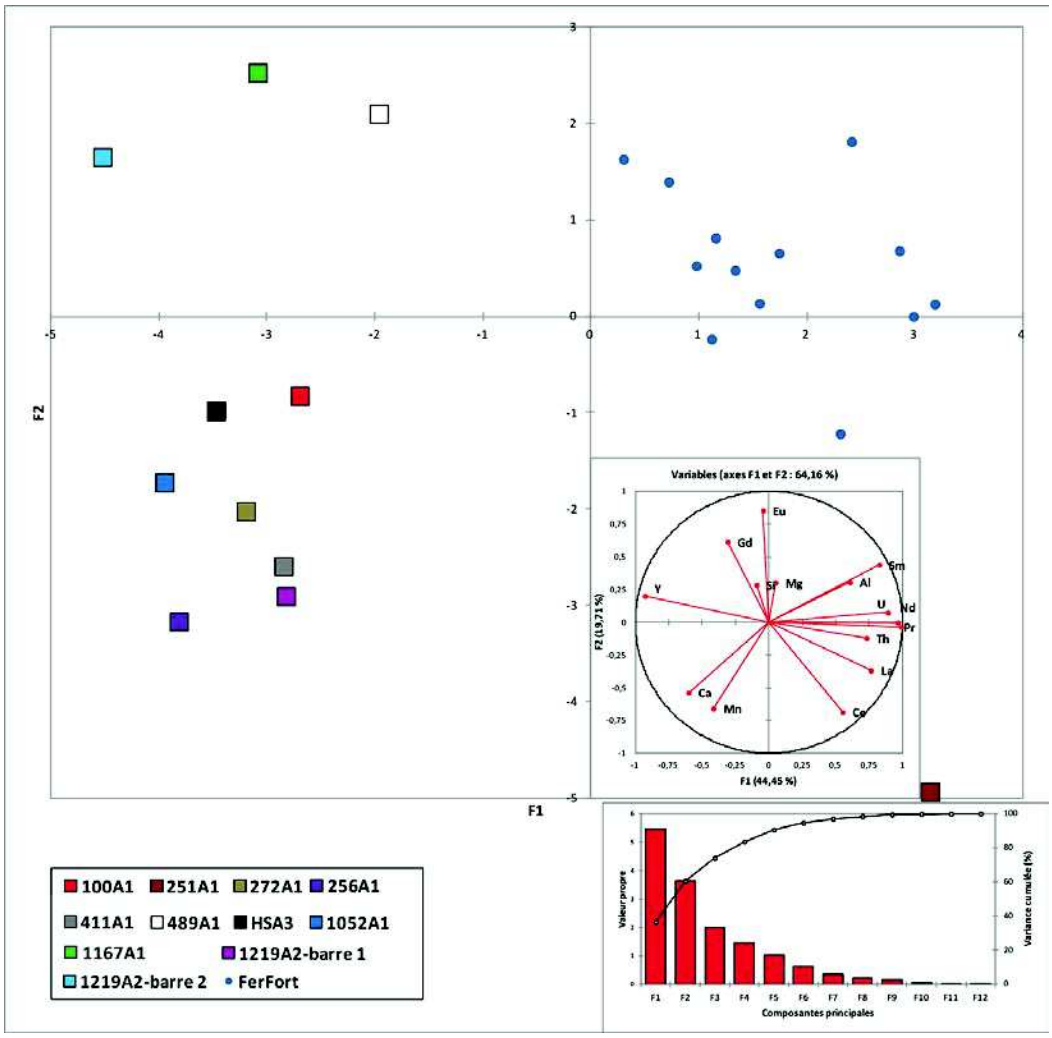


Figure 304 : Plan défini par les composantes F1 et F2 de l'Analyse en Composantes Principales réalisée sur l'ensemble de production *Fer fort* et neuf crampons du pont de Dieulouard

Le dendrogramme suivant (Cf. Figure 305) présente les distances entre les projections des individus sur les cinq premières composantes principales de l'ACP précédente (exprimant 90,30% de la variance totale du nuage de points). La ramification effectuée au niveau de dissimilarité le plus important permet de distinguer huit crampons des scories et minerais de l'ensemble de production considéré. L'agrafe 251A1, d'abord associée à la même branche que les échantillons de l'ensemble de production, est finalement distinguée de ces derniers à un niveau de dissimilarité moins important, mais significatif. Les résultats de cette classification correspondent aux tendances mises en évidence par la classification réalisée à l'issue du paragraphe 5.2.3.1. Aucun crampon ne peut être, en définitive, considéré comme chimiquement compatible avec l'ensemble de production associé à l'exploitation du *Fer fort.*

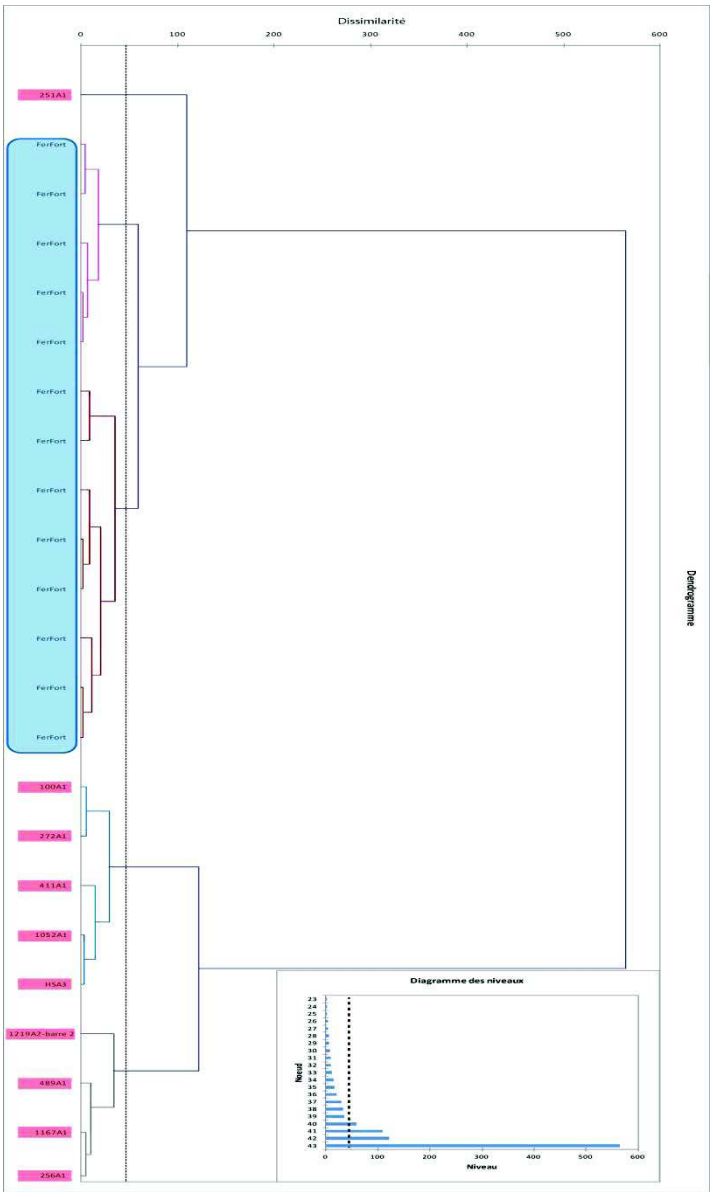


Figure 305 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les cinq premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 304

5.2.4. *Les crampons de Dieulouard : un métal provenant de sources locales ?*

Les analyses chimiques, montrant que les crampons forment des groupes dont les inclusions ont des signatures chimiques différentes, permettent de conforter l'hypothèse selon laquelle les éléments de renfort métalliques mis au jour dans la maçonnerie du pont provenaient de plusieurs sources. De plus, deux crampons, 251A1 et 1219A2, sont constitués de deux pièces métalliques présentant une signature inclusionnaire différente. Enfin, la forte proportion de produits d'oxydation à chaud dans les inclusions de l'agrafe 100A1 peut laisser entendre que le métal a été produit par une agglomération à chaud de fragments de métal recyclés. Ces indices suggèrent que l'atelier ayant produit les agrafes n'a pas employé de matière première provenant d'une seule source. Une des

hypothèses permettant d'expliquer ces sources multiples repose sur le fait que les artisans auraient plutôt travaillé du métal directement disponible à proximité du chantier de construction. Ce métal pourrait, entre autres possibilités, avoir été récupéré sur l'ensemble monumental du *vicus* antique de *Scarponna.*

Les analyses statistiques réalisées montrent que la majorité des crampons forment cependant un groupe homogène, et que tout au plus trois individus[358] présentent une composition chimique différant significativement de la tendance. Cette hétérogénéité intrinsèque du corpus est cependant apparue toute relative lorsque les signatures élémentaires des crampons ont été confrontées au corpus de référence géochimique lorrain (Cf. Figure 298).

A l'issue de la comparaison statistique avec les domaines chimiques des ensembles de production, il apparaît qu'aucun élément de renfort étudié n'est chimiquement compatible avec le référentiel géochimique lorrain dans sa définition actuelle (Cf. Tableau 28). L'hypothèse formulée à partir des connaissances sur l'environnement sidérurgique du chantier de construction paraît ici invalidée : le métal travaillé dans le cadre de ce chantier n'a pas été produit en réduisant de la *Minette lorraine,* bien que cette dernière ait été exploitée par plusieurs ateliers de production du fer contemporains de la construction de l'édifice.

Echantillon	Etape 1 (ACP + CAH)	Etape 2 (Régression logistique)	Etape 3 (ACP + CAH)	Ensemble de production
100A1	Fer fort ; Minette	Fer fort	*Aucun*	***Aucun***
251A1	Fer fort ; Minette	Fer fort	*Aucun*	***Aucun***
256A1	Fer fort ; Minette	Minette	*Aucun*	***Aucun***
272A1	Fer fort ; Minette	Fer fort ; Minette	*Aucun*	***Aucun***
411A1	Fer fort ; Minette	Fer fort	*Aucun*	***Aucun***
489A1	Fer fort ; Minette	Fer fort	*Aucun*	***Aucun***
510A1	Fer fort ; Minette	Minette	*Aucun*	***Aucun***
1052A1	Fer fort ; Minette	Fer fort ; Minette	*Aucun*	***Aucun***
1167A1	Fer fort ; Minette	Fer fort	*Aucun*	***Aucun***
1219A2 - barre 1	Fer fort ; Minette	Fer fort ; Minette	*Aucun*	***Aucun***
1219A2 - barre 2	Fer fort ; Minette	Fer fort ; Minette	*Aucun*	***Aucun***
HSA3	Fer fort ; Minette	Fer fort	*Aucun*	***Aucun***

Tableau 28 : Synthèse des résultats obtenus par le biais des tests statistiques réalisés successivement en vue de déterminer la provenance des renforts ferreux du pont de Dieulouard

En conclusion, il n'a pas été possible de proposer une source d'approvisionnement locale pour les éléments de renfort. Ceci peut être expliqué de plusieurs façons. Les crampons concernés peuvent avoir été façonnés à partir d'un métal d'origine extralocale. En effet, les recherches effectuées sur les sources historiques traitant du statut du *pagus Scarponensis* révèlent une situation politique très changeante. Bien qu'il soit impossible de dresser une chronologie précise de ces évolutions, il est par exemple démontré que le *pagus* est intégré à la fin du Xe s., au temporel de l'évêque de Verdun. Il faut ainsi considérer l'éventualité que le chantier de construction du pont ait pu être approvisionné en métal provenant de centres de production sidérurgique dépendant de l'entité politique contrôlant le comté à cette époque. Enfin, il faut garder le caractère lacunaire du

[358] Il s'agit de 251A1, 489A1 et 510A1.

référentiel géochimique à l'esprit : un nombre inconnu d'ensembles de production sidérurgiques lorrains n'ont pas encore été caractérisés chimiquement à ce jour. Nous ne pouvons ainsi écarter la possibilité que le métal des crampons ait été produit au sein d'un ensemble de production local, mais n'ayant pas été caractérisé chimiquement à ce jour.

Une hypothèse très probable repose cependant sur le fait que les crampons ont pu avoir été récupérés à l'occasion du démantèlement d'édifices antiques et remployés dans la construction du pont, ce qui multiplierait les possibilités d'origines différentes. Cette pratique a été attestée dans de nombreux autres contextes, de l'Antiquité à l'Epoque moderne. Par exemple, Dillmann et L'Héritier (2008) montrent, par l'étude des sources historiques[359] et l'examen de prélèvements effectués sur des renforts ferreux, qu'au moins un dixième du fer mis en œuvre sur une dizaine d'édifices gothiques du Nord de la France serait issu d'une pratique de recyclage. J.-F. Bernard (2008), a mené par ailleurs une réflexion plus large sur les dynamiques et modalités du remploi des métaux (bronze, fer et plomb) mis en œuvre dans l'architecture antique. Il met en évidence l'importance de ce phénomène, notamment pour l'ensemble monumental de la ville de Rome et plusieurs contextes orientaux. La démonstration, par K. Boulanger et D. Gücker (2008), du remploi, pour la construction du pont de Dieulouard, d'éléments lapidaires provenant de l'agglomération antique de *Scarponna*, renforce cette hypothèse, qui sera remise en perspective dans le chapitre 6 de ce travail.

5.3. L'atelier de forge gallo-romain de Gondreville – *Forêt communale*

Au vu des données archéologiques disponibles, le site de Gondreville – *Forêt Communale* peut être interprété comme un site à caractère viaire, de type relais routier. Cet établissement comporte un atelier dévolu au travail du fer. Le mobilier métallurgique recueilli atteste uniquement de la pratique d'opérations de post-réduction. Les déchets métalliques les moins élaborés suggèrent une activité d'épuration. Au vu des éléments présentés dans le paragraphe 2.1.3.2, il est nécessaire de s'interroger sur l'origine du métal travaillé au sein de cet atelier. Trois hypothèses doivent être envisagées dans ce cas.

- L'organisation de la production du fer en Gaule repose majoritairement, à l'époque gallo-romaine, sur la concentration des activités au sein de districts de grande ampleur tels que la Montagne Noire (Decombeix *et al.* 1998 et 2000) ou l'Yonne (Mangin 1994, p. 11-15 ; Mangin 1996 ; Serneels, Mangin 1996). L'atelier de

[359] Notamment les comptes de fabrique concernant la réfection des fenêtres hautes du chœur de la cathédrale de Rouen, entre 1430 et 1433.

Gondreville pourrait se voir approvisionner en métal provenant d'un de ces grands districts.

- Le site de Gondreville – *Forêt communale* se trouve implanté au sein d'un secteur qui apparaît densément occupé à l'époque antique, comme l'atteste le parcellaire. Le site apparaît lié à cet environnement, et présente notamment une fonction agricole[360]. Bien que ténus, des indices archéologiques suggèrent une activité de production primaire dans le secteur du Plateau de Haye[361]. Le Pays-Haut constitue par ailleurs une petite zone de production à cette époque (Cf. paragraphe 1.2.2.2). L'atelier pourrait également avoir été approvisionné en fer provenant d'une source locale.

- Enfin, l'éventualité que le métal travaillé soit obtenu par recyclage ne peut être écartée.

Considérant ces possibilités, des déchets métalliques attribuables à différentes étapes de la chaîne opératoire ont été sélectionnés. Un fragment de métal informe, les deux chutes facettées, ainsi que huit chutes façonnées ont été considérés dans le cadre de cette étude. Nous exposerons dans un premier temps les principales caractéristiques morphologiques et microstructurales du corpus échantillonné avant de détailler les principales conclusions issues de la caractérisation chimique des inclusions présentes dans les chutes. Nous chercherons par la suite à questionner la compatibilité chimique des chutes métalliques avec un ensemble de production local, associé à l'exploitation de la *Minette*, du *Fer fort* ou du minerai de la transition Bajocien-Bathonien[362].

5.3.1. Qualification de la chaîne opératoire

5.3.1.1. Le fragment de métal informe et les chutes facettées : indices du travail de métal en cours d'épuration

Le fragment informe GOND6-F21[363] comporte de nombreuses cavités dont les plus importantes sont de dimensions plurimillimétriques. Ces vides sont de forme irrégulière ou subcirculaire, ne présentant pas d'indices de déformation. De nombreuses fissures allongées forment un réseau de trame polygonale, qui évoque une fissuration intergranulaire (Cf. Figure 306). Le métal, de structure majoritairement ferrito-perlitique, distingue l'échantillon du reste du corpus, dont les individus présentent une structure majoritairement ferritique. Des eutectiques phosphoreux de forme circulaire sont présents en quantités non négligeables au sein de la structure carburée. De la scorie est observable, tapissant localement les parois des cavités et de certaines fissures. Elle est également présente sous la forme d'ensemble de petites inclusions de forme subcirculaire ou informes, ce qui souligne le caractère brut du métal.

[360] Des fragments de meule ont été découverts en abondance.
[361] Les sites de *La Flye*, à Liverdun, et de *Place de l'Eglise*, à Villers-lès-Nancy (Leroy, Cabboï 2009)
[362] Ce minerai, à texture oolithique, a probablement été exploité par les ateliers de réduction de minerai de fer de Gondreville – *ZAC de la Roseraie* et Velaine-en-Haye – *ZAC Herbue Chalin* au cours de l'âge du Fer.
[363] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 420.

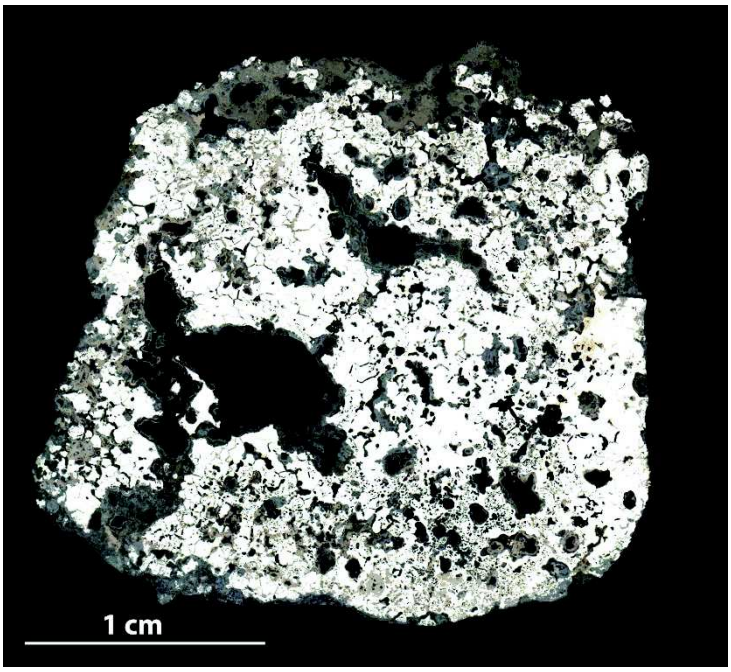


Figure 306 : Mosaïque de clichés micrographiques réalisée sur la section du fragment informe GOND6-F21

Les sections polies réalisées au sein des deux chutes facettées (l'aspect morphologique d'une de ces chutes est présenté en Figure 307) révèlent les mêmes grandes caractéristiques morphologiques et microstructurales. Les deux chutes ont une section de forme trapézoïdale, et des dimensions similaires. La chute GOND6-F19 est légèrement plus épaisse. La morphologie des deux chutes évoque un métal imparfaitement compacté subissant un début de mise en forme de barre.

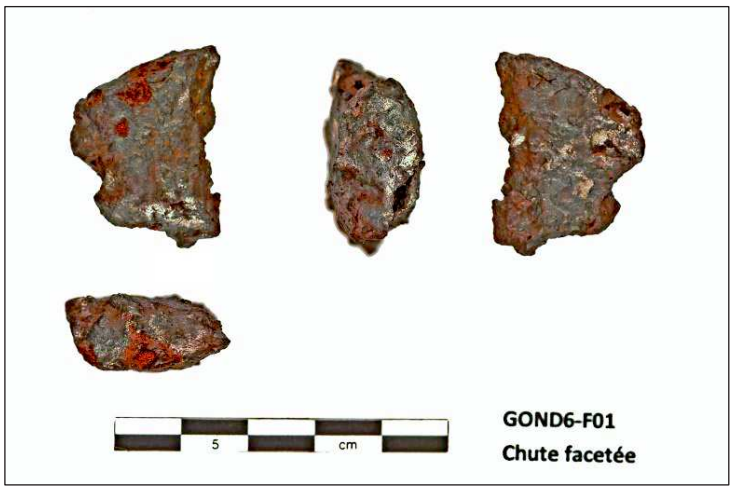


Figure 307 : Clichés figurant la chute facettée GOND6-F01

Les deux sections révèlent le caractère imparfaitement compacté du métal. Celui des chutes facettées GOND6-F01 et GOND6-F19[364] comporte quelques cavités résiduelles. L'examen microscopique des sections polies montre des fissures de longueur millimétrique, dont l'épaisseur peut atteindre la centaine de microns, qui sont comblées par des oxydes de fer, wüstite ou magnétite

[364] Les fiches synthétisant les observations micrographiques effectuées sur les échantillons évoqués sont présentées en annexe H : GOND6-F01 p. 423 ; GOND6-F19 p. 426.

(Cf. Figure 308). La morphologie de ces fissures laisse penser qu'elles résultent de l'écrasement de cavités identiques à celles observées sur la section du fragment informe décrit précédemment. La structure du métal est exclusivement ferritique dans les deux cas, et des structures fantômes, pouvant être révélatrice de la présence de phosphore, sont présentes sur une grande part des deux sections. Les inclusions de scorie montrent un début d'allongement, mais restent relativement trapues soulignant le caractère peu élaboré du métal.

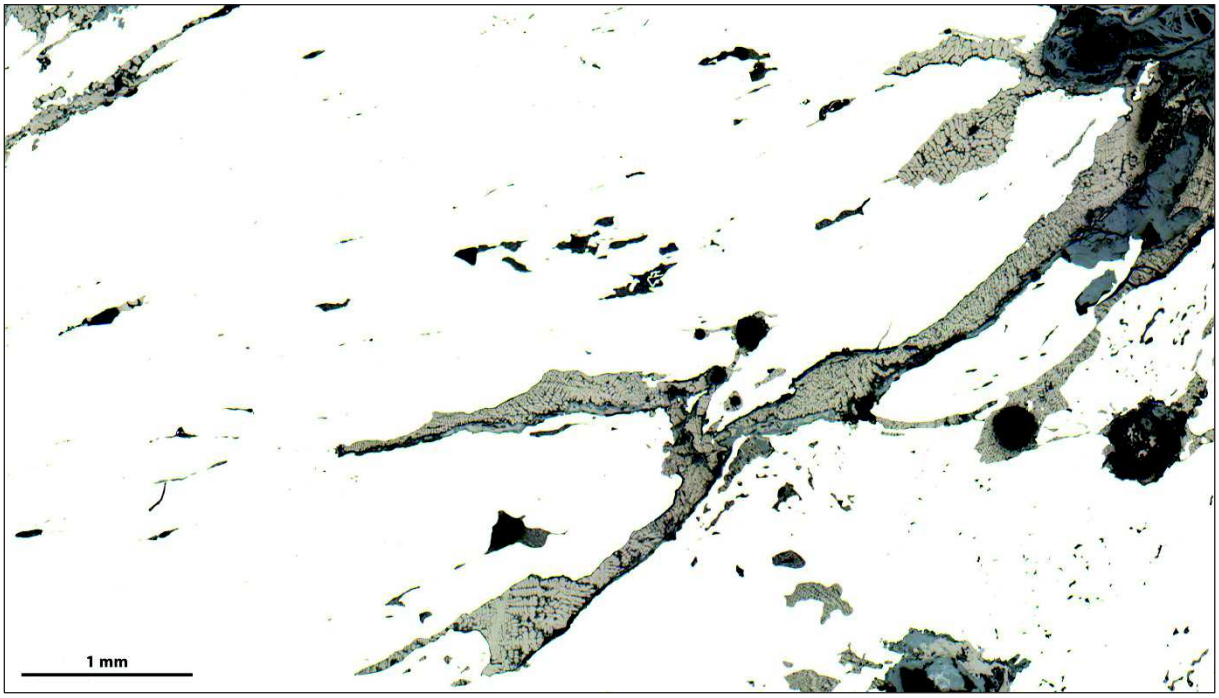


Figure 308 : Micrographie mettant en évidence une fissure comblée par des produits d'oxydation à chaud du métal ; échantillon GOND6-F19

Les trois échantillons présentent plusieurs caractères communs. Le métal comporte des cavités, plus ou moins résorbées dans le cas des chutes facettées. Les parois de ces dernières, ainsi que les fissures les plus importantes sont tapissées de produits d'oxydation à chaud. Le métal est par ailleurs phosphoreux. Cet élément est présent sous la forme d'eutectiques au sein de la structure hypoeutectoïde du fragment de métal informe GOND6-F21, et sous la forme de marbrures au sein de la structure ferritique des chutes facettées GOND6-F01 et GOND6-F19. Les chutes facettées se distinguent par l'absence de carburation et une quantité de travail de mise en forme plus importante. Il apparaît probable que les trois déchets métalliques soient issus du travail d'une matière première très similaire.

Les quatre fragments de métal informe et les deux chutes facettées collectés attestent d'un travail de compactage du métal. Les examens réalisés à l'échelle microscopique montrent que le métal travaillé est faiblement épuré. Aucun indice ne permet de déterminer avec certitude si ces déchets sont obtenus lors du travail de masses de métal brut issues de la réduction de minerai ou d'une activité de recyclage. L'étude morphologique de l'échantillon GOND6-F02, révèle quant à elle que ce morceau de métal, d'aspect similaire aux chutes Gond6-F01 et GOND6-F19, était en réalité une tôle enroulée sur elle-même et présentant un trou de perçage sur l'une de ses grandes faces. La

morphologie de ce fragment de métal déformé est la seule parmi les échantillons étudiés qui peut évoquer une activité de récupération de métal.

5.3.1.2. Les chutes façonnées : marqueurs du travail de mise en forme d'objets de petit module

Le corpus de chutes façonnées sélectionné pour l'étude inclusionnaire représente une masse totale de 69,4 grammes. Les sections de métal travaillé sont relativement fines, les dimensions dépassant le centimètre (Cf. Tableau 29). Le métal est compact dans tous les cas, et présente généralement une structure presqu'exclusivement ferritique. Seule la chute-barre F22 présente des plages de métal plus carburé. La matrice métallique des chutes est organisée en bandes, distinguées par des tailles de grain différentes ou des lignes d'inclusions (Cf. Figure 309). Des structures fantômes sont observables sur les sections des chutes F15 et F23[365].

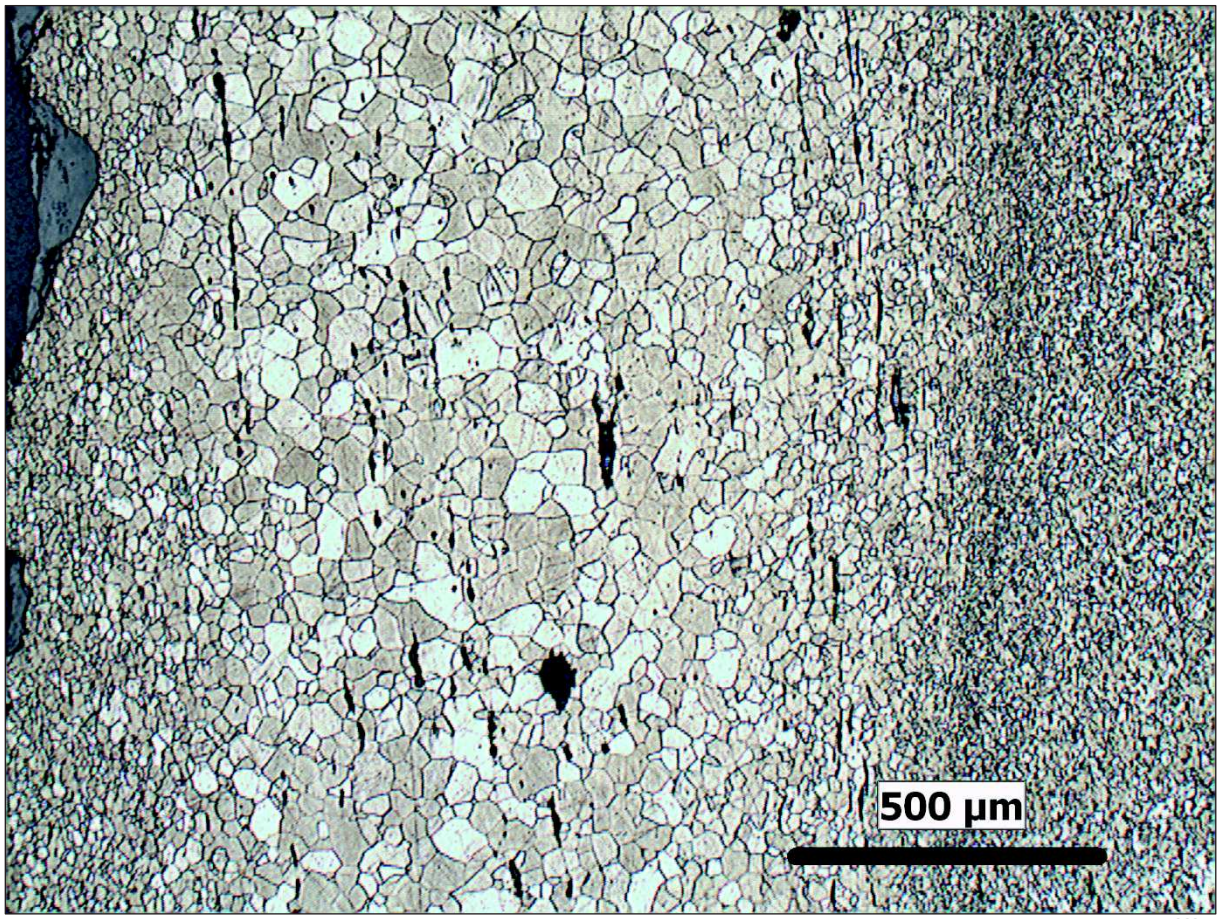


Figure 309 : Cliché micrographique mettant en évidence la structure en bandes du métal de l'échantillon GOND6-F10[366]

[365] Les fiches synthétisant les observations micrographiques effectuées sur les échantillons évoqués sont présentées en annexe H : GOND6-F15 p. 441 ; GOND6-F22 p. 444 ; GOND6-F23 p. 447.
[366] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 432.

Echantillon	Catégorie	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Epaisseur (mm)	Masse (g)
GOND6-F03	Chute-bande	30	8 à 10	5	5
GOND6-F10	Soie de préhension	55	4	4	3,4
GOND6-F11	Chute-tige	50	8	7	9
GOND6-F12	Chute-tige	78	7	6	11,5
GOND6-F15	Soie de préhension	40	8	8	7,3
GOND6-F22	Chute-barre	41	11	5 à 9	17,2
GOND6-F23	Chute-bande	52	17	6	16

Tableau 29 : Caractéristiques métrologiques des chutes façonnées du site de Gondreville – *Forêt Communale*

Certaines chutes présentent des indices en faveur d'une quantité importante de travail. La chute-barre F22 en particulier paraît très élaborée. La structure de la partie la plus longue montre une succession de bandes de métal d'une épaisseur variant de quelques dizaines à quelques centaines de micromètres, certainement obtenus par des replis successifs du métal. Le dernier pliage subi par le métal est encore très nettement visible par le biais des arcs concentriques formés par les alignements d'inclusions dans la partie droite du cliché ci-dessous (Cf. Figure 310). Une seconde bande de métal a été soudée à celle-là. Elle présente également les indices de plusieurs replis du métal sur-lui-même, soulignés par une carburation plus importante.

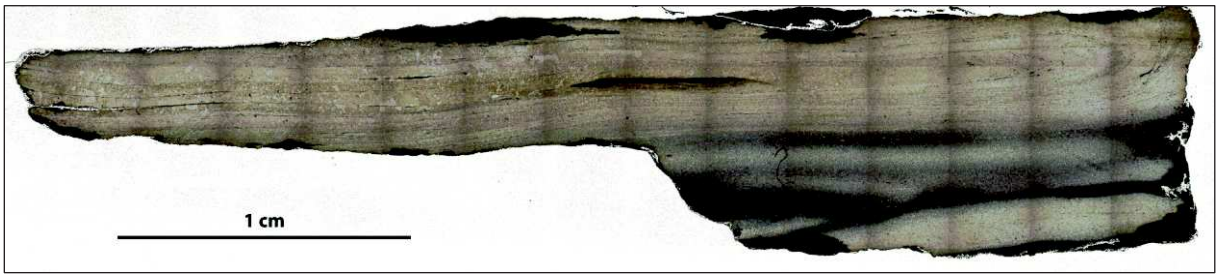


Figure 310 : Mosaïque de clichés micrographiques réalisée sur la section de la chute-barre GOND6-F22

Les inclusions présentes dans le métal, peu nombreuses, adoptent très majoritairement une forme allongée. Elles sont généralement fines, de l'ordre de la dizaine de micromètres, et sont organisées en alignements. Le faciès majoritaire se caractérise par une matrice cristallisée en lattes, certainement de la fayalite, pouvant intégrer de la wüstite sous forme de globules ou de fines dendrites. Deux autres faciès sont localement observables. Il s'agit dans certains cas d'inclusions composées très majoritairement de produits de l'oxydation à chaud du métal, probablement générées à l'occasion des séquences de mise en forme du métal. D'autres présentent un faciès amorphe ou caractérisé par une cristallisation très fine.

La structure du métal, la forme et l'organisation des inclusions au sein de ce dernier, ainsi que la présence de marqueurs de replis et de soudures du métal, soulignent le caractère relativement élaboré de la production métallique représentée par les sept chutes étudiées. Il s'agit certainement de métal chuté au cours de séquences de travail avancées dans la chaîne opératoire. Les dimensions des chutes laissent penser qu'il s'agit bien ici de la production de petits objets. Toutefois, aucune chute ne permet de caractériser plus précisément les types d'objets produits.

5.3.1.3. Synthèse des caractéristiques de la microstructure du métal

Le métal travaillé au sein de cet atelier est, dans la grande majorité des cas, ferritique. Seul le fragment de fer informe GOND6-F21 présente une structure aciérée (Cf. Figure 311). Les chutes facettées et façonnées, plus élaborées, sont toutes caractérisées par une structure à dominante ferritique. Seule la chute GOND6-F22 comporte plusieurs plages carburées. Celles-ci peuvent être liées à la soudure de deux pièces de métal. Rappelons que des observations similaires avaient été effectuées lors de l'étude d'ateliers liés à l'exploitation de la *Minette* (partie 4.1). Les déchets métalliques les moins élaborés étaient systématiquement aciérés, tandis que les chutes à caractère plus élaboré étaient constituées de fer doux.

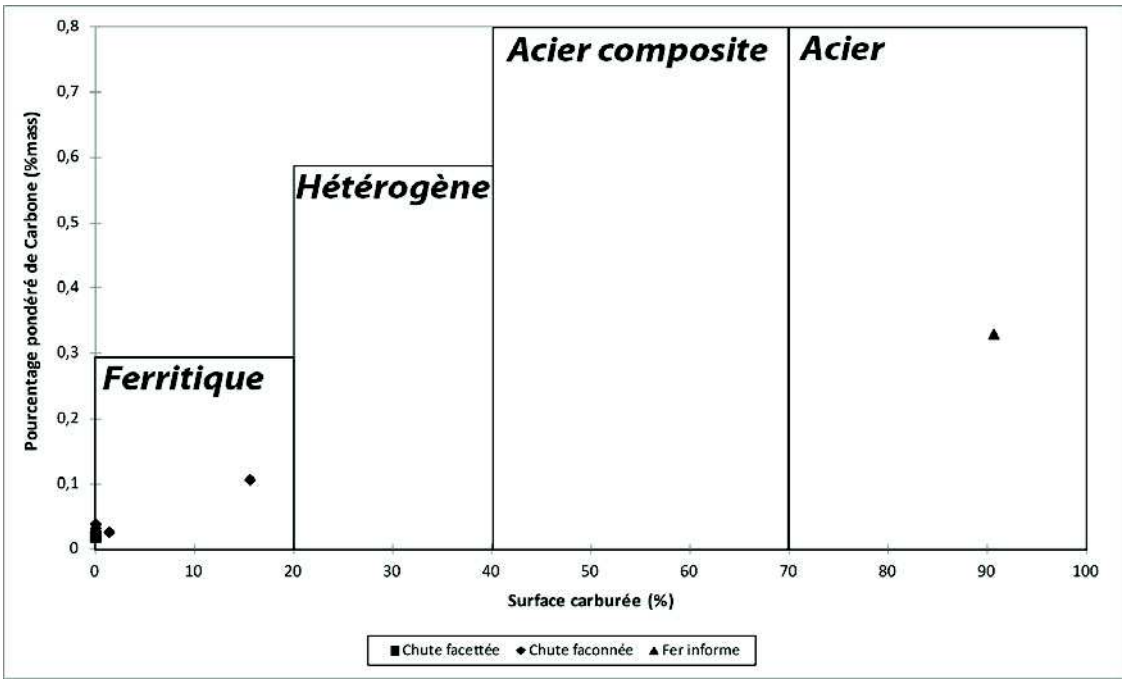


Figure 311 : Qualification de la matrice métallique des chutes métalliques de l'atelier de Gondreville –*Forêt Communale*

Des indices en faveur de la présence de phosphore sont visibles dans les structures métalliques du fragment de fer informe et des chutes facettées (Cf. Tableau 30). La plupart des chutes façonnées en sont dépourvues. Seuls les individus GOND6-F12 et F23 présentent des marbrures, mais de manière très localisée. La propreté inclusionnaire des chutes façonnées est moyenne à bonne dans la plupart des cas (entre 1 et 2,3 %). Seule la chute GOND6-F11 présente une propreté inclusionnaire médiocre. La seule chute facettée pour laquelle la mesure a pu être effectuée montre une propreté inclusionnaire mauvaise[367], mais les deux autres déchets métalliques peu élaborés (GOND6-F21 et F19) présentent également de très nombreuses inclusions et porosités.

[367] L'état de corrosion des échantillons GOND6-F21 et F19 étant trop avancé.

Echantillon	Catégorie	Structure	Propreté inclusionnaire	Présence de phosphore
GOND6-F21	Fer informe	Aciérée	N/A	Oui
GOND6-F01	Chute facettée	Ferritique	6,18%	Oui
GOND6-F19	Chute facettée	Ferritique	N/A	Oui
GOND6-F03	Chute faconnée	Ferritique	1,42%	Non
GOND6-F10	Chute faconnée	Ferritique	1,14%	Non
GOND6-F11	Chute faconnée	Ferritique	4,28%	Non
GOND6-F12	Chute faconnée	Ferritique	1,09%	Oui
GOND6-F15	Chute faconnée	Ferritique	1,78%	Non
GOND6-F22	Chute faconnée	Ferritique	1,43%	Non
GOND6-F23	Chute faconnée	Ferritique	2,27%	Oui

Tableau 30 : Caractéristiques de la microstructure du métal des chutes métalliques de Gondreville – *Forêt Communale*

A la lumière de ces caractéristiques, il est possible de qualifier les déchets les moins élaborés par la présence importante de phosphore et une propreté inclusionnaire mauvaise. Les chutes façonnées apparaissent quant à elles plus « propres », ne présentent généralement pas d'indice en faveur de la présence de phosphore, et sont constituées d'un métal totalement ou très majoritairement ferritique. Nous nous appliquerons ainsi à déterminer si la signature chimique des chutes les plus travaillées peut être distinguée de celle des déchets moins élaborés.

5.3.2. Signature chimique des inclusions de scorie

5.3.2.1. La sélection des inclusions issues de la réduction

La caractérisation chimique en éléments majeurs des inclusions a été effectuée sur huit échantillons de chutes, ainsi que sur le fragment de métal informe. La composition élémentaire des inclusions apparaît relativement homogène à l'échelle de chaque section. Quelques-unes présentent toutefois deux signatures élémentaires différentes. Trois individus (GOND6-F01, GOND6-F15 et GOND6-F23) contiennent des inclusions présentant un effet d'enrichissement notable. Celui-ci est caractérisé dans les trois cas par une teneur relative en silice plus importante. Nous illustrerons la démarche effectuée par l'exemple de la chute façonnée GOND6-F23.

Les familles chimiques d'inclusions sont définies par une Classification Ascendante Hiérarchique réalisée sur les teneurs normalisées (par *logratios*) de cinq NRC : Mg, Al, Si, K et Ca. Une Classification Ascendante Hiérarchique a été réalisée afin de mettre en évidence plusieurs familles de composition chimique (Cf. Figure 312).

La classification permet de distinguer cinq classes d'inclusions. L'une d'entre elles n'est composée que d'une inclusion (la 07). Les classes 2 et 3 (respectivement de couleur verte et rouge) forment l'une des branches principales du dendrogramme, tandis que les classes 1, 4 et 5 (respectivement de couleur violette, orange et bleue) forment la seconde. Afin de décrire les relations entre les classes créées et les rapports élémentaires qui caractérisent les inclusions, nous

avons eu recours à une Analyse en Composantes Principales, pour laquelle chaque individu est identifié par les classes définies par la CAH.

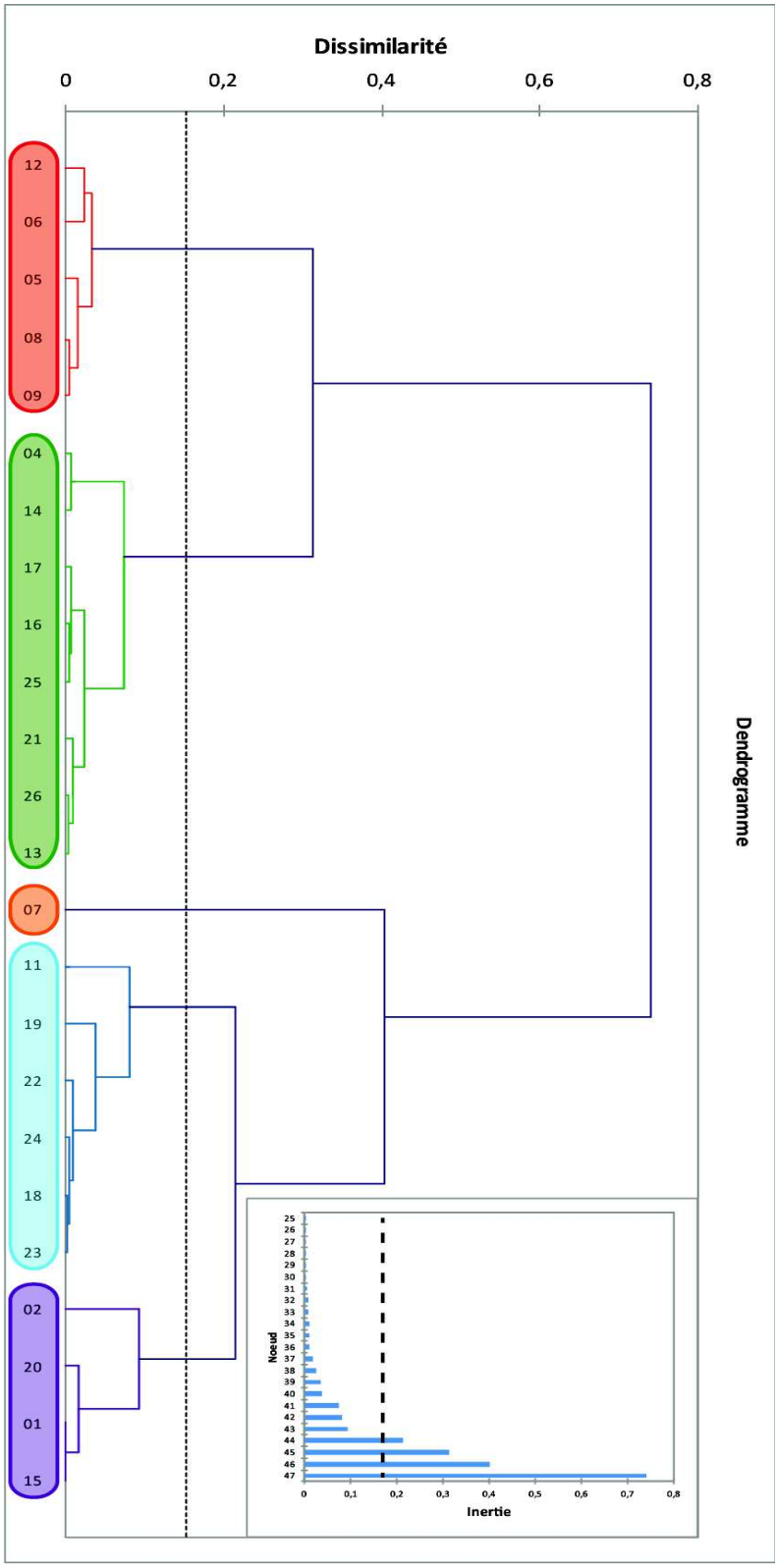


Figure 312 : Classification Ascendante Hiérarchique réalisée sur les teneurs normalisées des Composés Non Réduits pour la chute-bande GOND6F23

Les cercles de corrélation indiquent une anticorrélation importante entre le silicium et les autres éléments. Les projections des individus des classes 3 et 5 (couleurs verte et bleue) apparaissent peu influencées par les rapports élémentaires mettant en jeu cet élément (Cf. Figure 313). L'inclusion composant la classe 4 (orange) paraît, à l'inverse, fortement influencée. Dans une moindre mesure, celles des classes 1 et 3 (violet et rouge) semblent également affectées par le *logratio* du silicium.

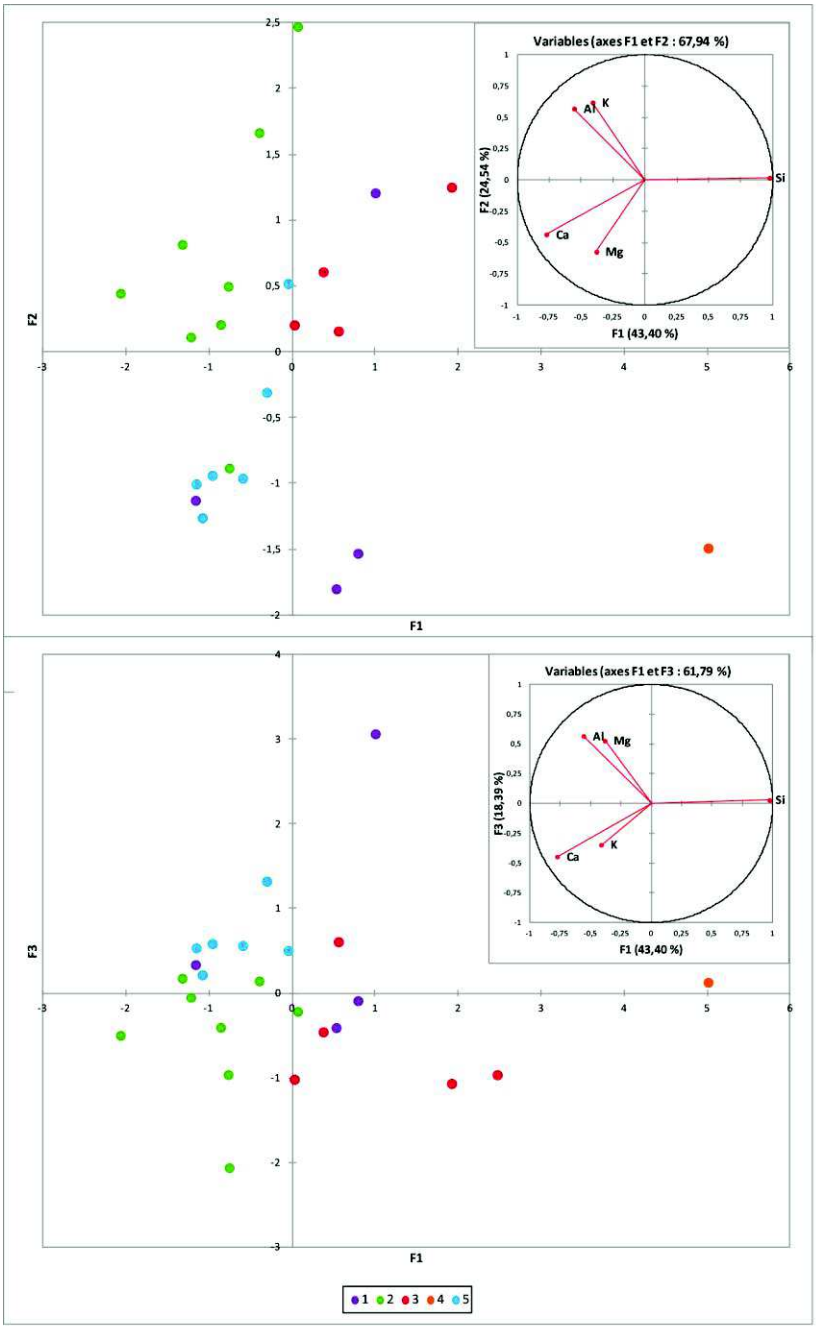


Figure 313 : Analyse en Composantes Principales réalisée sur les teneurs normalisées des Composés Non Réduits pour la chute-bande GOND6-F23, identifiées par les résultats de la CAH précédente

Afin de déterminer quelle(s) classe(s) d'inclusions peu(ven)t être attribuée(s) à la réduction du minerai, des graphiques bivariés comparant les teneurs des éléments considérés précédemment

ont été réalisés (Cf. Figure 314). Les graphiques mettant en jeu les teneurs en silicium révèlent un enrichissement relatif des inclusions attribuées aux classes 3 et 4 (rouge et orange) pour cet élément. Ces inclusions ne peuvent être distinguées des autres lorsque d'autres rapports, tels que Ca/Al, sont considérés. L'enrichissement en silicium est certainement lié, ainsi qu'évoqué précédemment pour les crampons du pont de Dieulouard, à une pollution introduite lors des opérations de post-réduction. Par conséquent, les inclusions des classes 3 et 4 ne seront pas retenues pour définir la signature chimique de la chute métallique.

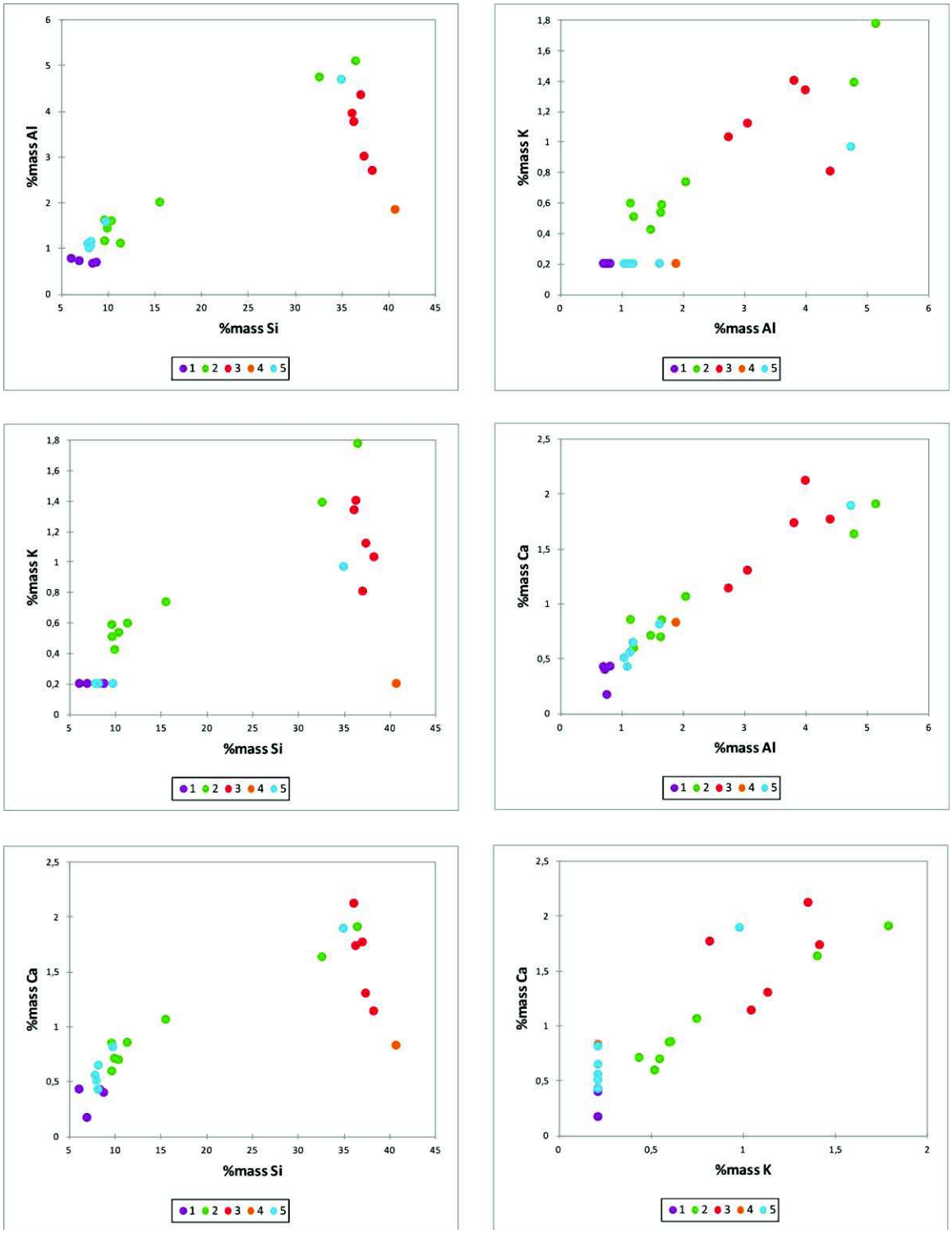


Figure 314 : Graphiques bivariés présentant les teneurs des principaux NRC (silicium, aluminium, potassium et calcium) des inclusions de la chute-bande GOND6-F23

L'exemple de la chute-bande GOND6-F23 illustre bien l'organisation au sein du métal de ces inclusions dont la composition chimique exprime un enrichissement relatif en silice (Cf. Figure 315). Les inclusions affectées par ce phénomène sont (à l'exception de l'inclusion 12) situées sur la même ligne. Nous supposerons que ces dernières ont été générées à l'occasion du travail de mise en forme de la bande, le long d'une ligne de soudure par repli du métal. Les inclusions marquées par des pastilles bleues, vertes et violettes caractériseraient ainsi le métal brut.

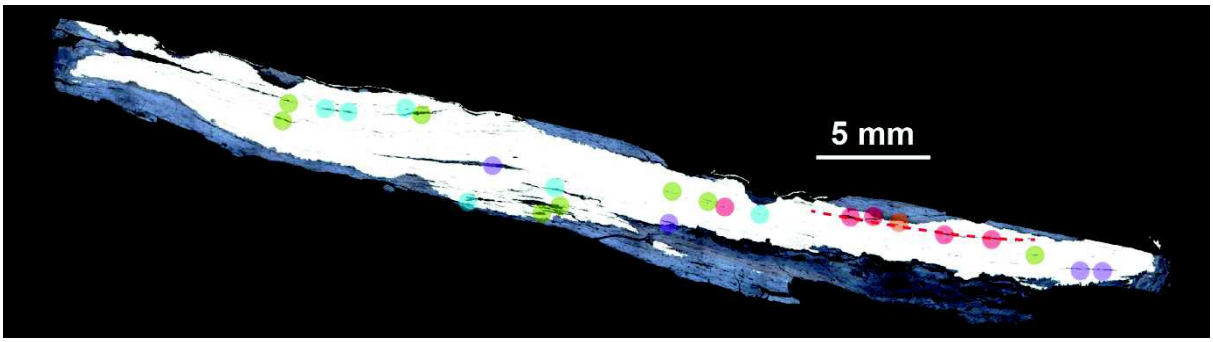


Figure 315 : Localisation des inclusions présentant un enrichissement en silice ; chute-bande GOND6F23

Les inclusions dont la composition chimique suggère l'emploi d'un ajout ont été éliminées afin de conserver uniquement les inclusions caractéristiques du métal brut.

5.3.2.2. Comparaison des signatures inclusionnaires des chutes du site de Gondreville – *Forêt Communale*

Il a été précédemment fait état de la présence, au sein de l'atelier, de déchets métalliques suggérant le travail d'un métal encore brut. Nous chercherons par conséquent à déterminer si les chutes métalliques plus élaborées présentent une signature chimique similaire à ces déchets, et si plusieurs sources de métal peuvent être envisagées.

Les inclusions de la chute-bande GOND6-F03 étant trop fines pour faire l'objet d'ablations laser afin d'obtenir un dosage des éléments traces, seuls huit échantillons ont fait l'objet d'une caractérisation chimique incluant à la fois les éléments majeurs et traces. Une Analyse factorielle Discriminante a ainsi été réalisée sur 48 inclusions (Cf. Figure 316). Les variables considérées sont les quinze *logratios* employés tout au long de ce travail.

Deux individus se distinguent très nettement du reste du corpus. Il s'agit de la chute facettée GOND6-F01 et de la chute-tige GOND6-F11, pour lesquelles les teneurs en Uranium des inclusions de scorie sont bien plus importantes. Les projections des inclusions de la chute-tige GOND6-F12 et la soie de préhension GOND6-F15 sont relativement proches. La chute-barre GOND6-F22 et la chute-bande GOND6-F23 présentent des signatures chimiques très proches. Ceci laisse penser qu'elles sont issues du travail d'un même métal. Les signatures de la chute facettée GOND6-F19 et du fragment informe GOND6-F21 apparaissent similaires à ces dernières. Le corpus de chutes analysé se caractérise par plusieurs signatures différentes. Les inclusions des chutes GOND6-F12, -F15, -F22 et -F23 apparaissent chimiquement proches de fragments métalliques (GOND6-F19 et F21) plus bruts

travaillés sur le site, tandis que la chute facettée GOND6-F01 et la chute façonnée GOND6-F11 s'en distinguent nettement.

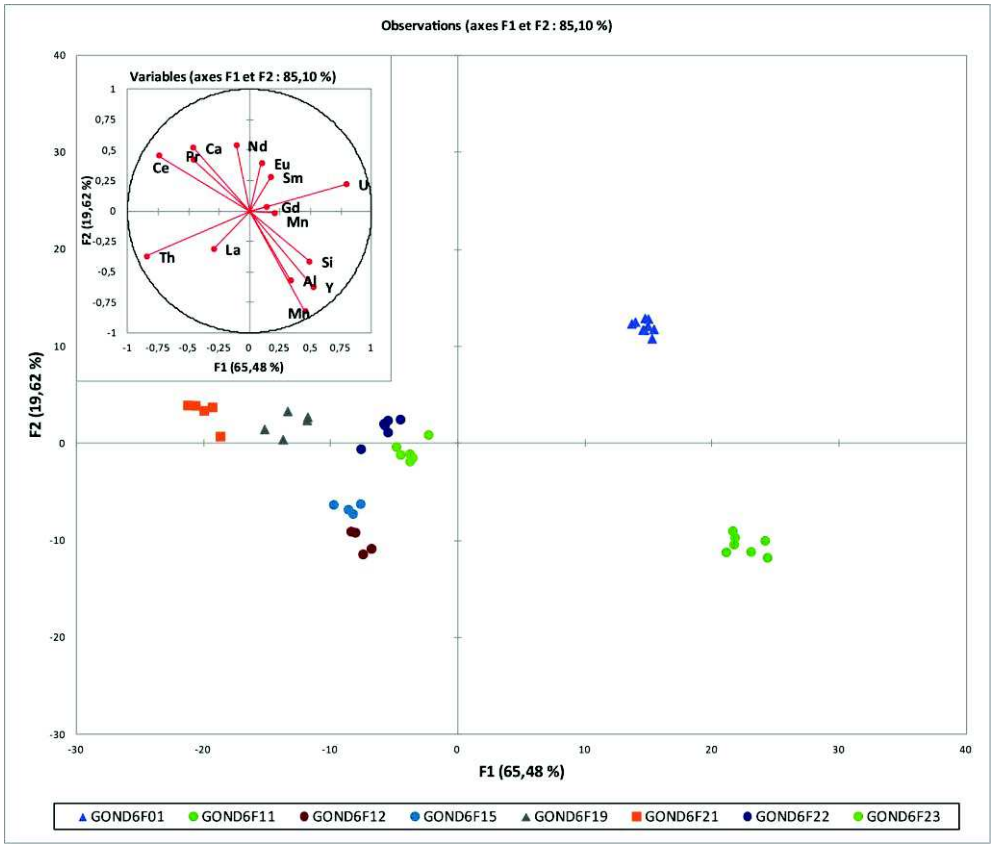


Figure 316 : Projections, sur les axes factoriels F1 et F2, des 15 variables caractérisant chimiquement les inclusions des chutes métalliques de Gondreville-*Forêt Communale*

5.3.3. *Un approvisionnement local en métal pour l'atelier de forge de Gondreville – Forêt Communale ?*

Les fragments et chutes métalliques analysés semblent, à l'issue du paragraphe précédent, se distinguer par plusieurs signatures chimiques. Ces dernières ont été confrontées au référentiel géochimique lorrain, afin de déterminer si l'une de ces signatures présente une affinité avec les domaines chimiques des ensembles de production. La signature chimique moyenne de chaque échantillon a été confrontée au corpus géochimique de référence lorrain, afin de déterminer si une partie du métal travaillé au sein de l'atelier peut provenir d'un ensemble de production local.

5.3.3.1. Les affinités chimiques entre les déchets métalliques et les ensembles géochimiques de production lorrains

Les teneurs élémentaires moyennes des huit échantillons ayant fait l'objet d'une caractérisation élémentaire en éléments majeurs et traces ont été intégrées à l'espace multivarié défini par le corpus de référence lorrain (Cf. Figure 317).

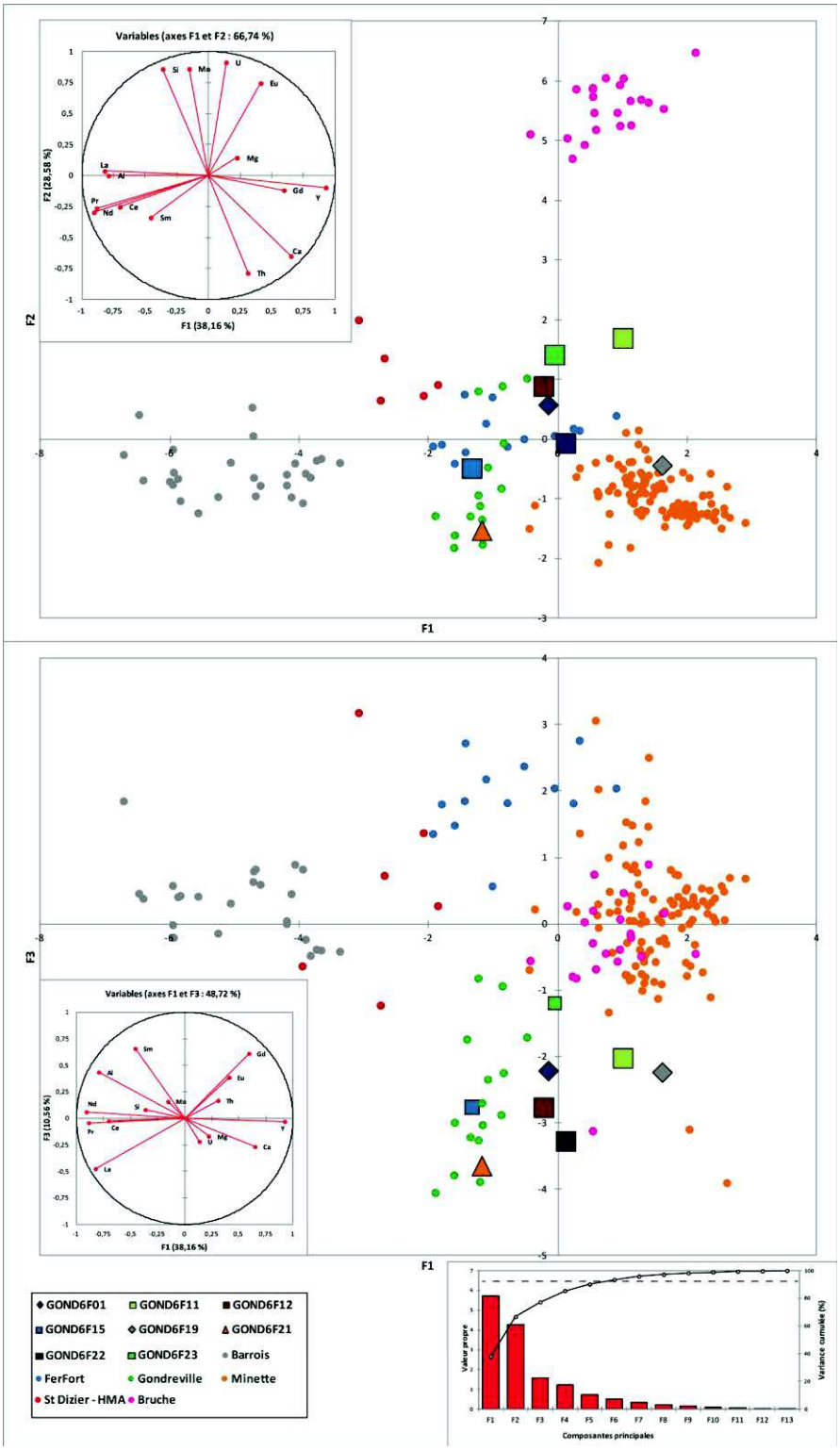


Figure 317 : Projections, sur les plans (F1-F2) et (F1-F3) de l'ACP, des signatures inclusionnaires des déchets métalliques de l'atelier de Gondreville – *Forêt Communale*, face au référentiel de comparaison lorrain

Les projections du fragment de fer informe GOND6-F21 et de la soie de préhension GOND6-F15 sont inclues dans le domaine chimique de l'ensemble de production [Gondreville-Velaine] sur les deux plans présentés en Figure 317. Les projections de la chute facettée GOND6-F01, ainsi que des chutes façonnées GOND6-F12, -F22 et -F23 sont situées en bordure de ce même domaine. Seules les projections de la chute-tige GOND6-F11 et la chute facettée GOND6-F19 apparaissent bien distinctes de ce domaine. Cette dernière se trouve par ailleurs projetée au sein du domaine chimique de l'ensemble [Minette] sur le plan de plus grande variance (F1-F2).

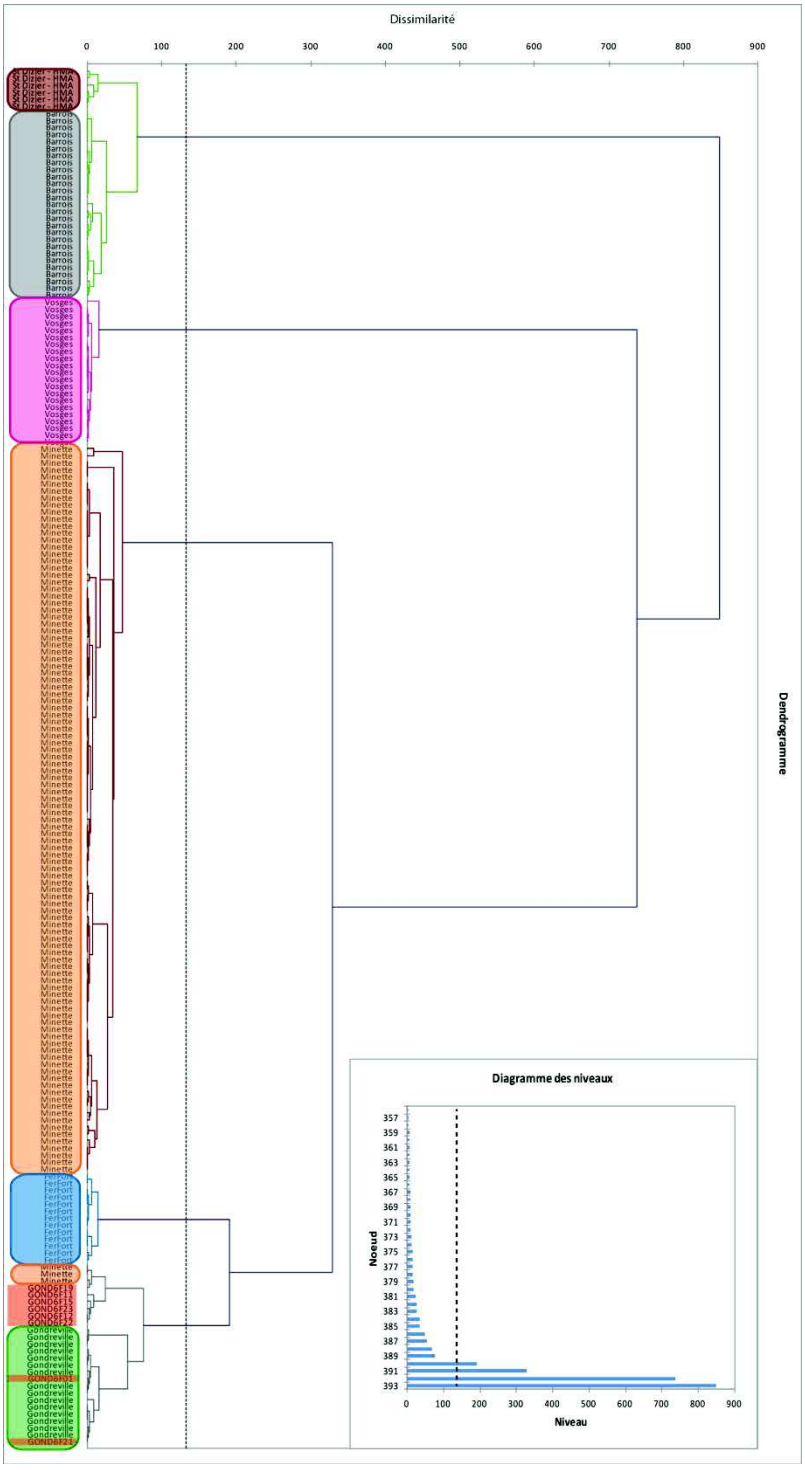


Figure 318 : Classification ascendante hiérarchique réalisée à partir des valeurs, pour les 13 composantes principales de l'ACP précédente, des individus constituant le corpus de référence pour l'espace lorrain et les déchets métalliques de l'atelier de Gondreville –*Forêt Communale*

Cette tendance est également observable par le biais de la classification Ascendante Hiérarchique réalisée sur les coordonnées des projections sur les six premières composantes principales (représentant 93,83% de la variance totale). La totalité des échantillons métalliques ont été attribués à une classe formée par les fragments de minerai et scories de réduction de l'ensemble [Gondreville-Velaine] et trois scories de réduction de l'ensemble [Minette] (Cf. Figure 318). Les analyses réalisées révèlent que l'ensemble de production [Gondreville-Velaine] pourrait être la source locale de métal la plus probable pour l'approvisionnement de l'atelier de forge. La probabilité d'attribution des échantillons à ce dernier sera ainsi testée de manière supervisée. La projection de la chute facettée F19 au sein du domaine chimique de l'ensemble [Minette], sur le plan de plus grande variance de l'ACP, nous amène à le considérer comme source potentielle de métal.

5.3.3.2. Vérification de la filiation chimique avec l'ensemble de production [Gondreville-Velaine]

Les déchets métalliques ont été attribués précédemment à une classe composée d'échantillons appartenant à la fois aux ensembles de production [Gondreville-Velaine] et [Minette]. Deux modèles de régression logistique ont ainsi été constitués afin de les distinguer et de déterminer les probabilités d'attribution des chutes métalliques à chacun d'eux. Le premier modèle permet d'isoler le domaine chimique de l'ensemble [Gondreville-Velaine] face au reste du référentiel géochimique, y compris les trois individus appartenant à l'ensemble [Minette], qui n'ont pu être distingués par la démarche descriptive précédente (Cf. Figure 319).

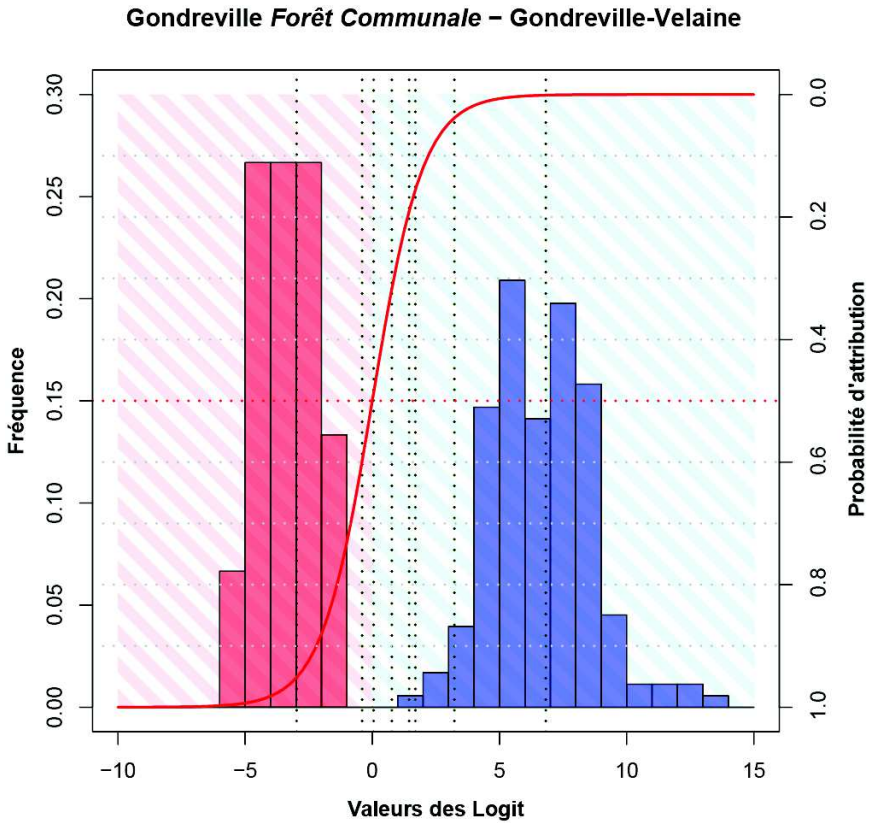


Figure 319 : Distribution des valeurs Logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des déchets métalliques de l'atelier de Gondreville – *Forêt Communale* ; confrontation de l'ensemble *Gondreville-Velaine* au reste du corpus de référence

Deux échantillons, le fragment de fer informe GOND6-F21 et la chute-barre GOND6-F22, sont attribués à l'ensemble [Gondreville-Velaine] (Cf. Tableau 31). Les six autres chutes métalliques sont exclues du domaine chimique de l'ensemble de production. La probabilité d'attribution de la chute-barre à l'ensemble [Gondreville-Velaine] apparaît toutefois relativement faible (P_i = 0,607). La signature chimique de ces deux déchets métalliques sera par conséquent comparée au seul domaine chimique de l'ensemble de production au moyen d'une ACP et d'une CAH.

Catégorie	Echantillon	Probabilité d'attribution des échantillons	Valeur du Logit
Chute facettée	GOND6F01	0,491763234	0,032950046
Chute-tige	GOND6F11	0,319205311	0,757426273
Chute-tige	GOND6F12	0,156154098	1,68712657
Soie de préhension	GOND6F15	0,199373999	1,390211471
Chute facettée	GOND6F19	0,037706793	3,239478922
Fragment informe	GOND6F21	0,951663438	-2,980023196
Chute-barre	GOND6F22	0,607261289	-0,435814623
Chute-bande	GOND6F23	1,20E-03	6,721869714

Tableau 31 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour les déchets métallique de Gondreville – *Forêt Communale* face à l'ensemble de production *Gondreville-Velaine*

L'Analyse en Composantes Principales intègre les quinze échantillons (scories de réduction et minerai) constituant l'ensemble géochimique de production, ainsi que les inclusions des deux déchets conservés à l'issue du test statistique précédent. L'analyse est réalisée sur les quinze variables, *logratios* de teneurs élémentaires, employées tout au long de ce travail.

Alors que les inclusions du fragment de métal informe GOND6-F21 se trouvent projetées en bordure du domaine chimique de l'ensemble de production sur le plan défini par les composantes F1 et F2, les inclusions de la chute-barre GOND6-F22 sont isolées de ce dernier. Les échantillons composant l'ensemble de production étant plus dispersés sur le plan (F1-F3), le déchet métallique ne peut en être distingué. Les deux plans figurés ici n'expriment que 79,41% de la variance totale du nuage de points. Une classification a été réalisée sur les coordonnées des points sur les cinq premières composantes principales afin de prendre en compte 90,1 % de l'information figurée par l'analyse.

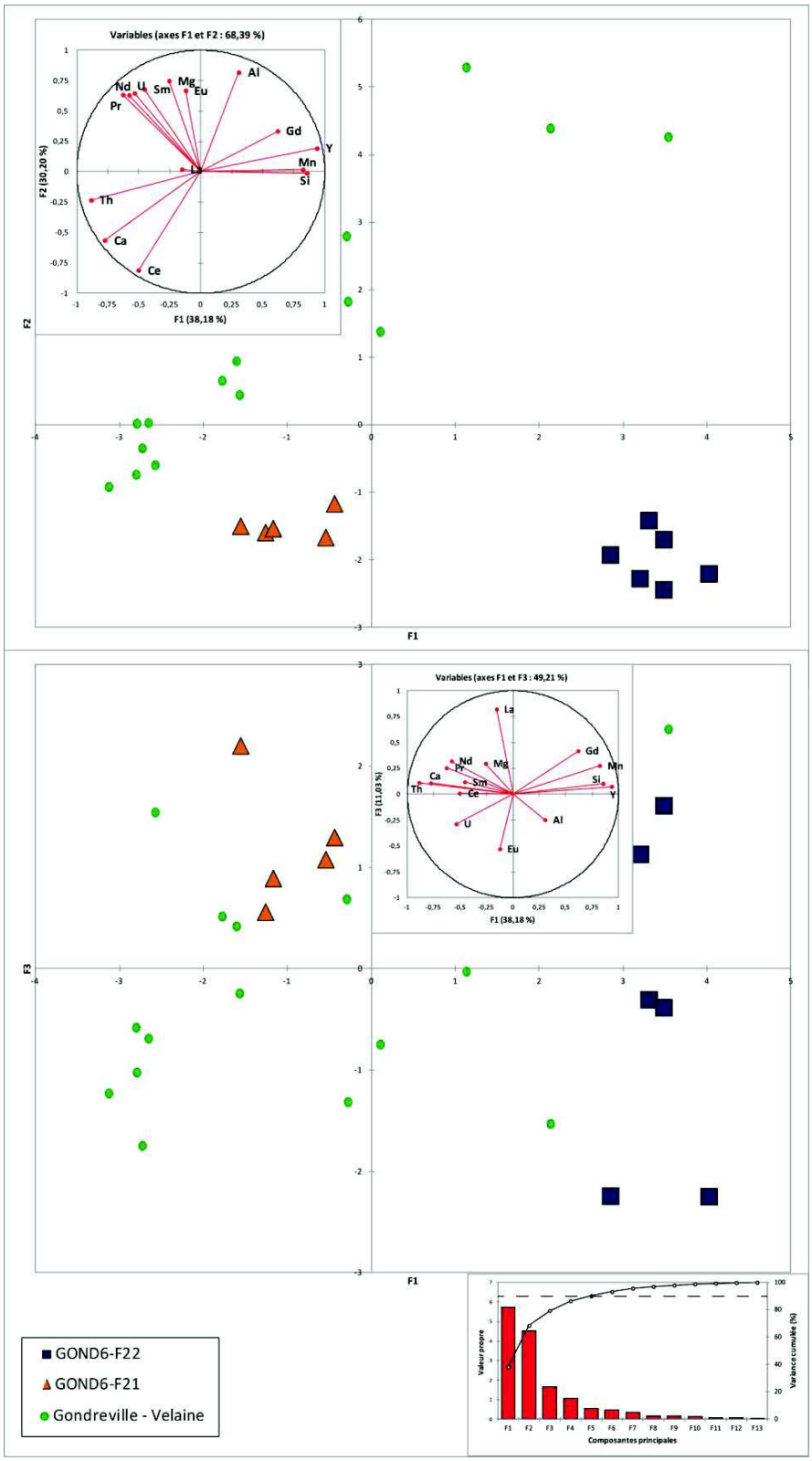


Figure 320 : Plan défini par les composantes (F1-F2) et (F1-F3) de l'Analyse en Composantes Principales réalisée sur l'ensemble de production *Gondreville-Velaine* et les déchets métalliques GOND6-F21 et -F22

La classification réalisée sur les coordonnées de l'ACP ne permet pas d'associer la chute-barre GOND6-F22 à l'ensemble de production [Gondreville-Velaine] (Cf. Figure 321). Le cas du fragment de fer informe GOND6-F21 nécessite d'examiner plus attentivement l'architecture du

dendrogramme. Les scories de réduction et fragments de minerai constituant l'ensemble de production sont attribués à deux classes (A et B), à un niveau d'inertie de 100. Les inclusions du fragment de métal GOND6-F21 sont attribuées à l'une de ces classes, et en sont distinguées à un niveau d'inertie de 18. Les inclusions sont donc plus proches chimiquement de la classe A que cette dernière ne l'est elle-même de la seconde classe (B), constituée par six échantillons de [Gondreville-Velaine]. Le fragment de fer informe peut ainsi être considéré comme chimiquement compatible avec cet ensemble de production. Rappelons par ailleurs que la probabilité d'attribution de cet individu à l'ensemble de production était plus élevée à l'issue de l'analyse en régression logistique.

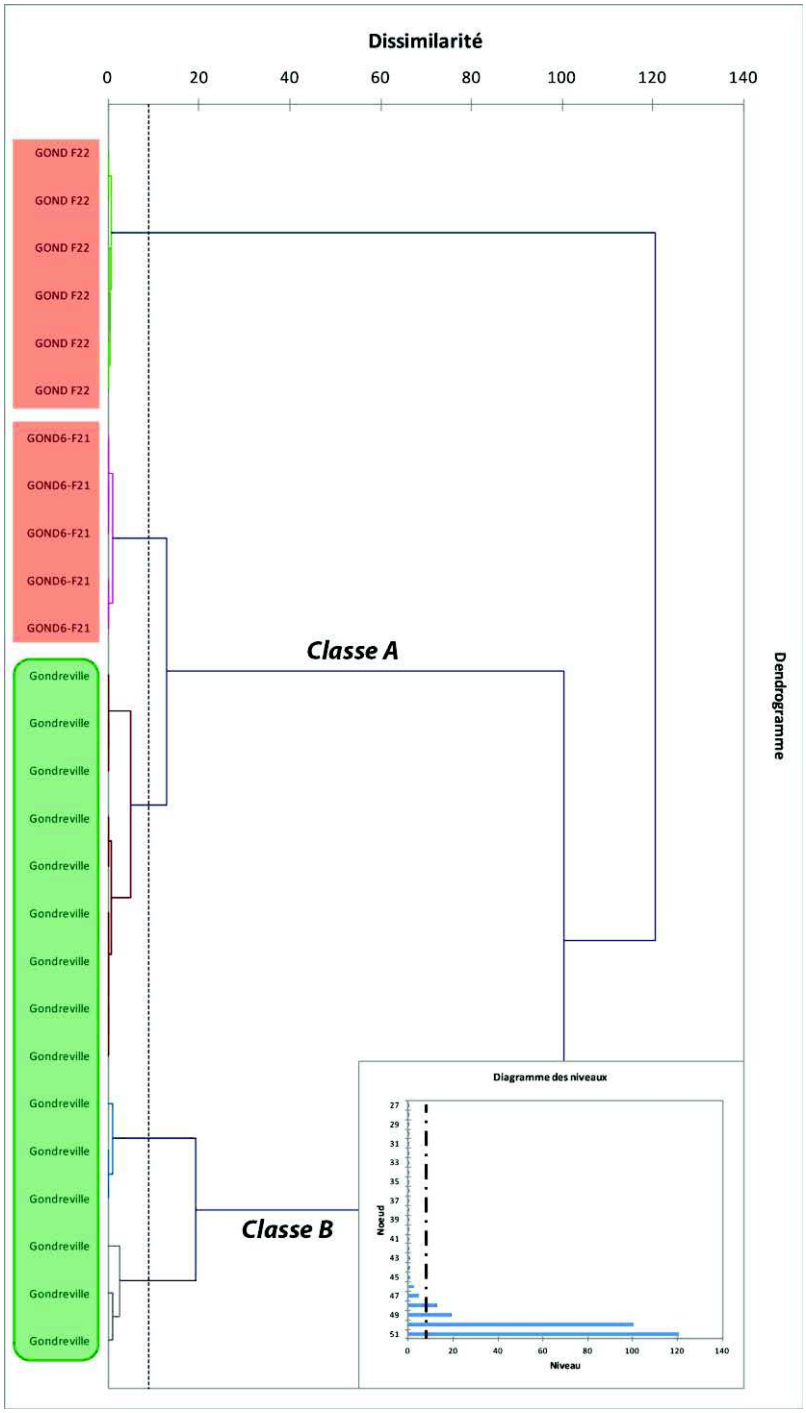


Figure 321 : Classification ascendante hiérarchique réalisée à partir des valeurs, pour les cinq premières composantes principales de l'ACP précédente, des inclusions de GOND6-F21 et –F22, ainsi que des échantillons de l'ensemble [Gondreville-Velaine]

5.3.3.3. Vérification de la filiation chimique avec l'ensemble de production [Minette]

A l'issue de la démarche appliquée dans le paragraphe 5.3.3.1[368], les déchets métalliques de l'atelier de Gondreville – *Forêt Communale* ont été attribués à une classe comportant des échantillons des ensembles [Gondreville-Velaine] et [Minette]. Ce dernier constitue ainsi une source potentielle pour le métal travaillé au sein de l'atelier. Un modèle de régression logistique a ainsi été établi afin de distinguer l'ensemble de production [Minette] du reste du référentiel géochimique (Cf. Figure 322).

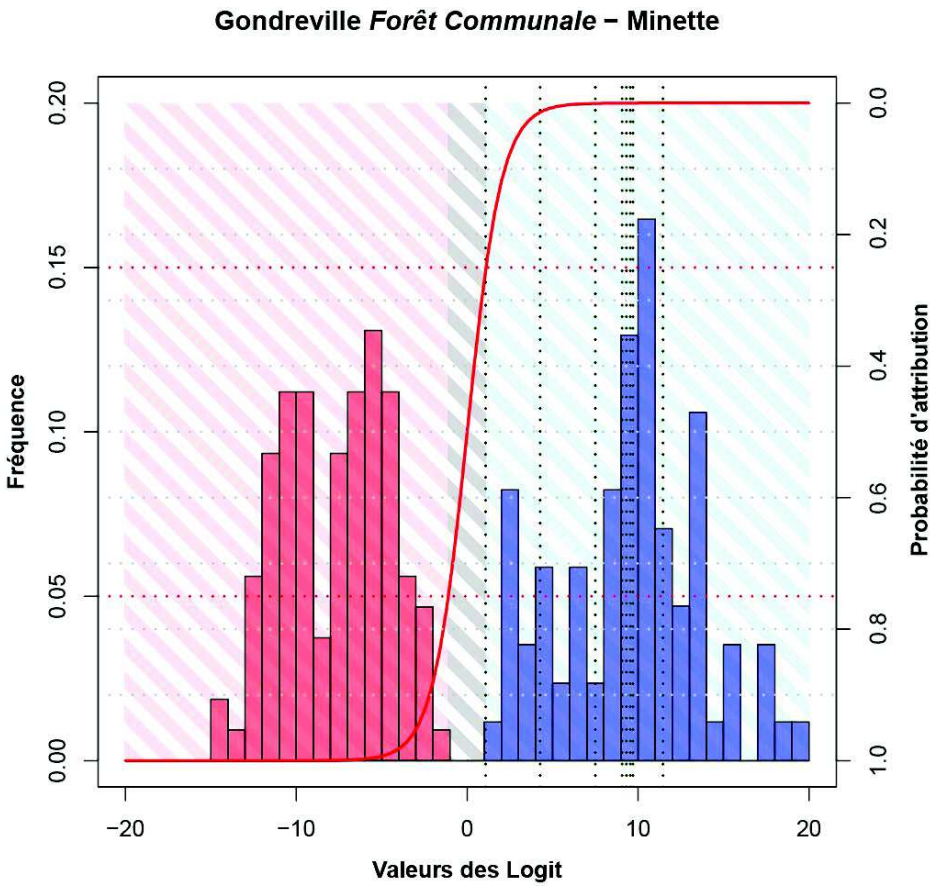


Figure 322 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des déchets métalliques de l'atelier de Gondreville – *Forêt Communale* ; confrontation de l'ensemble *Minette* au reste du corpus de référence

L'ensemble de production [Minette] est apparu comme la seconde source potentielle d'approvisionnement en métal pour l'atelier de Gondreville – *Forêt Communale.* Les résultats des tests d'attribution s'avèrent toutefois très majoritairement négatifs. Seule la chute facettée GOND6-F19 montre une valeur Logit ne permettant pas d'exclure la possibilité que le métal ait été produit au sein de cet ensemble (Cf. Tableau 32). Cette incertitude nous amène à comparer la signature chimique inclusionnaire de cette chute métallique au seul domaine chimique du seul ensemble de production [Minette], par le biais d'une Analyse en Composantes Principales.

[368] Correspondant à l'étape 1 de la démarche globale présentée dans la sous-partie 2.3.5.

Catégorie	Echantillon	Probabilité d'attribution des échantillons	Valeur du Logit
Chute facettée	GOND6F01	8,98E-05	9,317378049
Chute-tige	GOND6F11	1,05561E-05	11,4588008
Chute-tige	GOND6F12	7,13687E-05	9,547579325
Soie de préhension	GOND6F15	0,000115949	9,062247338
Chute facettée	GOND6F19	0,254215412	1,076254817
Fragment informe	GOND6F21	0,013829595	4,267018277
Chute-barre	GOND6F22	0,000553084	7,499446617
Chute-bande	GOND6F23	6,12688E-05	9,700179169

Tableau 32 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour les déchets métallique de Gondreville – *Forêt Communale* face à l'ensemble de production *Minette*

L'ACP intègre les 108 échantillons de minerai et scorie de réduction constituant l'ensemble géochimique de production, ainsi que quatre inclusions de la chute facettée GOND6-F19 (Cf. Figure 323). Les variables prises en considération sont les quinze *logratios* employés tout au long de ce travail. Les inclusions de GOND6-F19 sont projetées hors du domaine chimique de l'ensemble [Minette] sur le plan de plus grande variance (F1-F2). Elles semblent s'en distinguer majoritairement par leurs teneurs en yttrium, lantane et silicium, d'après le cercle de corrélation. La projection des inclusions, nettement en dehors de ce domaine, semble invalider une potentielle compatibilité chimique dans ce cas. Nous chercherons toutefois à confirmer ce résultat en réalisant une CAH sur les sept premières composantes principales, exprimant 91,38% de la variance totale (Cf. Figure 323).

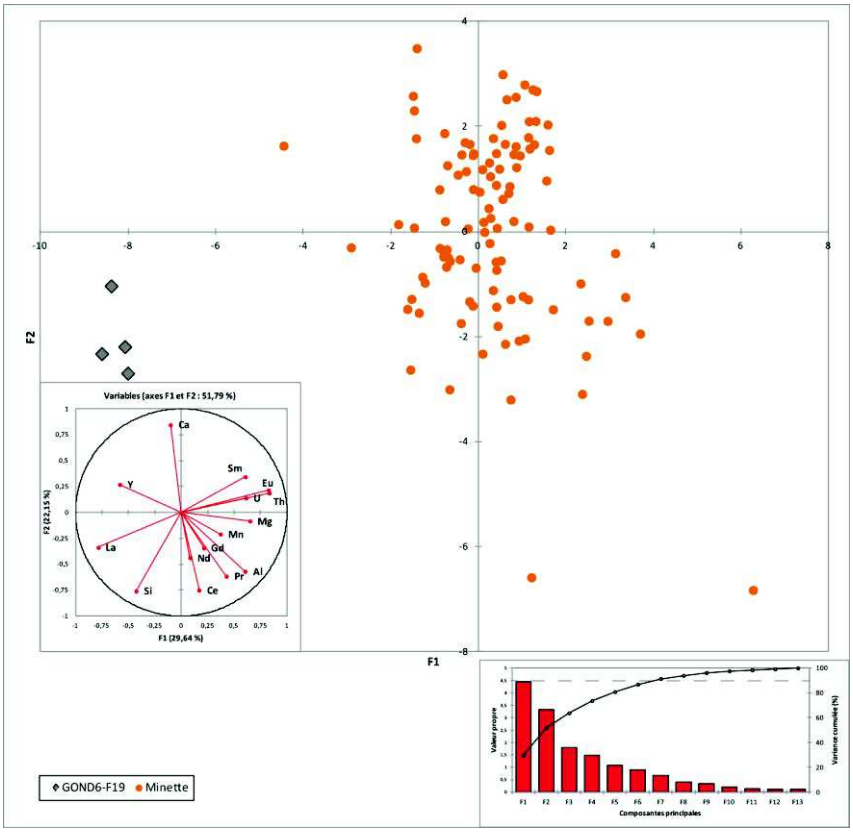


Figure 323 : Plan défini par les composantes (F1-F2) de l'Analyse en Composantes Principales réalisée sur l'ensemble de production *Minette* et la chute facettée GOND6-F19

La classification (Cf. Figure 324) permet de distinguer sept classes d'individus, dont six sont représentés exclusivement par des scories de réduction et minerais caractérisant l'ensemble de production. La classe constituée par les inclusions de la chute facettée est distinguée des six autres classes à un niveau d'inertie élevé. Le déchet métallique n'est par conséquent pas compatible chimiquement avec l'ensemble [Minette].

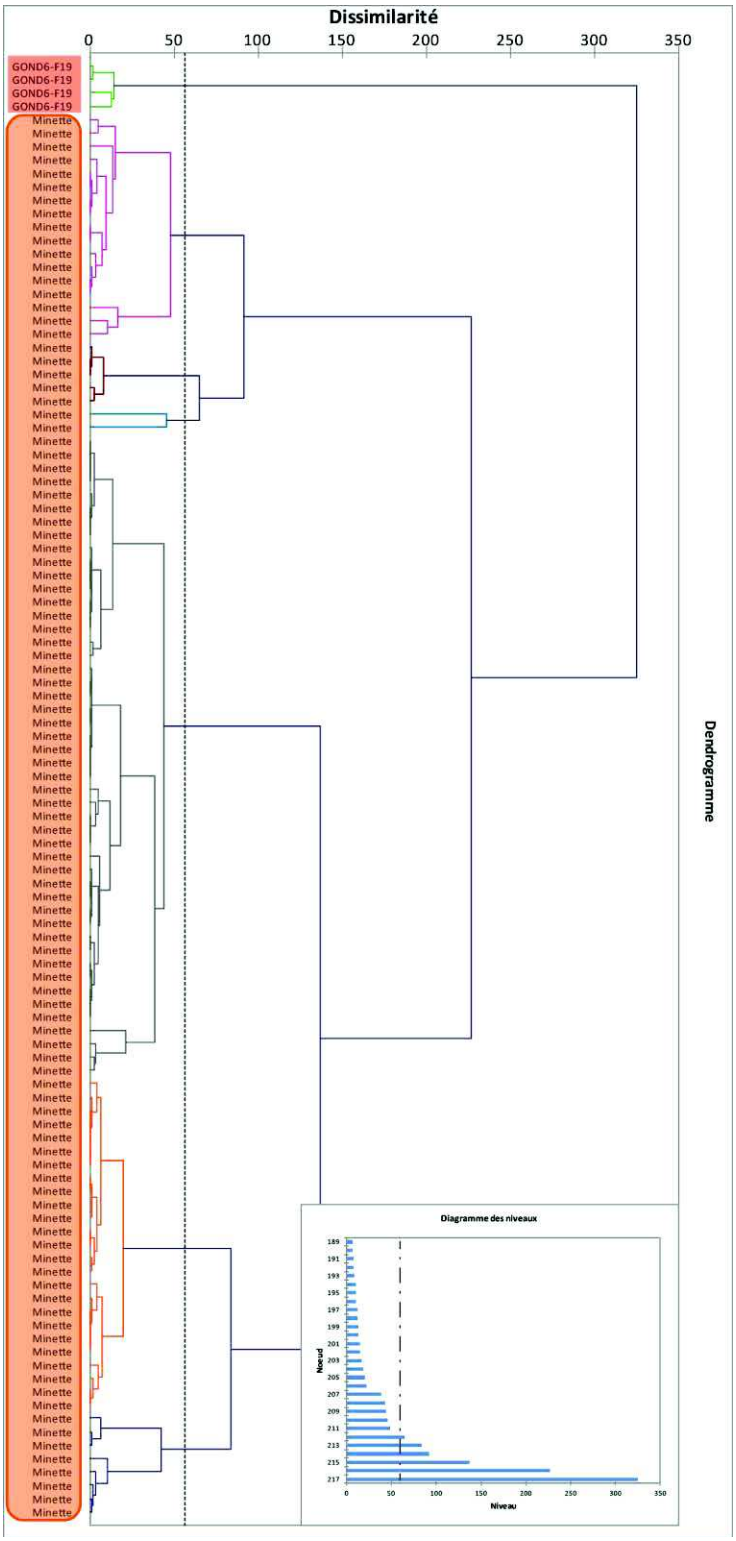


Figure 324 : Classification ascendante hiérarchique réalisée à partir des valeurs, pour les six premières composantes principales de l'ACP précédente, des inclusions de GOND6-F19, ainsi que des échantillons de l'ensemble [Minette]

L'étude réalisée a également mis en évidence deux modalités d'acquisition du métal. Les artisans ont très certainement travaillé du métal brut issu de la réduction de minerai de fer. L'étude morphologique des chutes métalliques a mis par ailleurs en évidence la pratique d'activités de recyclage au sein de cet atelier, suggérée par la tôle enroulée (GOND6-F02) mentionnée dans le paragraphe 5.3.1.1. L'étude de la signature chimique des chutes métalliques de ce site montre toutefois que le métal est issu de plusieurs sources.

Seul un déchet métallique[369] parmi les huit analysés s'avère chimiquement compatible avec un ensemble de production local (Cf. Tableau 33). Il s'agit d'un fragment de fer informe (GOND6-F21), probablement lié à l'épuration d'une masse de métal brut. Le métal des chutes métalliques plus élaborées ne provient d'aucun ensemble de production lorrain identifié dans le cadre de ce travail. Le site a pu être approvisionné en métal par un réseau d'échange à grande échelle. Par ailleurs, l'ACP et la CAH réalisées dans le paragraphe 5.3.3.1 montrent que l'ensemble de production [Gondreville-Velaine] se caractérise par un domaine chimique relativement dispersé. Ce dernier devrait être précisé en réalisant de nouvelles analyses chimiques sur des scories de réduction et minerais.

Echantillon	Etape 1 (ACP + CAH)	Etape 2 (Régression logistique)	Etape 3 (ACP + CAH)	Ensemble de production
GOND6-F01	Gondreville-Velaine ; Minette	*Aucun*	*Aucun*	***Aucun***
GOND6-F11	Gondreville-Velaine ; Minette	*Aucun*	*Aucun*	***Aucun***
GOND6-F12	Gondreville-Velaine ; Minette	*Aucun*	*Aucun*	***Aucun***
GOND6-F15	Gondreville-Velaine ; Minette	*Aucun*	*Aucun*	***Aucun***
GOND6-F19	Gondreville-Velaine ; Minette	Minette	*Aucun*	***Aucun***
GOND6-F21	Gondreville-Velaine ; Minette	Gondreville-Velaine	Gondreville-Velaine	**Gondreville-Velaine**
GOND6-F22	Gondreville-Velaine ; Minette	Gondreville-Velaine	*Aucun*	***Aucun***
GOND6-F23	Gondreville-Velaine ; Minette	Aucun	*Aucun*	***Aucun***

Tableau 33 : Synthèse des résultats obtenus par le biais des tests statistiques réalisés successivement en vue de déterminer la provenance des déchets métalliques de l'atelier de Gondreville – *Forêt Communale*

[369] Le fragment de fer informe GOND6-F21.

5.4. Les bandages en fer de roue de char en contexte funéraire et les demi-produits bipyramidés de l'est de la France et du sud de l'Allemagne, au Hallstatt final et La Tène ancienne

Le premier âge du Fer est marqué par un accroissement de la hiérarchie sociale, se traduisant par la concentration du pouvoir et des richesses aux mains d'une élite sociale, occupant des centres fortifiés (tels que les sites de la Heuneburg ou du Mont Lassois). L'accroissement des richesses de ces « principautés celtiques » est attribué aux échanges à longues distances entre la sphère méditerranéenne et l'Europe septentrionale. Dans le modèle de l' « économie-monde » introduit par P. Brun (1993), le complexe nord-alpin constituerait un intermédiaire (second cercle) régissant les échanges entre ces sphères. L'artisanat, et plus particulièrement celui du fer, est également considéré comme l'un des éléments moteurs des changements intervenant au cours du premier âge du Fer. L'exploitation des ressources ferrifères a ainsi été avancée en tant qu'argument en faveur de l'émergence des centres de pouvoir (Olivier 1986 ; Brun 1987). Peu de centres de production sidérurgiques sont toutefois attestés au sein de ce complexe. Les sites de Gondreville et Velaine-en-Haye, en Lorraine, et le centre de production du secteur de Neuenbürg (Gassmann *et al.* 2006) constituent les seuls cas assurés de production primaire de fer dans la partie occidentale du complexe nord-alpin[370].

L'évolution des structures sociales au sein du complexe nord-alpin est particulièrement perceptible au travers des pratiques funéraires. Une frange de la population est inhumée dans des chambres sous tertres, contenant un mobilier prestigieux dont certains éléments sont importés du monde méditerranéen. Ces sépultures sont également caractérisées par la présence de chars funéraires. Le fer, en tant que matériau réservé aux élites sociales, fait également partie de l'ensemble mobilier funéraire, notamment sous la forme d'éléments constitutifs des chars, tels que les bandages cerclant les roues.

Compte tenu de l'indigence relative des sources archéologiques en faveur de la production primaire de fer au sein du complexe nord-alpin, la question du rôle qu'a pu jouer cette activité dans le développement des centres de pouvoir au cours du premier âge du Fer reste ouverte. Le développement du complexe nord-alpin est-il lié uniquement à son rôle d'intermédiaire dans le système d'échange Méditerranée-Europe du Nord ? Se révèle-t-il être, au contraire, un acteur de ce système, en exportant une partie de sa production artisanale (et notamment du fer) vers ces deux sphères ? Afin d'apporter de nouveaux éléments de réponse à cette question, une première étape consisterait à déterminer si des produits sidérurgiques, provenant de contextes de consommation au sein de ce complexe, aient pu avoir été produits localement. Les bandages de roue de chars funéraires constituent un support pertinent à ce type de problématique. Il en est de même des demi-produits bipyramidés, forme de semi-produit sous laquelle le fer a pu circuler à la fin du premier âge du Fer (Berranger 2009). Dix demi-produits bipyramidés étudiés dans le cadre du programme ANR-

[370] Rappelons que d'autres espaces sidérurgiques sont connus pour cette époque en Europe occidentale. Parmi eux figure le sud de l'Ile de France (Ecuelles (77) – *Charmoy* (Ha D2-D3) ; Palis (10) – *Bois de Chérigny* (Ha D) ; Les Clérimois (89) – *Les Fouetteries* (VIIIe-IVe s.) (Leroy M., Cabboi dir. 2013). Plusieurs sites de production primaire sont par ailleurs connus dans la Sarthe (Cabboi, Dunikowski 2002 ; Cabboi *et al.* 2007b ; Sarreste 2008). Des indices sidérurgiques sont par ailleurs connus dans la région de Bourges (Milcent dir. 2007).

DFG *CIPIA* seront présentés dans le cadre de ce travail. Nous avons également pris le parti d'intégrer à notre réflexion trois produits sidérurgiques mis au jour à Eberdingen, un site d'habitat rural en relation avec le tumulus princier de Hochdorf et l'habitat fortifié de hauteur du Hohenasperg (Bade-Wurtemberg) (Biel 1997 et 2006). En effet, ce complexe étant situé non loin d'un centre de production sidérurgique contemporain du nord de la Forêt-Noire (Gassmann 2002 ; Gassmann *et al.* 2006), il apparaît fort probable que le métal retrouvé à Hochdorf-Eberdingen provienne de ce secteur de production. Trois échantillons ont été prélevés sur une masse de métal brute, un bandage de roue, ainsi que sur une barre de fer.

Au cours du Ve s. av. J.-C., on assiste au déclin du complexe nord-alpin ainsi qu'à l'émergence de nouveaux groupes culturels, notamment aux marges occidentales de l'ancien complexe. Il s'agit notamment des groupes de l'Aisne-Marne et du Hunsrück-Eifel. Le développement de ces groupes serait lié à une désorganisation des réseaux d'échanges antérieurs. Dans le cas de la culture du Hunsrück-Eifel, ce développement pourrait être également lié aux activités de production du fer (Driehaus 1965).

L'aire d'extension de la culture Aisne-Marne apparaît quant à elle dénuée de ressources ferrifères. A tout le moins, aucun site de réduction du minerai lié à ce groupe culturel n'est connu à ce jour. L'absence de production primaire de métal n'a pas empêché le développement d'une activité de forge, en relation avec des sites de rang hiérarchique élevé. L'usage du fer reste par ailleurs réservé aux élites dans ce cadre. Cette organisation des activités sidérurgiques implique la constitution de réseaux d'approvisionnement à moyenne ou grande distance entre les centres de production primaire de métal et les ateliers dévolus à sa mise en forme (Bauvais 2007 et 2008). La proximité relative de secteurs de production sidérurgique, tels que le Sénonais - Pays d'Othe (Dunikowski, Cabboi 1995 ; Cabboi *et al.* 2007), laisse supposer la constitution de tels réseaux. Cependant, la Lorraine pourrait également constituer une source potentielle de matière première pour les ateliers sidérurgiques de la culture Aisne-Marne. Bien qu'elle apparaisse relativement ténue, l'activité de réduction de minerai de fer est également attestée pour ces périodes en Lorraine (Leroy, Cabboï 2009). D'autres secteurs de production sidérurgique contemporains de cette culture sont par ailleurs connus dans le Nord et l'Est de la France, tels que les sites de réduction de la Sarthe (Cabboi *et al.* 2007)[371], ou le site de Bragny-sur-Saône (Flouest 1990, Orengo 2003)[372]. La reconstitution des réseaux d'échange permettrait ainsi de jeter un éclairage nouveau sur les changements sociétaux intervenant à la transition des premier et second âges du Fer.

La pratique funéraire de l'inhumation dans une tombe à char perdure au sein de la culture Aisne-Marne. De nombreuses tombes à char liées à cette culture ont été mises au jour en Champagne et en Picardie (Joffroy, Bretz-Mahler 1959 ; Demoule 1999 ; Lambot 2006a ; Lambot 2010). Quatre bandages de roue provenant de trois nécropoles ont été étudiés dans le cadre de ce travail en vue de déterminer leur provenance.

Nous nous attacherons, dans un premier temps, à décrire la microstructure des produits sidérurgiques étudiés, ainsi que les faciès pétrographiques dominants pour les inclusions de scorie, afin d'en dégager les principales caractéristiques. Nous considérerons ensuite la signature chimique des lots d'objets et de semi-produits échantillonnés, afin de déterminer si des groupes de composition chimique homogène peuvent être distingués.

[371] Rappelons que la datation par radiocarbone reste très imprécise pour la majeure partie de l'âge du Fer, puisque la courbe de calibration présente un « plateau » (dénommé *plateau du Hallstatt*).

[372] Bien que dans ce dernier cas, les activités de production primaire ne soient pas attestées sans ambiguïté.

Comme nous venons de l'expliquer, le cadre spatial lié aux artefacts étudiés dans le cadre de cette étude est significativement plus large que précédemment. Il sera donc nécessaire de considérer, dans cette partie, des ensembles de production situés en dehors du cadre lorrain, en tant que sources potentielles de métal pour les produits sidérurgiques étudiés. Le référentiel géochimique établi dans le chapitre 3 a ainsi été complété par de nouveaux ensembles, étudiés dans le cadre du programme *CIPIA.*

5.4.1. Caractérisation du corpus de demi-produits bipyramidés

Dix exemplaires de demi-produits bipyramidés ayant fait l'objet d'examens micrographiques et de caractérisation chimique dans le cadre du projet *CIPIA* ont été intégrés au présent travail. Cinq individus proviennent de contextes de découverte alsacien. Quatre pièces ont été sélectionnées parmi un ensemble de 51 demi-produits disposés dans une fosse, mise au jour à Durrenentzen (Haut-Rhin). Un autre est issu d'un lot de dix-huit exemplaires mis au jour fortuitement lors de la construction de la gare de marchandises de Colmar (Haut-Rhin). Les cinq autres demi-produits sélectionnés proviennent de contextes lorrains. Parmi ces derniers, deux ont été mis au jour dans la vallée de la Seille, à Marsal (Moselle). Ils faisaient partie de deux dépôts (comptant respectivement 8 et 19 exemplaires) distants l'un de l'autre d'une dizaine de mètres. Deux autres ont été découverts dans l'interfluve séparant la Meurthe et la Moselle, en amont de l'agglomération nancéenne à Xirocourt et Romain (Meurthe-et-Moselle). Le dernier a été mis au jour à Farébersviller (Moselle). Les deux exemplaires de Marsal sont bien datés du Hallstatt D2/D3[373]. Le demi-produit de Farébersviller est daté de la fin de La Tène précoce ou du début de La Tène moyenne. Le contexte de découverte des autres demi-produits n'a pas permis d'attribution chronologique précise. Rappelons que la durée d'utilisation de ces semi-produits est longue, et que les critères techno-morphologiques sont insuffisants pour une datation plus précise de ces derniers (Berranger 2009, p. 156-157).

5.4.1.1. Microstructure du métal et inclusions

La structure métallique des demi-produits est caractérisée par une hétérogénéité, qui se manifeste à plusieurs échelles. En premier lieu, le pourcentage de carbone moyen varie fortement à l'échelle du corpus étudié (Cf. Figure 325). Tandis que deux exemplaires, Colmar et Romain, présentent une structure exclusivement ferritique, le demi-produit 3 du dépôt de Durrenentzen présente un taux de carbone moyen de 0,27%$_{mass}$. Les quatre exemplaires étudiés pour ce dépôt se distinguent également par une forte variation de ce taux. La répartition des zones carburées, au sein de chaque demi-produit, se révèle généralement irrégulière. Six sections[374] montrent des plages aciérées de forme irrégulière, souvent en relation avec des fissures plus ou moins résorbées. Ce type de carburation est certainement dû aux conditions de réduction du métal, et participe de l'hétérogénéité intrinsèque des masses brutes. Les cavités destinées à être résorbées lors de la mise

[373] Par typologie des céramiques découvertes (Olivier 2000, p. 160)

[374] Les fiches synthétisant les observations micrographiques effectuées sur les échantillons évoqués sont présentées en annexe H : Marsal 3 p. 457 ; Xirocourt p. 463 ; Farébersviller p. 478 ; ainsi que Durrenentzen 1 (p. 466), 2 (p. 469) et 4 (p. 475).

en forme jouant alors le rôle de vecteurs de gaz réducteurs. Les plages carburées visibles sur la section du demi-produit 1 de Marsal sont observables en périphérie des lignes de soudure. Il est raisonnable de penser que le métal ait subi une carburation localisée à cette occasion. Le demi-produit 3 de Durrenentzen présente quant à lui un cœur aciéré, dont le taux de carburation diminue vers les surfaces. Les pointes du demi-produit sont ferritiques. Ce demi-produit étant formé d'une seule masse brute, cette organisation peut refléter une hétérogénéité de la loupe, la périphérie de la masse étant moins carburée que le cœur.

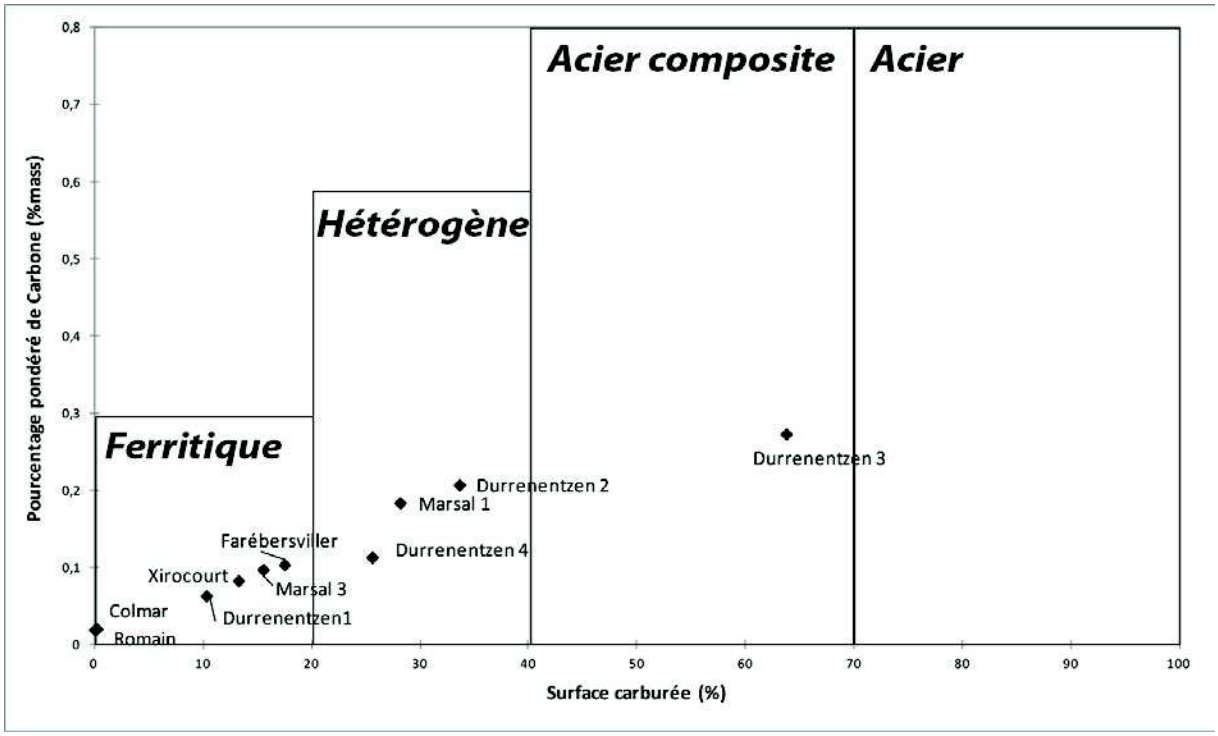


Figure 325 : Qualification de la structure métallique des demi-produits bipyramidés

Le caractère le plus marquant livré par l'examen des sections polies de demi-produits est la présence fréquente de soudures, indiquant que deux masses métalliques brutes ont été employées pour former les semi-produits (Cf. Figure 326). Sept exemplaires étudiés en présentent de manière certaine[375]. Dans la plupart des cas, la soudure est réalisée sur un plan longitudinal, mis à part pour le demi-produit 2 de Durrenentzen, où la soudure est réalisée sur un plan transversal. Dans le cas du demi-produit de Farébersviller, la quantité de matériau interstitiel inciterait à la qualifier plutôt de « collage », le métal n'étant pas à proprement parler soudé. Il apparaît étonnant de constater que ces semi-produits soient formés de deux masses de métal soudées. En effet, le modèle communément admis quant à la mise en forme de ces derniers suggère qu'ils soient formés par le compactage et le martelage de masses de métal brutes de réduction. Cette forme aurait ainsi été privilégiée du fait de la relative simplicité avec laquelle il est possible de l'obtenir (Thouvenin 1984). La fréquence d'indices de soudure laisse entendre, comme le soulignent certains auteurs[376], que

[375] Les demi-produits de Xirocourt, de Romain, de Farébersviller, les demi-produits 1 et 3 de Marsal, et les demi-produits 1 et 2 du dépôt de Durrenentzen.

[376] *« Ils signalent l'état d'élaboration et de forgeabilité du fer, parfois peut-être même sa provenance, par leur forme particulière et irremplaçable, et par ceci, ils donnent forme à la valeur du fer sans le réduire à la fonction particulière de l'objet fini. »* (Doswald 1994, p. 335).

cette forme pourrait être liée à d'autres facteurs, par exemple à sa valeur commerciale ou à une qualité du métal.

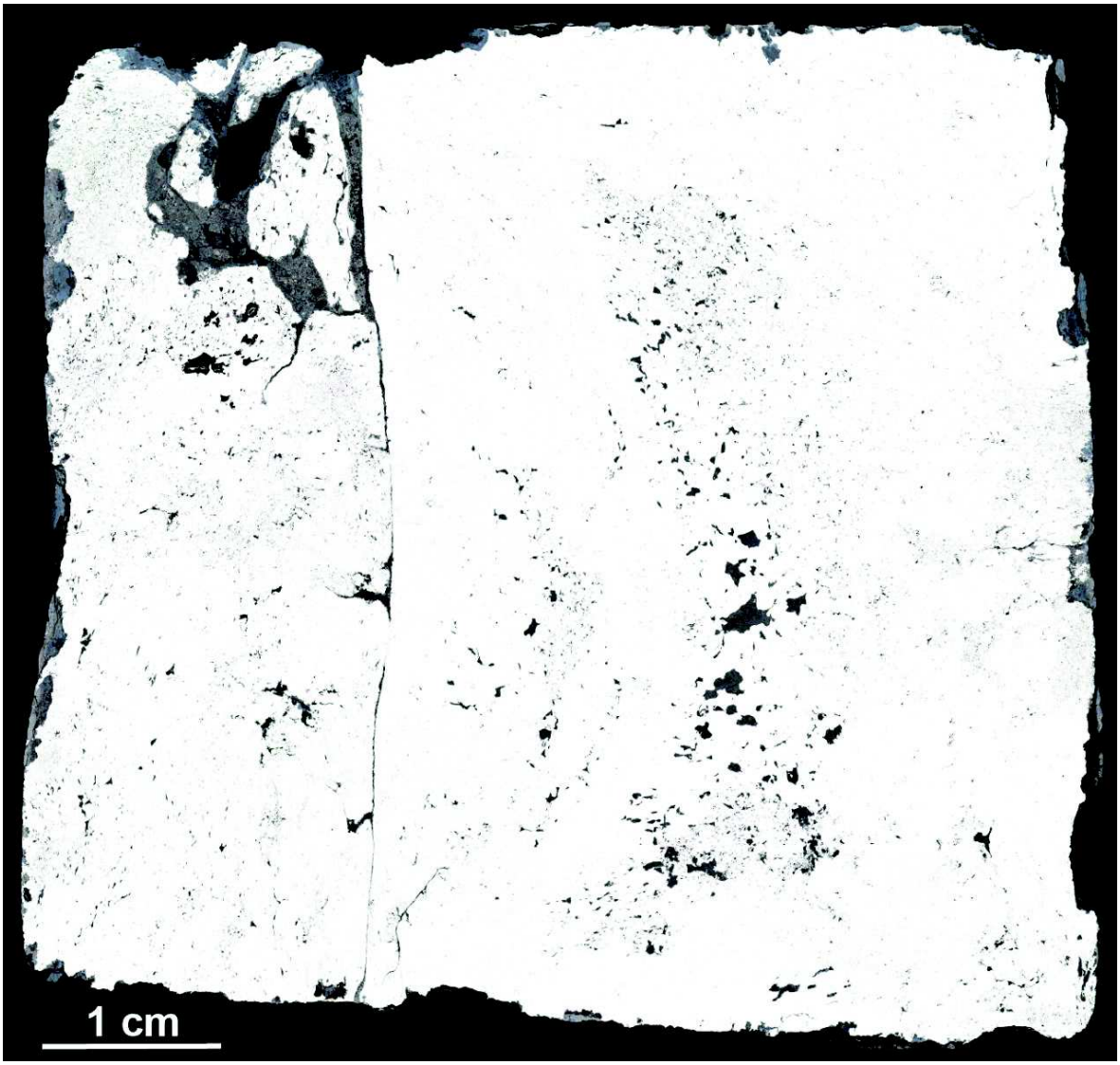


Figure 326 : Mosaïque de clichés micrographiques réalisés sur la section transversale du demi-produit bipyramidé de Xirocourt. Une ligne de soudure est nettement visible au premier tiers de la section. (Cliché : Sylvain Bauvais, LMC-LAPA)

Les sections observées ont été réalisées dans la partie centrale, de plus grande épaisseur. La propreté inclusionnaire du métal s'avère très variable selon les cas. De manière générale, celle-ci est de moyenne à très mauvaise sur les sections examinées. Ceci peut s'expliquer par le fait que la partie centrale du semi-produit a subi une quantité de travail de mise en forme moindre que les extrémités. Il peut être également possible de distinguer, pour les individus composites, une nette différence de la propreté inclusionnaire[377] ou de la dispersion des inclusions et porosités. Les sections des demi-produits de Durrenentzen 2, 3 et 4 révèlent par exemple de nombreuses cavités de dimensions plurimillimétriques, voire centimétriques. Les sections longitudinales réalisées sur les semi-produits montrent par ailleurs que les extrémités sont plus compactes et de meilleure propreté inclusionnaire (Cf. Figure 327). Le métal de Durrenentzen 1 et des demi-produits mis au jour en Lorraine apparaît

[377] Ceci est particulièrement le cas pour les demi-produits de Xirocourt, Colmar *Gare de Marchandises* et Marsal 3.

plus compact (Cf. Figure 326 et Tableau 34), ne comportant que quelques cavités, de dimensions souvent inframillimétriques.

Echantillon	Nombre de masses brutes	Structure	Propreté inclusionnaire	Structures fantômes
Colmar	une	Ferritique	19,05%	Non
Durrenentzen 1	deux	Ferritique	4,73%	Oui
Durrenentzen 2	deux	Hétérogène	6,90%	Oui
Durrenentzen 3	une	Acier composite	17,20%	Oui
Durrenentzen 4	une	Hétérogène	2,47%	Oui
Farébersviller	deux	Ferritique	3,78%	Masse 1
Marsal 1	deux	Hétérogène	11,27%	Non
Marsal 3	deux	Ferritique	6,94%	Oui
Romain	deux	Ferritique	4,32%	Oui
Xirocourt	deux	Ferritique	5,08%	Oui

Tableau 34 : Synthèse des caractéristiques du métal des demi-produits bipyramidés étudiés

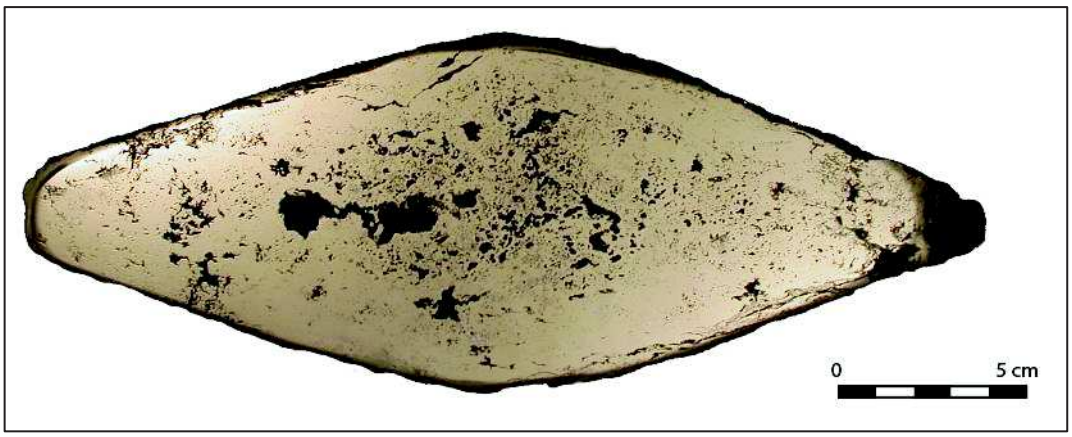


Figure 327 : Section longitudinale du demi-produit Durrenentzen 3 (Cliché : M. Berranger et M. Boukezzoula – LMC)

Les inclusions observables sur les sections réalisées dans les zones centrales ne présentent généralement pas de traces de déformation. De forme généralement trapue, elles conservent des contours complexes. La densité et l'organisation du réseau d'inclusions de scorie soulignent bien, dans certains cas, le caractère brut du métal (Cf. Figure 328). Les caractéristiques pétrographiques des inclusions apparaissent relativement homogènes à l'échelle du corpus. Le faciès à matrice fayalitique dominante semble être le plus commun. La fayalite est présente soit sous la forme de lattes, souvent squelettiques, ou de grains automorphes. Ces inclusions peuvent également contenir de la wüstite sous forme de dendrites ou de globules. Un second faciès, caractérisé par une matrice finement cristallisée ou amorphe, est très fréquemment observé. Certains exemplaires présentent des faciès pétrographiques plus spécifiques. Ces derniers sont détaillés dans l'Annexe H.

Ainsi qu'évoqué précédemment, plusieurs semi-produits présentent des indices en faveur de la soudure de deux masses de métal. Ces dernières se distinguent, dans la plupart des cas, par la densité et l'organisation des inclusions de scorie (Cf. Figure 326).Il apparaît dès lors nécessaire de s'interroger sur l'origine de ces masses de métal. Dans l'éventualité où les demi-produits seraient fabriqués au sein même des unités de production primaire, il semble probable qu'ils soient

constitués de masses brutes présentant la même signature chimique. Nous nous attacherons ainsi à comparer de manière systématique la composition chimique des inclusions de scorie présentes de part et d'autre des soudures.

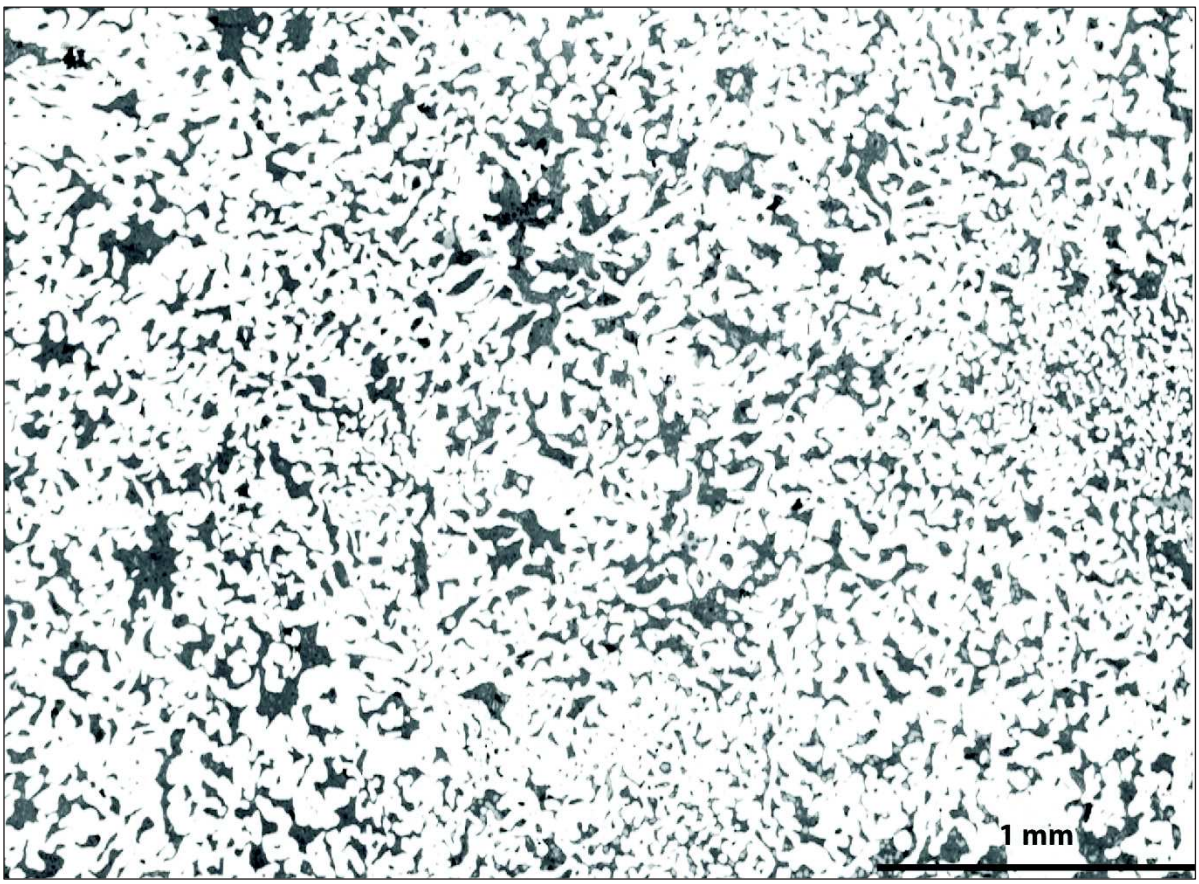


Figure 328 : Micrographie mettant en évidence la propreté inclusionnaire très médiocre du métal sur la section du demi-produit de Colmar – *Gare de Marchandises*[378]

5.4.1.2. Caractérisation chimique des masses brutes constituant les demi-produits bipartites

L'examen métallographique a révélé que certains demi-produits bipyramidés sont en réalité composés de deux parties distinctes. Nous avons ainsi cherché à déterminer si les deux masses de métal brut assemblées avaient été produites à partir d'un même système, ou si les signatures inclusionnaires des deux parties présentaient une signature inclusionnaire différente. La distinction a été effectuée par l'examen multivarié et bivarié des teneurs des principaux composés non réduits. Parmi les sept individus présentant les indices d'une soudure, trois demi-produits se composent de parties à la signature élémentaire distincte : l'exemplaire mis au jour à Farébersviller, celui provenant de Xirocourt, et le demi-produit 3 de Marsal. Nous décrirons la composition chimique des inclusions au moyen d'une ACP, afin de comparer les signatures chimiques des masses composant les demi-produits. Les inclusions sont identifiées au préalable en fonction de la masse dans laquelle elles se

[378] La fiche synthétisant les observations micrographiques est présentée en annexe H p. 451.

trouvent. L'Analyse en Composantes Principales est réalisée sur les teneurs normalisées, par le biais de la méthode des *logratios*, de plusieurs Composés Non Réduits (MgO, Al_2O_3, SiO_2, K_2O, CaO, MnO).

Le demi-produit de Farébersviller :

Les inclusions des deux masses sont distinguées sans ambiguïté sur les deux plans ((F1-F2) et (F1-F3)) présentés (Cf. Figure 329). Les cercles de corrélation montrent une très forte anticorrélation entre l'oxyde de manganèse (partie 2 du demi-produit) et l'alumine (partie 1), quelque soit le plan considéré. La signature chimique des inclusions de la partie 2 est également marquée par leur teneur en oxydes de calcium. Elles s'opposent en cela aux inclusions de la partie 1, caractérisées par une teneur relative en silice plus importante.

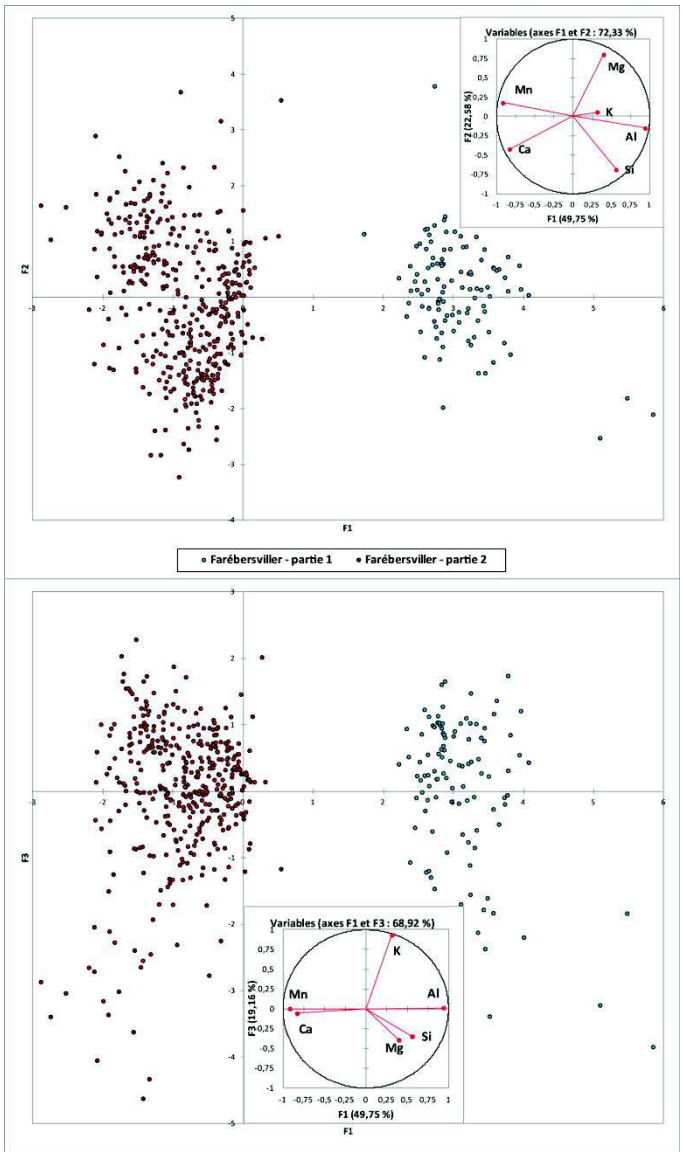


Figure 329 : Projections, sur les plans (F1-F2) et (F1-F3), des inclusions contenues dans les deux masses constituant le demi-produit de Farébersviller

Nous avons confronté les inclusions par les teneurs des principaux NRC anticorrélés révélés par l'Analyse en Composantes Principales. La représentation des rapports élémentaires par l'emploi de graphiques bivariés permet de préciser les raisons de la différence de composition chimique des inclusions. Les rapports entre les trois principaux composés non réduits sont exprimés par les quatre graphiques bivariés présentés en Figure 330. Seul un léger recouvrement des rapports silice/alumine est observable pour quelques inclusions. Les rapports CaO/Al_2O_3 et SiO_2/CaO permettent de bien distinguer les deux parties. Le rapport entre l'alumine et l'oxyde de manganèse distingue également les deux parties, les teneurs en alumine des inclusions de la partie 2 étant faibles.

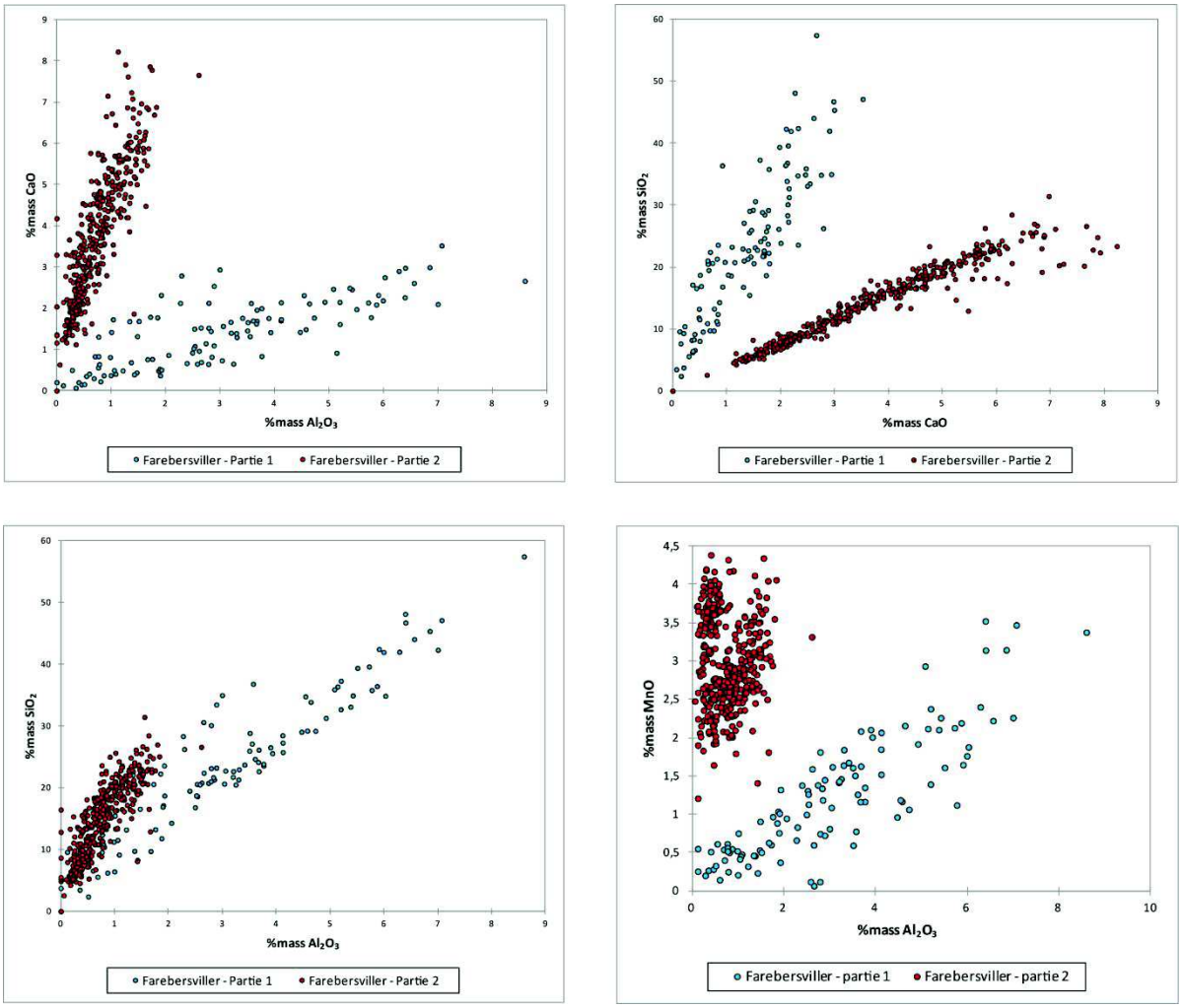


Figure 330 : Graphiques bivariés figurant la différence de composition chimique inclusionnaire en éléments majeurs entre les deux parties du demi-produit de Farébersviller

Le demi-produit de Xirocourt :

L'Analyse en Composantes Principales a été réalisée sur les mêmes variables que précédemment (Cf. Figure 331). La différence de composition chimique entre les inclusions des deux parties du demi-produit de Xirocourt est beaucoup moins marquée que dans le cas de Farébersviller. Les inclusions des deux masses se distinguent par les teneurs en oxydes de calcium et de potassium, caractérisant les inclusions de la partie 2, et en oxyde de manganèse, caractérisant celles de la partie 1.

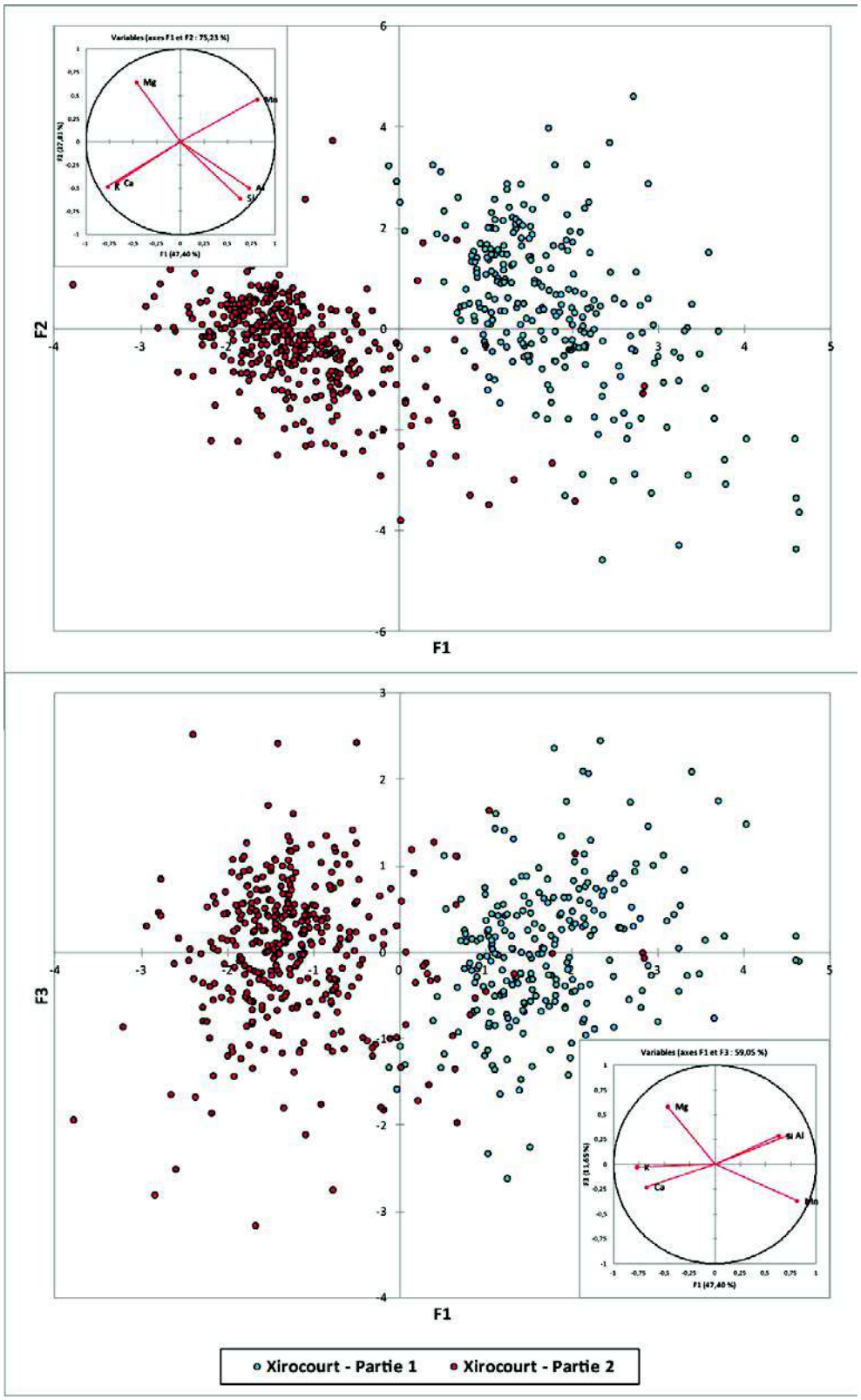


Figure 331 : Projections, sur les plans (F1-F2) et (F1-F3), des inclusions contenues dans les deux masses constituant le demi-produit de Xirocourt

L'examen des rapports entre NRC par le biais de graphiques bivariés (Cf. Figure 332) confirme que les deux masses ne peuvent être distinguées qu'en confrontant l'oxyde de potassium ou l'oxyde

de calcium à l'oxyde de manganèse. Les inclusions des deux parties formant le demi-produit montrent des rapports SiO_2/ Al_2O_3 et SiO_2/CaO identiques. Il est par ailleurs possible de distinguer une partie des inclusions de la masse 2 par des teneurs absolues plus importantes en NRC. Ceci laisse supposer que ces inclusions contiennent moins d'oxydes de fer.

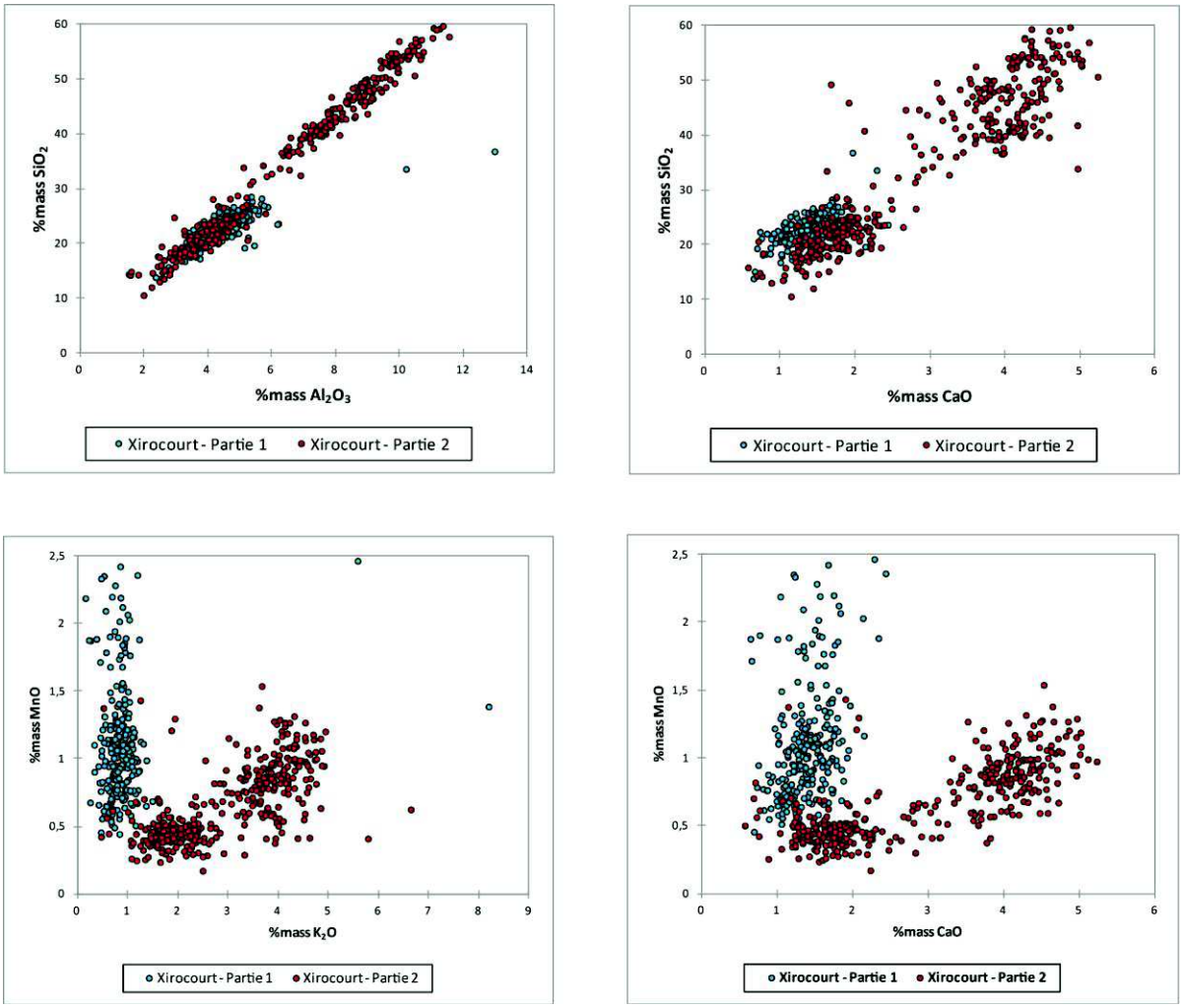


Figure 332 : Graphiques bivariés figurant la différence de composition chimique inclusionnaire en éléments majeurs entre les deux parties du demi-produit de Xirocourt

Le demi-produit 3 de Marsal :

L'ACP (Cf. Figure 333) réalisée sur les inclusions des deux parties du demi-produit 3 s'appuie sur les mêmes variables que précédemment. L'analyse met en évidence une différence de composition chimique des inclusions s'exprimant majoritairement par les teneurs en alumine, notamment sur le plan formé par les composantes principales F1 et F2, sur lequel ce composé est anti-corrélé à l'oxyde de calcium, l'oxyde de magnésium, la silice et l'oxyde de manganèse. Sur le plan formé par les composantes F1 et F3, l'alumine est fortement anticorrélée à l'oxyde de magnésium.

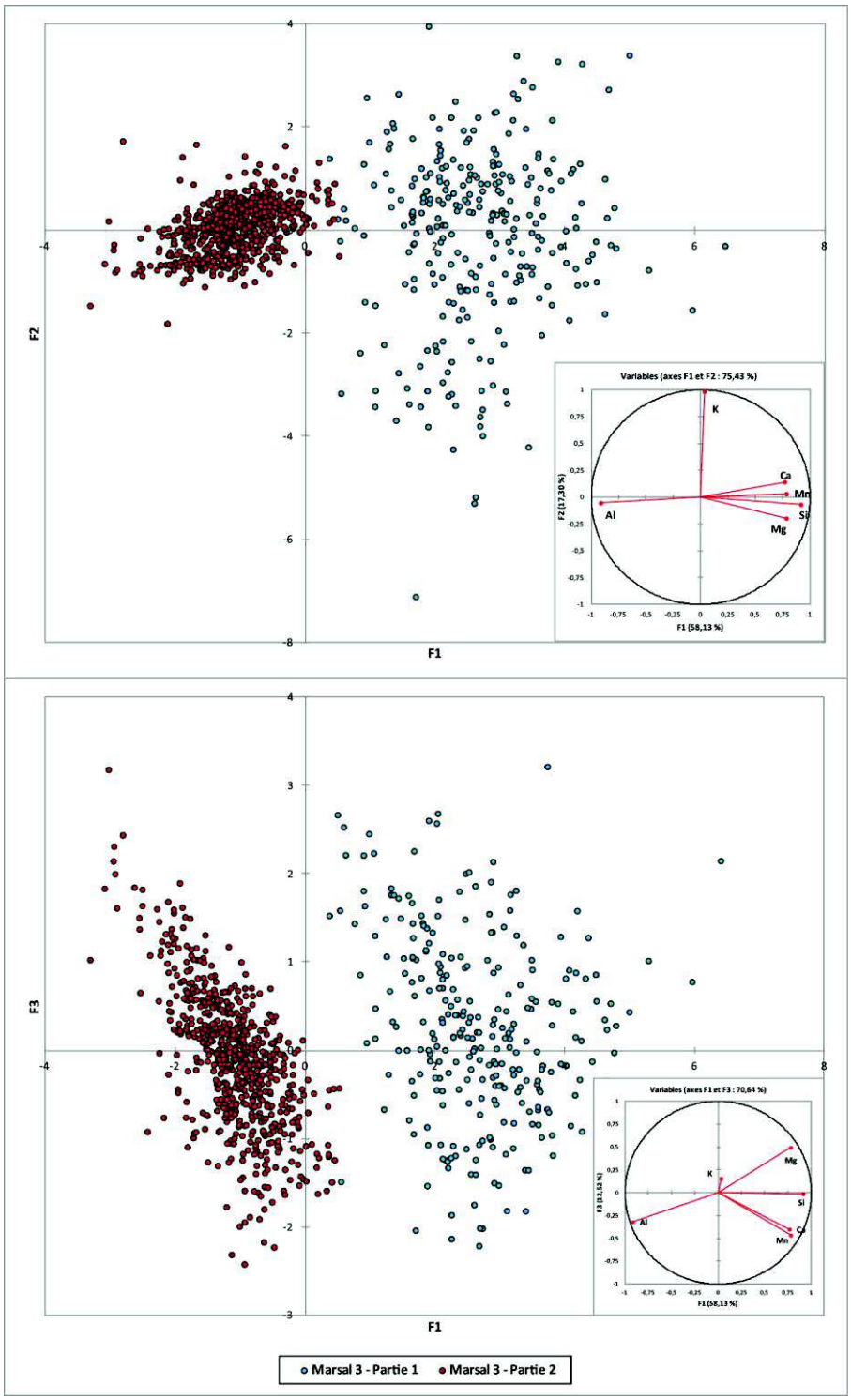


Figure 333 : Projections, sur les plans (F1-F2) et (F1-F3), des inclusions contenues dans les deux masses constituant le demi-produit de Xirocourt

Les graphiques bivariés (Cf. Figure 334) exprimant les rapports entre les trois principaux NRC (l'alumine, la silice et l'oxyde de calcium) mettent également cette différence en évidence. Les rapports SiO_2/CaO caractérisant les deux parties du demi-produit 3 de Marsal sont presque identiques. En revanche, les teneurs en alumine discriminent parfaitement les deux masses, la teneur

massique ne dépassant pas 2%$_{mass}$ au sein de la masse 2, tandis qu'elle n'est jamais inférieure à 4%$_{mass}$ pour les inclusions de la masse 1.

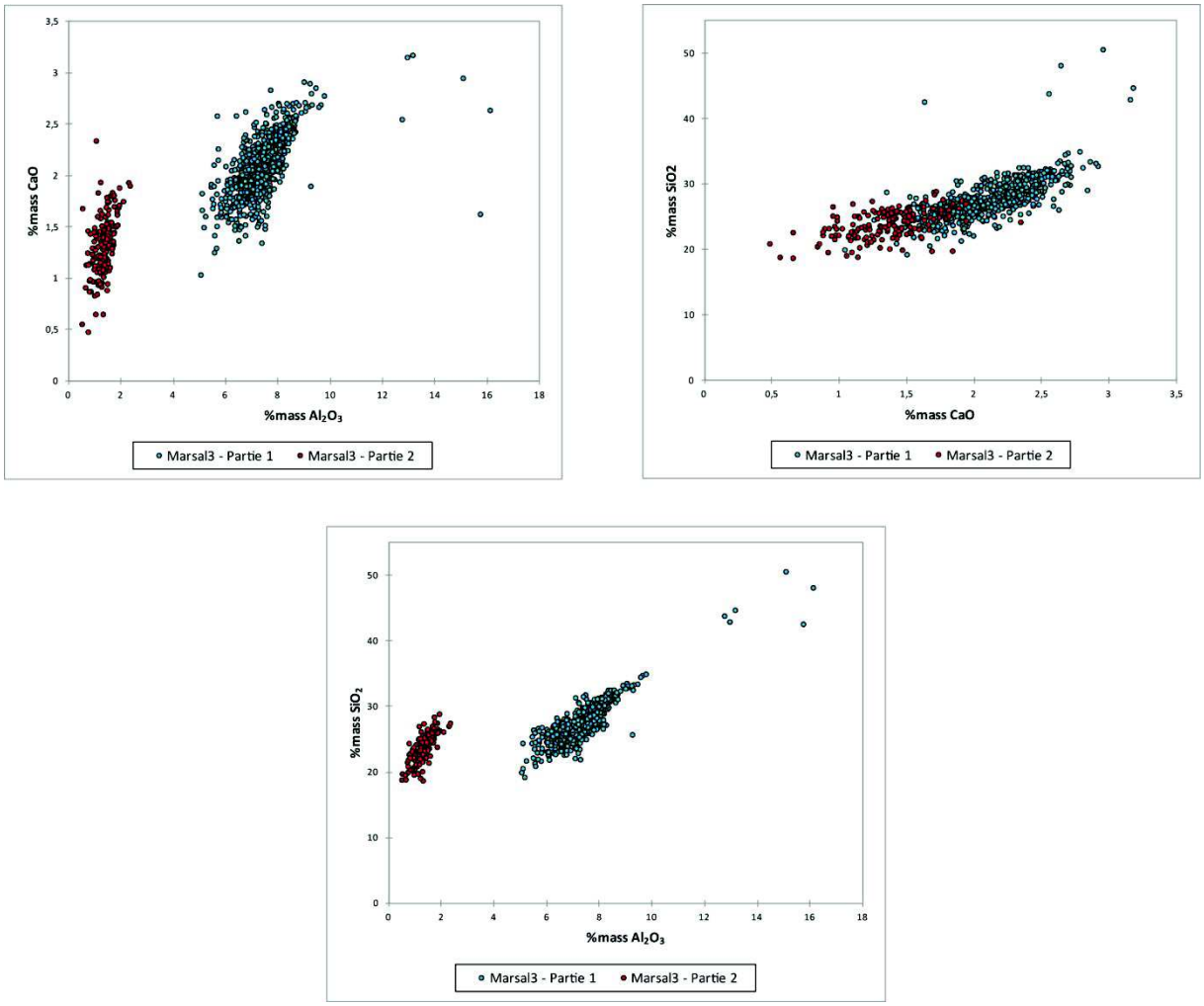


Figure 334 : Graphiques bivariés figurant la différence de composition chimique inclusionnaire en éléments majeurs entre les deux parties du demi-produit 3 de Marsal

Il apparaît, au vu de la discrimination des compositions chimiques des inclusions, que les masses soudées pour former les demi-produits de Farébersviller, de Xirocourt, ainsi que le demi-produit 3 de Marsal, ont été certainement obtenues par des systèmes de réduction différents. Les deux parties composant ces demi-produits seront ainsi considérées comme deux échantillons différents à l'occasion des traitements statistiques ultérieurs. Dans le cas du demi-produit 3 de Marsal, seule la partie 1 sera intégrée à nos réflexions portant sur la provenance du métal, puisque les inclusions de la partie 2 n'ont pas fait l'objet de caractérisation chimique en éléments traces.

5.4.2. Les bandages de roue provenant de tombes à char de la culture Aisne-Marne

Des exemplaires issus des quatre tombes laténiennes ont été sélectionnés[379]. Le profil des bandages de la tombe BLB59 du site de Bourcq et de STVH 160 montre une surface de roulement bombée, et une surface de contact avec la jante légèrement concave, correspondant aux profils 6 à 9 de la figure ci-dessous. Les bandages de la tombe de Bourcq BLB93 présentent un profil plus rectiligne, correspondant aux types 1 à 4 de la Figure 335. Les clous sont dans ces cas peu nombreux et espacés de manière régulière. La tête du clou est généralement aplatie.

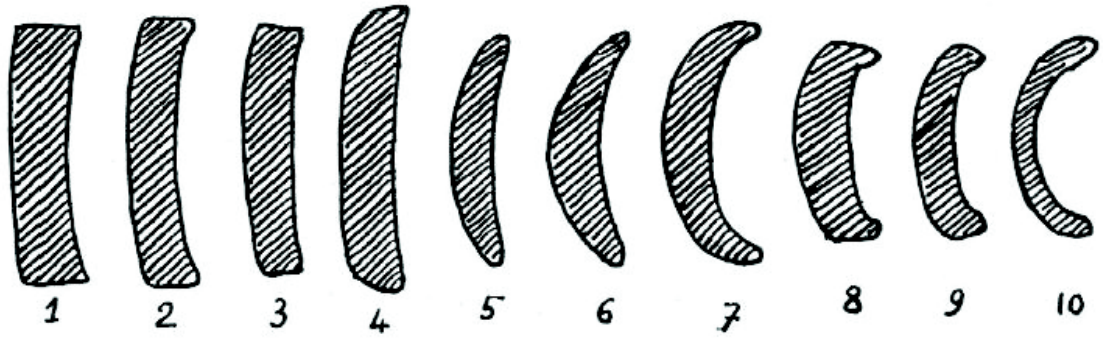


Fig. 3. — Profils des bandages de roues. Gr. nat.

Figure 335 : Profils de bandages de roue de tombes laténiennes de Champagne. Joffroy, Bretz-Mahler 1959

Les quatre bandages ayant fait l'objet d'une section et d'un examen micrographique dans le cadre du programme *CIPIA* se composent d'une structure très majoritairement ferritique (Cf. Figure 336). De rares plages de structure ferrito-perlitique, légèrement carburées (0,1-0,2% de C), sont toutefois observables sur les sections de BLB59 et BLB93. Des plages plus carburées (jusqu'à 0,6-0,7% C) sont visibles sur la section du bandage de Chassemy, associées à la soudure effectuée entre deux parties du bandage. Les quatre sections révèlent une structure en bandes, qui se distinguent par une taille des grains, un taux de carburation, ou une propreté inclusionnaire différents (Cf. Figure 337). Des structures fantômes, caractérisant une hétérogénéité chimique au sein du métal, sont observables sur les sections de BLB93 et de STVH160[380] (Cf. Tableau 35).

[379] Deux tombes (BLB59 et BLB93) font partie d'une nécropole fouillée à Bourcq, dans les Ardennes. Une autre sépulture (STVH160) a été fouillée à Somme-Tourbe – *Voie d'Hans* (Marne). Le quatrième bandage provient d'une tombe à char située à Chassemy (Aisne).

[380] Les fiches synthétisant les observations micrographiques effectuées sur les échantillons évoqués sont présentées en annexe H : BLB59 p. 481 ; BLB93 p. 484 ; STVH 160 p. 487.

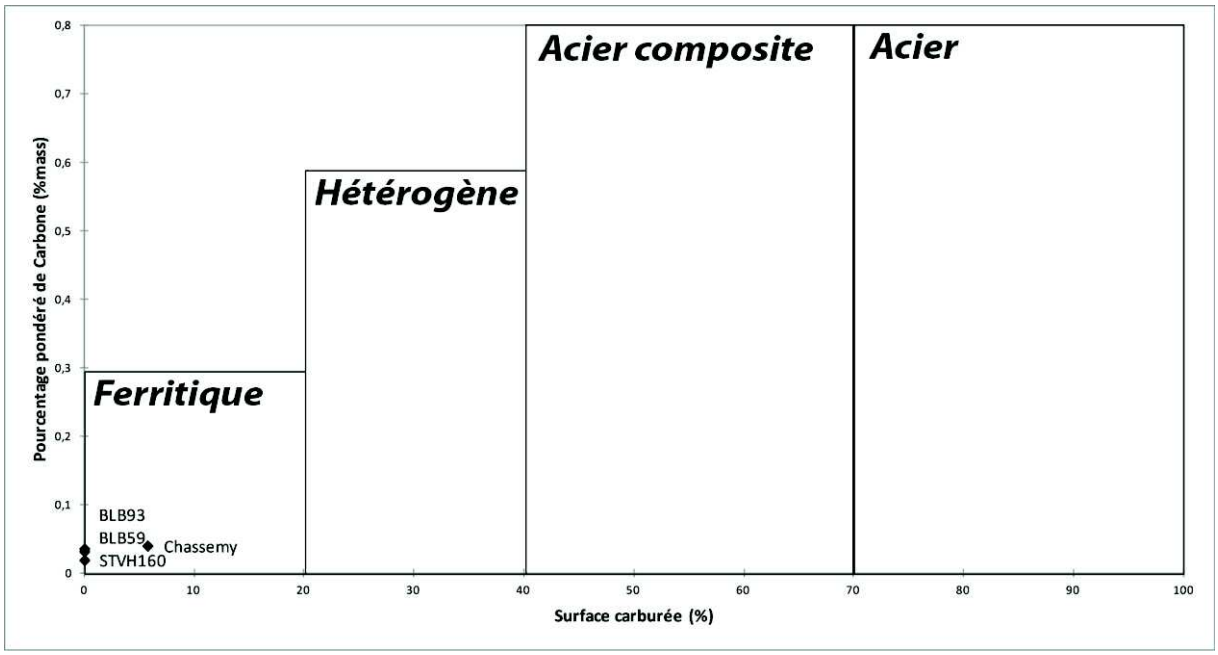


Figure 336 : Qualification de la structure métallique des bandages de roue associés à la culture Aisne-Marne

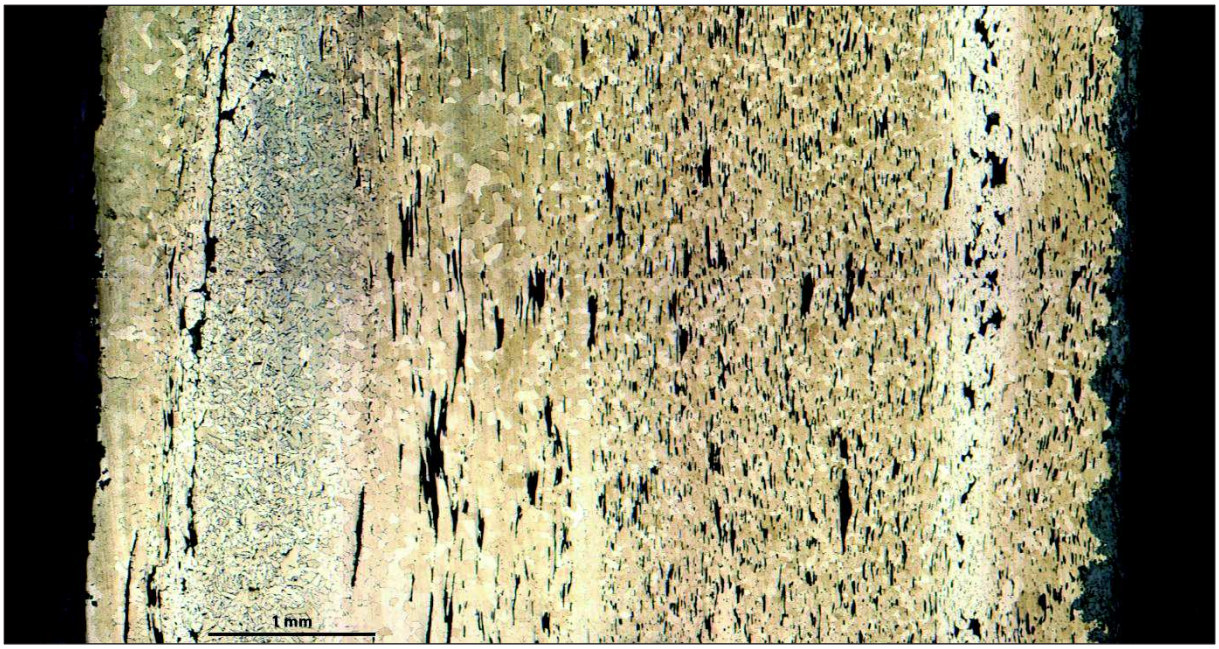


Figure 337 : Profil-type de la section du bandage BLB93. Au moins six bandes de métal distinctes sont observables.

Les propretés inclusionnaires des bandages BLB59, STVH160 et Chassemy sont très proches (Cf. Tableau 35). Le bandage BLB93 présente une propreté moindre. Les inclusions montrent, en très grande majorité, une forme allongée, orientées parallèlement aux surfaces de roulement, et forment des alignements. Les contours d'une partie des inclusions apparaissent complexes. Ils évoquent l'écrasement de poches de scorie plus trapues. Les bandages conservent ainsi, quoique fortement atténuées, des caractéristiques du métal brut.

Echantillon	Structure	Propreté inclusionnaire	Structures fantômes
BLB59	Ferritique	3,60%	Non
BLB93	Ferritique	5,10%	Oui
STVH160	Ferritique	3,50%	Oui
Chassemy	Ferritique	3,27%	Non

Tableau 35 : Synthèse des caractéristiques du métal des bandages de roue étudiés

Le faciès pétrographique dominant des inclusions, commun aux trois bandages BLB59, BLB93 et STVH160, est caractérisé par une matrice à dominante fayalitique, généralement cristallisée sous forme de lattes squelettiques ou de cristaux automorphes. Des cristaux de spinelles, automorphes ou en forme d'aiguilles, sont souvent observables (Cf. Figure 338). Certaines inclusions contiennent également de la wüstite, généralement sous la forme de fines dendrites. La section du bandage BLB93 révèle également des inclusions de faciès amorphe. Les inclusions du bandage de Chassemy s'en distinguent par l'absence de cristaux de hercynite et de spinelle. Elles sont composées d'une matrice dominée par de la fayalite, ainsi que de la wüstite présente sous forme de globules ou de dendrites.

Figure 338 : Faciès pétrographique dominant des inclusions des bandages de roue provenant de tombes à char laténiennes champenoises (Cliché : Sylvain Bauvais, LAM)

5.4.3. Caractérisation chimique du corpus

Dix-huit échantillons ont fait à ce jour l'objet d'une caractérisation chimique complète. Nous avons décrit plus précisément, dans les sous-parties 5.4.1 et 5.4.2, quatre bandages de roue mis au jour dans des tombes à char laténiennes champenoises, ainsi que dix demi-produits bipyramidés provenant de contextes lorrains et alsaciens. Le bandage de roue, la tige de clou de bandage de roue, ainsi que la masse de métal brut étudiés pour l'habitat de Hochdorf-Eberdingen sont également considérés. Une masse de métal brut[381] mise au jour sur le site de production de Velaine-en-Haye complète cet ensemble (Cf. Tableau 36). Parmi les demi-produits bipyramidés, deux exemplaires (Xirocourt et Farébersviller) sont composés de deux masses de métal à la signature chimique distincte.

Echantillon	Catégorie	Site	Remarques
Colmar	Lingot bipyramidé	Colmar - Gare de marchandises	Constitué d'une seule masse brute
Durrenentzen 1	Lingot bipyramidé	Durrenentzen	Constitué de deux masses brutes à la signature chimique
Durrenentzen 2	Lingot bipyramidé	Durrenentzen	Constitué de deux masses brutes à la signature chimique
Durrenentzen 3	Lingot bipyramidé	Durrenentzen	Constitué d'une seule masse
Durrenentzen 4	Lingot bipyramidé	Durrenentzen	Constitué d'une seule masse
Farébersviller	Lingot bipyramidé	Farébersviller	Constitué de deux masses brutes aux signatures chimiques
Marsal 1	Lingot bipyramidé	Marsal	Constitué de deux masses brutes à la signature chimique
Marsal 3	Lingot bipyramidé	Marsal	Constitué de deux masses brutes aux signatures chimiques différentes ; une seule masse
Romain	Lingot bipyramidé	Romain	Constitué de deux masses brutes à la signature chimique
Xirocourt	Lingot bipyramidé	Xirocourt	Constitué de deux masses brutes aux signatures chimiques
BLB59	Bandage de roue	Bourcq - La Bannière	Contexte funéraire
BLB93	Bandage de roue	Bourcq - La Bannière	Contexte funéraire
STVH160	Bandage de roue	Somme Tourbe - Voie d'Hans	Contexte funéraire
Chassemy	Bandage de roue	Chassemy	Contexte funéraire
METC113	Bandage de roue	Hochdorf-Eberdingen	Contexte d'habitat
METC118	Clou de bandage	Hochdorf-Eberdingen	Contexte d'habitat
METC114	Masse de métal brut	Hochdorf-Eberdingen	
Velaine002	Masse de métal brut	Velaine-en-Haye - ZAC Herbue Chalin	

Tableau 36 : Echantillons ayant fait l'objet d'une caractérisation chimique complète, et intégrés à la démarche statistique multivariée

[381] Il s'agit de la masse de métal brut Velaine002, déjà étudiée dans le chapitre 4.

Une Analyse Factorielle discriminante a été appliquée à ce corpus, composé de 182 inclusions (Cf. Figure 339). Rappelons que le principe de cette analyse est de maximiser la variance interclasse tout en minimisant la variance intraclasse. Chaque classe étant définie par les inclusions analysées pour un même produit sidérurgique, il s'agit ici de mettre en exergue d'éventuelles différences chimiques entre les artefacts analysés.

La similitude de composition chimique de plusieurs demi-produits bipyramidés constitue l'information la plus marquante livrée par les projections des inclusions sur les deux plans présentés, exprimant 81,09% de la variance totale. Les inclusions des demi-produits de Romain, Durrenentzen 1, Colmar, Marsal 3, ainsi que celles de la partie 2 du demi-produit de Xirocourt, ne peuvent être distinguées les unes des autres sur ces plans. La partie 1 du demi-produit de Xirocourt se distingue légèrement de cet ensemble. Les bandages de roue des tombes champenoises BLB93 et STVH160 ne peuvent être distinguées. Le demi-produit 2 du dépôt de Durrenentzen, ainsi que la partie 2 du demi-produit de Farébersviller sont isolés.
L'AFD présentée ici permet une première définition des relations chimiques éventuelles entre les produits sidérurgiques étudiés. Les résultats de l'analyse suggèrent en premier lieu que les demi-produits du dépôt de Durrenentzen (Haut-Rhin) ont été produits à partir de métal de provenances multiples. *A contrario*, plusieurs demi-produits mis au jour au sein de contextes différents présentent une grande similitude chimique. Les trois produits sidérurgiques du *Fürstensitz* de Hochdorf-Eberdingen (METC113, -114 et -118) ne constituent pas de groupe impliquant une signature chimique homogène. Le métal des bandages de roue de deux tombes champenoises, des nécropoles de Bourcq – *La Bannière* et Somme-Tourbe – *Voie d'Hans*, pourraient provenir d'une source commune.

Les résultats obtenus pour les demi-produits bipyramidés laissent entrevoir la possibilité qu'une source commune ait produit le métal de semi-produits disséminés parmi plusieurs contextes de dépôt en Lorraine et Alsace. Le fait que les quatre demi-produits de Durrenentzen analysés présentent des signatures chimiques bien distinctes suggère également que les semi-produits proviennent de sources différentes. Nous chercherons par conséquent à identifier les sources de métal potentielles, parmi les ensembles de production définis au cours du chapitre 3, auxquels d'autres ensembles seront ajoutés, selon les remarques formulées en introduction de cette sous-partie.

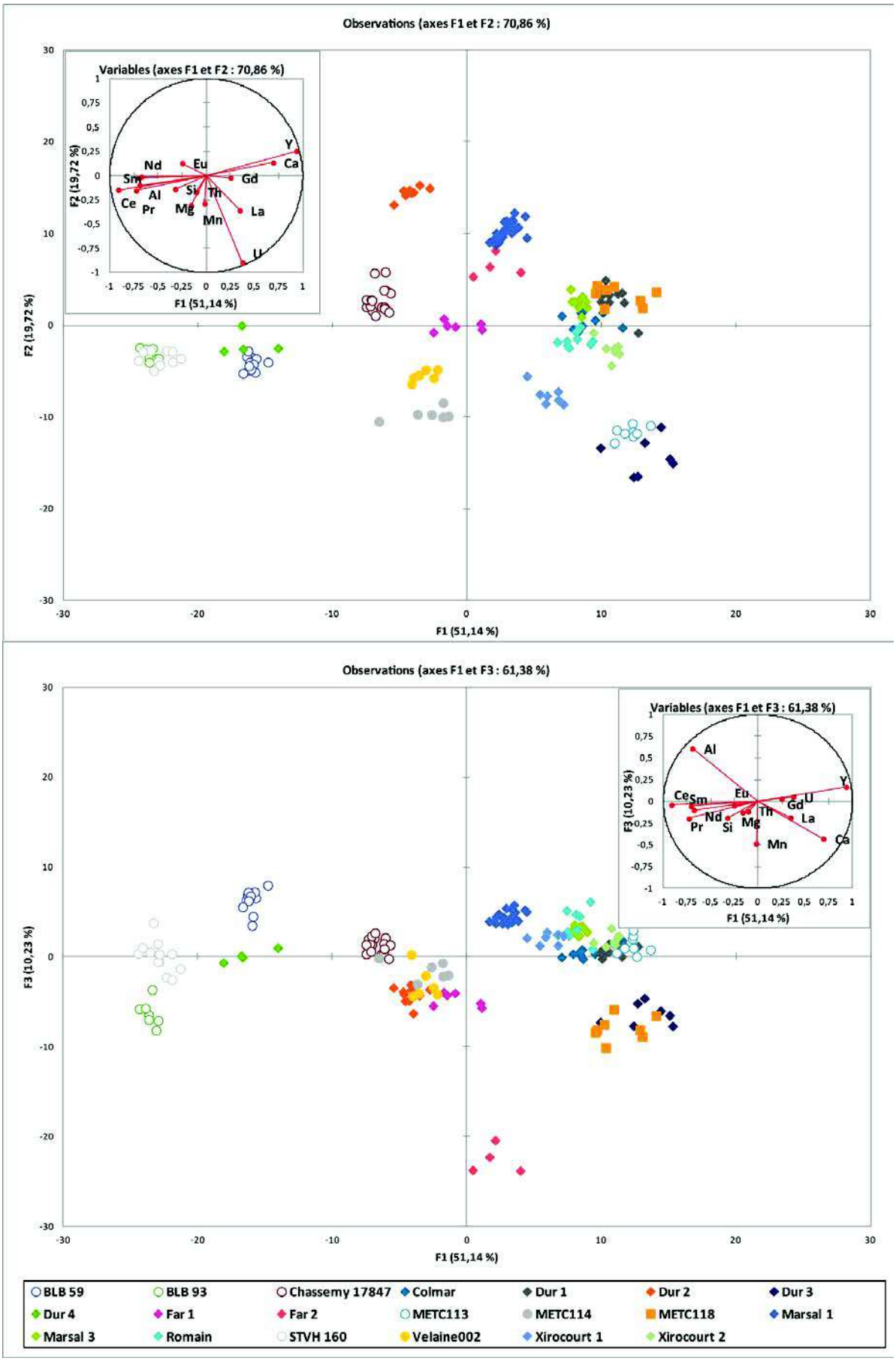


Figure 339 : Projections, sur les axes factoriels F1 et F2, des 15 variables caractérisant chimiquement les inclusions de scorie analysées au sein des bandages de roue et semi-produits étudiés

5.4.4. Définition de sources de métal potentielles pour les bandages de roue et les demi-produits bipyramidés

Plusieurs grands complexes de production du fer sont connus pour la fin du Hallstatt, situés hors du cadre strict de la région géographique étudiée dans le cadre de ce travail. Les ateliers sidérurgiques du Sénonais (Dunikowski, Cabboi 1995) et ceux du Nord de la Forêt-Noire (Gassmann *et al.* 2006) ont fait l'objet d'une caractérisation chimique dans le cadre du programme ANR-DFG *CIPIA.* L'importance de ces complexes, en termes de volumes de production estimés, en font des sources de métal probables pour les périodes du Hallstatt final et de La Tène ancienne. La Souabe bavaroise, ayant connu des activités de production du métal *a minima* dès La Tène ancienne (Gassmann 2002), a également fait l'objet de campagnes de prospection thématique et de caractérisation chimique à l'occasion de ce programme de recherche. Ces trois secteurs sont ainsi considérés comme des sources d'approvisionnement probables pour les contextes d'utilisation et de dépôt étudiés. Nous avons ainsi pris le parti de compléter le corpus de référence géochimique constitué dans le chapitre 3 afin de traiter de cette question particulière. Nous nous assurerons, dans un premier temps, qu'il soit possible de distinguer ces trois ensembles de ceux qui composent le référentiel lorrain. Les signatures chimiques des artefacts analysés seront par la suite confrontées au corpus de référence élargi en vue d'établir une possible compatibilité chimique avec l'un des ensembles de production potentiels.

5.4.4.1. Définition du corpus géochimique étendu

Dix-sept échantillons provenant du secteur du Sénonais - Pays d'Othe (cinq échantillons de minerai et douze de scorie de réduction) ont été analysés. Huit échantillons proviennent du site de production des Clérimois (Dunikowski, Cabboi 1995). Quatre fragments de minerai et douze scories de réduction ont été caractérisés chimiquement pour le nord de la Forêt-Noire. Tous proviennent du secteur de production mis en évidence à Neuenbürg (Gassmann *et al.* 2006). Enfin, vingt-quatre échantillons ont été analysés pour la Souabe bavaroise. Six échantillons de scorie ont été recueillis aux alentours de l'oppidum de Manching. Les autres (10 fragments de minerai et 8 scories de réduction) proviennent de la vallée de l'Iller, un affluent du Danube, en Souabe bavaroise. Les 61 individus ont été ajoutés au corpus de référence géochimique constitué pour la Lorraine.

Nous emploierons, afin de caractériser ce référentiel géochimique étendu, la méthodologie appliquée au fil du chapitre 3 pour le cadre lorrain. Cette démarche consiste, dans un premier temps, à décrire les caractéristiques chimiques du corpus, et à représenter les différences chimiques entre ensembles de production. Une Analyse en Composantes principale a ainsi été réalisée, à partir des quinze variables employées pour la distinction géochimique des ensembles de production lorrains.

Les deux plans présentés en Figure 340 expriment respectivement 60,52% et 51,83 % de la variance totale du jeu de données. L'analyse permet toutefois de distinguer, de manière satisfaisante, les échantillons du nord de la Forêt-Noire. Les échantillons provenant du Sénonais – Pays d'Othe et de la Souabe bavaroise ne sont, en revanche, pas aussi nettement distingués des

ensembles lorrains. Sur le plan (F1-F2), les projections sont confondues avec celles du [Fer fort], de [Gondreville-Velaine], du [Barrois] et de [Saint-Dizier – HMA]. Sur le plan (F1-F3), ils ne sont pas distingués de la [Minette], de [Gondreville-Velaine], de [Saint-Dizier – HMA] et de la [Bruche].

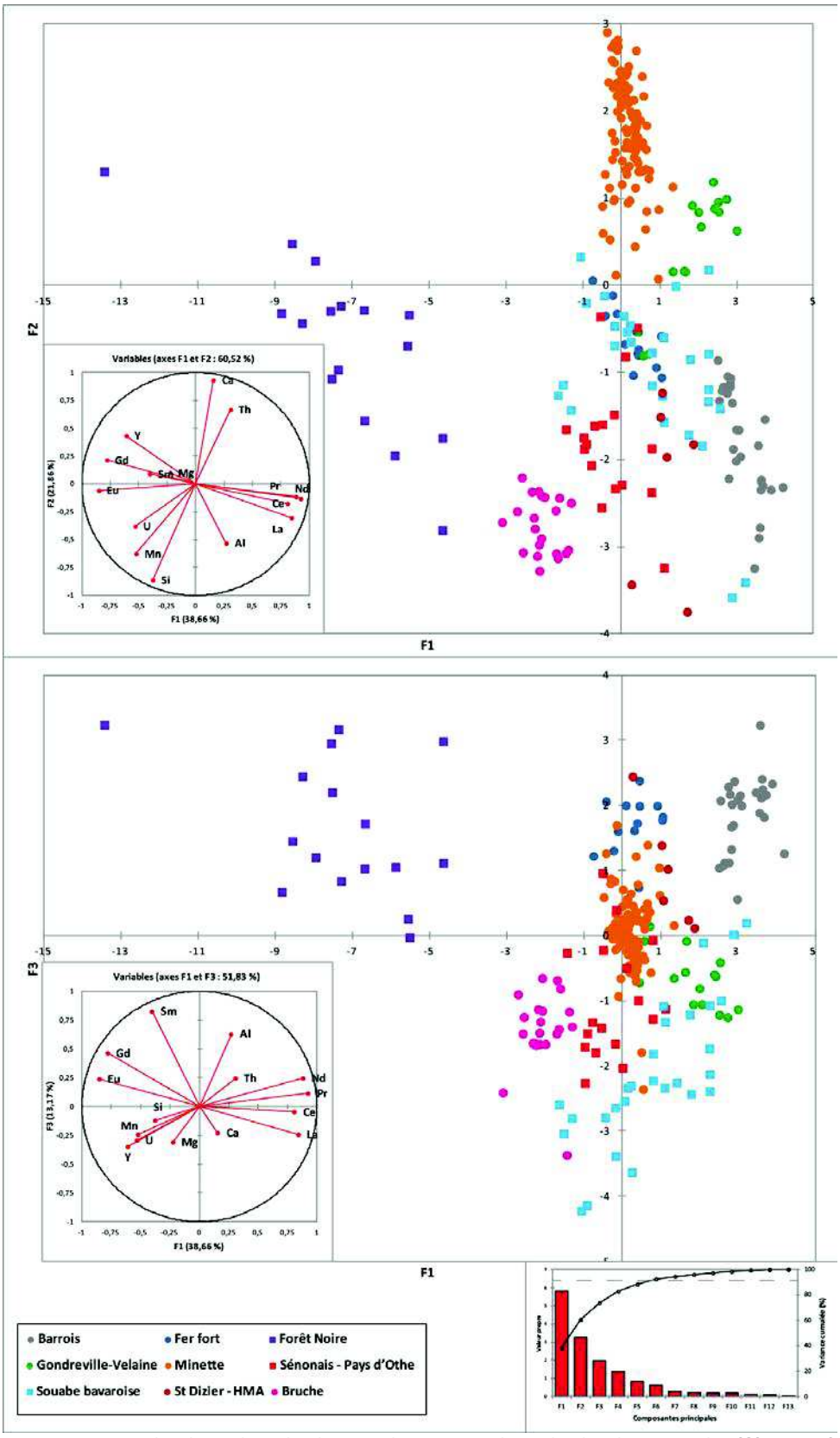


Figure 340 : Projections, sur les deux plans de plus grande variance, des individus du corpus de référence géochimique étendu

Les deux plans de l'ACP présentés n'expriment que 73,69% de la variance totale du nuage de points. Afin de synthétiser plus de 90% de l'information portée par l'analyse, les coordonnées des individus sur les six premières composantes principales ont fait l'objet d'une CAH. La classification effectuée sur les résultats de l'analyse en composante principale présentée en Figure 341 laisse apparaître une discrimination satisfaisante des ensembles [Forêt Noire] et [Sénonais – Pays d'Othe], nouvellement intégrés au corpus de référence. Les marqueurs géochimiques caractérisés pour la Souabe bavaroise ne sont pas totalement distingués des autres ensembles de production. Par ailleurs, un individu de l'ensemble [Gondreville-Velaine] est attribué à la classe composée majoritairement des échantillons de la [Souabe bavaroise]. Deux individus provenant de cette région sont intégrés à la classe regroupant les ensembles [Barrois] et [Saint-Dizier – HMA]. Les résultats du partitionnement du corpus réalisé à partir de l'Analyse en Composantes Principales, méthode non supervisée, laissent cependant espérer une discrimination satisfaisante des ensembles nouvellement définis par rapport au corpus constitué pour la Lorraine. Afin de déterminer si ces derniers peuvent être totalement distingués des ensembles de production lorrains, des modèles de régression logistique, isolant chacun de ces trois ensembles du reste du référentiel, ont été calculés.

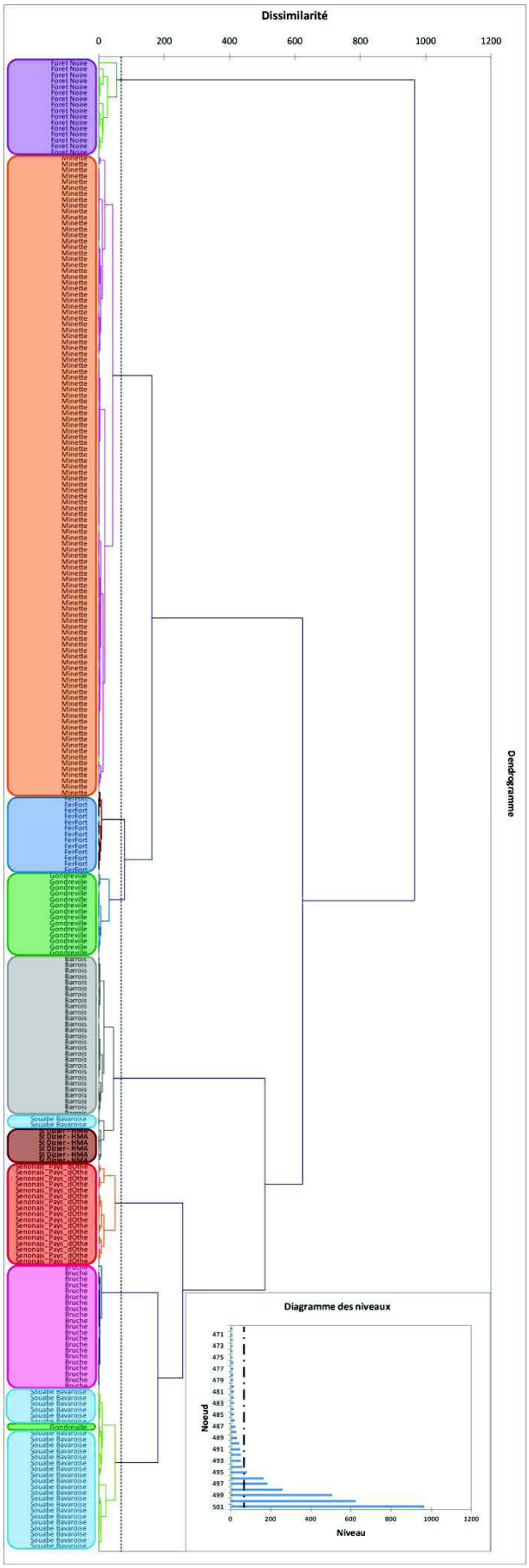


Figure 341 : Classification ascendante hiérarchique réalisée à partir des valeurs, pour les six premières composantes principales de l'ACP précédente, des individus constituant le corpus de référence étendu

Les trois modèles présentés par la Figure 342 ont été calculés à partir des quinze variables, *logratios* de teneurs élémentaires, employés tout au long de ce travail. Plus particulièrement, nous chercherons à déterminer si l'ensemble de la [Souabe bavaroise], dont une partie des individus semblent présenter une affinité avec les ensembles [Barrois] et [Saint-Dizier – HMA], peut être modélisé statistiquement comme un ensemble à part entière.

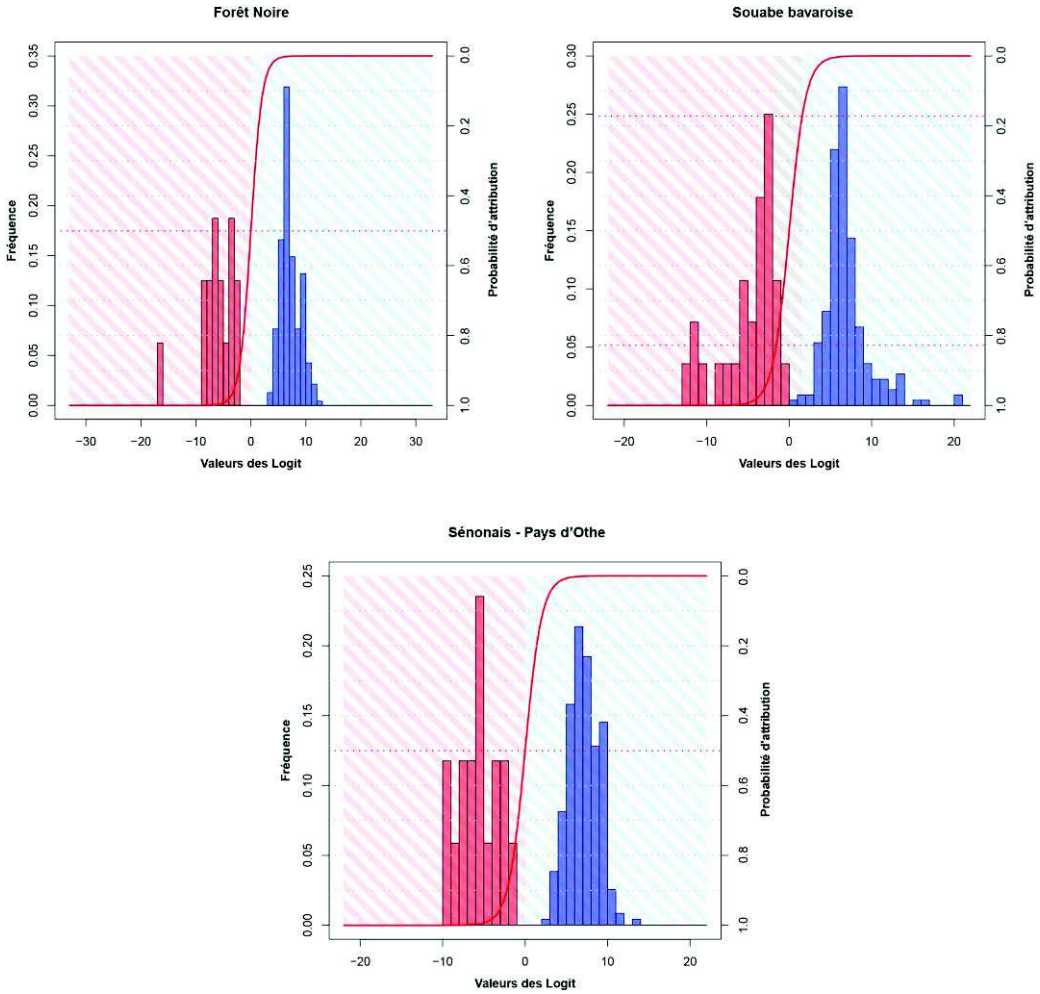


Figure 342 : Distinction des trois ensembles nouvellement incorporés au corpus de référence face au corpus lorrain, au moyen de la régression logistique

La Souabe bavaroise, la Forêt-Noire et le Sénonais - Pays d'Othe sont distinguées des ensembles lorrains au moyen des modèles logistiques constitués. Les seuils d'attribution d'échantillons d'origine inconnue ont par ailleurs été recalculés pour chacun des neufs ensembles de production constituant ce référentiel géochimique étendu (Cf. Annexe C). Seul le modèle isolant l'ensemble de la [Souabe bavaroise] présente un intervalle de non-attribution, représenté par les hachures grises sur la figure *supra*.

Les trois ensembles géochimiques ajoutés au corpus de référence pour traiter de la question de la provenance des artefacts étudiés peuvent être distingués des autres ensembles de production, dans les conditions que nous venons de définir. Les données les constituant pourront ainsi être exploitées pour exprimer la compatibilité chimique entre le corpus de bandages de roue et de demi-produits et un de ces ensembles de production potentiels.

5.4.4.2. Les affinités chimiques entre les produits sidérurgiques d'origine inconnue et les ensembles de production potentiels

Les signatures chimiques des vingt artefacts ou parties d'artefacts caractérisés à l'occasion de la sous-partie 5.4.3. ont été confrontées au référentiel géochimique étendu. La démarche multivariée descriptive a été appliquée en ce sens afin de mettre en évidence d'éventuelles affinités chimiques entre produits sidérurgiques et ensembles de production. Les vingt échantillons ont ainsi été intégrés en tant qu'individus supplémentaires à l'ACP présentée en Figure 340, réalisée sur les quinze variables employées tout au long de ce travail. Rappelons que leur ajout n'influe pas sur la variance du nuage de points initial, ni sur les valeurs des composantes principales.

Les projections de cinq demi-produits (Durrenentzen 1 et 3, Marsal 1, Colmar, ainsi que la partie 2 du demi-produit de Farébersviller) constituent un premier groupe cohérent sur le plan défini par les composantes F1 et F2 (Cf. Figure 343). Quatre autres demi-produits (Marsal 3, Durrenentzen 2, ainsi que les deux parties du demi-produit de Xirocourt), ainsi que le bandage de roue provenant du site d'Eberdingen-Hochdorf (METC113) forment un second *cluster* sur ce plan. Trois bandages de roue champenois (BLB59 et 93, STVH 160), ainsi que le demi-produit Durrenentzen 4, forment, sur les deux plans présentés, un groupe plus dispersé. Les projections sur le plan (F1-F2) sont comprises dans les domaines chimiques du [Barrois], [Sénonais – Pays d'Othe] et [Saint-Dizier – HMA]. La masse brute provenant de l'habitat d'Eberdingen – Hochdorf (METC114) est projetée en périphérie du domaine chimique de la [Forêt Noire]. La masse brute mise au jour sur le site de Velaine-en-Haye (Velaine002) est projetée au sein du domaine chimique de l'ensemble [Gondreville-Velaine].

Les deux plans considérés n'exprimant que 73,69% de la variance totale du nuage de points, nous avons pris le parti de synthétiser et de hiérarchiser l'information portée par les coordonnées des individus sur les six premières composantes de l'ACP (92,47% de la variance totale). Les résultats de la classification présentée en Figure 344 sont synthétisés dans le Tableau 37. La majorité des produits sidérurgiques d'origine inconnue sont attribués à une classe comportant des échantillons appartenant à l'ensemble [Sénonais – Pays d'Othe]. Trois bandages de roue champenois, ainsi que le demi-produit Durrenentzen 4 sont attribués à une classe comportant des scories et minerais associés aux ensembles [Barrois], [Souabe bavaroise] et [Saint-Dizier – HMA]. La masse brute mise au jour sur le site de Velaine-en-Haye est attribuée à la classe composée d'échantillons associés à l'ensemble [Gondreville-Velaine]. La masse brute d'Eberdingen-Hochdorf (METC114) est attribuée à la classe composée par l'intégralité des échantillons associés à l'ensemble [Forêt Noire]. Seul l'ensemble [Bruche] ne constitue, à l'issue de cette première étape, une source potentielle pour aucun produit sidérurgique considéré.

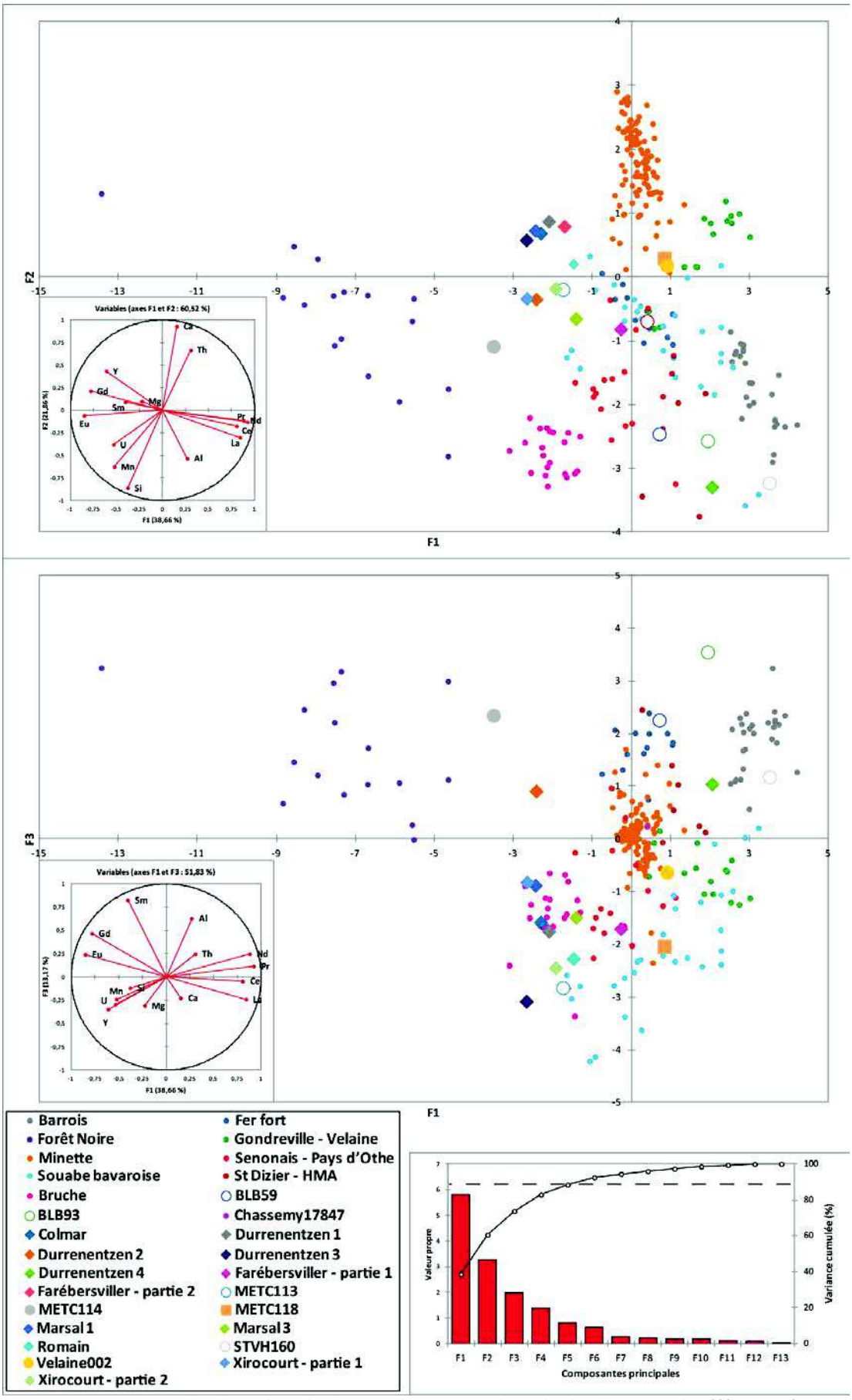


Figure 343 : Projections, sur les deux plans de plus grande variance, des individus du corpus de référence géochimique étendu et des artefacts dont la provenance est questionnée

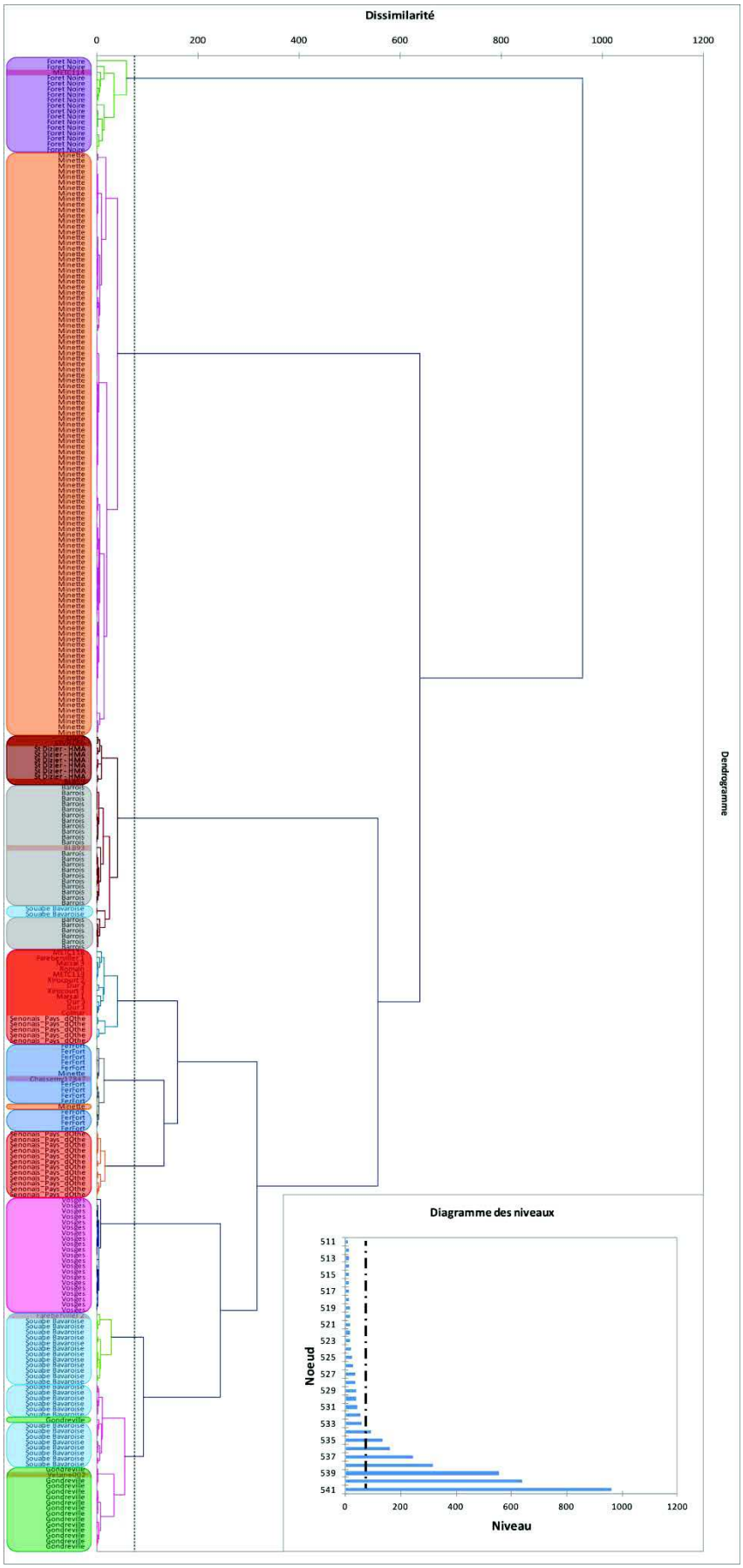


Figure 344 : Classification ascendante hiérarchique réalisée à partir des valeurs, pour les sept premières composantes principales de l'ACP précédente, des individus constituant le corpus de référence étendu et les artefacts questionnés

Site	Echantillon	Barrois	Bruche	Fer Fort	Forêt Noire	Gondreville-Velaine	Minette	Saint-Dizier - HMA	Sénonais - Pays d'Othe	Souabe bavaroise
Eberdingen-Hochdorf	METC113								■	
	METC114				■					
	METC118								■	
Durrenentzen	Dur 1								■	
	Dur 2								■	
	Dur 3								■	
	Dur 4	■						■		■
Colmar - *Gare Marchandises*	Colmar								■	
Marsal	Marsal 1								■	
	Marsal 3								■	
Romain	Romain								■	
Xirocourt	Xirocourt - partie 1								■	
	Xirocourt - partie 2								■	
Farébersviller	Farébersviller - partie 1								■	
	Farébersviller - partie 2									■
Bourcq - *La Bannière*	BLB 59	■						■		■
	BLB93	■						■		■
Somme-Tourbe - *Voie d'Hans*	STVH160	■						■		■
Chassemy	Chassemy17847			■			■			
Velaine-en-Haye	Velaine002					■				■

Tableau 37 : Ensembles de production compatibles chimiquement avec les produits sidérurgiques dont la provenance est questionnée dans le cadre du programme ANR *CIPIA*

La plupart des ensembles de production ne sont pas totalement distingués du reste du référentiel par la classification hiérarchique. Des modèles de régression logistique ont été calculés afin d'isoler successivement chacune des huit sources potentielles des autres ensembles de production constituant le référentiel géochimique.

5.4.4.3. Détermination des sources potentielles de métal par le biais d'analyses discriminantes

Sept produits sidérurgiques comptent, à l'issue de la démarche précédente, plusieurs sources potentielles. Les probabilités d'attribution des artefacts aux ensembles compatibles sont déterminées par les modèles logistiques constitués en isolant successivement chaque source potentielle. Dans un souci de concision, seuls les résultats tirés de l'exploitation du modèle isolant l'ensemble [Sénonais – Pays d'Othe], apparaissant comme une source potentielle pour de nombreux produits sidérurgiques, seront présentés ici en détail[382]. Une synthèse des résultats obtenus pour l'ensemble des modèles sera présentée à l'issue de ce paragraphe.

L'exemple du Sénonais – Pays d'Othe

Douze échantillons ont été considérés, à l'issue de la démarche descriptive initiale, comme chimiquement compatibles avec l'ensemble de production [Sénonais – Pays d'Othe]. Les probabilités d'attribution de ces produits sidérurgiques à l'ensemble de production ont été obtenues au moyen du modèle régressif présenté en Figure 345, calculé à partir des quinze variables employées tout au long de ce travail.

[382] Les résultats détaillés pour les autres ensembles de production sont intégrés aux [annexes].

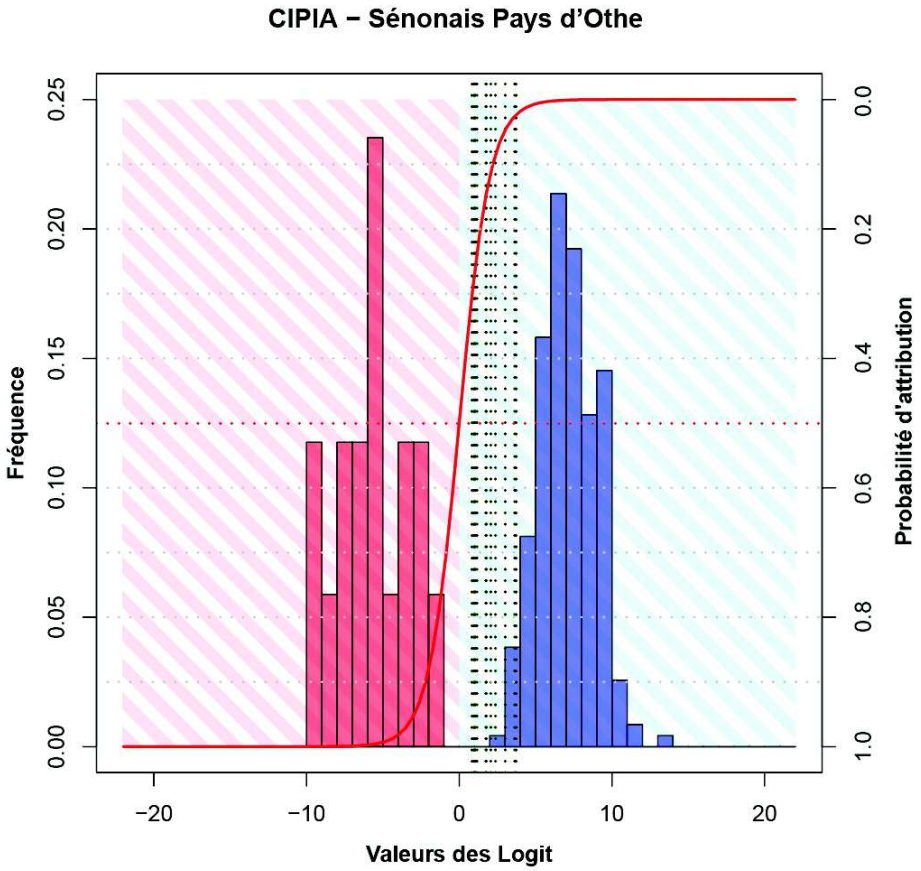


Figure 345 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique étendu, ainsi que des artefacts protohistoriques ; confrontation de l'ensemble du *Sénonais* au reste du corpus de référence

Le modèle régressif élaboré à partir des données du corpus de référence étendu ne permet pas d'attribuer un quelconque artefact à l'ensemble du Sénonais – Pays d'Othe tel que défini dans le cadre de ce travail (Cf. Tableau 38). Le seuil de détermination étant dans ce cas fixé à 0,5, tous les échantillons peuvent être considérés comme non compatibles à l'ensemble géochimique de production considéré.

Catégorie	Echantillon	Probabilité d'attribution des échantillons	Valeur du Logit
Lingot	Dur 1	0,257659615	1,058168486
Lingot	Dur 2	0,30334287	0,831429619
Lingot	Dur 3	0,047011512	3,009210306
Lingot	Colmar	0,144027536	1,782233702
Lingot	Fareberviller 1	0,269611746	0,996593302
Lingot	Marsal 1	0,282451931	0,932331561
Lingot	Marsal 3	0,237847253	1,164518315
Lingot	Romain	0,149144824	1,741324122
Lingot	Xirocourt 1	0,02588359	3,627921619
Lingot	Xirocourt 2	0,112902335	2,061431928
Bandage de roue	METC113	0,023496591	3,727122876
Barre	METC118	0,084855132	2,378136901

Tableau 38 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour les artefacts protohistoriques face à l'ensemble de production du *Sénonais – Pays d'Othe*

Les autres ensembles de production

Une démarche identique a été appliquée pour les sept autres ensembles de production constituant des sources potentielles de métal pour au moins un des échantillons étudiés. Le tableau suivant (Cf. Tableau 39) présente une synthèse des résultats obtenus pour les huit ensembles de production[383]. Rappelons que seuls les ensembles de production définis à l'issue de la démarche précédente comme sources potentielles ont été testés pour chaque produit sidérurgique. La couleur rouge figure les cas pour lesquels l'ensemble peut être exclu en tant que source potentielle. La couleur verte indique un résultat d'attribution positif. La couleur orange indique une non-prédiction.

Tableau 39 : Synthèse des résultats obtenus à l'issue des analyses régressives effectuées sur les sources potentielles de métal pour les produits sidérurgiques étudiés

Quatre ensembles de production sont considérés, à l'issue des analyses multivariées précédentes, comme sources potentielles de métal pour cinq produits sidérurgiques. La masse de métal brut mise au jour sur le site de production primaire de Velaine-en-Haye est attribuée à l'ensemble [Gondreville-Velaine]. La masse de métal provenant de l'habitat d'Eberdingen-Hochdorf est attribuée à l'ensemble de production [Forêt Noire]. La partie 2 du demi-produit de Farébersviller apparaît chimiquement compatible avec l'ensemble [Souabe bavaroise]. Enfin, deux bandages de roue provenant des nécropoles de Bourcq – *La Bannière* et Somme-Tourbe – *Voie d'Hans* paraissent pouvoir être attribués à l'ensemble [Barrois].

[383] Les résultats détaillés sont présentés en Annexe F.

5.4.4.4. Vérification de la compatibilité chimique entre produits sidérurgiques et ensembles de production potentiels

Rappelons que les modèles prédictifs sont contraints par la composition du référentiel de comparaison. Ces méthodes discriminantes sont efficaces pour exclure une hypothèse de provenance. Ce n'est pas le cas pour l'inclusion qui est déduite du corpus d'apprentissage (ici le référentiel géochimique). Un produit sidérurgique chimiquement proche, mais qui n'en est pas issu, peut ainsi être attribué à tort à ce dernier. La signature chimique des produits sidérurgiques attribués à un ensemble de production au terme de la démarche précédente, a ainsi été confrontée au domaine chimique de l'ensemble correspondant. La signature chimique des inclusions de chaque produit sidérurgique, ainsi que celle des fragments de minerai et scories de réduction composant l'ensemble de production le plus probable, a fait l'objet d'une ACP. Une CAH a été appliquée par la suite aux coordonnées des échantillons sur les premières composantes principales. Les résultats de classification obtenus pour chaque ensemble de production sont successivement présentés au fil de ce paragraphe.

L'ensemble [Gondreville-Velaine]

L'Analyse en Composantes Principales est réalisée sur les quinze échantillons constituant l'ensemble de production [Gondreville-Velaine] et six inclusions de scorie de la masse de métal brute Velaine002 (Cf. Figure 346). Les projections des individus de l'ensemble de production sont assez dispersées sur les plans (F1-F2) et (F1-F3). Les inclusions de scorie de la masse brute sont superposées au domaine chimique défini par ces projections.

Les deux plans de plus grande variance n'expriment que 72,06% de la variance totale du nuage de points. Afin de considérer plus d'informations, une Classification Ascendante Hiérarchique a été réalisée sur les six premières composantes de l'Analyse en Composantes Principales (91,71% de la variance totale) (Cf. Figure 347). Les échantillons composant l'ensemble de production sont répartis en deux classes. Les inclusions de scorie de la masse brute Velaine002 sont attribuées à l'une de ces classes. La signature des inclusions est par conséquent intégrée au domaine chimique de l'ensemble de production, projeté dans un espace multivarié. La masse de métal brut Velaine002 peut être considérée, à l'issue de cette ultime étape, comme chimiquement compatible avec l'ensemble de production [Gondreville-Velaine], ce qui concorde bien avec le lien archéologique établi entre le produit métallique et les ateliers de réduction du minerai.

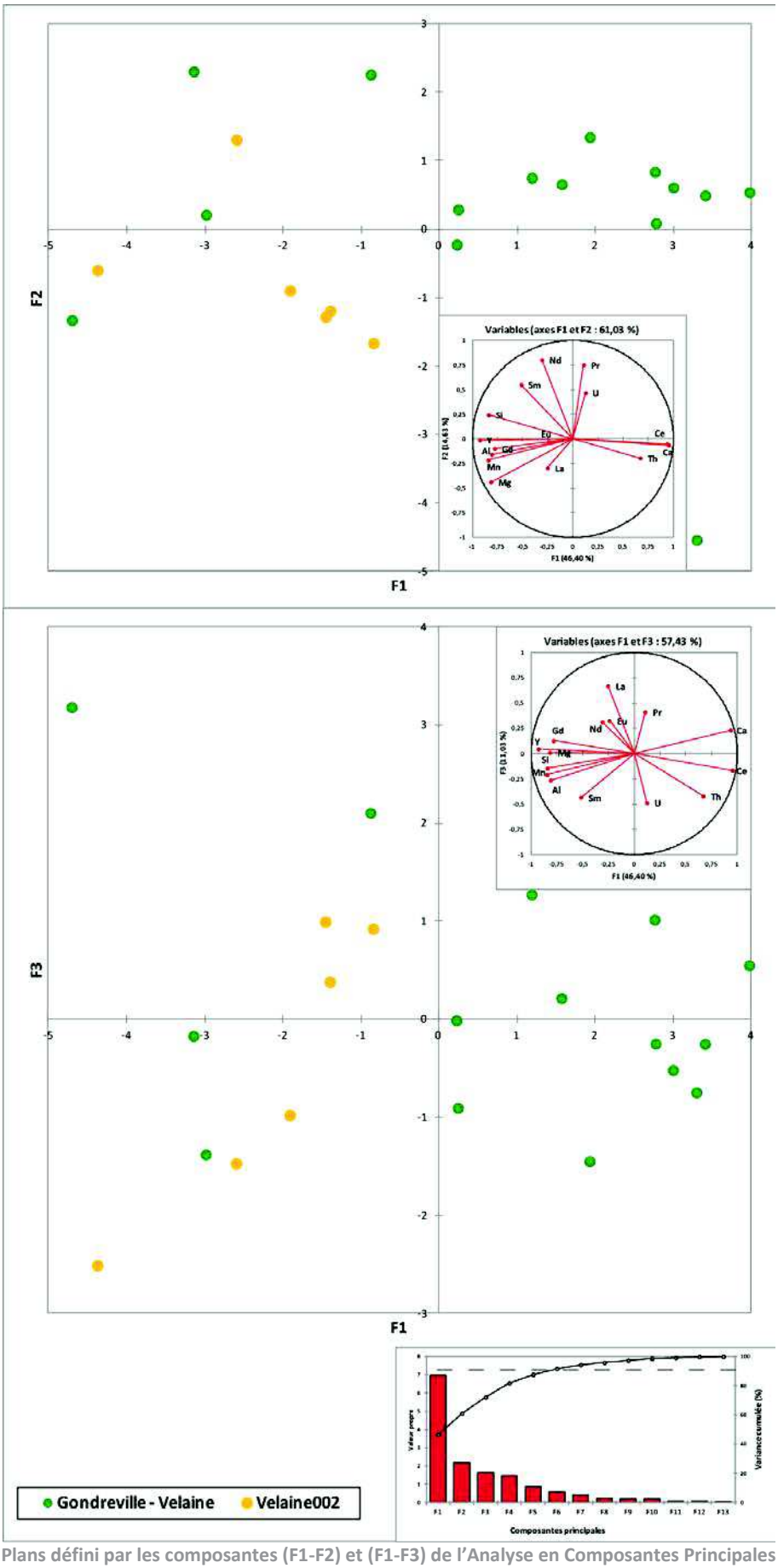


Figure 346 : Plans défini par les composantes (F1-F2) et (F1-F3) de l'Analyse en Composantes Principales réalisée sur l'ensemble de production *Gondreville-Velaine* et la masse de métal brute Velaine002

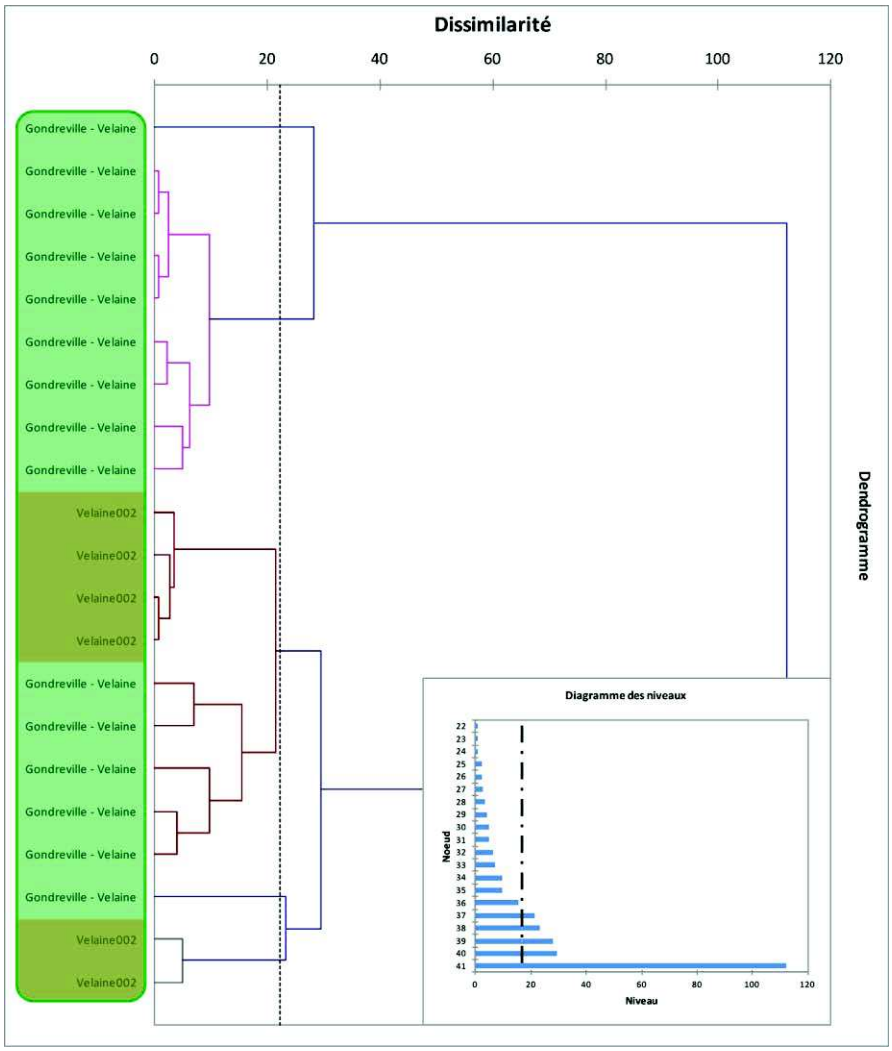


Figure 347 : Classification ascendante hiérarchique réalisée à partir des valeurs, pour les six premières composantes principales de l'ACP, des inclusions de Velaine002 et des échantillons de l'ensemble [Gondreville-Velaine]

L'ensemble [Barrois]

L'Analyse en Composantes Principales est réalisée sur les vingt-sept échantillons constituant l'ensemble de production [Barrois], sept inclusions de scorie du bandage de roue BLB93 et de douze inclusions du bandage de roue STVH 160 (Cf. Figure 348). Les projections des inclusions sont distinguées du domaine chimique de l'ensemble de production sur le plan de plus grande variance (F1-F2). Ce seul résultat suffit à infirmer la compatibilité chimique entre bandages de roue et le [Barrois]. Nous avons toutefois pris le parti de représenter cette distinction par le biais d'une CAH.

La classification a été réalisée sur les coordonnées des échantillons sur les cinq premières composantes de l'ACP (90,08% de la variance totale) (Cf. Figure 349). Les échantillons sont répartis en trois classes principales. La première est composée exclusivement des inclusions de scorie du bandage de roue provenant de la nécropole de Somme-Tourbe. La seconde comporte uniquement les inclusions du bandage mis au jour au sein de la nécropole de Bourcq. La troisième comprend les échantillons composant l'ensemble de production du [Barrois]. Cette dernière étape de description de l'information chimique permet de conclure que le métal de ces deux bandages de roue n'est pas

compatible chimiquement avec l'ensemble de production apparaissant pourtant comme la source la plus probable à l'issue des traitements statistiques précédents.

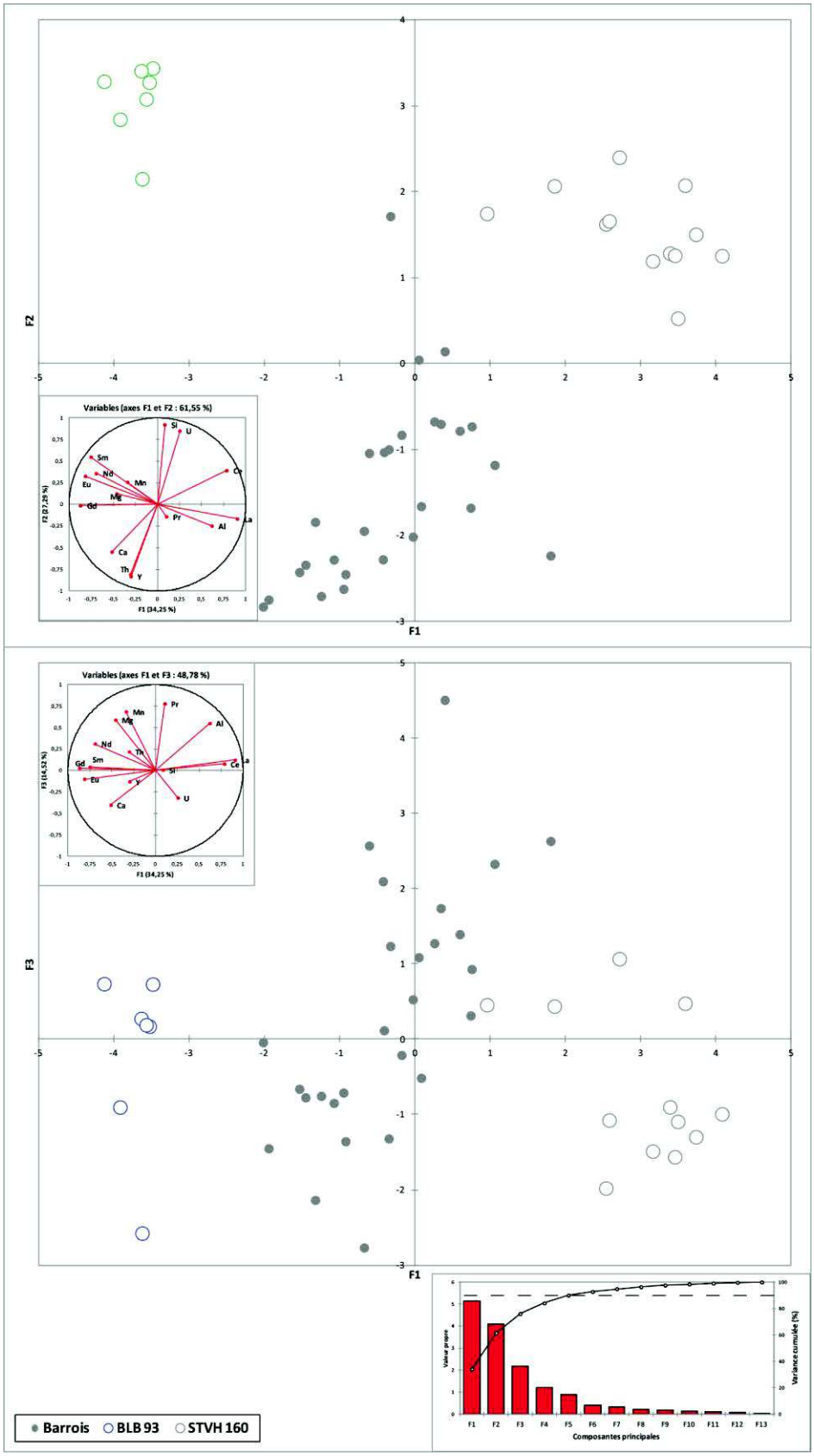


Figure 348 : Plans définis par les composantes (F1-F2) et (F1-F3) de l'Analyse en Composantes Principales réalisée sur l'ensemble de production *Barrois* et les bandages de roue BLB93 et STVH160

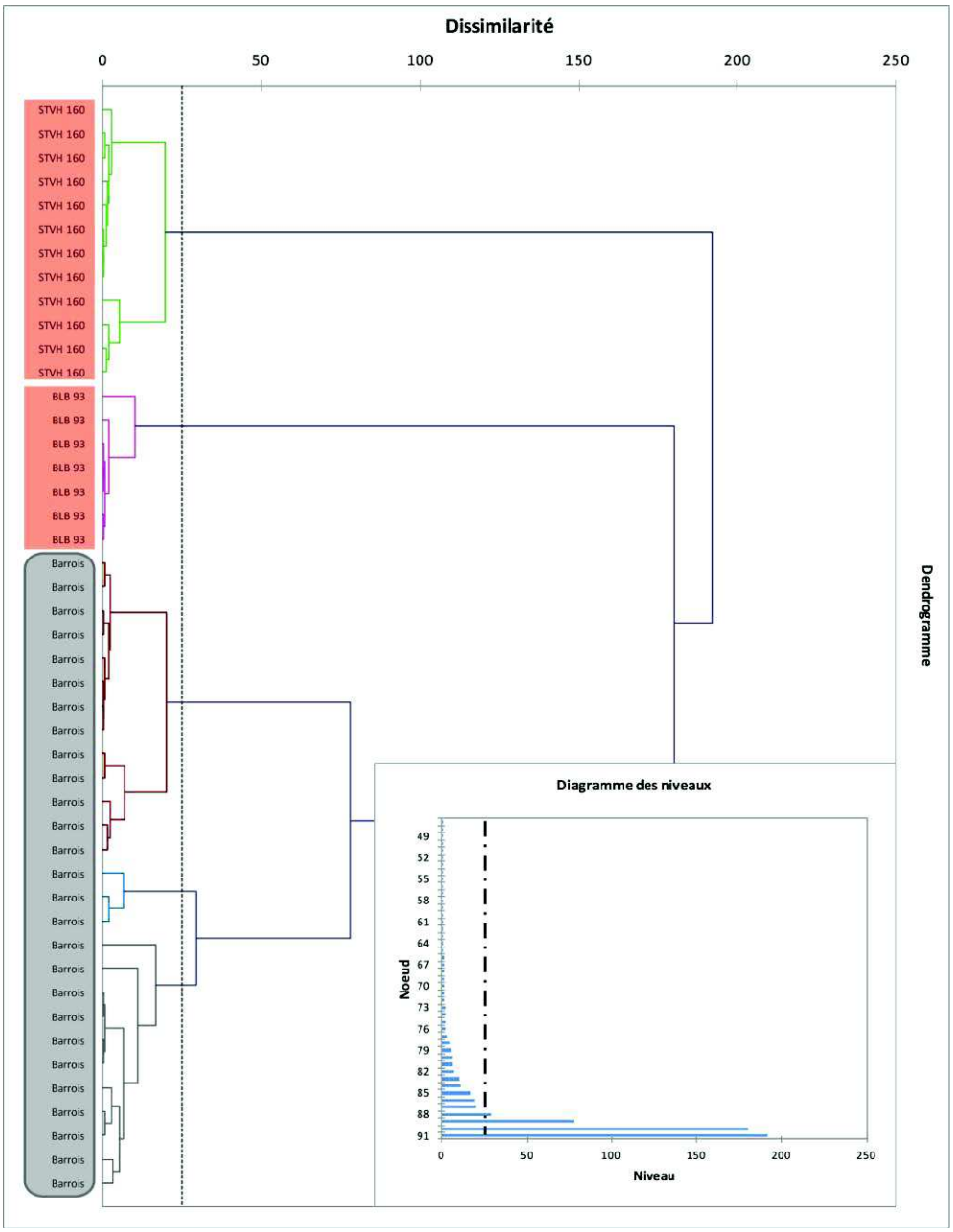


Figure 349 : Classification ascendante hiérarchique réalisée à partir des valeurs, pour les cinq premières composantes principales de l'ACP, des inclusions de BLB93, STVH160 et des échantillons de l'ensemble [Barrois]

L'ensemble [Souabe bavaroise]

L'Analyse en Composantes Principales est réalisée sur les vingt-huit échantillons constituant l'ensemble de production [Souabe bavaroise] et quatre inclusions de scorie de la partie 2 du demi-produit de Farébersviller (Cf. Figure 350). Les projections des échantillons de l'ensemble de production sont dispersées sur les deux plans de plus grande variance, définissant un domaine chimique relativement large. Les inclusions sont situées en bordure de ce domaine.

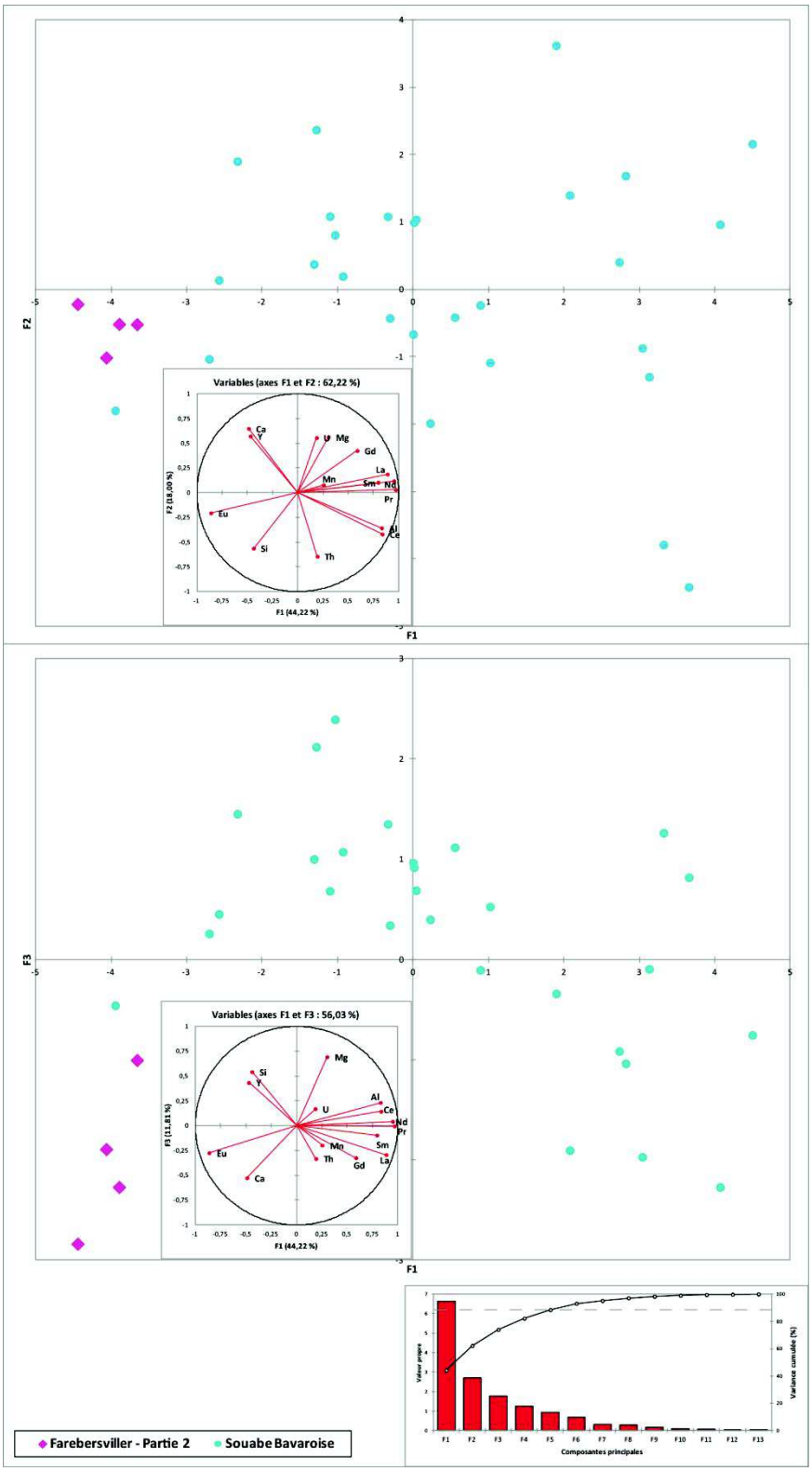


Figure 350 : Plans définis par les composantes (F1-F2) et (F1-F3) de l'Analyse en Composantes Principales réalisée sur l'ensemble de production *Souabe bavaroise* et les inclusions de la partie 2 du demi-produit de Farébersviller

La classification a été réalisée sur les coordonnées des échantillons sur les six premières composantes de l'ACP (93,15% de la variance totale) (Cf. Figure 351). La population est divisée en trois classes principales (premières branches du dendrogramme ; dissimilarité supérieure à 50). Les

inclusions de la partie 2 du demi-produit de Farébersviller sont associées à l'une de ces classes. Le métal constituant cette partie du demi-produit peut être par conséquent considérée comme chimiquement compatible avec l'ensemble de production de la [Souabe bavaroise].

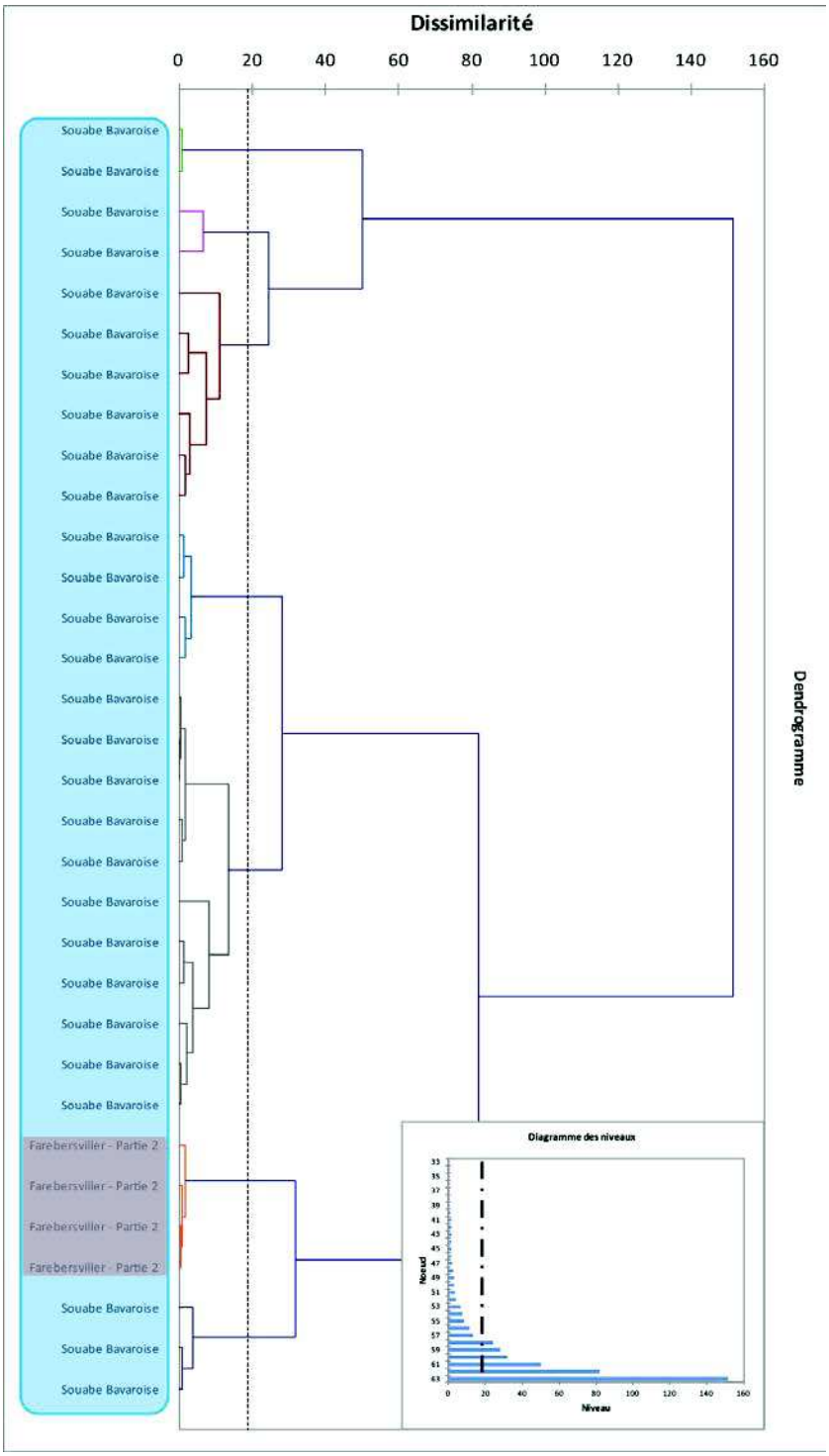


Figure 351 : Classification ascendante hiérarchique réalisée à partir des valeurs, pour les six premières composantes principales de l'ACP, des inclusions de la partie 2 du demi-produit de Farébersviller et des échantillons de l'ensemble [Souabe bavaroise]

L'ensemble [Forêt Noire]

L'Analyse en Composantes Principales est réalisée sur les vingt-huit échantillons constituant l'ensemble de production [Forêt Noire] et six inclusions de scorie de la masse de métal brute METC114 (Cf. Figure 352). Les projections des échantillons de l'ensemble de production sont relativement dispersées sur les deux plans de plus grande variance. Les inclusions de la masse se trouvent en bordure du domaine défini sur le plan (F1-F2), et y sont superposées sur le plan (F1-F3).

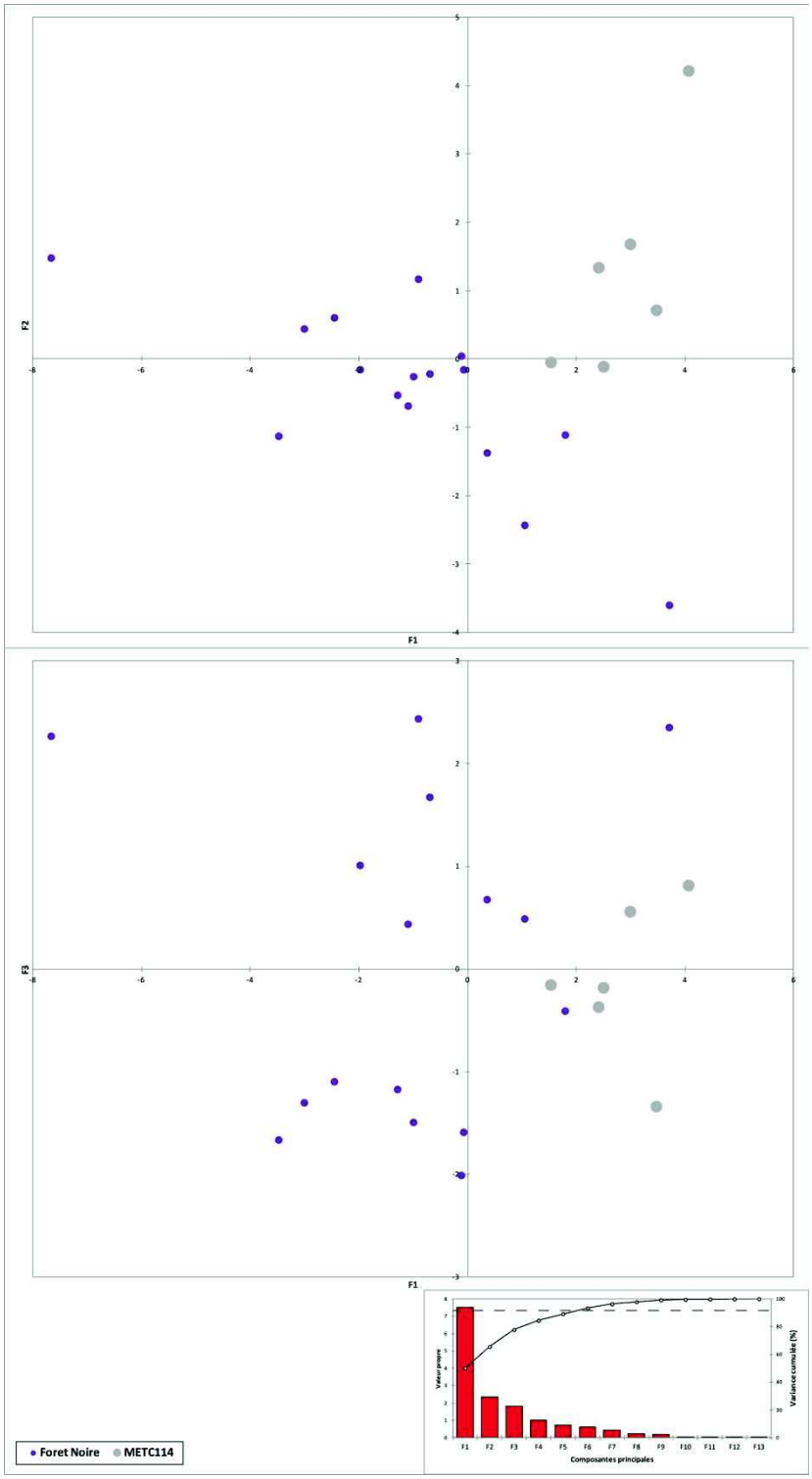


Figure 352 : Plans définis par les composantes (F1-F2) et (F1-F3) de l'Analyse en Composantes Principales réalisée sur l'ensemble de production *Forêt Noire* et les inclusions de la masse de métal brute METC114

La Classification Ascendante Hiérarchique a été réalisée sur les coordonnées des échantillons sur les six premières composantes de l'ACP (93,33% de la variance totale) (Cf. Figure 353). La population est répartie en deux classes majeures (branches 1 et 2). La première (branche 1) comprend uniquement des fragments de minerai et des scories de réduction composant l'ensemble [Forêt Noire]. La seconde classe est elle-même divisée en deux sous-groupes, paraissant relativement similaires à l'échelle de la population considérée, dont l'un (2.1) est composé uniquement d'inclusions de scorie de la masse de métal brut METC114. L'une des inclusions est toutefois attribuée au sous-groupe composé d'échantillons de minerai et de scorie de réduction (2.2). Le sous-groupe 2.2 est plus proche chimiquement du sous-groupe 2.1 que de la branche 2. De plus, une des inclusions de la masse brute est intégrée à ce sous-groupe 2.2. La masse de métal brute se révèle par conséquent chimiquement compatible avec l'ensemble [Forêt Noire].

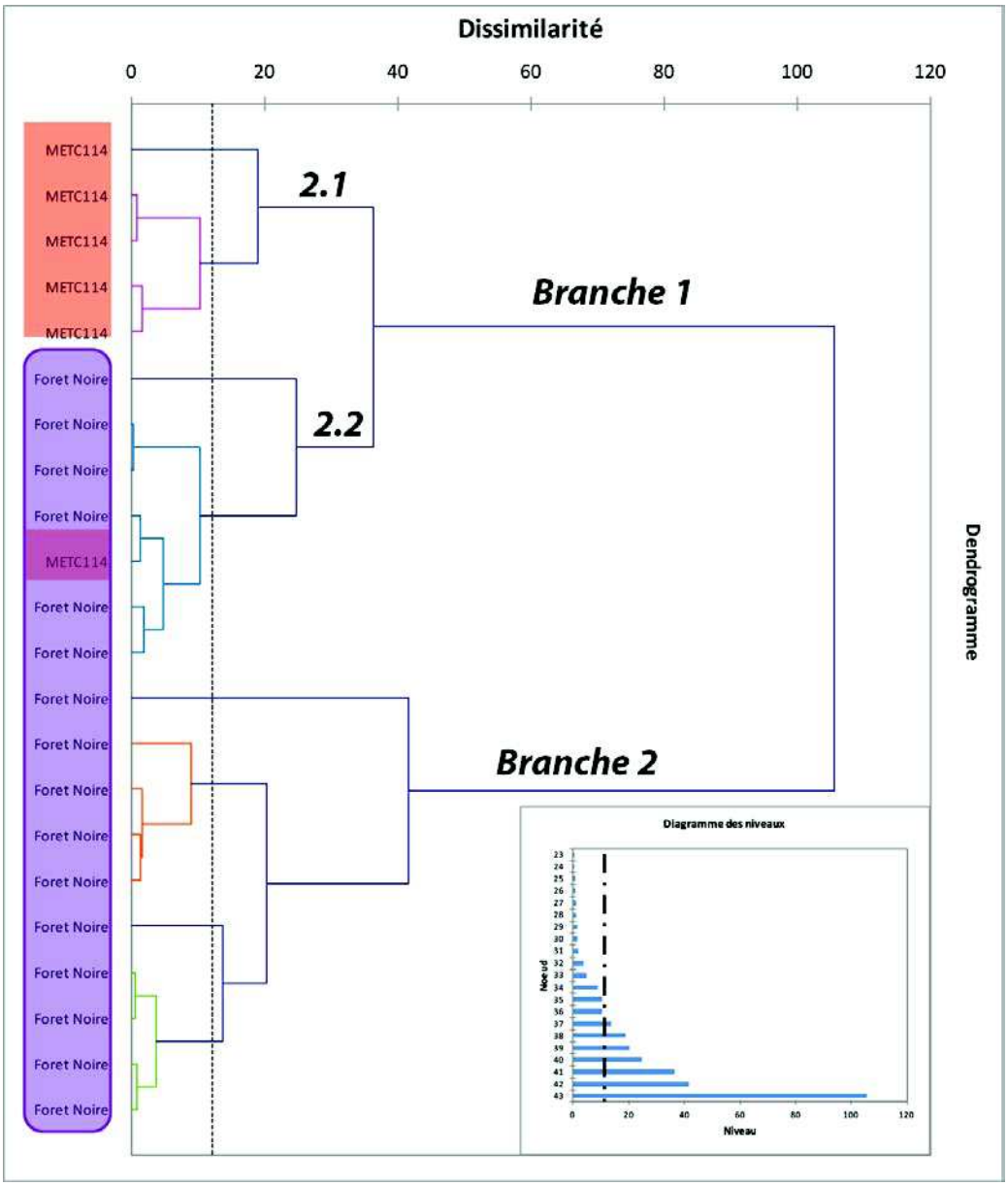


Figure 353 : Classification ascendante hiérarchique réalisée à partir des valeurs, pour les six premières composantes principales de l'ACP, des inclusions de la masse brute METC114 et des échantillons de l'ensemble [Forêt Noire]

5.4.5. Synthèse

Cette étude archéométallurgique et archéométrique, réalisée sur une partie des produits sidérurgiques considérés dans le cadre du programme ANR *CIPIA*, apporte des informations nouvelles sur les modalités de circulation du métal au cours du Hallstatt final et La Tène ancienne. Il est nécessaire de rappeler en premier lieu que plusieurs demi-produits bipyramidés, déposés au sein de plusieurs contextes en Lorraine et Alsace, présentent une signature chimique homogène. Le métal de ces semi-produits provient, selon toute vraisemblance, d'une source commune. Cette dernière n'a pas été identifiée parmi le référentiel géochimique constitué à l'occasion de ce travail (Cf. Tableau 40). Il apparaît nécessaire de caractériser chimiquement d'autres ensembles de production afin d'identifier la source potentielle de métal.
Les examens microscopiques réalisés ont permis de déterminer que plusieurs demi-produits bipyramidés étaient constitués de deux masses de métal soudées, ce qui paraît contraire à une mise en forme répondant aux contraintes liées au travail de masses de métal brut[384]. La caractérisation chimique des inclusions de scorie a permis, dans certains cas, de mettre en évidence des signatures chimiques distinctes entre les deux masses soudées. Ceci suggère que ces demi-produits ont été formés à partir de masses de métal d'origines différentes, ce qui impliquerait une sectorisation plus prononcée de la chaîne opératoire, ainsi qu'une séparation géographique entre lieux de production primaire et lieux de fabrication de semi-produits.

Les résultats obtenus concernant les bandages de roue champenois BLB93 et STVH160 suggèrent une affinité chimique importante avec l'ensemble de production [Barrois]. Seule la confrontation directe de la signature des inclusions au domaine chimique de l'ensemble de production permet d'infirmer la compatibilité dans ce cas. Ce constat est toutefois tributaire de la définition actuelle de ce domaine chimique, dont les frontières peuvent être amenées à évoluer. La similitude chimique observée entre produits sidérurgiques et scories de réduction amène à envisager une autre possibilité. Le fait que le métal semble dans ce cas produit par des systèmes de réduction différant peu, chimiquement, de ceux associés au [Barrois], suggère l'existence de centres de production sidérurgique exploitant un minerai chimiquement proche de celui employé par cet ensemble de production. Ces ateliers de production primaire ont pu s'implanter à proximité de gisements de minerai disponibles en d'autres secteurs de la *cuesta* de la Côte des Bars.

[384] Notamment en termes d'intégrité de la masse en cours de travail. Il s'agit d'éviter la fissuration de celle-ci, ainsi que la perte de quantités importantes de métal (Thouvenin 1984 ; Leroy M. 1997, p. 202).

Echantillon	Etape 1 (ACP + CAH)	Etape 2 (Régression logistique)	Etape 3 (ACP + CAH)	Ensemble de production
METC113	Sénonais - Pays d'Othe	*Aucun*	*Aucun*	***Aucun***
METC114	Forêt Noire	Forêt Noire	Forêt Noire	**Forêt Noire**
METC118	Sénonais - Pays d'Othe	*Aucun*	*Aucun*	***Aucun***
Durrenentzen 1	Sénonais - Pays d'Othe	*Aucun*	*Aucun*	***Aucun***
Durrenentzen 2	Sénonais - Pays d'Othe	*Aucun*	*Aucun*	***Aucun***
Durrenentzen 3	Sénonais - Pays d'Othe	*Aucun*	*Aucun*	***Aucun***
Durrenentzen 4	Barrois ; Saint-Dizier - HMA ; Souabe bavaroise	*Aucun*	*Aucun*	***Aucun***
Colmar	Sénonais - Pays d'Othe	*Aucun*	*Aucun*	***Aucun***
Marsal 1	Sénonais - Pays d'Othe	*Aucun*	*Aucun*	***Aucun***
Marsal 3	Sénonais - Pays d'Othe	*Aucun*	*Aucun*	***Aucun***
Romain	Sénonais - Pays d'Othe	*Aucun*	*Aucun*	***Aucun***
Xirocourt - partie 1	Sénonais - Pays d'Othe	*Aucun*	*Aucun*	***Aucun***
Xirocourt - partie 2	Sénonais - Pays d'Othe	*Aucun*	*Aucun*	***Aucun***
Farébersviller - partie 1	Sénonais - Pays d'Othe	*Aucun*	*Aucun*	***Aucun***
Farébersviller - partie 2	Souabe bavaroise	Souabe bavaroise	Souabe bavaroise	**Souabe bavaroise**
BLB 59	Barrois ; Saint-Dizier - HMA ; Souabe bavaroise	*Aucun*	*Aucun*	***Aucun***
BLB93	Barrois ; Saint-Dizier - HMA ; Souabe bavaroise	Barrois	*Aucun*	***Aucun***
STVH160	Barrois ; Saint-Dizier - HMA ; Souabe bavaroise	Barrois	*Aucun*	***Aucun***
Chassemy17847	Fer fort ; Minette	*Aucun*	*Aucun*	***Aucun***
Velaine002	Gondreville-Velaine ; Souabe Bavaroise	Gondreville-Velaine	Gondreville-Velaine	**Gondreville-Velaine**

Tableau 40 : Synthèse des résultats obtenus par le biais des tests statistiques réalisés successivement en vue de déterminer la provenance de produits sidérurgiques étudiés dans le cadre de l'ANR *CIPIA*

5.5. Bilan des études de provenance réalisées

La méthodologie d'étude, basée sur l'emploi d'analyses statistiques multivariées, développée et vérifiée au cours des chapitres 3 et 4 a été appliquée, à l'occasion de ce chapitre, afin d'évaluer la validité d'hypothèses quant à la provenance de produits sidérurgiques. Quatre contextes d'étude ont été favorisés, en raison de leur potentiel informatif. La détermination de la provenance du métal apporte un éclairage nouveau sur l'organisation des activités sidérurgiques et l'étendue des réseaux d'échange à différentes époques. Les résultats acquis ont pu être, dans certains cas[385], remis en perspective par les contextes économiques et politiques.

L'étude archéométrique réalisée sur la tour de Mutte a bénéficié de la mise en œuvre d'une méthodologie d'étude basée sur le traitement relationnel d'informations morphologiques, techniques, chimiques et spatiales. Les résultats obtenus à l'issue de cette démarche ont permis de déterminer qu'au moins une partie du métal disposé sur le bâtiment au XVe s. provenait d'un centre de production local exploitant le minerai oolithique de l'Aalénien. La position de certains éléments analysés[386] suggère par ailleurs que du métal produit par réduction de ce même minerai a également été mis en œuvre à l'occasion du chantier de construction du XIIIe s. Le traitement combiné d'informations chimiques et spatiales a mis en évidence l'emploi concomitant de métal produit par les filières directe et indirecte. Le XVe s. voyant la diffusion du nouveau procédé en Lorraine, la tour de Mutte constitue une illustration de cette période de transition technique caractérisée par la persistance du procédé de réduction directe.
Rappelons enfin que la tour de Mutte, en sa qualité de beffroi de la ville de Metz, en était la propriété (et non celle de l'évêché). Les sources historiques mentionnent une redevance due par le comte de Bar aux paraiges* messins. Les établissements sidérurgiques des forêts de Briey et de Moyeuvre pourraient constituer la source du métal de réduction directe employé par le chantier de construction du clocher. Cette éventualité sera discutée dans le chapitre 6 de ce mémoire.

Le pont de Dieulouard a été construit au cours de la seconde moitié du 9è s. sur le cours de la Moselle. Plusieurs ateliers sidérurgiques, exploitant la *Minette lorraine* dans le secteur du Plateau de Haye, sont datés de cette même période et constituaient des sources de métal probables pour le chantier de construction. L'étude réalisée a non seulement permis d'infirmer cette première hypothèse, mais également de montrer que le métal des crampons disposés sur le pont ne provenaient d'aucun ensemble de production lorrain identifié à l'heure actuelle. Les résultats obtenus doivent être remis en perspective par les contextes archéologique et historique de ce chantier de construction. Le réemploi d'éléments lapidaires antiques provenant du *vicus* proche de *Scarponna* suggère que des renforts architecturaux aient été récupérés et réutilisés de manière similaire lors de la construction du pont. Nous savons également, par les sources historiques, que le *pagus scarponensis* échoit successivement à plusieurs seigneurs locaux. La chronologie de ces changements est méconnue. Tout au plus savons-nous que ce dernier est intégré au temporel de l'évêque de Verdun en 997. Le métal employé à la construction du pont pourrait trouver sa source dans les terres appartenant au seigneur contrôlant alors comté de *Scarponna.* Ces hypothèses seront rediscutées à l'occasion du chapitre concluant ce travail.

[385] Les agrafes du pont de Dieulouard et les renforts architecturaux de la tour de Mutte.
[386] Deux agrafes ont été prélevées sur les niveaux inférieurs de la tour, édifiés au XIIIe s.

Par l'étude du site de Gondreville – *Forêt communale,* nous souhaitions aborder la question du lien que pouvait entretenir un relais routier gallo-romain avec le terroir environnant. Bien que les indices en faveur d'une activité de production primaire du fer soient ténus dans ce cadre[387], nous souhaitions déterminer si le métal travaillé par l'atelier de forge présentait une affinité chimique avec un ensemble de production local. Seul un fragment de métal informe suggère que du métal produit localement par l'exploitation du minerai de la transition Bajocien-Bathonien pourrait avoir été travaillé. Nous avons par ailleurs émis l'hypothèse selon laquelle le métal travaillé aurait été obtenu par recyclage. Les données archéologiques recueillies sur ce site ne sont toutefois pas suffisantes pour vérifier cette supposition. La situation du site, en bordure d'un axe routier important à l'époque gallo-romaine, amène également à envisager un approvisionnement à longue distance.

L'objectif principal du programme ANR-DFG *CIPIA* est d'apporter un éclairage nouveau quant au rôle joué par les activités de production du fer dans le développement des sociétés de la fin du premier et du début du second âge du Fer. Il s'agit également d'évaluer l'ampleur des réseaux d'échange du métal à ces époques. Le présent travail a été intégré à ce projet en vue de déterminer la provenance de produits sidérurgiques mis au jour dans des contextes de l'est de la France et du sud-ouest de l'Allemagne. Les secteurs de production potentiels sont répartis entre l'Ile-de-France et la Souabe.

Les informations microstructurales et chimiques récoltées au cours de l'étude des demi-produits bipyramidés se sont révélées particulièrement riches. Il a été démontré que plusieurs demi-produits provenant de différents contextes de découvertes en Lorraine et Alsace présentaient une signature chimique homogène. Cette information suggère l'existence d'un centre de production important, à l'origine de la diffusion de ces semi-produits. La caractérisation chimique des demi-produits de Durrenentzen a mis en évidence au moins deux signatures chimiques différentes. Ceci laisse entendre que les demi-produits entreposés là proviennent de plusieurs sources de métal. La mise en évidence de demi-produits composés de deux masses de métal soudées et présentant des signatures chimiques différentes soulève par ailleurs, dans certains cas, la question d'une séparation géographique entre activités de production primaire et fabrication de semi-produits. L'exemple du demi-produit de Farébersviller illustre bien ceci ; alors que la partie 2 est chimiquement compatible avec la Souabe bavaroise, l'origine de la partie 1 reste inconnue.

L'étude de produits sidérurgiques provenant de l'habitat d'Eberdingen-Hochdorf a mis en évidence un lien entre ce dernier et le centre de production du nord de la Forêt-Noire, dans le secteur de Neuenbürg. En effet, une masse de métal brut mise au jour au sein de l'habitat s'avère compatible chimiquement avec l'ensemble de production [Forêt Noire]. Les produits sidérurgiques plus élaborés mis au jour à Eberdingen ne semblent pas, cependant, provenir de cet ensemble.

Les bandages de roue de Bourcq – *La Bannière* et Somme-Tourbe – *Voie d'Hans* ne se révèlent pas compatibles avec l'ensemble de production [Barrois]. Les démarches statistiques multivariées mettent néanmoins une forte affinité chimique en évidence, permettant d'orienter nos questionnements. La source du métal la plus probable dans ce cas serait un centre de production exploitant un minerai similaire à celui présent dans le Barrois. Ce centre pourrait être situé le long de la côte des Bars.

[387] Seuls les sites de La Flye, à Liverdun et de l'hôtel de ville à Villers-lès-Nancy (Leroy, Cabboi 2009) attesteraient d'une activité de ce type.

Les études réalisées mettent également en évidence certaines limites. La plus importante a trait à la définition et à la constitution du référentiel géochimique de comparaison. L'ensemble de production exploitant la *Minette lorraine* apparaît très bien défini, bénéficiant d'un nombre important d'analyses. Par le faible nombre d'échantillons qu'il a été possible d'analyser dans d'autres cas, il apparaît délicat d'affirmer que les limites du domaine chimique de chaque ensemble de production défini à l'heure actuelle ne seront pas amenées à changer à l'occasion de nouvelles analyses. Il est essentiel de garder à l'esprit que les conclusions qu'il est possible de tirer à l'issue de ces études sont ainsi tributaires d'un état de nos connaissances sur les domaines chimiques des différents ensembles de production.

Toutefois, l'application de la méthodologie développée à ces contextes de consommation du métal montre la pertinence de notre approche pour déterminer la compatibilité chimique entre des produits sidérurgiques d'origine inconnue et des sources de métal potentielles. Tout d'abord, la méthodologie appliquée s'avère performante pour distinguer chimiquement les ensembles de production constituant le corpus. En se basant sur cette distinction, il a été possible d'évaluer la probabilité d'attribution d'objets à l'un de ces ensembles, et enfin à vérifier cette attribution par la confrontation directe de la signature chimique des produits au domaine chimique de l'ensemble le plus probable. Les résultats obtenus à travers l'étude de ces quatre contextes de consommation du métal illustrent bien les apports d'une approche archéométrique à la remise en perspective de questionnements archéologiques et historiques ayant trait à la production et la circulation du fer à différentes époques. Les éléments évoqués brièvement au fil de ce court bilan seront, dans le chapitre suivant, repris de manière plus détaillée, et remis en perspective.

Chapitre 6

Définition d'ensembles de production sidérurgique en Lorraine et circulation du métal – bilan et perspectives

Les travaux présentés au cours des chapitres 3 à 5 ont été réalisés en vue d'apporter des éléments de discussion nouveaux, portant sur deux axes de réflexion majeurs de la recherche en paléométallurgie du fer : la caractérisation géochimique d'ensembles de production du métal et la diffusion des produits sidérurgiques. Nous avons considéré, pour ce faire, un cadre géographique bien documenté d'un point de vue archéologique et géochimique : la Lorraine. De précédents travaux de recherches, basés sur des démarches archéologiques, historiques et géochimiques, ont en effet dressé un tableau de la dynamique des activités sidérurgiques anciennes au sein de cet espace géographique (Girardot 1970 ; Leroy 1997 ; Horikoshi 2008). L'examen de ces sources révèle toutefois un déséquilibre entre une Lorraine centrale et septentrionale bien documentée d'un point de vue archéologique et géochimique, et d'autres secteurs connus principalement par le biais de sources historiques. Il s'agissait ainsi, dans le cadre du présent travail, de tenter de combler ces lacunes en réalisant des campagnes de prospection archéologique dans plusieurs secteurs d'intérêt. Les minerais et scories de réduction collectés à l'occasion de ces opérations ont été caractérisés chimiquement afin de dresser un nouveau panorama géochimique des activités sidérurgiques anciennes au sein de l'espace lorrain.

Les ensembles définis au cours du troisième chapitre du présent travail constituent par ailleurs un outil dévolu au traitement de problématiques portant sur les échanges de matériaux. Les ensembles géochimiques, une fois qualifiés spatialement et chronologiquement, aident à répondre à la question primaire « ***d'où*** *provient cet artefact ?* ». La simplicité apparente de cette interrogation ne saurait dissimuler la complexité et la diversité des formes de production, d'échange et d'usage du fer au sein des sociétés anciennes. Les quatre études de provenance réalisées constituent en ce sens autant d'éclairages particuliers sur ces aspects, dont les apports seront ici discutés.

Enfin, les réflexions portant sur le traitement statistique des données géochimiques, qui constituent l'apport principal de ce travail en termes de méthodologie d'étude, seront transposées

dans un cadre plus large afin d'entrevoir les possibilités offertes par l'association de différents moyens de traitement de l'information.

6.1. Vers un nouvel état des connaissances sur les activités sidérurgiques en Lorraine

Les recherches menées en Lorraine sur les activités anciennes de production du fer ont mis en évidence l'exploitation de plusieurs minerais, dont les principaux sont la *Minette lorraine* et un minerai sidérolithique, le *Fer fort* (Leroy M., Casarotto 1995 ; Leroy M. 1997, 2009. L'exploitation d'autres types de minerai a également été mise en évidence par la fouille de sites de production, tels que ceux du *Chêne Saint-Amand* à Saint-Dizier, de la *ZAC de la Roseraie* à Gondreville et de la *ZAC Herbue Chalin* à Velaine-en-Haye. Les secteurs du Plateau de Haye et du Pays-Haut, en Lorraine centrale et septentrionale, étaient de loin les mieux documentés des points de vue archéologique et chimique. D'autres zones géographiques ont fait l'objet d'investigations au cours du présent travail, permettant d'enrichir la documentation existante pour la compréhension de l'organisation de la production au sein de l'espace lorrain.

Nous avons, par le biais de ces opérations de terrain, mis en lumière des zones de production sidérurgique qui n'avaient pas été appréhendées par l'archéologie auparavant. La caractérisation chimique des résidus métallurgiques (minerais et scories), ainsi que les datations radiocarbone effectuées, autorisent une première définition spatiale et chronologique de ces espaces inédits. Par ailleurs, l'étude du référentiel géochimique réalisée dans le chapitre 3 a montré que les relations entre informations géochimiques et spatiales présentent des formes diverses. Cet aspect sera rediscuté ici de manière plus approfondie. Un bilan chronologique sera également présenté à la lumière des dernières datations réalisées. Nous sommes ainsi en mesure, au terme de cette étude, de livrer une perception renouvelée des activités sidérurgiques anciennes en Lorraine, fondée sur la signature chimique des ensembles de production.

Toutefois, le référentiel géochimique constitué ne saurait restituer totalement la diversité géochimique marquant les activités anciennes de production du fer au sein de l'espace lorrain. Les travaux présentés dans ce mémoire, ainsi que des sources documentaires médiévales, suggèrent l'existence d'autres ensembles géochimiques de production. Il est nécessaire d'intégrer ce caractère lacunaire à toute réflexion visant à la reconstitution de circuits d'échange du fer aux époques anciennes. L'obtention de résultats négatifs au terme d'une étude de provenance ne permet pas, dans ce cadre, d'exclure un espace géographique en tant que source potentielle de métal. Ils permettent cependant d'affiner notre perception de la circulation des matériaux en identifiant les ensembles de production (et partant les secteurs de production associés à ces ensembles) dont ne sont pas issus les produits métallurgiques.

6.1.1. Une adéquation entre localisation géographique des sites de production et signature chimique ?

Lorsque la question de l'organisation des activités de production primaire est abordée, les ateliers sont généralement regroupés en entités géographiques (et éventuellement chronologiques), les « districts » sidérurgiques ou espaces de production. Nous avons cherché, au cours du chapitre 3 de ce manuscrit, à qualifier la relation entre informations spatiales et géochimiques. Plus précisément, notre objectif était de déterminer si un secteur de production pouvait être caractérisé par une signature chimique spécifique. A la lumière des résultats obtenus, ainsi que de précédents travaux, cette relation s'avère complexe et ne peut être décrite par un modèle simple.

Il apparaît, dans la majorité des cas, que les ateliers de production primaire s'implantent à proximité des gisements de minerai. Il a été établi, par la synthèse bibliographique réalisée dans partie 1.4 et les résultats traités dans le chapitre 3, que la signature chimique du minerai exerce la plus forte influence sur celle des systèmes de réduction. Par conséquent, des ateliers situés à proximité d'un même gisement de minerai devraient être caractérisés par des signatures chimiques proches, voire identiques. Un district sidérurgique serait, dans ce cas, caractérisé par une signature chimique spécifique.

Ce modèle doit cependant être nuancé par les travaux effectués dans le cadre du programme sur la sidérurgie ancienne en Lorraine, ainsi que les résultats présentés dans le chapitre 3 de ce mémoire. Certains secteurs[388] situés le long de la *cuesta* bajocienne sont caractérisés par la disponibilité de deux minerais, la *Minette lorraine* et le *Fer fort*. Bien que l'exploitation du premier semble avoir été privilégiée, le second n'a pas été ignoré, notamment au cours de la période antique. A moins de deux kilomètres des sites d'extraction et de réduction de *Fer fort* du *Bois d'Haoüy* à Hussigny-Godbrange, l'ensemble des sites de la *Fontaine-Saint-Georges* attestent de l'exploitation du minerai oolithique aalénien. A quatre kilomètres à l'est du *Bois de Butte* (Audun-le-Tiche), les indices métallurgiques repérés dans la vallée de la Kahler, à Ottange, sont également liés à la réduction de la *Minette lorraine.* Une situation similaire est observable pour le Plateau de Haye. Les sites de production primaire de Gondreville – *ZAC de la Roseraie* et Velaine – *ZAC Herbue Chalin* se trouvent localisés dans ce secteur au sein duquel la très grande majorité des ateliers sidérurgiques ont employé la *Minette lorraine* (Leroy M. 2009). Toutefois, l'étude archéométallurgique et la caractérisation chimique effectuée sur les fragments de minerai et les scories de réduction ont mis en évidence l'utilisation d'un autre minerai. Il s'agit en l'occurrence d'indurations ferrugineuses situées à la transition entre étages bajocien et bathonien. Dans ces secteurs, des ateliers géographiquement proches, constituant un espace de production, sont par conséquent caractérisés par deux signatures chimiques distinctes.

Les scories provenant des deux groupes d'ateliers de production du *Chêne Saint-Amand* à Saint-Dizier présentent des signatures chimiques différentes, bien qu'ils ne soient distants que de quelques centaines de mètres. De manière plus précise, il semble que le minerai valanginien ait été exploité dans les deux contextes (Leroy M., Merluzzo 1998). Des différences de composition chimique sont toutefois observables entre les fragments de minerai archéologique associés à l'un ou

[388] Et plus particulièrement le nord et le sud du Pays-Haut.

l'autre ensemble d'ateliers[389]. Cette distinction pourrait être causée par le recours à des stratégies minéralurgiques distinctes, privilégiant selon les cas la réduction de blocs de minerai valanginien présentant des faciès pétrographiques différents[390]. Les modalités d'acquisition du minerai pourraient également être à l'origine de cette divergence ; les fouilleurs ont relevé que, dans ce contexte, le minerai pouvait être extrait directement d'affleurements situés à proximité des ateliers, ou collectés dans le lit de la Marne toute proche. Des processus d'altération postdiagénétiques pourraient ainsi également être à l'origine de la différence de signature observée entre les deux sites.

Enfin, plusieurs cas de transport de minerai sur des distances parfois importantes (plusieurs dizaines de kilomètres) sont attestés[391]. L'amas de scories du *Champré* à Dombras (interfluve entre Othain et Loison) pourrait également constituer un cas de transport du minerai. Rappelons que les données collectées pour l'heure dans ce secteur sont insuffisantes pour comparer la signature chimique du minerai local (en l'occurrence lié à l'étage callovien) et celle des scories de réduction. Nous avons mis en évidence, dans la sous-partie 3.2.3, une similitude de composition chimique entre les scories du *Champré* et les marqueurs géochimiques de l'ensemble de production de la *Minette.* Les affleurements les plus proches de minerai oolithique aalénien se trouveraient dans ce cas dans la vallée de la Chiers, à une dizaine de kilomètres au nord du site. Dans le cas du *Champré*, la signature chimique caractéristique de l'atelier sidérurgique ne correspondrait ainsi pas à celle du minerai affleurant localement, à savoir le minerai callovien.

Les quelques cas de figure évoqués suggèrent que les informations spatiales et chimiques caractérisant les activités de production primaire ne sont pas liées de manière exclusive. Plusieurs ensembles géochimiques peuvent être représentés au sein d'un même espace de production, tandis que plusieurs espaces distincts peuvent être attribués au même ensemble géochimique. Il est nécessaire de mettre ces sources d'information en adéquation avec le questionnement archéologique ou historique considéré. Etablir une compatibilité chimique entre un produit sidérurgique et un ensemble géochimique consiste ainsi à définir un ou plusieurs centres de production (en tant qu'entités spatiales) comme sources du métal. Ces espaces, dont les activités sont caractérisées d'un point de vue chronologique, sont insérés par ailleurs dans des modèles d'organisation de la production, comme c'est le cas pour la Lorraine (Leroy M. 1997, 2005, 2009 ; Leroy M. *et al.* 2000a, 2007, à paraître). Bénéficiant de ces informations, la compatibilité chimique entre produits sidérurgiques en contexte de consommation et ensembles de production participe à la restitution des circuits d'échange de matériaux.

[389] Le premier étant daté du VIIIe s., le second des XIe - XIIe s.

[390] Les auteurs précisent que plusieurs faciès texturaux sont observables parmi les fragments de minerai collectés. Certains blocs présentent ainsi une texture essentiellement oolithique, tandis que d'autres contiennent des fragments de géodes en quantités plus ou moins importantes (Leroy M., Merluzzo 1998, p. 50).

[391] Citons l'exemple de l'atelier du *Latté* à Oulches, pour lequel l'utilisation du minerai de Chaillac, dont les affleurements sont distants d'une quinzaine de kilomètres, a été démontrée (Dieudonné-Glad 2000, p. 66). La *Minette* est également transportée sur une distance comparable dans certains cas (Leroy M. *et al.* 2007 ; Leroy M. 2009).

6.1.2. Les activités de production du fer en Lorraine : une perception chronologique renouvelée

Les travaux menés dans le cadre du programme de recherche sur la sidérurgie ancienne en Lorraine ont mis en évidence un développement important des activités métallurgiques au Moyen Age, initié dès la période altomédiévale (Leroy M. 1997, 2009). Les sites de production les plus importants connus à ce jour en termes de volume de production, pour cette période, sont par ailleurs concentrés dans la région nancéenne[392].

Une partie des sites prospectés dans le cadre de cette thèse ont bénéficié de datations (Cf. Figure 354). Celles-ci concernent les secteurs du Barrois et de la vallée de la Bruche (site de Saales – *Sapin Dessus)*. Deux datations radiocarbone[393] effectuées sur des amas de scories du bois de Tréveray suggèrent une activité sidérurgique s'étant déroulée au cours de l'extrême fin l'Antiquité tardive ou du début du haut Moyen Age.

La datation des amas de scories du site de Saales – *Sapin-Dessus* (Vosges moyennes) évoque quant à elle une activité s'étant déroulée durant la seconde moitié du VIIe, ou au cours du VIIIe s. ap. J.-C. Cette date fait de ce site l'occurrence la plus ancienne d'atelier métallurgique attesté archéologiquement[394] à ce jour pour le massif vosgien[395].

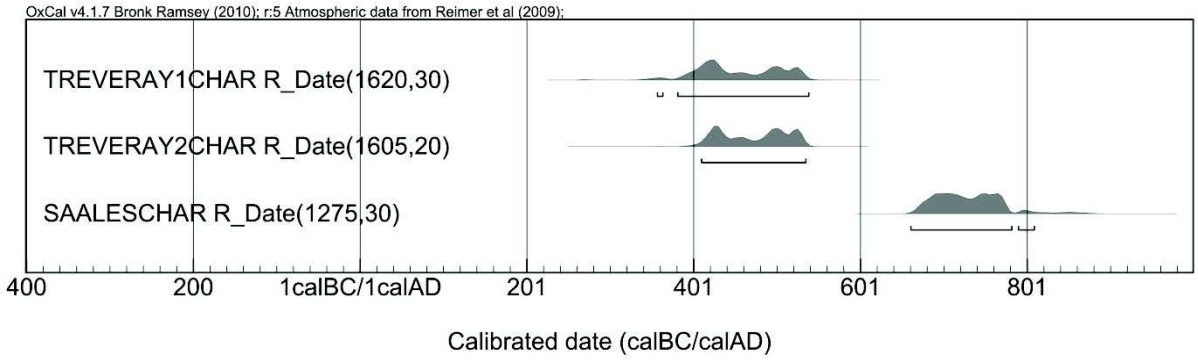


Figure 354 : Résultats, en âge calendaire calibré, des datations effectuées sur le ferrier St. 516 (TREVERAY1) et le ferrier 2 (TREVERAY 2) du bois de Tréveray, ainsi que sur le ferrier 2 de Sapin-Dessus (Saales)

[392] Il s'agit principalement des sites de Messein – *Les Noires Terres*, Chavigny – *La Crassière* et Ludres – *Village.*

[393] Les charbons proviennent de l'amas de scories St.516 (1605 B.P., ± 20) et du Ferrier 2 (1620 B.P., ± 30) du bois de Tréveray. Les dates livrées sont contemporaines.

[394] Des études paléoenvironnementales (étude des paléopollutions au plomb) ont également été entreprises sur deux tourbières vosgiennes, afin de mettre en évidence d'éventuelles activités métallurgiques précoces au sein du massif (Forel *et al.* 2010). Les analyses effectuées suggèrent un début de l'activité métallurgique (à tout le moins en ce qui concerne la métallurgie plomb/argent) autour de l'an Mil, en adéquation avec les données archéologiques disponibles.

[395] Denis Leypold mentionne les observations de Jean-Jacques Hatt, effectuées à l'occasion de l'aménagement d'un village de vacances dans la commune de Saales au cours des années 1970. Selon ce dernier, le terrassement aurait mis au jour deux structures de combustion interprétées comme étant des bas fourneaux, associés à du mobilier antique, notamment de la céramique sigillée. La description reste toutefois trop vague pour attester de la contemporanéité des structures métallurgiques et du mobilier gallo-romain. D'autre part, les sites métallurgiques les plus anciens (dont la datation est assurée) sont liés à l'exploitation de galène argentifère sur le massif de l'*Altenberg*. Il s'agit dans ce cas d'activités s'étant déroulées au cours des Xe - XIe s. (Fluck *et al.* 2012)

Ces informations nouvelles, s'ajoutant aux informations dont nous disposions auparavant (Leroy M. 2009), permettent de brosser un tableau chronologique actualisé des activités paléosidérurgiques en Lorraine présenté en fonction des ensembles de production définis. Ce dernier est figuré par la frise chronologique (Cf. Figure 355).

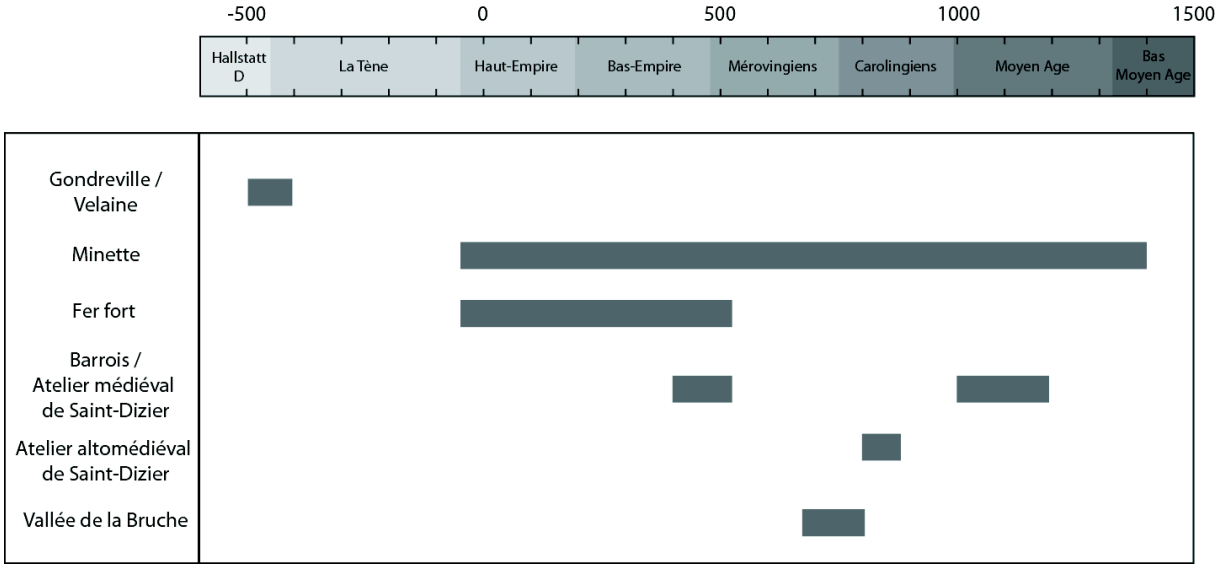


Figure 355 : Chronologie, d'après les sources archéologiques, des ensembles géochimiques de production définis au sein de l'espace lorrain et ses marges

Les indices les plus anciens d'activités de réduction au sein de l'espace lorrain sont situés dans le massif de Haye et sont datés du Hallstatt final. Ces activités sont qualifiées géochimiquement par un seul ensemble, celui de [Gondreville-Velaine]. Les indices d'activités de production primaire liés à la période antique sont relativement rares en Lorraine (Leroy M. 2009). Notons que la datation des sites de cette période est assez vague, la quasi-totalité des gisements n'étant connus que par le biais de prospection. Toutefois les sites pouvant être attribués à cette période sont associés aux ensembles *Minette* et *Fer fort*. Les datations réalisées dans le cadre du travail de thèse montrent que la Lorraine centrale et septentrionale n'est pas le seul secteur géographique à avoir connu une activité sidérurgique au cours du haut Moyen Age. Le Barrois, ainsi que la vallée de la Bruche, ont également vu se développer des activités de production du fer à cette période. Le recoupement des sources archéologiques et historiques laisse entendre que la période médiévale voit un développement important du travail du fer, et ce en plusieurs secteurs de l'espace lorrain. Il s'agit notamment de la Lorraine centrale et septentrionale, où seule la *Minette lorraine* semble avoir été exploitée. Les sources historiques mentionnent également le développement d'activités sidérurgiques, plus particulièrement dans le sud de la Meuse[396] et la façade lorraine des Vosges[397].

Le constat le plus marquant de cette mise à jour est la dispersion spatiale des activités de production paléosidérurgiques à l'époque altomédiévale. La majorité des ateliers de production du fer recensés jusqu'alors en Lorraine étaient datés du Moyen Age, particulièrement le long des Côtes de Moselle. Les datations effectuées dans le cadre de ce travail montrent que des activités de réduction du fer se sont déroulées au cours de la période mérovingienne dans le Barrois ainsi qu'au

[396] Par la concession, à des abbayes locales, de droits d'extraction du minerai de fer (Girardot 1970, p. 13).

[397] Plus particulièrement sur les terres du comté de Salm. L'exploitation du minerai de fer dans ce secteur est surtout renseignée par les querelles ayant cours entre seigneurs laïcs et ecclésiastiques. La première impliquait le comte de Salm Henri IV à l'abbaye de Senones, celui-là ayant établi en 1255 des forges sur les terres des moines. La seconde opposait le Duc de Lorraine aux bénédictins de l'abbaye de Remiremont (Horikoshi 2008, p. 76-81).

sein des Vosges centrales. Les données nouvelles confirment l'importance relative des périodes mérovingienne et carolingienne en termes de production sidérurgique pour l'espace lorrain et ses marges.

6.1.3. Une perception encore lacunaire de la diversité géochimique de la production du fer en Lorraine

Le travail réalisé a permis la définition de six ensembles géochimiques de production au sein de l'espace lorrain. Parmi les données traitées, deux ensembles sont totalement inédits : [Gondreville-Velaine] et la vallée de la Bruche. Les caractéristiques chimiques des sites mis en évidence dans le Barrois, pour lesquels un lien a pu être établi avec l'un des ensembles d'ateliers de Saint-Dizier, permettent également d'enrichir notre perception de la diversité géochimique liée aux activités paléosidérurgiques. Ce constat amène immanquablement à s'interroger sur son ampleur effective. Certains secteurs de production sont aujourd'hui bien documentés archéologiquement (particulièrement le long de la vallée de la Moselle). Ceci est dû principalement à l'activité des acteurs spécialisés dans la recherche en paléosidérurgie, mais également à l'aménagement du territoire, bien plus dynamique au sein d'un espace compris entre Nancy et Thionville, engendrant un nombre plus important d'opérations archéologiques préventives. D'autres zones nécessiteront à l'avenir la réalisation de campagnes de prospection thématique dans le but de préciser l'importance relative des activités sidérurgiques par rapport aux zones mieux documentées.

Parmi ces secteurs d'intérêt, les efforts de collecte d'information doivent se tourner vers le versant lorrain des Vosges, sur les domaines ayant appartenu aux ducs de Lorraine, ainsi qu'aux comtes de Salm. Nous savons que le duc Mathieu II a accordé des privilèges à des mineurs en 1250, afin qu'ils mettent en valeur les ressources ferrifères du Val de Galilée[398]. Par ailleurs, la présence de gîtes ferrifères sur le massif du Framont (Grandfontaine, Bas-Rhin) et du Donon a, selon les sources médiévales, motivé l'installation de « forges » par Henri IV de Salm. Des activités de production primaire du fer se seraient ainsi déroulées là au XIIIe s. La proximité relative, dans les deux cas[399], du site de *Sapin-Dessus* (Saales, Bas-Rhin), amène à se demander si les activités de production sidérurgiques, au sein de ces deux secteurs, sont marquées d'une signature chimique similaire[400]. De la même manière, d'autres secteurs d'intérêt tels que le nord de la Meuse bénéficient d'arguments archéologiques et historiques[401] encourageant la collecte de nouvelles données de terrain. De manière plus générale, les inventaires des ressources métallifères lorraines réalisés notamment par les ingénieurs des mines, à la fin du XIXe s. et au début du XXe s., révèlent la présence de gisements ferrifères en diverses parties de la Lorraine, constituant autant d'ensembles géochimiques potentiels.

[398] Cette ancienne appellation semble désigner en réalité plusieurs vallons situés entre Saint-Dié (Vosges) et le col de Sainte-Marie-aux-Mines. Cet espace comprend notamment la commune de la Croix-aux-Mines.
[399] Grandfontaine est située à une quinzaine de kilomètres au nord de Saales ; le Val de Galilée à moins d'une dizaine de kilomètres au sud.
[400] Au demeurant fort caractéristique, compte tenu des teneurs très importantes en uranium qui caractérisent les scories de réduction.
[401] Notamment l'implantation d'une abbaye cistercienne à Châtillon en 1140. La présence de minerai de fer a pu constituer l'une des raisons de cette fondation. Les sources historiques attestent de l'exploitation de minerai local par l'abbaye au moins dès le XIIIe s. (Girardot 1970).

Le caractère lacunaire du référentiel de comparaison doit être intégré par ailleurs dans toute réflexion ayant trait à des problématiques de provenance de matériaux. Un résultat négatif dans notre cas ne permet pas de conclure que le produit sidérurgique questionné ait une origine extralocale ou extrarégionale ; il implique également l'éventualité que le métal soit bien produit localement, mais dans un contexte de production dont la signature chimique n'a pas encore été caractérisée. Les résultats obtenus quant à la provenance des bandages de roue de Bourcq – *La Bannière* (BLB93) et Somme-Tourbe – *Voie d'Hans* (STVH160) est, à notre sens, particulièrement révélateur de cet état de fait. Ces produits sidérurgiques ont été définis, à l'issue des deux premières étapes de la démarche statistique employée[402], comme chimiquement compatibles avec l'ensemble de production [Barrois]. Cette hypothèse a été infirmée, à l'issue de la troisième étape de notre raisonnement, par la comparaison directe entre le domaine chimique de l'ensemble de production et la signature chimique des produits sidérurgiques. Ces résultats révèlent que les bandages de roue ne sont pas compatibles avec le domaine chimique du [Barrois], mais également qu'ils en sont proches. Ceci nous amène à penser que le métal est issu, dans ce cas, d'un ensemble géochimique similaire au [Barrois]. Nous envisageons ainsi des sources d'approvisionnement en métal exploitant un minerai apparenté au minerai valanginien, peut-être dans un secteur géographique à situer plus au nord, le long de la *cuesta* tithonienne (côte des Bars), dont le Barrois constitue l'extrémité méridionale.

[402] Rappelons que la première a pour but de déterminer, par l'emploi d'une ACP et d'une CAH, une éventuelle similitude chimique entre les produits sidérurgiques et une partie du référentiel géochimique ; la seconde, basée sur une approche discriminante et inférentielle, a pour but d'isoler l'ensemble de production défini comme source de métal la plus probable, et de déterminer la probabilité d'attribution des produits sidérurgiques à cet ensemble.

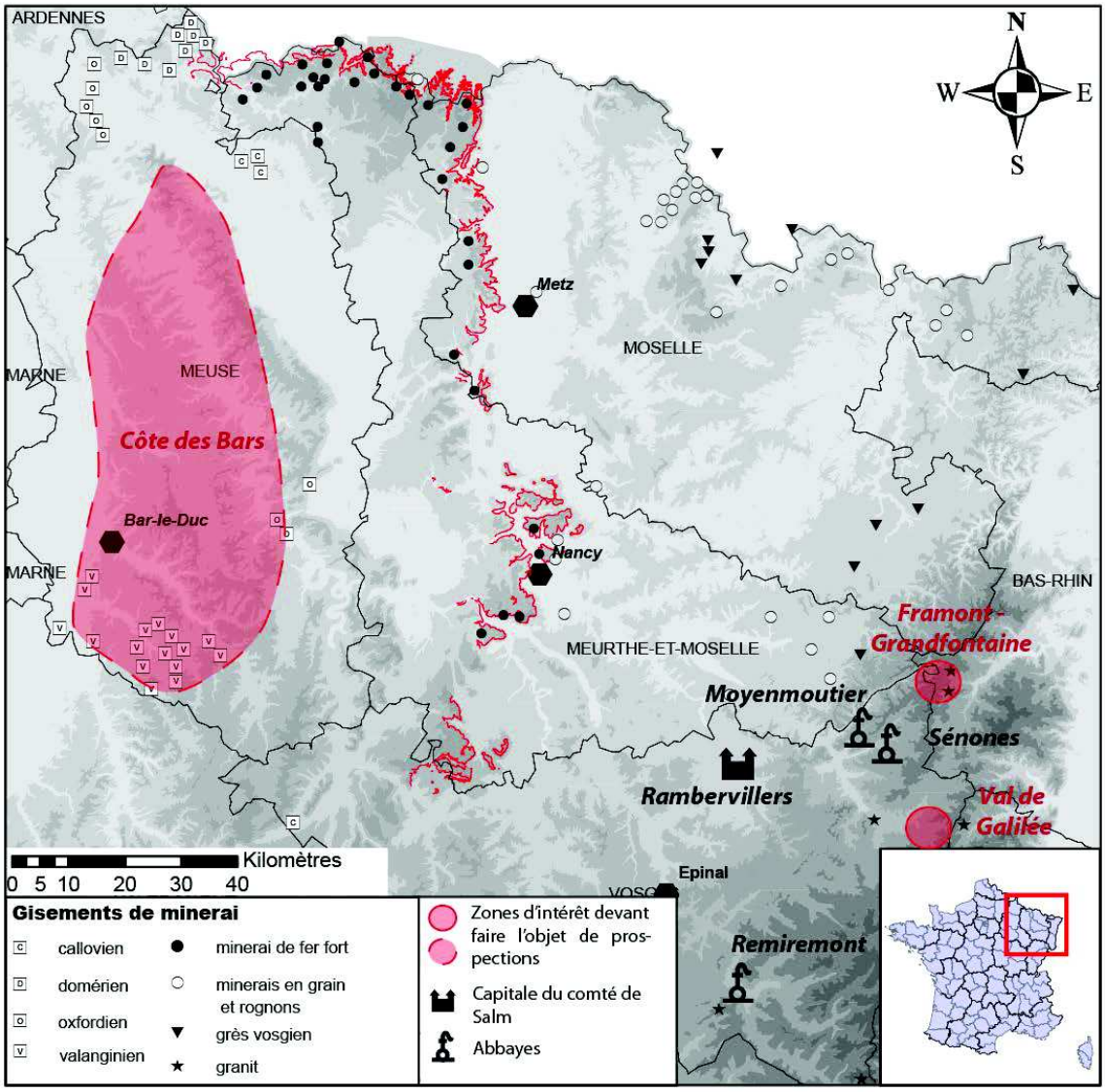


Figure 356 : Localisation de zones d'intérêt devant faire l'objet de prospections archéologiques

Les zones que nous venons d'évoquer devraient ainsi faire l'objet de prospections archéologiques (Cf. Figure 356) afin de préciser les bornes chronologiques des ensembles géochimiques de production, ainsi que l'importance relative de ces derniers par le biais du nombre de sites repérés et le volume apparent des éventuels amas de scorie. Cette démarche permettrait potentiellement de mettre en évidence de nouveaux ensembles.

6.1.4. *L'ensemble géochimique de production, un outil employé dans un cadre de réflexion plus large : les échanges de matériaux*

La caractérisation et l'évolution des formes d'organisation de la production du fer aux périodes anciennes ont fait l'objet de plusieurs travaux, de support historique et/ou archéologique (Gille, 1968 ; Dunikowski, Cabboi 1995 ; Cabboi *et al.* 2007 ; Bauvais 2007), et notamment en Lorraine (Leroy M. *et al.* 2000 ; Horikoshi 2008 ; Leroy M., Cabboi 2009). Ces études permettent une meilleure

appréhension de l'artisan sidérurgiste, de son statut et de son cadre d'activité, ainsi que de la place que tient le travail du fer dans la société à différentes époques. L'étude réalisée se propose d'apporter sur ce sujet un nouvel éclairage, en définissant les acteurs, les objets et les modalités d'échange du fer. La question des débouchés de la production des ateliers peut être abordée de façon efficiente par l'approche archéométrique, en établissant un lien entre contextes de production et de consommation. Nous nous efforcerons ainsi, au fil des discussions à suivre, de mettre en perspective les résultats obtenus à l'occasion du chapitre 5, en les confrontant aux informations historiques et archéologiques dont nous disposons à propos des contextes de production et de consommation du métal au sein de l'espace lorrain et de ses marges.

6.2. Les contextes de consommation du fer dans l'Est de la France : éléments de discussion et apports

Nous allons dresser ici le bilan des études de provenance réalisées dans le cadre de cette thèse, et considérerons l'implication de ce travail dans plusieurs cadres de réflexion plaçant le travail et la distribution du fer au centre des questionnements. Les résultats obtenus seront remis en perspective et discutés à la lumière d'autres travaux réalisés ces dernières années sur des thématiques communes. Les apports, ainsi que les pistes de recherche futures perçues à l'issue de ce travail, seront ici exposés.

6.2.1. Les renforts ferreux de la tour de Mutte (Metz) – saisir une innovation technique au Moyen Age

L'édification du beffroi de la ville de Metz se décline, rappelons-le, en deux phases. La première, au cours du XIIIe s., a vu la réalisation de la base de la tour jusqu'au niveau des voûtes de la nef. Suite à la destruction du clocher en bois par un incendie, la construction d'un beffroi en pierre surmonté d'une flèche a été réalisée à la fin du XVe s. De très nombreux éléments de renfort ferreux ont été disposés dans la maçonnerie de la tour. L'hypothèse d'une origine locale du métal est dans ce cas supposée notamment par le contrôle partiel des forges du comté de Bar par les paraiges messins (Schneider 1950 ; Girardot 1970). L'engagère contractée laisse supposer (sans que cela soit toutefois évoqué explicitement dans les textes) une relation étroite entre les comtes de Bar et les bourgeois créanciers messins, impliqués par ailleurs dans le projet de réédification du beffroi. D'autres sources mentionnent également l'implication des forges de l'Abbaye d'Orval dans l'approvisionnement en fer du chantier (Jacob 1864, p. 20).

L'emploi de fer par des chantiers de construction à la fin du XVe s. aborde également la question de la diffusion du procédé de réduction indirect en Europe à la fin du Moyen Age. C'est à peu près à cette époque que sont faites les premières mentions d'ateliers employant ce procédé en Lorraine (Leroy M. 1997, Horikoshi 2008). Les chantiers de construction des cathédrales gothiques constituant par ailleurs l'expression d'innovations techniques, le métal disposé sur le monument à l'occasion du chantier de 1478-1483 a-t-il été produit par le biais de ce nouveau procédé ?

Cette dernière question est apparue délicate à traiter dans le contexte de la tour de Mutte. L'histoire tourmentée du monument au cours des époques moderne et contemporaine a vu la mise en œuvre de nombreux chantiers de consolidation. Ceci se traduit par la mise en œuvre probable de nombreux éléments ferreux postérieurs à la construction de l'édifice[403]. Comment ainsi distinguer ces derniers, très certainement produits *via* le procédé indirect, des potentiels éléments médiévaux issus de cette même filière de production ? Une méthodologie d'étude spécifique a ainsi été élaborée dans le but de distinguer les éléments associés à des phases de restauration de l'édifice de ceux liés à sa construction.

6.2.1.1. La distinction des groupes de renforts liés à différentes phases de construction ou de restauration de l'édifice

Une approche double, reposant à la fois sur la qualification morphométrique et technique des éléments ainsi que sur la distinction chimique de groupes de mise en œuvre du plomb de scellement, a permis d'orienter la sélection d'éléments de renforts au sein du corpus important collecté sur le bâtiment. Trois ensembles ont particulièrement retenu notre attention :

1) Un ensemble disposé sur le gable de la baie de l'abat-son nord. La signature chimique des plombs de scellement révèle un groupe de mise en œuvre cohérent. Les caractéristiques morphologiques et techniques des éléments ferreux donnent quant à elles l'image d'un ensemble très hétérogène. Les crampons laminés côtoient ainsi des individus martelés. Nous avons supposé le réemploi d'éléments ferreux médiévaux lors de travaux de restauration tardifs.

2) Un ensemble composé d'agrafes disposées à la fois sur les arcs de la voûte de la salle de la cloche et sur les écoinçons de la baie de la façade est, ainsi que sur la corniche de cette dernière. Le schéma de disposition des renforts, ainsi que les caractéristiques morphologiques et techniques de ces derniers suggèrent que ce groupe est bien lié à la construction de la tour.

3) Un dernier ensemble composé de crampons mis en œuvre sur les arcs de la voûte, ainsi que sur les polylobes constituant la partie sommitale des baies des abat-sons. Il est supposé, qu'à l'instar de l'ensemble précédent, ces éléments soient liés à l'édification du beffroi en pierre.

[403] En effet, de nombreux éléments de renforts présentant les traces d'un laminage ont été observés lors des campagnes de terrain.

Ce premier travail s'est révélé être un prérequis essentiel aux examens métallographiques et analyses chimiques. L'ampleur du corpus prélevé, ainsi que la proportion potentiellement importante de produits associés aux phases de restauration de l'édifice, nous ont amenés à nous assurer de la pertinence de notre démarche de sélection des renforts d'origine. Partant du principe que les groupes se montrant les plus homogènes du point de vue des caractéristiques morphométriques des éléments ferreux et de la composition chimique des plombs de scellements étaient certainement disposés lors de la construction, nous avons concentré majoritairement nos efforts sur les trois ensembles définis *supra*, qui nous apparaissaient comme les plus cohérents.

6.2.1.2. Une première perception de la chronologie de mise en œuvre des éléments de renfort métalliques

Afin de définir la chronologie relative des ensembles mis en évidence par l'application de la méthodologie évoquée *supra*, la datation radiocarbone de quatre éléments compris dans les groupes décrits a été effectuée (Cf.Figure 270). Il s'agit d'une agrafe prélevée sur la partie la plus ancienne de la tour (MUT36E01), d'un crampon prélevé sur les arcatures de la voûte de la salle de la cloche (MUT54AF), et de deux éléments insérés sur le gable de l'abat-son nord[404].

La datation du crampon MUT36E01 tendrait bien à confirmer que celui-ci a été mis en œuvre à l'occasion de la première phase de construction de l'édifice, au cours du XIIIe s. L'agrafe MUT52N15, issue du procédé direct et disposée sur le gable de l'abat-son nord, aurait été produite au cours du XIVe s. Les deux crampons martelés liés au procédé de réduction indirect apparaissent contemporains et peuvent être associés chronologiquement à la seconde phase de construction de la tour, à la fin du XVe s. L'individu engagé dans les arcatures de la voûte (MUT54AF) a très probablement été disposé à cette occasion. Le second fait quant à lui partie du groupe mis en œuvre sur le gable nord, de même que le crampon MUT52N15. Il a été remarqué auparavant que ce groupe était composé d'éléments aux caractéristiques morphométriques et techniques variées, dont la plus remarquable est le laminage de certaines pièces. L'emploi d'éléments métalliques produits à trois époques différentes[405], associé à l'homogénéité chimique des plombs scellant ces derniers, suggère une disposition relativement tardive des renforts métalliques, dont une partie a fait l'objet de réemploi.

6.2.1.1. La distinction des filières de production du métal mis en œuvre sur la tour

Les traitements statistiques effectués à partir de la signature inclusionnaire en éléments majeurs des 43 agrafes métalliques caractérisées chimiquement ont mis en évidence la mise en œuvre de métal issu des filières directe et indirecte de production du fer. Plus précisément, il faut distinguer deux groupes chimiques d'agrafes issues du procédé indirect. Les individus composant le premier ont été produits au XVe s. et ont été destinés au renfort de la structure maçonnée de la

[404] Les deux exemplaires présentent les traces d'une mise en forme par martelage. Le premier a été produit par procédé direct (MUT52N15) et le second par procédé indirect (MUT54N21).
[405] Nous ne disposons pas de datation absolue des éléments laminés. L'apparition du procédé constitue néanmoins un terminus *post quem* fixé au XVIIe s.

partie supérieure de la tour. Les autres sont très certainement associés à l'un des nombreux chantiers de consolidation de l'édifice menés au cours des époques moderne et contemporaine.

Les résultats obtenus apparaissent cohérents avec les informations dont nous disposons à propos de la diffusion du procédé indirect dans cette partie de l'Europe. Localement, les premières structures de réduction employant le procédé indirect semblent datées de la seconde moitié du XVe s.[406]. Ainsi, à l'époque de la construction du beffroi en pierre de la tour, le marché local du fer se serait vu potentiellement approvisionné en métal produit à la fois par le biais du procédé direct et du procédé indirect. Il est possible de percevoir l'expression de cette diversité sur le bâtiment, puisque des éléments produits par le biais du procédé direct ont été identifiés au niveau de la chambre de la cloche, ainsi que sur la partie sommitale de l'édifice[407]. La construction de cette partie de l'édifice se serait bien déroulée au cours d'une période de transition, dont la durée semble relativement importante et peut être estimée à environ deux siècles[408], au cours de laquelle les deux procédés coexistent en Lorraine (Leroy M. 2009 ; Leroy M. *et al.* 1998, 2007, à paraître).

L'étude effectuée laisse supposer par ailleurs que la majorité du métal collecté dans les niveaux édifiés au XVe s. a été produit par la réduction indirecte du minerai. En supposant que le chantier de la partie supérieure de la tour ait bien été approvisionné par des centres de production de fer locaux, la proportion de métal issu du procédé indirect apparaît surprenante au vu de la faible quantité d'indices archéologiques reconnus à ce jour en Lorraine en faveur d'une production par le biais de cette filière[409]. La forte proportion d'éléments de renfort ferreux sur la tour de Mutte pourrait ainsi constituer un indice allusif en faveur d'une production sidérurgique par le biais de la filière indirecte plus importante qu'il n'y paraissait par ailleurs. Il est toutefois méthodologiquement impossible, à l'heure actuelle, de démontrer la provenance locale du fer indirect disposé sur le bâtiment.

6.2.1.2. Un approvisionnement régional en métal mis en évidence pour les chantiers de construction

L'étude du corpus composé de 43 éléments de renfort a permis de conclure qu'onze individus étaient compatibles chimiquement avec la *Minette lorraine.* Ces éléments se trouvent dispersés sur le bâtiment, tant en termes de hauteur que de façade. La démonstration de la filiation de deux éléments provenant des *oculi* des baies de la base de la tour, édifiée au XIIIe s., suggère que le métal employé au cours de la première phase de construction de l'édifice était issu, au moins en partie, de l'exploitation du minerai oolithique aalénien local. Les neuf autres éléments proviennent de la partie édifiée à la fin du XVe s. Trois ont été mis en œuvre sur le gable de la baie nord, et ont certainement fait l'objet d'un réemploi. Trois autres ont été disposés dans les écoinçons de la baie

[406] Le site de Sexey-aux-Forges (Meurthe-et-Moselle) semble bien attester de cette transition (Leroy M. 2009). Le site présente des amoncellements de laitiers mêlés à des scories denses, pouvant traduire la présence d'un « *haut fournelz* » mentionné par un texte de la fin du XVe s.

[407] Le tirant MUT62SW01, prélevé sur un des pinacles encadrant la terrasse de la tour, a été produit par réduction directe.

[408] Un contexte de réduction directe daté du début du 17e s. a été découvert au *Château des Armoises* à Richardménil (Meurthe-et-Moselle) (Leroy 1997, p. 91).

[409] La faible représentation des indices archéologiques attestant de la production du métal par le procédé indirect est par ailleurs mentionnée par M. Leroy. Celui-ci propose de la justifier, au moins en partie, par l'implantation d'usines plus tardives sur les emplacements des premiers ateliers. Cela est attesté notamment pour le bassin de Longwy et la vallée de l'Orne (Leroy M. 2009).

est, ainsi que sur la corniche de la façade correspondante. Le tirant 62SW01, provient quant à lui d'un des pinacles encadrant la terrasse de la tour. Ainsi neuf renforts analysés dans le cadre de ce travail, et compatibles chimiquement avec l'ensemble géochimique de la [Minette], semblent avoir été produits au XVe s.

L'utilisation d'un métal produit localement par les chantiers de construction de la tour de Mutte a ainsi bien été démontrée. Il est impossible d'affirmer que le métal en question soit celui évoqué par les sources documentaires à l'origine des hypothèses que nous avons formulées concernant ce contexte de consommation. Toutefois, les paraiges de la ville de Metz paraissent privilégier des sources de métal locales ou régionales[410] pour alimenter le chantier monumental de la tour de Mutte. Il serait intéressant d'avoir accès à des éléments provenant de la cathédrale Saint-Etienne elle-même, dont la maîtrise de l'œuvre était certainement dévolue au chapitre (Vroom 2010), dans le but de déterminer si du métal produit localement ou régionalement a également été employé dans la construction de ce monument.

6.2.1.3. Contribution de l'étude à l'appréhension d'une innovation technique majeure de la fin du Moyen Age

La démonstration de la disposition concomitante de fers issus des procédés direct et indirect sur la tour de Mutte amène à s'interroger sur la diffusion du second à la fin du Moyen Age, mais plus encore sur les quantités de fer « indirect » disponibles à cette époque dans le sud-ouest du Saint-Empire. Ainsi que l'ont montré plusieurs travaux récents, l'innovation technique ne saurait être appréhendée comme un phénomène globalisant et inéluctable (Beck dir. 1998, Braunstein 1999, Verna 2000). Loin d'une conception diffusionniste apparaissant aujourd'hui comme réductrice, l'adoption de nouveaux procédés et objets techniques (ou au contraire leur perduration) apparaît liée de manière étroite aux contextes politiques, sociaux et économiques. Il nous faut également évoquer à ce titre des facteurs pratiques, tels que l'adéquation entre systèmes techniques et nature des matières premières. La persistance du procédé sidérurgique direct[411], dans plusieurs espaces à l'époque moderne (et parfois même l'époque contemporaine), en constitue une manifestation à propos (Verna 2000, 2001).

Ainsi, à la fin du XVe s., époque de la construction de la tour de Mutte, l'activité sidérurgique lorraine semble encore dominée par la filière directe, associée à l'exploitation de la *Minette lorraine* (Leroy M. 1998, 2009). Les premières indications en faveur de l'implantation du procédé indirect restent d'ailleurs assez vagues. Les premières occurrences du terme « haut fourneau » sont datées de l'extrême fin du XVe s. et demeurent rares jusqu'au XVIIe s, ce qui ne semble cependant pas refléter la réalité technique (Horikoshi 2008, p. 424). D'autres termes sont employés dès le XVe s., tels que « fournel » ou « fourneau », mais désignent indifféremment les structures de réduction affiliées aux procédés direct et indirect (*idem*, p. 425). Les mentions relatives à l'affinage semblent par conséquent constituer les indices documentaires les plus solides en faveur de l'adoption

[410] V. Jacob (1864, p. 20) mentionne un approvisionnement en fer assuré par les forges de l'abbaye d'Orval.
[411] Qui se traduit en Ariège par l'utilisation de la mouline, en Lorraine par les forges hydrauliques évoquées par les sources du XIVe s., ou en pays basque par les *ferrerias* (Verna 2000).

progressive du nouveau procédé. Si l'on se réfère à ces dernières, il faudrait situer son implantation au milieu du XVe s. dans le Pays-Haut[412].

La démonstration de l'emploi concomitant de fers issus des procédés direct et indirect lors de la construction de la partie sommitale de la tour de Mutte semble corroborer cette situation. Le chantier se serait vu approvisionné à la fois par des ateliers sidérurgiques localisés à proximité du front de la *cuesta* bajocienne et exploitant la *Minette lorraine*, et par des ateliers implantés dans le Pays-Haut, exploitant les gîtes de surfaces, dont le minerai apparaît plus adapté aux spécificités de la réduction par procédé indirect (Leroy M. *et al.* 2007). Nous pourrions toutefois nous interroger sur la représentation des fers issus de l'un et l'autre procédés au sein du corpus analysé. En effet, sur les 35 renforts considérés[413], seuls neuf sont issus du procédé direct. Ceci n'apparaît pas comme étant en adéquation avec un paysage sidérurgique local encore dominé par les ateliers employant le procédé direct. Faudrait-il voir, dans cette surreprésentation de fers « indirects », un indice en faveur d'un marché d'ampleur extralocale, approvisionné par des sources multiples ? La Wallonie constituerait en ce sens un candidat potentiel, la filière indirecte développée dès le milieu du XIVe s. y étant bien établie (Awty 2006, 2007).

L'approvisionnement en fer du chantier est assuré au moins par deux sources majeures, employant chacune l'une des deux filières techniques de production du métal ayant cours à la fin du Moyen Age. Ce constat nous amène à aborder la notion de « qualité » des matières premières destinées à contribuer à l'intégrité de la structure maçonnée. Les nombreux examens métallographiques menés sur les éléments de chaînage de la nef et du bras sud du transept de la cathédrale montrent que les maillons formés à partir de métal indirect présentent une matrice métallique très homogène (fer doux à 0,02% C), ce qui les distingue de leurs pendants directs, bien plus hétérogènes de ce point de vue (Dillmann 2009). Ces différences ont-elles une incidence directe sur les qualités architectoniques des éléments ferreux et, par-dessus tout, sont-elles perceptibles par l'artisan chargé de disposer les renforts métalliques sur l'édifice ? De précédents travaux ont mis en évidence l'extrême variété des réponses aux contraintes mécaniques des matériaux ferreux disposés sur le donjon de Vincennes, renforcé par des éléments issus de la filière directe (Juhin 2005). La variété de réponse (de fragile à ductile) des alliages aux contraintes mécaniques ne semblait pas, dans ce cas, être au centre des préoccupations de l'artisan. En dépit de ces différences, l'immense majorité des éléments de renfort ferreux étudiés sur les monuments médiévaux de France sont intacts, et semblent avoir joué leur rôle de consolidation. (Dillmann 2009).
Un exemple semble toutefois illustrer un choix raisonné des matériaux en fonction de leur filière technique d'origine : le chaînage du triforium de la cathédrale d'Amiens. Dans ce cas, les maillons sont presque tous formés de fer indirect, tandis que les éléments terminaux, en forme de pattes d'oie, sont réalisés en métal de bas fourneau (Dillmann 2011). Ceci révèle-t-il une décision de l'artisan (habitudes de travail) ou un désir des commanditaires ? En tout état de cause, les produits des deux filières semblent distingués selon leur fonction.

Ces considérations n'ont pas présidé à la disposition des agrafes en fer sur la tour de Mutte. En effet, celles-ci ne peuvent être distinguées ni par leur morphologie, ni par leur disposition sur l'édifice. Aucune appréciation qualitative des fers relative à leur filière de production n'est par

[412] La plus ancienne mention concerne la forge de Vaux, en 1445-1446.
[413] Parmi le corpus de 43 renforts considérés, six individus sont laminés, donc plus tardifs, et deux ont été prélevés dans la partie basale de la tour, plus ancienne.

conséquent perceptible. D'autres facteurs auraient ainsi motivé l'approvisionnement multiple du chantier. Le volume de matériaux requis (estimé à 22 tonnes) pour le renforcement de la structure maçonnée de la partie sommitale de la tour de Mutte apparaît, au vu de la durée du chantier, relativement important. Les données historiques relatives à la construction, au XIVe s.[414], d'un autre édifice gothique (le Palais des Papes, à Avignon) offrent des éléments de comparaison. Plus de 16 tonnes de métal, destiné au renfort de la maçonnerie, auraient été acquises en l'espace d'une seule année (mars 1347 – février 1348). Des recherches historiques ont été menées sur des ateliers sidérurgiques contemporains en Roussillon et dans le comté de Foix, potentiels fournisseurs du chantier. Elles permettent d'évaluer le volume de production hebdomadaire moyen des forges. Celui-ci s'inscrirait dans une fourchette variant de 672 à 1092 kg (Verna 2001, p. 85). Bernardi et Dillmann (2005) estiment, sur la base de ces informations, que le chantier de construction aurait requis la totalité du métal produit par l'un de ces ateliers pendant une durée de quatre à six mois. Les volumes de production des forges roussillonnaises et ariégeoises ne peuvent toutefois être généralisés à l'ensemble des secteurs sidérurgiques de la fin du Moyen Age. Les sources relatives à deux ateliers anglais livrent par exemple des quantités sensiblement moindres[415] (Arribet-Deroin 2013). De ce fait, et malgré les éléments de comparaison disponibles, il reste délicat d'estimer la pression exercée sur le marché du fer local (ou régional) par la demande émanant du chantier de construction de la tour de Mutte. Il est raisonnable de penser que ce besoin n'a pu être satisfait par un unique centre de production, justifiant la pluralité des sources de métal perçue au moyen de l'étude réalisée. Le marché alimentant le chantier de construction ne semble ainsi pas régi par une demande qualitative, mais par la capacité que présentent ses composantes productrices à fournir des quantités de métal considérables.

Un dernier aspect serait à prendre en compte par ailleurs : celui de la portée symbolique de l'innovation technique par sa manifestation dans l'architecture publique et religieuse. La tour de Mutte, beffroi de la ville de Metz, constitue un symbole fort de l'influence exercée par le patriciat municipal. L'utilisation de métal produit par un procédé en rupture avec la tradition sidérurgique locale pourrait constituer une manifestation du pouvoir détenu par les lignages messins.

L'emploi de métal issu du procédé indirect dans l'architecture gothique du Bas Moyen Age ne connaît encore à ce jour que quelques occurrences. Les renforts de la charpente de la cathédrale Saint-Paul de Liège, datée de 1330, en constitueraient la plus ancienne (Mertens *et al.* 2009 ; Maggi *et al.* 2012)[416]. Des éléments métalliques issus de la cathédrale d'Auxerre constituent les attestations les plus anciennes de l'emploi de fers indirects dans l'architecture gothique du royaume de France, à la fin du XIVe s. Les études réalisées sur le chaînage du triforium de la cathédrale d'Amiens suggèrent une utilisation de métal indirect en Picardie dès le début du XVe s. Par ailleurs, un renfort prélevé dans la cathédrale Saint-Pierre-et-Saint-Paul de Troyes, et dont la mise en place est datée de 1460, illustre les premiers débouchés de cette filière en Champagne (Dillmann, L'Héritier 2007). Une vingtaine d'années plus tard, du fer issu du procédé indirect est disposé sur un monument de la ville de Metz, en quantités apparemment importantes.

[414] Il s'agit plus précisément du chantier de construction du palais du pape Clément VI.

[415] Il s'agit des ateliers de Tudeley (Kent, UK ; documents des années 1329-1333 et 1350-1354) et de Byrkeknott (Durham, UK ; documents des années 1408-1409). Les volumes annuels de production sont respectivement estimés à 1.6-3.8 tonnes et 28 tonnes.

[416] Toutefois, au vu des résultats exposés par Mertens *et al.* (2009), l'attribution des fers au procédé indirect mériterait d'être reconsidérée au moyen des derniers développements méthodologiques réalisés en ce domaine. En effet, les individus concernés se trouvent à l'extrême bordure entre le domaine « indirect » et le domaine « indéterminé » de l'abaque constitué par Dillmann et L'Héritier (2007), voire même au sein de ce second domaine.

En considérant que le fer provient de sources locales, les renforts disposés sur la tour de Mutte constitueraient l'attestation matérielle la plus ancienne en faveur de l'implantation du procédé indirect en Lorraine. Les travaux réalisés dans le cadre de cette thèse fournissent de nouveaux jalons quant à l'appréhension des modalités de diffusion d'une innovation technique majeure de la fin du Moyen Age. Les recherches menées sur le sujet depuis un peu plus d'une décennie permettent une première appréhension de l'importance relative des produits de la filière indirecte dans les marchés du fer du nord de la France. Il apparaît, en considérant le débouché spécifique que constitue l'architecture monumentale, que l'utilisation du fer indirect y connaît un fort accroissement au cours du XVe s., et plus particulièrement dans sa seconde moitié. Ce cas d'utilisation du métal dans l'architecture gothique à Metz présente, avec un éclairage particulier, une image en adéquation avec les connaissances historiques et archéologiques acquises sur ce sujet, notamment par le biais des travaux réalisés sur la Champagne et la Bourgogne[417] (L'Héritier *et al.* 2010 ; Cf. Figure 357). Cette réflexion pourrait être menée plus avant par l'étude de mobilier métallique relatif à d'autres catégories fonctionnelles, et d'autres sphères d'activité. Ceci permettrait de considérer la pénétration de métal issu du procédé indirect dans la culture matérielle de la fin du Moyen Age et le début de l'Epoque moderne au sein du duché de Lorraine, et des Trois-Evêchés en devenir.

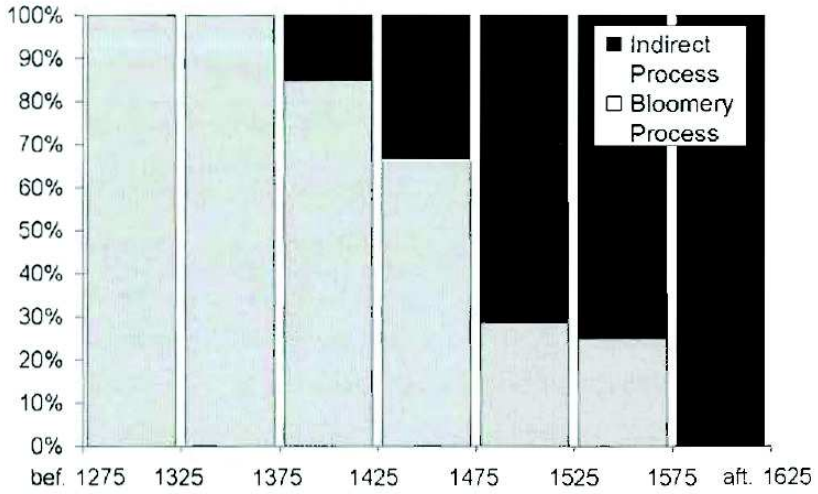


Figure 357 : Proportions des produits issus des deux filières sidérurgiques dans deux monuments gothiques (cathédrales de Troyes et d'Auxerre) ; L'Héritier *et al.* 2010

6.2.2. *Acquisition du fer au haut Moyen Age – les renforts ferreux du pont carolingien de Dieulouard – Scarponna*

La production sidérurgique, dans un vaste quart nord-est de la France, est affectée par d'importantes mutations à la fin de la période antique. Celles-ci se manifestent de plusieurs manières. Sur le plan technique tout d'abord, une évolution de l'architecture des bas fourneaux est perceptible, marquée notamment par une réduction du volume de la structure de combustion.

[417] Les deux tiers (21 sur 32 individus) des éléments ferreux disposés sur la partie sommitale de la tour (exception faite des exemplaires reconnus comme postérieurs à la construction) sont issus de la filière directe.

Certains aménagements, tels que les systèmes de ventilation, connaissent également des modifications. Les bas fourneaux composant l'atelier le plus tardif des *Fouetteries* (Les Clérimois, Yonne)[418] illustrent bien ces changements intervenus au terme d'une interruption d'activité de près d'un siècle[419] (Dunikowski, Cabboi 1995). Ces changements semblent préfigurer un faciès technique répandu au haut Moyen Age dans un vaste domaine géographique incluant *a minima* l'Ile-de-France (Daveau, Goustard 2000), la Champagne (Leroy M., Merluzzo 1998), la Lorraine (Leroy M. 1997), la Franche-Comté (Laurent *et al.* 1994) et la Suisse jurassienne (Eschenlohr, Serneels 1991). Des mutations importantes affectent par ailleurs l'organisation de la production sidérurgique. Si les principaux districts restent exploités jusqu'au IVe s., certains sites sidérurgiques tardo-antiques présentent une diversification de l'activité, semblant amorcer les changements altomédiévaux (Cabboi *et al.* 2007). La période mérovingienne est marquée par une rupture de ce mode de production « centralisé ». Les activités sont dès lors disséminées au sein de réseaux d'ampleur certainement régionale, dont les composantes sont de taille plus modeste. L'organisation de la production est empreinte d'une forte diversification. Les activités, caractéristiques de tout ou partie de la chaîne opératoire, se déroulent au sein d'ateliers de taille variable (Leroy M. 2005). Ces modalités de production, en rupture avec le modèle antique, semblent se développer de pair avec une contraction des réseaux d'échange du fer, dès lors tournés vers un marché régional.

Le pont carolingien de Dieulouard, édifié au IXe s. à proximité d'une zone productrice de métal altomédiévale (le Plateau de Haye), présentait un fort potentiel afin d'illustrer, par le biais d'une démarche archéométrique, les modalités de circulation du fer dans un contexte archéométallurgique bien documenté. Plusieurs crampons de scellement disposés dans les piles maçonnées du pont ont ainsi été étudiés. La construction d'un tel ouvrage a certainement été commanditée par une autorité locale, le contrôle d'un point de franchissement de la Moselle constituant un enjeu économique et politique non négligeable. L'un des modèles de production mis en évidence pour l'époque altomédiévale en Lorraine centrale[420] suggère également l'implication d'une autorité dans la supervision des activités. Il était tentant de supposer un lien entre l'ouvrage monumental et les centres de production voisins. Les ateliers métallurgiques utilisant la *Minette lorraine* constituaient la source de métal la plus probable pour l'approvisionnement du chantier de construction.

6.2.2.1. Une hétérogénéité des signatures chimiques inclusionnaires au sein du corpus étudié

La caractérisation chimique des inclusions de scorie présentes au sein des crampons a révélé l'existence de plusieurs groupes de composition. Plus précisément, les individus 251A1 et 510A1 se distinguent du reste du corpus (Cf. paragraphe 5.2.2.2).

Les examens métallographiques ont de plus montré qu'au moins deux individus, 251A1 et 1219A2, étaient constitués de deux morceaux de métal différents. La caractérisation chimique des

[418] Cet atelier a fonctionné de la fin du IIIe au Ve s.
[419] Cette interruption est survenue entre la fin du IIe et la fin du IIIe s ap. J.-C.
[420] Les ateliers sidérurgiques constituant de gros centres de production, tels que celui qui a été fouillé sous l'agglomération de Ludres. Les volumes importants produits suggèrent le travail d'une communauté nombreuse de métallurgistes (Leroy M. 2005).

inclusions du second a par ailleurs mis en évidence une composition chimique différente entre les deux barres.

Cette hétérogénéité amène à penser que l'approvisionnement en métal du chantier de construction n'a pas bénéficié d'une source unique, mais d'une stratégie d'acquisition plus « opportuniste ». Cet aspect déterminant est ici discuté en fonction des résultats obtenus à l'issue de notre démarche visant à établir la compatibilité chimique entre les éléments ferreux mis en œuvre sur le pont et des centres de production primaire locaux.

6.2.2.2. Des sources d'approvisionnement non identifiées à ce jour

La démarche statistique développée dans la sous-partie 2.3.5 a été appliquée afin de déterminer quelles pouvaient être les sources potentielles de métal pour le chantier de construction du pont. Celle-ci permet d'affirmer qu'aucun site affilié à l'un des ensembles géochimiques locaux définis dans le cadre de ce travail n'a produit le métal employé à la mise en forme des crampons. Bien que le partitionnement du corpus composé par le référentiel géochimique constitué à l'occasion du chapitre 3 et les crampons de Dieulouard suggère une affiliation de ces derniers à l'ensemble lié à l'exploitation du *Fer fort*, l'analyse prédictive livre des résultats qui permettent d'exclure cette éventualité. Les sources archéologiques et historiques consultées par ailleurs permettent de formuler d'autres hypothèses quant à l'origine du métal.

6.2.2.3. Les monuments antiques du *vicus* de Scarpone : sources de matières premières ?

L'étude des éléments lapidaires en grand appareil composant le parement des piles du pont a révélé que le chantier de construction a bénéficié du démantèlement d'une partie de l'ensemble monumental de l'agglomération antique de *Scarponna*, toute proche. Parmi les exemplaires les plus remarquables du corpus étudié, on trouve une stèle figurant Achille et Dédale (Boulanger, Gücker 2008). La présence de stèles-maisons atteste également du démantèlement d'une partie des nécropoles situées à proximité de l'agglomération.

Il semble raisonnable de penser que les blocs architecturaux antiques avaient été assujettis par des éléments de renfort métalliques, tels que goujons ou crampons. Pourquoi, dès lors, ne pas avoir envisagé le réemploi ces éléments, remobilisés à l'occasion du démantèlement de la maçonnerie antique, dans la construction du pont ?

Cette hypothèse pourrait être vérifiée par la réalisation de datations radiocarbone à partir des carbures de fer contenus dans le métal des crampons. Les agrafes ont toutefois pu être reforgées avant leur mise en place sur le pont, ce qui a pu entraîner la formation de carbures à l'époque altomédiévale. Il sera ainsi nécessaire de s'assurer, autant que faire se peut, que les prélèvements ne portent pas sur des zones carburées liées à ce travail de recyclage. Nous tâcherons d'éviter les carburations périphériques, et celles liées aux soudures.

6.2.2.4. Un approvisionnement en métal induit par le contexte politique ?

Alors que la proximité spatiale semblait constituer le facteur le plus influent sur les modalités d'approvisionnement du chantier de construction du pont carolingien de Dieulouard, les résultats obtenus en termes de compatibilité chimique amènent également à considérer le maillage politique de la Lorraine centrale au cours du haut Moyen Age. Le *pagus scarponensis* se trouve localisé dans une zone de marches, constituant tout d'abord la frontière méridionale de l'Austrasie, puis à partir du traité de Meerssen en 870, la frontière orientale du royaume de Francie occidentale. *Scarponna* se trouve également intégré aux aires d'influence fluctuantes des évêchés de Metz, Toul et Verdun (Daville 1906). La nature changeante de la géographie politique locale à l'époque carolingienne a-t-elle pu avoir un impact sur la circulation du métal produit, notamment en Lorraine centrale ? Nous savons, par exemple, que l'évêché de Verdun possède une partie du *pagus* au Xe s. Un château est par ailleurs édifié sur la rive gauche de la Moselle au tournant entre Xe et XIe s (Christ 1985). Nous ne disposons toutefois d'aucune information concernant la date de prise de contrôle du *pagus* par l'évêché. Le territoire pourrait appartenir à l'évêque dès le IXe s. Si tel était le cas, l'approvisionnement du chantier du pont avec du métal produit dans une zone plus occidentale pourrait être envisagé.

6.2.2.5. De nouveaux éclairages sur l'acquisition des matières premières au cours du haut Moyen Age

Nos connaissances sur les activités sidérurgiques en Lorraine centrale à l'époque carolingienne nous avaient incités à envisager un approvisionnement local en métal pour la construction du pont de Dieulouard. Cette hypothèse privilégiée a été infirmée par l'étude archéométrique. Le métal ayant servi à la fabrication des agrafes de scellement n'a pas été produit par des ateliers exploitant la *Minette lorraine*. De manière générale, les caractéristiques chimiques des renforts ne correspondent à aucun ensemble géochimique défini à l'heure actuelle pour l'espace lorrain. Enfin, plusieurs signatures chimiques ont été mises en évidence pour le corpus analysé. Ce constat amène à envisager une multiplicité des sources de métal, ainsi que des modalités d'acquisition des matériaux plus complexes qu'elles ne l'avaient été envisagées.

Quelles pouvaient être ces sources de métal ? Plusieurs hypothèses ont été formulées en vue de répondre à cette question. L'existence de réseaux d'échange d'ampleur extralocale, ou la pratique du démantèlement des monuments de l'agglomération antique en vue de récupérer les matériaux (pierre et métaux principalement), apparaissent comme les plus solides. Ainsi que nous l'avons décrit dans la sous-partie 5.2.4, le recyclage, quelque soit l'époque considérée, apparaît comme un moyen d'acquisition de matériaux dont l'ampleur n'est pas à sous-estimer. Rappelons l'importance de ce phénomène livrée par les sources écrites de la fin du Moyen Age (Dillmann, L'Héritier 2008).
J.-F. Bernard (2008) livre quant à lui une réflexion large sur le réemploi des matériaux à la fin de l'Empire romain et au cours des périodes qui succèdent. L'enquête menée présente la récupération du métal architectural antique comme une activité à part entière, menée de manière raisonnée. Le prélèvement, parfois réalisé de manière opportuniste sur des édifices écroulés, est dans d'autres cas pratiqué de façon ciblée sur des bâtiments encore fonctionnels, spoliés de leurs scellements métalliques. L'exemple du Létôon, en Lycie, illustre parfaitement cette activité. Lié au

fonctionnement d'une église paléochrétienne, le temple sera dans un premier temps uniquement dépouillé de sa colonnade. Les indices relevés sur les éléments lapidaires (tambours et entablement) suggèrent que la spoliation a été principalement motivée par la collecte du métal. Des sondages localisés ont été réalisés en parallèle sur les murs encore en élévation, à l'emplacement des éléments de scellement. Des observations similaires ont été effectuées à Rome sur le Panthéon, ainsi que sur le temple d'Antonin et Faustine. Les édifices profanes n'ont évidemment pas échappé à la récupération du métal, comme en témoignent les façades du Colisée, criblées de traces de prélèvement. Ce dernier a pu être considéré comme une véritable « mine »[421].
Le pont de Dieulouard en constitue une parfaite illustration du phénomène de réemploi des matériaux de l'architecture en Lorraine, du moins du point de vue des éléments lapidaires, issus du démantèlement de l'ensemble monumental de l'agglomération antique de *Scarponna*, ainsi que des nécropoles avoisinantes (Boulanger, Gücker 2008). Il apparaît fort probable, dans ce contexte, que les éléments métalliques employés par le chantier de construction soient également acquis par cette même pratique. Cette éventualité sera vérifiée dans un avenir proche par la datation des renforts eux-mêmes.

La mise en évidence de l'une ou l'autre de ces pratiques contribuerait à mieux définir la valeur accordée au fer au cours du haut Moyen Age, à travers ses modalités d'acquisition. Rappelons que le fer était traditionnellement considéré comme un matériau rare au cours du haut Moyen Age, dont la fabrication, du fait d'un net recul suivi d'un immobilisme du savoir technique, n'était l'apanage que de quelques rares artisans (par exemple Duby 1962, p. 84 ; Duby 1973, p. 22-25). Cette conception, développée à partir de l'idée d'une relative paupérisation matérielle et intellectuelle marquant les périodes succédant à l'Antiquité, a été remise en question par des recherches historiques plus récentes. Mathieu Arnoux (1993, p. 16-17) propose notamment de nuancer ces considérations. La valeur accordée par la documentation carolingienne aux activités sidérurgiques et à l'outillage métallique ne peut être invoquée en faveur d'une rareté du fer au sein de la culture matérielle, notamment dans les sphères agricole et artisanale. Cet argumentaire est de plus soutenu par les découvertes archéologiques, et plus particulièrement celles d'ateliers sidérurgiques. La diversité des formes prises par le travail du métal, ainsi que les volumes de production importants suggérés par les fouilles récentes, laissent à penser au contraire que le fer est un matériau à l'acquisition relativement aisée, et dont la production est assurée avec un savoir-faire au moins équivalent à celui de la période antique et répondant aux formes prises par le marché à l'époque carolingienne. Quel intérêt particulier tirerait-on, *a minima* dans les sphères domestique, agricole et artisanale[422], de l'acquisition à longue distance de fer dont l'usage ne requiert pas *a priori* de qualités particulières ? D'autre part, un accès relativement aisé à ce matériau n'empêcherait pas la récupération méthodique de métal sur des bâtiments, peut-être avant tout démantelés pour la pierre de construction. Plus que l'économie relative à l'achat de fer, on ferait, par ce biais, l'économie du travail de production et de mise en forme du métal. Le démantèlement d'édifices antiques et la récupération des éléments métalliques ne sont pas, dans ce cadre, le fait d'artisans réduits à cette extrémité par la rareté du fer. Il s'agirait d'une activité à part entière, participant de l'économie du fer altomédiévale, et peut-être adaptée ici à un usage particulier, le scellement de maçonnerie dans l'architecture monumentale. Reconnaissons que la récupération de renforts

[421] On estime qu'environ 300 tonnes de métal ont été disposées sur l'édifice.
[422] Notre propos ne porte pas sur des catégories particulières de mobilier, telles que l'armement, nécessitant la mise en œuvre de savoir-faire spécifiques.

architecturaux ferreux antiques aurait permis un réemploi direct de ceux-ci par le chantier de construction du pont. La valeur du travail primerait, dans ce cas, sur la valeur intrinsèque du matériau.

6.2.3. *Apports de l'étude à la perception de l'organisation des activités sidérurgiques au cours de l'Antiquité*

Les forges à caractère routier constituent l'une des composantes de l'organisation des activités sidérurgiques à l'époque gallo-romaine. L'importance de ces établissements a été principalement soulignée par un programme de recherche mené sur la *civitas* des Mandubiens (Mangin *et al.* 2000 ; Mangin, Fluzin 2006). L'apport majeur de cette étude est la mise en évidence d'une forte structuration des activités à l'échelle d'une microrégion. Aux antipodes d'un modèle autarcique, il a été démontré que le travail du métal s'organisait de façon centripète et cohérente, au sein d'un réseau dont l'agglomération d'Alésia constituait le centre. Bien que cette dernière comportât des ateliers concentrés en quartiers artisanaux, la distribution spatiale des vestiges[423] mis au jour révèle l'importance occupée par les ateliers « ruraux » au sein de la cité. Cette perception du caractère spatialisé de la production sidérurgique rejoint à ce propos d'autres travaux réalisés récemment, et portant majoritairement sur des étapes plus précoces de la chaîne opératoire (Pagès 2008 ; Pagès *et al.* 2008). Ces travaux soulignent tous une forte sectorisation du travail du fer au cours de la période antique.

Les axes de communication constituent un facteur structurant fort du territoire mandubien, conditionnant l'organisation des activités sidérurgiques pratiquées hors de la capitale[424]. La nature des opérations pratiquées au sein de ces établissements, déterminée par des études archéométriques (approches métallographique et géochimique), a révélé la place prépondérante occupée par la forge d'élaboration, souvent associée aux stades les plus avancés de l'épuration. La destination fonctionnelle des produits issus de ces ateliers paraît étroitement liée à leur caractère viaire. Toutefois, une production polyfonctionnelle conditionnée par des besoins variés (activités agropastorales ou liées au trafic routier) est également envisagée (Mangin *et al.* 2000, p. 356). La relation étroite entre axes de circulation et forge d'élaboration a par ailleurs été mise en évidence dans d'autres contextes, tels qu'une *domus* de l'agglomération routière d'*Ambrussum* ; la découverte de cinq fragments de bandage de roue suggère la pratique d'activités de charronnerie (Pagès *et al.* 2009).

Une enquête approfondie a été par ailleurs menée sur l'organisation du territoire des Bituriges, et plus particulièrement sur l'environnement de l'*oppidum* d'*Argentomagus* (Saint-Marcel, Indre) (Dumasy *et al.* 2010). Les informations collectées semblent livrer une image différente de l'exemple mandubien. Le réseau viaire n'exercerait pas dans ce cas une influence forte sur la structuration spatiale des activités de travail du fer. Ceci est dû selon nous à la nature des activités pratiquées, l'écrasante majorité des sites bituriges à vocation sidérurgique étant caractérisés par la réduction du minerai de fer. Dans ce cas, la proximité des matières premières nécessaires, et plus particulièrement les ressources forestières, régit l'implantation des ateliers. Ceux-ci sont relativement isolés, et

[423] Plus d'une quarantaine ont été répertoriés.
[424] Environ deux tiers des sites sont localisés en bordure de voie.

souvent localisés à distance des axes routiers (Dumasy *et al.* 2010, p. 393-394). L'enquête réalisée s'est toutefois trouvée focalisée sur les sites de réduction, engendrant une disparité informative entre activités de production primaire et activités de mise en forme. Une recherche thématique menée sur les contextes de forge au sein de cet espace, par ailleurs très bien documenté, autoriserait une comparaison pertinente entre *civitates* biturige et mandubienne. Ceci offrirait des éléments de synthèse essentiels à notre compréhension de l'organisation des activités sidérurgiques au sein des territoires gallo-romains.

Compte tenu des remarques que nous venons de formuler, nous restreindrons pour l'heure notre réflexion aux relations entre ateliers métallurgiques et axes routiers mises en évidence dans le contexte mandubien. Par leur participation à la mise en évidence d'une forte structuration, à la fois fonctionnelle et spatiale, des activités sidérurgiques durant l'Antiquité, ces travaux ont effleuré la question de l'échange des matériaux. Se basant sur l'identification des séquences opératoires effectuées dans chaque atelier étudié au sein de la *civitas* mandubienne, et notamment les phases d'épuration, Mangin *et al.* (2000) se sont interrogés sur la circulation du métal (sous la forme de masses de métal plus ou moins épurées, ou de demi-produits) ainsi que son origine. Les activités de réduction du minerai de fer apparaissent marginales dans le secteur géographique considéré, amenant les auteurs à envisager un réseau alimenté majoritairement par des sources extralocales. Aucune étude comparée des signatures chimiques d'ensembles géochimiques de production et de déchets métalliques n'a été entreprise afin de pousser cette réflexion plus avant.

L'étude de l'établissement de Gondreville – *Forêt communale* a été entreprise en ce sens. Il s'agit très certainement d'une forge routière insérée au sein d'un parcellaire dense, témoin de l'importance de l'occupation du Plateau de Haye à l'époque antique. Le contexte paléosidérurgique lorrain de l'Antiquité présente plusieurs similitudes avec la *civitas* mandubienne. Le travail du métal observe un schéma comparable, les mêmes composantes ayant été mises en évidence[425]. A l'instar du Haut-Auxois, la Lorraine centrale ne semble avoir connu que des activités de réduction marginales. Par l'étude archéométallurgique et archéométrique réalisée sur une dizaine de déchets métalliques, nous avons par conséquent cherché à appréhender les modalités d'approvisionnement en métal de l'atelier de Gondreville. Le mobilier métallurgique étudié évoque la pratique d'un spectre d'opérations relativement large, de l'épuration de masses de métal brut jusqu'à l'élaboration d'objets. L'identification des déchets métalliques recueillis suggère de plus la pratique du recyclage.

La caractérisation chimique des inclusions dans les chutes métalliques révèle plusieurs signatures[426], montrant la multiplicité des origines des matières premières travaillées au sein de l'atelier. La confrontation de ces signatures au référentiel géochimique constitué pour l'espace lorrain s'est avérée négative dans la plupart des cas. Un fragment de métal informe se trouve

[425] Les vocations des sites dans lesquels les espaces dévolus aux activités de post-réduction sont insérés sont variées. Cinq sites présentant des vestiges d'activités métallurgiques ont été mis au jour au sein de l'extension de la ville antique de *Divodurum*, capitale de la cité des Médiomatriques. La fouille de deux petites unités d'habitat rural a révélé des vestiges de travail de mise en forme du métal, à Bertrange et Trémery. Deux espaces de travail du fer ont été fouillés en contexte d'agglomération secondaire, à Florange-Daspich (Leroy *et al.* 2004) et Hettange-Grande (Bienfait 2002). Notons que la seconde est implantée le long de la voie reliant Metz à Trèves. Quatre autres ateliers (Gondreville – *Forêt Communale*, Lesménils – *Le Chêne Brûlé*, Maron – *Parcelle 412* et Semécourt – *Grignon Pré*) sont implantés en bord de voie. Trois contextes de post-réduction sont par ailleurs associés à des *villae*, à Atton – *Le Pain de Pâques*, Ludres – *rue de l'Eglise* et Laquenexy – *Entre Deux Cours*. Les agglomérations secondaires d'une certaine importance, dont l'exemple lorrain le mieux documenté est certainement Bliesbruck (Petit, Brunella 2005), abritent des ateliers de taille plus conséquente. La fouille extensive de ce site a révélé un quartier artisanal organisé, dévolu à plusieurs types d'activités.

[426] Trois, voire quatre signatures distinctes ont été mises en évidence dans le paragraphe 5.3.2.2.

toutefois compatible avec l'ensemble [Gondreville-Velaine]. Ce lien géochimique s'avère particulièrement intéressant. Il constitue en premier lieu un indice en faveur de la réduction du minerai oolithique de la transition Bajocien – Bathonien au cours de la période antique. Il témoignerait également de l'insertion de l'atelier au sein d'un terroir rural densément occupé. Le métal ne semble pas acquis uniquement *via* des réseaux d'échange d'ampleur extralocale, mais également par une potentielle activité de réduction locale, peut-être assurée en relation directe avec l'établissement routier. La pratique du recyclage de métal compléterait l'approvisionnement de l'atelier.

L'étude réalisée corrobore, pour le contexte lorrain, la complexité des échanges de matériaux mise en évidence par les travaux menés sur la *civitas* des Mandubiens. Elle illustre l'un des aspects de l'organisation des activités sidérurgiques au sein des cités des peuples de l'Est de la Gaule. Ces dernières (et notamment la production primaire de métal) apparaissent concentrées au sein des territoires des Sénons et des Eduens (Mangin 1994, 1996 ; Serneels, Mangin 1996 ; Leroy M. 2001). Face à l'ampleur de cette production d'autres cités, telle que celle des Leuques dont il est question ici, constituent des zones d'importance secondaire (Leroy M. *et al.* 2000a) au sein desquelles les activités de transformation du métal dominent. Le fer provient certainement, pour une bonne part, des grands districts sidérurgiques précités. L'apport majeur de notre étude est de suggérer que, en marge des circuits de distribution de grande ampleur mis en place à la faveur de la *pax romana*, une production primaire de métal a pu ponctuellement participer à une activité sidérurgique locale au sein du Plateau de Haye.

La réalisation d'une opération de fouille sur cet établissement viaire permettrait d'étendre considérablement la portée de cette première étude. Par la caractérisation chimique d'un plus grand nombre de déchets ferreux, il serait possible de mieux appréhender la part respective des sources de métal, notamment celle de la potentielle source locale suggérée par un fragment de fer informe. La découverte et l'étude de demi-produits consoliderait notre approche. Enfin, la mise au jour d'ébauches ou de fragments d'objets permettrait de préciser la destination fonctionnelle de la production assurée par l'établissement, et partant de mieux appréhender son insertion au sein d'un terroir densément occupé et traversé par des axes de circulation connectant les principales agglomérations locales. Afin de répondre à ces questions, des études comparées devraient également être menées sur les autres composantes des terroirs au sein desquels ces forges à caractère routier sont implantées. La caractérisation chimique des objets découverts en contexte de consommation permettrait de déterminer si leur approvisionnement est assuré par des forges situées en bordure de voie, mais dont la production peut être destinée à des usages variés. Notre appréhension de l'organisation de la production sidérurgique à l'époque antique ne pourrait que bénéficier d'études d'envergure menées sur des territoires importants, telles que celle menée par Mangin *et al.* (2000). Il apparaît essentiel de déterminer si cette organisation de la production, à l'échelle d'une *civitas*, constitue la norme pour l'ensemble des provinces gauloises, ou si des spécificités régionales peuvent être mises en évidence.

6.2.4. *Le rôle joué par le travail du fer dans l'organisation des sociétés hallstattiennes et laténiennes – nouveaux éléments de réflexion*

Au vu des données archéologiques actuellement disponibles, les activités de production du fer apparaissent réduites au cours des âges du Fer en Lorraine[427]. En dépit du faible nombre de vestiges mis au jour, quelques sites attestent d'une activité de production primaire du fer au cours des Ages du Fer au sein de l'espace lorrain. Un approvisionnement en métal d'origine lorraine a ainsi été envisagé pour plusieurs contextes de consommation et de dépôt du métal situés en Lorraine, en Champagne et en Alsace. D'autres centres de production du métal contemporains des contextes de découvertes ont été également envisagés en tant que sources de métal potentielles[428]. Les informations acquises autorisent à discuter plusieurs aspects de l'organisation sociale de deux groupes culturels des âges du Fer.

6.2.4.1. La production sidérurgique, moteur du développement des « principautés celtiques » ?

Selon plusieurs modèles établis, les activités sidérurgiques figurent parmi les principaux moteurs du développement, à la fin du premier âge du Fer, des « principautés celtiques » au sein du complexe nord-alpin. Le principal argument en faveur de la place occupée par le travail du fer au sein de ces sociétés tient à l'idée que le contrôle de la production d'un matériau permettant une percée fondamentale dans différentes sphères d'activité[429] constitue une assise majeure du pouvoir (Olivier 1986 ; Brun 1987). Cette idée peut être renforcée par le contraste saisissant caractérisant la densité des découvertes de demi-produits ferreux attribuables à cette période. L'écrasante majorité des sites sont en effet situés au sein de l'aire de dispersion du phénomène des « résidences princières » (Bauvais 2007 ; Berranger 2009).

Ces considérations doivent toutefois être nuancées à la lumière de travaux récents. A l'ouest du Rhin, les contextes de réduction sont rares, livrant l'image d'une activité marginale[430]. La situation est différente dans le sud de l'Allemagne, les contextes de découvertes y étant plus nombreux. En particulier, le complexe sidérurgique de Neuenbürg – *Waldrennach*, suggère l'ampleur des activités sidérurgiques dans ce secteur (Gassmann *et al.* 2006). Toutefois, les liens entre ce centre de production et les sites « princiers » environnants apparaissent ténus. A la lumière des résultats présentés dans ce mémoire, les débouchés de cette production restent encore largement inconnus,

[427] Les sites de production primaire de Gondreville – *ZAC de la Roseraie* et Velaine – *ZAC Herbue Chalin* attestent d'une activité sidérurgique à la fin du Hallstatt (Ha D3). Le site de Terville – *ZAC Géric* constitue un indice ténu en faveur d'une activité sidérurgique au cours de la période laténienne (LT C-D).

[428] Il s'agit des ateliers de production de la confluence Seine-Yonne (Dunikowski, Cabboi 1995), ainsi que de centres localisés dans le Sud de l'Allemagne, au nord de la Forêt Noire (Gassmann *et al.* 2006) et dans la Souabe.

[429] Par leurs qualités intrinsèques, notamment mécaniques, les alliages ferreux s'avèrent effectivement supérieurs au bronze, particulièrement dans le domaine de l'armement ou de l'outillage.

[430] Pour la Lorraine, les seuls indices connus sont les sites de Gondreville et Velaine, présentés dans le cadre de ce mémoire. Aucun contexte de réduction du minerai n'est par ailleurs connu en Alsace.

puisqu'aucun demi-produit ni artefact parmi ceux analysés[431] ne s'avère chimiquement compatible avec les ensembles géochimiques mis en évidence. Les informations collectées suggèrent en revanche une importation de fer par les sociétés hallstattiennes évoquées[432]. Par ailleurs, plusieurs zones géographiques comportant des centres de production sidérurgiques datés de la fin du premier âge du Fer ne présentent aucun vestige lié à des occupations marquées par un statut social élevé. C'est le cas notamment de la Sarthe (Cabboi *et al.* 2007 ; Sarreste 2008) ou du Siegerland (Laumann 1989, p. 62 ; Garner 2010, p. 13).

La production de fer ne présenterait ainsi pas, au vu de ces nouvelles informations, le caractère essentiel au développement des sociétés hallstattiennes qui lui avait été attribué de prime abord. Il ne fait pourtant aucun doute que l'acquisition de fer a constitué un enjeu majeur pour celles-ci. La commercialisation de ce matériau semble observer un schéma d'organisation complexe, dont nous discuterons certains aspects, perçus à travers l'étude archéométallurgique et archéométrique de demi-produits bipyramidés.

Nous évoquerons, en dernier lieu, une autre catégorie de produits sidérurgiques pouvant être considérée pour alimenter les réflexions développées ici : les bandages de roue équipant les chariots constituant l'appareil funéraire de certaines tombes à caractère prestigieux de la fin du premier âge du Fer. Des échantillons ont été prélevés, dans le cadre du programme *CIPIA*, sur les bandages provenant d'une célèbre tombe située en Lorraine, celle de Marainville-sur-Madon (Vosges) (Olivier 1988a et b, 2002)[433]. Il devrait également être envisagé d'étudier les bandages de roue issus de la fouille des tombes à char du complexe funéraire de Diarville, proche de Marainville-sur-Madon (Olivier 1991). Ces ensembles funéraires peuvent être par ailleurs associés à un pôle aristocratique, celui de Saxon-Sion (Olivier 1997).

6.2.4.2. Les demi-produits bipyramidés, témoins d'un système de commercialisation complexe ?

Les études menées prolongent les travaux effectués sur cette catégorie particulière de demi-produits (par exemple Doswald 1994 ; Berranger 2009 ; Berranger, Fluzin 2011). Deux aspects dominent : le caractère bipartite de certains individus, et la mise en évidence d'une origine commune à plusieurs demi-produits. Ces considérations concourent à la proposition d'un modèle de commercialisation des alliages ferreux à la fin du premier âge du Fer.

En premier lieu, l'assemblage de deux lopins, parfois issus de systèmes de réduction différents, soutient la thèse d'une sectorisation spatiale de la chaîne opératoire. Des masses brutes, issues de plusieurs centres de production primaire, seraient acheminées vers des ateliers de transformation, au sein desquels elles seraient assemblées et mises en forme. Ce schéma dénote une certaine centralisation de l'activité d'épuration. Cette organisation particulière soulève également la

[431] Rappelons que seuls les deux fragments de masses de métal brutes de Velaine (compatibles avec [Gondreville-Velaine]) et celui d'Eberdingen (compatible avec la [Forêt Noire]) ont pu être mis en relation avec l'un des ensembles géochimiques de référence.

[432] Le fait que les demi-produits bipyramidés analysés ne soient chimiquement compatibles avec aucun ensemble de production identifié soutient la thèse d'une origine extrarégionale.

[433] Ayant été confrontés à des difficultés pour la caractérisation chimique (en éléments traces) des inclusions dans les bandages, une nouvelle campagne analytique sera réalisée.

question de la supervision de l'activité. Quels groupes sociaux sont impliqués dans son organisation ? Cette question reste actuellement sans réponse, puisqu'à notre connaissance aucun vestige témoignant de cette activité particulière n'a pu être mis en évidence pour l'heure.

En second lieu, la mise en évidence de caractéristiques chimiques communes à des demi-produits disséminés parmi plusieurs contextes de découvertes contribue également à la perception de l'organisation de la production sidérurgique à la fin du premier âge du Fer. Cette signature commune amène à envisager l'existence d'un centre de production primaire de grande ampleur, dont la partie occidentale de l'extension du complexe-nord alpin semble constituer un débouché majeur. Ce district sidérurgique n'a toutefois pas été mis en évidence à ce jour, tout du moins d'un point de vue géochimique.

Nous souhaitons revenir, en dernier lieu, sur les dépôts comportant plusieurs demi-produits bipyramidés. Plusieurs exemplaires issus de Marsal et de Durrenentzen ont été caractérisés chimiquement, révélant la pluralité des signatures au sein d'un même contexte. Le dépôt des demi-produits au sein de chacun de ces contextes apparaît synchrone. Ils constituent ainsi un « instantané » des réseaux de distribution du fer à l'époque de l'enfouissement des demi-produits. La diversité des signatures impliquerait la participation de plusieurs centres de production primaire, alimentant concomitamment ces réseaux.

La caractérisation chimique de plusieurs demi-produits bipyramidés, menée en parallèle de la définition d'ensembles géochimiques de production, engendre une perception renouvelée de l'organisation et le rôle de la production sidérurgique, ainsi que des modalités de circulation du fer impliquant les sociétés hallstattiennes intégrées au complexe nord-alpin. Celle-ci ne pourra qu'être enrichie et affinée par la multiplication de démarches similaires. Les efforts devraient se tourner également vers le métal mis au jour dans les complexes d'habitat, afin d'établir des parallèles avec les contextes funéraires et dépôts explorés récemment.

6.2.4.3. La mise en évidence de demi-produits bipartites : une valeur symbolique primant sur une logique de mise en forme du métal ?

Une réflexion initiée par Albert France-Lanord (1983) et Aimé Thouvenin (1984) sur la mise en forme des demi-produits de forme bipyramidée repose sur l'hypothèse que la forme de ces dernières est induite par une logique de mise en forme du métal brut. Ce dernier subirait des compactages successifs de ses contours pour éviter le plus possible la fragmentation du métal[434], aboutissant à cette forme caractéristique.

Nous avons décrit, au cours du chapitre 5, le cas de sept demi-produits bipyramidés comportant des lignes de soudure, dont trois exemplaires apparaissaient constituées de deux masses présentant des signatures inclusionnaires différentes. Dans les quatre cas pour lesquels les masses situées de part et d'autre de la soudure présentent la même signature inclusionnaire, on peut raisonnablement penser que deux masses de métal brut produites par des systèmes de réduction très similaires ont été assemblées. Les soudures pourraient également être liées à la résorption de

[434] En opposition à un cinglage à proprement parler.

cavités, ou au repli de parties de métal saillantes sur la masse principale. Dans les trois autres cas en revanche[435], le fait d'assembler deux masses brutes manifestement produites par des systèmes de réduction différents semble en contradiction avec le modèle proposé par A. France-Lanord et A. Thouvenin, puisque le bénéfice offert par le compactage des parties périphériques d'une seule et même masse est perdu.

Si l'obtention d'une forme bipyramidale n'est, pour ces exemplaires de demi-produits, pas régie par une logique de mise en forme, à quel besoin fonctionnel répondrait la reproduction de cette morphologie particulière ? L'explication la plus plausible dans ce cas serait, à notre sens, d'assembler et de mettre en forme deux masses brutes de réduction distinctes pour répondre à un besoin de normalisation morphologique des semi-produits[436] dans le cadre d'échanges de matières premières. L'acte de transformation de deux masses brutes produites *a priori* par des ateliers différents en un semi-produit de forme précise traduirait bien dans ce cas une déconnexion entre des lieux de production primaire et des ateliers dévolus, au moins en partie, à donner à la matière première des caractéristiques normées répondant à des besoins spécifiques en termes d'échanges de produits sidérurgiques.

Les examens métallographiques effectués sur les demi-produits bipyramidés étudiés remettent ainsi en perspective les conclusions d'A. Thouvenin selon lesquelles la forme bipyramidale serait induite par des contraintes techniques et non fonctionnelles. Les observations rejoignent les conclusions de M. Berranger[437] sur l'organisation et la production et des échanges de matière première dans la zone des « résidences princières » hallstattiennes. Ainsi, si des impératifs d'ordre technique constituent vraisemblablement un des facteurs à l'origine de cette forme particulière de semi-produits, son exclusivité est remise en question par les synthèses et informations métallographiques récentes[438] apportées à l'étude des demi-produits bipyramidés.

6.2.4.4. Réseaux de distribution du fer dans la culture Aisne-Marne

La place occupée par le travail du fer (du moins telle que nous la percevons) au sein des sociétés de La Tène ancienne présente plusieurs traits communs avec la période hallstattienne. Le parallèle le plus évident concerne le rôle joué par les élites dans l'organisation des activités sidérurgiques. Parmi les principaux groupes laténiens, la culture Aisne-Marne semble occuper une place particulière. Aucun indice en faveur d'une activité de production primaire du fer au cours de La Tène ancienne n'est connu à ce jour. La fouille de plusieurs ateliers de post-réduction a toutefois mis en évidence un lien étroit entre les activités de mise en forme du métal et les élites, qui semblent posséder un statut de consommateurs privilégiés (Bauvais 2007, 2008, 2009 ; Bauvais, Fluzin 2013), comme l'attestent par ailleurs les appareils funéraires. Toutefois, aucune information précise

[435] Il s'agit du demi-produit de Farébersviller, le demi-produit 6 de Marsal, et le demi-produit de Xirocourt. La composition chimique des inclusions, du point de vue des éléments majeurs, permet de bien distinguer les deux parties.

[436] M. Berranger (2009, p. 261) souligne bien, à ce propos, une relative homogénéité morphologique des semi-produits bipyramidés et "*Hooked Billets*", associée à « *des flux dans les échanges suffisamment importants pour générer une circulation des matières premières dans un cadre raisonné*. »

[437] Effectuées sur la base de considérations typo-morphologiques (Berranger 2009, p. 262)

[438] Bien que C. Doswald (Doswald 1994, p. 333) fasse mention de demi-produits se composant « *souvent de plusieurs loupes soudées et martelées superficiellement* », aucun document publié ne vient, à notre connaissance, appuyer ses dires, nous laissant dans l'impossibilité de vérifier ses sources.

concernant la circulation des matières premières entre cet espace consommateur et de potentiels centres producteurs n'était disponible avant les travaux présentés ici.

Bien qu'ils n'aient pas permis d'identifier avec certitude l'origine du métal employé à mettre en forme les bandages de roue étudiés, les résultats obtenus permettent d'orienter les recherches futures, et de fournir quelques éléments de réponse quant au commerce du fer organisé par les élites laténiennes champenoises. Deux bandages paraissent chimiquement très proches de l'ensemble de production du [Barrois], exploitant des minerais de fer associés à la côte des Bars. Une telle similitude nous amène à considérer que la source effective du métal a exploité un minerai chimiquement proche de ceux du Barrois. Ces sources de métal seraient ainsi à situer le long de la même *cuesta*, certainement plus au nord. Par ailleurs, le métal des bandages analysés ne provient pas du Sénonais – Pays d'Othe, qui constitue une autre source potentielle de métal. D'autres espaces de production, tels que les Ardennes belges, devraient également faire l'objet d'une caractérisation chimique, afin de définir de nouveaux ensembles géochimiques pouvant être considérés comme pourvoyeurs de métal potentiels dans ce contexte.

Ces premiers résultats autorisent toutefois à penser que les élites impliquées dans l'organisation du travail du fer entretenaient des liens commerciaux avec des zones sidérurgiques localisées en périphérie directe de leurs territoires, établissant par là un réseau d'échange de matériaux à moyenne distance. Cette première perception de la circulation du fer doit toutefois être confirmée par la mise en évidence de nouvelles zones sidérurgiques dans la frange occidentale de la Lorraine. L'ampleur et la diversité de ces réseaux d'échange doit également être appréhendée par l'étude de contextes funéraires supplémentaires[439].

6.3. Le traitement de l'information en paléométallurgie du fer : constats et perspectives

Faisant suite à de précédents travaux (Desaulty 2008, Leroy S. 2010) menés sur la filiation chimique du minerai et les problématiques de provenance, notre étude affichait pour ambitions de décrire la diversité des ensembles géochimiques de production du fer, la conservation de la signature chimique originelle du minerai au produit sidérurgique au fil de la chaîne opératoire, et enfin de qualifier la circulation du métal au sein d'un espace géographique donné. L'application d'une méthodologie statistique générique qui soit à même de traiter ces problématiques a mis en évidence la nécessité d'élaborer un outil de traitement de la donnée adaptable et dynamique, qui puisse

[439] Une telle étude est actuellement menée sur des tombes à char champenoises, à Cuperly, Suippes et Bussy-le-Château (aux environs de Somme-Tourbe), ainsi qu'à Chassemy et Witry-lès-Reims.

s'intégrer à un cadre de réflexion plus large en paléométallurgie du fer. Nous détaillerons ici ces acquis méthodologiques.

6.3.1. Des questionnements nécessitant une adaptabilité dans le choix des descripteurs

Le travail mené ici montre bien que les variables décrivant les corpus (géochimiques et artefacts) sont dépendantes de la problématique. De façon plus précise, le choix des éléments chimiques doit être déterminé par les ensembles de production considérés comme source potentielles du métal. L'exemple le plus caractéristique est dans notre cas la *Minette*. Ce minerai, dont la composition chimique est considérée (à juste titre) comme fortement typée, se distingue notamment par les teneurs importantes de certains composés majeurs[440]. Prendre ces éléments en compte dans une optique discriminatoire a du sens, puisqu'ils distinguent particulièrement les déchets associés à sa réduction de ceux issus de l'exploitation d'autres minerais. Parmi les éléments traces, les teneurs en thorium et gadolinium apparaissent également comme caractéristiques. *A contrario*, le phosphore, pourtant réputé comme un élément caractéristique de la *Minette lorraine*, n'a pas été intégré à notre démarche multivariée. Les importantes variations de teneurs observées tout au long de l'étude, ainsi que le comportement particulier de cet élément au cours de la réduction du minerai (partitionnement entre le métal et la scorie de réduction), nous ont amenés à le considérer tout au plus comme un indice permettant de proposer l'ensemble [Minette] comme source potentielle du métal. De plus, les recherches menées par A.-M. Desaulty (2008) ont montré que les teneurs en phosphore de certains minerais et scories de réduction brayons sont tout à fait comparables à celles qui caractérisent la *Minette.* Cet élément ne peut être considéré comme traceur spécifique du minerai oolithique aalénien.

D'autre part, certains éléments chimiques intégrés à des études précédentes[441] se sont souvent révélés en limite de détection (ou en-deçà) pour les déchets métalliques et produits sidérurgiques analysés dans le cadre de ce travail. La variance des teneurs apparaissant trop importante pour ces éléments, nous avons pris le parti de ne pas les intégrer à l'approche statistique multivariée.

Il apparaît ainsi essentiel d'adapter les groupes de descripteurs géochimiques au contexte et aux ensembles de production pris en considération. Ces éléments peuvent être sélectionnés par le biais de comparaisons bivariées ou d'analyses multivariées descriptives telles que l'Analyse en Composantes Principales. Les outils développés dans le cadre de la thèse avec le logiciel R s'efforcent de simplifier l'étape préalable de traitement et de transformation des données chimiques.

[440] Plus particulièrement le magnésium, l'aluminium et le calcium.
[441] Le césium, le hafnium, le niobium, l'ytterbium notamment, dans Leroy S. 2010.

6.3.2. Une approche plurielle de l'information chimique

Nous avons été amenés à employer différentes démarches statistiques appliquées au traitement des questions abordées à l'occasion des chapitres 3 à 5. Il apparaît, à l'issue de ce travail, qu'il n'existe pas de méthode statistique pouvant être appliquée universellement à l'ensemble des problématiques qui nous animent, mais qu'il est possible d'adapter l'emploi de plusieurs méthodes, permettant de constituer une démarche idoine. L'usage de plusieurs analyses permet par ailleurs de vérifier la pertinence de l'approche quant au traitement d'un jeu de données. Les résultats obtenus dans le chapitre 3 suggèrent par exemple qu'il est possible d'aboutir à des conclusions similaires, que ce soit en appliquant une classification basée sur des coordonnées de composantes principales ou que ce soit en effectuant une Analyse Factorielle Discriminante.

Ainsi, plutôt que de se cantonner de fait à l'emploi d'une unique méthode, il paraît plus important de privilégier une démarche qui permette une description claire du jeu de données, et plus particulièrement l'influence des descripteurs (les teneurs chimiques) dans le cas d'analyses multivariées.

Il paraît ainsi pertinent d'initier une telle démarche par la comparaison de rapports de teneurs bivariés, afin d'identifier les éléments chimiques apparaissant comme les plus discriminants et intégrer ces derniers à un ensemble de descripteurs pouvant faire l'objet d'une démarche multivariée.

L'emploi de méthodes de description de l'information, basées sur une réduction de dimensionnalités, telles que l'ACP, permet par la suite de qualifier la structuration des données, en observant éventuellement la répartition de clusters dans l'espace multivarié, tout en évaluant l'influence des descripteurs sur cette répartition. L'emploi ultérieur de méthodes de partitionnement telles que la CAH permet de quantifier la dissimilarité entre ces clusters, et d'évaluer la pertinence de la définition d'une classe (dans notre cas un ensemble de production).

L'AFD est quant à elle employée pour discriminer des classes « faisant sens » ; ces dernières peuvent être entre autres définies par le biais des méthodes précitées. Cette méthode permet également la mise en œuvre d'une approche inférentielle. La même démarche peut être réalisée par l'emploi de la régression logistique. Cette dernière présente par ailleurs l'avantage d'évaluer l'influence et la significativité des descripteurs sur le modèle.

Chaque méthode statistique décrite dans le cadre de ce travail se distingue ainsi, outre sa finalité, par le type d'informations livrées. La constitution d'une démarche répondant à une problématique donnée dépend également des informations dont on veut disposer.

En conclusion, pour aboutir aux mêmes fins, plusieurs approches sont envisageables. La méthodologie développée au cours de ce travail a été définie sur la base des possibilités offertes par les différentes méthodes pour qualifier notre jeu de données et évaluer la pertinence de nos choix, plus particulièrement dans la définition des ensembles de production. De précédents travaux ont mis en évidence les limites d'une stricte approche inférentielle dans le cadre des problématiques ayant trait à la provenance des produits sidérurgiques (Leroy S. 2010). Le plus grand soin a ainsi été apporté à la validation des résultats obtenus à l'issue de chaque étape de la méthodologie définie dans la sous-partie 2.3.5, en exploitant les fonctionnalités des méthodes statistiques à notre disposition.

6.3.3. *Intégration des données contextuelles : développement d'un outil global de traitement de l'information*

Parmi les récents efforts menés en recherche paléosidérurgique, la collecte d'informations chimiques, à la fois en contexte de production et de consommation du métal, constitue un axe majeur. De la même manière, les opérations de fouille, ainsi que les synthèses récentes, permettent une perception plus fine de l'organisation de la production du fer dans différents cadres spatiaux et chronologiques. Le nombre croissant de contextes étudiés et de données disponibles nécessite la mise en place d'un outil de traitement de l'information qui soit à même d'intégrer à la fois des données ayant trait aux contextes de découverte, à la qualification des produits sidérurgiques, ainsi qu'à leurs caractéristiques chimiques.

6.3.3.1. Création d'une base de données collaborative en paléosidérurgie

Il ne s'agit pas ici d'un concept neuf, puisqu'une telle démarche a été entreprise, dans le cadre restreint de l'information chimique toutefois, avec la création de la base PalSid en 1990. Il serait cependant intéressant de développer un outil dont l'architecture permette l'intégration de données de natures diverses, exprimant des informations complémentaires pour l'interprétation des contextes de production et de consommation du métal, ainsi que pour la circulation des produits sidérurgiques.

Nous envisageons ainsi le développement d'une base de données permettant de croiser des informations ayant trait à plusieurs catégories, que nous décrirons brièvement :

- L'information contextuelle : il s'agirait de distinguer deux types de contextes ; ceux ayant trait à la production du métal, liés à tout ou partie de la chaîne opératoire, et les contextes au sein desquels le métal est consommé. Des sous-types peuvent être définis, tels que sites de production primaire et de transformation du métal pour le premier, ainsi que la fonction du contexte de consommation. Afin de qualifier plus précisément ces sous-types, il faudrait également spécifier le type de production dans le cas d'ateliers spécialisés. De la même manière, l'usage du métal (lien avec des activités agricoles, artisanales, votives[442], guerrières,…) dans les contextes de consommation devraient être précisés.

- L'information technique : cette catégorie comprendrait notamment une description métrologique normée de l'objet, ainsi que les traitements particuliers pouvant être appliqués au métal, tels que trempe, cémentation, damassage, damasquinage,… Le taux de carburation moyen du métal devrait également être intégré à cette catégorie.

[442] Comme ce peut être le cas dans des sanctuaires celtiques tels que Gournay-sur-Aronde ou Ribemont-sur-Ancre.

- L'information chimique : cette catégorie intègrerait les résultats issus de l'analyse de chaque déchet ou objet analysé, comportant les teneurs en éléments majeurs et traces de chaque individu.

La mise en place d'un système normé de stockage et de traitement des informations permettrait, à terme, de réaliser des requêtes sur un grand nombre d'occurrences et de mieux percevoir les relations entre les produits sidérurgiques et leur contexte d'utilisation *via* la classification de ce dernier. De la même manière, il serait possible d'établir des relations entre un atelier de production particulier et les contextes d'utilisation par le biais des informations d'ordre technique ou chimique. Enfin, la mise en place d'une base de données globale regroupant la totalité des informations chimiques disponibles et applicables aux problématiques de provenance permettrait la définition d'ensembles de production à une plus grande échelle géographique que ce qui a pu être réalisé ici. Par conséquent, il serait possible d'envisager un plus grand nombre de sources de métal potentielles pour des produits sidérurgiques d'origine inconnue, en fonction des sources potentielles de métal.

6.3.3.2. Exploitation spatialisée des données : Système d'Information Géographique et statistiques spatiales

L'emploi d'un SIG intrasite dans le cadre de l'étude des renforts de la tour de Mutte a montré tout l'intérêt que pouvait revêtir l'affichage spatialisé dynamique de résultats de requêtes effectuées sur une base de données dans le cadre de nos questionnements. Cela a permis plus particulièrement de distinguer des ensembles cohérents de mise en œuvre de ces éléments par le biais de la signature chimique du plomb de scellement. La répartition des éléments de renfort ferreux, exprimés par des caractéristiques techniques, notamment le procédé de réduction ou la présence de traces de laminage, a révélé l'éventualité du réemploi de certains renforts à l'occasion de campagne de restauration du monument. La prise en compte de l'information spatiale a également permis de mettre en évidence l'emploi concomitant de crampons issus des procédés direct et indirect par le chantier de construction de la fin du XVe s.

L'extension spatiale d'une base de données thématique en paléosidérurgie constituerait un outil permettant une interprétation plus aisée des informations qualifiant les contextes de production et de consommation du métal, et facilitant leur synthèse. L'emploi de données spatialisées permettrait également de réaliser des traitements statistiques spatiaux et géostatistiques afin de modéliser des phénomènes de diffusion tels que les réseaux d'échange ou les innovations techniques. Bien que cet ensemble de méthodes ne nous soit pas encore familier, les quelques travaux que nous avons pu consulter dans le cadre de ce travail, et portant sur leur application à des questionnements archéologiques (Batardy *et al.* 2008 ; Djindjian 2011, chapitre 11 ; Favory *et al.* 2012), paraissent prometteurs.

Conclusions générales

Le travail présenté a été réalisé sur un espace géographique au sein duquel les activités sidérurgiques anciennes ont été caractérisées par un programme de recherche initié il y a un quart de siècle. L'étude des contextes archéométallurgiques a permis, en mettant en évidence les volumes de production, la nature des opérations pratiquées et l'organisation des ateliers, de proposer un bilan diachronique de la sidérurgie ancienne en Lorraine, du premier âge du Fer au début de l'époque moderne. Les opérations de fouille et les études archéométallurgiques réalisées ont offert un support favorable au développement de problématiques transcendant le strict point de vue technique. Le haut Moyen Age en Lorraine, marqué par une importante diversité des modes de production sidérurgique, constitue en ce sens un cadre particulièrement adapté (Leroy M. 2005). Rappelons que dans certains cas tels que *Les Noires Terres* à Messein, le métal a été travaillé au sein d'unités artisanales insérées dans des contextes d'habitat également tournés vers les activités agricoles. Ces ateliers présentent un contraste saisissant avec les centres de production spécialisés tels que Ludres – *Hôtel de Ville.* Il est raisonnable de penser que la destination de ces productions diffère. Le travail du fer soutiendrait, dans le premier cas, une économie rurale, fondée sur les activités agricoles. L'ampleur de la production de centres tels que celui de Ludres suggère en revanche une activité contrôlée par une autorité de quelque importance. Le métal produit par ces centres a pu alimenter les centres de pouvoir, ou des chantiers monumentaux tels que les ponts. De nombreuses questions restent en suspens : quelle est l'extension spatiale de ces réseaux de distribution ; sont-ils hermétiques l'un à l'autre ?

Le potentiel informatif que revêt la reconstitution des réseaux d'échange du fer est tout aussi sensible dans d'autres contextes. Le contrôle indirect exercé par l'oligarchie messine sur une partie des activités sidérurgiques de Lorraine septentrionale au Moyen Age amène à se demander si les chantiers de construction municipaux constituent un débouché privilégié pour cette production. La concentration exceptionnelle de demi-produits bipyramidés dans un espace géographique inscrit entre la Bavière et la Lorraine (Berranger 2009) amène par ailleurs à supposer l'existence d'un ou plusieurs districts sidérurgiques alimentant la composante occidentale du complexe nord-alpin. Ces modèles de diffusion de la production sidérurgique doivent toutefois être appuyés par des approches complémentaires de l'archéologie.

Jusque récemment, seules les sources textuelles, dans un nombre de cas restreint, pouvaient être convoquées pour la mise en évidence des réseaux de distribution du métal. Les récents

développements méthodologiques effectués dans le domaine de l'archéométrie ont ouvert un large champ de perspectives quant aux problématiques ayant trait à la circulation des objets ferreux. Nous nous sommes ainsi attachés, par le travail de recherche archéométrique présenté ici, à aborder de manière diachronique les modalités de diffusion des demi-produits et produits sidérurgiques au sein de l'espace lorrain et de régions limitrophes. Tirant bénéfice de la base de données géochimique PalSid constituée dans le cadre du programme de recherche sur la sidérurgie ancienne en Lorraine, nous avons également contribué aux récents développements méthodologiques réalisés par le LMC et le LAPA.

Nous rappellerons ainsi, en guise de conclusion, les principaux apports de cette thèse aux connaissances sur la circulation des objets ferreux aux époques anciennes, ainsi qu'aux démarches dévolues au traitement de l'information chimique en archéométallurgie. Ces travaux s'insérant dans la trame d'une recherche présentant un fort potentiel d'évolution, nous reviendrons également sur certaines perspectives, parmi celles entrevues à l'issue de notre étude et présentées de façon détaillée dans le dernier chapitre de ce mémoire.

Contributions aux réflexions relatives au traitement de l'information chimique

La participation majeure de cette thèse aux réflexions ayant trait à l'étude de l'héritage chimique en sidérurgie ancienne tient à la volonté de s'affranchir, dans la mesure du possible, d'un paradigme plaçant l'information spatiale au centre des réflexions visant à définir les espaces de production du fer. La signature chimique constituant le lien entre systèmes de réduction et produits sidérurgiques, les entités constituant le référentiel ont été caractérisées principalement sur la base de cette information. Une approche s'appuyant sur des analyses statistiques non supervisées a été adoptée afin de décrire cette information de manière neutre. Ce n'est que dans un second temps que ces entités, que nous avons nommées « ensembles géochimiques de production », ont été qualifiées d'un point de vue spatial et chronologique, *media* indispensables à leur insertion dans un contexte socio-économique.
La validité des ensembles définis en tant que référentiel chimique a ensuite été vérifiée par l'étude de déchets métalliques issus de plusieurs contextes de travail du métal. Une approche fondée sur l'emploi combiné d'analyses statistiques discriminantes et descriptives a été développée dans ce but.

Ce travail prolonge par ailleurs les réflexions développées autour du comportement des éléments chimiques au cours des étapes successives de la chaîne opératoire en sidérurgie ancienne (Desaulty 2008 ; Leroy S. 2010). Les teneurs de plusieurs éléments chimiques présents à l'état de traces, employés dans de précédents travaux pour la définition de la signature chimique des ensembles géochimiques de référence et des produits sidérurgiques, se sont ici révélées être régulièrement en-deçà des limites de détection[443]. Nous nous sommes par conséquent assurés, par une approche expérimentale, de pouvoir prendre d'autres éléments chimiques en considération. Nous avons présenté, dans ce mémoire, un inventaire actualisé des éléments traces pouvant être, à notre sens, intégrés à cette démarche.

[443] Particulièrement le niobium, l'hafnium, le césium et l'ytterbium.

L'information exprimée par la composition chimique en éléments majeurs des scories de réduction et des inclusions de scorie s'est également trouvée au centre de nos réflexions. Jusqu'alors (Desaulty *et al.* 2009 ; Pagès *al.* 2011 ; Leroy S. *et al.* 2012), ces données avaient été considérées comme des « filtres » préliminaires pouvant mettre en évidence une affinité chimique entre des produits sidérurgiques et des complexes sidérurgiques utilisant des minerais chimiquement « typés »[444]. Le référentiel géochimique constitué au cours de notre recherche est caractérisé par une forte représentation d'échantillons liés à la réduction de la *Minette lorraine*, minerai fortement typé d'un point de vue chimique. Ceci nous a amenés à questionner l'intégration de certains éléments majeurs à une démarche globale pour l'étude de l'héritage chimique du minerai et la définition des domaines chimiques caractérisant les ensembles géochimiques de production. Une démarche comparative, présentée dans le troisième chapitre de ce mémoire, a mis en évidence le bénéfice apporté par la prise en compte de cette information dans le contexte lorrain. Cependant, de précédents travaux montrent que la composition chimique des scories de réduction en éléments majeurs peut être sujette à une altération, due aux pollutions pouvant être apportées par les composantes des systèmes techniques constitutifs de la chaîne opératoire[445]. Il apparaît par conséquent nécessaire de souligner, au terme de ce travail, la nécessité de justifier l'intégration des éléments majeurs à une démarche multivariée en fonction du référentiel géochimique constitué.

Il convient également de souligner, à l'issue de ce travail, l'importance prépondérante du formalisme des questions soumises à une approche statistique sur le choix des outils employés. Nous avons pris le parti d'utiliser plusieurs analyses statistiques multivariées pour répondre à des questionnements dont la succession constitue une réflexion globale présentée à l'issue du deuxième chapitre de ce mémoire. Les choix se sont portés sur les analyses nous apparaissant comme étant les plus adaptées aux questions posées. Nous nous sommes efforcés de tenir compte des limites de chacune afin d'éviter autant que possible de potentielles erreurs d'interprétation. Ce n'est ainsi pas une méthodologie « clé en main » qui a été présentée dans ce mémoire, mais l'une des expressions possibles d'une problématique archéométrique. L'utilisation d'autres outils statistiques est évidemment envisageable pour parvenir à des fins similaires.

L'ensemble de ces considérations soutiennent la nécessité de procéder à une description rigoureuse et neutre de l'information chimique portée par le référentiel géochimique constitué, quel qu'il soit. Il n'apparaît pas nécessaire d'intégrer systématiquement la totalité des éléments chimiques, majeurs ou traces, potentiellement exploitables à une démarche visant à définir les domaines chimiques d'ensembles de production. Il est en revanche essentiel de s'affranchir, autant que possible, des biais susceptibles d'altérer notre perception de ces domaines, qu'ils soient afférents aux dispositifs analytiques employés, ou à des facteurs techniques tels que les pollutions.
Nous avons constitué, sur cette base, un référentiel composé de six ensembles de production qualifiant l'information chimique disponible à l'heure actuelle pour l'espace lorrain et ses marges. Cet outil s'est avéré être un support adapté à l'application de la démarche multivariée développée pour tester plusieurs hypothèses de provenance formulées en vue d'enrichir nos connaissances sur les modalités de diffusion des produits sidérurgiques aux époques anciennes.

[444] Contenant des quantités notables de manganèse ou de phosphore, par exemple.
[445] Il s'agit, rappelons-le, des parois des structures de combustion, des cendres de charbon de bois, ou des ajouts de réduction ou de forge.

Contributions à la reconstitution des réseaux d'échange du fer au sein de l'espace lorrain et de ses marges

Quatre contextes de consommation du métal ont été considérés dans le cadre de ce travail. Chacun a été choisi en fonction des éléments de discussion nouveaux que leur étude était susceptible d'apporter quant à la circulation des produits sidérurgiques dans différents contextes socio-économiques.

◆ La Lorraine ne semble pas, d'après nos connaissances actuelles, avoir connu d'activités sidérurgiques de grande ampleur au cours des âges du Fer. Deux ateliers datés du Hallstatt final ont toutefois été mis au jour sur le Plateau de Haye, attestant une production de fer précoce en Lorraine. Ces découvertes suggèrent l'existence d'autres complexes sidérurgiques protohistoriques au sein de l'espace lorrain. Celui-ci a été considéré comme une source potentielle de métal dans le cadre d'un projet franco-allemand portant sur la circulation des produits sidérurgiques aux âges du Fer dans un espace géographique comprenant l'est du Bassin parisien, l'*Oberrhein* et la Bavière. Les travaux se sont focalisés sur deux catégories de produits sidérurgiques : les bandages de roue de char et les demi-produits bipyramidés.

Une synthèse récente (Berranger 2009) souligne une concentration très importante des découvertes de demi-produits bipyramidés, inscrite dans un espace comprenant l'est de la France, le sud-ouest de l'Allemagne et le nord de la Suisse. Plusieurs complexes sidérurgiques sont connus par ailleurs dans cet espace. Il s'agissait dès lors de vérifier si la concentration des contextes de découverte de demi-produits était liée à la proximité de ces espaces de production du fer. Si les résultats obtenus ne permettent pas de déterminer l'origine du métal, les examens micrographiques et analyses chimiques réalisés ont révélé des informations de première importance quant à l'organisation de la production et des réseaux d'échange du fer. Plusieurs demi-produits se sont révélés composés de deux masses métalliques soudées l'une à l'autre. La caractérisation chimique des inclusions de scorie a permis de montrer que, dans certains cas, ces masses avaient été produites par des ateliers sidérurgiques différents. Ceci suggère une sectorisation spatiale de la chaîne opératoire, les demi-produits étant mis en forme par des unités artisanales spécialisées apparemment déconnectées des ateliers de réduction, et alimentés par une fourniture en métal plurielle. Deux dépôts (Marsal et Durrenentzen) contiennent en outre des demi-produits bipyramidés dont le métal provient de plusieurs entités géochimiques. Ce constat amène à formuler deux hypothèses quant à l'origine des demi-produits. Cette diversité pourrait refléter la stratégie d'approvisionnement des ateliers mettant en forme les demi-produits, évoquée *supra*. Les demi-produits seraient ainsi acheminés depuis une seule et même unité artisanale transformant des masses de métal brutes provenant de plusieurs complexes de production. Il apparaît toutefois plus raisonnable d'envisager là encore un approvisionnement pluriel, reposant sur plusieurs ateliers de mise en forme de demi-produits bipyramidés. Les travaux réalisés suggèrent l'existence, à la fin du premier âge du Fer, de réseaux d'échanges de matériaux complexes, structurés au moins partiellement par une sectorisation spatiale de la chaîne opératoire. L'extension spatiale de ce réseau nous échappe toutefois pour le moment.

L'aire d'extension de la culture Aisne-Marne est caractérisée, au cours de La Tène ancienne, par l'absence d'indices liés à la production sidérurgique. Les élites sont pourtant consommatrices de

fer, et semblent intervenir dans les échanges de matériaux et la production de biens de prestige (Bauvais 2008). Les objets en fer, tels que les bandages de roue, occupent une place importante au sein des appareils funéraires. Afin de mieux comprendre l'organisation de ces activités sidérurgiques, il est important d'identifier les centres de production alimentant les réseaux d'échange. Quatre bandages de roue issus de tombes à char champenoises ont été étudiés en ce sens. Les analyses effectuées n'ont pas permis d'identifier les sources de métal. Deux bandages présentent toutefois une forte affinité chimique avec l'ensemble de production [Barrois]. Ce résultat nous amène à penser que le métal a été produit par des systèmes de réduction très proches chimiquement de ceux qui composent le [Barrois]. C'est certainement un minerai semblable à ceux du Valanginien et du Barrémien, exploités par les ateliers de Saint-Dizier, Tréveray et Hévilliers, qui a été utilisé dans ce cas. Cette source pourrait être identifiée par la poursuite des prospections effectuées en bordure occidentale de l'espace lorrain, et plus particulièrement le long de la côte des Bars. Les résultats obtenus tendent à soutenir la thèse selon laquelle les élites ont favorisé l'entretien d'un réseau d'échange de métal à moyenne ou longue distance, impliquant des secteurs de production sidérurgique situés en marge de l'espace occupé par la culture Aisne-Marne (Bauvais 2007).

Les travaux de recherche menés sur la circulation du fer aux périodes protohistoriques se sont pour l'heure focalisés sur le Hallstatt final et La Tène ancienne. La fin du second âge du Fer est marquée par de nombreux changements, parmi lesquels figure une évolution des formes de l'habitat. La fondation de nombreux *oppida* constitue la manifestation la plus frappante de ce phénomène. Certains de ces habitats groupés étaient ceints de *muri gallici*, dont l'armature en bois est assujettie par de nombreux clous ou fiches en fer. De très importantes quantités de métal sont ainsi investies dans l'édification de ces remparts. Ce type particulier de mobilier constitue un support idéal pour la compréhension des réseaux d'échange alimentant les *oppida*, composantes essentielles des réseaux d'habitat au cours de La Tène finale. Un projet de recherche franco-allemand a été élaboré en ce sens[446].

◆ L'atelier de forge gallo-romain de Gondreville – *Forêt Communale* est situé en bordure d'une voie traversant le Plateau de Haye. Il apparaît fort probable que ce relais ait été approvisionné en métal produit au sein d'un centre sidérurgique important, *via* un réseau d'échange à grande échelle. Toutefois, cet établissement est inséré au sein d'un terroir rural densément occupé. Sa fonction agricole transparaît par ailleurs par la présence de plusieurs meules. Disposant de quelques rares indices en faveur d'une activité sidérurgique de faible ampleur dans le secteur du Plateau de Haye au cours de la période antique, la provenance du métal a été questionnée. Des chutes métalliques présentant un degré d'élaboration avancé, ainsi que trois déchets métalliques associés aux premiers stades de la chaîne opératoire ont été étudiés en ce sens.
Les résultats obtenus soutiennent majoritairement la thèse d'un approvisionnement extra-local, voire extra-régional. Nous avons toutefois mis en évidence une compatibilité chimique entre un déchet métallique informe et l'ensemble géochimique associé à l'utilisation du minerai oolithique de la transition bajocien-bathonien, affleurant à quelques kilomètres du site. Si l'atelier sidérurgique semble alimenté principalement par des échanges à longue distance, il semble qu'une partie du fer travaillé soit néanmoins produit localement. Malheureusement, ce site n'a pu bénéficier de fouilles

[446] Projet ANR/DFG PADI « Production and Distribution of Iron », porté par Sylvain Bauvais et Philippe Dillmann (LMC – IRAMAT) et Roland Schwab (Curt-Engelhorn Zentrum Mannheim).

archéologiques. La réalisation d'une telle opération permettrait certainement de préciser les stratégies d'approvisionnement de la forge de Gondreville – *Forêt Communale.*

◆ L'étude des crampons de scellement d'un pont carolingien franchissant la Moselle à Dieulouard a été initiée en raison de l'environnement sidérurgique de ce chantier de construction. Dans le cadre du programme de recherche sur la sidérurgie ancienne en Lorraine, une activité sidérurgique d'une certaine ampleur a été mise en évidence dans le secteur voisin du Plateau de Haye. La proximité de cette source de métal pouvait laisser penser que le chantier s'était approvisionné en fer produit localement. Les résultats obtenus infirment cette hypothèse : aucun crampon ne présente de signature chimique compatible avec l'ensemble de production associé à l'utilisation de la *Minette lorraine.* De manière plus générale, les renforts ferreux ne sont associés à aucun ensemble géochimique mis en évidence à ce jour au sein de l'espace lorrain. Il a par ailleurs été démontré que le métal ayant servi à fabriquer les crampons ne provient pas d'une source unique. Ce constat paraît à première vue surprenant, au vu des changements d'organisation de la production du fer opérés dès la fin du Bas Empire. Ceux-ci se manifestent par une nette réduction d'échelle des activités et une diversification de l'organisation de la production contrastant fortement avec le caractère spécialisé des sites de production de la période antique (Leroy M. 2001 ; Cabboi *et al.* 2007). Il est raisonnable de penser que ceci exprime de profondes mutations économiques. Le caractère dispersé des activités sidérurgiques observé au haut Moyen Age est certainement à mettre en relation avec une contraction des réseaux d'échanges du fer.
Le métal des crampons en fer du pont de Dieulouard provient-il de sources extralocales, voire extra-régionales ? Une réponse affirmative à cette question permettrait de préciser notre perception des réseaux d'échange du fer altomédiévaux. Il est toutefois nécessaire de considérer au préalable plusieurs autres éventualités. Rappelons le caractère lacunaire du référentiel géochimique constitué ; il est possible que le métal provienne d'ensembles de production locaux non étudiés à ce jour. Nous pouvons par ailleurs formuler une hypothèse selon laquelle les crampons proviendraient du démantèlement de bâtiments de l'agglomération antique de *Scarponna*, attesté par la mise au jour d'éléments lapidaires monumentaux et de stèles funéraires dans les piles du pont. La datation de certains renforts ferreux est envisagée afin de vérifier cette éventualité. La mise en évidence d'une telle pratique (qui se manifeste en de nombreux points de l'ancien empire romain) à Dieulouard apporterait de nouveaux éléments de discussion quant aux modalités d'acquisition du fer au haut Moyen Age en Lorraine.

Quelque soit l'origine effective de ces éléments de renfort, l'étude menée sur le pont de Dieulouard met en évidence un approvisionnement en métal bien plus complexe que ce qui avait été envisagé à l'origine.

◆ La portée de l'étude réalisée sur les renforts architecturaux disposés sur la tour de Mutte, monument gothique ayant rempli la fonction de beffroi de la ville de Metz, est double. La construction de la salle des cloches et de la flèche, ayant pris place entre 1478 et 1483, est contemporaine de l'adoption progressive du procédé de réduction indirect dans le nord-est de la France. Grâce aux analyses chimiques réalisées sur une quarantaine de crampons en fer, la disposition concomitante de fers issus du procédé direct et du procédé indirect a été mise en

évidence. Il s'agit là de l'attestation la plus ancienne de l'emploi de métal obtenu par la filière indirecte en Lorraine. Ce travail contribue ainsi à l'étude de la diffusion du nouveau procédé. Les premières manifestations de l'emploi de métal produit par la filière indirecte dans la construction monumentale en France sont datées de la fin du XIVe s. Il s'agit de renforts ferreux employés à la construction de la cathédrale d'Auxerre (L'Héritier *et al.* 2013). Au vu des données acquises récemment (L'Héritier *et al.* 2010 ; Disser *et al.* 2014), il apparaît que l'usage du fer « indirect » dans la construction monumentale tend à prendre de l'ampleur à partir du milieu du XVe s. dans le nord de la France.

La démonstration de l'utilisation conjointe de fers issus des deux procédés suggère également que le chantier de construction de la tour de Mutte ait acquis du métal provenant de plusieurs sources. Une de ces sources a été identifiée par le travail réalisé dans le cadre de cette thèse. La démonstration d'une compatibilité chimique entre onze renforts ferreux et l'ensemble de production associé à l'utilisation de la *Minette lorraine* permet de circonscrire la source potentielle du métal à deux aires géographiques : le Plateau de Haye et le Pays-Haut. Des sources historiques livrent par ailleurs des indices indirects en faveur du second secteur. En effet la prise de contrôle partielle, par les bourgeois créanciers messins, des ateliers sidérurgiques des comtes de Bar situées en forêt de Briey, laisse supposer que le métal disposé sur l'édifice puisse provenir de cette zone. D'autre part, les comptes liés à la seconde commission de construction de la tour de Mutte mentionnent également les forges de l'abbaye d'Orval en tant que pourvoyeurs de métal. Ainsi le chantier de construction de la tour de Mutte est, pour partie du moins, alimenté par un réseau d'ampleur régionale.

Le chantier de construction de la salle de la cloche de la tour de Mutte, commandité par les lignages messins, apporte un éclairage sur le marché du fer en Lorraine à la fin du Moyen Age. L'approvisionnement du chantier est marqué par la forte proportion de métal issu du procédé indirect. Ceci constitue-t-il une spécificité d'un réseau d'échanges particulier dont l'oligarchie municipale forme le débouché principal ? Il apparaît essentiel d'étudier d'autres contextes de consommation du métal afin d'appréhender les multiples facettes éventuelles du marché du fer lorrain. Le chantier de reconstruction du transept et du chœur de la cathédrale Saint-Etienne[447], à la charge de l'évêché, mérite d'être considéré en ce sens. Les résultats devront être confrontés à ceux obtenus sur le chantier de la tour de Mutte.

Enfin, le travail réalisé apporte l'attestation la plus ancienne de l'emploi de fer « indirect » en Lorraine. Nous ne disposons toutefois que de rares indices matériels permettant de documenter l'implantation du nouveau procédé dans cette région. L'opération de fouille menée récemment à Champigneulles (Cf. paragraphe 1.2.2.4) pourrait avoir mis au jour les vestiges d'un des premiers ateliers sidérurgiques employant la force hydraulique, et ayant peut-être appliqué le procédé indirect. L'étude archéométallurgique qui sera effectuée prochainement permettra de vérifier cette hypothèse et, le cas échéant, de préciser la chronologie de la diffusion de cette innovation technique dans le nord de la France.

[447] Ce chantier se serait déroulé entre 1486 et 1525.

L'objectif principal de ce travail, réalisé sur un espace géographique bien documenté du point de vue des modes de production du fer, était d'apporter de nouveaux éléments de compréhension quant à la place occupée par les activités sidérurgiques au sein des sociétés anciennes. Nous avons abordé cette question en tentant de reconstituer les réseaux de circulation du fer. Les quelques contextes de consommation du fer considérés dans le cadre de cette thèse constituent d'étroites fenêtres ouvertes sur un pan essentiel de l'histoire économique et sociale. Les travaux réalisés ont permis d'acquérir de nouveaux éléments nécessaires à l'appréhension des modalités de circulation du fer aux époques anciennes. Les résultats obtenus soulignent, dans la lignée de précédentes thèses (Desaulty 2008 ; Leroy S. 2010) la pertinence de l'approche archéométrique développée par le Laboratoire Métallurgies et Cultures et le Laboratoire Archéomatériaux et Prévision de l'Altération. Nous espérons que la multiplication de démarches similaires permettra de poursuivre les efforts réalisés en ce sens. Les avancées importantes réalisées ces dernières années en termes de traitement de données chimiques, notamment par le développement de démarches statistiques multivariées, initié par la thèse de S. Leroy et largement poursuivi dans le cadre du présent travail, ont mis en exergue l'important potentiel informatif de ce support. Il nous apparaît crucial de poursuivre les efforts de collecte d'information chimique et la constitution de référentiels. Les données géochimiques acquises au cours de récents travaux de doctorat (Sarreste 2008 ; Saint-Didier 2013) menés sur d'autres aires géographiques françaises laissent entrevoir l'important bénéfice qui ne manquera pas d'être tiré de la structuration en cours des équipes de recherche autour de cette thématique particulière. La multiplication des études de provenance, ainsi que la définition spatiale et chronologique des ensembles géochimiques de production permettrait en outre, et sous couvert de disposer de corpus plus conséquents, d'exploiter des outils de modélisation géostatistique pour la restitution des réseaux d'échange, à l'instar des traitements d'autres questionnements liés aux phénomènes de diffusion, tels que les dynamiques de peuplement.

Il apparaît, à l'issue de ce travail, que l'apport essentiel des recherches effectuées se trouve sans conteste dans la perception de la complexité des modalités de distribution et d'acquisition du fer, et ce au sein de divers contextes socio-économiques, entrevue par les études de provenance réalisées. Elle s'exprime à plusieurs niveaux.

Ceci concerne en premier lieu la distribution « primaire » du métal, impliquant une succession opératoire dont l'origine est la réduction du minerai de fer. Les résultats obtenus dans le cadre du programme *CIPIA* illustrent parfaitement la complexité des échanges de matériaux. Par la caractérisation chimique de demi-produits bipyramidés, nous avons mis en évidence l'activité simultanée de plusieurs centres de production sidérurgique. Les exemplaires bipartites constitués de deux masses brutes attestent de l'activité de centres de transformation, assurant l'épuration du métal et l'obtention de demi-produits. La pluralité des signatures chimiques au sein d'un même dépôt (les cas de Marsal et Durrenentzen) suggèrent des circuits de distribution multiples, organisés autour de plusieurs centres de production primaire et ateliers de transformation. Ces données renouvellent notre perception de l'organisation de la production sidérurgique à la fin du premier âge du Fer, notamment par la mise en évidence d'une importante sectorisation de la chaîne opératoire. Les implications de cette forme d'organisation des activités sidérurgiques sur le développement des sociétés hallstattiennes restent à être précisées. Deux millénaires plus tard, le chantier de construction du beffroi de la ville de Metz nécessite la disposition d'importantes quantités de métal au sein de la structure maçonnée. Afin de satisfaire cette demande, il semble que plusieurs centres

sidérurgiques soient impliqués dans l'approvisionnement en métal du chantier. Le premier est « local », utilisant le minerai oolithique aalénien affleurant le long des Côtes de Moselle. Le second emploie quant à lui le procédé indirect, innovation majeure diffusée à travers le nord de la France au cours de la fin du Moyen Age. Une troisième source est suggérée par les sources historiques, mais non reconnue par l'étude archéométrique : les forges de l'abbaye d'Orval, sises à Buré-la-Forge. L'atelier à caractère routier de Gondreville, au sein du Plateau de Haye, apparaît comme une composante locale d'un réseau d'échange de matériaux de grande ampleur, mis en évidence par de nombreux autres travaux et organisé autour de grands districts sidérurgiques. Plusieurs signatures chimiques ont été identifiées, suggérant la pluralité des sources. L'atelier pourrait également avoir été approvisionné ponctuellement par des sources locales.
Les études réalisées suggèrent, en second lieu, la relative importance du recyclage ou du réemploi du métal. Cette acquisition « secondaire » peut nécessiter ou non la pratique d'opérations de mise en forme plus ou moins poussées. Si, comme nous le supposons, les crampons du pont de Dieulouard sont bien issus du démantèlement de l'agglomération antique voisine, cette méthode d'acquisition aura été privilégiée par rapport à une distribution « primaire », qui semble pourtant assurée localement par des centres de production de taille importante. Une telle pratique peut être par ailleurs envisagée dans le cas de la tour de Mutte, tout au moins à l'occasion d'une phase de restauration réalisée notamment sur le gable de l'abat-son nord. Des crampons issus du procédé direct y ont été disposés parmi des éléments de renforts lamineux, bien plus tardifs. Enfin, l'étude de l'atelier à caractère routier de Gondreville a révélé des indices en faveur de la pratique du recyclage du métal, qui serait menée en parallèle d'une acquisition de métal issu d'une distribution « primaire ».

Ces quelques exemples, encore relativement isolés, contribuent toutefois à une appréhension renouvelée des activités sidérurgiques au sein de l'espace lorrain et ses marges. Les démarches adoptées sont largement tributaires du cadre pluridisciplinaire constitué autour de la recherche en paléométallurgie du fer. Le nombre croissant de travaux similaires menés actuellement offre l'opportunité d'affiner notre perception de la place occupée par ces activités centrales au sein des sociétés anciennes.

Références bibliographiques

Abetel, Serneels 1987 : ABETEL (E.), SERNEELS (V.) – La métallurgie antique en Suisse : recherches récentes. *In* : Mangin dir. – *Les mines et la métallurgie en Gaule et dans les provinces romaines.* Actes du colloque de Paris, avril 1986. Paris : Errance, 1987, p. 211-225. (Caesarodunum, XXII).

Aitchison 1982 : AITCHISON (J.) – The Statistical Analysis of Compositional Data. *Journal of the Royal Statistical Society.* Series B (Methodological), **44**, 1982, p. 139-177.

Aitchison 1986 : AITCHISON (J.) – *The Statistical Analysis of Compositional Data.* London : Chapman et Hall, 1986, 416 p.

Aitchison *et al.* 2002 : AITCHISON (J.), BARCELO-VIDAL (C.), PAWLOWSKY-GLAHN (V.) – Some comments on compositional data analysis in archaeometry, in particular the fallacies in Tangri and Wright's dismissal of logratio analysis. *Archaeometry*, **44**, 2002, p. 295-304.

Anderson *et al.* 2003 : ANDERSON (T.J.), AGUSTONI (C.), DUVAUCHELLE (A.), SERNEELS (V.), CASTELLA (D.) – *Des artisans à la campagne : carrière de meules, forge et voie gallo-romaines à Châbles (FR)*. Fribourg : Academic Press Fribourg, 2003, 391 p. (Archéologie Fribourgeoise, 19).

Arribet-Deroin *et al.* 2007 : ARRIBET-DEROIN (D.), BENOIT (P.), DILLMANN (Ph.), VEGA (E.) – Early Modern Cast Iron and Iron at Glinet. *In* : PETTERSON JENSEN (I.-M.), OHMAN (U.) dir. – *Norberg-Nora. 700 years of Iron Production. Papers presented at an International Conference in Norberg and Nora, August 18-22, 2003.* Stockholm : Jernkontoret, 2007, p 99-106.

Arribet-Deroin 2013 : ARRIBET-DEROIN (D.) – Quantifying iron production in medieval Europe: methodology and comparison with African metallurgy. *In* : Humphris, Rehren dir. 2013, p. 454-461.

Arvieu, Guillot 1997 : ARVIEU (C.), GUILLOT (I.) – *Atlas de Métallographie.* Université de Technologie de Compiègne, 1997, 132 p.

Awty 2006 : AWTY (B. G.) – The elusive Walloon finery forges of Liège. *Historical Metallurgy*, **40**(2), 2006, p. 129-137.

Awty 2007 : AWTY (B. G.) – The development and dissemination of the Walloon method of ironworking. *Technology and Culture*, **48**, 2006, p. 783-803.

Barralis, Maeder 1993 : BARRALIS (J.), MAEDER (G.) – *Précis de Métallurgie*. 6è édition. Paris : AFNOR/Nathan, 1993, 185 p.

Batardy *et al.* 2008 : BATARDY (C.), BUCHSENSCHUTZ (O.), GRUEL (K.), LEVERY (M.) – Analyse spatiale et statistique de l'âge du Fer en France. L'exemple de la « BaseFer ». *Revue Archéologique du Centre de la France*, **47**, 2008, p. 1-27.

Bauvais *et al.* 2007 : BAUVAIS (S.), GAUDEFROY (S.), GRANSOR (F.), MALRAIN (Fr.), FLUZIN (Ph.) – Premières réflexions sur l'organisation des activités de forge en contexte rural à La Tène finale en Picardie *In* : Milcent dir. 2007, p. 239-261.

Bauvais 2001 : BAUVAIS (S.) – *La sidérurgie dans la civilisation des oppida : approches théoriques et état des connaissances.* Mémoire de DEA, Université de Paris 1, sous la direction de Patrice Brun, 2001, 112 p.

Bauvais 2007 : BAUVAIS (S.) – *Evolution de l'organisation des activités de forge dans le nord du Bassin parisien au second âge du fer. Etudes pluridisciplinaires de la chaîne opératoire en métallurgie du fer.* Thèse de doctorat en Archéologie, Université de technologie de Belfort-Montbéliard, sous la direction de Ph. Fluzin, 3 vol., 1369 p.

Bauvais 2008 : BAUVAIS (S.) – Du prestige à la proto-industrie : évolution des pratiques sidérurgiques au second âge du Fer dans le nord du Bassin parisien. *The Arkeotek Journal*, **2**. Maison des Sciences de l'Homme / Epistèmes, Paris, e-publication – thearkeotekjournal.org

Bauvais, Fluzin 2009 : BAUVAIS (S.), FLUZIN (Ph.) – Archaeological and archaeometrical approaches of the *Chaîne Opératoire* in Iron and Steelmaking : Methodology for a regional evolutionary study. *In :* ROSEN (S. A.), ROUX (V.) dir. – *Techniques and people, anthropological perspectives on technology in the archaeology of the proto-historic and early historic periods in the southern Levant.* Paris : De Boccard, 2009, p. 159-180.

Bauvais, Fluzin 2013 : BAUVAIS (S.), FLUZIN (Ph.) – Acquisition and Circulation of Iron Raw Material during Iron Age II in the North of the Paris Basin (France). *In* : Humphris, Rehren dir. 2013, p. 322-328.

Baxter 1994 : BAXTER (M.J.) – *Exploratory multivariate Analysis in Archaeology.* Edinburgh : Edinburgh University Press, 1994, 307 p.

Baxter 2001 : BAXTER (M.J.) – Statistical Modelling of Artefact Compositional Data*. Archaeometry,* **43**, 2001, p. 131-147.

Baxter 2003 : BAXTER (M.J.) – *Statistics in Archaeology*. London : Hodder Arnold, 2003, 292 p.

Baxter *et al.* 2005 : BAXTER (M.J.) BAXTER, M.J., BEARDAH (C.C.), COOL (H.E.M.), JACKSON (C.M.) – Compositional data analysis of some alkaline glasses. *Mathematical Geology*, **37**, 2005, p. 183-196.

Baxter 2006 : BAXTER (M.J.) – A review of supervised and unsupervised pattern recognition in archaeometry. *Archaeometry*, **48**, 2006, p. 671-694.

Baxter, Freestone 2006 : BAXTER (M.J.), FREESTONE (I.C.) – Log-ratio compositional data analysis in archaeometry. *Archaeometry*, **48**, 2006, p. 511-531.

Baxter 2008 : BAXTER (M.J.) – Mathematics, statistics and archaeometry : the past 50 years or so. *Archaeometry*, **50**(6), 2008, p. 968-982.

Beck dir. 1998 : BECK (P.) dir. – *L'innovation technique au Moyen Age.* Actes du colloque du VIème congrès international de la société d'archéologie médiévale. Paris : Errance, 1998, 317 p.

Beck, Serneels 2000 : BECK (B.), SERNEELS (V.) – The Mont Chemin iron mines and the ancient iron production in Wallis, Switzerland. *In* : CUCINI TIZZONI (C.), TIZZONI (M.) dir. – *Il ferro nelle Alpi. Atti del convengo*. Bienno, Italia, 2-4 octobre 1998. Breno : Comune di Bienno, 2000, p. 96-99.

Belhoste 1996 : BELHOSTE (J.-F.) – Fabrication et mise en œuvre du fer dans la construction. Grandes étapes d'évolution (XIIIe-XIXe siècles). *Monumental,* **13**, 1996, p. 9-17.

Benoît, Guillot 1989 : BENOIT (P.), GUILLOT (I.) – Scories de réduction et scories de forge : approche analytique et archéologie. *In* : Pleiner dir. – *Archaeometallurgy of Iron 1964-1987, symposium Liblice 1987.* Prague, 1989, p. 53-64.

Benoît, Fluzin dir. 1995 : BENOIT (P.), FLUZIN (Ph.) dir. – *Paléométallurgie du fer et cultures. Symposium international du comité pour la sidérurgie ancienne de l'UISPP, Belfort-Sévenans, novembre 1990.* Belfort : Vulcain, 1995, 542 p.

Benvenuti *et al.* 2013 : BENVENUTI (M.), DINI (A.), D'ORAZIO (L.), CHIARANTINI (L.), CORRETTI (A.), COSTAGLIOLA (P.) – The tungsten and tin signature of iron ores from Elba island (Italy) : A tool for provenance studies of iron production in the Mediterranean region. *Archaeometry*, **55**, 2013, p. 479-506.

Bernard 2008 : BERNARD (J.-F.) – A propos de l'architecture antique comme source d'approvisionnement en métaux. *In :* Bernard, Bernardi, Esposito dir. – *Il reimpiego in architettura : recupero, trasformazione, uso. Atti del convengo, Roma, 8-10 novembre 2007.* Roma : Ecole Française de Rome, 2008, p. 41-50.

Bernardi, Dillmann 2005 : BERNARDI (Ph.), DILLMANN (Ph.) – Stone skeleton or iron skeleton : The provision and use of metal in the construction of the Papal Palace at Avignon in the 14th century. *In* : Bork dir. – *De Re Metallica, The uses of metal in the Middle Ages*. Ashgate, 2005, p. 297-315.

Berranger 2007 : BERRANGER (M.) – Les demi-produits de fer au Ier millénaire a.C. en Europe continentale : potentialités d'études. *In* : Milcent dir. 2007, p. 133-143.

Berranger, Fluzin 2007 : BERRANGER (M.), FLUZIN (Ph.) – Organisation de la chaîne opératoire en métallurgie du fer aux IIe-Ier siècle av. J.-C., sur l'oppidum d'Entremont (Aix-en-Provence, Bouches-du-Rhône) : la circulation du métal. *ArchéoSciences*, **31**, 2007, p. 7-22.

Berranger 2009 : BERRANGER (M.) – *Le fer, entre matière première et moyen d'échange, en France du VIIè au Ier s. av. J.-C. Approches interdisciplinaires.* Thèse de doctorat en Archéologie, Université Paris 1, sous la direction de P. Brun et Ph. Fluzin, 2 vol., 990 p.

Berranger, Fluzin 2009 : BERRANGER (M.), FLUZIN (Ph.) – Le village celtique de Levroux (Indre) : nature et organisation des activités sidérurgiques (IIè-Ier s. av. J.-C.). *Revue Archéologique du Centre de la France*, **35** (suppl.), 2009, p. 19-37.

Berranger, Fluzin 2011 : BERRANGER (M.), FLUZIN (Ph.) – From raw iron to semi-product : quality and circulation of materials during the Iron Age in France. *Archaeometry,* **54**(4), 2011, p. 664-684.

Biel 1997 : BIEL (J.) – Le Hohenasperg et l'habitat de Hochdorf. *In* : Brun, Chaume dir. 1997, p. 17-22.

Biel 2006 : BIEL (J.) – Eberdingen-Hochdorf, Kr. Ludwigsburg, Baden-Württemberg. *Brathair*, **6**, 2006, p. 3-9.

Bienfait 2002 : BIENFAIT (M.) – La sidérurgie en milieu urbain dans la Gaule de l'est : réflexions sur les types d'activités pratiquées. *In :* Beal, Goyon dir. – *Les artisans dans la ville antique*. Lyon : Université Lumière-Lyon 2, 2002, p. 69-76.

Binford 1964 : BINFORD (L.R.B.) – A consideration of archaeological research design. *American Antiquity,* **29**, 1964, p. 429-451.

Binford, Binford 1966 : BINFORD (L.R.B.) BINFORD (S.R.) – A preliminary analysis of functional variability in the Mousterian of Levallois facies. *American Anthropologist,* **68**, 1966, p. 239-295.

Björkenstam 1995 : BJORKENSTAM (N.) – The Blast furnace in Europe during Medieval Times. Part of a new system for producing wrought iron. *In* : MAGNUSSON dir.1995, p. 143-153.

Blakelock *et al.* 2009 : BLAKELOCK (E.), MARTINON-TORRES (M.), VELDHUIJZEN (H.A.), YOUNG (T.) – Slag inclusions in iron objects and the quest for provenance: an experiment and a case study. *Journal of Archaeological Science*, **36**, 2009, p. 1745-1757.

Blazy, Jdid 1997 : BLAZY (P.), JDID (E.-A.) – Introduction à la métallurgie extractive. *Techniques de l'ingénieur.* Paris : Techniques de l'ingénieur, 1997 (Mémoire 2230).

Boulanger, Gücker 2008 : BOULANGER (K.), GUCKER (D.) – Le réemploi de blocs antiques dans le pont carolingien de Dieulouard-Scarpone (Meurthe-et-Moselle) : l'exemple des représentations inédites d'Achille et Dédale sur un bloc à trois figurations. Saint-Germain-en-Laye : Musée des Antiquités Nationales, 2008, p. 173-180.

Brachmann 1998 : BRACHMANN (C.) – *Gotische Architektur in Metz unter Bischof Jacques de Lorraine (1239-1260). Der Neubauder Kathedrale und seine Folgen.* Berlin : Mann Verlag, 1998, 181 p.

Brauns *et al.* 2013 : BRAUNS (M.), SCHWAB (R.), GASSMANN (G.), WIELAND (G.), PERNICKA (E.) – Provenance of Iron Age iron in southern Germany : a new approach. *Journal of Archaeological Science,* **40**, 2013, p. 841-849.

Bressoux 2010 : BRESSOUX, P. – *Modélisation statistique appliquée aux sciences sociales.* Bruxelles : De Boeck Supérieur « Méthodes en sciences humaines », 2010, 464 p.

Brill, Wampler 1967 : BRILL (R.H.), WAMPLER (J.M.) – Isotope studies of ancient lead. *American Journal of Archaeology*, **71**, 1967, p. 63-77

Brun 1987 : BRUN (P.) – *Princes et princesses de la celtique.* Paris : Errance, 1987, 220 p.

Brun 1993 : BRUN (P.) – La complexification sociale en Europe moyenne pendant l'âge du Fer : essai de modélisation. *In* : DAUBIGNEY, A. (dir.) – *Fonctionnement social de l'âge du Fer : opérateurs et hypothèses pour la France.* Actes de la Table ronde de Lons-le-Saunier, 24-26 Oct. 1990. Lons-le-Saunier : Cercle Girardot, 1990, p. 275-290.

Brun, Chaume 1993 : BRUN (P.), CHAUME (B.) dir. – *Vix et les éphémères principautés celtiques.* Actes du colloque de Châtillon-sur-Seine, 27-29 octobre 1993. Paris : Errance, 1993, 408 p.

Brun, Chaume 2013 : BRUN (P.), CHAUME (B.) – Une éphémère tentative d'urbanisation en Europe centre-occidentale durant les VIè et Vè siècles av. J. C. ? *Bulletin de la Société préhistorique française*, **110**(2), 2013, p. 319-349.

Brisset 2008 : BRISSET, (F.) Ed. – *Microscopie électronique à balayage et Microanalyses*. Les Ulis : EDP Sciences, 2008, 892 p.

Bubenicek 1961 : BUBENICEK (L.) *Recherches sur la constitution et la répartition du minerai de fer dans l'Aalénien de Lorraine.* Nancy : Sciences de la Terre, **VIII**, 1961, 204 p.

Buchwald, Wivel 1998 : BUCHWALD (V.F.), WIVEL (H.) – Slag analysis as a method for the characterization and provenancing of ancient iron objects. *Materials Characterization*, **40**, 1998, p. 73-96.

Buchwald 2005 : BUCHWALD (V.F.) – *Iron and Steel in Ancient Times*. Copenhagen : The Royal Danish Academy of Sciences and Letters, 2005, 372 p.

Burnham, Anderson 2002 : BURNHAM (K.P.), ANDERSON, (D.R.) – *Model selection and multimodel inference. A practical information-theoretic approach (2nd Ed.).* New-York : Springer, 2002, 488 p.

Buvignier 1852 : BUVIGNIER (A.) – *Statistique géologique, minéralogique, métallurgique et paléontologique du département de la Meuse.* Paris : Baillière, 1852, 694 p.

Cabboi, Dunikowski 2002 : CABBOI (S.), DUNIKOWSKI (C.) – L'extraction du minerai de fer, la production du charbon de bois et la réduction du minerai de l'Age du Fer, de la période romaine et du haut Moyen Age dans le nord de la France. *In :* VILA (A.), CODINA (O.), BOSCH (J.-M.) dir. – *L'obtencio del ferro pel procedimento directe.* Actes du 6e Congrès d'archéologie en Andorre, 2000. Andorre : Ministerio de Cultura, 2002, p. 189-211.

Cabboi *et al.* 2007a : CABBOI (S.), DUNIKOWSKI (C.), LEROY (M.), MERLUZZO (P.) – Réflexions sur les formes d'organisation du travail du fer dans le nord de la France au Haut Moyen Age (l'apport des découvertes archéologiques récentes). Actes du 4è Congrès International d'Archéologie Médiévale et Moderne, du 3 au 8 septembre 2007, Paris 1-Sorbonne.

Cabboi *et al.* 2007b : CABBOI (S.), DUNIKOWSKI (C.), LEROY (M.), MERLUZZO (P.) – Les systèmes de production sidérurgique chez les Celtes du Nord de la France. *In* : Milcent dir. 2007, p. 35-62.

Calmon, Cenac 1994 : CALMON (J.-C.), CENAC (J.) – Laminage à froid des produits plats. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques.* Paris : Techniques de l'ingénieur, 1994, 28 p. (Mémoire 7950).

Carignan *et al.* 2001 : CARIGNAN (J.), HILD (P.), MEVELLE (G.), MOREL (J.), YEGHICHEYAN (D.) – Routine Analyses of Trace Elements in Geological Samples using Flow Injection and Low Pressure On-

Line Liquid Chromatography Coupled to ICP-MS: A Study of Geochemical Reference Materials BR, DR-N, UB-N, AN-G and GH. *Geostandards Newsletter*, 25, 2001, p. 187-198.

Chardron-Picault, Pernot 1999 : CHARDRON-PICAULT (P.), PERNOT (M.) – *Un quartier antique d'artisanat métallurgique à Autun. Le site du Lycée Militaire (Saône-et-Loire).* Paris : Editions de la Maison des Sciences de l'Homme, 1999, 320 p. (Documents d'Archéologie Française, 76).

Charlton 2007 : CHARLTON (M.) – *Ironworking in Northwest Wales : An Evolutionary Analysis.* Unpublished PhD thesis, University College London

Charlton *et al.* 2010 : CHARLTON (M.), CREW (P.), REHREN (T.), SHENNAN (S.) – Explaining the evolution of ironmaking recipes – An example from northwest Wales. *Journal of Anthropological Archaeology*, **29**, 2010, p. 352-367.

Charlton *et al.* 2012 : CHARLTON (M.), BLAKELOCK (E.), MARTINON-TORRES (M.), YOUNG (T.) – Investigating the production provenance of iron artifacts with multivariate methods. *Journal of Archaeological Science*, **39**, 2012, p. 2280-2293.

Chauvel, Vivet 2001 : CHAUVEL (J.-J.), VIVET (J.-B.) – Le bassin paléosidérurgique de l'est la Rance. Caractérisation et étude comparative des ressources minières et des minerais de fer grillés à l'âge du Fer et à l'époque gallo-romaine. *Les Dossiers du C.R.A.A.* **29**, 2001, p 59-72.

Chauvel 2006 : CHAUVEL (J.-J.) – Analyse des produits de la réduction directe – Expérimentation 2002. *In :* GARCON (A.-F.) dir. – *Vents et fours en paléométallurgie du fer : du minerai à l'objet*. Programme Collectif de Recherche, rapport final, 2006, p. 142-157.

Christ 1985 : CHRIST (Y.) – *Le Guide des châteaux de France*. *54, Meurthe-et-Moselle.* Paris : Hermé, 1985, p. 44-46

Cleere 1972 : CLEERE (H.F.) – The Classification of Early Iron-Smelting Furnaces. *Journal of Antiquaries*, **52**, 1972, p. 8-23.

Condet, Reynaud 2007 : CONDET (F.), REYNAUD (A.) – *Atlas métallographique des fontes.* Sèvres : Editions Techniques des Industries de la Fonderie, 2007, 205 p.

Conin *et al.* 1995 : CONIN (A.), GUILLOT (I.), GRANDEMANGE (J.), BENOIT (P.) – La forge du Samson. *In* : Benoît, Fluzin 1995, p. 375-386.

Cornillon *et al.* 2012 : CORNILLON (P.-A.), GUYADER (A.), HUSSON (F.), JEGOU (N.), JOSSE (J.), KLOAREG (M.), MATZNER-LOBER (E.), ROUVIERE (L.) – *Statistiques avec R*. 3è Ed. Rennes : Presses Universitaires de Rennes, 2012, 296 p.

Coulibaly *et al.* 2000 : COULIBALY (E.), BENOIT (P.), FLUZIN (Ph.) – Approche des techniques de traitements thermomécaniques et thermochimiques dans la mise en forme des objets chez les forgerons du Bwamu (Mali-Burkina Faso). *In :* PETREQUIN (P.), FLUZIN (Ph.), THIRIOT (J.), BENOIT (P.) dir. – *Arts du feu et productions artisanales.* XXe Rencontres Internationales d'Archéologie et d'Histoire d'Antibes. Antibes : APDCA, 2000, p. 143-158.

Coustures *et al.* 2003 : COUSTURES (M.-P.), BEZIAT (D.), TOLLON (F.) – The Use of trace element Analysis of entrapped slag Inclusions to establish Ore-Bar Iron Links : Examples from two gallo-roman

iron-making Sites in France (Les Martys, Montagne Noire, et Les Ferrys, Loiret). *Archaeometry*, **45**, 2003, p. 599-613.

Coustures *et al.* 2006 : COUSTURES (M.-P.), RICO (C.), BEZIAT (D.), DJAOUI (D.), LONG (L.), DOMERGUE (C.), TOLLON (F.) – La provenance des barres de fer romaines des Saintes-Maries-de-la-Mer (Bouches-du-Rhône., *Gallia*, **63**, p. 243-261

Coustures *et al.* 2007 : COUSTURES, M.-P., RENOUX, G., SCAON, C., BEZIAT, D., RICO, C., DABOSI, F., LONG, L., DOMERGUE, C., TOLLON, F. (2007), Le point sur une méthode de détermination de provenance des objets en fer de la sidérurgie ancienne, in : Milcent dir. 2007, p. 145-150.

Craddock *et al.* 2007 : CRADDOCK (P.), FREESTONE (I.), MIDDLETON (A.), VAN GRUNDERBEEK (M.-C.) – Early Iron Age iron-smelting debris from Rwanda and Burundi, East Africa. *Historical Metallurgy*, **41**, 2007, p. 1-14.

Crew 1991 : CREW (P.) – The experimental production of prehistoric bar iron. *Historical Metallurgy*, **25**, 1991, p. 21-36.

Crew 2000 : CREW (P.) – The influence of clay and charcoal ash on bloomery slags. *In* : CUCINI TIZZONI (C.), TIZZONI (M.) dir. – *Il ferro nelle Alpi. Atti del convengo*. Bienno, Italia, 2-4 octobre 1998. Breno : Comune di Bienno, 2000, p. 38-48.

Crew 2002 : CREW (P.) – *Excavations at Llwyn Du, 2001-2002 : woodland management and charcoal processing at a late 14th century ironworks.* Rapport d'opération, 2002, non publié.

Cui, Wu 2011 : CUI (J.), WU (X.) – An experimental investigation on lead isotopic fractionation during metallurgical processes. *Archaeometry*, **53**, 2011, p. 205-214.

Daubrée 1852 : DAUBREE (A.) – *Description géologique et minéralogique du département du Bas-Rhin.* Strasbourg : Simon, 1852, 500 p.

Daveau, Goustard 2000 : DAVEAU (I.), GOUSTARD (V.) – Un complexe métallurgique et minier du haut Moyen Age : le site des Fourneaux à Vert-Saint-Denis. *In :* Domergue, Leroy dir. 2000, p. 77-99.

Daville 1906 : DAVILLE (L.) – *Le pagus scarponensis*. Paris : Berger-Levrault, 1906, 62 p.

Decombeix *et al.* 1998 : DECOMBEIX (P.-M.), FABRE (J.-M.), TOLLON (F.), DOMERGUE (Cl.) – Evaluation du volume des ferriers romains du domaine des forges (Les Martys, Aude), de la masse de scories qu'ils renferment et de la production de fer correspondantes. *Revue d'Archéométrie*, 22, 1998, p. 77-90.

Decombeix *et al.* 2000 : DECOMBEIX (P.-M.), FABRE (J.-M.), GORGUES (A.), RICO (C.), TOLLON (F.), TOURNIER (B.) – Réflexions sur l'organisation de la production du fer à l'époque romaine dans le bassin supérieur de la Dure, au voisinage des Martys (Aude). *In :* Domergue, Leroy dir. 2000, p. 23-26.

De Dietrich 1789 : DE DIETRICH (Ph.-F.) – *Description des gîtes de minérai et des bouches à feu de la France.* 2/ Haute et Basse-Alsace. Paris : Didot, 1789, 417 p.

De Dietrich 1799 : DE DIETRICH (Ph.-F.) – *Description des gîtes de minérai et des bouches à feu de la France.* Description des gîtes de minérai, forges, salines, verrerie, tréfileries, fabriques de fer-blanc, porcelaine, faïence, etc. de la Lorraine méridionale. Paris : Didot, 1799, 576 p.

Deffressigne *et al.* 2002 : DEFFRESSIGNE (S.), TIKONOFF (N.), BOUCHET (K.), CHAUSSE (C.), TESNIER-HERMETEY (C.) – Les gisements d'habitat de la fin du Premier Age du Fer à Gondreville Fontenoy-sur-Moselle (54). Le stockage intensif et ses conséquences économiques et sociales. *Archaeologia Mosellana*, **4**, 2002, p. 81-184.

Deffressigne-Tikonoff, Tikonoff 2002 : DEFFRESSIGNE-TIKONOFF (S.), TIKONOFF (N.) – L'habitat à la fin du deuxième âge du Fer en Meurthe-et-Moselle : présentation des données récentes. *In : Hiérarchie de l'habitat rural dans le Nord-est de la Gaule à La Tène moyenne et finale*. *Archaeologia Mosellana*, **6**, 2005, p. 103-150.

Degryse *et al.* 2007 : DEGRYSE (P.), SCHNEIDER (J.C.), KELLENS (N.), WAELKENS (M.), MUCHEZ (P.) – Tracing the resources of iron working at ancient Sagalassos (south-west Turkey): a combined lead and strontium isotope study on iron artifacts and ores. *Archaeometry*, **49**, 2007, p. 75-86.

Degryse *et al.* 2009 : DEGRYSE (P.), SCHNEIDER (J.C.), MUCHEZ (P.) – Combined Pb-Sr isotopic analysis in provenancing late Roman iron raw materials in the territory of Sagalassos (SW Turkey). *Archaeological and Anthropological Sciences*, **1**, 2009, p. 155-159.

Demoule 1999 : DEMOULE (J.-P.) – *Chronologie et société des nécropoles celtiques de la culture Aisne-Marne, du VIème au IIIème siècle avant notre ère.* Revue Archéologique de Picardie, **15** (suppl.), 1999, 406 p.

Desaulty 2008 : DESAULTY (A.-M.) – Apport des analyses chimiques multi technique à la compréhension du comportement des éléments traces dans les filières sidérurgiques anciennes. Application aux études de provenance et à la distinction des procédés. Le cas du Pays de Bray normand. Thèse de doctorat, Université Paris 6 – Jussieu, dir. Ph. Fluzin, 2008, 306 p.

Desaulty *et al.* 2008 : DESAULTY (A.-M.), MARIET (C.), DILLMANN (Ph.), JORON (J.-L.), FLUZIN (Ph.) – A provenance study of iron archaeological artefacts by Inductively Coupled Plasma - Mass Spectrometry multi-elemental analysis. *Spectrochimica Acta Part B*, **63**, 2008, p. 1253-1262.

Desaulty *et al.* 2009 : DESAULTY (A.-M.), DILLMANN (Ph.), L'HÉRITIER (M.), MARIET (C.), GRATUZE (B.), JORON (J.-L.), FLUZIN (Ph.) – Does it come from the Pays de Bray? Examination of an origin hypothesis for the ferrous reinforcements used in French medieval churches using major and trace element analyses. *Journal of Archaeological Science*, **36**(10), p. 2445-2462.

Devos *et al.* 2000 : DEVOS (W.), SENN-LUDER (M.), MOOR (C.), SALTER (C.) – Laser ablation inductively coupled plasma mass spectrometry (LA-ICP-MS) for spatially resolved trace analysis of early-medieval archaeological iron finds. *Fresenius Journal of Analytical Chemistry*, **366**(8), p. 873-880.

Dieudonné-Glad 1992 : DIEUDONNE-GLAD (N.) – La métallurgie du fer autour d'Avaricum (Bourges) dans l'Antiquité. Tours : CNRS, *Revue archéologique du Centre*, **31**, 1992, p. 57-74.

Dieudonné-Glad 2000 : DIEUDONNE-GLAD (N.) – L'atelier sidérurgique gallo-romain du Latté à Oulches (Indre). *Gallia*, **57**, 2000, p. 63-76

Dillmann 1998 : DILLMANN (Ph.) – *Diffraction X et Microfluorescence X sous Rayonnement synchrotron et analyses comparées pour la caractérisation des inclusions. Application à l'étude de l'évolution historique des procédés d'élaboration des objets ferreux (procédés direct et indirect).* Thèse de doctorat en Sciences des Matériaux, Université de Technologie de Compiègne, sous la direction de G. Beranger, 300 p.

Dillmann *et al.* 1998 : DILLMANN (Ph.), FLUZIN (Ph.), BENOIT (P.) – Du fer à la fonte, nouvelles approches archéométriques. *In :* BECK (P.) dir. – *L'innovation technique au Moyen Age.* Actes du colloque du VIème congrès international de la société d'archéologie médiévale. Paris : Errance, 1998, p.160-168.

Dillmann *et al.* 2002 : DILLMANN (Ph.), FLUZIN (Ph.), CHEVALLIER (P.) – Determination of ironmaking processes using synchrotron microprobe. *British Archaeological Reports, International Series*, **1043**(II), 2002, p. 327-344.

Dillmann *et al.* 2005 : DILLMANN (Ph.), ARANDA (R.), L'HERITIER (M.), FLUZIN (Ph.) – Forging of Iron-Steel Artifacts : Archaeology, Experiments and Archaeometry. *In : I Congreso Internacional de Paleosiderurgia y Recuperación de Patrimonio Industrial. Hierro, Historia y Patrimonio*. San Sebastián : INASMET-Tecnalia, 2005, p. 311-324.

Dillmann 2007 : DILLMANN (Ph.) – Les matériaux ferreux dans les monuments historiques avant le XIX^{è} siècle, structure et propriétés des matériaux. *Monumental*, semestriel **2**, 2007, p. 92-97.

Dillmann, L'Héritier 2007 : DILLMANN (Ph.), L'HERITIER (M.) – Slag inclusions analyses for studying ferrous alloys employed in French medieval buildings : supply of materials and diffusion of smelting processes. *Journal of Archaeological Science,* **34**(11), 2007, p. 1810-1823.

Dillmann, L'Héritier 2008 : DILLMANN (Ph.), L'HERITIER (M.) – Récupération et remploi du fer pour la construction des monuments de la période gothique. *In :* BERNARD, J.-F., BERNARDI, Ph., ESPOSITO, D. (2008), *Il reimpiego in architettura : recupero, trasformazione, uso. Atti del convengo, Roma, 8-10 novembre 2007.* Roma : Ecole Française de Rome, 2008, p. 157-175

Dillmann 2009 : DILLMANN (Ph.) – De Soissons à Beauvais : le fer des cathédrales de Picardie, une approche archéométrique. *In :* TIMBERT (A.) dir. – *L'homme et la matière. L'emploi du plomb et du fer dans l'architecture gothique.* Actes du colloque de Noyon, 16-17 novembre 2006. Paris : Picard, 2009, p. 93-111.

Dillmann 2011 : DILLMANN (Ph.) – From Soissons to Beauvais: the use of iron in some French cathedrals. *In :* HOSEK (J.), CLEERE (H.), MIHOK (L.) dir. – *The Archaeometallurgy of Iron. Recent Developments in Archaeological and Scientific Research.* Praha, Archeologicky ustav AVCR, 2011, p. 173-196.

Dillmann *et al.* dir. 2011 : DILLMANN (Ph.), PEREZ (L.), VERNA (C.) dir. – *L'acier en Europe avant Bessemer*. Actes du colloque international, Conservatoire National des Arts et Métiers, Paris, 8-10 décembre 2005. Toulouse : Collection Méridiennes (série Histoire et Techniques), 2011, 530 p.

Disser *et al.* 2014 : DISSER (A.), DILLMANN (Ph), BOURGAIN (C.), L'HERITIER (M.), VEGA (E.), BAUVAIS (S.), LEROY (M.) – Iron reinforcements in Beauvais and Metz Cathedrals : from bloomery or finery ? The use of logistic regression for differentiating smelting processes. *Journal of Archaeological Science*, **42**, 2014, p. 315-333.

Djindjian 2011 : DJINDJIAN (F.) – *Manuel d'archéologie : méthodes, objets et concepts.* Paris : A. Colin (Coll. U. Histoire), 2011, 590 p.

Domergue *et al.* 1993 : DOMERGUE (Cl.), CAUUET (B.), LAVIELLE (E.), PAILLIER (J.-M.), SABLAYROLLES (R.), SILLIERES (P.), TOLLON (F.) – Un centre sidérurgique romain de la Montagne Noire. Le domaine des Forges (Les Martys, Aude). *Supplément à la Revue Archéologique de Narbonnaise*, **27**, 1993, 477 p.

Domergue, Leroy M. dir. 2000 : DOMERGUE (Cl.), LEROY (M.) dir. – *Mines et métallurgies en Gaule : recherches récentes.* Paris : CNRS Editions, *Gallia*, **57**, 2000, p. 1-158.

Doswald 1994 : DOSWALD (C.) – Les demi-produits de fer protohistoriques en Europe occidentale : problématique générale. *In :* Mangin dir. 1994, p. 333-343

Driehaus 1965 : DRIEHAUS (J.) – « Fürstengräber » und Eisenerze zwischen Mittelrhein, Mosel und Saar. *Germania*, **43**, p. 32-48.

Dubreucq 2007 : DUBREUCQ (E.) – *Les mobiliers métalliques découverts sur les habitats du Ha D à LTA : approches quantitatives et qualitatives proposées pour quelques sites de l'Allemagne du Sud-ouest à la France Centrale.* Thèse de doctorat sous la direction de C. Mordant et J.-P. Guillaumet, Université de Bourgogne, 2007, 2 vol.

Duby 1962 : DUBY (G.) – *L'économie rurale et la vie des campagnes dans l'occident médiéval.* 2 vol. Paris, 1962.

Duby 1973 : DUBY (G.) – *Guerriers et paysans, VIIIe-XIIe siècles. Premier essor de l'économie européenne.* Paris : Gallimard, 1973, 309 p.

Dumasy *et al.* 2010 : DUMASY (F.), DIEUDONNE-GLAD (N.), LAUT (L.) – *Travail de la terre, travail du fer. L'espace rural autour d'Argentomagus (Saint-Marcel, Indre).* Bordeaux : Ausonius, 2010, 525 p. (Mémoires, 23).

Dunikowski, Cabboi 1995 : DUNIKOWSKI (C.), CABBOI (S.) – *La sidérurgie chez les Sénons : les ateliers celtiques et gallo-romains des Clérimois (Yonne).* Documents d'Archéologie Française, **51**, 1995, 188 p.

Dunikowski *et al.* 1996 : DUNIKOWSKI (C.), LEROY (M.), MERLUZZO (P.), PLOQUIN (A.) – L'atelier de forge de Nailly (Yonne), contribution à l'étude des déchets métallurgiques. *Revue Archéologie de l'Est et du Centre-Est*, **47**, 1996, p. 97-121.

Dunikowski *et al.* 2007 : DUNIKOWSKI (C.), SEGUIER (J.-M.), CABBOI (S.) – La production du fer protohistorique au sud-est du Bassin parisien. *In* : Milcent dir. 2007, p. 279-289.

Durali-Müller *et al.* 2007 : DURALI-MUELLER (S.), BREY (G.P.), WIGG-WOLF (D.), LAHAYE (Y.) – Roman lead mining in Germany : its origin and development through time deduced from lead isotope provenance studies. *Journal of Archaeological Science,* **34**, 2007, p. 1555-1567.

Duvauchelle 2003 : DUVAUCHELLE (A.) – Les outils du forgeron. *In* : Anderson *et al.* 2003, p. 102-145.

Eschenlohr, Serneels 1991 : ESCHENLOHR (L.), SERNEELS (V.) – *Les bas fourneaux mérovingiens de Boécourt. (JU/Suisse).* Porrentruy : Société Jurassienne d'Emulation, 1991, 144 p. (Cahiers d'archéologie jurassienne, 3).

Eschenlohr 2001 : ESCHENLOHR (L.) – *Recherches archéologiques sur le district sidérurgique du Jura central suisse*. Lausanne : Musée cantonal d'archéologie et d'histoire, 2001, 320 p. (Cahiers d'Archéologie Romande, 88).

Eschenlohr *et al.* 2007 : ESCHENLOHR (L.), FRIEDLI (V.), ROBERT-CHARRUE LINDER (C.), SENN (M.) – *Develier-Courtételle un habitat rural mérovingien. Tome 2. Métallurgie du fer et mobilier métallique.* Porrentruy : Société Jurassienne d'Emulation, 2007, 355 p. (Cahiers d'Archéologie Jurassienne, 14).

Espelund 2005 : ESPELUND (A.) – The Principles of Early, Small-Scale Direct Iron- and Steelmaking. *In : I Congreso Internacional de Paleosiderurgia y Recuperación de Patrimonio Industrial. Hierro, Historia y Patrimonio*. San Sebastián : INASMET-Tecnalia, 2005, p. 169-191.

Favory *et al.* 2012 : FAVORY (F.), NUNINGER (L.), SANDERS (L.) – Intégration de concepts de géographie et d'archéologie spatiale pour l'étude des systèmes de peuplement. *L'Espace géographique,* **41**(4), p. 295-309.

Feugère, Serneels dir. 1998 : FEUGERE (M.), SERNEELS (V.) dir. – *Recherches sur l'économie du fer en Méditerranée nord-occidentale.* Montagnac : Editions Monique Mergoil, 1998, 263 p. (Monographies Instrumentum, 4).

Fifield, Haines 2000 : FIFIELD (F.W.), HAINES (P.J.) Ed. – *Environmental Analytical Chemistry.* Oxford : Blackwell Publishing, 2000, 378 p.

Fizaine 2012 : FIZAINE (J.-P.) 2012 – *Les paléokarsts et les formations ferrugineuses associées dans le Bassin parisien et ses bordures : caractérisation et évolutions géomorphologiques.* Thèse de doctorat, Université de Lorraine, Nancy 2, 2 vol., 2012, 672 p.

Flotté, Fuchs 2004 : FLOTTE (P.), FUCHS (M.) – *La Moselle*. Paris : Académie des inscriptions et belles-lettres, Maison des Sciences de l'Homme, 2004, 893 p (Carte Archéologique de la Gaule, 57/1).

Flotté 2005 : FLOTTE (P.) – *Metz.* Paris : Académie des inscriptions et belles-lettres, Maison des Sciences de l'Homme, 371 p (Carte Archéologique de la Gaule, 57/2).

Flouest 1995 : FLOUEST (J.-L.) – Bragny-sur-Saône (Saône-et-Loire), Centre d'activités métallurgiques du Ve siècle av. J.-C.. *In* : Benoît, Fluzin dir. 1995, p. 305-311.

Fluck, Weil 1975 : FLUCK (P.), WEIL (R.) – *Gîtes minéraux de la France,* volume II, Géologie des gîtes minéraux des Vosges et des régions limitrophes. Orléans : BRGM, 189 p. (Mémoires du BRGM, 87).

Fluck *et al.* 2012 : FLUCK (P.), DISSER (A.), GAUTHIER (J.) – Mines et métallurgie Pb-Ag à l'Altenberg, Ste-Marie-aux-Mines (Ht-Rhin) – Xe – XIVe s. PCR 2009-2011, Bilan de fin de programme. *Les Actes du CRESAT*, Université de Haute-Alsace, 2012, p. 58-60.

Fluzin 1983 : FLUZIN (Ph.) – Notions élémentaires de sidérurgie. *In* : ECHARD, N. (1983), *Métallurgies africaines : nouvelles contributions.* Paris, 1983, p. 13-44.

Fluzin 1994 : FLUZIN (Ph.) – Interprétation des études métallographiques des scories ; recherches d'éléments discriminatoires. *In :* Mangin dir. 1994, p. 24-30.

Fluzin *et al.* 2000 : FLUZIN (Ph.), PLOQUIN (A.), SERNEELS (V.) – Archéométrie des déchets de production sidérurgique. Moyens et méthodes d'investigation des différents éléments de la chaîne opératoire directe. *In* : Domergue, Leroy M. dir. 2000, p. 101-121.

Fluzin *et al.* 2001 : FLUZIN (Ph.), SERNEELS (V.), BENOIT (P.), KIENON (H.T.) – Reconstruction of operating chain, in Paleo- and steels metallurgy from the archaeological remains : comparative studies with the African ethnoarchaeology. *In* : BEYRIES, S., PETREQUIN, P. (2001), *Ethnoarchaeology and its transfer.* Bournemouth : *British Archaeological Reports, International Series*, **983**, 2001, p. 113-122.

Fluzin 2002 : FLUZIN (Ph.) – La chaîne opératoire en sidérurgie : matériaux archéologiques et procédés. Apport des études métallographiques. *In* : BOCOUM (H.) – *Aux origines de la métallurgie en Afrique. Une ancienneté méconnue.* Paris : Editions UNESCO, *Mémoire des peuples*, 2002, p. 59-91.

Fluzin *et al.* 2002 : FLUZIN (Ph.), HERBACH (R.), DILLMANN (Ph.) – Etudes métallurgiques et thermodynamiques. *In* URTEAGA (M.) dir. – *Agorregiko burdinola eta errotak (Aia, Gipuzkoa). La ferrería y los molinos de Agorregi II, Arkeologia experimental,* 2002, p. 124-160.

Fluzin *et al.* 2004 : FLUZIN (Ph.), PLOQUIN (A.), DABOSI (F.) – Approches métallurgiques et archéométriques. *In* : Mangin dir. 2004, p. 113-173.

Forel *et al.* 2010 : FOREL (B.), MONNA (F.), PETIT (C.), BRUGUIER (O.), LOSNO (R.), FLUCK (P.), BEGEOT (C.), RICHARD (H.), BICHET (V.), CHATEAU (C.) – Historical mining and smelting in the Vosges mountains (France) recorded in two ombrotrophic peat bogs. *Journal of Geochemical Exploration,* **107**, 2010, p. 9-20.

France-Lanord 1956 : FRANCE-LANORD (A.) – Evolution de la technique du fer en Europe occidentale, de la préhistoire au Moyen-Age. *In :* « *Le fer à travers les âges : Hommes et Techniques ».* Actes du Colloque International, Nancy, 3-6 octobre 1955. Nancy : Annales de l'Est, mémoire n°16, 1956, p. 27-43.

France-Lanord 1962 : FRANCE-LANORD (A.) – Premiers témoins du fer en Lorraine. *Revue d'histoire de la sidérurgie*, **3**, 1962, p. 225-228.

France-Lanord 1963 : FRANCE-LANORD (A.) – Les demi-produits de fer protohistoriques. *Revue d'histoire de la sidérurgie*, **4**, 1963, p. 167-178.

France-Lanord 1983 : FRANCE-LANORD (A.) – *Les demi-produits de fer bipyramidaux de Marsal.* Rapport dactylographié, Laboratoire d'Archéologie des Métaux, Jarville, 7 p.

Garner 2010 : GARNER (J.) – *Der latènezeitliche Verhüttungsplatz in Siegen-Niederschelden « Wartestrasse ».* Bochum : Deutsches Bergbau-Museum, 2010, 148 p. (Metalla, 17).

Gassmann 2002 : GASSMANN (G.) – Recent discoveries and excavations of 6th-2nd century BC furnaces in SW Germany. *Historical Metallurgy*, **36**, p. 71-76.

Gassmann *et al.* 2006 : GASSMANN (G.), ROSCH (M.), WIELAND (G.) – Das Neuenbürger Erzrevier im Nordschwartzwald als Wirtschaftsraum während der Späthallstatt- und Frühlatènezeit. *Germania*, **84**, 2006, p. 273-306.

Gazenbeck *et al.* 2007 : GAZENBECK (M.), DECANTER (F.), WIETHOLD (J.) – *Chavigny (54, Meurthe-et-Moselle) « En Bray, Derrière le Berger, le Haldat »*. Document final de synthèse, INRAP, Metz, 2007, 82 p.

Gelman *et al.* 2009 : GELMAN (A.), JAKULIN (A.), PITTAU (M.-G.), SU (Y.-S.) – A Weakly informative default prior distribution for logistic regression and other regression models. *The Annals of Applied Statistics*, **2**(4), p. 1360-1383.

Georges-Leroy *et al.* 2012 : GEORGES-LEROY (M.), BOCK (J.), DAMBRINE (E.), DUPOUEY (J.-L.), GEBHARDT (A.), LAFFITE (J.-D.) – Les vestiges gallo-romains conservés dans le massif forestier de Haye (Meurthe-et-Moselle). Leur apport à l'étude de l'espace agraire. *In* : CARPENTIER, V., MARCIGNY, C. dir. – *Des hommes aux champs. Pour une archéologie des espaces ruraux du néolithique au Moyen Age*. Rennes : Presses universitaires de Rennes, 2012, p. 157-180.

Gheller, Leroy M. 1999 : GHELLER (P.), LEROY (M.) – *Ludres Chaudeau UGC Ciné-Cité*. Document final de synthèse, AFAN, Ministère de la Culture, CNRS, Metz, 1999, 46 p.

Gille 1968 : GILLE (B.) – L'organisation de la production du fer au Moyen Age. Nancy : *Revue d'Histoire de la Sidérurgie*, t. **9**, 1968, p. 95-121.

Gille 1970 : GILLE (B.) – L'évolution de la technique sidérurgique. Esquisse d'un schéma. *Revue d'Histoire des Mines et de la Métallurgie,* **I, 2***,* 1970, p. 121-226.

Girardot 1970 : GIRARDOT (A.) – Forges princières et forges monastiques, coup d'œil sur la sidérurgie lorraine aux XII^{e} et XIII^{e} siècles. Nancy : *Revue d'Histoire des Mines et de la Métallurgie*, **II, 1**, 1970, p. 3-20.

Girardot 1976 : GIRARDOT (A.) – A propos d'un bail de forge en 1391 : fonte et forges hydrauliques en Lorraine au XVe siècle. Nancy : *Annales de l'Est*, **4**, 1976, p. 275-284.

Goldstein *et al.* 2007 : GOLDSTEIN (J.), NEWBURY (D.E.), JOY (D.C.), LYMAN (C.E.), ECHLIN (P.), LIFSHIN (E.), SAWYER (L.), MICHAEL (J.R.) – *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*. 3rd ed.. New York : Springer, 2007, 586 p.

Goodway, Fisher 1988 : GOODWAY (M.), FISHER (R.M.) – Phosphorus in low carbon iron : Its beneficial properties. *Historical Metallurgy*, **22**, 1988, p. 21-23.

Gordon 1997 : GORDON (R.B.) – Process deduced from ironmaking wastes and artefacts. *Journal of Archaeological Science*, **24**, 1997, p. 9-18.

Hagemann, Treuil 1998 : HAGEMANN (R.), TREUIL (M.) – *Introduction à la géochimie et ses applications*. Ed. Thierry Parquet, 1998, 445 p.

Hamm 2005 : HAMM (G.) – *La Meurthe-et-Moselle.* Paris : Académie des inscriptions et belles-lettres, 2005, 468 p. (Carte Archéologique de la Gaule, 54).

Hamon *et al.* 1990 : HAMON (B.), GERARD (Y.), GRANDATI (D.) – Vestiges d'activités métallurgiques anciennes à Avril (54) et dans les localités avoisinantes. Bilan 1986-1989, *Bulletin de liaison de la société d'histoire naturelle de Moselle*, **394**, mai 1990, p. 2-3.

Hedges, Salter 1979 : HEDGES (R.E.M.), SALTER (C.J.) – Source determination of iron currency bars through analysis of the slag inclusions. *Archaeometry*, **21**, 1979, p. 161-175.

Hodson 1969 : HODSON (F.R.) – Searching for structure within multivariate archaeological data. *World Archaeology,* **1**, 1969, p. 90-105.

Hodson 1970 : HODSON (F.R.) – Cluster analysis and archaeology : some new developments and applications, *American Archaeology*, **1**, 1970, p. 299-320.

Horikoshi 2008 : HORIKOSHI (K.) – *L'industrie du fer en Lorraine. XIIè-XVIIè siècles.* Langres : Dominique Guéniot éd., 2008, 515 p.

Hottenger 1923 : HOTTENGER (G.) – Les anciennes minières de fer fort, Saint-Pancré et Aumetz. Nancy : Berger-Levrault, 1923, p. 64-83.

Hottenger 1927 : HOTTENGER (G.) – *L'ancienne industrie du fer en Lorraine*. Nancy : Société Industrielle de l'Est, 1927, 205 p.

Humphris *et al.* 2009 : HUMPHRIS (J.), MARTINON-TORRES (M.), REHREN (T.), REID (A.) – Variability in single smelting episodes – a pilot study using iron slag from Uganda. *Journal of Archaeological Science,* **36**, 2009, p. 359-369.

Humphris, Rehren dir. 2013 : HUMPHRIS (J.), REHREN (T.) – *The World of Iron*. London : Archétype, 2013, 482 p.

Husson *et al.* 2010 : HUSSON (F.), JOSSE (J.), PAGES (J.) – Principal component methods – hierarchical clustering – partitional clustering : why would we need to choose for visualizing data ? *Technical Report of the Applied Mathematics Department (Agrocampus)*. Rennes, Agrocampus, 2010, 17 p.

Jacob 1864 : JACOB (V.) – Recherches historiques sur la tour et la cloche de Mutte de la cathédrale de Metz. Metz : Rousseau-Pallez, 1864, 242 p.

Jacquot 1868 : JACQUOT (E.) – *Description géologique et minéralogique du département de Moselle*. Paris, 1868, 490 p.

Jarrier *et al.* 1995 : JARRIER (C.), DOMERGUE (C.), PIERAGGI (B.), PLOQUIN (A.), TOLLON (F.) – Caractérisation minéralogique, géochimique, et métallurgique des résidus de réduction directe, d'épuration et de forge du centre sidérurgique romain des Martys (Aude, France), *Revue d'Archéométrie,* **19**, 1995, p. 49-62.

Joffroy, Bretz-Mahler 1959 : JOFFROY (R.), BRETZ-MAHLER (D.) – Les tombes à char de La Tène dans l'est de la France. *Gallia*, **17**, 1959, p. 5-36.

Jolliffe 2002 : JOLLIFFE (I.T.) – *Principal Component Analysis* (2nd ed.). New York : Springer, 2002, 487 p.

Joron, Treuil 1977 : JORON (J.-L.), TREUIL (M.) – Utilisation des propriétés des éléments fortement hygromagmatophiles pour l'étude de la composition chimique et de l'hétérogénéité du manteau. *Bulletin de la société géologique de France*, **XIX (6)**, p. 1197-1205.

Juhin 2005 : JUHIN(A.) – *Structure métallographique et comportement mécanique des tirants de fer du donjon de Vincennes.* Mémoire de Master 2 de Science des matériaux et nano objets, universités de Paris 6 et Paris 11, sous la direction de Ph. Dillmann et I. Guillot, 2005, 129 p.

Karsten 1830 : KARSTEN -C.J.B.) – *Manuel de la métallurgie du fer.* Volume 2. Metz : Thiel Ed., 495 p.

Kronz 2003 : KRONZ (A.) – *Ancient iron production compared to medieval techniques in Germany: Fayalitic slag and elemental mass balances*. In Archeometallurgy in Europe. Milan, Vol.1, p. 555-564.

Krzanowski, Hand 2009 : KRZANOWSKI (W.J.), HAND (D.J.) – *ROC curves for continuous data*. Boca Raton : Chapman & Hall/CRC, 2009, 241 p. (Monographs on statistics and applied probability, 111).

Lagadec *et al. 1989* : LAGADEC, J.-P., DUVAL, P., EVEILLARD, J., LEROY, M., PLOQUIN, A. (1989), Bilan de sept campagnes de fouilles à la Cité d'Affrique de Messein (1981-1987). *Revue Archéologie de l'Est et du Centre-Est*, **40**, 1989, p. 147-197.

Lambot 2006a : LAMBOT (B.) – Les tombes à char et à harnachement de cavalier de Bourcq (Ardennes) et de Prunay (Marne). *Association française pour l'étude de l'Age du Fer*, **24**, p.67-68.

Lambot 2006b : LAMBOT (B.) – Les cavaliers de La Tène ancienne en Champagne : découvertes récentes de harnachements dans deux tombes à char. *Lunula, Archaeologia protohistorica, **14**,* 2006, p. 45-60.

Lambot 2010 : LAMBOT (B.) – Le programme de recherche sur les tombes à char de Champagne : un état des lieux. *Antiquités Nationales,* **41**, 2010, p. 51-56.

Laumann 1989 : LAUMANN (H.) – Archäologische Ausgrabungen im Siegerland. Erste Analyse zum Gräberfeld der frühen Eisenzeit in Deuz. *Siegerland*, **66**, 1989, p. 61-64.

Le Carlier *et al.* 2007a : LE CARLIER (C.), LEROY (M.), MERLUZZO (P.) – L'apport de l'analyse morphologique, microscopique et chimique des scories en forme de culot à la restitution des activités de forge, *Revue d'Archéométrie*, **31**, 2007, p. 23-35.

Le Carlier *et al.* 2007b : LE CARLIER (C.), LEROY (M.), MERLUZZO (P.) – Between bloom and blast furnace : the iron smelting slags of Ludres Chaudeau Merovingian workshop (France). 2nd international conference *Archaeometallurgy in Europe*, Aquileia, 17-21 June 2007. Milano : Associazione Italiana di Metallurgia, 2009.

Leblanc 2002 : LEBLANC (J.-C.) – *Sur l'identification de la chaîne opératoire de forgeage du fer antique, associée à l'archéométrie des battitures*. Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier-Toulouse, 2 vol.

Leblanc, Dabosi 2004 : LEBLANC (J.-C.), DABOSI (F.) – Restitution de la chaîne opératoire ancienne de forgeage manuel du fer sur la base d'une étude morphométrique et minéralogique des oxydes de fer. *Matériaux et Techniques,* n° **5-6**, 2004, p. 3-12.

Lechevallier *et al.* 2000 : LECHEVALLIER (G.), DILLMANN (Ph.), BENOIT (P.), FLUZIN (Ph.) – L'affinage wallon des fontes phosphoreuses : approche expérimentale et historique. *In :* PETREQUIN (P.), FLUZIN (Ph.), THIRIOT (J.), BENOIT (P.) dir. – *Arts du feu et productions artisanales.* XXe Rencontres Internationales d'Archéologie et d'Histoire d'Antibes. Antibes : APDCA, 2000, p. 171-182.

Leroy M. 1988 :LEROY (M.) – Un atelier sidérurgique du haut Moyen Age découvert à Ludres (Meurthe-et-Moselle). Nancy : Presses Universitaires de Nancy, 1988, p. 151-167 (Annales de l'Est, 2).

Leroy M.*et al.* 1990 :LEROY (M.), FORRIERES (C.), PLOQUIN (A.) – Un site de production sidérurgique du haut Moyen Age en Lorraine (Ludres, Meurthe-et-Moselle). Etude des conditions de réduction du minerai lorrain. Caen : CNRS Ed., *Archéologie médiévale*, **XX**, 1990, p. 141-179.

Leroy M., Ploquin 1994 :LEROY (M.), PLOQUIN (A.) – Approche archéométrique de la proto-industrie du fer : conditions de réduction des minerais de fer en Lorraine et chaîne opératoire dans la sidérurgie d'avant le haut-fourneau (un exemple d'utilisation d'une base de données d'analyses chimiques en paléométallurgie du fer). *Revue d'Archéométrie*, **18**, p. 53-64.

Leroy M., Casarotto 1995 : LEROY (M.), CASAROTTO (J-.T.) – "Minette" et "Fer Fort" : Une nouvelle approche de l'histoire de la sidérurgie ancienne en Lorraine. *In :* Benoît, Fluzin dir. 1995, p. 249-254.

Leroy M. 1996 :LEROY (M.) – La métallurgie du fer sur le site fortifié de hauteur gallo-romain de La Bure (Vosges). *Bulletin de la société philomatique vosgienne*, **98**, 1996, p. 9-24.

Leroy M. 1997 :LEROY (M.) – *La Sidérurgie en Lorraine avant le haut fourneau. L'utilisation du minerai de fer oolithique en réduction directe.* Paris : CNRS Ed., 1997, 302 p (monographie du CRA, 18).

Leroy M., Merluzzo 1998 :LEROY (M.), MERLUZZO (P.) – *Les ateliers sidérurgiques médiévaux de Saint-Dizier (Haute-Marne).* Bulletin de la société archéologique champenoise 91.4, 1998, 126 p.

Leroy M.*et al.* 1998 : LEROY (M.), CASAROTTO (J-.T.), HAMON (B.) – Autour de la minette, la perduration de l'emploi de la production du fer en bas fourneau en Lorraine à la fin du Moyen Age. *In* : BECK (P.) dir. – *L'innovation technique au Moyen Age.* Actes du colloque du VIème congrès international de la société d'archéologie médiévale. Paris : Errance, 1998, p. 145-150.

Leroy M.*et al.* 2000a : LEROY (M.), MANGIN (M.), LAURENT (H.), BOUKEZZOULA (M.), RAISSOUNI (B.) – La sidérurgie dans l'est de la Gaule. L'organisation spatiale de la production de l'âge du Fer et haut Moyen Age. *In :* Domergue, Leroy M. dir. 2000, p. 157-162.

Leroy M.*et al.* 2000b : LEROY (M.), MERLUZZO (P.), FLUZIN (Ph.), LECLERE (D.), AUBERT (M.), PLOQUIN (A.) – La restitution des savoir-faire pour comprendre un procédé technique : l'apport de l'expérimentation en archéologie du fer. *In :* PETREQUIN (P.), FLUZIN (Ph.), THIRIOT (J.), BENOIT (P.) dir. – *Arts du feu et productions artisanales.* XXe Rencontres Internationales d'Archéologie et d'Histoire d'Antibes. Antibes : APDCA, 2000, p. 37-51.

Leroy M. 2001 :LEROY (M.) – La production sidérurgique en Gaule : changements et mutations perceptibles entre le Haut Empire et les débuts du haut Moyen Age. *In* : POLFER (M.) dir. – *L'artisanat romain : évolution, continuités et ruptures (Italie et provinces occidentales), Actes du 2e colloque d'Erpeldange, 26-28 octobre 2001*. Montagnac : Editions Monique Mergoil, 2001, p. 79-95 (Monographies Instrumentum, 20).

Leroy M. 2001 : LEROY (M.) – La métallurgie du fer sur le territoire médiomatrique de l'âge du Fer au haut moyen âge. *In :*Flotté, Fuchs 2004, p. 192-196.

Leroy M.*et al.* 2004 : LEROY (M.), MERLUZZO (P.), LE CARLIER (C.) – L'activité sidérurgique sur le site antique de Florange-Daspich-Ebange (Moselle). Réexamen critique des découvertes archéologiques. *Les Cahiers Lorrains,* **2004/1**, 2004, p. 53-71.

Leroy M. 2005 : LEROY (M.) – Les modes de production du fer au haut Moyen Age. L'exemple des ateliers sidérurgiques de Lorraine centrale. Actes des Journées mérovingiennes de Nancy de l'Association Française d'Archéologie Mérovingienne. AFAM, 2005, p. 177-188.

Leroy M.*et al.* 2007 : LEROY (M.), LE CARLIER (C.), MERLUZZO (P.) – Entre bas fourneau et haut fourneau. L'utilisation de la minette de Lorraine au Moyen Age : une parfaite adéquation avec la technique du bas fourneau. Actes du 4è Congrès International d'Archéologie Médiévale et Moderne, du 3 au 8 septembre 2007, Paris 1-Sorbonne.

Leroy M. 2009 : LEROY (M.) – Le choix de la minette : les acquis de la recherche récente sur le développement de la sidérurgie ancienne en Lorraine avant le haut fourneau. *In* : MEYER-RODRIGUES (N.), BUR (M.) dir. – *Les arts du feu*. 127e congrès national des sociétés historiques et scientifiques (Nancy, 2002). Paris : CTHS, coll. « Actes des congrès nationaux des sociétés historiques et scientifiques », 2009, p. 85-100

Leroy M., Cabboi dir. 2009 : LEROY (M.), CABBOI (S.) dir. – *Les formes d'organisation de la production du fer en métallurgie ancienne. Systèmes de production et chaîne opératoire dans les ateliers de l'est du Bassin Parisien, de l'âge du fer au haut Moyen-Age.* Programme Collectif de Recherche, Rapport pluriannuel 2007-2009, 104 p.

Leroy M.*et al.* 2011 : LEROY (M.), MERLUZZO (P.), BAUVAIS (S.) – Velaine-en-Haye ZAC Herbue Chalin. Synthèse d'étude métallurgique. LAM-Jarville, 2011, 27 p.

Leroy M., Cabboi dir. 2013 : LEROY (M.), CABBOI (S.) dir. – *Les formes d'organisation de la production du fer en métallurgie ancienne. Systèmes de production et chaîne opératoire dans les ateliers de l'est du Bassin Parisien, de l'âge du fer au haut Moyen-Age.* Programme Collectif de Recherche pluriannuel (2007-2012), Rapport final, 3 vol., 2013, 782 p.

Leroy M. *et al.* à paraître : LEROY (M.), MERLUZZO (P.), LE CARLIER (C.) – *Archéologie du fer en Lorraine. Minette et production du fer en bas fourneaux dans l'Antiquité et au Moyen Age*. Knutange : Fensch-Vallée éd., à paraître.

Leroy S. 2010 : LEROY (S.) – *Circulation au Moyen Age des matériaux ferreux issus des Pyrénées Ariégeoises et de la Lombardie. Apport du couplage des analyses en éléments traces et multivariées*. Thèse de doctorat, Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, sous la direction de Ph. Dillmann, 2010, 390 p.

Leroy S. *et al.* 2012 : LEROY (S.), COHEN (S.X.), VERNA (C.), GRATUZE (B.), TEREYGEOL (F.), FLUZIN (Ph.), BERTRAND (L.), DILLMANN (Ph.) – The medieval iron market in Ariège (France). Multidisciplinary analytical approach and multivariate analyses. *Journal of Archaeological Science,* **39**, 2012, p. 1080-1093.

Leypold 1996 : LEYPOLD (D.) – *La métallurgie du fer dans le massif vosgien, la vallée de la Bruche, de l'Antiquité au XIXe siècle.* Société Savante d'Alsace, 1996, 529 p. (*Recherches et documents*, 55).

Leypold 2001 : LEYPOLD (D.) – Entre technologie et empirisme : l'industrie ancienne du fer dans les Vosges. *Revue d'Alsace*, **127**, 2001, p. 155-187.

L'Héritier 2007 : L'HERITIER (M.) – *L'utilisation du fer dans l'architecture gothique. Les cas de Troyes et de Rouen.* Thèse de doctorat en Archéologie, Université de Paris 1, sous la direction de P. Benoît, 5 vol., 1285 p.

L'Héritier *et al.* 2007 : L'HERITIER (M.), DILLMANN (Ph.), BENOIT (P.) – L'emploi du fer dans la construction monumentale à la fin du Moyen Age : production et utilisation. Actes du 4è Congrès International d'Archéologie Médiévale et Moderne, du 3 au 8 septembre 2007, Paris 1-Sorbonne.

L'Héritier *et al.* 2010 : L'HERITIER (M.), DILLMANN (Ph.), BENOIT (P.) – Iron in the building of gothic churches: its role, origins and production using evidence from Rouen and Troyes. *Historical Metallurgy*, **44**(1), 2010, p. 21-35.

L'Héritier *et al.* 2013 : L'HERITIER (M.), DILLMANN (Ph.), AUMARD (S.), FLUZIN (Ph.) – Iron ? Which Iron ? Methodologies for Metallographic and Slag Inclusion Studies. *In* : Humphris, Rehren dir., p. 409-420.

Maggi *et al.* 2012 : MAGGI (C.), PAGES (G.), MERTENS (A.), HOFFSUMMER (P.) – Utilisation et technique de production du fer et du bois dans les charpentes de combles mosanes :premiers jalons d'une évolution du XIIe au XVIIIe siècle. *ArchéoSciences*, **36**, 2012, p. 95-115.

Magnusson 1985 : MAGNUSSON (G.) – Lapphyttan, an example of medieval iron production. *In* : *Medieval Iron in Society*, Stockholm, 1985, p. 22-57.

Magnusson dir. 1985 : MAGNUSSON (G.) dir. – *The Importance of Ironmaking. Technical Innovation and Social Change.* Papers presented at the Norberg conference on May 8-13, 1995. Stockholm : Jernkontorets Berghistoriska Utskott, vol. 1, 1995 ; vol. 2, 1996.

Mahé-Le Carlier *et al.* 1998 : MAHÉ-LE CARLIER (C.), DIEUDONNE-GLAD (N.), PLOQUIN (A.) – Des laitiers obtenus dans un bas fourneau ? Etude chimique et minéralogique des scories du site d'Oulches (Indre). *Revue d'Archéométrie*, **22**, 1998, p. 91-101.

Mahé-Le Carlier, Ploquin 1999 : MAHÉ-LE CARLIER (C.), PLOQUIN (A.) – Typologie et caractérisation des scories de réduction de la métallurgie du fer. *Revue d'Archéométrie*, **23**, 1999, p. 59-70.

Mangin *et al.* 1992 : MANGIN (M.), KEESMANN (I.), BIRKE (W.), PLOQUIN (A.) – *Mines et métallurgie chez les Eduens. Le district sidérurgique antique et médiéval du Morvan-Auxois*. Paris : Les Belles Lettres, 1992, 364 p. (Annales Littéraires de l'université de Besançon, 456).

Mangin dir. 1994 : MANGIN (M.) dir. – *La sidérurgie ancienne de l'Est de la France dans son contexte européen.* Actes du colloque de Besançon, 10-13 novembre 1993. Paris : Les Belles Lettres, 1994, 424 p.

Mangin 1996 : MANGIN (M.) – La métallurgie du fer en Gaule (Tène finale et époque romaine) : recherches récentes en archéologie et archéométrie. *Revue Archéologique de l'Est et du Centre-Est*, **47**, 1996, p. 179-191.

Mangin *et al.* 2000 : MANGIN (M.), COURTAUDON (J.-L.), FLUZIN (Ph.), DE LACLOS (E.) – *Forgerons et paysans des campagnes d'Alésia (Haut-Auxois, Côte d'Or). La terre, le fer, la route en pays mandubien : Ier siècle avant – VIIIè siècle après J.-C.* CNRS, 2000, 508 p. (Monographies du CRA, 22)

Mangin dir. 2004 : MANGIN (M.) dir. – *Le Fer*. Paris : Errance, collection «Archéologiques », 239 p.

Mangin, Fluzin 2006 : MANGIN (M.), FLUZIN (Ph.) – L'organisation de la production métallurgique dans une ville gallo-romaine : le travail du fer à Alésia. *Revue Archéologique de l'Est*, **55**, 2006, p. 129-150.

Massy dir. 1997 : MASSY (J.-L.) – *Les agglomérations secondaires de la Lorraine antique*. Besançon : Annales Littéraires de l'Université de Franche-Comté, 1997, 437 p.

Merluzzo, Forrières 1995 : MERLUZZO (P.), FORRIERES (C.) – Les premières étapes du travail du fer en foyer de forge, selon des procédés traditionnels japonais. *In :* Benoît, Fluzin dir. 1995, p.71-86.

Mertens *et al.* 2009 : MERTENS (A.), MATHIS (F.), DILLMANN (Ph.), HOFFSUMMER (P.) – Emergence du procédé indirect d'élaboration du fer en région liégeoise : apport d'une étude technique de fers de charpentes dates par dendrochronologie. *Chimie nouvelle,* **101**, 2009, p. 24-28.

Michler 2004 : MICHLER (M.) (2004) – *Les Vosges*. Paris : Académie des inscriptions et belles-lettres, Maison des Sciences de l'Homme, 426 p. (Carte Archéologique de la Gaule, 88)

Milcent dir. 2007 : MILCENT (P.-Y.)dir. – *L'économie du fer protohistorique : de la production à la consommation du métal.* Actes du 28è colloque de l'AFEAF, du 20 au 23 mai 2004, Toulouse. Pessac : Fédération Aquitania éd., 2007, 434 p. (Aquitania, sup. 14/2).

Misra 2000 : MISRA (K.C.) – *Understanding Mineral Deposits*. Dordrecht : Kluwer Academic Publishers, 2000, 845 p.

Mucha *et al.* 2008 : MUCHA (H.-J.), BARTEL (H.-G.), DOLATA (J.) – Effects of data transformation on cluster analysis of archaeometric data. *In :* PREISACH (C.), BURKHARDT (H.), SCHMIDT-THIEME (L.), DECKER (R.) – *Data Analysis, Machine Learning, and Applications*. Proceedings of the 31st Annual Conference of the Gesellschaft für Klassifikation e.V., Albert-Ludwigs-Universität Freiburg, March 7-9, 2007. Berlin : Springer, 2008, p. 681-688.

Müller 1985 : MÜLLER (J.) – Die römischen Gebäude in Kaiseraugst-Schmidmatt. *Archéologie Suisse,* **8/1**, 1985, p. 15-29.

Nakache, Confais 2005 : NAKACHE (J.-P.), CONFAIS (J.) – *Approche pragmatique de la classification.* Editions TECHNIP, 2005, 262 p.

Neff, Dillmann 2001 : NEFF (D.), DILLMANN (Ph.) – Phosphorus localisation and quantification in archaeological iron artefacts micro-PIXE microanalyses. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, **181**, 2001, p. 675-680.

Nelder, Wedderburn 1972 : NELDER (J.A.), WEDDERBURN (R.W.M.) – Generalized linear models. *Journal of the Royal Statistics Society, Series A,* **135**, p. 370-384.

Nosek 1994 : NOSEK (E.) – The metallography of Gromps. *In* : Mangin dir. 1994, p. 65-73.

Olivier 1984 : OLIVIER (L.) – Villers-Lès-Nancy, Place de l'Eglise. *Gallia*, **42**(2), 1984, p. 357.

Olivier 1988a : OLIVIER (L.) – Le tumulus à tombe à char de Marainville-sur-Madon (Vosges) : premiers résultats. *In :* MOHEN (J.-P.), DUVAL (A.), ELUERE (C.) dir. – *Les Princes Celtes et la Méditerranée*. Actes du colloque "Les Princes Celtes et la Méditerranée". Paris : La Documentation Française, 1988, p. 271-301.

Olivier 1988b : OLIVIER (L.) – Un tumulus princier du Premier Age du Fer dans les Vosges. *Annales de la société d'émulation du département des Vosges*, 1988, p. 3-14.

Olivier 1991 : OLIVIER (L.) – Les tombes à char du Hallstatt récent du groupe de tumulus de Diarville « Devant Giblot » (Meurthe-et-Moselle). *Archäologisches Korrespondenzblatt*, **21**(1), 1991, p. 223-240.

Olivier 1997 : OLIVIER (L.) – Le pôle aristocratique des environs de Saxon-Sion (Meurthe-et-Moselle) à l'Age du Fer : faut-il revoir le concept de résidence princière ? *In :* Brun, Chaume dir. 1997, p. 93-105.

Olivier 2000 : OLIVIER (L.) – Le "Briquetage de la Seille" (Moselle) : nouvelles recherches sur une exploitation proto-industrielle du sel à l'âge du Fer. Saint-Germain-en-Laye, *Antiquités Nationales*, **32**, p. 143-171.

Olivier 2002 : OLIVIER (L.) – Le tumulus à tombe à char de Marainville-sur-Madon (Vosges), « Sous le chemin de Naviot ». *In :* OLIVIER (L.), dir. – *Princesses celtes en Lorraine. Sion, trois millénaires d'archéologie d'un territoire.* Catalogue de l'exposition du Musée du Fer (Jarville) et du Musée des Antiquités nationales (Saint-Germain-en-Laye). Jarville : Musée de l'Histoire du Fer, 2002, 191 p.

Orengo 2003 : ORENGO (L.) – *Forges et forgerons dans les habitats laténiens de la Grande Limagne d'Auvergne : fabrication et consommation de produits manufacturés en fer en Gaule à l'Age du Fer.* Montagnac : Ed. Monique Mergoil, 2003, 325 p. (Monographies Instrumentum, 26).

Pagel 1982 : PAGEL (M.) – The mineralogy and geochemistry of uranium, thorium, and rare-earth elements in two radioactive granites of the Vosges, France. *Mineralogical Magazine,* **46**, p. 149-161.

Pagès 2008 : PAGES (G.) – *La métallurgie du fer en France méditerranéenne de l'Antiquité au début du Moyen Age : jalons d'une approche interdisciplinaire.* Thèse de doctorat, Université Montpellier 3, Paul Valéry, sous la direction de J.-L. Fiches et Ph. Fluzin, 300 p.

Pagès *et al.* 2008 : PAGES (G.), LONG (L.), FLUZIN (Ph.), DILLMANN (Ph.) – Réseaux de production et standards de commercialisation du fer antique en Méditerranée : les demi-produits des épaves romaines des Saintes-Maries-de-la-Mer (Bouches-du-Rhône). *Revue Archéologique de Narbonnaise*, **41**, 2008, p. 261-283.

Pagès *et al.* 2009 : PAGES (G.), FLUZIN (Ph.), MANGIN (M.) – L'évolution d'une forge routière vers un atelier de type « villageois ». *In* FICHES (J.L.) dir. – *Une maison de l'agglomération routière d'*Ambrussum *(Villetelle, Hérault)*, 2009, p. 317-342 (Monographies d'Archéologie Méditerranéenne, 26).

Pagès *et al.* 2011a : PAGES (G.), FLUZIN (Ph.), LONG (L.) – L'acier, une variété de fer parmi d'autres ?. *In* : Dillmann *et al.* dir. 2011, p. 147-174.

Pagès *et al.* 2011b : PAGES (G.), DILLMANN (Ph.), FLUZIN (Ph.), LONG (L.) – A Study of the Roman Iron Bars of Saintes-Maries-de-la-Mer (Bouches-du-Rhône, France). A Proposal for Comprehensive Metallographic Approach. *Journal of Archaeological Science*, **38**, 2011, p. 1234-1252.

Pare 1992 : PARE (C.F.E.) – *Wagons and Wagon-graves of the Early Iron Age in Central Europe.* Oxford : Oxford University Committee for Archaeology, 1992, 382 p.

Parisse 1990 : PARISSE (M.) –*Encyclopédie illustrée de la Lorraine. 2, Histoire de la Lorraine. Austrasie, Lotharingie,* Lorraine. Metz : Editions Serpenoise, 1990, 253 p.

Pawlowski 1919 : PAWLOWSKI (A.) – *Annuaire des mines et minerais métalliques de France et d'Algérie*. Paris : Heudelot, 1919, 241 p.

Paynter 2006 : PAYNTER (S.) – Regional variations in bloomery smelting slag of the Iron Age and Romano-British periods. *Archaeometry*, **48**, 2006, p. 271-292.

Perret 2002 : PERRET (S.) – *Etude quantitative et technologique des vestiges sidérurgiques d'une forge d'époque romaine à Etagnières (Vaud).* DEA, Université de Genève, sous la direction de V. Serneels et A. Gallay,2002, 99 p.

Petit, Mangin dir. 1994 : PETIT (J.-P.), MANGIN (M.) dir. – *Atlas des agglomérations secondaires de la Gaule Belgique et des Germanies*. Paris : Ed. Errance, (Coll. *Archéologie aujourd'hui*), 1994, 292 p.

Petit 2005 : PETIT (J.-P.) – *Bliesbruck-Reinheim : Celtes et Gallo-Romains en Moselle et en Sarre*. Paris : Ed. Errance (Coll. *Archéologiques*), 2005, 239 p.

Piaskowski 1969 : PIASKOWSKI (J.) – Metallographische Untersuchungen der Eisenerzeugnisse in der Hallstattzeit im Gebiet zwischen Oder und Weichsel. *In*: *Beiträge zur Lausitzer Kultur*. *Arbeits- und Forschungsberichte zur sächsischen Bodendenkmalpflege,* 7, Dresden-Berlin, 1969, p. 179-210.

Pleiner 1962 : PLEINER (R.) – La sidérurgie dans les pays tchèques. *Revue d'histoire de la sidérurgie*, **3**, 1962, p. 179-195.

Pleiner 1982 : PLEINER (R.) – Untersuchungen zur Schmiedtechnik auf den keltischen Oppida. *Památky Archeologické,* **LXXIII**, 1982, p. 86-173.

Pleiner 2000 : PLEINER (R.) – *Iron in Archaeology. Early European Bloomery Smelters.* Prague : Archeologický ústav AV ČR, 2000, 400 p.

Pleiner 2006 : PLEINER (R.) – *Iron in Archaeology. Early European Blacksmiths.* Prague : Archeologický ústav AV ČR, 2006, 384 p.

Ploquin 1994 : PLOQUIN (A.) – PalSid. Un prototype de base de données paléosidérurgiques. *In* : Mangin dir. 1994, p. 83-84.

Ploquin *et al.* 1998 : PLOQUIN (A.), LEROY (M.), MERLUZZO (P.), DUNIKOWSKI (C.) – Des déchets métallurgiques, quels indices pour une forge ? *In* : NICOLIN (G.), DIEUDONNE-GLAD (N.) – *Les métaux antiques : travail et conservation*. Actes du colloque de Poitiers 1995. Montagnac : Monique Mergoil, 1998, p. 145-152. (Monographie Instrumentum, 6).

Ploquin 2001 : PLOQUIN (A.) – Une introduction à la pétrographie des scories paléosidérurgiques. *In* : *Actes del 6e curs d'Arqueologia d'Andorra*, 2001, p. 289-334.

Prévôt, Leroy M. 2005 : PREVOT (M.), LEROY (M.) – Messein *Les Noires Terres* (Meurthe-et-Moselle) : production métallurgique en contexte agricole et domestique ? (VIe-VII siècles). Actes des Journées mérovingiennes de Nancy de l'Association Française d'Archéologie Mérovingienne. AFAM, 2005, p. 171-176.

Prévôt, Leroy M. 2012 : PREVOT (M.), LEROY (M.) – *Messein, Meurthe-et-Moselle, ZAC des Coteaux, Les Noires Terres. Un hameau de forgerons des VIIe-VIIIe siècles ?.* Rapport final d'opération archéologique, INRAP, Metz, 2 vol., 2012, 733 p.

Polfer 1999 : POLFER (M.) – Production et travail du fer en Gaule du Nord et en Rhénanie à l'époque romaine. *" In :* POLFER (M.) dir. - *Artisanats et productions artisanales en milieu rural dans les provinces du nord-ouest de l'Empire romain*. Montagnac : Monique Mergoil, 1999, p. 45-65. (Monographie Instrumentum, 20).

Rehren, Ganzelewski 1995 : REHREN (T.), GANZELEWSKI (M.) – Early Blast Furnace and Finery Slags from the Jubach, Germany. *In* : Magnusson dir. 1995, p. 172-179.

Rehren *et al.* 2007 : REHREN (T.), CHARLTON (M.), CHIRIKURE (S.), HUMPHRIS (J.), IGE (A.), VELDHUIJZEN (H.A.) – Decisions set in slag – the human factor in African iron smelting. *In :* LANIECE (S.), HOOK (D.), CRADDOCK (P.) dir. – *Metals and Mines – Studies in Archaeometallurgy.* London : Archetype, 2007, p. 211-218.

Reimer *et al.* 2013 : REIMER (P.J.), BARD (E.), BAYLISS (A.), BECK (J.W.), BLACKWELL (P.G.), BRONK RAMSEY (C.), GROOTES (P.M.), GUILDERSON (T.P.), HAFLIDASON (H.), HAJDAS (I.), HATTE (C.), HEATON (T.J.), HOFFMANN (D.L.), HOGG (A.G.), HUGHEN (K.A.), KAISER (K.F.), KROMER (B.), MANNING (S.W.), NIU (M.), REIMER (R.W.), RICHARDS (D.A.), SCOTT (E.M.), SOUTHON (J.R.), STAFF (R.A.), TURNEY (C.S.M.), VAN DER PLICHT (J.) – IntCal13 and Marine13 Radiocarbon Age Calibration Curves 0-50,000 Years cal BP. *Radiocarbon*, **55**(4), 2013, p. 1869-1887.

Renfrew, Sterud 1969 : RENFREW (C.), STERUD (G.) – Close-proximity analysis: a rapid method for the ordering of archaeological materials. *American Antiquity,* **53**, 1969, p. 708-716.

Riquier-Bouclet 2006 : RIQUIER-BOUCLET (C.) – Caractérisation du travail du forgeron au Haut Moyen Age à travers l'étude des déchets métalliques de forges archéologiques, Mémoire de Master, Nancy 2, dir. Corbet et Giuliato, 75 p.

Robinson 1951 : ROBINSON (W.R.) – A method for chronologically ordering archaeological deposits. *American Antiquity*, **16**, 1951, p. 293-301.

Rolley 2003 : ROLLEY (Cl.) – *La tombe princière de Vix*. Paris : Picard, 2003, 383 p.

Rosenthal 1990 : ROSENTHAL (P.) – Les ressources minières de la Franche-Comté : minerais métalliques. *In :* JACOB (J.-P.), MANGIN (M.) – *De la mine à la forge en Franche-Comté des origines au XIXe siècle.* Paris : Les Belles Lettres, 1990, p. 12-48.

Salin, France-Lanord 1943 : SALIN (E.), FRANCE-LANORD (A.) – *Le fer à l'époque mérovingienne, étude technique et archéologique.* Paris : Librairie orientaliste Paul Geuthner, 1943, 291 p.

Saporta 2006 : SAPORTA (G.) – *Probabilités, analyse des données et Statistique.* 2ème édition. Editions TECHNIP, 2006, 622 p.

Sarreste 2008 : SARRESTE (F.) – *La sidérurgie ancienne dans le Bas Maine (VIIIe s. av. J.-C. – XVe s. ap. J-C.)*. Thèse d'Histoire spécialité Archéologie, Université de Tours, sous la direction d'Alain Ferdière.

Sauvage, Buvignier 1842 : SAUVAGE (C.), BUVIGNIER (A.) – *Statistique minéralogique et géologique du département des Ardennes*. Mézières : Trécourt, 1842, 614 p.

Schneider 1950 : SCHNEIDER (J.) – *La ville de Metz aux XIIIe et XIVe siècles*. Nancy : Georges Thomas, 1950, 606 p.

Schwab *et al. 2006* : SCHWAB (R.), HEGER (D.), HOEPPNER (B.), PERNICKA (E.) – The Provenance of Iron Artefacts from Manching : a multi-technique Approach. *Archaeometry*, **48**, 2006, p. 433-452.

Senn-Luder, Serneels 1994 : SENN-LUDER (M.), SERNEELS (V.) – La Suisse avant le haut fourneau : carte des vestiges sidérurgiques. *In* : Mangin dir. 1994, p. 387-392.

Senn 2005 : SENN (M.) – *Das Schmiedehandwerk im nordalpinen Raum von der Eisenzeit bis ins frühe Mittelalter*. Internationale Archäologie, Naturwissenschaft und Technologie, 5, Ed. Marie Leidorf, Rahden/Westfalen, 2005, 288 p.

Senn *et al.* 2010 : SENN (M.), GFELLER (U.), GUENETTE-BECK (B.), LIENEMANN (P.), ULRICH (A.) – Tools to qualify experiments with bloomery furnaces. *Archaeometry*, **52**(1), 2010, p. 131-145.

Serneels 1993 : SERNEELS (V.) – *Archéométrie des scories de fer. Recherches sur la sidérurgie ancienne en Suisse occidentale*. 1993, 240 p. (Cahiers d'Archéologie Romande, 61).

Serneels 1995 : SERNEELS (V.) – Du minerai à l'objet : un village de sidérurgistes du VIIIè au XIIè siècle à Liestal-Röserntal BL. In : Magnusson 1995, p. 124-131.

Serneels, Mangin 1996 : SERNEELS (V.), MANGIN (M.) – Sidérurgie ancienne (Age du Fer – Moyen Age) : les zones productives principales entre le Rhin, les Alpes et les Pyrénées. *Revue archéologique de l'Est,* **47**, 1996, p. 193-198.

Serneels, Crew 1997 : SERNEELS (V.), CREW (P.) – Ore-slag relationships from experimentally smelted bog-iron ore. In : CREW (P.), CREW (S.) 1997 : *Early Ironworking in Europe*. Plas Tan y Bwlch Occasional Paper, **3**, 1997, p. 78-82.

Serneels 1998a : SERNEELS (V.) – La chaîne opératoire de la sidérurgie ancienne. *In* : Feugère, Serneels dir. 1998, p. 7-44.

Serneels 1998b : SERNEELS (V.) – Les ateliers sidérurgiques d'Autun – Lycée Militaire. *n* : NICOLIN (G.), DIEUDONNE-GLAD (N.) – *Les métaux antiques : travail et conservation*. Actes du colloque de Poitiers 1995. Montagnac : Monique Mergoil, 1998, p. 23-27. (Monographie Instrumentum, 6).

Serneels 2000 : SERNEELS (V.) – Apport des analyses chimiques à l'étude des vestiges sidérurgiques. . *In : L'obtencio del ferro pel procedimento directe In :* VILA (A.), CODINA (O.), BOSCH (J.-M.) dir. – *L'obtencio del ferro pel procedimento directe.* Actes du 6e Congrès d'archéologie en Andorre, 2000. Andorre : Ministerio de Cultura, 2002, p. 268-288.

Serneels 2002 : SERNEELS (V.) – Analyses chimiques des matières premières et des produits de l'opération de réduction dans le four basque de Agorregi *In* URTEAGA (M.) dir. – *Agorregiko burdinola eta errotak (Aia, Gipuzkoa). La ferrería y los molinos de Agorregi II, Arkeologia experimental,* 2002, p. 93-119.

Serneels, Perret 2003 : SERNEELS (V.), PERRET (S.) – Quantification of smithing activities based on the investigation of slag and other material remains. *In* : *Archaeometallurgy in Europe. Proceedings of the International Conference (Milano, September 24-26, 2003)*. Milano : Associazione Italiana di Metallurgia, 2003, p. 469-478.

Serneels *et al.* 2004 : SERNEELS (V.), LEROY (M.), MERLUZZO (P.) – Les activités de forge : le travail du métal. *In* : Mangin dir. 2004, p. 81-112.

Shennan 1997 : SHENNAN (S.) – *Quantifying Archaeology* (2e ed.)*,* Edinburgh : Edinburgh University Press, 1997, 433 p.

Spaulding 1953 : SPAULDING (A.C.) – Statistical techniques for the discovery of artefact types. *American Antiquity***, 18**, 1953, p. 305-313.

Speakman, Neff 2005 : SPEAKMAN (R.J.), NEFF (H.) – *Laser Ablation ICP-MS in Archaeological Research.* Mexico : University of New Mexico Press, 2005, 200 p.

Starley 1999 : STARLEY (D.) – Determining the Technological Origins of Iron and Steel. *Journal of Archaeological Science*, **26**, 1999, p. 1127-1133.

Stewart *et al.* 2000 : STEWART (J.W.), CHARLES (J.A.), WALLACH (E.R.) – Iron-phosphorus-carbon system, Part 1- Mechanical properties of low carbon iron-phosphorus alloys*. Materials Science and Technology*, **16**, 2000, p. 275-282.

Thouvenin 1984 :THOUVENIN (A.) – Demi-produits de fer gaulois et techniques de forge. *Revue archéologique de l'est et du centre est*, **35** (fasc. 3-4), 1984, p. 368-372.

Tronquart 1987 : TRONQUART (G.) – La sidérurgie au camp celtique de la Bure, du Ier siècle avant au 4e siècle après J.-C.. *In* : Mangin dir. – *Les mines et la métallurgie en Gaule et dans les provinces romaines.* Actes du colloque de Paris, avril 1986. Paris : Errance, 1987, p. 287-290. (Caesarodunum, XXII).

Tubb *et al.* 1980 : TUBB (A.), PARKER (A.J.), NICKLESS (G.) – The analysis of Romano-British pottery by atomic absorption spectrophotometry. *Archaeometry*, **22**, 1980, p. 153-171.

Tylecote 1976 : TYLECOTE (R. F.) – *A History of metallurgy*. London, 1976, 181 p.

Tylecote 1987 : TYLECOTE (R. F.) – *The early history of metallurgy in Europe*. London : Longman, 1987, 391 p.

Vega *et al.* 2002*:* VEGA (E.), DILLMANN (Ph.), FLUZIN (Ph.) – Contribution à l'étude de fers phosphoreux en sidérurgie ancienne. *La revue d'archéométrie,* **26**, 2002, p. 197-208.

Vega *et al.* 2003 *:* VEGA (E.), DILLMANN (Ph.), L'HERITIER (M.), FLUZIN (Ph.), CREW (P.), BENOIT (P.) – Forging of phosphoric iron. An analytical and experimental approach. *In* : *Archaeometallurgy in Europe.* Proceedings of the International Conference of Milano, 2003. Milano : Associazione Italiana di Metallurgia, 2003, p. 337-346.

Veldhuijzen, Rehren 2007 : VELDHUIJZEN (H.A.), REHREN, T. (2007), Slags and the city : early iron production at Tell Hammeh, Jordan, and Tel Beth-Shemesh, Israel. *In* : LA NIECE (S.), HOOK (D.), CRADDOCK (P.)dir. – *Metals and mines, studies in archaeometallurgy.* London : Archetype publications, 2007, p. 189-201.

Verna 2000 : VERNA (C.) – Réduction du fer et innovation : à propos de quelques débats en histoire sociale des techniques. *Médiévales*, **39**, 2000, p. 79-95

Verna 2001 : VERNA (C.) – *Le temps des moulines. Fer, technique et société dans les Pyrénées centrales (XIIIe – XIVe siècles).* Paris : Publications de la Sorbonne, 2001, 425 p.

Villes 2004 : VILLES (A.) – Remarques sur les campagnes de construction de la cathédrale de Metz au XIIIè siècle. Paris : Société Française d'Archéologie, *Bulletin Monumental,* **162**, 2008, p. 243-272.

Vroom 2010 : VROOM (W.) – *Financing Cathedral Building in the Middle Ages : The Generosity of the Faithful*. Amsterdam : Amsterdam University Press, 2010, 734 p.

Wattez 1988 : WATTEZ (J.) – Contribution à la connaissance des foyers préhistoriques par l'étude des cendres. *Bulletin de la Société préhistorique française*, **85**, 1988, p. 352-366.

Wischenbarth *et al.* 2001 : WISCHENBARTH (P.), AMBS (R.), GASSMANN (G.) – *Keltische Stahl- und Eisenproduktion im Rothtal (Bayerisch-Schwaben).* Neu-Ulm : Berichte zur Archäologie im Landkreis Neu-Ulm und in den angrenzenden Gebieten, Band 2, 2001, 178 p.

Wyns, Fizaine 2010 : WYNS (R.), FIZAINE (J.-P.) – Le Fer Fort Crétacé-Tertiaire. *Bulletin d'information des Géologues du Bassin de Paris*, **47**, p. 3-12.

Yener *et al.* 1991 : YENER (K.A.), SAYRE (E.V.), JOEL (E.C.), OZBAL (H.), BARNES (I.L.), BRILL (R.H.) – Stable lead isotope studies of central Taurus ore sources and related artefacts from eastern mediterranean Chalcolithic and Bronze Age sites. *Journal of Archaeological Science,* **18**, 1991, p. 541-577.

Glossaire

Avant-propos : la plupart des définitions relatives aux termes métallurgiques ou géologiques sont tirées ou inspirées des glossaires présentés dans Leroy M. 1997 et Mangin dir. 2004.

Ajout (ou fondant) : Substance ajoutée au minerai pour faciliter l'élimination de la gangue ; sa nature (calcaire, alumineuse ou siliceuse) est déterminée en fonction de la nature du minerai et de l'opération souhaitée ; il est recommandé de n'utiliser le terme « fondant » que si l'ajout à pour action d'abaisser le point de fusion du mélange.

Apatite : minéral, de formule brute $Ca_5(PO_4)_3(OH,Cl,F)$. En paléométallurgie, il s'agit d'un phosphate pouvant entrer dans la composition minéralogique d'une scorie issue de la réduction d'un minerai phosphoreux.

Bas fourneau : structure destinée à la réduction du minerai de fer par le **procédé direct**. Le produit de l'opération est un bloc de métal plus ou moins compact (éponge ou loupe) comportant une quantité variable d'impuretés et de cavités. De nombreuses variantes morphologiques (dimensions et forme de la cuve et de la cheminée) et techniques (notamment la ventilation et l'évacuation ou non de la **scorie de réduction**) ont été reconnues.

Bruit : le bruit constitue, dans le cadre de la caractérisation chimique des matériaux, un signal parasite altérant la précision de la mesure effectuée. Réduire le bruit permet une meilleure appréhension de l'information traitée.

Classification (statistique) : Opération statistique consistant à regrouper des objets (individus ou variables) en un nombre limité de groupes, les *classes*, qualifiées par deux propriétés. Premièrement, ils ne sont pas prédéfinis par l'opérateur mais mis en évidence au cours de l'analyse. Deuxièmement, les classes définies regroupent les objets présentant des caractéristiques similaires et séparent les objets différents (notions quantifiées par les **variances** intra- et interclasses, ainsi que par l'**inertie**).

Cémentite : composé cristallin contenant du fer et 6,67%$_{mass}$ de carbone (tricarbure de fer Fe_3C). Il s'agit du constituant principal des fontes blanches et des aciers hypereutectoïdes.

Centration (statistique) : Opération de transformation des données consistant à retirer, de chaque valeur d'une variable, la valeur moyenne de cette variable.

Chaîne opératoire : Succession de réflexions et de gestes techniques dont le but est de satisfaire un besoin, conformément à un projet préformulé.

***Cuesta* :** Forme de relief dissymétrique dégagée dans une structure monoclinale de résistance contrastée, superposant une couche résistante à une couche tendre, l'abrupt constituant le *front de cuesta,* la partie en pente douce (couche résistante affleurant) le *revers.*

Data Mining : Ensemble de méthodes et de techniques permettant d'extraire des informations à partir d'un volume important de données. Ce terme, largement employé dans la langue française dans son acception anglo-saxonne, est parfois traduit par l'expression « *exploration de données ».*

Descripteur : voir **variable**.

Engagère : terme désignant la mise en gage d'une partie des possessions d'un débiteur envers son créancier.

Epuration : désigne les actions destinées à compacter les masses de métal brutes issues de la réduction du minerai, ainsi qu'à les débarrasser d'une partie de leurs impuretés (charbon de bois, scorie, fragments de paroi…). L'épuration peut être plus ou moins poussée, et peut aboutir à diverses formes de demi-produits.

Espérance (statistique) : L'espérance d'une variable aléatoire *E(X)* correspond à la moyenne des valeurs possibles de *X* pondérées par les probabilités associées à ces valeurs. L'espérance peut considérée comme équivalente d'une moyenne arithmétique.

Eutectique : il s'agit d'un mélange défini de deux ou plusieurs solides dont la fusion et la cristallisation se font à température constante et inférieure à celle de chaque constituant et inférieure à celle de chaque constituant (mélange fer-carbone ou fer-phosphore) ; la fonte présente une composition hypoeutectique (entre 1,7% $_{mass}$ et 4,3% $_{mass}$ de carbone) ou hypereutectique (entre 4,3 et 6,67% $_{mass}$ de carbone).

Eutectoïde : transformation, en solution solide et à température constante, de deux ou plusieurs phases. Dans le cas des aciers, la phase obtenue est de la **perlite**, composée de **cémentite** et de **ferrite.** On parle d'acier hypoeutectoïde lorsque l'alliage comporte moins de 0,85% de carbone, et d'acier hypereutectoïde lorsqu'il comporte entre 0,85 et 1,7% $_{mass}$ de carbone.

Fayalite : silicate de fer (formule brute Fe_2SiO_4), du groupe des olivines. Il s'agit d'un des principaux constituants des scories associées à la réduction du minerai de fer selon le procédé direct.

Ferrier (ou crassier) : amas de déchets sidérurgiques, généralement issus de la réduction du minerai de fer.

Ferrite : cristaux de fer α dont le réseau cristallin présente moins de 0,05% $_{mass}$ de carbone. L'adjectif ferritique qualifie du fer métallique pur sans éléments allié (par exemple carbone ou phosphore).

Filière métallurgique : ensemble des opérations métallurgiques conduisant de la réduction du minerai à la fabrication des objets manufacturés.

Fonction de vraisemblance : la fonction de vraisemblance représente la densité des observations associées à une loi statistique en fonction des paramètres connus (espérance, variance,…).

Fonte : alliage de fer et de carbone (entre 1,7 et 6,67% $_{mass}$ de carbone). Possédant une très bonne coulabilité, la fonte constitue cependant un matériau impropre à une mise en forme par martelage, car très cassant. La fonte est le produit caractéristique de la réduction du minerai de fer par la filière indirecte. Toutefois, la fonte peut également être produite, de manière marginale, en contexte de réduction directe du minerai.

Gangue : minéraux associés dans un minerai aux oxydes métalliques (ici de fer), devant être éliminés lors de la réduction pour libérer les éléments métalliques ; ces minéraux, s'ils ne sont pas éliminés préalablement, participent à la formation de la scorie ou du laitier.

Haut fourneau : structure réduisant le minerai de fer par le procédé indirect, produisant sous forme liquide un alliage fortement carburé, la **fonte**. Ce type de structure de combustion, employant une soufflerie actionnée par l'énergie hydraulique, est apparu en Europe à la fin du Moyen-Age (parallèlement à d'autres structures telles que les *Flussoffen*). Utilisant en premier lieu du charbon de bois en guise de combustible, ce dernier est remplacé par le coke.

Hercynite : minéral du groupe des spinelles, de formule brute $Fe^{2+}Al_2O_4$. Peut entrer dans la constitution des scories sidérurgiques issues de minerais alumineux.

Hétéroscédasticité : exprime le fait que la dispersion des **résidus** d'une régression linéaire ne soit pas distribuée de manière homogène. L'hétéroscédasticité peut être due à plusieurs facteurs, telle qu'une distribution non normale des variables (dans notre cas les *logratios* obtenus par la transformation logarithmique des rapports de teneurs élémentaires). On parle d'homoscédasticité si les résidus observent une distribution homogène.

Inertie : l'inertie d'un nuage de points représente la somme des carrés des distances des points par rapport au centre de gravité.

Inférence statistique : le principe de l'inférence statistique est de tirer des conclusions concernant une population (dans notre cas des produits sidérurgiques d'origine inconnue) à partir de l'observation d'un corpus d'apprentissage (ici le référentiel géochimique). En pratique, les modèles statistiques générés par l'étude du corpus de référence permettent de déterminer l'attribution d'individus d'origine inconnue à l'une des classes qui le constituent.

Laitier : scorie de réduction obtenue par le biais du procédé indirect. Fluide et contenant très peu d'oxydes de fer, il présente un aspect généralement vitreux et des teintes variées (bleu, vert, noir). Le laitier peut par ailleurs contenir de la fonte sous forme de billes.

Lédéburite : mélange eutectique de fer et de carbone correspondant à une teneur de 4,3% $_{mass}$ de carbone.

Lithophile : désigne, en géochimie, les éléments chimiques présentant une affinité dominante pour l'oxygène. Plus spécifiquement, ces termes désignent en paléométallurgie les composés qui ne sont pas réduits au cours de l'opération de réduction.

Mélilite : Groupe de minéraux de formule générale $X_2YZ_2O_7$. Dans le cadre de la réduction de la *Minette lorraine*, les mélilites calciques sont l'un des principaux constituants des scories de réduction.

Minerai de fer : roche présentant une quantité importante de minéraux ferrugineux, économiquement et techniquement exploitable dans les conditions d'une époque donnée.

Monoclinal : Qualifie une structure caractérisée par une inclinaison constante et de même sens, sur une grande étendue, de l'ensemble des couches géologiques.

Paille : La paille de fer désigne un défaut du métal travaillé en forge. Ce défaut se caractérise par un manque de continuité de la matrice métallique (soudure ratée, poche de scorie, fissure,…) qui peut conduire à la désolidarisation d'un fragment de métal au cours de la mise en forme.

Paraiges : Terme désignant les familles formant, au Moyen Age, l'oligarchie messine. Cette classe dirigeante est formée de cinq paraiges patriciens et d'un paraige regroupant les familles commerçantes influentes.

Partitionnement (statistique) : méthode statistique d'analyse des données consistant à partager une population en plusieurs sous-groupes, définis comme étant les plus homogènes possibles. En ce sens, les caractéristiques définissant les individus d'un même sous-groupe présentent des valeurs proches. Cette méthode est généralement désignée par le terme anglais de *clustering.*

Perlite : agrégat **eutectoïde** de **cémentite** et de **ferrite**. Constituant spécifique des aciers.

Population (statistique) : En statistique, la population est l'ensemble des individus, caractérisés par des **variables**, auxquels se rapportent les données étudiées.

Post-réduction : Terme désignant les étapes de la chaîne opératoire postérieures à la réduction du minerai. Ces étapes sont généralement divisées en deux séquences principales : l'**épuration** et la mise en forme.

Propreté inclusionnaire : Le métal issu de la réduction du minerai de fer comporte une quantité variable d'impuretés (scorie, charbon,…) ainsi que des vacuoles. La propreté inclusionnaire désigne la proportion d'inclusions et de cavités observées sur la section polie d'un produit métallique. En général, la propreté inclusionnaire va croissante en fonction du degré d'élaboration du métal.

Réduction (statistique) : Opération de transformation des données consistant à diviser chaque valeur d'une variable par l'écart-type de cette variable.

Réduction directe : procédé technique de transformation du minerai de fer en fer métallique, plus ou moins aciéré. L'opération se déroule dans un **bas fourneau**. Les oxydes de fer y sont réduits par le monoxyde de carbone produit par la combustion de charbon de bois.

Réduction indirecte : autre procédé technique de transformation du minerai de fer en alliage très fortement carburé, la **fonte**. L'opération se déroule dans un haut fourneau ; la fonte est écoulée par la base de la structure de réduction. Profitant de sa coulabilité, la fonte peut être moulée ; elle peut également subir une décarburation pour être transformée en fer doux ou en acier. Apparu au second siècle de notre ère en Chine, le procédé ne se diffuse, en Europe, qu'à la fin du Moyen Age.

Résidu (statistique) : le résidu, exprimé par le terme « e_i » dans le cadre de ce travail, constitue, dans une régression linéaire, le terme qui ne peut être expliqué par l'ensemble des autres variables X_{ki}. Ces résidus correspondent au biais dû aux erreurs de mesure.

Scorie de réduction : résidu de la fusion du minerai de fer lors de la réduction. La scorie de réduction est composée des oxydes constitutifs du minerai qui n'ont pas été réduits au cours de l'opération. En contexte de réduction directe, ce matériau présente généralement un couleur sombre, et une cristallisation visible sur les cassures. Il peut toutefois présenter une texture vitreuse et une couleur noire. La morphologie est variable en fonction des conditions dans lesquelles la scorie s'est solidifiée. Elle peut être écoulée hors du bas fourneau, ou s'accumuler à la base de celui-ci. En contexte de réduction indirecte, la scorie est dénommée **laitier**.

Sidérophile : désigne, en géochimie, les éléments chimiques qui se trouvent généralement associés au fer.

Tenure : Mode de concession d'une terre en vertu duquel une personne n'en possède que la jouissance à titre précaire.

Variable : Caractéristique, qualitative ou quantitative, permettant de décrire les individus d'une **population**. Les variables quantitatives peuvent être discrètes (âge d'une personne, nombre de pétales d'une fleur,…) ou continues (teneurs élémentaires, dimensions,…).

Variance : La variance est une mesure permettant de caractériser la dispersion des valeurs d'une série statistique autour de la valeur moyenne. Elle se définit comme la moyenne des carrés des écarts de ces valeurs par rapport à la moyenne. La dispersion des valeurs est plus communément qualifiée par l'écart-type, qui est la racine carrée de la variance.

Table des illustrations

Figure 1 : Secteurs ayant fait l'objet de prospections systématiques dans le cadre du programme de recherche sur la sidérurgie ancienne en Lorraine. Le liseré rouge représente les affleurements de Minette ; les points noirs représentent les affleurements de Fer fort 40

Figure 2 : Localisation des indices miniers et métallurgiques au sein des zones de prospection de la cuesta bajocienne (Leroy M. 1997)..... 41

Figure 3 : Carte mettant en évidence la prédominance de l'emploi de la Minette lorraine dans les trois secteurs de production de Lorraine centrale et septentrionale (Leroy M. et al. 2007) 42

Figure 4 : Carte de répartition des sites présentant des indices d'activités sidérurgiques au cours du Hallstatt final et de La Tène ancienne (Leroy M, Cabboi dir. 2013) 43

Figure 5 : Localisation des sites à vocation métallurgiques datés de la période gallo-romaine en Lorraine centrale et septentrionale (Leroy M., Cabboi dir. 2013) 45

Figure 6 : Localisation des sites à vocation métallurgiques datés de la période altomédiévale en Lorraine centrale et septentrionale (Leroy M., Cabboi dir. 2013) 46

Figure 7 : Localisation des sites à vocation métallurgiques datés du Moyen Age classique et du bas Moyen Age en Lorraine centrale et septentrionale (Leroy M., Cabboi dir. 2013) 49

Figure 8 : Localisation des zones de production sidérurgiques en Lorraine. En orange : les centres documentés par les sources archéologiques et historiques ; en gris : les centres documentés par les sources historiques..... 53

Figure 9 : Schéma présentant les principaux contextes métallogéniques des minerais de fer (Serneels, dans Mangin dir. 2004) : 1) minerais magmatiques ; 2) minerais métasomatiques de contact ; 3) gisements hydrothermaux (filons) ; 4) minerais volcano-sédimentaires exhalatifs ; 5) minerais sédimentaires marins ; 7) minerais issus de mécanismes d'altération superficielle..... 56

Figure 10 : Représentation schématique d'un bas fourneau à ventilation forcée (P. Merluzzo in Mangin 2004) 58

Figure 11 : Fonctions d'enthalpie libre de quelques oxydes en fonction de la température au sein de la structure de réduction (d'après Blazy, Jdid 1997)..... 70

Figure 12 : Comportement de certains éléments chimiques constitutifs des minerais de fer lors de la réduction selon le procédé direct (Desaulty 2008) 72

Figure 13 : Comportement des éléments au cours de l'opération de réduction en filière directe (Desaulty 2008) 73

Figure 14 : Compositions chimiques de produits obtenus à l'issue de trois campagnes expérimentales ; les résultats sont normalisés à la composition du minerai réduit (sources : Desaulty 2008 pour XP 03 et 05, et Leroy S. 2010 pour XP 07) 75

Figure 15 : Effet de l'emploi d'un ajout siliceux au cours de la mise en forme. A gauche : rapport silice/alumine de masses de métal brutes B1 et B2 issues de réductions expérimentales ; à droite : rapport silice/alumine d'inclusions dans le métal d'un couteau (Kn) obtenu à partir d'une barre (E1) formée des masses brutes B1 et B2. Chaque marqueur représente la composition chimique d'une incusion (Dillmann, L'Héritier 2007) 77

Figure 16 : Effet d'enrichissement en alumine affectant une part des inclusions de l'objet Oul188.4, corrélé aux dimensions des inclusions (Dillmann, L'Héritier 2007) 78

Figure 17 : Graphiques bivariés présentant les teneurs des principaux composés non réduits des scories de réduction et inclusions de scorie des produits sidérurgiques correspondants (expérimentations 1 et 3) (Blakelock et al. 2009) 79

Figure 18 : Comportement des éléments au cours de la chaîne opératoire en filière indirecte (Desaulty 2008) .. 84

Figure 19 : Diagramme bivarié employé pour la distinction des produits sidérurgiques obtenus par le biais des procédés direct et indirect (Dillmann, L'Héritier 2007) 85

Figure 20 : Confrontation des rapports Cu/As et Co/Ni pour les échantillons issus de trois sites chronologiquement distincts ; dosages par LA-ICP-MS (Devos et al. 2000) 87

Figure 21 : Confrontation des rapports 204Pb/206Pb et 87Sr/86Sr pour la distinction de trois groupes de produits ferreux de Sagalassos et la détermination des sources de minerai (Degryse et al. 2009) 89

Figure 22 : Rapport isotopique de l'Osmium d'échantillons de minerai du secteur de production sidérurgique de Neuenbürg (Bade-Württemberg), ainsi que de loupes et d'un demi-produit bipyramidé mis au jour dans des contextes locaux (Brauns et al. 2013) 90

Figure 23 : Comparaison de teneurs absolues d'éléments traces entre les minerais de l'Ile d'Elbe et des minerais provenant de gisements divers en Europe (Benvenuti et al. 2013) 91

Figure 24 : Comparaison des teneurs absolues en Sn et W caractérisant des déchets et produits sidérurgiques et les deux groupes de minerais établis par Benvenuti et al. 2013 92

Figure 25 : Comparaison du rapport silice/alumine de scories et inclusions en fonction du lieu de découverte (Buchwald, Wivel 1998) 93

Figure 26 : Définition de signatures chimiques régionales par le biais de la confrontation des rapports Al2O3/CaO et K2O/MgO (Buchwald, Wivel 1998) 94

Figure 27 : Confrontation des rapports Al2O3/TiO2 et CaO/MgO pour la comparaison des caractéristiques chimiques de sites de production anciens en Grande-Bretagne et deux dépôts de currency bars (Paynter 2006) 96

Figure 28 : Distribution des types chimiques de loupes en fonction des types morphologiques et composition, par type chimique de loupes, des barres multiples (Pagès et al. 2008) 98

Figure 29 : Confrontations de rapports de composés non réduits pour la définition de groupe de provenance parmi les éléments de renfort de la cathédrale de Rouen (Dillmann, L'Héritier 2007) 99

Figure 30 : Graphiques bivariés présentant la persistance de la signature chimique du minerai et des déchets de réduction dans les inclusions présentes au sein de produits sidérurgiques correspondant à différents degrés d'élaboration sur le site des Martys (Coustures et al. 2003) 100

Figure 31 : Graphiques bivariés comparant les rapports Cs/Rb et Ce/La de scories de réduction et minerais provenant des sites des Martys et des Ferrys (Coustures et al. 2003) 101

Figure 32 : Confrontation des caractéristiques chimiques des échantillons du site de production des Martys et celles de cinq semi-produits des épaves (Coustures et al. 2006) 102

Figure 33 : Diagrammes de distribution exprimant la dispersion des rapports élémentaires en traces pour les échantillons caractérisant le Pays de Bray (repris, d'après Desaulty et al. 2009) 104

Figure 34 : Confrontation des teneurs moyennes pondérées en MnO et P_2O_5 des renforts métalliques de Rouen et Beauvais et des minerais et scories brayons (repris, d'après Desaulty et al. 2009) 105

Figure 35 : Confrontation de deux rapports élémentaires de Composés Non Réduits (Desaulty et al. 2009) 106

Figure 36 : Comparaison des rapports élémentaires caractérisant les inclusions de scorie de huit éléments ferreux de renfort avec les domaines d'appartenance définis par les échantillons brayons (Desaulty 2009) 107

Figure 37 : Confrontation des rapports isotopiques du Plomb pour les artefacts de Manching et les minerais locaux (Schwab et al. 2006) 108

Figure 38 : Confrontation des teneurs absolues en éléments traces des minerais locaux et des inclusions de scorie des artefacts de Manching (Schwab et al. 2006)..... 109

Figure 39 : Résultats, sur le plan de plus grande variance, d'une Analyse en Composantes Principales réalisée sur la composition chimique de pâtes de céramiques britto-romaines (Baxter 2003)..... 118

Figure 40 : Projection, sur le plan de plus grande variance, des scories soumises à l'Analyse en Composantes Principales. Les projections sont ensuite classées en fonction des couches identifiées dans l'amas de scories de Llwyn Du (Charlton et al. 2010)..... 119

Figure 41 : Composés caractérisant divers matériaux composant le système opératoire lors des opérations de post-réduction selon Charlton et al. 2012 120

Figure 42 : Projection, sur le plan de plus grande variance, des inclusions de scorie du produit de l'expérimentation XP17 (Charlton et al. 2012)..... 121

Figure 43 : Schéma décrivant géométriquement la perte d'inertie interclasse d'un nuage de point à l'occasion d'une agrégation..... 123

Figure 44 : Dendrogramme issu de la CAH effectuée sur la composition chimique de pâtes de céramiques britto-romaines (Baxter 2003)..... 124

Figure 45 : Classification hiérarchique partitionnant le corpus de semi-produits et produits ferreux de la forge basse des forges du Saint-Maurice (Fiset et al. 2001)..... 125

Figure 46 : Profil des concentrations pour les éléments dosés dans les inclusions de scorie et la matrice métallique de semi-produits et produits ferreux de la forge basse des forges du Saint-Maurice (Fiset et al. 2001) 126

Figure 47 : Classification Ascendante hiérarchique réalisée sur les rapports élémentaires normalisés caractérisant chimiquement les inclusions de scorie présentes dans le produit final de l'expérimentation XP17 (Charlton et al. 2012) 127

Figure 48 : AFD réalisée sur les espaces de production potentiels et les inclusions de fers architecturaux du Palais des Papes (Leroy S. 2010)..... 130

Figure 49 : Détermination des distances quartiles et médianes sur l'axe le plus discriminant en AFD (Leroy 2010) 131

Figure 50 : Abaque de compatibilité pour l'espace sidérurgique ariégeois (Leroy S. 2010)..... 132

Figure 51 : Nombre d'échantillons de minerai et scorie de réduction en filière directe analysés, par site, en Lorraine centrale et septentrionale..... 139

Figure 52 : Localisation des sites prospectés aux environs du Bois d'Haoüy (Hussigny-Godbrange), au sein de leur environnement géologique 140

Figure 53 : Localisation des sites prospectés et des gisements de minerais ferrugineux dans le nord du département de la Meuse 142

Figure 54 : Localisation des sites prospectés dans le Barrois, au sein de leur environnement géologique..... 144

Figure 55 : Localisation des sites du Chêne Saint-Amand et de la Pièce des Fournées, au sein de leur environnement géologique 145

Figure 56 : Localisation des sites prospectés au lieu-dit Sapin-Dessus (Saales, Bas-Rhin), au sein de leur environnement géologique 146

Figure 57 : Localisation des ateliers, au sein de leur environnement gîtologique, d'où proviennent les déchets métalliques étudiés 149

Figure 58 : Répartition des structures d'habitat et métallurgiques mises au jour lors de la fouille du site de Messein – Les Noires Terres (Prévôt, Leroy M. 2012) *151*

Figure 59 : Plan de situation des structures d'habitat du site du Haldat, à Chavigny. Les structures ayant livré du mobilier métallurgique sont surlignées en rouge (Gazenbeck et al. 2007 ; repris) *153*

Figure 60 : Plan des structures révélées par la fouille de Ludres – Chaudeau (d'après Cabboï et al. 2007a) *154*

Figure 61 : Localisation des structures mises au jour sur le site de Velaine-en-Haye – ZAC Herbue Chalin. Les structures ayant livré du mobilier métallurgique sont surlignées en rouge (Leroy M. et al. 2011) *155*

Figure 62 : Répartition en nombre de restes (à gauche) et poids de restes (à droite) des catégories de mobilier métallurgique du site de Velaine-en-Haye – ZAC Herbue Chalin (Leroy M. et al. 2011) *156*

Figure 63 : Plan de situation des structures fouillées pour l'habitat occidental du Chêne Saint-Amand. Les trois bas fourneaux dont la production est caractérisée chimiquement sont mis en évidence par des étoiles rouges. Les échantillons métalliques proviennent du fond de cabane ST 172 (Leroy M., Merluzzo 1998 ; repris). *157*

Figure 64 : de situation des structures fouillées pour l'habitat oriental du Chêne Saint-Amand. Le bas fourneau dont la production est caractérisée chimiquement est mis en évidence par une étoile rouge(Leroy M., Merluzzo 1998 ; repris). *158*

Figure 65 : Localisation de l'agglomération antique de Scarpone et des ponts enjambant les anciens chenaux de la Moselle (DAO A. Disser, d'après Boulanger, Gucker 2008) *162*

Figure 66 : Répartition spatiale du mobilier métallurgique récoltées sur le site de Gondreville – Forêt Communale (Document Murielle Georges-Leroy) *163*

Figure 67 : Carte de répartition des établissements et parcellaire antiques, caractérisant l'occupation gallo-romaine du Plateau de Haye (Document Murielle Georges-Leroy) *164*

Figure 68 : Répartition des demi-produits bipyramidés découverts en Europe (Berranger 2009) *166*

Figure 69 : Localisation des contextes dont sont issus les demi-produits bipyramidés étudiés (Berranger 2009, repris) *167*

Figure 70 : Aires de répartition des sépultures « aristocratiques » de la fin du premier âge du fer (hachuré) et du début du second (pointillé) (DAO : S. Bauvais, LMC-LAPA) *169*

Figure 71 : Localisation des contextes dont sont issus les bandages de roue étudiés (Fond de carte : Berranger 2009, repris) *170*

Figure 72 : Illustration de la classification des déchets métalliques de Châbles (Duvauchelle 2003) *172*

Figure 73 : Structures types des alliages fer-carbone observées par examen métallographique (teneurs en carbone estimées ; microscopie optique sur champ clair après attaque au Nital) *176*

Figure 74 : Illustration de l'acquisition de spectres par cartographie hyperspectrale de fluorescence X. a) : Image en électrons secondaires de la zone analysée ; b) cartographie de l'oxygène, les inclusions sont caractérisées par une intensité bien plus forte ; c) détail d'une inclusion analysée, un pixel est mis en évidence ; d) spectre de fluorescence X associé au pixel surligné en c) *179*

Figure 75 : Comparaison de teneurs en éléments traces obtenues auprès du CRPG – Nancy (abscisse) et d'ALS Chemex (ordonnée) *183*

Figure 76 : Schéma présentant le dispositif analytique employé à la caractérisation chimique des inclusions de scorie (B. Gratuze, CEB-IRAMAT) *185*

Figure 77 : Comparaison de teneurs en éléments traces dosées par ICP-MS (ALS Chemex) et LA-ICP-MS (CEB-IRAMAT) *188*

Figure 78 : Schéma présentant le protocole analytique appliqué à l'étude des scories de réduction et inclusions de scorie *190*

Figure 79 : Facteurs d'enrichissement modal définis pour trois expérimentations de réduction différentes, permettant de définir dans chaque cas le facteur d'enrichissement modal (D'après Desaulty 2008) *194*

Figure 80 : Facteurs d'enrichissement élémentaire entre minerais et scories de l'expérimentation JAR-06 195

Figure 81 : Facteurs d'enrichissement élémentaire entre minerais et scories de l'expérimentation JAR-08 197

Figure 82 : Eléments pouvant être pris en compte pour établir une filiation chimique entre le minerai et la scorie de réduction, dans le cas de la minette (D'après Desaulty 2008 ; repris) 198

Figure 83 : Dispersion des valeurs des Xij calculés à partir des teneurs en éléments traces pour les échantillons de minerais et scories associés à la Minette lorraine (n=108 individus) 201

Figure 84 : Dispersion des valeurs des Xij calculés à partir des teneurs en éléments majeurs pour les échantillons de minerais et scories associés à la Minette lorraine (n=108 individus) 202

Figure 85 : Groupes d'inclusions mis en évidence par Classification Ascendante Hiérarchique (Disser et al. 2014) 204

Figure 86 : Résultats de l'ACP réalisée sur les inclusions ayant fait l'objet de la classification présentée en Figure 85. A gauche : projections des inclusions sur les deux premières composantes de l'analyse ; à droite : cercle des corrélations entre variables. Les groupes figurés correspondent à ceux définis par la Classification supra..... 204

Figure 87 : Diagrammes bivariés présentant les teneurs en principaux composés non réduits pour les inclusions analysées..... 205

Figure 88 : Diagramme exprimant les variations de l'inertie du jeu de donnée à chaque création de groupe... 207

Figure 89 : Deux exemples de modélisation d'un phénomène s'exprimant de façon bimodale. En haut : droite de régression « classique » (fonction affine) ; en bas, modélisation « idéale » du phénomène (Bressoux 2008).... 212

Figure 90 : La droite de régression de l'exemple précédent est cette fois représentée de façon étendue dans un intervalle fictif de $\boldsymbol{Pi}$=[-0,5 ; 2] (d'après Bressoux 2008) 213

Figure 91 : Représentation graphique d'une fonction sigmoïde 214

Figure 92 : Mode de représentation défini pour la distinction de classes de population par le biais de la régression logistique 215

Figure 93 : Classification Ascendante Hiérarchique réalisée sur un exemple fictif, illustrant les résultats obtenus à l'issue de l'étape 1..... 220

Figure 94 : Résultats d'une régression logistique réalisée sur un exemple fictif, illustrant les résultats obtenus à l'issue de l'étape 2..... 222

Figure 95 : Classification Ascendante Hiérarchique réalisée sur un exemple fictif, illustrant les résultats obtenus à l'issue de l'étape 3..... 223

Figure 96 : Schéma synoptique présentant la démarche de traitement de l'information chimique appliquée dans le cadre de ce travail en vue d'établir la compatibilité chimique entre produits sidérurgiques d'origine inconnue et sources potentielles de métal..... 224

Figure 97 : Carte de répartition des sites associés à l'exploitation de la Minette pour lesquels les marqueurs géochimiques ont bénéficié d'une caractérisation chimique exhaustive ; le liseré rouge représente les affleurements de minerai oolithique aalénien (Fonds de carte Pierre Machut et GEOFLA-IGN) 229

Figure 98 : Teneurs massiques moyennes des minerais en éléments majeurs, comparées entre les secteurs du Pays-Haut et du Plateau de Haye..... 230

Figure 99 : Teneurs massiques moyennes en éléments traces des échantillons de minerai de Minette..... 231

Figure 100 : Teneurs massiques moyennes en éléments majeurs comparées pour les scories de réduction des bassins du Pays-Haut et du Plateau de Haye 232

Figure 101 : Teneurs massiques moyennes en éléments traces pour les sites ayant livré des scories de réduction de Minette (Données ICP-MS, CRPG Nancy) 233

Figure 102 : Comparaison des teneurs élémentaires moyennes en majeurs entre scories de réduction et minerais de Minette, pour les secteurs du Pays-Haut et du Plateau de Haye (normalisées au fer ; données ICP-MS, Nancy) 234

Figure 103 : Distribution de la teneur en calcium pour les scories de réduction du Plateau de Haye 235

Figure 104 : Comparaison des teneurs massiques moyennes en éléments traces des échantillons de minerai et de scories de réduction, Minette lorraine (ICP-MS ; CRPG Nancy et ALS Chemex - Vancouver) 237

Figure 105 : Carte de répartition des sites liés à l'exploitation du Fer fort, pour lesquels les marqueurs géochimiques ont bénéficié d'une caractérisation chimique exhaustive. Les marqueurs circulaires noirs représentent des gisements de minerai recensés dans la littérature (Fonds de carte Pierre Machut et GEOFLA-IGN) 238

Figure 106 : Teneurs massiques moyennes en éléments majeurs, par site, des échantillons de minerai de Fer fort analysés (ICP-MS ; CRPG Nancy et ALS Chemex - Vancouver) 239

Figure 107 : Teneurs massiques moyennes en éléments traces des fragments de minerai de Fer fort analysés (ICP-MS ; CRPG Nancy) 239

Figure 108 : Teneurs massiques moyennes en éléments majeurs, par ensembles de ferriers, des scories associées à la réduction du Fer fort (ICP-MS ; CRPG Nancy et ALS Chemex - Vancouver) 240

Figure 109 : Teneurs massiques moyennes en éléments traces des fragments de scorie de réduction associées au Fer fort analysées (ICP-MS ; CRPG Nancy et ALS Chemex - Vancouver) 241

Figure 110 : Comparaison des teneurs massiques en éléments majeurs des échantillons de minerai de Fer fort et des scories attribuées à la réduction de ce dernier (ICP-MS ; CRPG Nancy et ALS Chemex - Vancouver) 242

Figure 111 : Comparaison des teneurs massiques moyennes en éléments traces des fragments de minerai et des scories de réduction attribuées au Fer fort analysés (ICP-MS ; CRPG Nancy et ALS Chemex - Vancouver) 243

Figure 112 : Répartition des sites liés (ou potentiellement liés) à l'exploitation du minerai valanginien, les marqueurs carrés symbolisent les gisements de minerai mentionnés dans la littérature ou repérés par des prospections récentes (Fonds de carte Pierre Machut et GEOFLA-IGN) 244

Figure 113 : Composition élémentaire en éléments majeurs du fragment de minerai collecté sur l'amas de scories St.516 du Bois de Tréveray (ICP-MS ; CRPG Nancy) 245

Figure 114 : Teneurs massiques en éléments traces du fragment de minerai du Bois de Tréveray – St. 516 (ICP-MS ; CRPG Nancy) 246

Figure 115 : Teneurs massiques moyennes en éléments majeurs, par amas échantillonné, des scories de réduction (ICP-MS ; ALS Chemex – Vancouver et IRAMAT-CEB / MEB-EDS ; LAPA/SIS2M) 247

Figure 116 : Teneurs massiques moyennes en éléments traces des scories de réduction du Bois de Tréveray et du Fond des Hamelles (ICP-MS et LA-ICP-MS ; ALS Chemex – Vancouver et IRAMAT-CEB) 247

Figure 117 : Concentrations moyennes normalisées en éléments majeurs pour l'échantillon de minerai et les scories de réduction du secteur du Barrois (ICP-MS ; CRPG Nancy et ALS Chemex – Vancouver / LA-ICP-MS ; IRAMAT-CEB / MEB-EDS ; LAPA/SIS2M) 248

Figure 118 : Teneurs massiques moyennes en éléments traces du minerai et des scories de réduction du secteur du Barrois (ICP-MS ; CRPG Nancy et ALS Chemex – Vancouver / LA-ICP-MS ; IRAMAT-CEB) 249

Figure 119 : Teneurs massiques en éléments majeurs, par structure de réduction, pour les fragments de minerai du Chêne Saint-Amand (Données ICP-MS, CRPG Nancy) 250

Figure 120 : Teneurs massiques en éléments traces des échantillons de minerai oolithique Valanginien du Chêne Saint Amand ; en rouge et bleu, le site médiéval ; en turquoise le site altomédiéval (Données ICP-MS ; CRPG Nancy) 251

Figure 121 : Teneurs massiques moyennes en éléments majeurs, par structure de réduction, pour les scories de réduction du Chêne Saint-Amand (Données ICP-MS, CRPG Nancy) 252

Figure 122 : Teneurs massiques moyennes en éléments traces pour les scories des deux groupes d'ateliers de réduction du Chêne Saint-Amand (Données ICP-MS, CRPG Nancy) 252

Figure 123 : Comparaison des teneurs massiques moyennes en éléments majeurs entre scories de réduction et minerais du site médiéval du Chêne Saint-Amand (normalisées au fer ; données ICP-MS, CRPG Nancy)..... 254

Figure 124 : Teneurs massiques moyennes en éléments traces pour les échantillons de minerai et de scories de réduction du site médiéval du Chêne Saint-Amand (Données ICP-MS, CRPG Nancy) 255

Figure 125 : Comparaison des teneurs massiques moyennes en éléments majeurs entre scories de réduction et minerais de l'atelier médiéval du Chêne Saint-Amand (normalisées au fer ; données ICP-MS, CRPG Nancy) ... 255

Figure 126 : Comparaison des teneurs massiques en éléments traces pour les échantillons de minerai et de scories de réduction de l'atelier altomédiéval du Chêne Saint-Amand (Données ICP-MS, CRPG Nancy)..... 256

Figure 127 : Répartition des amas de scories liés à l'exploitation d'un minerai filonien et des gisements de minerai mentionnés dans la littérature ou repérés par des prospections récentes (Fonds de carte Pierre Machut et GEOFLA-IGN)..... 258

Figure 128 : Teneurs massiques en éléments majeurs des fragments de minerai collectés sur l'amas de scories 2 du Sapin Dessus à Saales (Données ICP-MS, CRPG Nancy) 259

Figure 129 : Teneurs massiques en éléments traces des fragments de minerai issus de l'amas de scories 2 de Sapin Dessus (ICP-MS ; CRPG Nancy) 260

Figure 130 : Teneurs massiques moyennes en éléments majeurs des scories de réduction collectées sur les amas de scories du Sapin Dessus à Saales (Données MEB-EDS, LAPA) 260

Figure 131 : Teneurs massiques moyennes en éléments traces des scories de réduction issues des amas de scories de Sapin Dessus (LA-ICP-MS ; IRAMAT-CEB)..... 261

Figure 132 : Comparaison des teneurs massiques moyennes en éléments majeurs entre scories de réduction et minerais du site de Saales – Sapin Dessus (Données ICP-MS ; CRPG Nancy / MEB-EDS ; LAPA) 262

Figure 133 : Comparaison des teneurs massiques en éléments traces pour les échantillons de minerai et de scories de réduction du site de Saales – Sapin Dessus (Données ICP-MS ; CRPG Nancy / LA-ICP-MS ; IRAMAT-CEB) 262

Figure 134 : Composition élémentaire en majeurs des fragments de minerai associés aux structures de réduction des sites de Gondreville – ZAC de la Roseraie et Velaine – ZAC Herbue Chalin (ICP-MS ; CRPG Nancy) 263

Figure 135 : Teneurs massiques en éléments traces des échantillons de minerai de l'ensemble Gondreville-Velaine (ICP-MS ; CRPG Nancy) 264

Figure 136 : Teneurs massiques moyennes en éléments majeurs des scories de réduction issues des sites de Gondreville – ZAC de la Roseraie et Velaine – ZAC Herbue Chalin (ICP-MS ; CRPG Nancy / MEB-EDS ; LAPA) ... 265

Figure 137 : Teneurs massiques en éléments traces des scories de réduction issues des sites de Gondreville – ZAC de la Roseraie et Velaine – ZAC Herbue Chalin (ICP-MS ; CRPG Nancy / LA-ICP-MS ; IRAMAT-CEB)..... 266

Figure 138 : Comparaison des teneurs massiques moyennes en éléments majeurs entre scories de réduction et minerais des sites de Gondreville - ZAC de la Roseraie et Velaine – ZAC Herbue Chalin (Données normalisées au fer : ICP-MS ; CRPG Nancy / MEB-EDS ; LAPA) 267

Figure 139 : Comparaison des teneurs massiques en éléments traces pour les échantillons de minerai et de scories de réduction de Gondreville – ZAC de la Roseraie et Velaine – ZAC Herbue Chalin (ICP-MS ; CRPG Nancy / LA-ICP-MS ; IRAMAT-CEB) 267

Figure 140 : Répartition des sites prospectés dans le secteur des vallées de l'Othain et du Loison dont les marqueurs géochimiques ont fait l'objet d'une caractérisation chimique complète 269

Figure 141 : Composition élémentaire moyenne en majeurs des scories de réduction issues des sites des vallées de l'Othain et du Loison (ICP-MS ; CRPG Nancy / MEB-EDS ; LAPA)..... 270

Figure 142 : Teneurs massiques moyennes en éléments traces des scories de réduction issues des sites des vallées de l'Othain et du Loison (ICP-MS ; CRPG Nancy / LA-ICP-MS ; IRAMAT-CEB)..... 271

Figure 143 : Comparaison des teneurs massiques moyennes en éléments majeurs entre scories de réduction liées à la Minette et sites nord-meusiens (Données MEB-EDS, LAPA ; ICP-MS, CRPG Nancy) *274*

Figure 144 : Comparaison des teneurs massiques en éléments traces pour les échantillons de scorie de Dombras et Sorbey par rapport à l'ensemble Minette (Données ICP-MS ; IRAMAT-Orléans, CRPG Nancy) *275*

Figure 145 : Comparaison des teneurs massiques en éléments traces pour les échantillons de scorie de Saint-Laurent-sur-Othain, Pillon et Thonne-le-Thil par rapport à l'ensemble Minette (Données ICP-MS ; IRAMAT-Orléans, CRPG Nancy) *276*

Figure 146 : Comparaison des teneurs élémentaires moyennes en majeurs entre scories de réduction liées au Fer Fort et sites nord-meusiens (Données MEB-EDS, LAPA ; ICP-MS, CRPG Nancy) *277*

Figure 147 : Comparaison des profils de concentration pour les échantillons de scorie nord-meusiens par rapport à l'ensemble Fer Fort (Données ICP-MS ; IRAMAT-Orléans, CRPG Nancy) *278*

Figure 148 : Comparaison des teneurs massiques, en éléments majeurs normalisées au fer, entre les minerais et scories de réduction issus des sites prospectés dans le secteur du Barrois et des ateliers médiévaux du Chêne Saint-Amand (Données ICP-MS ; CRPG-Nancy et ALS-Chemex, Vancouver) *280*

Figure 149 : Comparaison des profils de concentration pour les échantillons de scorie et de minerai du secteur du Barrois par rapport aux résidus du site médiéval du Chêne Saint-Amand (Données ICP-MS ; CRPG-Nancy et ALS-Chemex, Vancouver) *281*

Figure 150 : Projection, sur les plans (F1-F2) et (F1-F3), d'une ACP réalisée sur le référentiel chimique, basée sur les cinq Xij calculés à partir des teneurs en éléments majeurs *283*

Figure 151 : Part de la variance totale exprimée par chacune des quatre composantes principales de l'ACP présentée en Figure 150 ..... *284*

Figure 152 : Part de la variance totale exprimée par chacune des treize composantes principales de l'ACP présentée en Figure 153 ..... *284*

Figure 153 : Projection, sur les plans (F1-F2) et (F1-F3), d'une ACP réalisée sur le référentiel chimique, basée sur les neuf Xij calculés à partir des teneurs en éléments traces *285*

Figure 154 : Part de la variance totale exprimée par chacune des treize composantes principales de l'ACP présentée en Figure 155 ..... *286*

Figure 155 : Projection, sur les plans (F1-F2) et (F1-F3), d'une ACP réalisée sur le référentiel chimique, basée sur les quinze Xij calculés à partir des teneurs en éléments majeurs et traces *287*

Figure 156 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les composantes principales de l'ACP présentée en Figure 155 pour le corpus de référence géochimique *289*

Figure 157 : Projection, sur les plans (F1-F2) et (F1-F3), d'une Analyse Factorielle discriminante réalisée sur le référentiel géochimique caractérisé par les 15 Xij majeurs et traces *292*

Figure 158 : Histogrammes de fréquence des valeurs Logit pour les échantillons du corpus de référence lorrain ; confrontation de la Minette (108 échantillons) aux cinq autres ensembles (80 échantillons) *296*

Figure 159 : Histogrammes de fréquence des valeurs Logit pour les échantillons du corpus de référence lorrain ; confrontation du Barrois aux cinq autres ensembles *297*

Figure 160 : Histogrammes de fréquence des valeurs Logit pour les échantillons du corpus de référence lorrain ; confrontation de la [Bruche] aux cinq autres ensembles *298*

Figure 161 : Histogrammes de fréquence des valeurs Logit pour les échantillons du corpus de référence lorrain ; confrontation de [Gondreville-Velaine] aux cinq autres ensembles *299*

Figure 162 : Histogrammes de fréquence des valeurs Logit pour les échantillons du corpus de référence lorrain ; confrontation du [Fer fort] aux cinq autres ensembles *300*

Figure 163 : Répartition spatiale des sites constituant le corpus de référence géochimique *305*

Figure 164 : Cliché micrographique de la section de l'échantillon ME-1960-F001 ; on y distingue des plages de cémentites insérées dans la matrice constituée de grains équiaxes de perlite* (attaque Nital)* 313

Figure 165 : Cliché micrographique de la section de l'échantillon ME-1960-F001 ; détail mettant en évidence des cristaux de mélilite 314

Figure 166 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, des plages de scorie adhérant aux coulures de fer de Messein – Les Noires Terres 315

Figure 167 : Profils de concentration en éléments traces des plages de scorie adhérant aux coulures de fer de l'atelier de Messein – Les Noires Terres 315

Figure 168 : Restitution des grains de minerai supposés constituant le fragment métallique ME-2077-F003 ... 316

Figure 169 : Reliques d'oolithes matérialisées par de la scorie au sein d'un fragment métallique des Noires Terres 317

Figure 170 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, de la scorie associée aux fragments de minerai de l'atelier de Messein - Les Noires Terres 318

Figure 171 : Profils de concentration en éléments traces des plages de scorie associée aux fragments de minerai en cours de réduction de l'atelier de Messein – Les Noires Terres 318

Figure 172 : Plusieurs eutectiques phosphoreux présents dans une matrice ferrito-perlitique, dont la ferrite a cristallisée selon une structure de Widmanstätten ; section polie de l'échantillon ME-2174-F002 (attaque Nital) 319

Figure 173 : Fantômes d'oolithes réduits à l'état métallique au sein de la scorie de réduction ; échantillon ME-1578-F012 320

Figure 174 : Faciès minéralogique caractéristique de la scorie adhérant au fragment de fer informe ME-2174-F002 321

Figure 175 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, des fragments de métal inclus dans de la scorie à billes de l'atelier de Messein – Les Noires Terres 322

Figure 176 : Profils de concentration en éléments traces de la scorie associée aux fragments de métal informes de l'atelier de Messein – Les Noires Terres 322

Figure 177 : Matrice métallique de la chute ME-E2-F046 (attaque Nital) 324

Figure 178 : Inclusions de forme allongée, exprimant un écrasement, situées à proximité d'une des faces planes de la chute ME-1471-F001 (attaque Nital) 324

Figure 179 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, des chutes de métal facettées de l'atelier de Messein – Les Noires Terres 325

Figure 180 : Profils de concentration en éléments traces des inclusions de scorie présentes dans les chutes facettées de l'atelier de Messein – Les Noires Terres 325

Figure 181 : Proportion des oxydes de fer au sein des inclusions. A gauche, inclusions de la chute-tige ME-1859-F039, riches en oxydes de fer ; à droite, inclusion de la soie de préhension ME-1750-F001, avec de fines dendrites de wüstite (attaque Nital) 327

Figure 182 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, des chutes de métal façonnées de l'atelier de Messein – Les Noires Terres 327

Figure 183 : Profils de concentration en éléments traces des inclusions de scorie présentes dans les chutes façonnées de l'atelier de Messein – Les Noires Terres 328

Figure 184 : Section transversale de la lame de couteau ME-1367-001 présentant : a) le dos ferritique de la lame, b) la partie intermédiaire, ferrito-perlitique, c) le tranchant rapporté bainitique (attaque Nital) 329

Figure 185 : Micrographie présentant la structure fibrée du ruban ME-1841-001 (attaque Nital) 330

Figure 186 : Micrographie montrant les faciès dominants d'inclusions dans les objets mis au jour sur le site des Noires Terres ; échantillon ME-1841-001. A gauche : inclusions à la matrice finement cristallisée ; au centre :

inclusions à matrice fayalitique comportant des globules de wüstite ; à droite ; inclusions comportant une majorité de globules de wüstite 331

Figure 187 : Composition élémentaire majeure moyenne des objets mis au jour sur le site de Messein – Les Noires Terres 332

Figure 188 : Profils de concentration en éléments traces des inclusions de scorie présentes dans les objets du site de Messein – Les Noires Terres 333

Figure 189 : Qualification de la matrice métallique des déchets et objets de Messein – Les Noires Terres 334

Figure 190 : Propreté inclusionnaire des chutes métalliques et des objets étudiés pour le site de Messein – Les Noires Terres 336

Figure 191 : Projection, sur les deux plans de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, des ensembles de production lorrains et les déchets métalliques et objets du site des Noires Terres 338

Figure 192 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les cinq premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 191 340

Figure 193 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des échantillons métalliques des Noires Terres. En rouge, l'ensemble Minette lorraine ; en bleu, les autres ensembles 342

Figure 194 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des échantillons métalliques des Noires Terres. En rouge, l'ensemble [Fer fort] ; en bleu, les autres ensembles 344

Figure 195 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des échantillons métalliques des Noires Terres. En rouge, l'ensemble [Gondreville-Velaine] ; en bleu, les autres ensembles 346

Figure 196 : Projection, sur les deux plans de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, de l'ensemble de production [Minette] et des déchets métalliques et objets du site des Noires Terres 348

Figure 197 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les sept premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 196 349

Figure 198 : Projection, sur le plan de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, de l'ensemble de production [Fer fort], ainsi que d'une chute façonnée et deux objets du site des Noires Terres .. 350

Figure 199 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les cinq premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 198 351

Figure 200 : Détail d'une inclusion de scorie dans la coulure de fer LUD-F212 ; cliché : P. Merluzzo 354

Figure 201 : Microstructures typiques des grains de minerai métalliques de Ludres – Chaudeau. A gauche : acier hypoeutectoïde avec des structures ferrito-perlitiques et perlito-ferritiques ; à droite : structure perlitique avec phosphures de forme arrondie. 355

Figure 202 : Cliché MEB en électrons secondaires de l'inclusion 17 du fragment de minerai métallique LUD-F220. Ml : cristaux de mélilite. 355

Figure 203 : Cliché MEB en électrons secondaires de l'analyse 13 du fragment de minerai métallique LUD-F224. La valeur X indique la largeur de l'image. 356

Figure 204 : Cartographies élémentaires EDS réalisées sur l'aire d'analyse 13 de l'échantillon LUD-F224. L'intensité des couleurs est proportionnelle à l'abondance de l'élément considéré. 357

Figure 205 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, de la scorie associée aux fragments de minerai métalliques du site de Ludres – Chaudeau 358

Figure 206 : Profils de concentration en éléments traces de la scorie associée aux fragments de minerai métalliques de l'atelier de Ludres – Chaudeau 359

Figure 207 : Cliché micrographique montrant des fissures intergranulaires d'orientation perpendiculaire à la surface plane de la chute facettée LUD-F209 ; Cliché P. Merluzzo..... 360

Figure 208 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, de la scorie incluse dans les chutes de fer facettées du site de Ludres – Chaudeau..... 361

Figure 209 : Profils de concentration en éléments traces de la scorie incluse dans les chutes facettées de l'atelier de Ludres – Chaudeau 361

Figure 210 : Projection, sur les deux plans de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, des ensembles de production lorrains et les déchets métalliques de Ludres-Chaudeau. 362

Figure 211 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les cinq premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 210 363

Figure 212 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des échantillons métalliques du Chaudeau. 364

Figure 213 : Projection, sur les deux plans de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, de l'ensemble de production Minette et des déchets métalliques du site de Ludres –Chaudeau 365

Figure 214 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les sept premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 213 366

Figure 215 : Cliché micrographique montrant une structure de fonte blanche. Les ensembles gris clair visibles autour des cristaux anguleux de cémentite constituent des eutectiques phosphoreux. Echantillon CHAV-ST12-F04..... 368

Figure 216 : Section polie transversale de la coulure CHAV-ST12-F04 368

Figure 217 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, de la scorie associée à la coulure de fer CHAV-ST12-F04 issue du site d'habitat de Chavigny – Le Haldat 369

Figure 218 : Micrographie montrant la scorie adhérant à CHAV-ST12-F04, des grains de quartz aux contours arrondis ainsi que des billes de métal sont visibles dans une matrice dont on ne distingue pas la texture..... 370

Figure 219 : Profil de concentration en éléments traces de la scorie adhérant à la coulure CHAV-ST12-F04 du site de Chavigny – Le Haldat..... 370

Figure 220 : Structure aciérée hypereutectoïde de CHAV-ST12-F05. Une inclusion de scorie vitreuse est visible au centre. 371

Figure 221 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, de la scorie associée au débris informe CHAV-ST12-F05 du site de Chavigny- Le Haldat 372

Figure 222 : Profil de concentration en éléments traces de la scorie adhérant au débris informe CHAV-ST12-F05 du site de Chavigny – Le Haldat 372

Figure 223 : Structure aciérée hypereutectoïde de CHAV-ST12-F06. La matrice, majoritairement perlitique, comprend des aiguilles de cémentite formant localement de la lédéburite*, ainsi que des eutectiques phosphoreux de forme globulaire. 373*

Figure 224 : Section polie transversale de la chute facettée CHAV-ST54-F02..... 374

Figure 225 : Scorie à fine cristallisation incluse dans le métal de CHAV-ST54-F02 374

Figure 226 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, de la scorie incluse dans les chutes de métal facettées du site de Chavigny- Le Haldat 375

Figure 227 : Profils de concentration en éléments traces de la scorie incluse dans les chutes de métal facettées du site de Chavigny – Le Haldat 375

Figure 228 : Comparaison entre les teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, des déchets métalliques du site de Chavigny- Le Haldat, des scories de réduction de l'atelier de La Crassière, et celles du secteur du Plateau de Haye..... 376

Figure 229 : Projection, sur les deux plans de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, des ensembles de production lorrains et des déchets métalliques de Chavigny- Le Haldat 378

Figure 230 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les cinq premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 229 379

Figure 231 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des échantillons métalliques du Haldat (traits pointillés verts). 380

Figure 232 : Projection, sur les deux plans de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, de l'ensemble de production Minette et des déchets métalliques du site de Chavigny – Le Haldat 381

Figure 233 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les sept premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 232 382

Figure 234 : Micrographie de la masse brute Velaine-002 montrant des plages de scorie de tailles et de formes diverses (Cliché : S. Bauvais, repris) 384

Figure 235 : Micrographie montrant des filaments de métal évoquant localement la structure oolithique du minerai, au sein d'une scorie riche en oxydes de fer. (Cliché : S. Bauvais, repris) 385

Figure 236 : Profils de concentration en éléments traces de la scorie incluse dans la masse de métal brute Velaine-002 et la scorie constituant le déchet de réduction Velaine-027 mis au jour sur le site de la ZAC Herbue Chalin 386

Figure 237 : Projection, sur les deux plans de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, des ensembles de production lorrains et des fragments mis au jour sur le site de la ZAC Herbue Chalin 387

Figure 238 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les composantes principales de l'ACP présentée en Figure 237 pour les échantillons mis au jour sur le site de la ZAC Herbue Chalin 388

Figure 239 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des masses brutes de Velaine – ZAC Herbue Chalin (traits pointillés verts). 389

Figure 240 : Projection, sur les deux plans de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, de l'ensemble de production [Gondreville-Velaine] et des fragments mis au jour sur le site de la ZAC Herbue Chalin 390

Figure 241 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les cinq premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 240 391

Figure 242 : Micrographie mettant en évidence la scorie incluse et les cavités présentes au sein du métal de StDz132 393

Figure 243 : Micrographie mettant en évidence la structure du métal du fer à cheval StDz172-3 394

Figure 244 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, de la scorie incluse dans les échantillons métalliques du site médiéval du Chêne Saint-Amand 395

Figure 245 : Profils de concentration en éléments traces de la scorie incluse dans les échantillons métalliques du site médiéval du Chêne Saint-Amand 395

Figure 246 : Micrographie montrant des cavités de forme vermiculée, caractéristiques d'un métal brut de réduction 396

Figure 247 : Teneurs élémentaires majeures moyennes, normalisées au fer, de la scorie incluse dans l'agglomérat de grains de minerai métalliques du site altomédiéval du Chêne Saint-Amand 397

Figure 248 : Profils de concentration en éléments traces de la scorie incluse dans l'agglomérat de grains de minerai métalliques du site altomédiéval du Chêne Saint-Amand 398

Figure 249 : Projection, sur les deux plans de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, des ensembles de production lorrains et des échantillons métalliques des deux ateliers du Chêne Saint-Amand 399

Figure 250 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les composantes principales de l'ACP présentée en Figure 249 pour les échantillons métalliques des deux ateliers du Chêne Saint-Amand 400

Figure 251 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des échantillons métalliques des deux ateliers du Chêne Saint-Amand (traits pointillés verts) 401

Figure 252 : Projection, sur les deux plans de plus grande variance de l'Analyse en Composantes Principales, des ensembles de production [Barrois] et [Saint Dizier – HMA] et des échantillons métalliques issus des ateliers du Chêne Saint-Amand..... 402

Figure 253 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les six premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 252 403

Figure 254 : Prises de mesure des crampons. Echantillon 54E18 (Dessin : Sylvain Bauvais, LAPA, repris) 413

Figure 255 : Histogramme en fréquence exprimant la distribution des longueurs des crampons de la tour de Mutte 414

Figure 256 : Histogramme en fréquence exprimant la distribution du rapport de section des crampons de la tour de Mutte..... 414

Figure 257 : Histogramme en fréquence exprimant la distribution de la masse des crampons de la tour de Mutte 415

Figure 258 : Répartition des éléments de renfort ferreux sur les façades de la tour de Mutte en fonction de leur longueur..... 416

Figure 259 : Détail d'un des tenons torsadés de l'agrafe 54N22 417

Figure 260 : Répartition, sur les façades de la tour de Mutte, des éléments de renfort ferreux avec tenons torsadés..... 417

Figure 261 : Schéma illustrant l'angle de frappe de l'outil servant à former les crans des tenons 418

Figure 262 : Répartition, sur les façades de la tour de Mutte, des éléments de renfort ferreux avec tenons crantés à la fois sur les faces externes et internes 419

Figure 263 : Représentation des faces d'une agrafe laminée ; crampon 56N12 (Dessin : Sylvain Bauvais, LMC) 420

Figure 264 : Crampons engagés dans le parement intérieur de la façade sud de la tour ; niveau : salle de la cloche. 421

Figure 265 : Détail de la façade nord de la tour de Mutte ; en rouge : les agrafes disposées sur le gable de la baie de l'abat-son 422

Figure 266 : Plan défini par les composantes principales F1 et F2 de l'ACP réalisée sur la signature chimique de plombs de scellement de la tour de Mutte..... 423

Figure 267 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les cinq premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 266 424

Figure 268 : Patron déroulé des façades de la tour de Mutte. Les groupes de composition du plomb mis en évidence sont symbolisés par le code couleur employé en Figure 267. 425

Figure 269 : Vue en plongée de la voûte de la salle de la cloche de la tour de Mutte montrant la répartition des scellements de plomb analysés. 426

Figure 270 : Résultats des datations radiocarbone (AMS) effectuées sur quatre crampons de la tour de Mutte, calibrés en âge calendaire (Datation laboratoire LMC14 – CEA Saclay). 428

Figure 271 : Qualification de la matrice métallique des renforts ferreux de la tour de Mutte 429

Figure 272 : Mosaïque micrographique réalisée sur la section polie de l'échantillon 54E14 après attaque au Nital 430

Figure 273 : Structures fantômes (ou marbrures) visibles dans la matrice ferritique du crampon 36E02, après attaque Nital..... 430

Figure 274 : Distribution des valeurs de propreté inclusionnaire des renforts en fonction des groupes de disposition définis..... 431

Figure 275 : Inclusion à matrice fayalitique fine, contenant des cristaux anguleux gris clair, des cristaux allongés d'apatite (gris foncé), ainsi que de la wüstite sous forme de dendrites et de globules (échantillon 52N15)..... 432

Figure 276 : Inclusion à matrice amorphe contenant des globules d'aspect vitreux (Cliché MEB – électrons secondaires)..... 432

Figure 277 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus de référence pour la distinction des procédés, ainsi que des éléments de renfort ferreux de la tour de Mutte (en rouge : distribution des valeurs logit du corpus direct ; en bleu : distribution des valeurs logit du corpus indirect)..... 435

Figure 278 : Localisation des éléments ferreux sur le bâtiment en fonction de leur attribution à un procédé de production..... 437

Figure 279 : Détail du gable de l'abat-son nord ; distinction des crampons en fonction du procédé sidérurgique et de la méthode de mise en forme du métal..... 438

Figure 280 : détail de la façade est de la tour de Mutte ; distinction des crampons en fonction du procédé sidérurgique et de la méthode de mise en forme du métal..... 439

Figure 281 : Projections, sur les axes F1, F2 et F3 de l'ACP, des signatures inclusionnaires des crampons issus du procédé direct disposés sur la tour de Mutte, face au référentiel de comparaison lorrain..... 441

Figure 282 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les cinq premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 281 pour les éléments de renfort de la tour de Mutte..... 442

Figure 283 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des éléments de renfort de la tour de Mutte ; confrontation de l'ensemble Minette au reste du corpus de référence..... 443

Figure 284 : Plans définis par les composantes (F1-F2) et (F1-F3) de l'Analyse en Composantes Principales réalisée sur l'ensemble de production Minette et onze crampons de la tour de Mutte..... 445

Figure 285 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les sept premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 284..... 446

Figure 286 : Cliché du crampon 489A1 montrant un ajustement de la largeur du fer plat (Cliché : Paul Merluzzo)..... 450

Figure 287 : Profil transversal du fer plat du crampon 489A1 montrant une structure ferritique en bandes..... 451

Figure 288 : Qualification de la matrice métallique des renforts ferreux du pont de Dieulouard..... 452

Figure 289 : Inclusions de la section 251A1 2G1 montrant des morphologies différentes. A gauche : inclusions longilignes ; à droite : inclusion à contours complexes..... 452

Figure 290 : Zone de mauvaise propreté inclusionnaire comprise dans le métal du crampon 510A1 (Cliché : Paul Merluzzo)..... 454

Figure 291 : Micrographie montrant l'inclusion de soudure du crampon 251A1..... 455

Figure 292 : Inclusions contenant une proportion importante d'oxydes de fer, sous la forme de globules de wüstite, dans le crampon 100A1..... 456

Figure 293 : Classification Ascendante Hiérarchique réalisée sur les teneurs normalisées des Composés Non Réduits pour les 150 inclusions analysées au sein du crampon 251A1..... 458

Figure 294 : Analyse en Composantes Principales réalisée sur les teneurs normalisées des Composés Non Réduits pour les 150 inclusions analysées au sein du crampon 251A1, identifiées par les résultats de la CAH précédente..... 459

Figure 295 : Graphiques bivariés présentant les teneurs des principaux NRC (silicium, aluminium, potassium et calcium) des inclusions du crampon 251A1, en fonction des classes attribuées par la Classification Ascendante Hiérarchique..... 460

Figure 296 : Localisation des inclusions analysées pour le crampon 251A1, en fonction de leur attribution à l'issue du traitement de sélection..... 461

Figure 297 : Plans défini par les axes factoriels (F1-F2) et (F1-F3) de l'Analyse Factorielle Discriminante réalisée sur les logratios des teneurs en éléments majeurs et traces des inclusions des crampons du pont de Dieulouard 463

Figure 298 : Projections des signatures inclusionnaires des crampons de Dieulouard face au référentiel de comparaison lorrain ; en haut : plan défini par les composantes F1 et F2 ; en bas : plan défini par les composantes F1 et F3 465

Figure 299 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les cinq premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 298 pour les éléments de scellement du pont de Dieulouard..... 467

Figure 300 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des éléments de renfort du pont de Dieulouard ; confrontation de l'ensemble Minette au reste du corpus de référence..... 468

Figure 301 : Plan défini par les composantes F1 et F2 de l'Analyse en Composantes Principales réalisée sur l'ensemble de production Minette et cinq crampons du pont de Dieulouard 470

Figure 302 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les sept premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 301 471

Figure 303 : Distribution des valeurs Logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des éléments de renfort du pont de Dieulouard ; confrontation de l'ensemble Fer fort au reste du corpus de référence..... 472

Figure 304 : Plan défini par les composantes F1 et F2 de l'Analyse en Composantes Principales réalisée sur l'ensemble de production Fer fort et neuf crampons du pont de Dieulouard 474

Figure 305 : Résultat de la Classification Ascendante Hiérarchique effectuée sur les cinq premières composantes principales de l'ACP présentée en Figure 304 475

Figure 306 : Mosaïque de clichés micrographiques réalisée sur la section du fragment informe GOND6-F21 .. 479

Figure 307 : Clichés figurant la chute facettée GOND6-F01..... 479

Figure 308 : Micrographie mettant en évidence une fissure comblée par des produits d'oxydation à chaud du métal ; échantillon GOND6-F19 480

Figure 309 : Cliché micrographique mettant en évidence la structure en bandes du métal de l'échantillon GOND6-F10 481

Figure 310 : Mosaïque de clichés micrographiques réalisée sur la section de la chute-barre GOND6-F22 482

Figure 311 : Qualification de la matrice métallique des chutes métalliques de l'atelier de Gondreville –Forêt Communale 483

Figure 312 : Classification Ascendante Hiérarchique réalisée sur les teneurs normalisées des Composés Non Réduits pour la chute-bande GOND6F23 485

Figure 313 : Analyse en Composantes Principales réalisée sur les teneurs normalisées des Composés Non Réduits pour la chute-bande GOND6-F23, identifiées par les résultats de la CAH précédente..... 486

Figure 314 : Graphiques bivariés présentant les teneurs des principaux NRC (silicium, aluminium, potassium et calcium) des inclusions de la chute-bande GOND6-F23..... 487

Figure 315 : Localisation des inclusions présentant un enrichissement en silice ; chute-bande GOND6F23..... 488

Figure 316 : Projections, sur les axes factoriels F1 et F2, des 15 variables caractérisant chimiquement les inclusions des chutes métalliques de Gondreville-Forêt Communale..... 489

Figure 317 : Projections, sur les plans (F1-F2) et (F1-F3) de l'ACP, des signatures inclusionnaires des déchets métalliques de l'atelier de Gondreville – Forêt Communale, face au référentiel de comparaison lorrain 490

Figure 318 : Classification ascendante hiérarchique réalisée à partir des valeurs, pour les 13 composantes principales de l'ACP précédente, des individus constituant le corpus de référence pour l'espace lorrain et les déchets métalliques de l'atelier de Gondreville –Forêt Communale..... 491

Figure 319 : Distribution des valeurs Logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des déchets métalliques de l'atelier de Gondreville – Forêt Communale ; confrontation de l'ensemble Gondreville-Velaine au reste du corpus de référence 492

Figure 320 : Plan défini par les composantes (F1-F2) et (F1-F3) de l'Analyse en Composantes Principales réalisée sur l'ensemble de production Gondreville-Velaine et les déchets métalliques GOND6-F21 et -F22 494

Figure 321 : Classification ascendante hiérarchique réalisée à partir des valeurs, pour les cinq premières composantes principales de l'ACP précédente, des inclusions de GOND6-F21 et –F22, ainsi que des échantillons de l'ensemble [Gondreville-Velaine] 495

Figure 322 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique de référence pour la Lorraine, ainsi que des déchets métalliques de l'atelier de Gondreville – Forêt Communale ; confrontation de l'ensemble Minette au reste du corpus de référence 496

Figure 323 : Plan défini par les composantes (F1-F2) de l'Analyse en Composantes Principales réalisée sur l'ensemble de production Minette et la chute facettée GOND6-F19 497

Figure 324 : Classification ascendante hiérarchique réalisée à partir des valeurs, pour les six premières composantes principales de l'ACP précédente, des inclusions de GOND6-F19, ainsi que des échantillons de l'ensemble [Minette] 498

Figure 325 : Qualification de la structure métallique des demi-produits bipyramidés 503

Figure 326 : Mosaïque de clichés micrographiques réalisés sur la section transversale du demi-produit bipyramidé de Xirocourt. Une ligne de soudure est nettement visible au premier tiers de la section. (Cliché : Sylvain Bauvais, LMC-LAPA) 504

Figure 327 : Section longitudinale du demi-produit Durrenentzen 3 (Cliché : M. Berranger et M. Boukezzoula – LMC) 505

Figure 328 : Micrographie mettant en évidence la propreté inclusionnaire très médiocre du métal sur la section du demi-produit de Colmar – Gare de Marchandises 506

Figure 329 : Projections, sur les plans (F1-F2) et (F1-F3), des inclusions contenues dans les deux masses constituant le demi-produit de Farébersviller 507

Figure 330 : Graphiques bivariés figurant la différence de composition chimique inclusionnaire en éléments majeurs entre les deux parties du demi-produit de Farébersviller 508

Figure 331 : Projections, sur les plans (F1-F2) et (F1-F3), des inclusions contenues dans les deux masses constituant le demi-produit de Xirocourt 509

Figure 332 : Graphiques bivariés figurant la différence de composition chimique inclusionnaire en éléments majeurs entre les deux parties du demi-produit de Xirocourt 510

Figure 333 : Projections, sur les plans (F1-F2) et (F1-F3), des inclusions contenues dans les deux masses constituant le demi-produit de Xirocourt 511

Figure 334 : Graphiques bivariés figurant la différence de composition chimique inclusionnaire en éléments majeurs entre les deux parties du demi-produit 3 de Marsal 512

Figure 335 : Profils de bandages de roue de tombes laténiennes de Champagne. Joffroy, Bretz-Mahler 1959 . 513

Figure 336 : Qualification de la structure métallique des bandages de roue associés à la culture Aisne-Marne 514

Figure 337 : Profil-type de la section du bandage BLB93. Au moins six bandes de métal distinctes sont observables. 514

Figure 338 : Faciès pétrographique dominant des inclusions des bandages de roue provenant de tombes à char laténiennes champenoises (Cliché : Sylvain Bauvais, LAM) 515

Figure 339 : Projections, sur les axes factoriels F1 et F2, des 15 variables caractérisant chimiquement les inclusions de scorie analysées au sein des bandages de roue et semi-produits étudiés 518

Figure 340 : Projections, sur les deux plans de plus grande variance, des individus du corpus de référence géochimique étendu 520

Figure 341 : Classification ascendante hiérarchique réalisée à partir des valeurs, pour les six premières composantes principales de l'ACP précédente, des individus constituant le corpus de référence étendu 522

Figure 342 : Distinction des trois ensembles nouvellement incorporés au corpus de référence face au corpus lorrain, au moyen de la régression logistique 523

Figure 343 : Projections, sur les deux plans de plus grande variance, des individus du corpus de référence géochimique étendu et des artefacts dont la provenance est questionnée 525

Figure 344 : Classification ascendante hiérarchique réalisée à partir des valeurs, pour les sept premières composantes principales de l'ACP précédente, des individus constituant le corpus de référence étendu et les artefacts questionnés 526

Figure 345 : Distribution des valeurs logit des échantillons du corpus géochimique étendu, ainsi que des artefacts protohistoriques ; confrontation de l'ensemble du Sénonais au reste du corpus de référence 528

Figure 346 : Plans défini par les composantes (F1-F2) et (F1-F3) de l'Analyse en Composantes Principales réalisée sur l'ensemble de production Gondreville-Velaine et la masse de métal brute Velaine002 531

Figure 347 : Classification ascendante hiérarchique réalisée à partir des valeurs, pour les six premières composantes principales de l'ACP, des inclusions de Velaine002 et des échantillons de l'ensemble [Gondreville-Velaine] 532

Figure 348 : Plans définis par les composantes (F1-F2) et (F1-F3) de l'Analyse en Composantes Principales réalisée sur l'ensemble de production Barrois et les bandages de roue BLB93 et STVH160 533

Figure 349 : Classification ascendante hiérarchique réalisée à partir des valeurs, pour les cinq premières composantes principales de l'ACP, des inclusions de BLB93, STVH160 et des échantillons de l'ensemble [Barrois] 534

Figure 350 : Plans définis par les composantes (F1-F2) et (F1-F3) de l'Analyse en Composantes Principales réalisée sur l'ensemble de production Souabe bavaroise et les inclusions de la partie 2 du demi-produit de Farébersviller 535

Figure 351 : Classification ascendante hiérarchique réalisée à partir des valeurs, pour les six premières composantes principales de l'ACP, des inclusions de la partie 2 du demi-produit de Farébersviller et des échantillons de l'ensemble [Souabe bavaroise] 536

Figure 352 : Plans définis par les composantes (F1-F2) et (F1-F3) de l'Analyse en Composantes Principales réalisée sur l'ensemble de production Forêt Noire et les inclusions de la masse de métal brute METC114 537

Figure 353 : Classification ascendante hiérarchique réalisée à partir des valeurs, pour les six premières composantes principales de l'ACP, des inclusions de la masse brute METC114 et des échantillons de l'ensemble [Forêt Noire] 538

Figure 354 : Résultats, en âge calendaire calibré, des datations effectuées sur le ferrier St. 516 (TREVERAY1) et le ferrier 2 (TREVERAY 2) du bois de Tréveray, ainsi que sur le ferrier 2 de Sapin-Dessus (Saales) 549

Figure 355 : Chronologie, d'après les sources archéologiques, des ensembles géochimiques de production définis au sein de l'espace lorrain et ses marges 550

Figure 356 : Localisation de zones d'intérêt devant faire l'objet de prospections archéologiques 553

Figure 357 : Proportions des produits issus des deux filières sidérurgiques dans deux monuments gothiques (cathédrales de Troyes et d'Auxerre) ; L'Héritier et al. 2010 561

Table des tableaux

Tableau 1 : Principaux types de minéraux ferrugineux (Serneels, dans Mangin 2004) *57*

Tableau 2 : Typologie chimico-minéralogique des scories issues de la réduction du minerai de fer (Leroy 2010 S., d'après Ploquin et al. 1996 ; Mahé-Le Carlier 1997 ; Mahé-Le Carlier et al. 1998) *60*

Tableau 3 : limites de détermination des éléments pour les analyses CRPG et ALS Chemex *182*

Tableau 4 : Taux d'échantillons prédits justement, à tort, ou non prédits (population = 378 individus) *217*

Tableau 5 : Matrice de confusion de l'analyse logistique distinguant la Minette des autres ensembles lorrains, permettant la définition du seuil d'attribution spécifique à cet ensemble de production *295*

Tableau 6 : Matrice de confusion de l'analyse logistique distinguant l'ensemble constitué par les sites du Barrois et de l'atelier médiéval de Saint-Dizier – Chêne Saint-Amand des autres ensembles de production lorrains *296*

Tableau 7 : Matrice de confusion de l'analyse logistique distinguant le site de Saales – Sapin Dessus des autres ensembles lorrains *297*

Tableau 8 : Matrice de confusion de l'analyse logistique distinguant Sapin Dessus des autres ensembles lorrains *298*

Tableau 9 : Matrice de confusion de l'analyse logistique distinguant l'ensemble associé à l'exploitation du Fer fort des autres ensembles lorrains *300*

Tableau 10 : Synthèse des ensembles de production définis..... *306*

Tableau 11 : Tableau récapitulant les déchets métalliques ayant fait l'objet à la fois d'examens micrographiques et de caractérisation chimique en fonction des contextes d'atelier étudiés *310*

Tableau 12 : Synthèse des examens métallographiques réalisés sur les déchets métalliques et objets de Messein – Les Noires Terres *335*

Tableau 13 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour qualifier la compatibilité chimique des échantillons métalliques du site de Messein – Les Noires Terres avec l'ensemble [Minette] *343*

Tableau 14 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour qualifier la compatibilité chimique des échantillons métalliques du site de Messein – Les Noires Terres avec l'ensemble [Fer fort] *345*

Tableau 15 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour les échantillons métalliques de l'atelier du Chaudeau *364*

Tableau 16 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour les échantillons métalliques de l'atelier du Haldat..... *380*

Tableau 17 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour les fragments de Velaine – ZAC Herbue Chalin *389*

Tableau 18 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour les échantillons métalliques des deux ateliers du Chêne Saint-Amand questionnant la compatibilité entre les échantillons métalliques et l'ensemble de production [Barrois] *401*

Tableau 19 : Séquences opératoires envisagées dans le cadre d'une nouvelle campagne expérimentale sur l'influence des ajouts lors des séquences de forge 408

Tableau 20 : Teneurs moyennes, pondérées par la surface des inclusions dosées et normalisées au fer, des éléments de renfort ferreux de la tour de Mutte. 434

Tableau 21 : Tableau récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour chaque élément de renfort de la tour de Mutte analysé 436

Tableau 22 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour les éléments de renfort métalliques de la tour de Mutte face à l'ensemble de production Minette 444

Tableau 23 : Synthèse des résultats obtenus par le biais des tests statistiques réalisés successivement en vue de déterminer la provenance des renforts ferreux de la tour de Mutte 447

Tableau 24 : Caractéristiques métrologiques des crampons échantillonnés pour le pont carolingien de Dieulouard 450

Tableau 25 : Propreté inclusionnaire des crampons du pont de Dieulouard 453

Tableau 26 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour les éléments de renfort métalliques de Dieulouard face à l'ensemble de production Minette 469

Tableau 27 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour les éléments de renfort métalliques de Dieulouard face à l'ensemble de production Fer Fort 473

Tableau 28 : Synthèse des résultats obtenus par le biais des tests statistiques réalisés successivement en vue de déterminer la provenance des renforts ferreux du pont de Dieulouard 476

Tableau 29 : Caractéristiques métrologiques des chutes façonnées du site de Gondreville – Forêt Communale482

Tableau 30 : Caractéristiques de la microstructure du métal des chutes métalliques de Gondreville – Forêt Communale 484

Tableau 31 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour les déchets métallique de Gondreville – Forêt Communale face à l'ensemble de production Gondreville-Velaine 493

Tableau 32 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour les déchets métallique de Gondreville – Forêt Communale face à l'ensemble de production Minette 497

Tableau 33 : Synthèse des résultats obtenus par le biais des tests statistiques réalisés successivement en vue de déterminer la provenance des déchets métalliques de l'atelier de Gondreville – Forêt Communale 499

Tableau 34 : Synthèse des caractéristiques du métal des demi-produits bipyramidés étudiés 505

Tableau 35 : Synthèse des caractéristiques du métal des bandages de roue étudiés 515

Tableau 36 : Echantillons ayant fait l'objet d'une caractérisation chimique complète, et intégrés à la démarche statistique multivariée 516

Tableau 37 : Ensembles de production compatibles chimiquement avec les produits sidérurgiques dont la provenance est questionnée dans le cadre du programme ANR CIPIA 527

Tableau 38 : Récapitulatif des résultats de l'analyse régressive pour les artefacts protohistoriques face à l'ensemble de production du Sénonais – Pays d'Othe 528

Tableau 39 : Synthèse des résultats obtenus à l'issue des analyses régressives effectuées sur les sources potentielles de métal pour les produits sidérurgiques étudiés 529

Tableau 40 : Synthèse des résultats obtenus par le biais des tests statistiques réalisés successivement en vue de déterminer la provenance de produits sidérurgiques étudiés dans le cadre de l'ANR CIPIA 540

RESUME

L'espace lorrain a connu, au cours des XIXe et XXe s., une intense activité sidérurgique reposant sur la réduction d'un minerai sédimentaire, la Minette lorraine. Paradoxalement, on a longtemps considéré qu'aucune activité de production liée à l'exploitation de ce minerai n'avait pris place dans cette région avant l'époque contemporaine. Un programme de recherche initié il y a 25 ans a par ailleurs totalement renouvelé la perception de l'histoire sidérurgique de cet espace. Les activités de production s'y sont déroulées de manière sporadique dès les âges du Fer, avant de prendre de l'ampleur au cours de la période médiévale. Les recherches menées permettent une première appréhension de l'évolution des modes de production du fer en Lorraine à différentes époques, mises en perspective dans leur contexte européen. Toutefois, les modalités de distribution du métal produit restent largement méconnues, du fait de l'indigence relative des sources historiques à cet égard. Une première perception des circuits de distribution du fer se développant au sein de l'espace lorrain est exposée dans ce mémoire, contribuant à l'appréhension des usages du fer à différentes époques.
Une méthodologie développée récemment par le Laboratoire Métallurgies et Cultures et le Laboratoire Archéomatériaux et Prévision de l'Altération, reposant sur la caractérisation chimique des déchets associés à la réduction du minerai et des inclusions présentes dans les produits sidérurgiques, a été employée dans ce but. Ce travail interdisciplinaire propose par ailleurs de nouveaux développements en termes de traitement statistique multivarié de l'information chimique, contribuant ainsi à répondre aux problématiques développées.
Un référentiel géochimique, constitué d'une base de données préexistante et d'informations nouvelles acquises à l'occasion de prospections archéologiques, offre une perception nouvelle de la diversité chimique caractérisant les activités sidérurgiques anciennes au sein de l'espace lorrain et de ses marges. Des ensembles géochimiques de production ont ainsi été mis en évidence. Plusieurs contextes de consommation ont ensuite été considérés, offrant un éclairage sur les circuits de distribution du fer aux époques anciennes en Lorraine. Une démarche statistique, reposant sur l'emploi d'analyses descriptives et de modèles prédictifs, a été appliquée en ce sens, après avoir été éprouvée par l'étude d'ateliers sidérurgiques pour lesquels l'utilisation d'un minerai en particulier est assurée par le contexte archéologique.
Les résultats obtenus permettent de préciser, parfois à l'encontre des hypothèses formulées au préalable, les pratiques d'échange du fer à différentes époques, en regard de nos connaissances quant aux modes de production sidérurgiques. Des discussions portant sur le rôle joué par le travail du fer au sein des sociétés anciennes sont initiées à la lumière des informations nouvellement acquises.

Mots-clefs : *Lorraine, Archéométallurgie, Archéométrie, Procédés sidérurgiques, Provenance, Inclusions de scorie, Statistiques multivariées.*

ABSTRACT

Lorraine was, during the 19th and 20th c., one of the most important ironmaking areas worldwide, relying on the use of a sedimentary ore, the Minette lorraine. Paradoxically, it has long been thought that no iron was produced using this ore before the modern era. A research program initiated 25 years ago totally renewed our perception of its metallurgical history. Production activities were indeed sporadically performed since the Iron Age, before drastically increasing during medieval times. Research performed allows a first apprehension of the ironmaking activities' forms in Lorraine and their evolution through successive periods, put into perspective in the European context. Iron trade and circulation remain however largely unknown, due to the lack of historical sources. A first insight of the trade networks relative to iron products extending throughout Lorraine and its fringes is exposed in this thesis, contributing to the perception of the use of iron in different periods.
A methodology recently developed by the Laboratoire Métallurgies et Cultures and Laboratoire Archéomatériaux et Prévision de l'Altération, relying on the chemical characterization of smelting slags and slag inclusions entrapped in the iron products, was employed to that purpose. This interdisciplinary work also offers new developments in the multivariate statistical treatment of chemical information, and contributes to answering the issues raised at the beginning of this work.
A geochemical reference set, comprised of a pre-existing database and new information gathered on archaeological surveys performed during this work, was set up. It provides a new perception of the chemical diversity characterizing iron smelting activities within Lorraine and its fringes. Geochemical production sets were emphasized in doing so. Several iron consumption contexts were then considered, offering the possibility of shedding light on iron spreading networks during ancient times in Lorraine. A statistical approach, relying on the use of both descriptive statistical analyses and predictive modelling, was applied to that purpose. It was beforehand tested by studies performed on workshops for which the use of a given ore is attested by archaeological records.
Results allow enlightening, sometimes against formerly formulated hypotheses, the practices in terms of the iron's trade through different periods, facing our current knowledge about iron production modes. Benefiting from newly gathered information, discussions about the role played by ironworking activities among ancient societies are initiated.

Keywords: *Lorraine, Archaeometallurgy, Archaeometry, Ironmaking processes, Provenance, Slag inclusions, Multivariate statistics.*

UNIVERSITE DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBELIARD

ECOLE DOCTORALE «SCIENCES POUR L'INGENIEUR ET MICROTECHNIQUES»

Doctorat

SCIENCES POUR L'INGENIEUR

PRODUCTION ET CIRCULATION DU FER EN LORRAINE (VIe s. av. J.-C. - XVe s. ap. J.-C.)

Vol. II : annexes

Thèse soutenue publiquement par

Alexandre DISSER

Le 6 novembre 2014

Sous la direction de
Philippe DILLMANN
et la codirection de
Marc LEROY et Philippe FLUZIN

Membres du jury :

M. Philippe BARRAL, Professeur à l'Université de Franche-Comté, Examinateur
M. David BOURGARIT, Ingénieur de Recherche HDR au Ministère de la Culture, Rapporteur
M. Philippe DILLMANN, Directeur de Recherche au CNRS, Directeur de thèse
M. Philippe FLUZIN, Directeur de Recherche au CNRS, Codirecteur de thèse
M. Marc LEROY, Ingénieur de Recherche au Ministère de la Culture, Codirecteur de thèse
M. Michel REDDE, Directeur d'études à l'Ecole Pratique des Hautes Etudes, Président
Mme Catherine VERNA, Professeur à l'Université Paris VIII, Rapporteur

Table des matières

Annexe A : Résultats de datation radiocarbone..... 3

Annexe B : Identification de phases cristallines par cartographies EDS..... 9

Annexe C : Diffraction X sur fragments de minerai..... 15

Annexe D : Régression logistique : compléments et outils d'évaluation 21

Annexe E : Régression logistique : seuils d'attribution aux ensembles géochimiques 27

Annexe F : Résultats des analyses régressives réalisées dans le paragraphe 5.4.4.3. 33

Annexe G : Distinction des procédés sidérurgiques sur deux édifices médiévaux 41

Annexe H : Catalogue des déchets métalliques et produits sidérurgiques étudiés..... 61

MESSEIN - Les Noires Terres 61

LUDRES - Chaudeau.....191

CHAVIGNY - Le Haldat.....210

VELAINE-EN-HAYE - ZAC Herbue Chalin.....235

SAINT-DIZIER - Chêne-Saint-Amand 242

METZ - Tour de Mutte 252

DIEULOUARD - Le Vieux Pont 379

GONDREVILLE - Forêt Communale (parcelle 14).....419

ANR CIPIA 450

Annexe A :
Résultats de datation radiocarbone

Des datations radiocarbone ont été sollicitées dans deux contextes au cours de ce travail. La première série concerne les amas de scories découverts à l'occasion de prospections pédestres réalisées dans les secteurs du Barrois et de la vallée de la Bruche. Deux datations ont été effectuées pour les amas du bois de Tréveray (Meuse), une seule pour les amas du site du *Sapin Dessus* à Saales (Bas-Rhin).La seconde concerne quatre agrafes en fer de la tour de Mutte, sélectionnées afin de vérifier la pertinence de la démarche de sélection appliquée à l'entame de la partie 5.1.

Poznań, 13-06-2013

Report

on C-14 dating in the Poznań Radiocarbon Laboratory

Customer: **DISSER ALEXANDRE**
CNRS

LAPA, Bât. 637, CEA - Centre de Saclay
91191- GIF-SUR-YVETTE CEDEX
FRANCE

Job no.: 7077/13

Sample name	*Lab. no.*	*Age 14C*	*Remark*
TREVERAY2CHAR	Poz-54737	**1605 ± 20 BP**	
SAALESCHAR	Poz-54738	**1275 ± 30 BP**	
TREVERAY1CHAR	Poz-54739	**1620 ± 30 BP**	

Comments: Results of calibration of 14C enclosed

Head of the Laboratory

Prof. dr hab. Tomasz Goslar

Annexe A-1
Datations de ferriers

Results of calibration of 14C dates – order 7077/13.

Given are intervals of calendar age, where the true ages of the samples encompass with the probability of ca. 68% and ca. 95%. The calibration was made with the OxCal software.

OxCal v4.1.7 Bronk Ramsey (2010); r:5

Atmospheric data from Reimer et al (2009);

TREVERAY2CHAR R_Date(1605,20)

68.2% probability

415AD (24.6%) 440AD

485AD (43.6%) 532AD

95.4% probability

410AD (95.4%) 535AD

SAALESCHAR R_Date(1275,30)

68.2% probability

685AD (37.7%) 724AD

739AD (30.5%) 771AD

95.4% probability

661AD (92.8%) 782AD

790AD (2.6%) 809AD

TREVERAY1CHAR R_Date(1620,30)

68.2% probability

397AD (37.3%) 440AD

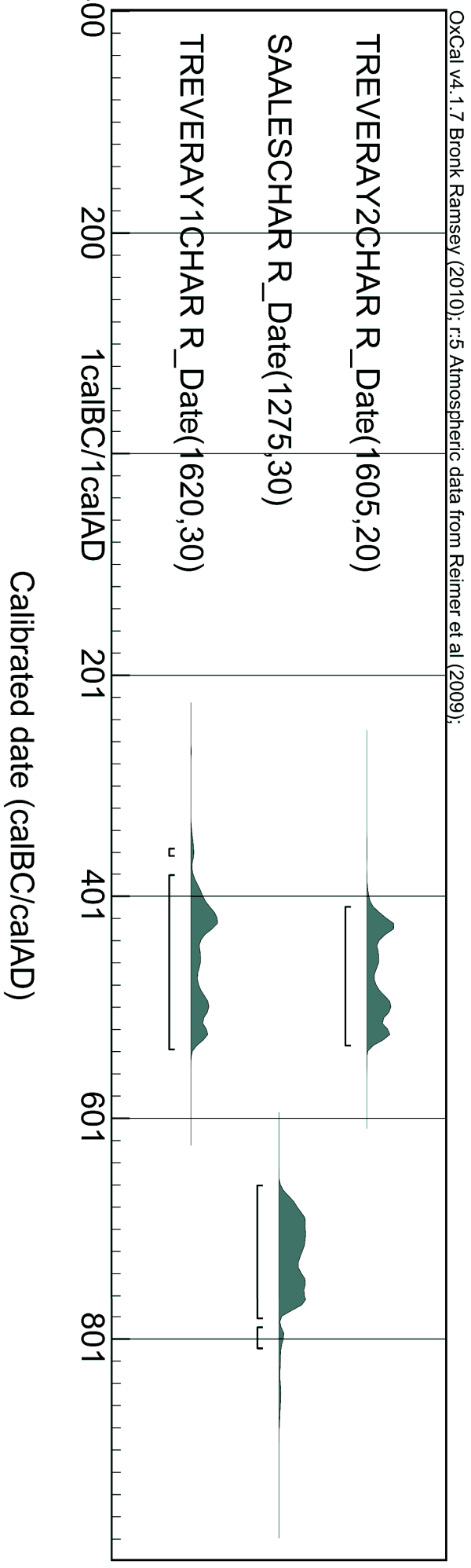
486AD (30.9%) 532AD

95.4% probability

357AD (0.9%) 364AD

382AD (94.5%) 539AD

Annexe A-1
Datations de ferriers

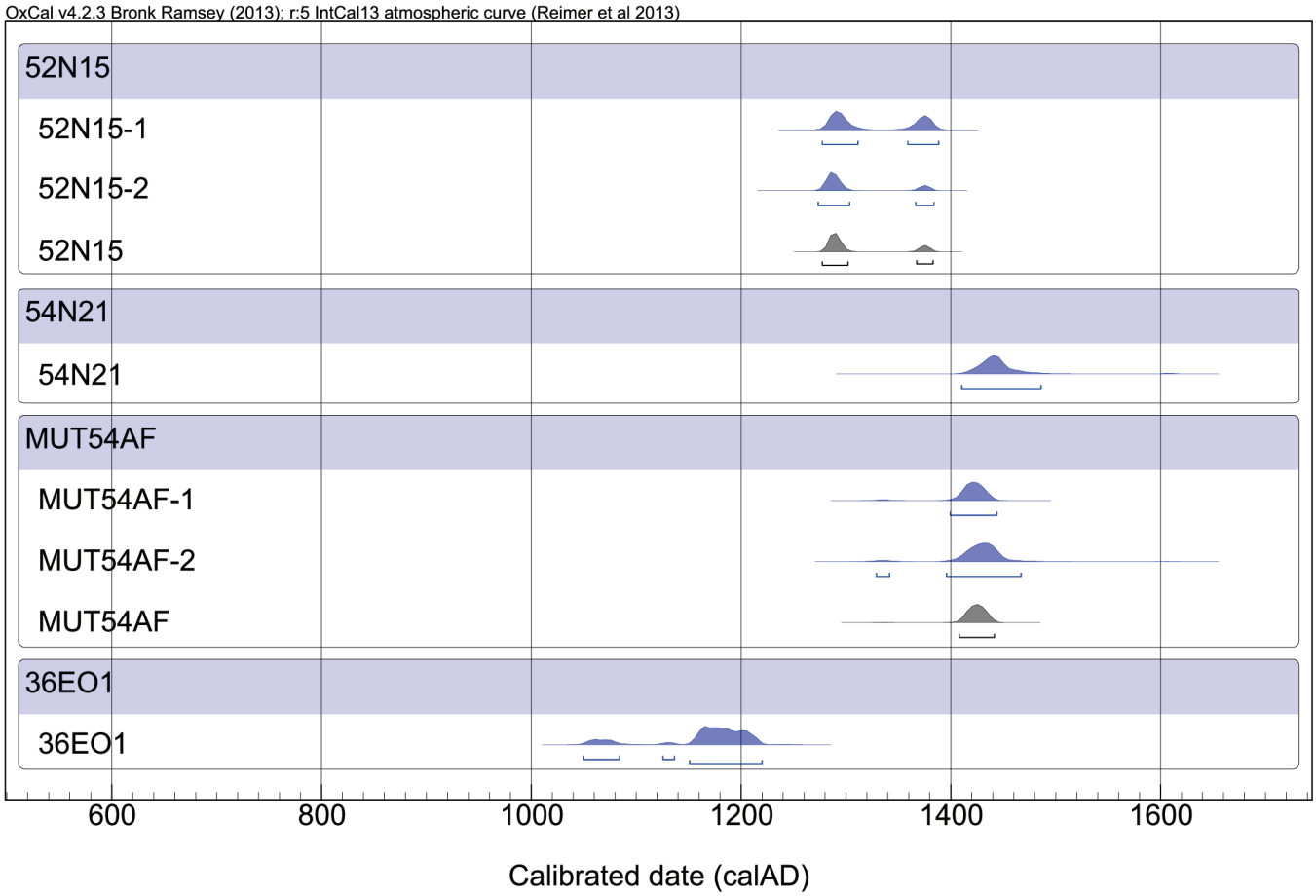


Annexe A-1
Datations de ferriers

Laboratoire de Mesure du Carbone 14
Bât 450 porte 4E
CEA Saclay
91191 Gif sur Yvette Cedex

Saclay, le 27 septembre 2013,

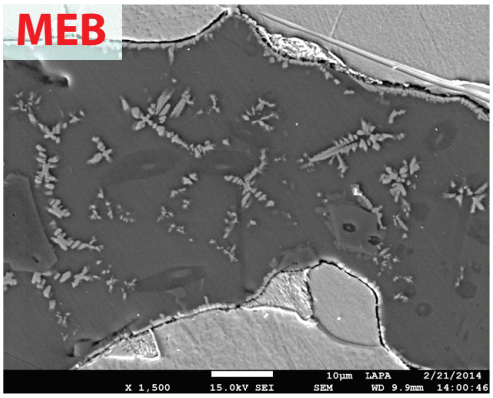
N° cible	référence échantillon	nature	mg C	$d^{13}C$	pMC corrigé du fractionnement			âge radiocarbone BP		
SacA33316	52N15-1	Acier Fe3C	0,56	-26,4	91,98	±	0,25	671	±	22
SacA33317	52N15-2	Acier Fe3C	0,80	-23,1	91,80	±	0,21	687	±	19
SacA33318	54N21-1	Acier Fe3C	0,22	-32,3	94,72	±	0,34	454	±	33
SacA33319	54N21-2	Acier Fe3C	0,11	-28,0	89,58	±	0,53	913	±	52
SacA33320	MUT54AF-1	Acier Fe3C	0,37	-27,7	93,84	±	0,28	511	±	24
SacA33321	MUT54AF-2	Acier Fe3C	0,19	-33,5	94,39	±	0,41	484	±	38
SacA33322	36E01	Acier Fe3C	0,53	-20,7	89,70	±	0,23	874	±	21

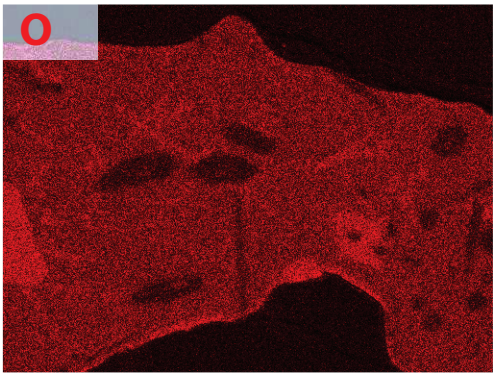


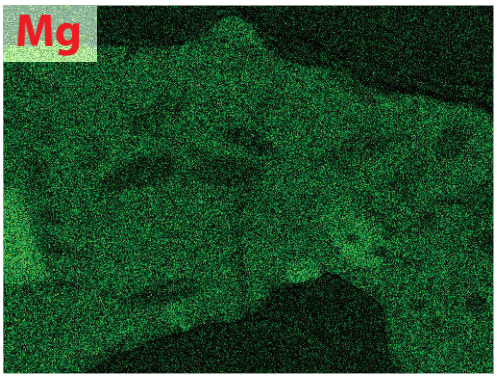
Annexe A-2
Datations de crampons - Metz

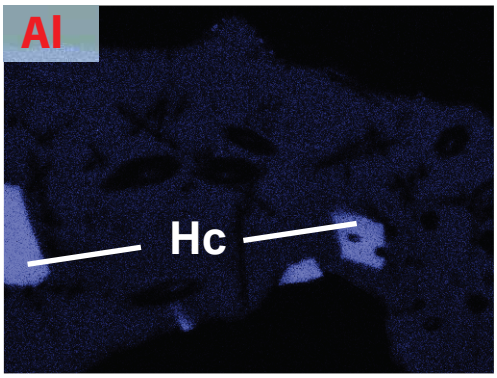
Annexe B :
Identification de phases cristallines par cartographies EDS

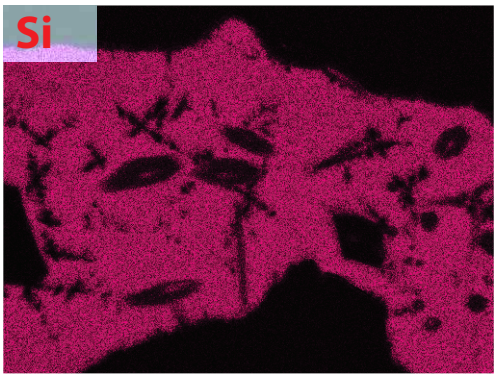
Divers espèces minérales ont été observées lors des examens micrographiques effectués. Du fait de la composition chimique particulière de la Minette (minerai «pauvre», peu riche en silice, et présentant de fortes teneurs en alumine et chaux), la scorie issue de sa réduction présente des faciès minéralogiques variés. Ces minéraux ont été identifiés, lors d'examens micrographiques, avec l'aide de Paul Merluzzo, ingénieur au Laboratoire d'Archéologie des Métaux de Jarville. Afin de confirmer l'identification des faciès observés, des cartographies élémentaires, ainsi que des analyses ponctuelles, ont été réalisés au MEB-EDS. Les quantifications effectuées ont été comparées aux compositions chimiques théoriques (obtenues sur le site http://webmineral.com/) des phases supposées. Nous présenterons, dans cette annexe, quelques faciès parmi les plus représentatifs des observations effectuées au cours de la thèse.

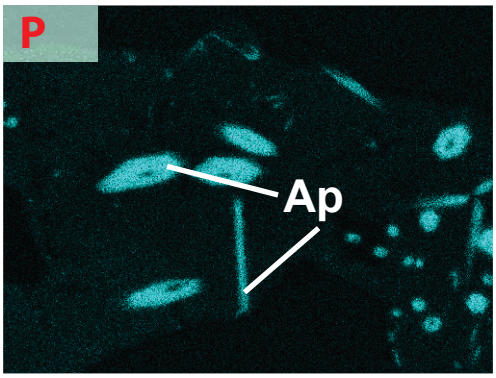


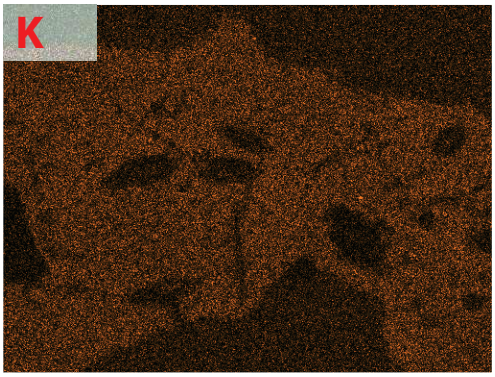


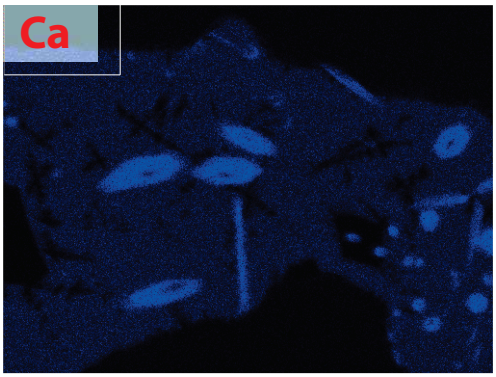


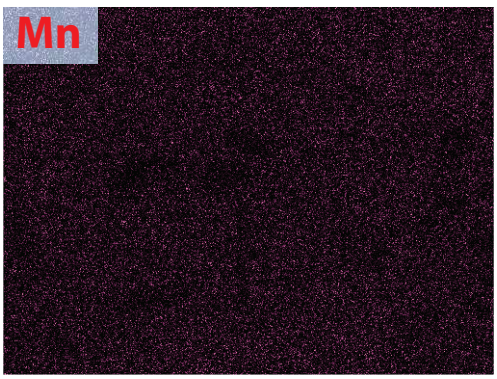


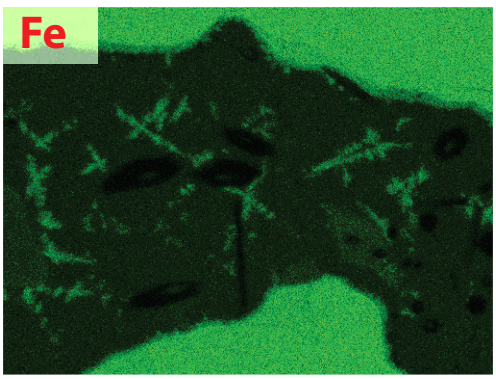










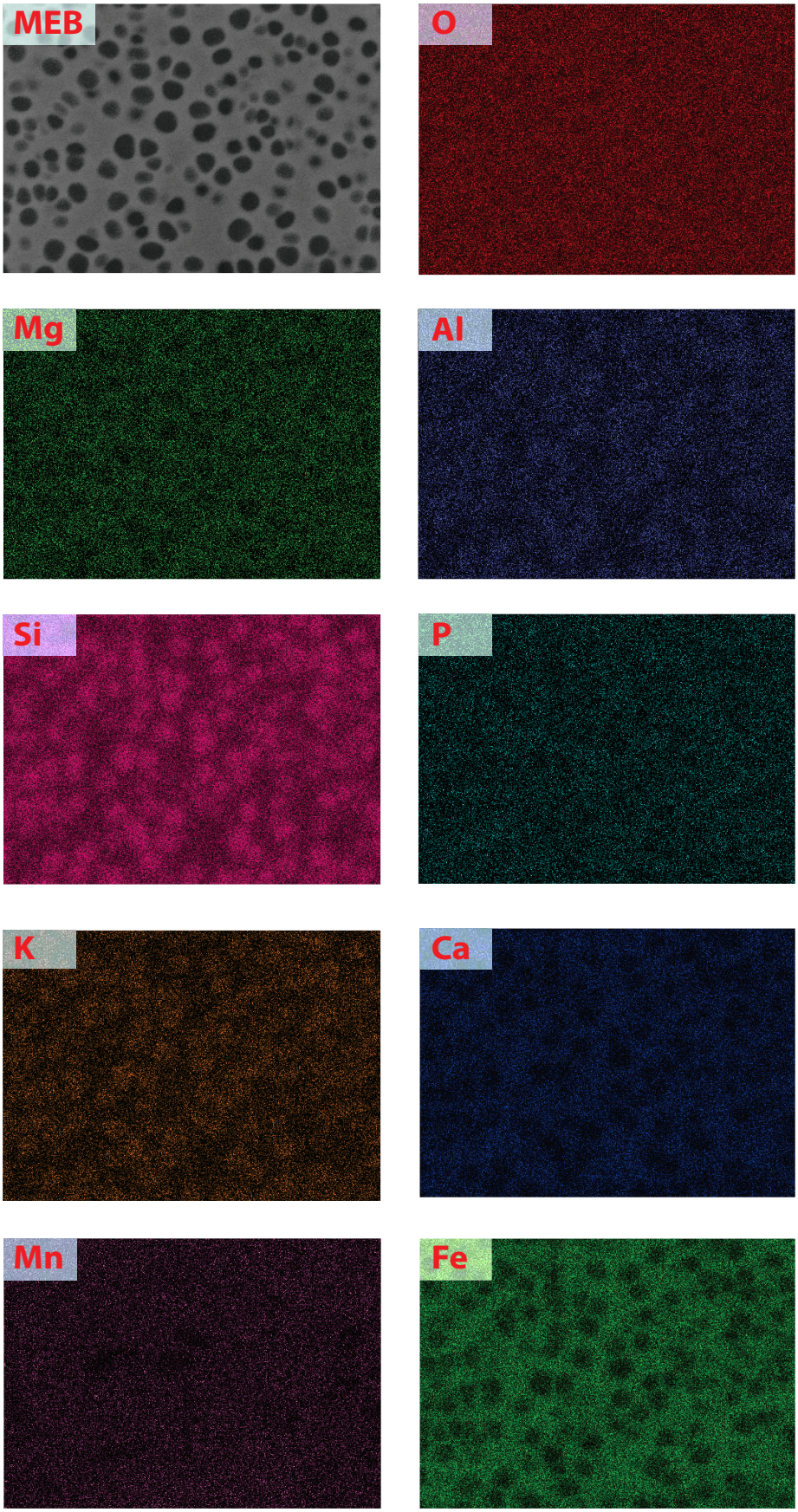


Annexe B-1
Hercynite, apatite

Hercynite (Hc)														
Formule brute	**Valeur**	Na_2O	MgO	Al_2O_3	SiO_2	P_2O_5	SO_3	ClO	K_2O	CaO	TiO_2	V_2O_5	MnO	FeO
$Fe^{2+}Al_2O_4$	Théorique	0,00	0,00	58,66	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	41,34
	Mesurée	0,00	2,96	51,45	0,93	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	1,10	0,00	43,56

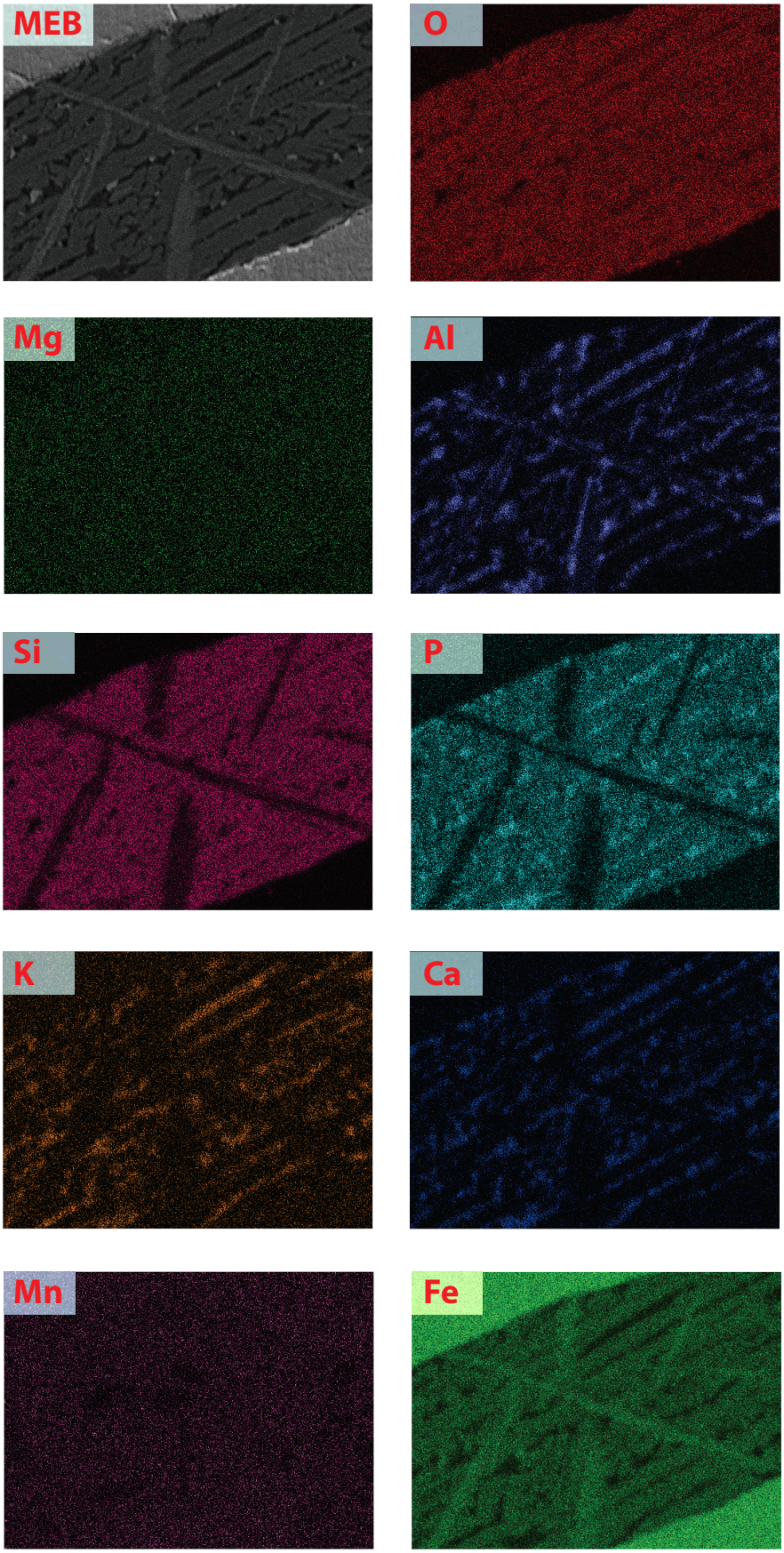
Apatite (Ap)														
Formule brute	**Valeur**	Na_2O	MgO	Al_2O_3	SiO_2	P_2O_5	SO_3	ClO	K_2O	CaO	TiO_2	V_2O_5	MnO	FeO
$Ca_5(PO_4)_3(OH,Cl,F)$	Théorique	0,00	0,00	0,00	0,00	42,22	0,00	0,00	0,00	55,60	0,00	0,00	0,00	0,00
	Mesurée	0,22	0,45	1,03	6,82	34,59	0,03	0,13	0,33	53,96	0,00	0,00	0,00	2,43

Note : Cartographies hyperspectrales réalisées sur une inclusion de scorie dans le crampon MUT52N15 (Tour de Mutte, Metz). Les quantifications réalisées par MEB-EDS confirment la nature minéralogique des phases hercynite et apatite, observées par le biais des examens micrographiques, auxquelles nous avons plusieurs fois fait référence au cours de ce travail. Les différences de composition chimique observées sont, dans les deux cas, relaitvement faibles. Elles sont principalement dues à des «effets de matrice», puisque le solide analysé n'est pas composé exclusivement de l'espèce minerale considérée . Ainsi la teneur en silice, dans le cas de l'apatite, est liée à la matrice silicatée dans laquelle les cristaux d'apatite se sont développés.



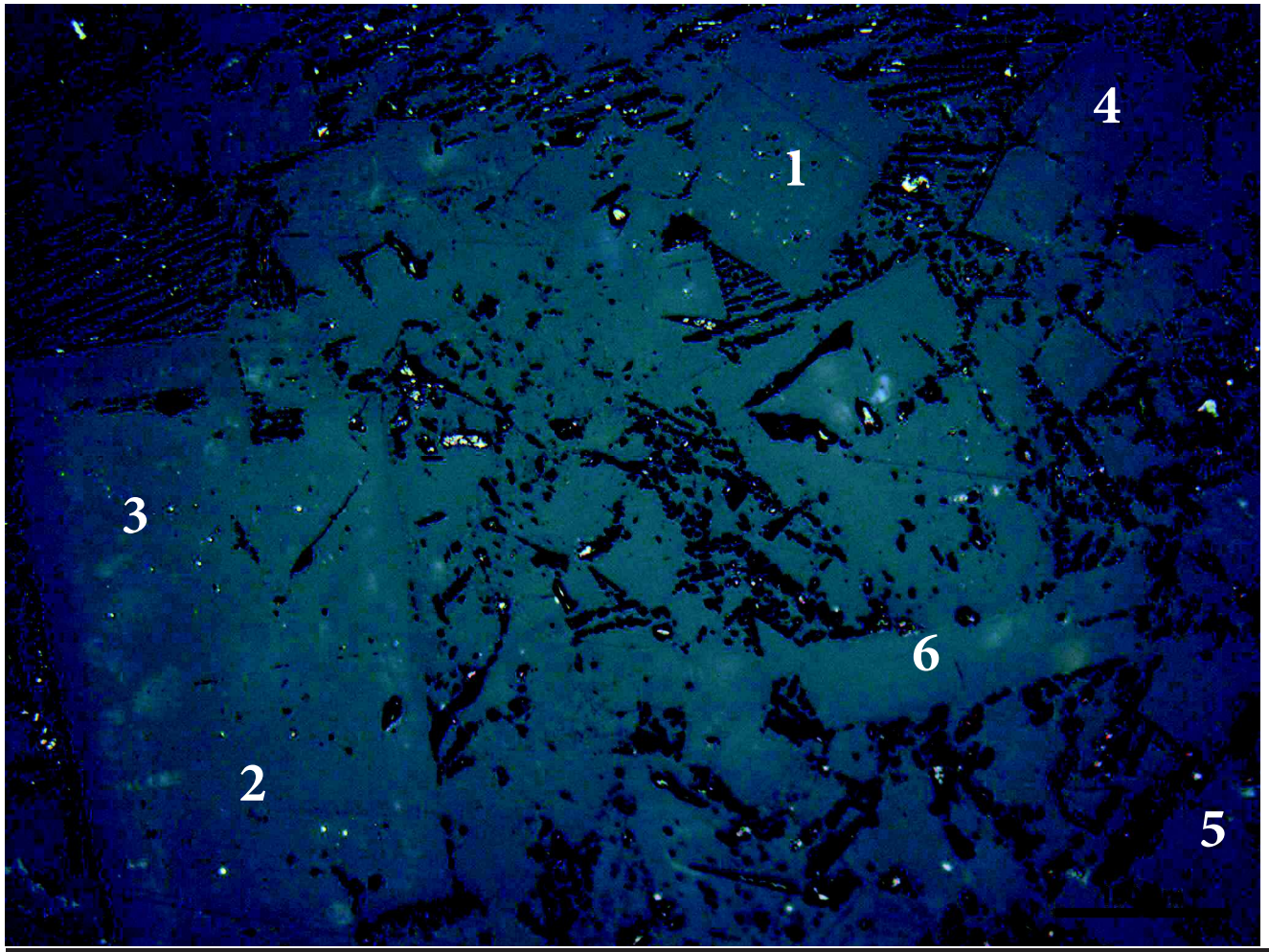
Note : Cartographies élémentaires réalisées sur une inclusion de scorie dans le crampon MUT56E23 (Tour de Mutte, Metz). Nous avons observé, à nombreuses reprises, des inclusions comportant des billes vitreuses au sein d'une matrice elle-même amorphe. Les cartographies élémentaires présentées confirment qu'il s'agit d'une démixtion de silice.

Annexe B-2
Démixtion de silice



Note : Cartographies élémentaires réalisées sur une inclusion de scorie dans le crampon 251A1 (Pont de Dieulouard). Nous avons observé, à nombreuses reprises, des inclusions des cristaux en «bâtonnets» ou en «aiguilles», qui ont été interprétées comme des cristaux de magnétite (spinelle ferrifère). Les cartographies élémentaires présentées montrent qu'ils sont bien composés majoritairement de fer et d'aluminium, ce qui conforte l'identification préalable. Les cristaux se sont ici développés dans une matrice fayalitique.

Annexe B-3
Fayalite et magnétite



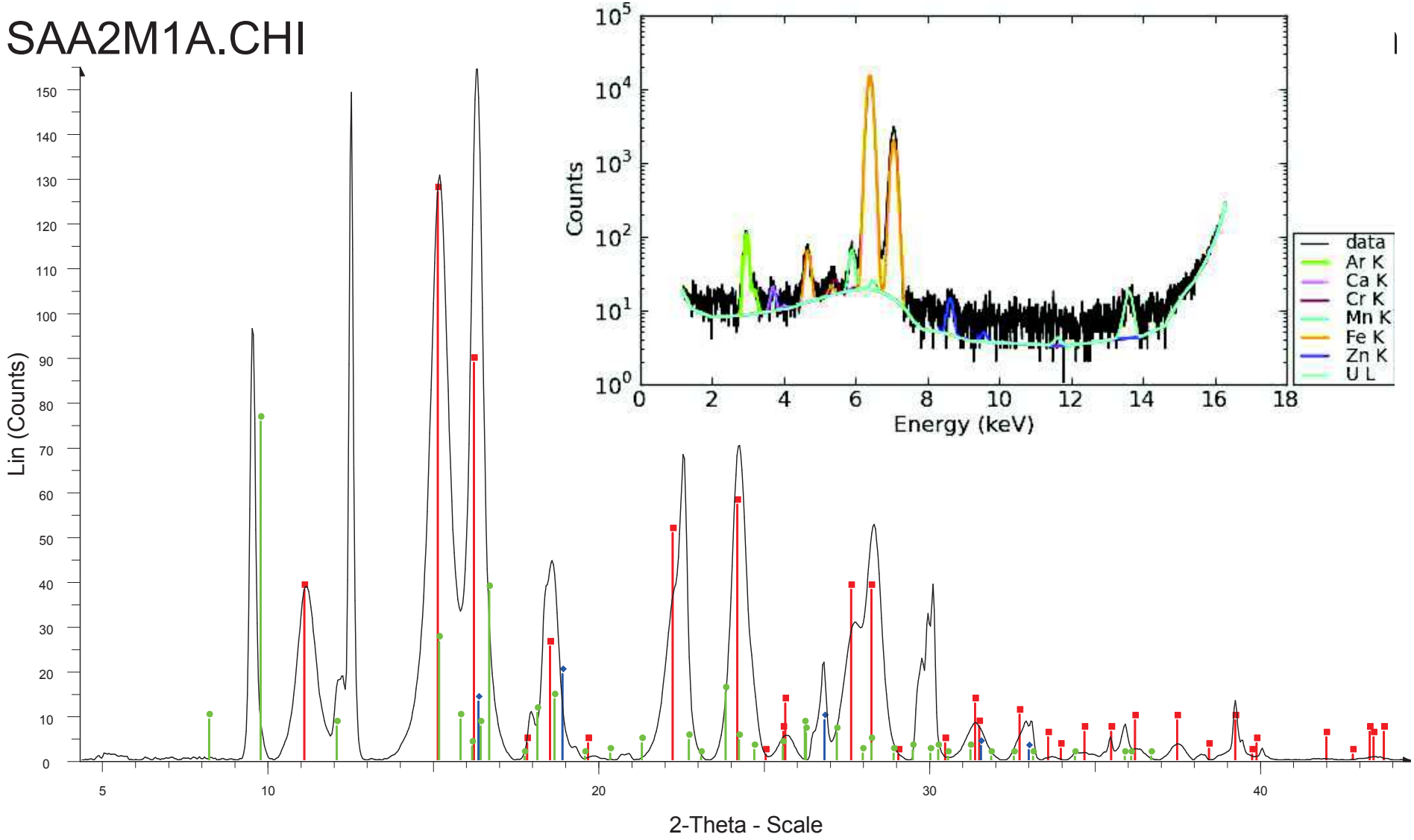
Note : Analyses EDS réalisés sur les cristaux composant la principale phase constitutive de la scorie adhérant à la coulure de fer ME-1960-F001. La composition chimique de ces cristaux correspond bien aux valeurs théoriques de la mélilite. Une seule différence notable pourtant : la quasi-absence de Na2O dans la scoreie de réduction. Ce composé n'est apporté par aucune composante du système de réduction dans lequel la scorie et la coulure se sont formées.

Formule brute	Valeur	Na_2O	MgO	Al_2O_3	SiO_2	P_2O_5	SO_3	ClO	K_2O	CaO	TiO_2	V_2O_5	MnO	FeO
$(Ca,Na)(Al,Mg,Fe^{2+})(Si,Al)_2O_7$	**Théorique**	5,78	4,51	20,90	33,59	0,00	0,00	0,00	0,00	31,35	0,00	0,00	0,00	2,68
	Mesure 1	0,22	3,08	17,12	33,07	1,09	0,00	0,00	1,33	38,24	0,19	0,31	0,74	4,61
	Mesure 2	0,16	3,11	17,34	33,32	1,27	0,00	0,00	1,26	38,99	0,18	0,29	0,75	3,34
	Mesure 3	0,30	2,90	18,37	32,23	0,89	0,00	0,03	1,23	38,26	0,23	0,23	0,75	4,59
	Mesure 4	0,14	2,71	16,00	33,08	1,62	0,00	0,00	1,47	37,89	0,37	0,40	0,92	5,41
	Mesure 5	0,22	3,07	17,44	32,50	0,89	0,00	0,00	1,38	38,47	0,22	0,27	0,74	4,78
	Mesure 6	0,22	2,80	15,50	32,84	1,67	0,00	0,00	1,68	38,25	0,42	0,41	0,80	5,40

Annexe C :
Diffraction X sur fragments de minerai

Des fragments de roche interprétés comme des minerais potentiels à l'occasion des prospections effectuées dans le cadre de la thèse ont fait l'objet d'une caractérisation structurale par diffraction des rayons X (effectuée par Eddy Foy - LAPA/SIS2M UMR 3299). Nous présenterons dans cette annexe les diffractogrammes obtenus pour deux fragments de minerai collectés sur le site de *Sapin Dessus* à Saales (Bas-Rhin) et d'un fragment de minerai collecté sur les amas de scorie du bois de Tréveray (Meuse). Ces diffractogrammes permettent d'une part de valider la qualité de «minerai» de ces roches, et d'autre part d'identifier leurs constituants ferrugineux. Des spectres de fluorescence X ont été adjoints aux diffractogrammes afin d'acquérir une appréciation qualitative de la composition chimique des fragments de minerai.

SAA2M1A.CHI



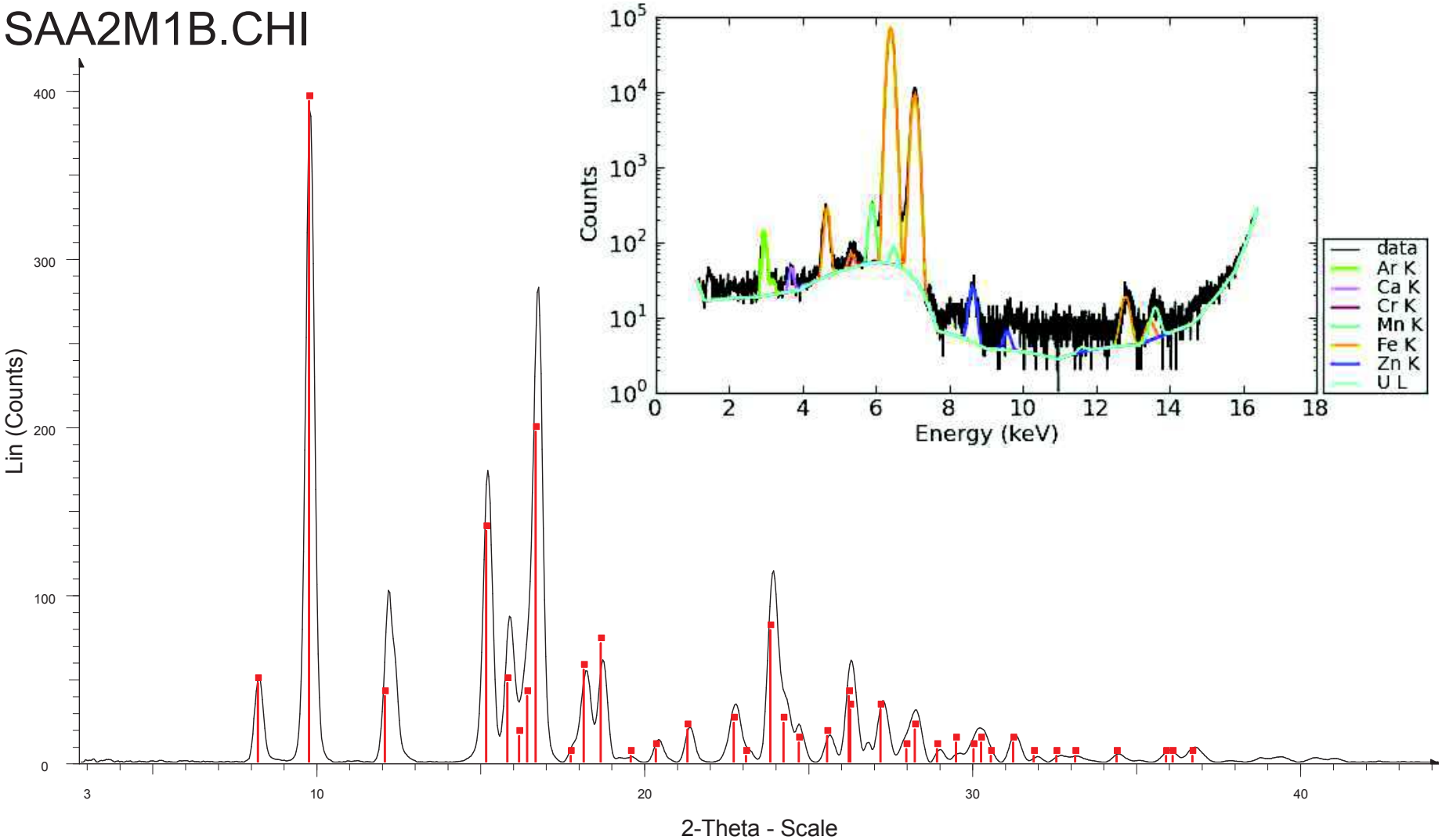
SAA2M1A.CHI Ascii 2é/i converti par L2RAAscii 2é/i converti par L2RAW - File: SAA2M1A.RAW - Type: 2Th/Th locked - Start: 4.319 °- End: 44.573 °- Step: 0.037 °- Step time: 1. s - Tem p.: 25 ℃ (R
Operations: Background 0.380,0.000 | Import

00-033-0664 (*) - Hematite, syn - Fe2O3 - Y: 82.13 % - d x by: 1. - WL: 0.70932 - Rhombo.H.axes - a 5.03560 - b 5.03560 - c 13.74890 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - R-3c (167) - 6 - 30

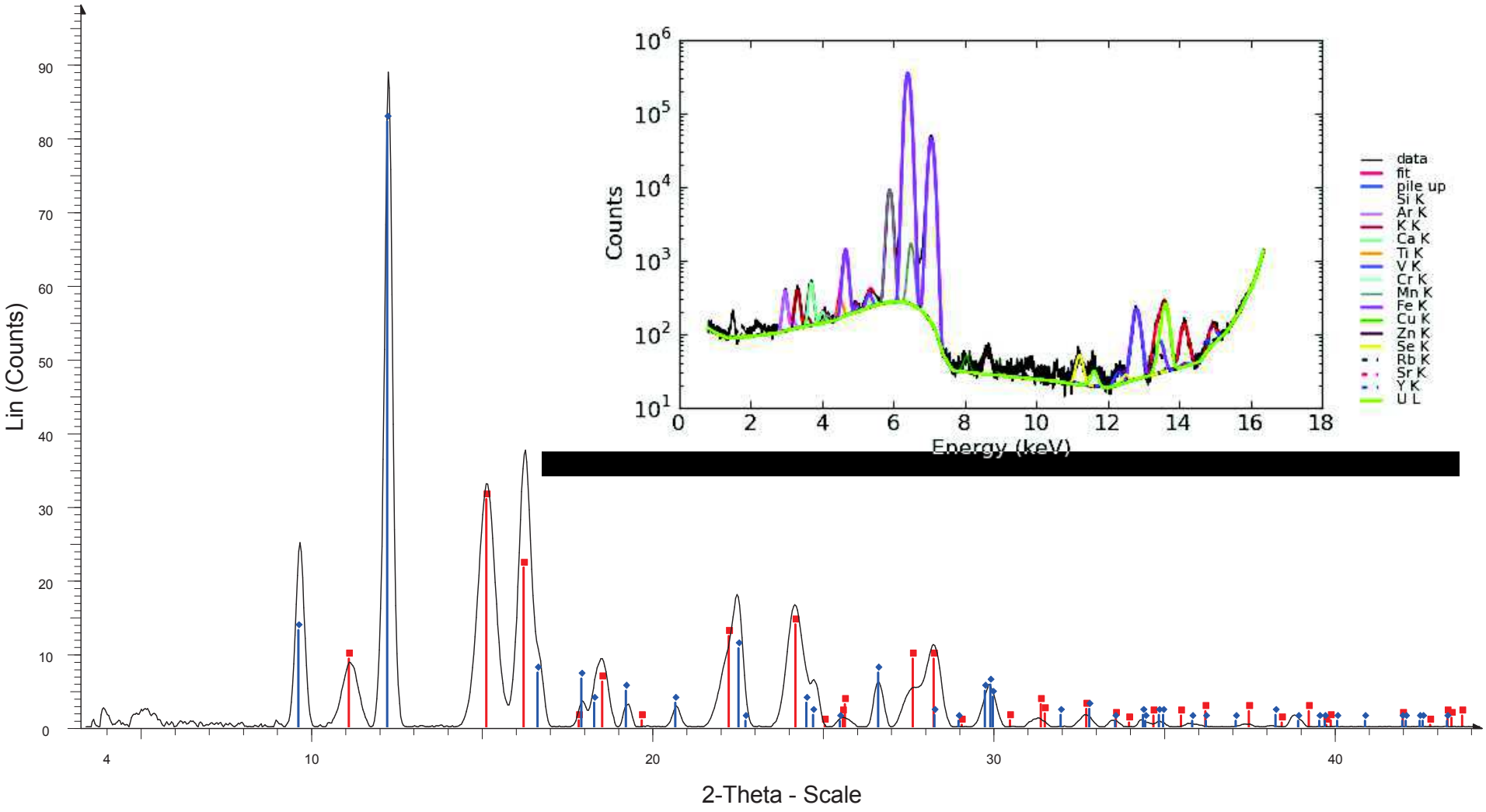
01-089-0687 (C) - Wuestite, syn - FeO - Y: 12.44 % - d x by: 1. - WL: 0.70932 - Cubic - a 4.32600 - b 4.32600 - c 4.32600 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Face-centered - Fm-3m (225) - 4 - 80.9580 -

00-029-0713 (I) - Goethite - Fe+3O(OH) - Y: 48.96 % - d x by: 1. - WL: 0.70932 - Orthorhombic - a 4.60800 - b 9.95600 - c 3.02150 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Primitive - Pbnm (62) - 4 - 138.618

SAA2M1B.CHI



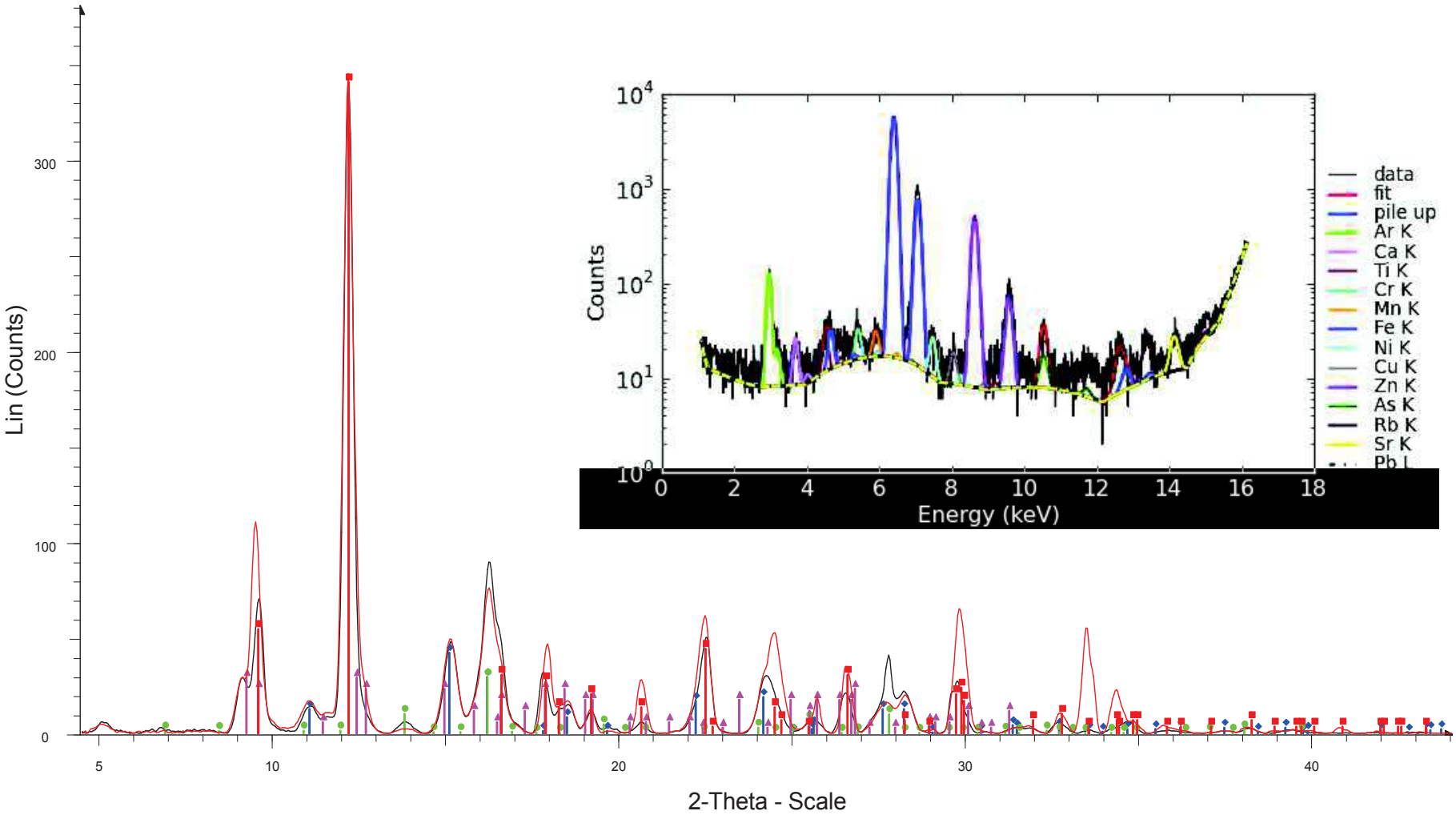
SAA2M1B.CHI Ascii 2é/i converti par L2RAAscii 2é/i converti par L2RAW - File: SAA2M1B.RAW - Type: 2Th/Th locked - Start: 2.756 °- En d: 44.233 °- Step: 0.037 °- Step time: 1. s - Tem p.: 25 ℃ (R
Operations: Background 0.380,0.000 | Import
00-029-0713 (I) - Goethite - Fe+3O(OH) - Y: 101.46 % - d x by: 1. - WL: 0.70932 - Orthorhombic - a 4.60800 - b 9.95600 - c 3.02150 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Primitive - Pbnm (62) - 4 - 138.61



SAALES1.CHI Ascii 2é/i converti par L2RAAscii 2é/i converti par L2RAW - File: SAALES1.RAW - Type: 2Th/Th locked - Start: 3.238 °- En d: 44.308 °- Step: 0.037 °- Step time: 1. s - Tem p.: 25 ℃ (Room
Operations: X Offset 0.092 | Background 2.138,0.000 | Import

00-033-0664 (*) - Hematite, syn - Fe2O3 - Y: 34.78 % - d x by: 1. - WL: 0.70932 - Rhombo.H.axes - a 5.03560 - b 5.03560 - c 13.74890 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - R-3c (167) - 6 - 301.

00-046-1045 (*) - Quartz, syn - SiO2 - Y: 92.50 % - d x by: 1. - WL: 0.70932 - Hexagonal - a 4.91344 - b 4.91344 - c 5.40524 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - P3221 (154) - 3 - 113.010 - I/Ic



TRE1A.CHI Ascii 2é/i converti par L2RAAscii 2é/i converti par L2RAW - File: TRE1A.RAW - Type: 2Th/Th locked - Start: 4.501 °- End: 43.403 °- Step: 0.037 °- Step time: 1. s - Temp. : 25 °C (Room)
Operations: X Offset -0.046 | Background 0.550,0.000 | Import

TRE1C.CHI Ascii 2é/i converti par L2RAAscii 2é/i converti par L2RAW - File: TRE1C.RAW - Type: 2Th/Th locked - Start: 4.530 °- End: 44.166 °- Step: 0.037 °- Step time: 1. s - Temp. : 25 °C (Room)
Operations: Y Scale Mul 0.708 | X Offset -0.061 | Background 0.550,0.000 | Import

00-046-1045 (*) - Quartz, syn - SiO2 - Y: 98.71 % - d x by: 1. - WL: 0.70932 - Hexagonal - a 4.91344 - b 4.91344 - c 5.40524 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - P3221 (154) - 3 - 113.010 - I/

00-033-0664 (*) - Hematite, syn - Fe2O3 - Y: 12.21 % - d x by: 1. - WL: 0.70932 - Rhombo.H.axes - a 5.03560 - b 5.03560 - c 13.74890 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - R-3c (167) - 6 - 30

00-039-1346 (*) - Maghemite-C, syn - Fe2O3 - Y: 8.46 % - d x by: 1. - WL: 0.70932 - Cubic - a 8.35150 - b 8.35150 - c 8.35150 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Primitive - P4132 (213) - 10 - 582.497 -

00-038-0385 (I) - Wulfingite - epsilon-Zn(OH)2 - Y: 8.45 % - d x by: 1. - WL: 0.70932 - Orthorhombic - a 8.49000 - b 5.16200 - c 4.91700 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Primitive - P212121 (19) - 4 -

Annexe D :
Régression logistique : compléments et outils d'évaluation

Les annexes suivantes portent sur l'application de la régression logistique dans le cadre de ce travail de thèse. La première présente en détail plusieurs outils qui nous ont été très utiles lors du développement de l'approche discriminante employée. Les premiers (partie 1) nous ont permis de comparer plusieurs modèles, afin de sélectionner celui qui apparaissait le mieux adapté à nos questionnements. Les autres (partie 2) ont été employés à évaluer la capacité prédictive de la méthode. La méthode de rééchantillonnage *jackknife*, en fait également partie. Toutefois, son emploi s'étant étendu à la définition des seuils d'attribution largement employés dans notre approche inférentielle, nous avons pris le parti de le présenter dans le corps du volume I de ce manuscrit.

1) Sélection et validation du modèle

Nous avons présenté, dans le chapitre 2 du volume I de ce manuscrit, le principe ainsi que les moyens de représentation des résultats de l'analyse régressive logistique. Nous nous intéresserons ici aux méthodes disponibles pour définir un modèle qui semble décrire au mieux le phénomène étudié. Il s'agit d'évaluer l'effet des variables explicatives sur la variable expliquée. L'importance de cet effet permet d'évaluer la pertinence du choix des variables intégrées au modèle. Il est également possible de comparer plusieurs modèles afin de choisir celui qui apparaît comme le plus parcimonieux[1].

Evaluation de la significativité des coefficients estimés sur la prédiction

Une fois le modèle constitué, on voudra s'intéresser en premier lieu à la qualité du modèle en soi, c'est-à-dire à sa capacité à s'ajuster au jeu de données. Ceci consiste à évaluer la significativité de chaque coefficient b_k sur la prédiction Y_i, en vue de retirer éventuellement du modèle les coefficients les moins significatifs. Le test repose dans ce cas sur le Chi² de Wald. Il s'agit là du moyen le plus aisé pour évaluer individuellement la significativité des prédicteurs. Pour cette raison, le Chi² est privilégié par les logiciels de statistique, et plus particulièrement par R, pour exprimer les statistiques d'un modèle. Pour un coefficient estimé b_k d'écart-type σ_{b_k}, cette valeur est :

$$\chi^2_{Wald} = \left(\frac{b_k}{\sigma_{b_k}}\right)^2$$

Comparaison de modèles

Plusieurs méthodes de comparaison de modèles sont par ailleurs disponibles . Les notions de sélection et d'évaluation d'un modèle sont fortement interdépendantes. Pour définir le « meilleur » modèle, on adopte généralement une démarche itérative qui vise à évaluer la vraisemblance d'un modèle constitué à partir de différents vecteurs de variables. Cela permet d'évaluer la qualité relative de l'ajustement par rapport aux autres cas de figure. Plusieurs outils d'évaluation sont disponibles pour estimer la vraisemblance d'un modèle de régression donné ; nous en décrirons les conditions d'application et estimerons leur potentiel informatif. Il faut toutefois distinguer deux configurations :

- **Les modèles comparés sont emboîtés**

Considérons les modèles A et B, tels que le modèle A est une simplification du modèle B, en ce sens qu'on aura retiré à ce dernier une ou plusieurs variables explicatives. La statistique qui est généralement employée pour comparer ces deux modèles est la déviance. Cette grandeur compare la vraisemblance d'un modèle estimé (ce sont les modèles « réels » que nous constituons en pratique) à celle d'un modèle théorique dit *saturé*, qui s'ajusterait parfaitement à toutes les données observées. En d'autres termes, la déviance D est une mesure de l'ajustement du modèle pratique qui s'exprime ainsi :

[1] Nous entendons par là le modèle qui s'ajuste au mieux aux données tout en mobilisant le nombre de paramètres le plus réduit possible.

$$D = -2\left(logV_{(modèle\ estimé)} - logV_{(modèle\ saturé)}\right)$$

où *logV* représente le logarithme de la fonction de vraisemblance*.

Plus la déviance d'un modèle est importante, moins celui-ci se révèlera performant pour prédire Y_i. Cette grandeur n'est pas standardisée, il est ainsi impossible de l'employer pour comparer des modèles non emboîtés, ni pour évaluer un modèle de manière absolue.

Cette grandeur est toutefois pertinente dans le cas de modèles emboîtés. La comparaison repose ainsi sur le principe de décroissance de la déviance entre les modèles considérés. Cette dernière est appelée généralement *test de rapport de vraisemblance.* La relation s'exprime ainsi :

$$\Delta_{(A-B)} = D_{(A)} - D_{(B)}$$

où $\Delta_{(A-B)}$est la décroissance de la déviance. La déviance peut s'interpréter comme un Chi² : si le modèle A contient *k* variables explicatives et le modèle B *n* variables explicatives, alors la décroissance peut s'interpréter comme un Chi² à (*n* – *k*) degrés de liberté[2], et donner la probabilité critique de rejet de l'hypothèse nulle H_0 « le modèle B n'est pas mieux ajusté au jeu de données que le modèle A », dans le cadre du test de rapport de vraisemblance. Si le test du Chi² est significatif, on choisira le modèle B, qui est le plus complexe. En effet, la différence de vraisemblance entre les deux modèles est suffisamment grande pour justifier le fait d'inclure plus de paramètres dans le modèle.

Ce principe général peut être avantageusement adapté à l'estimation de la vraisemblance d'un modèle donné, sans objectif de comparaison. On considère le cas particulier pour lequel le modèle A ne contient aucun prédicteur. Le modèle s'exprime donc uniquement par la constante β_0. En comparant le modèle A à 0 variables et le modèle B à *n* variables, la décroissance peut s'interpréter comme un Chi² à *n* degrés de liberté. On teste ainsi l'hypothèse H_0 « Le modèle n'est pas ajusté aux données ».

- **Les modèles comparés ne sont pas emboîtés**

D'autres moyens de comparaison de modèles ont été envisagés, parmi lesquels le plus connu et usité est le Critère d'Information d'Akaike (AIC). Contrairement aux méthodes décrites précédemment, les critères d'information ne mettent pas en jeu d'hypothèses statistiques, mais se proposent d'établir une grandeur fixée directement par la vraisemblance du modèle et par le nombre de paramètres composant ce dernier. Le principal avantage pratique de ce type d'indicateurs est que la comparaison des modèles n'est pas astreinte à la condition d'emboîtement. Il reste toutefois limité par la condition d'appliquer la comparaison entre des modèles décrivant le même jeu de données[3]. Il est important de garder à l'esprit qu'à l'instar de la déviance, les valeurs des critères d'information ne sont pas standardisées. De plus, la valeur absolue de ces derniers n'est en soit pas porteuse d'information, ce sont les différences relatives entre les indices calculés pour les modèles comparées qui sont importantes. Nous ne détaillerons pas ici les considérations théoriques ayant conduit à l'élaboration de l'AIC[4] ; ce dernier est toutefois défini de la manière suivante :

$$AIC = -2\log V + 2k$$

où V représente la valeur maximale de la vraisemblance du modèle et *k* le nombre de paramètres.

[2] Si n>k ; dans le cas contraire, il faut considérer (*k* – *n*) degrés de liberté.
[3] Défini par les *p* mêmes variables et les *n* mêmes individus.
[4] Le lecteur pourra se référer à sa description précise dans Burnham et Anderson 2002, pp. 60-64.

Alors que le critère AIC permet de classer des modèles du plus parcimonieux au plus mauvais, il faut garder à l'esprit qu'il n'est pas possible d'estimer, dans le cas de modèles non emboîtés, le risque associé au fait de privilégier un modèle par rapport aux autres[5].

La déviance, le Chi² de Wald ainsi que le critère AIC sont exprimés dans les statistiques de chaque modèle logistique que nous avons généré au moyen de l'algorithme `bayesglm` (logiciel R).

2) Capacité prédictive de la méthode

S'il est important de pouvoir évaluer la validité ainsi que la justesse du modèle envisagé, il est également nécessaire de déterminer quel est sa valeur prédictive. Nous entendons par là qu'il est essentiel, lorsque l'on cherche à connaître la provenance d'un artefact, d'estimer quels sont les risques de se tromper. Ceci peut être tout d'abord appréhendé, lors de la construction du modèle à partir d'un corpus d'apprentissage, au moyen des probabilités d'attribution *a posteriori* des individus du corpus de référence à une classe donnée. Dans le cas présent, nous chercherons à déterminer, à travers un exemple fictif, si tous les échantillons du corpus d'apprentissage (composé par des échantillons caractérisant des Espaces Sidérurgiques) sont correctement attribués à leur classe respective. Puisque nous nous trouvons dans un cadre binomial, et en fonction de nos questionnements, les classes respectives sont au nombre de deux : « *Espace A* » et « *Espace B* ». Le corpus de référence est employé dans ce cadre comme un **corpus d'apprentissage**.

Construction d'une matrice de confusion

En pratique on confronte les résultats obtenus avec les valeurs attendues. En classant les individus en fonction de ces deux paramètres, une matrice de confusion est constituée. Un exemple fictif est donné par le Tab. XX pour une population de 100 échantillons.

		Résultats obtenus	
		Espace A	Espace B
Résultats attendus	Espace A	57(VP[6])	6(FN)
	Espace B	3(FP)	34(VN)

Exemple fictif de matrice de confusion pour la classification d'Espaces Sidérurgiques

[5] Ce qu'il est possible de faire dans le cadre d'un test de rapport de vraisemblance, puisque la probabilité critique de rejet de l'hypothèse est calculée.

[6] Abréviations du Tab. XX :
VP = Vrais Positifs : représente ici le nombre d'échantillons *Espace A* classés à raison en *Espace A* ;
FP = Faux Positifs : représente ici le nombre d'échantillons *Espace B* classés à tort en *Espace A ;*
FN = Faux Négatifs : représente ici le nombre d'échantillons *Espace A* classés à tort en *Espace B ;*
VN = Vrais Négatifs : représente ici le nombre d'échantillons *Espace B* classés à raison en *Espace B.*

Des indicateurs permettent d'évaluer la qualité de la classification dans ce cas. Nous nous intéresserons plus particulièrement à deux d'entre eux :

- La sensibilité : la sensibilité est, dans ce cas, la capacité du modèle à attribuer correctement les échantillons que l'on sait *a priori* caractéristiques de l'*espace A* à cette classe précise. On peut donc dire que la sensibilité est dans ce cas le rapport des échantillons de l'*espace A* correctement attribués sur l'ensemble des échantillons appartenant effectivement à cet espace; l*a* sensibilité s'exprime ainsi :

$$Se = \frac{VP}{VP + FN}$$

- La spécificité : la spécificité représente quant à elle la capacité du modèle à attribuer les individus définis *a priori* comme *Autre* à cette classe. Par rapport à la question posée, que l'on peut formaliser ainsi : « *Quelle est la probabilité que l'individu en question puisse en réalité appartenir au domaine chimique de l'espace A ?* », on peut estimer également que la spécificité exprime le potentiel discriminatoire du modèle, c'est-à-dire ca capacité à exclure les autres espaces sidérurgiques du domaine chimique de l'*Espace A.* La spécificité est ainsi le rapport du nombre d'échantillons *Espace B* correctement attribués sur le nombre total d'individus appartenant effectivement à la classe *Espace B*. La spécificité Sp est ainsi :

$$Sp = \frac{VN}{VN + FP}$$

Ces deux valeurs statistiques sont d'une importance cruciale pour définir la capacité prédictive du modèle. Le modèle le plus pertinent est ainsi celui qui offre le meilleur compromis entre ces deux qualités. Il est ainsi nécessaire, pour estimer la capacité prédictive du modèle, de les prendre en compte simultanément. Un outil est dédié en particulier à cet usage : la courbe ROC (pour *Receiver Operating Characteristics)*[7].

Courbe ROC et aire sous la courbe

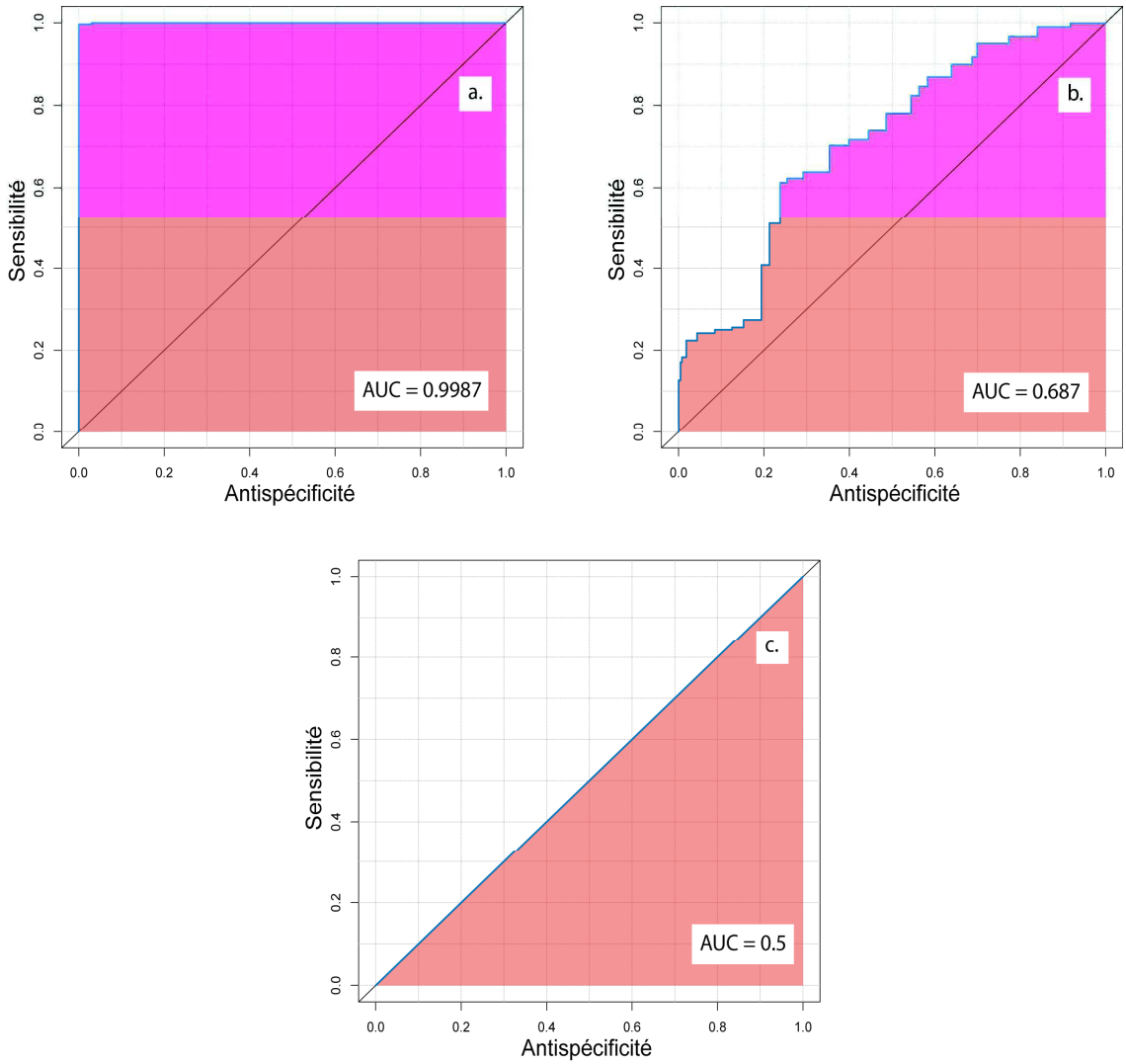
Cet outil présente le double avantage d'être simple à mettre en œuvre et à interpréter. On représente graphiquement l'évolution de la sensibilité Se en fonction de l'antispécificité $1 - Sp$ selon le seuil du test qui correspond dans notre cas à P_i pour chaque individu i. L'origine de cette courbe est le point de coordonnées (0,0)[8], sa borne supérieure est le point de coordonnées (1,1)[9]. Ainsi, un modèle parfait du point de la classification est représenté par une courbe passant par le point (0,1)[10]. On voudra donc disposer d'un modèle qui se rapproche le plus possible de ce point. Il est possible d'exprimer la qualité du modèle évalué en calculant l'aire sous la courbe ROC, dénommée AUC (*Area Under Curve*)[11] :

$$AUC = \int_0^1 Se_i d\,(1 - Sp_i)$$

Plus la valeur de l'AUC s'approchera de 1, meilleure sera la capacité prédictive du modèle. Au contraire, plus cette valeur s'approche de 0,5, moins cette capacité sera bonne. Nous illustrons ces propos par les quelques cas de figure présentés dans la Fig. XX.

[7] L'outil est décrit très précisément dans Krzanowski et Hand 2009.
[8] Représente le cas fictif extrême pour lequel le modèle n'indiquera aucun faux positif, mais également aucun vrai positif.
[9] Représente le cas fictif extrême pour lequel le modèle n'indiquera aucun faux négatif, mais également aucun vrai négatif.
[10] Représente le cas d'un modèle ne prédisant aucun faux positif, ni aucun faux négatif.
[11] Krzanowski et Hand 2009, p. 26.

La courbe ROC, se construisant à partir de statistiques communes aux méthodes prédictives, peut également servir d'outil d'intercomparaison de la qualité prédictive entre plusieurs méthodes afin de privilégier la plus performante.



Exemples de courbes ROC pour : a. un modèle quasi-« parfait », b. un modèle médiocre, c. un modèle dit aléatoire

Annexe E :
Régression logistique : seuils d'attribution aux ensembles géochimiques

Les tableaux présentés dans cette annexe figurent les résultats obtenus à l'issue du calcul des seuils d'attribution, dont la démarche a été décrite dans le sous-paragraphe 2.3.4.3.8. Rappelons qu'il s'agit d'exécuter une procédure de rééchantillonnage, en retirant successivement du corpus d'apprentissage chaque individu le constituant. Celui-ci est considéré comme un échantillon dont l'attribution, à l'une ou l'autre des deux classes définies dans le modèle logistique, est questionnée. L'objectif est ici de définir le seuil de probabilité *Pi* à partir duquel tous les individus sont justement attribués. Ce seuil est mis en évidence, dans chaque tableau, par un surlignage vert.

Deux séries de tests de type *jackknife* ont été réalisées. La première concerne le référentiel géochimique constitué pour la Lorraine dans le chapitre 3. Il comporte 188 individus. Rappelons que ce référentiel a été utilisé dans la quasi-totalité des cas d'étude (chapitres 4 et 5). La seule exception concerne l'étude réalisée sur les demi-produits et bandages de roue des âges du Fer dans le cadre du programme CIPIA. Le référentiel a alors été étendu par le rajout de trois ensembles de production. Ce second jeu de données comporte 250 individus.

Référentiel géochimique -

Espace lorrain

Minette						
Seuil	JUSTE		FAUX		NON PREDIT	
	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre
0,5	99,47	187	0,53	1	0	0
0,6	99,47	187	0,53	1	0	0
0,7	99,47	187	0,53	1	0	0
0,74	98,4	185	0,53	1	1,06	2
0,75	98,4	185	0	0	1,6	3
0,8	97,87	184	0	0	2,13	4
0,9	96,81	182	0	0	3,2	6
0,95	93,62	176	0	0	6,38	12

Fer fort						
Seuil	JUSTE		FAUX		NON PREDIT	
	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre
0,5	99,47	187	0,53	1	0	0
0,6	98,94	186	0,53	1	0,53	1
0,65	98,4	185	0,53	1	1,06	2
0,66	97,87	184	0,53	1	1,6	3
0,67	97,87	184	0,53	1	1,6	3
0,68	97,87	184	0	0	2,13	4
0,7	97,87	184	0	0	2,13	4
0,8	96,81	182	0	0	3,19	6
0,9	95,74	180	0	0	4,26	8
0,95	93,09	175	0	0	6,91	13

Barrois						
Seuil	JUSTE		FAUX		NON PREDIT	
	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre
0,5	100	188	0	0	0	0

Vallée de la Bruche						
Seuil	JUSTE		FAUX		NON PREDIT	
	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre
0,5	100	188	0	0	0	0

Gondreville - Velaine						
Seuil	JUSTE		FAUX		NON PREDIT	
	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre
0,5	100	188	0	0	0	0

Référentiel géochimique étendu -

ANR CIPIA

Minette						
Seuil	JUSTE		FAUX		NON PREDIT	
	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre
0,5	99,6	249	0,4	1	0	0
0,6	99,6	249	0,4	1	0	0
0,7	99,6	249	0,4	1	0	0
0,8	98,8	247	0,4	1	0,8	2
0,83	98,4	246	0,4	1	1,2	3
0,84	98,4	246	0	0	1,6	4
0,85	98,4	246	0	0	1,6	4
0,9	97,2	243	0	0	2,8	7

Fer Fort						
Seuil	JUSTE		FAUX		NON PREDIT	
	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre
0,5	99,6	249	0,4	1	0	0
0,6	99,2	248	0,4	1	0,4	1
0,7	97,6	244	0,4	1	2	5
0,8	96,4	241	0,4	1	3,2	8
0,9	94	235	0,4	1	5,6	14
0,95	91,2	228	0,4	1	8,4	21
0,96	90,4	226	0	0	9,6	24

Barrois						
Seuil	JUSTE		FAUX		NON PREDIT	
	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre
0,5	100	250	0	0	0	0

Vallée de la Bruche						
Seuil	JUSTE		FAUX		NON PREDIT	
	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre
0,5	100	250	0	0	0	0

Gondreville - Velaine						
Seuil	JUSTE		FAUX		NON PREDIT	
	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre
0,5	99,2	248	0,8	2	0	0
0,6	98,8	247	0,4	1	0,8	2
0,61	98,8	247	0,4	1	0,8	2
0,62	98,8	247	0	0	1,2	3
0,63	98,8	247	0	0	1,2	3
0,64	98,8	247	0	0	1,2	3
0,65	98,8	247	0	0	1,2	3
0,7	246	98,4	0	0	1,6	4

Forêt Noire						
Seuil	JUSTE		FAUX		NON PREDIT	
	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre
0,5	100	250	0	0	0	0

Souabe bavaroise						
Seuil	JUSTE		FAUX		NON PREDIT	
	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre
0,5	98,8	247	1,2	3	0	0
0,6	98,8	247	1,2	3	0	0
0,7	98,4	246	0,8	2	0,8	2
0,8	97,2	243	0,4	1	2,4	6
0,81	96,8	242	0,4	1	2,8	7
0,82	96,8	242	0	0	3,2	8
0,83	96,8	242	0	0	3,2	8
0,84	96,8	242	0	0	3,2	8
0,85	96,8	242	0	0	3,2	8
0,9	95,6	239	0	0	4,4	11

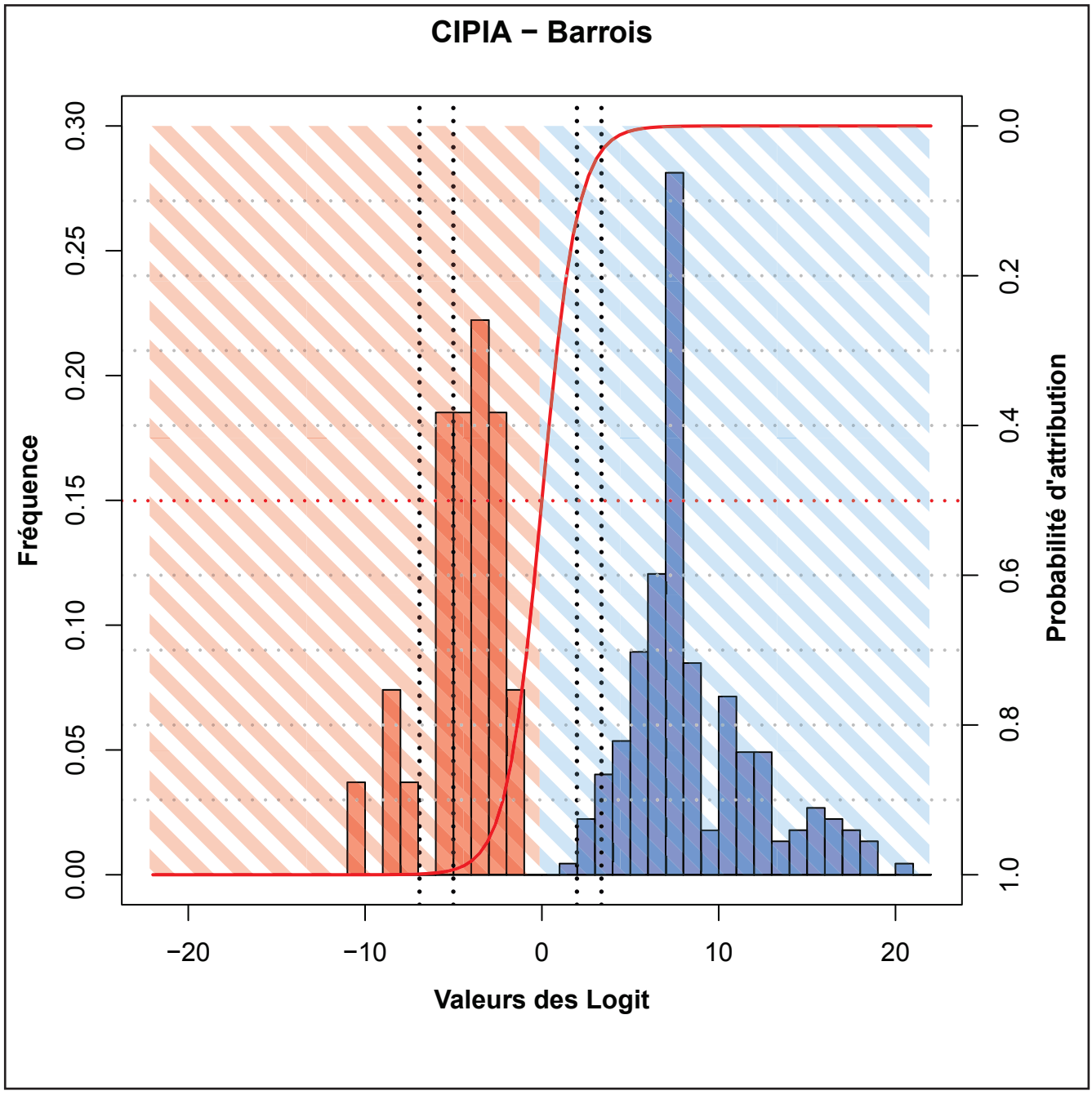
Sénonais - Pays d'Othe						
Seuil	JUSTE		FAUX		NON PREDIT	
	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre	Probabilité	Nombre
0,5	100	250	0	0	0	0

Annexe F :

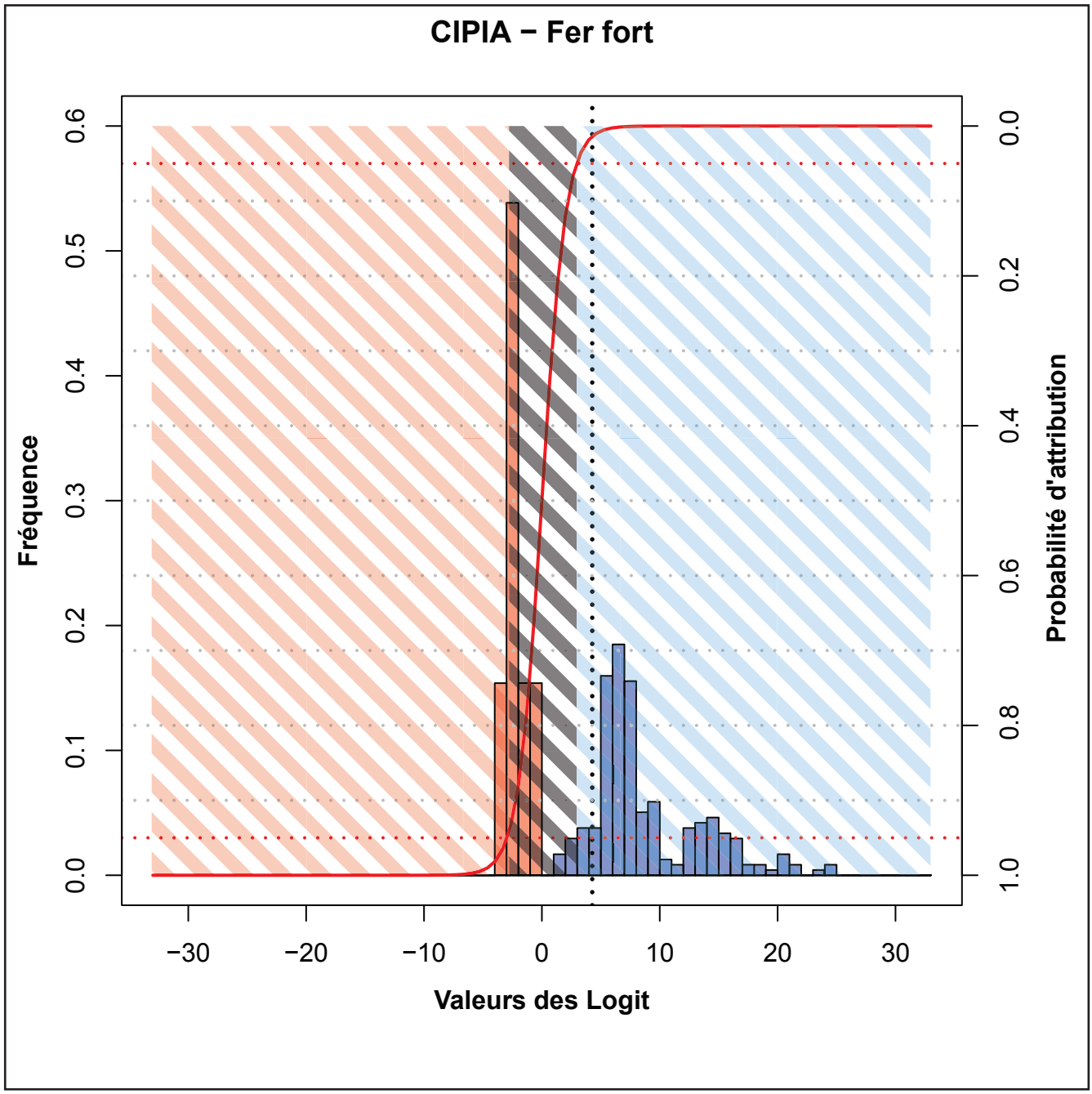
Résultats des analyses régressives réalisées dans le paragraphe 5.4.4.3.

Les graphiques et tableaux présentés dans cette annexe figurent les résultats obtenus dans le paragraphe 5.5.4.3. par l'utilisation de la régression logistique pour déterminer les ensembles de production pouvant être considérés comme sources potentielles de métal. Nous avions alors illustré notre démarche par le seul exemple du modèle isolant l'ensemble [Sénonais - Pays d'Othe]. Par souci de clarté du discours, nous avions proposé un tableau synthétisant l'ensemble des résultats obtenus pour les huit ensembles de production retenus à l'issue du paragraphe 5.4.4.2. Chaque fiche ci-après présente le résultat des sept analyses non présentés dans le volume I. Le tableau montre la probabilité d'attribution de chaque échantillon considéré, à l'issue du paragraphe 5.4.4.2., comme potentiellement compatible avec l'un des ensembles. Les graphiques présentent la distribution des valeurs Logit des individus composant le référentiel de comparaison, ainsi que celles des produits sidérurgiques dont l'origine est questionnée. Les domaines d'attribution, d'exlusion et de non-prédiction, définis dans l'annexe précédente, sont également figurés sur ces graphiques.

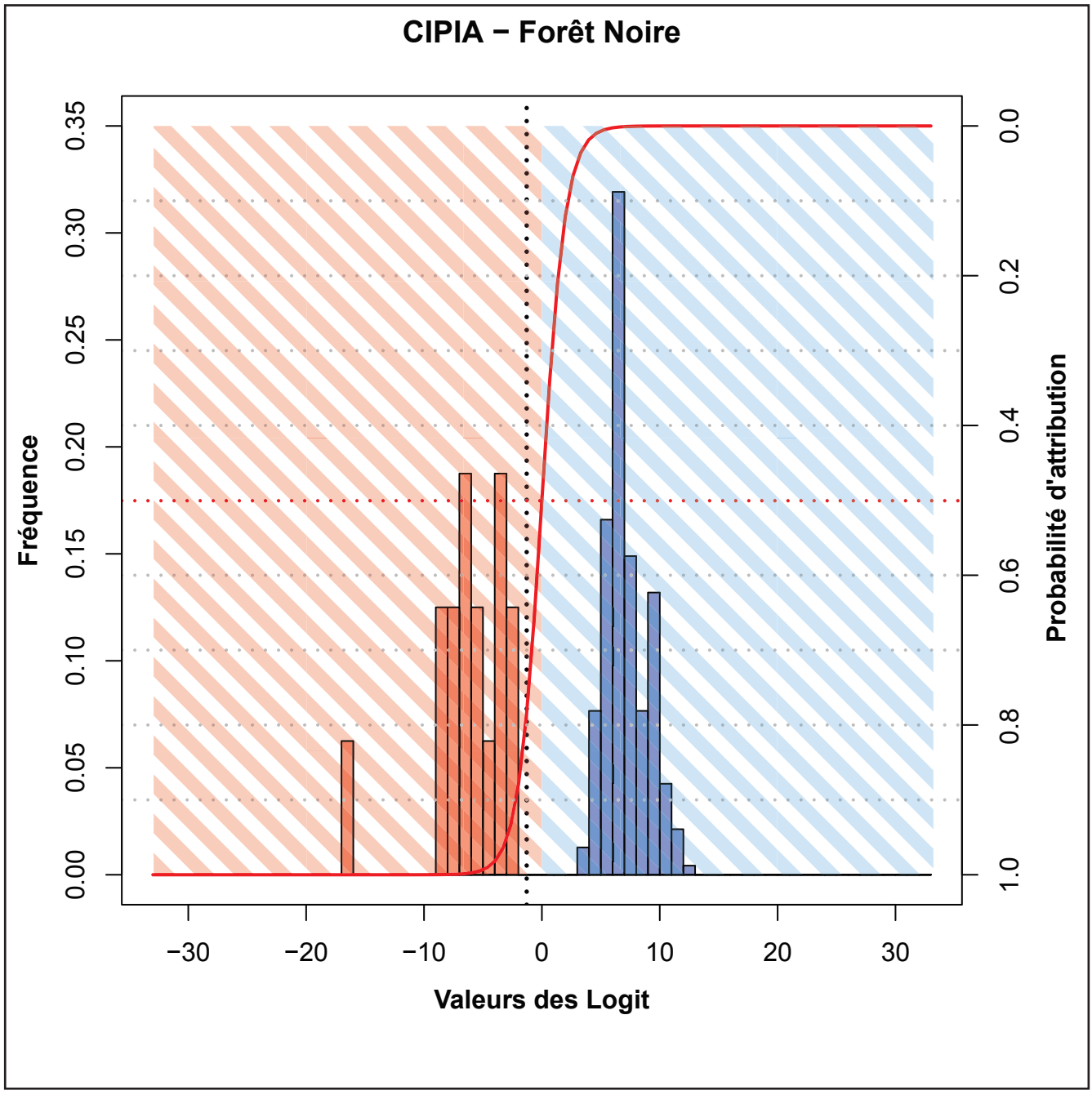
	Catégorie	Site	Echantillon	Probabilité d'attribution des échantillons	Valeur du Logit
Barrois	Lingot	Durrenentzen	Durrenentzen 4	0,12108	1,98223
	Bandage de roue	Bourcq -*La Bannière*	BLB59	0,03329	3,36861
	Bandage de roue	Bourcq -*La Bannière*	BLB93	0,99901	-6,92102
	Bandage de roue	Somme-Tourbe - *Voie d'Hans*	STVH160	0,99336	-5,00748



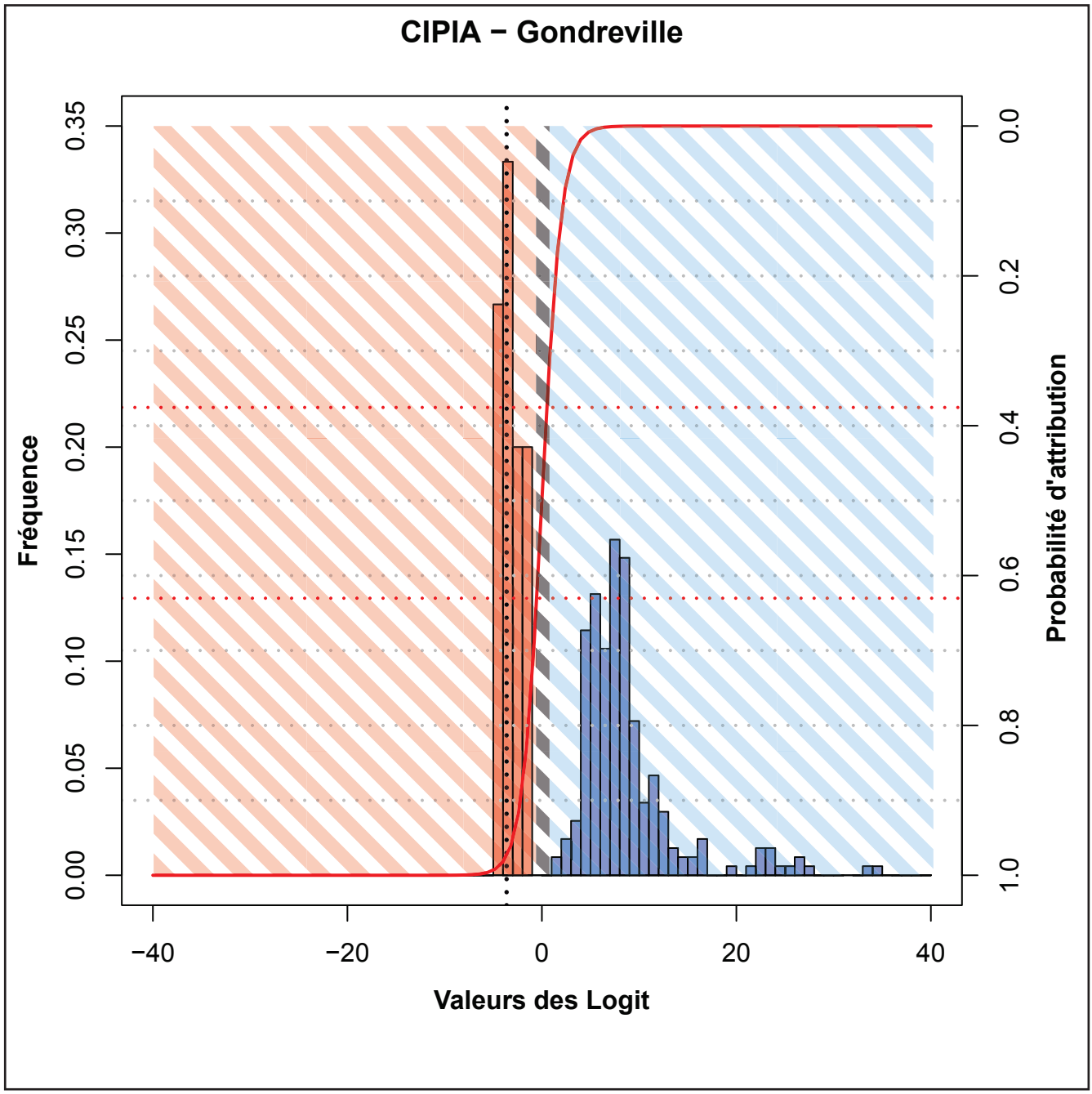
Fer fort	Catégorie	Site	Echantillon	Probabilité d'attribution des échantillons	Valeur du Logit
	Bandage de roue	Chassemy	Chassemy 17847-6	0,01376	4,27196



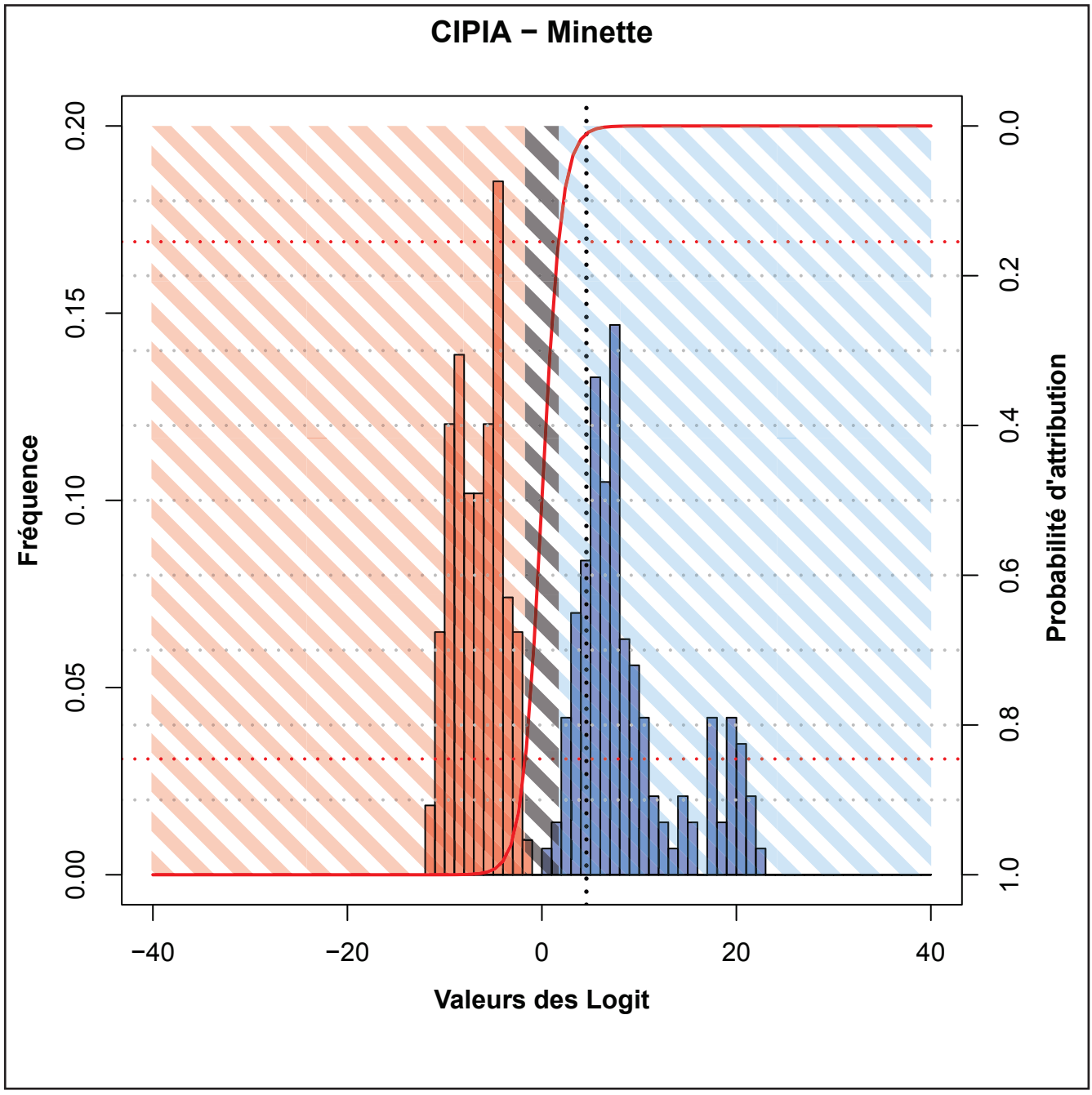
Forêt Noire	Catégorie	Site	Echantillon	Probabilité d'attribution des échantillons	Valeur du Logit
	Fragment de masse brute	Hochdorf - Eberdingen	METC114	0,78426	-1,29066



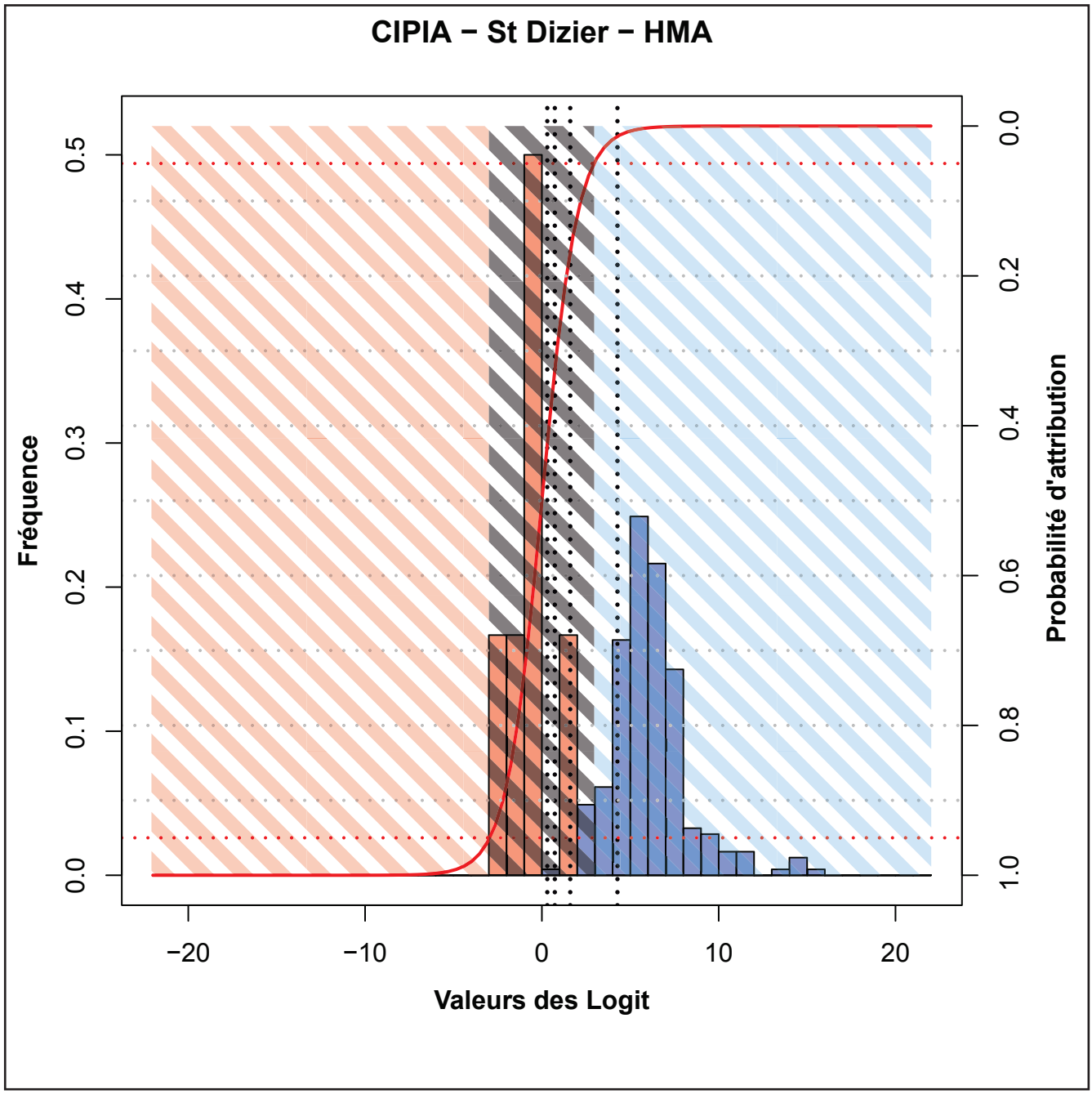
Gondreville - Velaine	Catégorie	Site	Echantillon	Probabilité d'attribution des échantillons	Valeur du Logit
	Fragment de masse brute	Velaine	Velaine002	0,97408	-3,62639



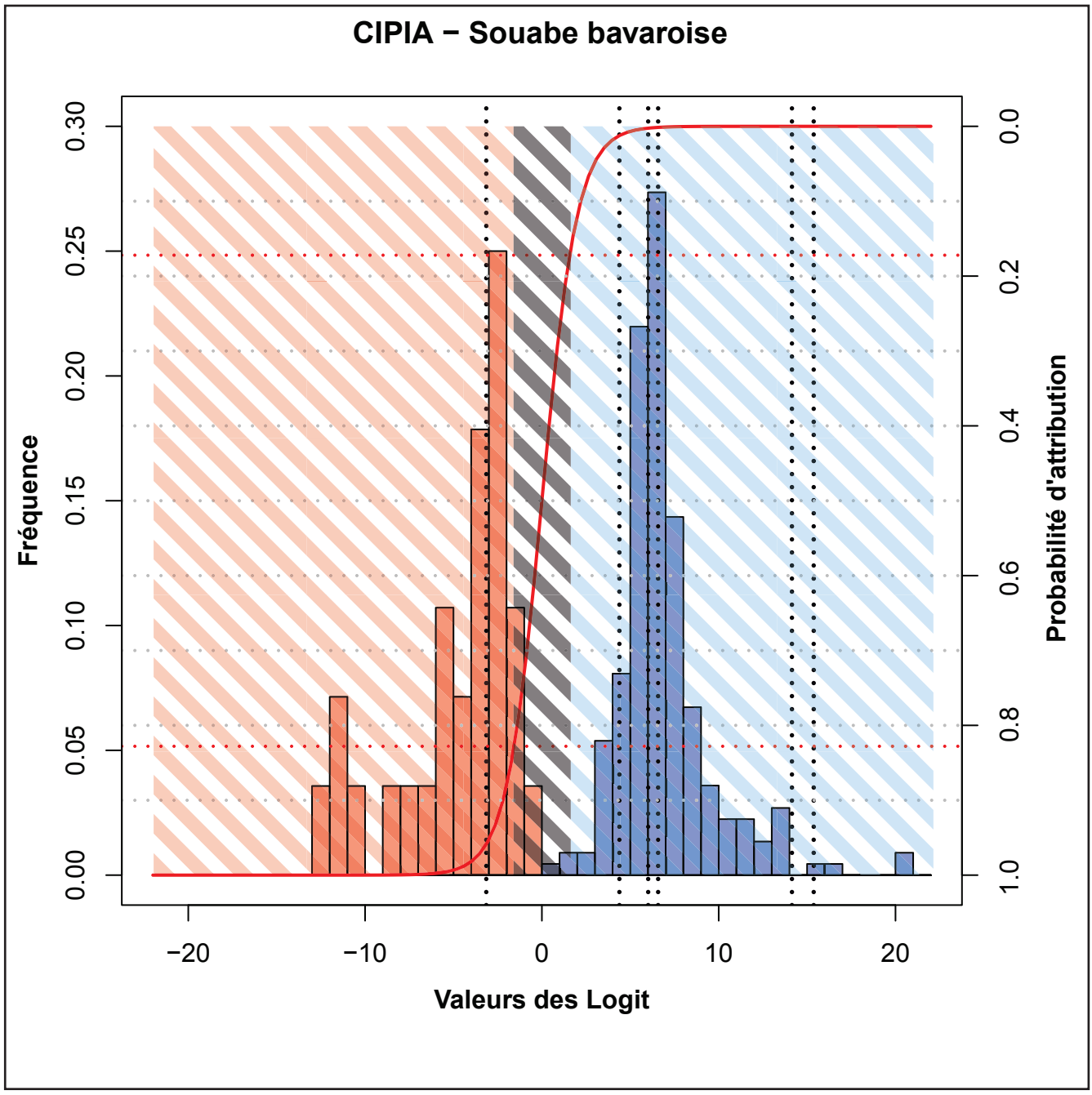
Minette	Catégorie	Site	Echantillon	Probabilité d'attribution des échantillons	Valeur du Logit
	Bandage de roue	Chassemy	Chassemy 17847-6	0,01016	4,57862



	Catégorie	Site	Echantillon	Probabilité d'attribution des échantillons	Valeur du Logit
Saint-Dizier - haut Moyen Age	Lingot	Durrenentzen	Durrenentzen 4	0,16745	1,60383
	Bandage de roue	Bourcq -*La Bannière*	BLB59	0,42437	0,30487
	Bandage de roue	Bourcq -*La Bannière*	BLB93	0,32497	0,73100
	Bandage de roue	Somme-Tourbe - *Voie d'Hans*	STVH160	0,01375	4,27315



	Catégorie	Site	Echantillon	Probabilité d'attribution des échantillons	Valeur du Logit
Souabe bavaroise	Lingot	Durrenentzen	Durrenentzen 4	0,01233	4,38307
	Bandage de roue	Bourcq -*La Bannière*	BLB59	2,11E-07	15,37332
	Bandage de roue	Bourcq -*La Bannière*	BLB93	7,21E-07	14,14302
	Bandage de roue	Somme-Tourbe - *Voie d'Hans*	STVH160	0,00139	6,57436
	Lingot	Farébersviller	Farébersviller - partie 2	0,95875	-3,14594
	Fragment de masse brute	Velaine - *ZAC Herbue Chalin*	Velaine002	0,00244	6,01188



Annexe G :
Distinction des procédés sidérurgiques sur deux édifices médiévaux

Une partie des résultats et réflexions présentés dans la partie 5.1. du volume I de ce manuscrit ont font l'objet d'une publication récente. Le discours y est focalisé sur la distinction des filières techniques (directe ou indirecte) par le biais desquelles le métal de renforts architecturaux disposés sur deux édifices gothiques (les cathédrales de Beauvais et de Metz) a été obtenu. Une réflexion plus large y est tenue sur la diffusion du procédé indirect, et sur la pénétration des produits issus de cette dernière dans la sphère architecturale.

Cet article présente également deux avancées méthodologiques majeures réalisées ces dernières années pour l'étude des inclusions de scorie. La première concerne l'interprétation de la signature chimique des inclusions en vue de procéder à une sélection assurant de conserver uniquement les inclusions associées à la réduction du minerai. Une approche combinant traitements bi- et multivariés de l'information chimique a été développée en ce sens. Enfin, l'emploi de la régression logistique, une méthode multivariée supervisée et prédictive, pour la distinction chimique des procédés est introduite dans cette publication.

Bien que ces démarches aient été présentées dans le chapitre 2 du volume I, leur application, en contexte pratique, s'avère ici plus illustrative. Susceptible de compléter à propos le discours développé dans le corps du texte, nous avons ainsi pris le parti d'intégrer cette publication aux annexes.

Journal of Archaeological Science 42 (2014) 315–333

Contents lists available at ScienceDirect

Journal of Archaeological Science

journal homepage: http://www.elsevier.com/locate/jas

Iron reinforcements in Beauvais and Metz Cathedrals: from bloomery or finery? The use of logistic regression for differentiating smelting processes

A. Disser [a], P. Dillmann [a,*], C. Bourgain [b,c], M. L'Héritier [d], E. Vega [a], S. Bauvais [a], M. Leroy [e]

[a] LAPA: IRAMAT, UMR5060, CNRS and SIS2M UMR3299 CEA/CNRS, CEA Saclay, 91191 Gif sur Yvette cedex, France
[b] Inserm, U988, Villejuif, France
[c] CNRS, UMR8211, EHESS, Université Paris Descartes, Villejuif, France
[d] Université de Paris 8, EA 1571, France
[e] LMC, IRAMAT, UMR5060, CNRS and LAM, Nancy, France

ARTICLE INFO

Article history:
Received 26 July 2013
Received in revised form
17 October 2013
Accepted 25 October 2013

Keywords:
Iron reinforcements
Bloomery and indirect processes
Multivariate statistical analyses
Logistic regression
Gothic medieval monuments

ABSTRACT

A specific statistical approach was tested to determine the ironmaking processes (bloomery or indirect) used to manufacture iron reinforcements found in two French gothic medieval monuments: Metz and Beauvais Cathedrals. Slag inclusions embedded in the metallic matrix were analysed and the major element compositions were quantified, using a Si Drift EDS detector permitting the study of several hundred inclusions per artefact. First, pre-processing was applied to the raw data to discriminate inclusions from the smelting stage (or refining stage for the indirect process) from those formed during post-reduction operations (forging etc…). PCA and hierarchical clustering on the major element compositions were then performed. Secondly, a specific multivariate statistical method, logistic regression, was applied to a learning set of data from a reference set of samples. This allowed the development of a model capable of distinguishing artefacts from the two smelting processes and to link unknown samples to one or the other. This model was then used to study artefacts from the Mutte Tower of Metz Cathedral and Beauvais Cathedral. This allowed us to confirm the extensive use of iron reinforcements since the construction of Beauvais cathedral. In the Mutte Tower of Metz Cathedral clamps from Lorraine reinforced some parts of the monument from its construction between the 13th and the 15th centuries.
© 2013 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

For several years it has been known that since the late 12th century, large quantities of iron-based alloys were used in the construction of gothic monuments (L'Héritier et al., 2010, L'Héritier et al., 2012). During the same period, crucial changes occurred in the iron and ferrous alloy production chain. The new indirect process, the blast furnace and finery, diffused from the north of Europe between the 12th and 15th centuries, thus intersecting the era of the gothic cathedral building yards. Further details may be found in various papers (Awty, 2007; Belhoste, 2001; Dillmann and L'Héritier, 2007). The indirect process was documented by historical sources in Namur County (Belgium) around 1345 (Gillard, 1971). Thirty years later it was noted in Champagne (France) at Estissac (Aube) (Rouillard, 2003). The indirect process then reached Normandy around the second half of the 15th century (Belhoste et al., 1991, Dillmann, et al., 2012). In the north of France, both ironmaking processes coexisted between the late 14th and the 16th centuries and perhaps in some places until the first half of the 17th century (Leroy, 1998). After this period it seems that the indirect process supplanted the earlier method in that part of the country. Lorraine well illustrates this tendency: the most recent studies (Leroy, 1997b, 1998) indicated that the blast furnace and the refining activity were mentioned in historical sources only after 1450. Furthermore, it must be stressed that the bloomery process persisted in the South of France until the beginning of the 20th century: for example see the works of Verna or Cantelaube (Cantelaube, 1993; Verna, 2001). This summary view demonstrates that determining the ironmaking process for ferrous reinforcements found in late medieval monuments is critical in outlining the diffusion of the blast furnace and finery process and the use of this "new indirect iron". This kind of study is only effective when archaeometric analyses are totally integrated into a

* Corresponding author. LAPA, SIS2M UMR3299, Bat 637, CEA Saclay, 91191 Gif sur Yvette cedex, France.
E-mail address: philippe.dillmann@cea.fr (P. Dillmann).

0305-4403/$ – see front matter © 2013 Elsevier Ltd. All rights reserved.
http://dx.doi.org/10.1016/j.jas.2013.10.034

multidisciplinary inquiry including historical and archaeological approaches and the analysed reinforcements are well dated as a result. However, in some cases it can also help in the understanding the stages of the building yard itself.

Within the framework of this interdisciplinary approach, analytical features allow determination of the ironmaking processes. During iron ore smelting by ancient processes (bloomery or indirect process), a stage takes place below the metal melting point. That is why part of the slag formed from non-metallic compounds during the process remains entrapped in the metallic matrix of the final artefact (Blakelock et al., 2009; Buchwald and Wivel, 1998; Hedges and Salter, 1979; Hørst-Madsen and Buchwald, 1999). As explained below, these slag inclusions (SI) contain information on the ironmaking process conditions and can be used to discriminate these processes. However, during post-smelting treatments (hot forging), smiths use flux adding, especially for welding (sand or clay), that generates through association with oxidised metal new kinds of inclusions that are also embedded in the metallic matrix in the form of SI. Lastly, the hot hammering performed to form the final artefact can generate a fragmentation of the SI leading to specific local concentration effects (Dillmann and L'Héritier, 2007). For these reasons raw data from SI analyses cannot be used directly and must be pre-processed to identify the different inclusion families and especially those generated during the smelting process itself. The principle is based on the fact that some compounds, called Non-Reduced Compounds (NRC), are never reduced during the smelting stage of the bloomery process. Consequently the ratios of their amounts remain constant all along the SI process linked to the smelting stage. For the indirect process, the ratios of NRC contents also remain constant in SI formed during refining because of the stirring during that stage that causes the homogenisation of the slag. For more detail on the technical procedures linked to the refining stage of the indirect process, see (DenOuden, 1981; Dillmann et al., 2012; Le Coze, 2008). This NRC behaviour allows one to distinguish SI families with different ratios. Several authors have proposed methods based on this principle to identify inclusion families (Blakelock et al., 2009; Charlton et al., 2012; Dillmann and L'Héritier, 2007). Furthermore, recent progress in analytical Energy Dispersive Spectrometry setups used to determine the major element composition of the SI allows the analysis today of a very large number of inclusions in a given artefact (usually several hundred). This makes the SI approach more robust, but it needs faster and more efficient inclusion selection methods. This could be accomplished by approaches based on statistical multivariate methods such as the ones proposed by Charlton et al. (2012).

After this first selection stage, Dillmann and L'Héritier (2007) proposed a method, based on SI analysis to discriminate between the direct and indirect processes. It is based on the principle that some compounds initially present in the system could be enriched or, on the contrary, eliminated (or at least significantly depleted) from the system, depending on the process. Nevertheless, the proposed abacus presented an important crossover zone that significantly lowers its efficiency for samples placed in the area of this zone. It seems that statistical discriminant methods such as linear discriminant analysis or logistic regression could improve the discriminating process.

One aim of this paper is to present new developments based on statistical multivariate approaches concerning SI analysis and selection on the one hand, and ironmaking process discrimination on the other. These methods were implemented for the study of ferrous reinforcements from two gothic monuments. The first is the choir of Beauvais Cathedral (Picardie-France), built during the 13th century, in which numerous pieces of iron were recently discovered during restoration conducted by Jean-Lucien Guenoun, Architecte des Bâtiments de France, and his team. The second monument is the Mutte tower of Metz Cathedral (Lorraine – France), built between the 13th and 15th centuries, and which has undergone many significant restorations during the modern and contemporary periods (Jacob, 1864). Clamps were found along the height of the tower in various places but it is difficult to determine, by either archaeological or morphological analyses, when they were installed. Nevertheless, morphological examination of the clamps permits their classification into different groups according to whether they are forged or rolled, this latter process only appearing in France in the 17th century. Thus, the discrimination of ironmaking processes, compared with what is known from historical sources in this area, would be an important contribution to the understanding of the monument. The logistic regression statistical method was used here to build a model to discriminate between processes. This model was then applied to samples from both monuments. The methodology is presented in detail in the present paper and results are discussed from a historical point of view.

2. Sets of samples

2.1. Learning set of samples for discrimination

The reference set of samples used to establish the statistical model is derived from the one used by Dillmann and L'Héritier (2007). It consists of archaeological artefacts collected in well-defined contexts and avoids the transition period between the two processes in the north of Europe (i.e. from the 14th to the 16th centuries). Artefacts older than this period are presumed to be produced by the direct process. For artefacts younger than the transition period, it was carefully verified (especially by historical studies indicating the most probable provenance of the iron) that they were made of indirect iron. Because archaeological and historical studies linked to the appearance of the indirect process have progressed since the publication of Dillmann and L'Héritier, some samples were eliminated from the initial reference set. On the other hand, new samples coming from bloomery process restitution experiments were integrated in the reference set. New samples for the indirect process also completed this collection: puddled iron from the 19th century – (courtesy of Stéphane Sire) – and samples dated from the 17th to 19th centuries originating from an indirect forge and conserved at the Næs Jernverksmuseum in Sweden (courtesy of Stan Reed). More details concerning the reference set may be found in the supplementary materials.

2.2. Beauvais Cathedral

The Beauvais choir, dating from the 13th century, is the world's highest gothic choir. The construction of the lower section began in 1225. However, the highest parts of the cathedral were built in another yard that began operating in 1250 (Murray, 2011). Moreover, some of the upper vaults of the cathedral collapsed in 1284 and were reconstructed just afterwards (Murray, 1980, 1989). The termination of construction, leaving an incomplete cathedral comprised of only the choir and the transept, took place in the 16th century. Lastly, significant restoration work on the cathedral took place during the 18th and 19th centuries. For several decades scholars have demonstrated that this exceptional architectural achievement was not only rendered possible by the skilful utilisation of stone, but that various types of reinforcements have been used since the 13th century to stabilize the monument. The most visible are the tie-rods between the flying buttresses, some of which were added no later than the 14th century, as suggested by SI studies (Dillmann, 2011) proving that some of these rods were made using iron obtained from the early bloomery processes. In addition to these impressive reinforcements, more discrete

examples are found at different places in the building, illustrating the various uses of iron reinforcements. In the roof of the cathedral, a chain passes through the choir. Here again, SI analyses, performed using the former method of Dillmann and L'Héritier (Dillmann, 2011), revealed that it is made of metal produced by the bloomery process, an argument in solid agreement with the architectural analysis in support of its use since the construction of the cathedral. The same process was observed for several massive hooks found, regularly placed face-to-face, on each side of the walls in the roof. As well, inside the cathedral, the *triforium* is reinforced by iron bars that were never studied. Moreover, in addition to some already known 19th century reinforcements, recent restoration work conducted on the middle vault of the choir by Jean-Lucien Guenoun revealed the presence of clamps in the cross ribs linking the voussoirs together (Fig. 1). In addition, an iron ring in the keystone and several horizontal bars were also found at the top of the vault (Fig. 2). Archaeological and architectural observations by Guenoun revealed that medieval coatings and decorations partly covered the clamps and the horizontal bars, suggesting that they were placed in the monument during construction.

Thus, to complete and confirm the archaeological observations, samples were taken from the *triforium* reinforcements and from the vaults. In the *triforium*, the reinforcing bars of the south part of the choir were investigated. These bars have a cross-section of about 6×5 cm^2 and were observed all around the choir (Fig. 3). Because these bars are still in use it was not possible to sample an entire cross-section. Consequently tetrahedral pieces of about 1 cm^3 were taken from each lancet in the first and second span of the choir, and from the crossing of the transept. Samples were named "Trifa.b" where "a" and "b" are respectively the span and lancet numbers (Table 1). Two types of samples were taken in the vault. The first were taken from the clamps which fasten the voussoirs in the nervure of the cross ribs. Samples were also taken from the ring and from one of the horizontal bars joining the keystones. Once again, the fact that these metal pieces are still in use prevents taking large samples. Only tetrahedral samples of about 1 cm^3 were cut out. When possible a sample was taken from each extremity of the bar and the homogeneity of its SI composition was verified.

2.3. The Mutte Tower of Metz Cathedral

Three centuries were needed to build the gothic cathedral of Metz. Its construction was initiated in 1220 under Bishop Conrad of Scharfenberg. Documents do not provide a precise building chronology, but do indicate some important milestones. For example, at Bishop Jacques de Lorraine's death in 1260, the elevation of the nave and the two side towers had reached the *triforium* level. The nave's vault was completed in 1380. From the end of the 14th century, the southern side tower was used to shelter the great city bell called "Mutte", after which the tower was eventually named. For that purpose, the construction of a "new wooden belfry" was initiated in 1381 by the City of Metz. This wooden belfry was destroyed by fire in 1468 and replaced between 1478 and 1483 by a stone belfry topped with a spire (Jacob, 1864). The construction of the gothic choir began in 1486. The last campaign mainly concerned the northern transept, which was built in late gothic flamboyant style and finished in 1525.

Two major building phases can be deduced from historical sources concerning the Mutte Tower: the first involved the lower part, from the foundations to the base of the bell chamber (approximately 44 m), which took place in the 13th century (see Fig. 14). The second extremely brief phase (1478–1483) gave the tower its definitive morphology through the construction of the bell chamber and spire. Accounting books mention the use of more than 22 tons of iron by the master builders for this part of the building (Jacob, 1864).

However, the tower sustained numerous damages, which led to important restoration efforts. Documents mention several

Fig. 1. Iron clamps in the nervure of the cross ribs of the vault of Beauvais Cathedral.

Fig. 2. Iron reinforcements in the keystone and in the vault of Beauvais Cathedral.

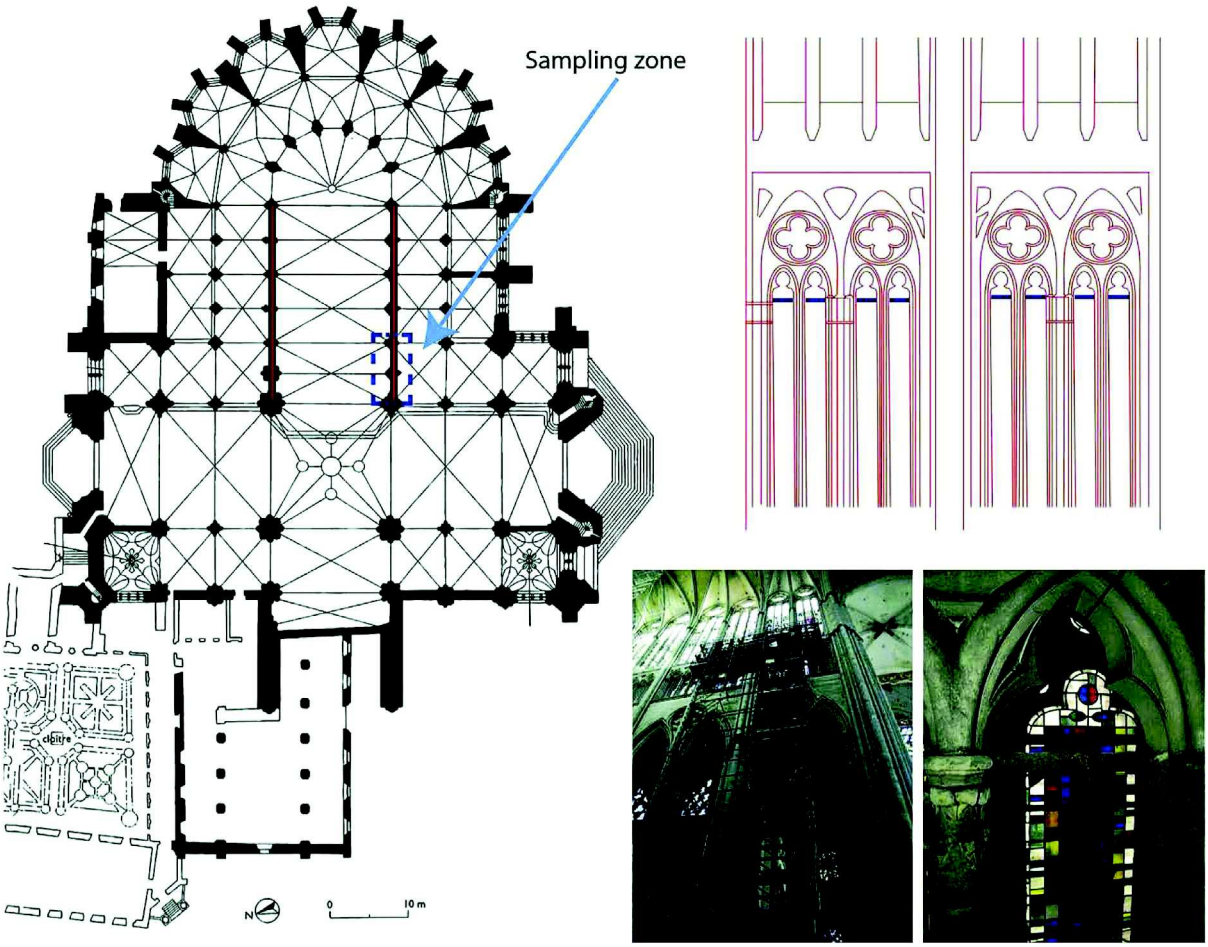


Fig. 3. Iron bars reinforcing the Beauvais *triforium*.

Table 1
Set of analysed samples.

Sample	Monument	Type	Location	Building date	Remark
BAC03	BEAUVAIS CATHEDRAL (Vault)	Clamp (length: 30 cm. section 1 × 2 cm). Retour: >4 cm	Nervure of the cross rib	13th	
BAG01		Clamp (length: 30 cm. section 1 × 2 cm). Retour: >4 cm	Nervure of the cross rib	13th	
BAG04		Clamp (length: 30 cm. section 1 × 2 cm). Retour: >4 cm	Nervure of the cross rib	13th	
BAG02		Clamp (length: 30 cm. section 1 × 2 cm). Retour: >4 cm	Nervure of the cross rib	13th	
BAH02		Clamp	Horizontal clamp between two stones	13th	
VCBT2		Bar	Transversal Bar in the top of the vault. Between two keystones	13th	West side of the Choir
VCC1		Ring	Iron circle at the top of the Keystone	13th	West side of the Choir
Trif1-2	BEAUVAIS CATHEDRAL (Triforium)	Bar	Span 1 Lancet 2	13th	West side of the Choir
Trif1-3		Bar	Span 1 Lancet 3	13th	
Trif1-4		Bar	Span 1 Lancet 4	13th	
Trif1-5		Bar	Span 1 Lancet 5	13th	
Trif1-6		Bar	Span 1 Lancet 6	13th	
Trif1-7		Bar	Span 1 Lancet 7	13th	
Trif1-8		Bar	Span 1 Lancet 8	13th	
Trif2-1		Bar	Span 2 Lancet 1	13th	
Trif2-2		Bar	Span 2 Lancet 2	13th	
Trif2-3		Bar	Span 2 Lancet 3	13th	
Trif2-4		Bar	Span 2 Lancet 4	13th	
MUT36E01	METZ CATHEDRAL	Clamp (section 2.7 × 1 cm)	East facade Oculus. South window	13th	Hammered
MUT36E02		Clamp (section 2.9 × 1 cm)	East facade Oculus. North window	13th	Hammered
MUT46E02		Clamp (length 41 cm; section 2.5 × 2.1 cm) Retour: 7 cm	North East flanking pier	15th	Rolled
MUT52E04		Clamp (length 38.5 cm; section 2.2 × 2 cm) Retour: 8 cm	North East flanking pier	15th	Hammered
MUT52E10		Clamp (length 34 cm; section 2.5 × 1.8 cm) Retour: 7 cm	South East flanking pier	15th	Hammered
MUT52N13		Clamp (length 27 cm; section 2.7 × 1 cm) Retour: 2.5 cm	Gable. North louver window	15th	Hammered
MUT52N15		Clamp (length 33 cm; section 3.2 × 1.1 cm) Retour: 6.5 cm	Gable. North louver window	15th	Hammered
MUT54S		Clamp (length 31 cm; section 2.7 × 2.1 cm) Retour: 7.5 cm	Vault. Bell chamber	15th	Hammered
MUT54AF		Clamp (length 36 cm; section 2 × 1.6 cm) Retour: 5.5 cm	Vault. Bell chamber	15th	Hammered
MUT54AN		Clamp (length 41.5 cm; section 3.3 × 2 cm) Retour: 6 cm	Vault. Bell chamber	15th	Hammered
MUT54BB		Clamp (length 37.5 cm; section 2.5 × 2 cm) Retour: 7 cm	Vault. Bell chamber	15th	Hammered
MUT54BV		Clamp (length 23 cm; section 2 × 1.7 cm) Retour: 5.5 cm	Vault. Bell chamber	15th	Hammered
MUT54CE		Clamp (length 27 cm; section 2.2 × 1.7 cm) Retour: 6 cm	Vault. Bell chamber	15th	Hammered
MUT54E14		Clamp (length 43 cm; section 3.1 × 1.4 cm) Retour: 5.5 cm	North East flanking pier	15th	Hammered
MUT54E16		Clamp (length 47 cm; section 2.6 × 2.3 cm) Retour: 8 cm	North East flanking pier	15th	Hammered
MUT54N18		Clamp (length 32.5; 3 × 1.2 cm) Retour: 6 cm	Gable. North louver window	15th	Rolled
MUT54N19		Clamp (length 31 cm; section 3.1 × 1.2 cm) Retour: 6 cm	Gable. North louver window	15th	Rolled
MUT54N21		Clamp (length 40 cm; section 2.7 × 1.2 cm) Retour: 6 cm	Gable. North louver window	15th	Hammered
MUT54N22		Clamp (length 31 cm; section 3 × 1.5 cm) Retour: 5.5 cm	Gable. North louver window	15th	Hamered
MUT54N24			Gable. North louver window	15th	Rolled

(*continued on next page*)

Table 1 (*continued*)

Sample	Monument	Type	Location	Building date	Remark
		Clamp (length 33.5 cm; section 3.1 × 1.2 cm) Retour: 6 cm			
MUT54N30		Clamp (length 26 cm; section 2.3 × 1.9 cm) Retour: 7 cm	North facade. Bell chamber level	15th	Hammered
MUT54N33		Clamp (length 37 cm; section 2.7 × 2.1 cm) Retour: 8 cm	North facade. Bell chamber level	15th	Hammered
MUT54S10		Clamp (length 33; section 2.7 × 2.4) Retour: 8 cm	South facade. Multifoil window	15th	Hammered
MUT54W04		Clamp (length 29 cm; section 3.9 × 1.6 cm) Retour: 7 cm	West facade. Stair turret	15th	Hammered
MUT54W16		Clamp (length 34 cm; section 2.5 × 2.2 cm) Retour: 8 cm	Gable. South louver window	15th	Hammered
MUT56E03		Clamp (length 33 cm; section 2 × 1.9 cm) Retour: 6.5 cm	North East flanking pier	15th	Hammered
MUT56E09		Clamp (length 38 cm; section 2.4 × 1.8 cm) Retour: 7.5 cm	North East flanking pier	15th	Hammered
MUT56E12		Clamp (length 24 cm; section 1.8 × 1.5 cm). Retour: 6 cm	Spandrel. East louver window	15th	Hammered
MUT56E13		Clamp (length 27 cm; section 1.8 × 1.9 cm). Retour: 6 cm	Spandrel. East louver window	15th	Hammered
MUT58E17		Clamp (length 44 cm; section 2.6 × 2.2 cm). Retour: 8 cm	Entablature. East facade	15th	Hammered
MUT56E18		Clamp (length 53 cm; section 3.4 × 2.2 cm) Retour: 8 cm	Gable. East louver window	15th	Hammered
MUT56E23		Clamp (length 53 cm; section 3.4 × 2.2 cm) Retour: 6.5 cm	East facade	15th	Hammered
MUT56N10		Clamp (length 31 cm; section 3 × 1.2 cm) Retour: 6.5 cm	Gable. North louver window	15th	Rolled
MUT56N11		Clamp (length 31 cm; section 3.1 × 1.1 cm) Retour: 6 cm	Gable. North louver window	15th	Rolled
MUT56N32		Clamp (length 43 cm; section 2.9 × 2 cm) Retour: 7 cm	North East flanking pier	15th	Hammered
MUT56S02		Clamp (length 33 cm; section 2 × 1.9 cm) Retour: 6.5 cm	South facade	15th	Hammered
MUT56S05		Clamp (length 38 cm; section 2.6 × 2.1 cm) Retour: 7 cm	South East flanking pier	15th	Hammered
MUT58E09		Clamp (length 32.5 cm; section 1.9 × 2 cm). Retour: 7 cm	Gable. East louver window	15th	Hammered
MUT58E10		Clamp (length 30.5 cm; section 2.2 × 2.2 cm). Retour: 7.5 cm	Gable. East louver window	15th	Hammered
MUT58N01		Clamp (length 38.5 cm; section 2.7 × 2 cm) Retour: 8 cm	North East flanking pier	15th	Hammered
MUT60N01		Bar	Roof terrace	15th	Undefined
MUT60N02		Bar	Roof terrace	15th	Undefined
MUT62SW01		Rod (section 2.5 × 1.9 cm)	Pinnacle. Roof terrace	15th	Hammered

consolidation campaigns, in particular a structural enhancement in 1870, which placed ferrous reinforcements in the upper levels of the cathedral. A great fire, resulting from a fireworks display in honour of Kaiser Wilhelm I in 1877, entirely destroyed the cathedral's roof and damaged the northern part of the Mutte Tower. This led to further restoration work in the 1880s. The tower's spire was eventually rebuilt in 1909.

The arrangement of the ferrous reinforcements on the tower's façades reflects this very complex building history. More than 400 elements were identified on the outer walls, forming what seems at first glance to be an erratic set. But when examined more closely, regular patterns can be distinguished. This observation raises the question of whether these reinforcements forming regular patterns were implemented during the original building phase.

During recent restoration work conducted by M. Bottineau, head architect of Historic Monuments, many clamps were removed and replaced. A large set of clamps was therefore sampled for further analyses (Table 1). Each clamp was cross-sectioned lengthwise to perform a complete study of the artefact. The dismantling also permitted recording of the morphological characteristics of the objects. Some major trends in characteristics such as length, cross-section form of the clamps, or the shape of the gripping parts were noted. Moreover, it was possible to determine whether the artefacts were hammered or rolled (Fig. 4). Like the spreading of the indirect process, the emergence of the roll forging process in the 17th century constitutes a major chronological juncture in the technical evolution of iron metallurgy (Gille, 1970). In this regard, two kinds of clamps were found on the Mutte Tower: the first demonstrating characteristic traces of hammering and the second fabricated by rolling. Fig. 4 gives an example of clamps coming from each of these two families, indicating the typical traces of rolling and hammering.

2.4. Analytical methodology

Prior to any SI analysis, each sample was submitted to a classical metallographic preparation including grinding with SiC paper (grade 80–2400) under water and final polishing using diamond paste (3 and 1 μm). The carbon distribution in the metal was studied by optical microscopy after a 3% nital etching. For more details on metallographic investigations, see (L'Héritier et al., 2013, Pagès, et al., 2011).

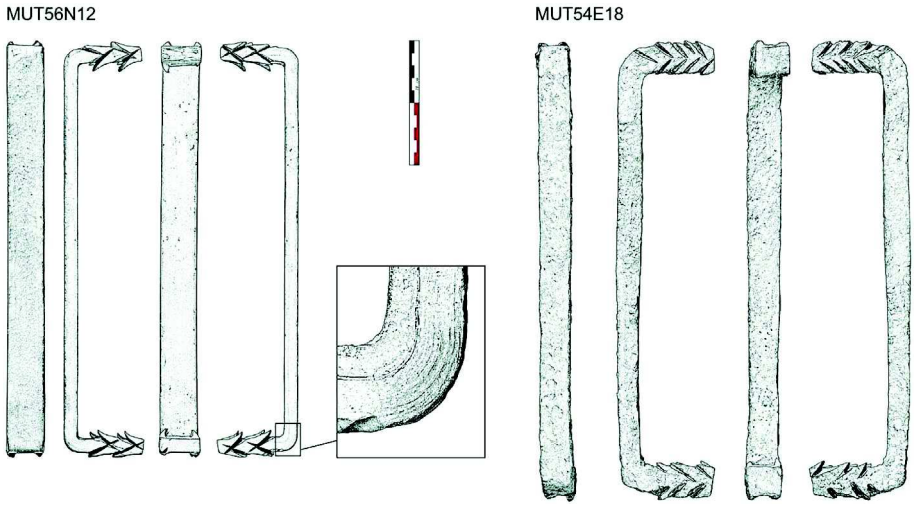


Fig. 4. Drawings of rolled (MUT56N12) and hammered (MUT54E18) clamps from the Mutte Tower of Metz Cathedral.

SI composition was studied by Energy Dispersive Spectrometry (EDS) coupled with Scanning Electron Microscope (SEM) using a 15 kV accelerating voltage after a careful re-polishing of the sample.

To collect the emitted X-rays, a Si drift SDD detector was used permitting a counting rate of 80,000 count/s without significant degradation of the signal. This allows for an extremely short acquisition time (40× less time is necessary to obtain the same spectra than with a classical Si detector) and enables the analysis of a large number of SI per artefact. For that purpose, hyperspectral maps were acquired on representative zones using MaxView software from the company, SamX. Each map contains 512 × 512 pixels and each pixel is associated with an EDS spectrum (Fig. 5a). Post treatment of the acquired data allows the performance of off-line X ray maps of the Oxygen K emission line in order to locate the SIs on the map (Fig. 5b). Then an image analytical treatment (threshold – Fig. 5c and d) allows the reconstitution for each detected inclusion of the EDS spectrum constituted by the sum of all the pixel-spectra corresponding to the area of the inclusion. At the same time the area of the inclusion is also measured. Analyses of SI smaller than 50 pixels, giving a very poor quality EDS spectrum, are not considered. It was verified on several isolated inclusions that the results obtained after the image analysis procedure and those obtain by classical pointed EDS analysis were comparable. An example is given in Table 2. Differences between the two approaches are less than the intrinsic error of the EDS method. This high reproducibility can be explained by the fact that the image analysis is performed on an X-ray map rather than on a SEM photograph made of grey scales. Also, inclusions that are too small are not considered, rendering the border pixel influence negligible on the average composition of the inclusion. By varying the

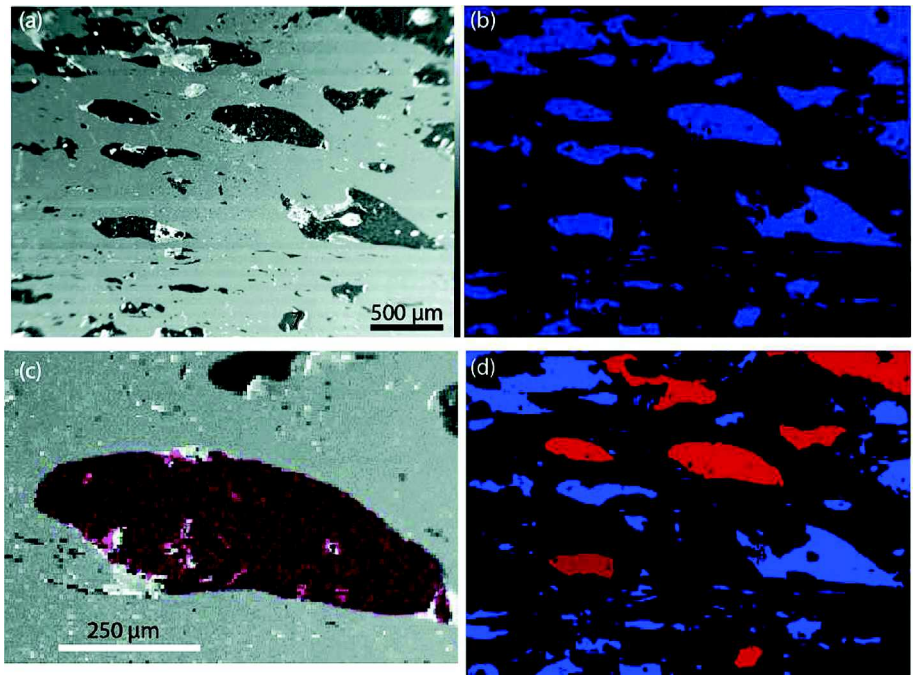


Fig. 5. (a) FEG-SEM microphotograph of an analysed zone, (b) X-ray map of the zone at O Kα line (c and d) selected pixels after image analysis (c) inclusion 5, (d) all inclusions.

Table 2
Comparison of compositions obtained from inclusions of Fig. 5 after image analysis procedure (IA) and classical EDS pointed analysis (P).

SI number	Mg (IA)	Mg (P)	Al (IA)	Al (P)	Si (IA)	Si (P)	P (IA)	P (P)	K K (IA)	K (P)	Ca (IA)	Ca (P)	Mn (IA)	Mn (P)	Fe (IA)	Fe (P)
1	2.0	1.9	8.1	8.0	22.3	21.2	3.5	3.3	1.9	1.9	8.1	7.8	0.8	1.1	52.8	54.01
2	1.9	1.7	8.4	8.4	22.7	23.8	3.5	3.8	2.0	2.2	8.6	9.2	1.0	1.0	51.4	49.4
3	1.9	1.9	7.6	8.0	24.2	26.0	4.5	5.1	2.2	2.3	9.2	10.6	1.0	1.1	49.1	44.7
4	2.1	2.1	8.7	8.1	25.1	25.5	4.7	4.7	2.4	2.4	10.2	10.3	1.0	1.1	45.3	45.6
5	2.0	1.8	8.0	7.7	23.1	23.0	3.9	3.6	2.2	2.1	8.7	8.7	1.1	1.0	50.2	51.8
6	2.1	2.0	8.5	8.6	24.0	24.0	3.6	3.5	2.3	2.3	8.7	8.8	1.2	1.2	48.7	49.2
7	2.1	2.0	9.1	9.3	22.5	23.8	3.8	3.8	1.6	1.4	7.9	7.9	1.1	1.1	51.0	50.2

magnification of the SEM view and combining different maps, the total surface of the sample can then be investigated. For each sample several hundreds of inclusions are analysed.

Each spectrum corresponding to a single inclusion is treated following the classical ZAF semi-quantification method. In the case of multi-phased materials, such as some of the SI, it was verified by comparison with LA-ICP-MS results, that the error caused by the approximations introduced by this method for quantification was lower than the variability of the SI concentration for a given artefact. The weight content of detected elements is then calculated and normalised to 100%. Results are expressed in the form of the following oxides: Na_2O, MgO, Al_2O_3, SiO_2, P_2O_5, SO_3, K_2O, CaO, Ti_2O, V_2O_5, Cr_2O_3, MnO and FeO. Minor elements can be detected and quantified for amounts over 0.25%. For this content range (<1 wt.%), it was assumed that the relative quantification error is about 10%. For the other elements (>1 wt.%) the error is over-evaluated by presuming a relative error of 2%. SI in which chloride is detected, indicating the presence of corrosion products, are not considered.

2.5. Raw data treatment: selection of SI originating from the reduction stage

All data were processed using R software (version 2.15.1) with the MASS and FactoMineR packages.

As mentioned above, SI entrapped in a ferrous artefact can have different formation origins. Some are formed during the reduction (or reduction and refining) process and other are generated during the post reduction stages by adding flux for welding (Dillmann and L'Héritier, 2007). Moreover, some local concentration effect, due to fragmentation of SI during forging may occur and blur the initial information. A first treatment must therefore be applied to eliminate the local concentration effect and forge-inclusions. Dillmann and L'Héritier (2007) proposed a method based on the examination of the Non-Reduced Compounds Ratios that must remain constant and comparable in the slag and the SIs coming from the reduction stage. Only bivariate ratios were considered in their approach (%Al_2O_3/%SiO_2. %K_2O/%CaO and %MgO/%Al_2O_3). On each biplot, SI from the reduction stage were determined to form a line going through zero, modelling iron content decrease from the ore to the slag during the reduction process. Charlton et al. proposed a way to identify different inclusion families based on the same principle (evaluating the NRC), but focused on subcompositional ratios after standardisation, taking into account all detectable NRCs. Moreover, they used a statistical approach coupling Principal Component Analyses (PCA) and Hierarchical Cluster Analyses (Charlton et al., 2012). The same approach was chosen here to discriminate different SI families. It is particularly useful to treat several hundred single SI analyses. Nevertheless, contrary to Charlton et al. and for the reasons evocated by Aitchison et al. (Aitchison, 2002) the log-ratio data transformation was preferred to the standardisation-subcompositional approach.

Consequently, the data were transformed as follows for each SI:

$$Xi_{NRC} = \log(Ei_{NRC}) - g(\log E_{NRC}) \quad \text{(Equation 1)}$$

With, for a slag inclusion "*i*":

Xi_{NRC}: transformed value for each Non-Reduced Compound (MgO, Al_2O_3, SiO_2, K_2O, CaO)
Ei_{NRC}: corresponding NRC amount
$g(\log E_{NRC})$: Geometrical mean of log of NRCs

As explained in earlier studies (Charlton et al., 2012; Dillmann and L'Héritier, 2007), only NRC content must be considered in this selection process because other compound contents such as FeO or P_2O_5 are highly influenced by local thermodynamic conditions in the furnace and are heterogeneous even within a single artefact. The problem of spurious distribution of data generated by results below the detection limit was widely evoked in the literature (Aitchison, 1986). In the present study, to avoid an artificially skewed distribution, values below the EDS detection limit were replaced by 0.25. This method is satisfactory in the present study where a very low number of NRC of interest is below this detection limit. Nevertheless, this point must be considered carefully in every study and other approaches could be implemented.

In the following step, Xi_{NRC} were submitted to a hierarchical cluster analysis based on Euclidian distances (dissimilarity) using the Ward method. Despite the preference of others authors for different linkage methods (for example (Charlton et al., 2012) preferred the average link), the Ward method appeared to be the one that best reveals the different SI families and origins. Moreover, it seems to us that the bias of this method with spherical clusters stressed by Charlton et al. (2012) is not relevant here. In particular, some clusters that are neither spherical nor elliptical, could be formed by local concentration effects. The obtained tree is then cut at a height chosen for differentiating significant clusters. In other words, the aim is to obtain clusters presenting the lowest intra-group and the highest extra-group variances. As indicated by Charlton et al., this step requires a degree of interpretation by the users. Nevertheless, the following steps verify the validity of the choice, especially by plotting the clustering results on a PCA scores plot made on the Xi_{NRC} (see below) and on bivariate graphics of the NRC contents. This last step (biplot) is, in our opinion, crucial because it allows verification of the real chemical significance of the clustering.

This methodology is illustrated by the results obtained from sample MUT54N30. Fig. 6 shows the composition distributions for each element detectable in the complete set of analysed SI. Fig. 7 gives examples of Xi_{NRC} values obtained following Equation (1). The dendrogram plot of the clustering of this data following the Ward method is presented in Fig. 8. The discriminating threshold was chosen to cut the tree in order to obtain 3 groups of SI. Fig. 9 presents the scores of the PCA analysis performed on the Xi_{NRC} of the SI for PC1 and PC2. The 3 clusters identified on the dendrogram are presented in 3 different colours and are also separated by the

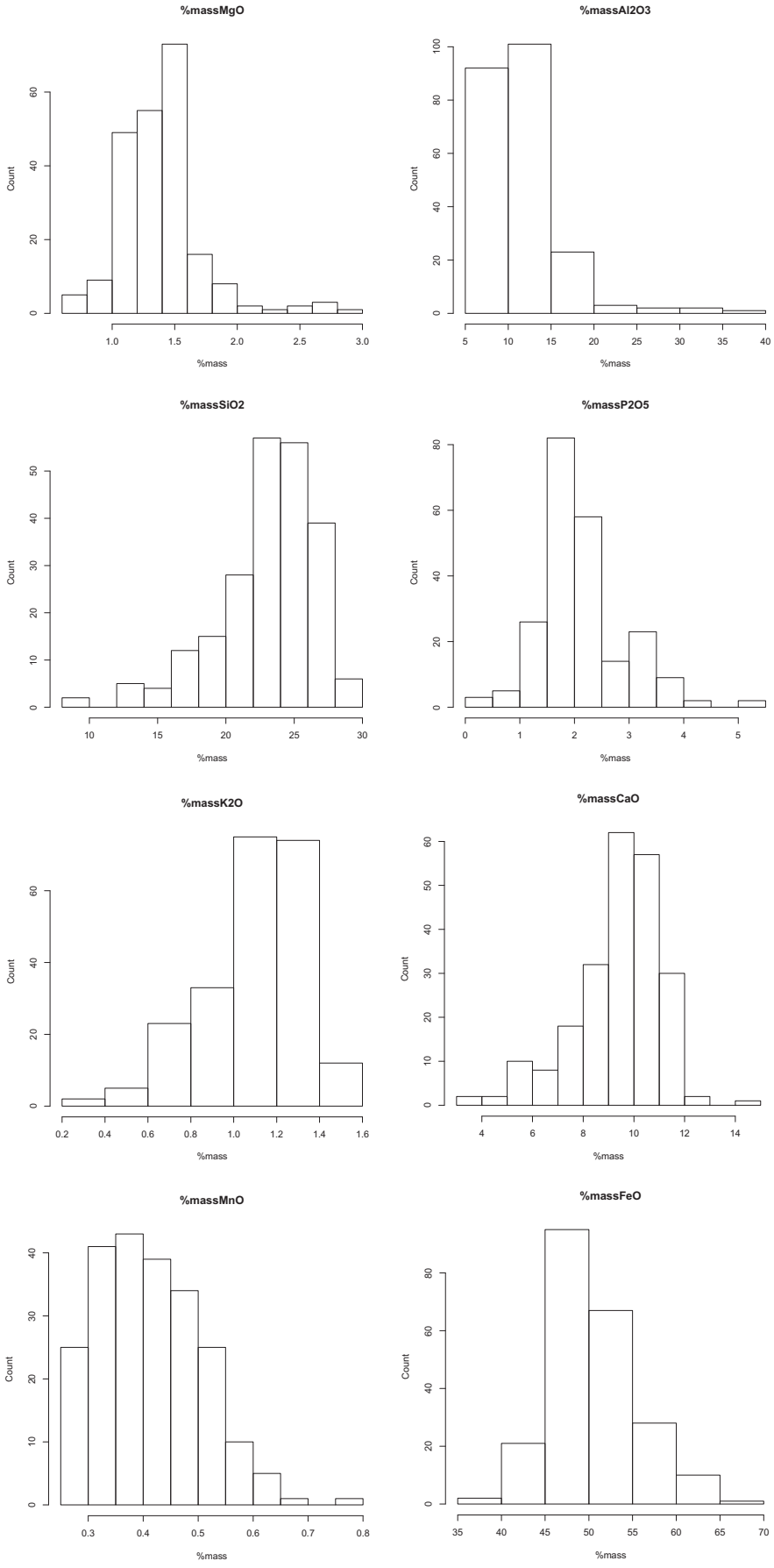


Fig. 6. Composition distribution of analysed SI from sample MUT54N30.

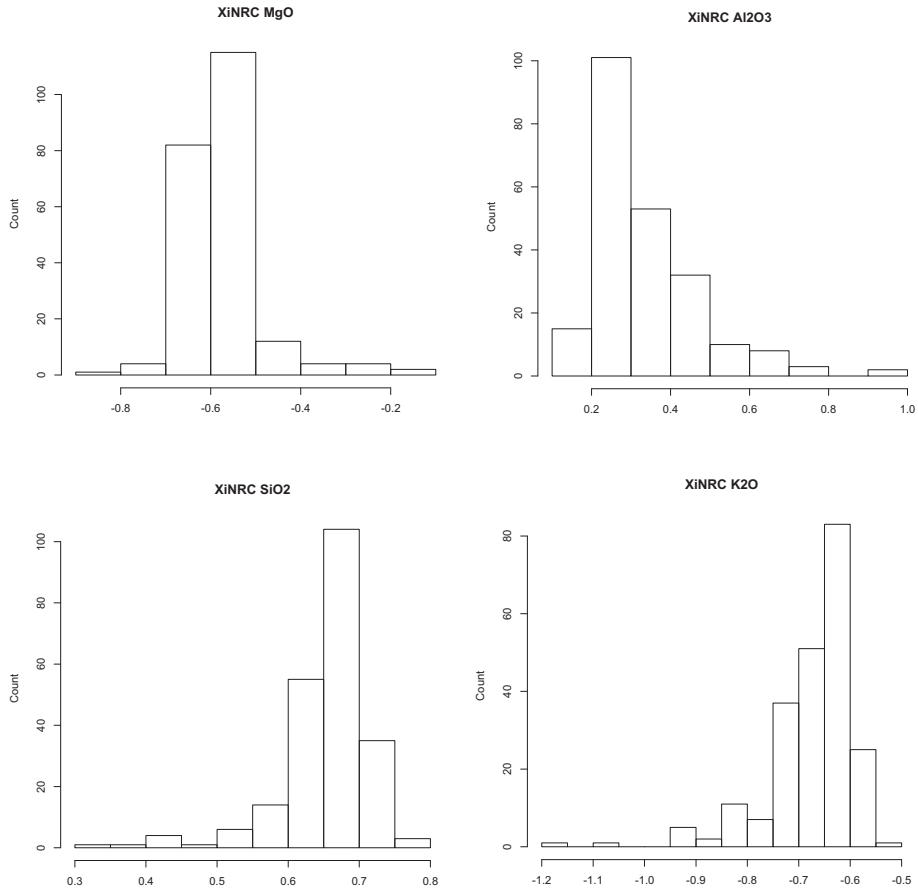


Fig. 7. Log ratio distribution for some NRC of analysed SI from sample MUT54N30.

PCA, illustrating the coherence of the methodology. The contributions of variables on PC1 and PC2 indicate correlation between some Xi_{NRC} (for example Xi_{Ca} and Xi_{Si}) that corresponds to real correlations between the elements themselves (observable in Fig. 9 showing bivariate plots of several element couples). An important issue is to evaluate whether or not the groups created by the cluster analysis are interpretable in term of SI chemical distribution following the model of NRC behaviour during smelting and smiting, proposed by Charlton et al. and several other authors (Charlton et al., 2012; Dillmann and L'Héritier, 2007). For that purpose, biplot graphs are evaluated (Fig. 10). The biplot graphs containing anticorrelated compounds such as for example, $\%Al_2O_3$ vs $\%SiO_2$ or %MgO vs $\%SiO_2$, seem to indicate that clusters 1 and 3 are formed by a local concentration of MgO and Al_2O_3 contents due to the presence of large crystalline phases related to the inclusion size or from pollution due to a smiting additive as suggested by Charlton et al. (2012). Fig. 11 presents the variation of $X_{ij}Al_2O_3$ for the different clusters versus the sizes of the SI. It demonstrates that a large amount of the SI associated with cluster 2 (resulting from the reduction stage) are small in size. Consequently, the size filter proposed by Charlton et al. to eliminate the local concentration effect may be problematic because it could also cause the elimination of a lot of inclusions linked to the smelting stage. In the present case, no SI with abnormally high SiO_2 content was detected. Moreover the $\%K_2O/\%CaO$ and $\%SiO_2/\%CaO$ ratios are constant for SI from the 3 clusters. This excludes the hypothesis of SiO_2 pollution (which should have created high SiO_2 inclusions and disturbed the $\%SiO_2/\%CaO$ ratios). Considering all these points, it can be reasonably determined that SI formed during the reduction stage are those from cluster 2. These inclusions will consequently be selected for the calculation of an average weighted content, following the formula proposed in former studies (Dillmann and L'Héritier, 2007).

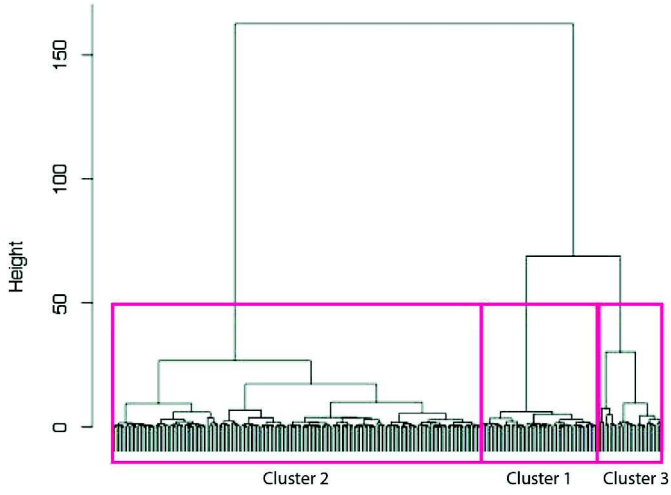


Fig. 8. Sample MUT54N30. Results of hierarchical clustering on the XiNRC following the Ward method.

$$\%E^* = \sum_{i=1}^{n}\left(\%E_i \times \frac{S_i}{S_T}\right) \qquad \text{(Equation 2)}$$

With:

E^*: average weighted content for all the inclusions of an artefact coming from the smelting stage

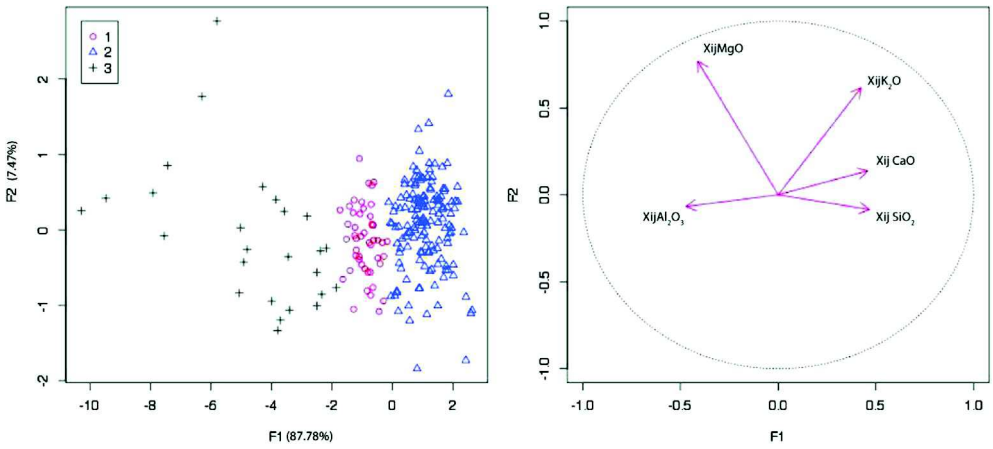


Fig. 9. Sample MUT54N30. PCA analyses (axes 1 and 2).

E_i: composition of a given inclusion
S_i: surface of this inclusion
S_T: sum of all the inclusion surfaces

The same type of procedure was followed for each of the analysed samples in order to obtain the average weighted contents presented in Tables 3 and 4.

2.6. Discriminating reduction processes

To avoid any disturbance due to matrix effects (over evaluation of the Fe content), a subcompositional ratio was calculated for each oxide, following the formula:

$$\%\text{Oxide}^{**} = \left(\%\text{Oxide}^{*} \times 100\right) \Big/ \left(100 - \text{FeO}^{*}\right)$$

Previous studies on the reference set of samples (Dillmann and L'Héritier, 2007) indicated that some compounds behave differently during the two reduction processes. Compounds such as MgO, Al_2O_3 and K_2O are not reduced during the bloomery process. Consequently they are completely transferred into the slag and SI, which are therefore likely to contain significant amounts of these compounds due to the composition of the smelting system (ore, lining, charcoal). These compounds are not reduced, even by the indirect process. However, for the latter process, they are eliminated from the system in the liquid slag that is easily separated from the metal at the bottom of the furnace (contrary to the bloomery process). Consequently, SIs that are formed during the second stage of the indirect process by oxidization of the metal during refining, contain significantly lower amounts of these compounds (i.e. MgO, Al_2O_3 and K_2O), regardless of the initial ore composition. On the contrary, phosphorus that is partly reduced in cast iron during the indirect process is concentrated in pig iron in the form of phosphorous eutectics. The oxidization (refining) stage will form inclusions with high P_2O_5 content during refining. These behaviours are illustrated for Al_2O_3**, K_2O** and P_2O_5** in Fig. 12. Nevertheless as indicated in this figure, a certain overlapping remains between the two processes. This overlapping was also observed in the bivariate diagram proposed by Dillmann and L'Héritier.

In order to overcome these limitations, it was decided to apply a statistical method to model the data as a function of the iron-making process. SIO_2 was not considered in previous studies aiming to discriminate processes because it is not reduced in the bloomery process and is transferred into slag and SI. During the indirect process a significant portion of the silicon is reduced into cast iron and is re-oxidised during the refining stage to form SI. Thus, this element should be present in significant quantities in both processes. Nevertheless, examination of the $\%SiO_2$** distribution for each process in the reference set of samples (Fig. 12) indicates that a significant difference is observable. Therefore this compound will be evaluated in the statistical approach followed in the present study. CaO was also not considered by previous studies because, despite its total transfer into the SI by the bloomery process and its elimination from the system during the indirect reduction, significant quantities could be added during the fining stage. Here again, considering the statistical set of reference samples, it seems that a difference in the amounts is noticeable and could be exploited for differentiating the processes. MnO** does not seem to be very discriminating. Its metallurgical behaviour during both processes, especially bloomery, would need further investigation. Nevertheless, it will also be used in the statistical approach.

The multivariate statistical method used in the present paper to discriminate between the direct and indirect processes is logistic regression (Berkson, 1944; Cox, 1970; Dyke and Patterson, 1952) Designed for the prediction of binary outcomes, logistic regression is widely used in epidemiology, statistical genetics and econometrics. Logistic regression was preferred over discriminant analysis as it is more relaxed and flexible in its assumptions. Unlike the latter, logistic regression does not require the independent variables to be normally distributed, linearly related, nor of equal variance within each group. To introduce logistic regression, it is helpful to review the principles of classical multivariate linear regression analysis. Consider a quantitative variable Y for which a number of potential explicative variables (X^1, X^2… X^n) are available. The multivariate linear model supposes that Y can be modelled as a linear combination of X^i :

$$Y = \beta^0 + \beta^1 X^1 + \beta^2 X^2 \ldots \beta^n X^n \qquad \text{(Equation 3)}$$

The $(\beta^1, \beta^2 \ldots \beta^n)$ coefficients correspond to the relative contribution of each variable to the prediction of the outcome *Y*. When sets of observed (Y_i) and corresponding (X_i^1, X_i^2… X_i^n) values are available, the $(\beta^1, \beta^2 \ldots \beta^n)$ can be estimated by maximum likelihood. The estimated can then be used to predict new outcomes (Y_j) from corresponding new sets of variables (X_j^1, X_j^2… X_j^n) by simply applying Equation 3. In other words, the $(\beta^1, \beta^2 \ldots \beta^n)$ are the only parameters of the model. When the outcome of interest, Y, is binary and can be recoded as $Y = 0$ or $Y = 1$, multivariate logistic regression is a powerful alternative to linear regression. Instead of modelling Y, the linear combination of variables (X_j^1, X_j^2… X_j^n) is used to model

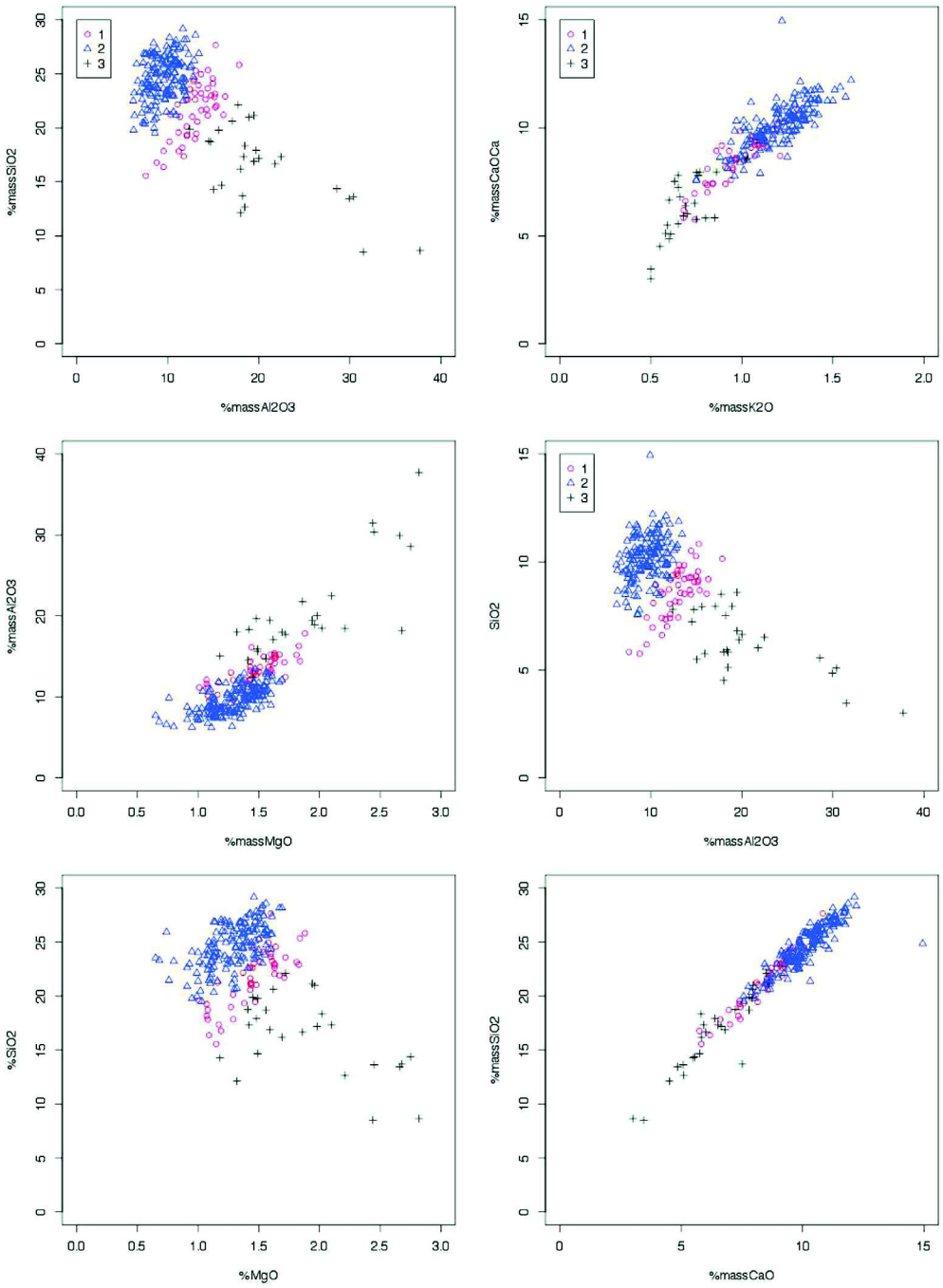


Fig. 10. Sample bivariate plots of various NRC couples.

the Logit(p), where p stands for the probability that $Y = 1$ and Logit(p) $= \log(p/1 - p)$ is a continuous variable varying from $[-\infty; +\infty]$ The logistic regression model can then be writtenLogit(p) $= \beta^0 + \beta^1 X^1 + \beta^2 X^2 + \ldots \beta^n X^n$ (Equation 4). Similar to the multivariate linear model, the $(\beta^1, \beta^2 \ldots \beta^n)$ coefficients describing the model can be estimated by maximum likelihood using sets of $(X_i^1, X_i^2 \ldots X_i^n)$ for which the value of Y (0 or 1) is known. Afterwards, when new sets of variables $(X_j^1, X_j^2 \ldots X_j^n)$ are evaluated, the probability P can be predicted using Equation 4.

To discriminate between the direct and the indirect processes, a variable Y is built such as $Y = 0$ when the sample is a result of the direct process and $Y = 1$ when it is associated with the indirect process. The logistic regression framework is applied using the **oxides as explicative variables.

$$\begin{aligned}\text{Logit}(p) = {} & \beta^0 + \beta^{Mg}\left[\%\text{MgO}^{**}\right] + \beta^{Al}\left[\%\text{Al}_2\text{O}_3^{**}\right] + \beta^{Si}\left[\%\text{SiO}_2^{**}\right] \\ & + \beta^{P}\left[\%\text{P}_2\text{O}_5^{**}\right] + \beta^{K}\left[\%\text{K}_2\text{O}^{**}\right] + \beta^{Ca}\left[\%\text{CaO}^{**}\right] \\ & + \beta^{Mn}\left[\%\text{MnO}^{**}\right]\end{aligned}$$

(Equation 4)

The reference set of 138 samples is used to estimate the eight coefficients of the model: $(\beta^0 + \beta^{\text{Mg}} + \beta^{\text{Al}} + \beta^{\text{Si}} + \beta^{\text{P}} + \beta^{\text{K}} + \beta^{\text{Ca}} + \beta^{\text{Mn}})$.

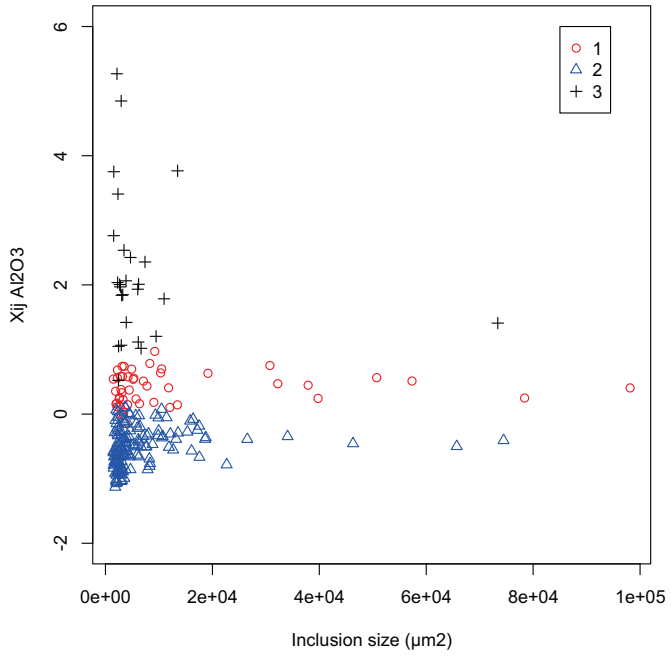


Fig. 11. SI areas versus %Xij Al_2O_3.

The maximum likelihood estimation procedure used is a numerical iterative approach based on the Bayesian optimisation algorithm proposed by (Gelman et al., 2008) and implemented in the "*bayesglm*" function of the R package arm (Version: 1.4–13). The estimated values of the eight parameters of the prediction model are given in Table 5.

With these 8 parameters, a Logit(p) value can be computed for all samples, using Equation (3). The corresponding probabilities of resulting from an indirect (p) or a direct (1-p) process can also be calculated. For all the samples of the reference set, the process that has the highest predicted probability corresponds to the known process: $p > 0.5$ for all samples known to come from an indirect process and $p < 0.5$ for all samples from a direct process. It must be stressed that, from this logit formula, a probability can be calculated for any sample, using the logit parameters in Table 5. Thus these results can now be used directly by any scholar working with SI studies.

Table 3
Average weighted compounds for all the analysed samples of Beauvais Cathedral. Sum different of 100 because of minor elements not presented in the table.

Name	MgO*	Al2O3*	SiO2*	P_2O_5*	K_2O	CaO*	MnO*	FeO*
BAC03	0.64	3.25	17.36	2.25	0.69	1.79	2.29	70.59
BAG01	0.43	3.38	16.56	3.46	0.48	0.90	0.51	73.08
BAG02	0.95	4.37	22.25	2.53	0.80	1.97	3.21	61.42
BAG04	2.09	10.33	42.80	1.16	3.50	6.04	1.20	32.25
VCBT2	0.41	4.64	17.95	1.45	2.11	3.21	1.45	67.98
VCC1	0.69	3.85	13.73	13.18	0.70	1.67	4.13	61.02
trif2-4	0.38	5.59	25.49	1.09	2.22	2.11	1.16	60.27
trif2-2	0.55	6.71	33.98	0.81	2.85	3.41	1.18	49.23
trif1-5	1.76	11.14	34.25	1.25	3.39	4.98	0.28	29.04
trif1-2	0.49	4.77	22.94	3.35	1.62	3.48	3.57	58.75
trif2-1	2.75	6.23	47.50	0.38	2.46	8.55	2.31	28.10
trif1-8	0.53	6.97	22.82	0.57	2.48	3.58	0.68	61.39
trif1-7	0.54	6.77	19.99	0.81	2.49	3.87	0.77	63.39
trif1-3	1.66	11.30	48.34	0.82	2.95	6.64	14.50	12.07
trif2-3A	0.65	2.99	29.83	6.36	1.76	4.54	0.25	51.94
trif2-3B	1.92	6.47	33.08	3.28	3.89	7.14	0.36	42.54
trif1-4	0.37	4.06	17.99	8.86	0.91	2.12	1.54	62.56
trif1-6	3.04	19.93	55.48	0.51	5.28	5.75	0.49	6.70

Table 4
Average weighted compounds for all the analysed samples of the Mutte Tower (Metz Cathedral). Sum different of 100 because of minor elements not presented in the table.

Name	MgO*	Al_2O_3*	SiO_2*	P_2O_5*	K_2O	CaO*	MnO*	FeO*
MUT36E01	2.03	8.58	24.09	4.78	2.02	8.37	0.95	47.92
MUT36E02	1.71	7.73	21.93	11.19	1.56	8.08	0.84	45.71
MUT46E02	0.25	0.79	12.5	8.26	0.4	3.96	0.25	72.22
MUT52E04	0.31	1.32	18.24	5.72	0.89	4.66	0.25	67.26
MUT52E10	0.49	1.64	23.43	3.06	1.05	5.8	0.28	63
MUT52N13	2.09	10.07	17.18	7.5	2.2	12.48	0.49	46.68
MUT52N15	2.18	14.42	20.79	3.36	0.86	10.52	0.42	46.17
MUT54E14	0.65	0.92	13.25	7.01	0.6	10.28	0.26	65.76
MUT54E16	0.26	0.91	13.12	4.1	0.54	3.84	0.25	75.66
MUT54N18	0.25	1.28	6.62	9.32	0.25	2.55	0.73	77
MUT54N19	0.25	1.24	5.54	5.96	0.25	3.02	1.14	81.12
MUT54N21	0.66	1.66	16.53	3.08	1.37	6.93	0.25	68.26
MUT54N22	1.24	10.27	22.95	4.12	1.61	16.82	0.42	41.26
MUT54N24	0.26	1.75	8.3	8.4	0.25	4.62	1.17	73.39
MUT54N30	1.53	12.64	24.02	2.25	1.18	9.81	0.3	47.03
MUT54N33	0.61	1.92	26.58	5.07	1.07	6.59	0.33	56.24
MUT54S10	0.28	0.75	12.1	7.14	0.74	1.09	0.7	75.73
MUT54W04	0.32	2.17	21.46	3.24	1.31	8.18	0.25	61.82
MUT54W16	0.63	1.29	22.11	5.45	1.04	5.61	0.25	62.34
MUT56E03	1.86	11.19	26.87	2.94	1.44	11.03	0.64	42.54
MUT56E09	0.26	0.61	14.66	5.63	0.51	2.92	0.25	73.86
MUT56E12	1.82	10.65	23.97	4.38	1.38	11.75	0.38	44.35
MUT56E13	0.32	1.35	21.38	4.02	0.4	4.33	0.29	66.66
MUT58E17	0.39	0.72	15.2	4.86	0.48	3.28	0.26	73.4
MUT56E18	0.25	0.26	7.48	2.44	0.25	1.95	0.25	85.87
MUT56E23	0.62	1.07	28.27	3	1.11	3.27	0.29	61.11
MUT56N10	0.35	2.78	10.18	9.75	0.25	6.94	1.67	66.52
MUT56N11	0.25	1.57	7.19	12.5	0.25	6.38	0.67	68.57
MUT56N32	0.87	1.02	27.79	3.41	0.99	3.71	0.42	60.52
MUT56S02	0.26	0.74	15.1	7.04	0.55	3.15	0.25	71.66
MUT56S05	0.33	1.21	16.83	8.48	0.79	3.97	0.25	66.78
MUT58E09	2.09	14.38	29.67	3.79	1.69	9.9	0.35	36.79
MUT58E10	1.78	11.19	25.27	4.58	1.6	10.96	0.3	42.95
MUT58N01	0.25	0.56	8.92	6.79	0.25	2.46	0.25	79.27
MUT60N01	1.16	2.15	40.31	1.37	1.83	8.94	0.27	42.71
MUT60N02	0.25	0.29	8.17	6.76	1.16	0.77	0.29	81.06
MUT62SW01	1.76	11.76	26.33	5.62	1.76	13.6	0.46	37.44
MUT54S	0.39	1.23	24.01	4.96	0.83	4.09	0.26	62.79
MUT54AF	0.26	0.55	11.45	3.97	0.4	3.35	0.25	78.51
MUT54AN	0.51	1.29	14.34	3.01	0.9	4	0.27	74.41
MUT54BB	0.26	1.05	16.79	3.27	0.63	3.13	0.25	73.24
MUT54BV	0.64	1.31	16.91	4.05	0.84	7.05	0.25	67.66

To evaluate the quality of the predictive model, we applied a jackknife resampling strategy. Each sample from the reference set is successively left out (a total of 138 resampling sets are thus created). The logistic regression model of Equation 4 is fitted to the 137 remaining samples. The estimated parameters are used to compute the probabilities that the left out sample comes from an indirect (p) or a direct (1-p) process. Thresholds are applied (T^{direct} and $T^{indirect}$) to assign an iron-making process for that left-out sample on the basis of these p and (1-p) values. The sample will be regarded as "direct" when $p < T^{direct}$, as "indirect" when $p > T^{indirect}$ and as "not predicted" otherwise.

By design, the models estimated for each of the 138 resampling sets are all different. However, the difference between the resampling sets and the reference set is minor (only 1 sample) and ensures high homogeneity while introducing the degree of variability required to perform a high quality evaluation. Table 6 presents the results of the prediction quality for different thresholds.

With a percentage of correct predictions ranging from 94.9% to 97.1%, the logistic regression model proposed (Equation 4) provides very encouraging results. The sensitivity of the model to the values of $T^{direct}/T^{indirect}$ suggests that these parameters mainly influence the proportion of wrong predictions. When $T^{direct} = T^{indirect} = 0.5$, a process can be assigned to all samples but the assignment is wrong for 2.9% of them. On the other hand, when $T^{indirect} > 0.7$ (and

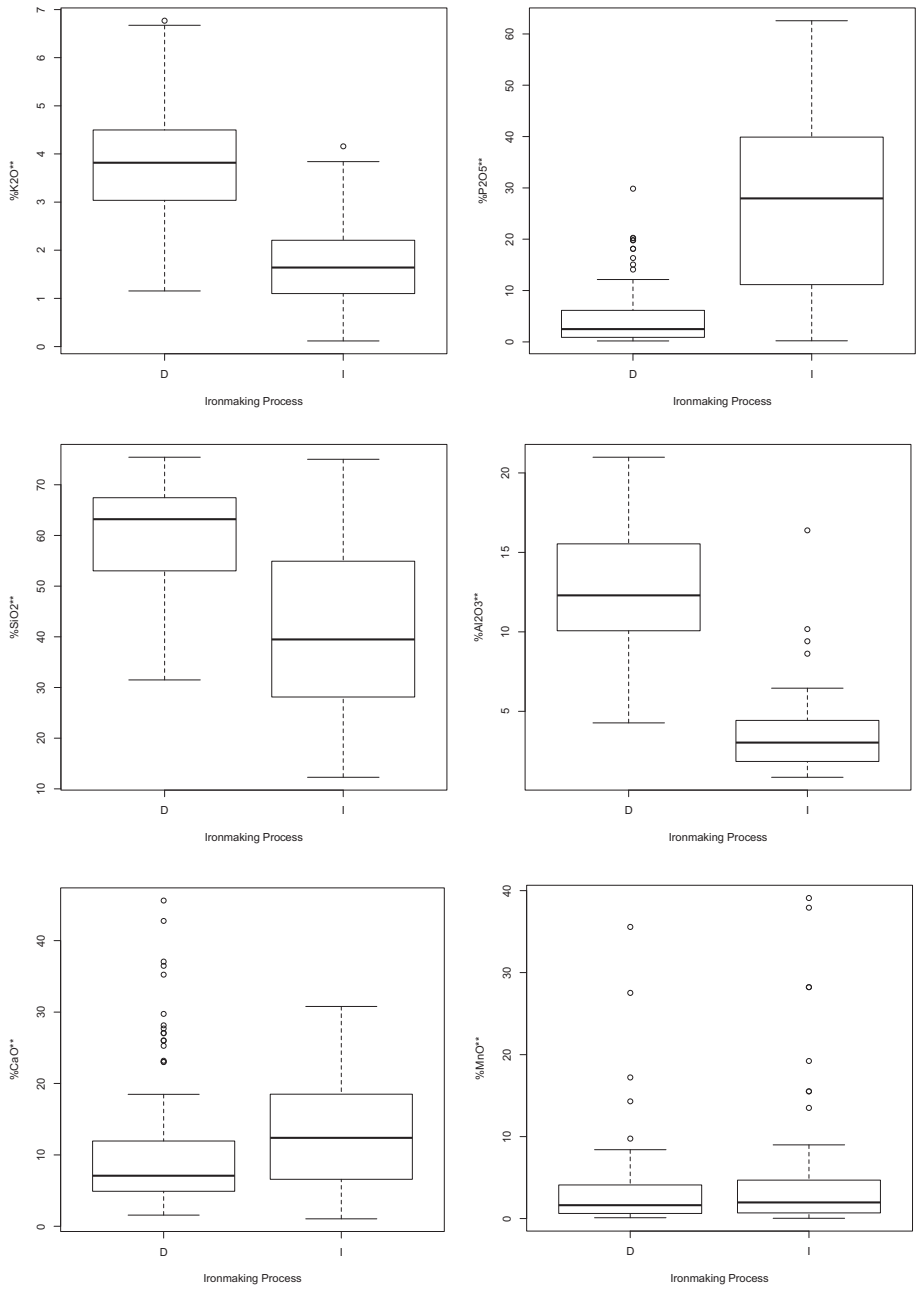


Fig. 12. Distribution of ** contents in the reference set of samples for direct (D) and indirect (I) processes.

$T^{direct} < 0.3$), the number of wrong predictions decreases to zero but at least 3.6% of the samples cannot be assigned to a particular process. Considering that a wrong prediction is particularly misleading for the purposes of our analyses and that non-prediction is preferable, we use $T^{direct} = 0.3$ and $T^{indirect} = 0.7$ for the rest of the study.

Table 5
Parameters of the logistic regression estimated with the 138 samples of the reference set.

Oxide**	Parameter	Value	Std. error
Intercept	β^0	5.22	3.320
MgO	β^{Mg}	0.13	0.35
Al_2O_3	β^{Al}	−0.95	0.25
SiO_2	β^{Si}	0.007	0.043
P_2O_5	β^{P}	0.16	0.065
K_2O	β^{K}	−0.84	0.44
CaO	β^{Ca}	0.088	0.058
MnO	β^{Mn}	0.018	0.091

2.7. Prediction for samples from Beauvais Cathedral

The logistic regression model estimated for the complete reference set with parameters presented in Table 5 is used to

Table 6
Quality of the logistic regression predictions evaluated by jackknife resampling for different thresholds ($T^{direct}/T^{indirect}$). Correct prediction: the ironmaking process predicted corresponds to the known process.

Thresholds $T^{direct}/T^{indirect}$	0.2/0.8	0.3/0.7	0.4/0.6	0.5/0.5
% Correct predictions	94.9	96.4	97.0	97.1
% Wrong predictions	0	0	0.8	2.9
% Non predicted	5.1	3.6	2.2	0

Table 7
Prediction of iron-making process for the samples from Beauvais Cathedral. D: Direct process, ND: Non Determined. Probabilities >0.99 are rounded to 0.99.

Sample	Process	*P* (Indirect)	*P* (Direct)	Logit(*p*)
BAC03	D	<0.01	>0.99	−4.64
BAG01	D	<0.01	>0.99	−5.19
BAG02	D	<0.01	>0.99	−4.90
BAG04	D	<0.001	>0.999	−11.6
VCBT2	D	<0.001	>0.999	−11.80
VCC1	ND	0.66	0.34	0.69
trif2-4	D	<0.001	>0.999	−11.25
trif2-2	D	<0.001	>0.999	−10.50
trif1-5	D	<0.001	>0.999	−12.08
trif1-2	D	<0.01	>0.99	−6.31
trif2-1	D	0.03	0.97	−3.69
trif1-8	D	<0.001	>0.999	−15.57
trif1-7	D	<0.001	>0.999	−16.08
trif1-3	D	<0.001	>0.999	−8.01
trif2-3A	ND	0.45	0.55	−0.20
trif2-3B	D	<0.001	>0.999	−8.26
trif1-4	D	0.09	0.91	−2.32
trif1-6	D	<0.001	>0.999	−18.26

calculate the Logit(p), the values of p and to predict the ironmaking process for the 18 samples from Beauvais Cathedral. Results are presented in Table 7 and Fig. 13 left. With good probability (P (Direct) $>$ 0.7), 16 out of 18 samples can be linked to the direct process and the two remaining samples cannot be attributed to any process: VCC1 (P (Indirect) = 0.67) and trif 2-3A (P (Direct) = 0.55). These results are commented upon and from a historical point of view in the following discussion.

To evaluate the robustness of these predictions, we applied the 138 slightly different logistic regression models estimated with the jackknife resampling sets to the 20 Beauvais samples. For all samples but one (Trif2-3A), the predicted statuses correspond to Table 7 using all 138 models. Trif2-3A, a sample with no predictable status (P (Direct) = 0.55) in Table 7, was similarly non-predicted using 137 models and predicted as indirect by one single model. Overall, these results largely support the predictions of Table 7 and suggest that our multivariate logistic regression model is fairly robust.

2.8. Prediction for samples from the Mutte Tower of Metz Cathedral

For this Monument, the results are much more scattered (see Table 8 and Fig. 13-right). Some samples can be attributed to the direct process with good probability, and some others to the indirect process. Only two samples cannot be linked to a given process: MUT54W04 (p_{indirect} = 0.65) and MUT54N21 (p_{Indirect} = 0.68). Again these results are commented upon in the following discussion.

Applying the same robustness procedure as for Beauvais samples, we obtained very similar results. For all 43 samples, the status predicted using the 138 slightly different logistic regression models corresponded to Table 8, in all cases. The predictions are therefore supported. The location of the different clamps and their ironmaking processes determined by logistic regression are indicated in Fig. 14

3. Discussion

The *triforium* bars in Beauvais Cathedral were all linked to the bloomery process by logistic regression (apart from trif2-3B which was undetermined). This result is not surprising and confirms both the reliability of the discriminating method and the archaeological analysis of the building. The latter indicates that the iron bars in the monument were implemented during its initial construction in the middle of the 13th century, or more likely between 1284 and 1339 when the upper sections of the cathedral where reconstructed after the partial collapse of the choir vaulting in November 1284 (Murray, 1980, 1989). As stated above, the appearance of the indirect process in the Pays de Bray, an ore- and wood-rich area, located in the vicinity of Beauvais has been widely studied (Awty, 2007; Belhoste, 2001; Dillmann and L'Héritier, 2007). It has been established that the new process (called the "Walloon process") reached this region only in the second half of the 15th century, brought by people from Namur county and the *Entre-Sambre-et-Meuse* area (Awty, 2007). It was also demonstrated that the installation of the new process was subsequently rapid and significant. Thus, iron used during the 13th or early 14th centuries corresponding to the cathedral's construction period (as with the *triforium*) must consequently be associated with the bloomery process.

The other reinforcements, located on the ribs of the vault, were also associated with the direct process, except the ring around the keystone, for which it was not possible to determine the process. As explained above, the installation of the new indirect process in the Pays de Bray was rapid and significant in the late 15th century. This strongly suggests that the clamps and the bars going through the vault were installed during the medieval period, before the second

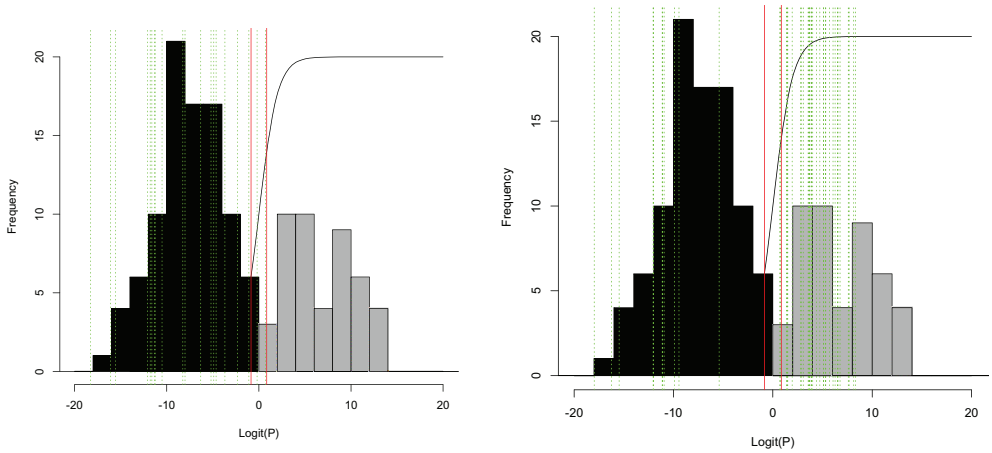


Fig. 13. (left) Beauvais Cathedral, (right) Metz Cathedral Logit distribution of the reference set of samples (black: Direct Process, grey: Indirect Process). Plain vertical lines: delimitation of the "Non-predicting" zone ($0.3 < P < 0.7$). Green dotted lines: Logit values of the Beauvais samples. (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

Table 8
Results of the prediction for the samples of Metz. D: Direct process. I: Indirect process. ND: Non Determined. Probabilities >0.99 are rounded to 0.99.

Sample	Process	*P* (Indirect)	*P* (Direct)	Logit(*p*)
MUT36E01	D	<0.001	>0.999	−9.91e+00
MUT36E02	D	<0.01	>0.99	−5.41e+00
MUT46E02	I	>0.999	<0.001	7.68e+00
MUT52E04	I	0.097	0.03	3.64e+00
MUT52E10	I	0.88	0.12	1.95e+00
MUT52N13	D	<0.001	>0.999	−1.11e+01
MUT52N15	D	<0.001	>0.999	−1.80e+01
MUT54E14	I	>0.999	<0.001	7.59e+00
MUT54E16	I	0.88	0.12	4.38e+00
MUT54N18	I	>0.999	<0.001	6.76e+00
MUT54N19	I	>0.99	<0.01	4.73e+00
MUT54N21	ND	0.68	0.32	7.46e-01
MUT54N22	D	<0.001	>0.999	−9.45e+00
MUT54N24	I	>0.99	<0.01	5.10e+00
MUT54N30	D	<0.001	>0.999	−1.62e+01
MUT54N33	I	0.94	0.06	2.78e+00
MUT54S10	I	>0.99	<0.01	5.29e+00
MUT54W04	ND	0.66	0.33	6.94e-01
MUT54W16	I	0.98	0.02	3.88e+00
MUT56E03	D	<0.001	>0.999	−1.21e+01
MUT56E13	I	0.98	0.02	4.00e+00
MUT56E12	D	<0.001	>0.999	−1.11e+01
MUT56E09	I	>0.99	<0.01	6.27e+00
MUT58E10	D	<0.001	>0.999	−1.20e+01
MUT56E18	I	0.99	0.01	6.55e+00
MUT56E23	I	>0.99	<0.01	2.90e+00
MUT56N10	I	>0.99	<0.01	3.55e+00
MUT56N11	I	>0.999	<0.001	8.14e+00
MUT56N32	I	0.98	0.02	3.66e+00
MUT56S02	I	0.98	0.02	6.50e+00
MUT56S05	I	>0.99	<0.01	5.33e+00
MUT58E09	D	<0.001	>0.999	−1.55e+01
MUT58E17	I	>0.99	<0.01	5.70e+00
MUT58N01	I	>0.999	<0.001	8.30e+00
MUT60N01	I	0.82	0.18	1.51e+00
MUT60N02	I	>0.99	<0.01	5.09e+00
MUT62SW01	D	<0.001	>0.999	−1.09e+01
MUT54S	I	0.98	0.02	3.88e+00
MUT54AF	I	>0.99	<0.01	6.05e+00
MUT54AN	I	0.8	0.2	1.39e+00
MUT54BB	I	0.96	0.04	3.06e+00
MUT54BV	I	0.098	0.02	3.73e+00
MUT54CE	I	0.8	0.2	1.43e+00

half of the 15th century and most certainly during the reparation of the vault after the collapse mentioned above. Indeed, these clamps are precisely located in the middle vault, which was suspected of failure (Murray, 2011). Here again, the results from the complete set of artefacts are in solid agreement with the observations of Jean-Lucien Guenoun, indicating that the coating applied during the modern period (18 and 19th centuries) partially covers some of the reinforcements (especially in the cross ribs of the vault).

These new results clearly confirm the fact that substantial quantities of iron reinforcements were used to build the highest gothic choir of the medieval period. These data complement the previously known reinforcements in the attic (hooks and a chain on a diaphragm wall also linked to the direct process (Dillmann, 2011)), and the massive bars between the flying buttresses – partially associated with the same process. Consequently, even if iron made with the indirect process, as demonstrated in prior studies (Dillmann, 2011), was installed in the building in the 18th century when restorations were carried out in the Cathedral, it appears that bloomery iron was first used extensively in medieval times, or at least after the collapse of the vault in 1284.

The Mutte Tower of Metz Cathedral, situated in Lorraine, is a bit more complex to interpret: it merits a discussion of the case of clamps linked to the bloomery process by the logistic regression approach. A particularity of the local ore (the *minette* de Lorraine) used mainly in Lorraine bloomery forges is its significant phosphorus content. This element should be present in high quantities in the SI produced from this ore. Another characteristic of the *minette* ore is its relatively high $\%Al_2O_3/\%SiO_2$ ratio that reaches values of 0.3–0.8 in the slag (Leroy, 1997a). It is interesting to note that all samples linked to the bloomery process have compositions compatible with this characteristic (high P and $\%Al_2O_3{}^*/\%SiO_2{}^*$ ratio) as indicated in Fig. 15. Thus, it can be deduced that they were most likely produced from bloomery iron with *minette* ore. It is also not surprising that none of the clamps associated with the bloomery process are rolled, because as stated above, rolling only appeared during the 17th century. They also present the same morphological characteristics with a rectangular cross-section. Historical sources since the 13th century mention that the craftsmen of Metz had good reputations as armourers and that a few public figures of the city were granted exploitation rights to the forests and forges of the castellany of Briey by the Earl of Bar in 1285 (Schneider, 1950). Therefore some of the iron produced in these forges 20 km away from Metz may have supplied the city markets at least since the beginning of the 14th century. Archaeological investigations have proven that in this region only *minette*-type ore was processed in bloomery furnaces. Accounting books related to the construction of the Mutte Tower between 1478 and 1483 mention that the iron armatures were forged by urban locksmiths and also that the city itself provided the iron. Thus, considering these historical and morphological features clamps linked to the bloomery process are likely to have been installed in the Middle Ages. However, the persistence of the bloomery process through the first half of the 17th century (bloomery forges are substantiated archaeologically until that time (Leroy, 1998)) does not permit a definitive conclusion. Other dating methods, especially radiocarbon dating will be implemented in the future to confirm this hypothesis.

As previously stated, the rolled clamps (MUT46E02, MUT54N18, MUT54N24, MUT56N11, MUT56N10, MUT54N19) are all not surprisingly linked to the indirect process, and were likely installed in the building after the 17th century. Five of these rolled clamps present a different $\%Al_2O_3/\%SiO_2$ than the others, confirming that they belong to a specific group. These clamps are clearly linked to 18th to 20th century restorations. More interesting is the fact that 21 hammered clamps are also linked to the indirect process by logistic regression. Furthermore, they present relatively high phosphorus contents in the SI (see Table 3), compatible with the use of a phosphorous ore such as *minette*. They also present a low $\%Al_2O_3/\%SiO_2$ ratio, however it cannot be used to discuss provenance in this case, as it is due to the process itself (elimination of Al_2O_3 during the ore reduction in the blast furnace). Therefore, the high P content favours the hypothesis of local production using *minette* phosphorous ore. Actually, the only origin cited in accounting sources from the Mutte Tower refers to dispatching two messengers to the "Orval forge" to fetch some iron (Jacob, 1864). Orval Abbey, now in Belgium, indeed possessed several forges in Lorraine close to the present border including that of Buré, already mentioned in 1445. The ore mined from the estate of Orval Abbey called "fer fort" is distinct from the *minette* produced around Metz and its composition is radically different, especially as it does not contain high quantities of P. The exploitation of "fer fort" ores seems to be related to the spread of the new blast furnace and finery process in Lorraine at the end of the 15th century. We also note that much later, in the 17th century, the same Buré forges contained a blast furnace and finery forge. Thus these "indirect hammered" clamps cannot be linked to this specific origin: archaeometrical data seems to complement the historical sources. The earliest clear mention of a blast furnace in Lorraine is in 1495 and the arrival of the indirect process in Lorraine is believed to have

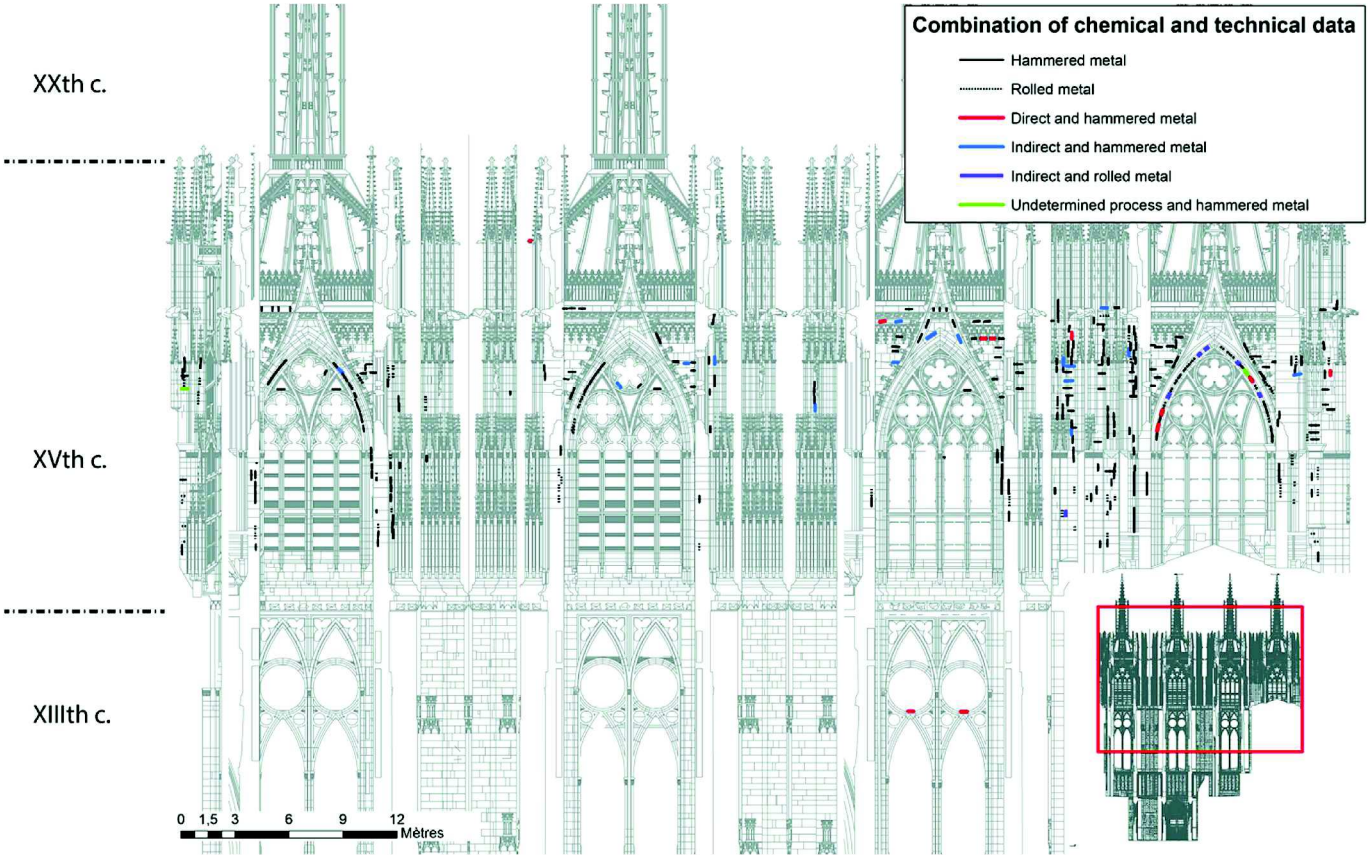


Fig. 14. Locations of the clamps in the Mutte Tower.

occurred during the second part of the 15th century (Horikoshi, 2008; Leroy, 1997b). Thus it is likely that both were in use during the late 15th century construction campaigns.

In summary, the observations concerning this monument are completely different from Beauvais. Clamps linked to the indirect process could be dated later than the construction of the tower.

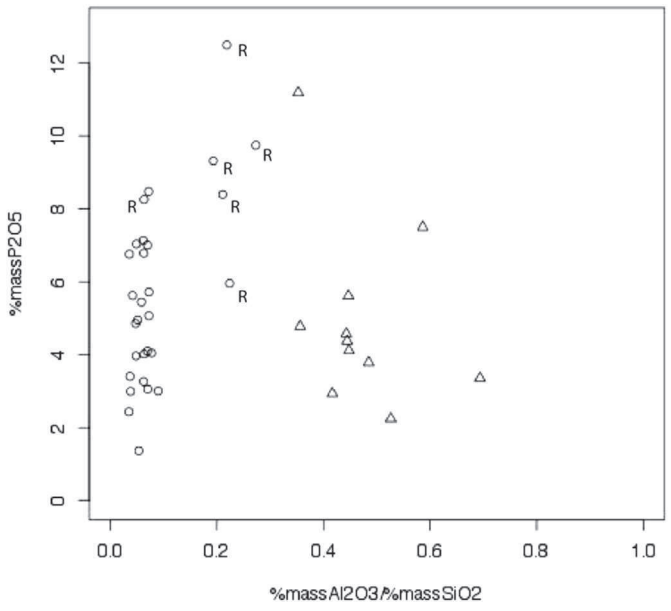


Fig. 15. $\%massAl_2O_3/\%massSiO_2$ ratio and P_2O_5 content of SI of samples from the Mutte Tower. R: rolled, H: hammered, triangle: bloomery, circles: indirect process.

Nevertheless, the fact that some of these clamps are hammered also suggests a use in the building in the late 15th century during the period in which the indirect process spread in Lorraine. This must be confirmed by other methods or approaches but, the presence of bloomery iron and the historical sources from this period mentioning substantial iron use in the building (21 tons in the 15th century) strongly suggest that most hammered clamps found on the Mutte Tower were installed during this period. Making the hypothesis that the entire set of hammered clamps are linked to the late 15th century period of the building, 11 (34.5%) are associated with the bloomery process and 21 (65.5%) with the indirect process. As demonstrated by former studies on other cathedrals, especially Troyes and Auxerres (L'Héritier et al., 2010, L'Héritier et al., 2013), the presence of clamps originating from both processes is not surprising and illustrates the progressive arrival of the new process. Other sets of clamps from other parts of the tower will be analysed and should shed more light on the subject, particularly the very regularly-arranged clamps placed on the bell chamber vault, which indicates a single work phase, very likely linked with the building phase itself, contrary to the tower's facades, which were more exposed to decaying factors and therefore subject to later consolidation and restoration. Lastly, it should be stressed that, the SI study complements the historical sources concerning the identification of supply sources (P phosphorus ores identified for clamps linked to the indirect process for example, complementing the historical citation of the Orval forge).

4. Conclusion

A new method for discriminating ironmaking processes was used in the present study and applied to two sets of iron

reinforcements from the Beauvais and Metz Cathedrals respectively. This approach is based on the use of statistical methods (i) for selecting SI in the artefacts linked to the smelting stage (ii) to predict by logistic regression the probability of a sample having been made by one process or another.

The paper demonstrates that the selection of SIs linked to the smelting stage using the combination of cluster analysis, PCA analysis and bivariate plots is effective. The two first methods are very efficient in differentiating SI families but only a careful examination of the bivariate plots permits the final attribution of each family to a different origin (SI formed during the smelting stage, forging additions or local concentration effects).

The logistic regression appears to be a very efficient way to distinguish direct and indirect processes within a learning set of samples. The model built from this learning set can then be used to evaluate the probability of an unknown sample having been made by one or another process. Tests of the model's robustness are convincing and the results very consistent.

The results obtained from the archaeological set of samples coming from Metz and Beauvais Cathedrals were compared with the history of indirect process diffusion in the two areas concerned. This allowed us to confirm the extensive use of iron reinforcements since the construction of Beauvais cathedral, even in the vaults of the monument or, at least since 1284. In the Mutte Tower of Metz Cathedral analysis of the situation is more complex, but it is highly probable that clamps from Lorraine reinforced some parts of the monument from its construction between the 13th and the 15th centuries. Furthermore, large sets of clamps coming from the indirect process were also in evidence. The fact that some of these clamps were rolled and others hammered suggests that they were installed in the monument at different times. Nevertheless further studies, for example radiocarbon dating using recent methodologies developed by our team, will be used in the future to specify the dating of these clamps. Moreover, the origin of clamps made by the bloomery process will be confirmed and studied in detail by completing major element studies through a trace element approach following the methodology proposed by Leroy et al. (2012). Lastly, the results presented in this paper will be compared with a study of the composition of lead used for sealing clamps. These complete sets of analytical and archaeological data will in the near future allow us to finally understand the use of iron reinforcements in these two monuments and the evolution of the ironmaking processes in the two areas linked to these cathedrals (Picardie and Lorraine).

Acknowledgements

Jean-Lucien Genoun and Christophe Bottineau for permitting sampling in Beauvais and Metz Cathedrals respectively, Annick Texier (LRMH) for the crucial help during the visit of the monuments and their understanding. Gaspard Pages for providing reference samples and constructive remarks to the global reflexion.

Appendix A. Supplementary data

Supplementary data related to this article can be found at doi:10.1016/j.jas.2013.10.034.

References

Aitchison, J., 1986. The Statistical Analysis of Compositional Data. Chapman&Hall, London.
Aitchison, J., 2002. Some comments on compositional data analysis in archaeometry, in particular the fallacies in Tangri and Wright's dismissal of logratio analysis. Archaeometry 44, 295–304.
Awty, B.G., 2007. The development and dissemination of the walloon method of iron working. Technol. Cult. 48, 783–803.
Belhoste, J.-F., 2001. Mutations techniques et filières marchandes dans la sidérurgie alpine entre le XIIIe et le XVIe siècle. In: Braunstein, P. (Ed.), La sidérurgie alpine en Italie (XIIe–XVIIe siècle). Ecole Française de Rome, Rome, pp. 515–624.
Belhoste, J.-F., Lecharbonnier, Y., Arnoux, M., 1991. La métallurgie normande XIIe–XVIIe siècles. La révolution du haut fourneau, Paris.
Berkson, J., 1944. Application of the logistic function to bio-essay. J. Am. Statist. Assoc., 357–365.
Blakelock, E., Martino-Torres, M., Veldhuijzen, H., Young, T., 2009. Slag inclusions in iron objects and the quest for provenance: an experiment and a case study. J. Archaeol. Sci. 36, 1745–1757.
Buchwald, V.F., Wivel, H., 1998. Slag analysis as a method for the characterization and provenancing of ancient iron objects. Mater. Charact. 40, 73–96.
Cantelaube, J., 1993. Apparition et évolution de la forge à la catalane dans l'Est des Pyrénées françaises, XVIIe–XXe siècle. In: MORERA, E.T.I. (Ed.), La farga catalana en el marc de l'arqueologia siderùrgica. Symposi internacional sobre la Farga catalana, Ripoll, pp. 305–325.
Charlton, M., Blakelock, E., Martinón-Torres, M., Young, T., 2012. Investigating the production provenance of iron artifacts with multivariate methods. J. Archaeol. Sci. 39, 2280–2293.
Cox, D.R., 1970. Analysis of Binary Data. Capman and Hall, London.
DenOuden, A., 1981. The production of wrought iron in finery hearths part I: the finery process and its development. Hist. Metall. 15, 63–87.
Dillmann, P., 2011. From Soissons to Beauvais: the use of iron in some French cathedrals. In: Hosek, J., Cleere, Henry, Mihok, L. (Eds.), The Archaeometallurgy of Iron – Recent Developments in Archaeological and Scientific Research, Prague, pp. 173–196.
Dillmann, P., L'Héritier, M., 2007. Slag inclusion analyses for studying ferrous alloys employed in French medieval buildings: supply of materials and diffusion of smelting processes. J. Archaeol. Sci. 34, 1810–1823.
Dillmann, P., Perez, A., Vega, E., Arribet-Deroin, D., Aranda, R., L'Héritier, M., Neff, D., Bellot-Gurlet, L., 2012. Understanding the walloon method of iron refining: archeological and archeometric experiments. J. Hist. Metall. 46, 19–31.
Dyke, G.V., Patterson, H.D., 1952. Analysis of factorial arrangements when the data are proportions. Biometrics 8, 1–12.
Gelman, A., Su, Y.S., Yajima, M., Hill, J., Pittau, M.G., Kerman, J., Zheng, T., 2008. A weakly informative default prior distribution for logistic and other regression models. Ann. Appl. Stat. 2, 1360–1383.
Gillard, A., 1971. L'industrie du fer dans les comtés de Namur et de l'Entre-Sambre-Et-Meuse de 1345 à 1600, Bruxelles.
Gille, B., 1970. L'évolution de la Technique Sidérurgique. Rev. Hist. Mines Sidérurgie II, 145–171.
Hedges, R.E.M., Salter, C., 1979. Source determination of iron currency bars through the analysis of slag inclusions. Archaeometry 21, 161–175.
Horikoshi, K., 2008. L'industrie du fer en Lorraine. XIIè-XVIIè siècles. Dominique Guéniot, Langres.
Hørst-Madsen, L., Buchwald, V.F., 1999. The characterisation and provenancing of ore, slag and iron from the Iron Age settlement in Snorup. J. Hist. Metall. Soc. 33, 57–67.
Jacob, V., 1864. Recherches historiques sur la tour et la cloche de Mutte de la cathédrale de Metz, Metz.
L'Héritier, M., Dillmann, P., Benoit, P., 2010. The use of ferrous alloys for the building of gothic churches. Role, origins and production of the metal, through the examples of Rouen and Troyes. Hist. Metall. 44, 21–35.
L'Héritier, M., Dillmann, P., Timbert, A., Bernardi, P., 2012. The role of iron armatures in gothic constructions: reinforcement, consolidation or commissioner's choice. In: Carvais, R., Guillerme, A., Nègre, V., Sakarovitch, J. (Eds.), Nuts and Bolt of Construction History, Culture, Technology and Society, vol. 2. Picard, Paris.
L'Héritier, M., Dillmann, P., Aumard, S., Fluzin, P., 2013. Iron? Which iron? Methodologies for metallographic and slag inclusion studies: the case of the ferrous reinforcements of the Auxerres Cathedral. In: Humphris, J., Rehren, T. (Eds.), The World of Iron. Archetype Publications, Londres, pp. 409–420.
Le Coze, J., 2008. Histoires de fontes. Les descriptions du XVIIIe siècle. Partie II: Sur les diverses conceptions de l'affinage des fontes au bas foyer. C. R. Chim. 11, 1584–1603.
Leroy, M., 1997a. La sidérurgie ancienne en Lorraine avant le haut-fourneau. Etude du développement historique et des conditions techniques de l'utilisation du minerai oolithique lorrain (la minette) en métallurgie de réduction directe. Edition du CNRS, Paris.
Leroy, M., 1997b. La Sidérurgie en Lorraine avant le haut fourneau. L'utilisation du minerai de fer oolithique en réduction direct. CNRS, Paris.
Leroy, M., 1998. Autour de la « minette »: la perduration de la production de fer en bas-fourneau en Lorraine à la fin du Moyen Age. In: Beck, P. (Ed.), L'innovation technique au Moyen Age. Actes du VIe Congrès international d'Archéologie médiévale. Errance, Paris, pp. 145–150.
Leroy, S., Cohen, S.X., Verna, C., Gratuze, B., Téreygeol, F., Fluzin, P., Bertrand, L., Dillmann, P., 2012. The medieval iron market in Ariège (France). Multidisciplinary analytical approach and multivariate analyses. J. Archaeol. Sci. 39, 1080–1093.
Murray, S., 1980. The choir of the Church of St.-Pierre, cathedral of Beauvais: a study of gothic architectural planning and constructional chronology in its historical context. Art Bull. 62, 533–551.
Murray, S., 1989. Beauvais Cathedral: Architecture of Transcendence. Princeton University Press, Princeton.

Murray, S., 2011. Back to Beauvais. In: Bork, R., Clark, W.W., McGehee, A. (Eds.), New Approaches to Medieval Architecture. Avista Publications, Ashgate, pp. 45–60.
Pagès, G., Dillmann, P., Fluzin, P., Long, L., 2011. A study of the roman iron bars of Saintes-Maries-de-la-Mer (Bouches-du-Rhône, France). A proposal for a comprehensive metallographic approach. J. Archaeol. Sci. 38, 1234–1252.
Rouillard, J., 2003. L'homme et la rivière: histoire du bassin de la Vienne au Moyen Âge (XIIe-XVIe siècles), Histoire, Paris I, Paris, p. 1199.
Schneider, J., 1950. La ville de Metz aux XIIIe et XIVe siècles. Imprimerie Thomas, Nancy.
Verna, C., 2001. Le temps des Moulines. Fer, technique et société dans les Pyrénées centrales (XIIIe - XVIe siècles). Publications de la Sorbonne, Paris.

Annexe H :
Catalogue des déchets métalliques et produits sidérurgiques étudiés

Cette ultime annexe se compose de fiches synthétisant, pour chaque échantillon étudié dans le cadre de cette thèse, les informations collectées par les examens macro- et microscopiques réalisées. Les fiches se composent d'un cadre indiquant les dimensions de l'individu, sa catégorie fonctionnelle, ainsi que des informations synthétiques, telles que la propreté inclusionnaire ou la teneur moyenne du métal en carbone. Le bilan des examens micrographiques a été décliné en deux volets. Le premier est dévolu à la qualification du métal par ses principales caractéristiques (compacité, structure dominante, présence de soudures,...). Le second repose sur la description des inclusions de scorie (ou le cas échéant, la scorie adhérant au métal). Celle-ci est déclinée en deux volets : une appréciation de la morphologie et de la distribution des inclusions au sein du métal, et une description des faciès minéralogiques dominants. Les descriptions renvoient à des clichés micrographiques de détail.
Chaque fiche est complétée par deux clichés présentant la section réalisée. Le premier, réalisé sans attaque métallographique, montre l'emplacement des analyses chimiques effectuées. Les chiffres arabes figurent les analyses ponctuelles réalisées au MEB-EDS. Les chiffres romains renvoient aux analyses effectuées par LA-ICP-MS. Les zones symbolisées par des rectangles rouges portant la mention «XL» correspondent aux emplacements des cartographies élémentaires hyperspectrales réalisées au MEB-EDS. Ces annotations renvoient à l'identification de chaque inclusion analysée, dont les caractéristiques chimiques sont présentées dans les fiches individuelles composant l'annexe numérique jointe au présent volume.

ME-1469-F007

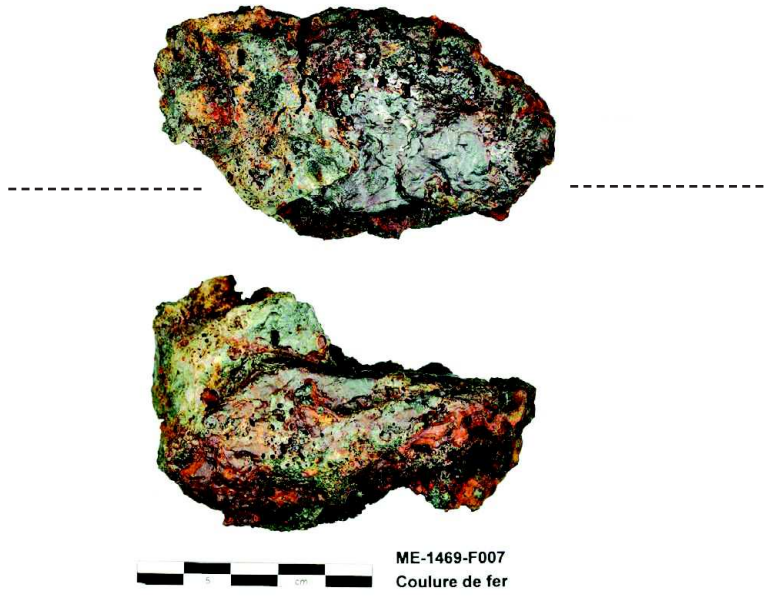
Catégorie : Coulure de fer

Masse : 201,6 g
Longueur : 80 mm
Largeur : 47 mm
Epaisseur : 47 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : entre 0,8 et 2,11 %

Remarque(s) :



Description morphologique :

Bloc composé d'un morceau de fer en forme de coulure fer auquel adhère un écoulement cordé de scorie grise. Le métal présente des contours lissés et arrondis.

Structure du métal :

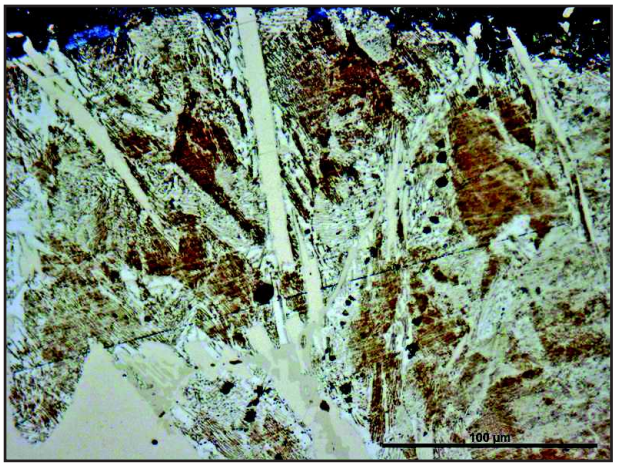
Le métal n'est pas compact. Il présente un réseau de nombreuses petites porosités millimétriques aux environs d'une de ses surfaces. Cette zone est plus particulièrement affectée par la corrosion. Le métal contient également à cœur des porosités plus importantes, dont les dimensions sont plurimillimétriques. La structure est celle d'un acier hypereutectoïde, présentant de la cémentite sous forme soit d'aiguilles, soit de filaments aux joints de grains de perlite (Cliché **1**). On observe une proportion moindre de cémentite pro-eutectoïde aux abords de la scorie. On remarque également que la cémentite est moins affectée par la corrosion. Les aiguilles de cémentite adoptent une orientation préférentielle, soit radiale, soit parallèle (**2**).

Inclusions :

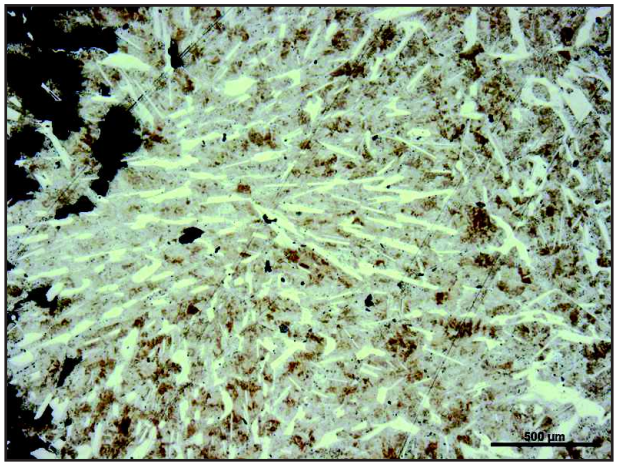
Le métal ne contient aucune inclusion de scorie. Des plages de scorie adhèrent au métal. Elle se compose de dendrites très resserrées de couleur gris clair, dans le réseau desquelles se trouvent des cristaux isolés, de forme variable, d'aciculaires à trapues (**3**).Globalement, la taille de ces cristaux ne dépasse pas la dizaine de microns. Localement, on distingue des réseaux de fines dendrites de wüstite, associés à d'autres grains (olivines type hercynite) dont la taille est un peu plus importante que dans le cas de figure évoqué précédemment (**4**). A d'autres endroits, on distingue des cristaux polygonaux allongés, dont les dimensions atteignent quelques dizaines de micromètres, ces cristaux ont l'air d'être composés de la même espèce minérale que les dendrites évoquées plus haut.

Conclusion partielle :

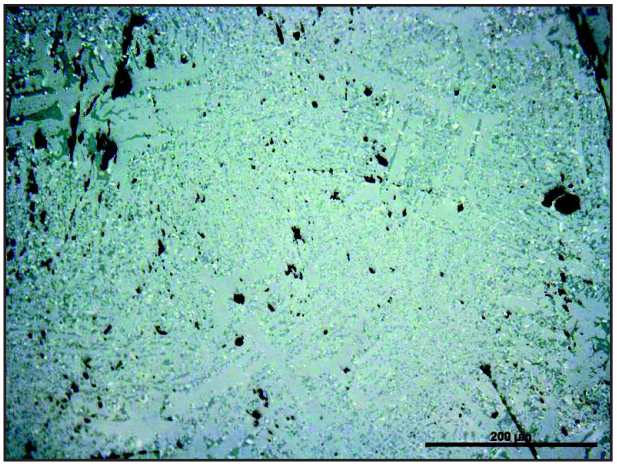
Le bloc est constitué d'un alliage fortement carburé. Du fait de la teneur en carbone importante, le métal devait présenter un état pâteux, plus ou moins fluide, au cours de la réduction, ce que semble confirmer la texture lisse des surfaces.



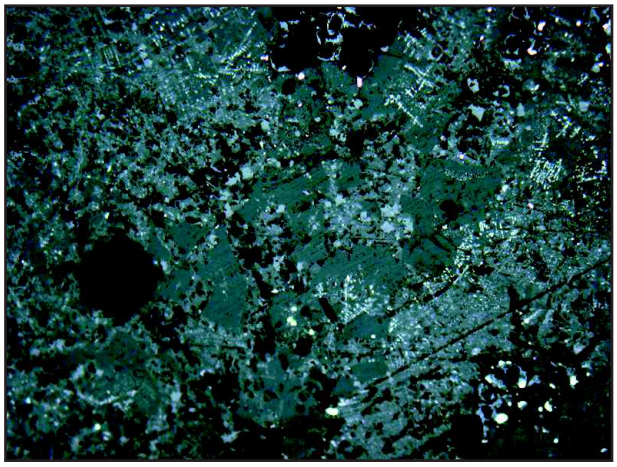
1



2



3



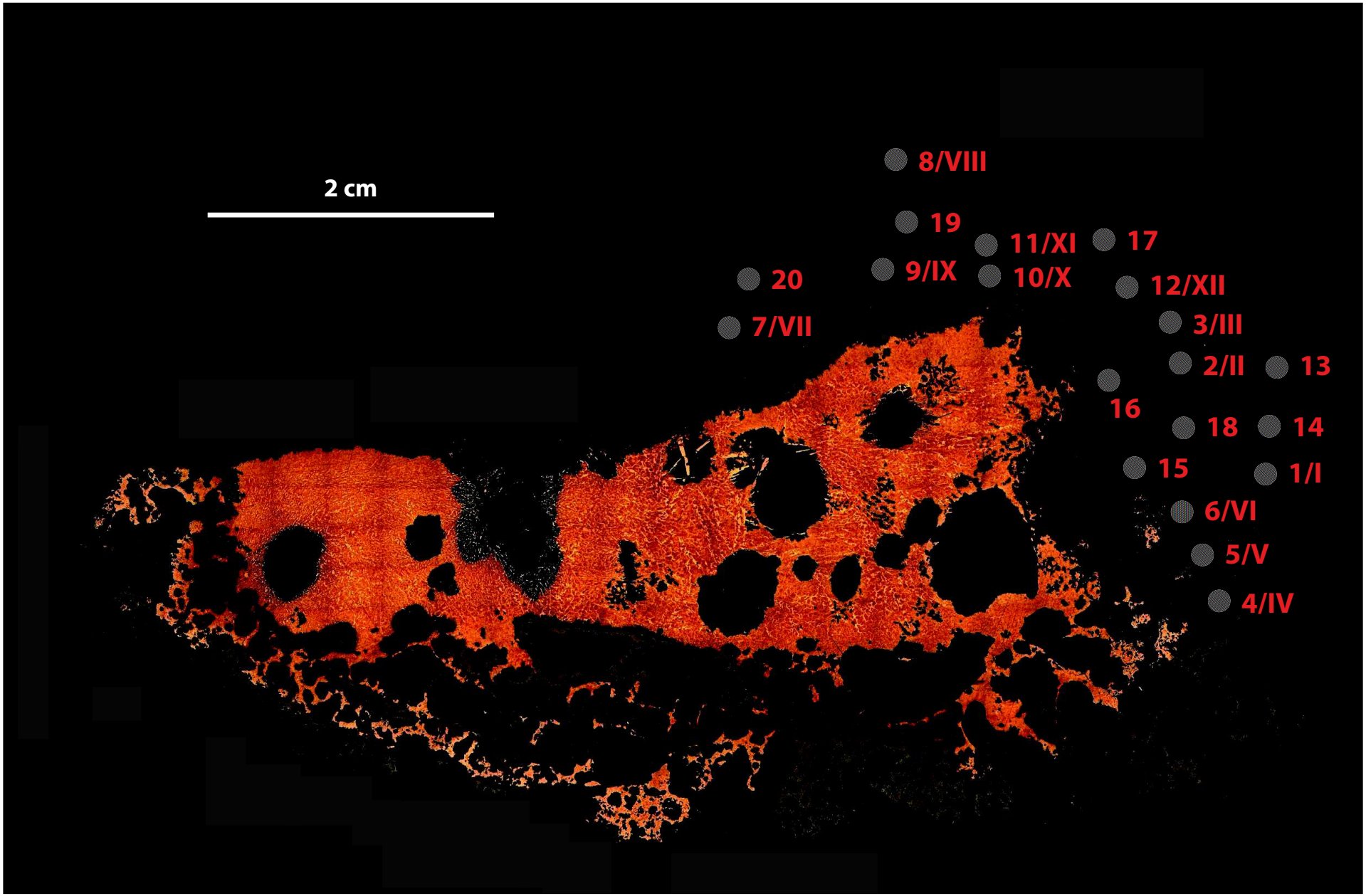
4

5

6

7

8



Repérage des analyses chimiques - Attaque métallographique

ME-1960-F001

Catégorie : Coulure de fer

Masse : 217 g
Longueur : 60 mm
Largeur : 55 mm
Epaisseur : 37 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : env. 2,11 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Le bloc de métal présente une forme de cordon de section ovale adhérant à un écoulement de scorie cordée (scorie dense gris clair).

Structure du métal :

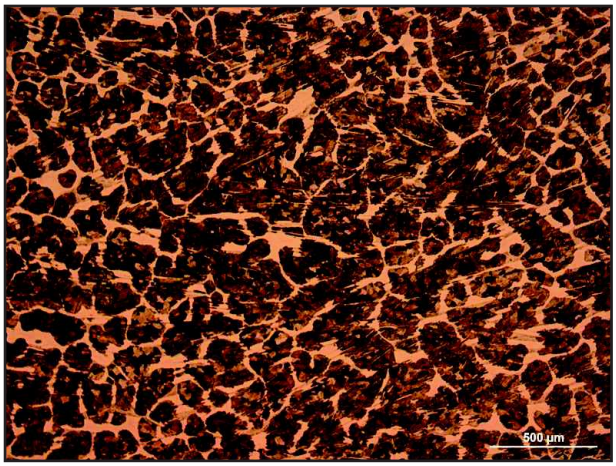
Le métal est compact, mais comporte des porosités plurimillimétriques aux contours arrondis. Le métal est fortement carburé. Il présente une structure dendritique composée d'agrégats de grains de ferrite gamma et de perlite dans une matrice de cémentite (Clichés **1** et **2**). Des lattes fines de graphite peuvent être observées dans les agrégats. La structure est d'une grande homogénéité à l'échelle de la section. Il s'agit d'une fonte blanche hypoeutectique.

Inclusions :

Le métal ne contient aucune inclusion de scorie. En revanche une grande plage de scorie est observable, adhérant au métal. La structure de la scorie est elle aussi très homogène. La matrice est constituée de cristaux anguleux dont les contours sont discernables par la disposition de fines dendrites non identifiables. Ces cristaux forment des quadrilatères dont les dimensions varient de quelques dizaines à plusieurs centaines de microns (Clichés **3** et **4**).

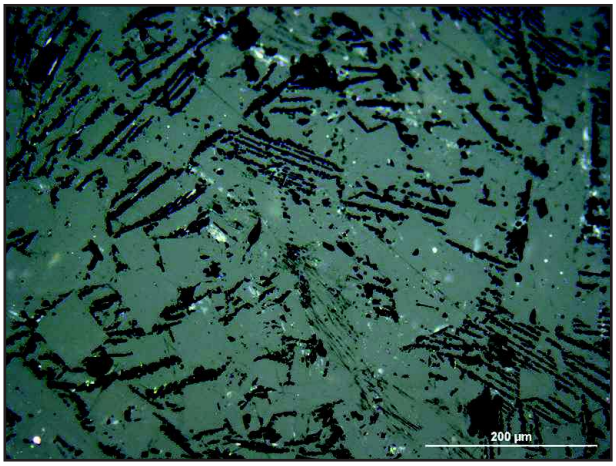
Conclusion partielle :

Le bloc de métal est composé d'un alliage très fortement carburé (fonte blanche). Le point de fusion relativement bas a permis l'écoulement de ce cordon parmi de la scorie, au cours de la réduction. Les cavités sphériques sont certainement due à des bulles de gaz emprisonnées dans la matrice métallique.

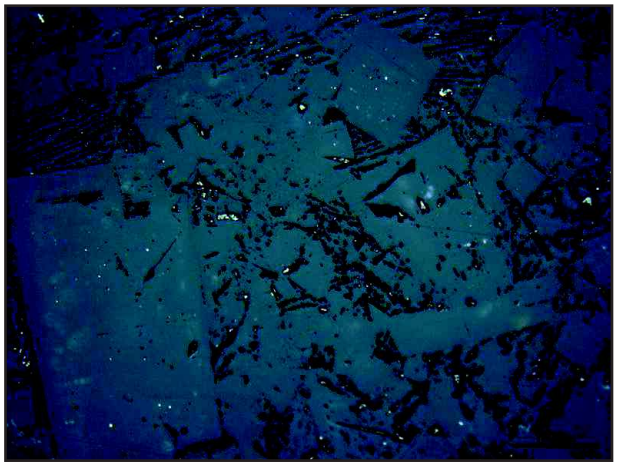


1

2



3



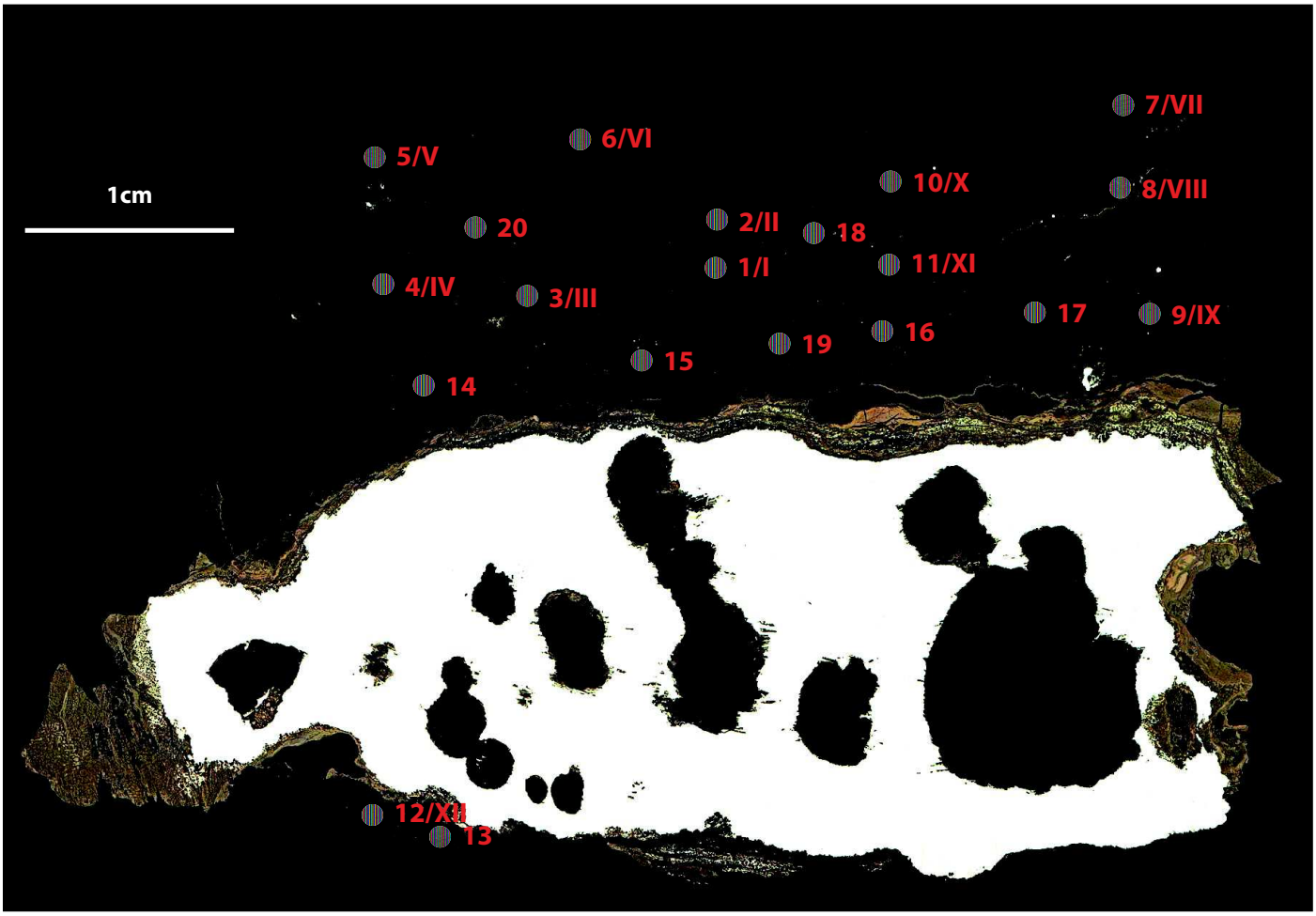
4

5

6

7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique

ME-2052/2055-F001

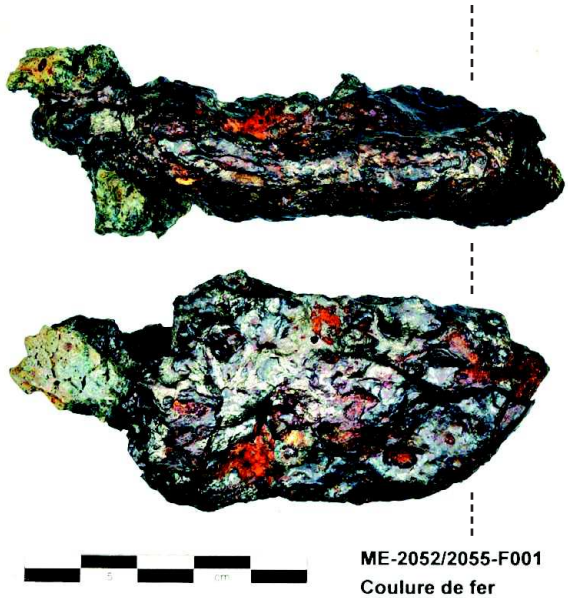
Catégorie : Coulure de fer

Masse : 205,5 g
Longueur : 95 mm
Largeur : 40 mm
Epaisseur : 23 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : env. 2,11 %

Remarque(s) :



Description morphologique :

Pièce de fer métallique allongée de section ovale, à contours arrondis, dont un côté longitudinal est cassé. Une face présente des reliefs estompés. Une autre de petits reliefs mamelonnés. A une extrémité, on peut noter la présence de deux petites scories gris-verdâtre centimétriques.

Structure du métal :

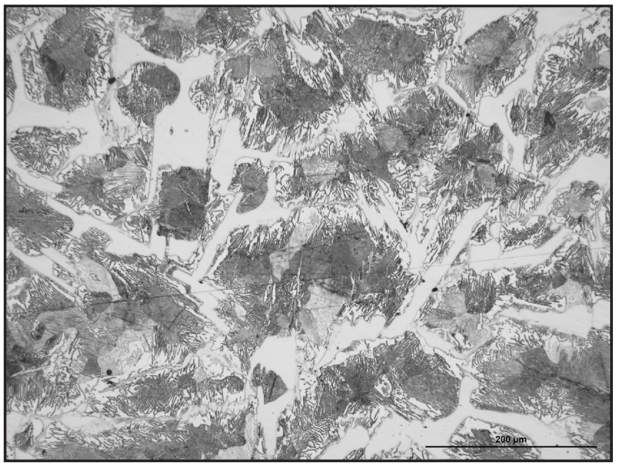
Le métal est compact, mais comporte des porosités plurimillimétriques aux contours arrondis. Le métal est fortement carburé. Il présente une structure dendritique composée d'agrégats de grains de ferrite gamma et de perlite dans une matrice de cémentite (Cliché **1**). Des lattes fines de graphite peuvent être observées dans les agrégats. La structure est d'une grande homogénéité à l'échelle de la section. Il s'agit d'une fonte blanche hypoeutectique.

Inclusions :

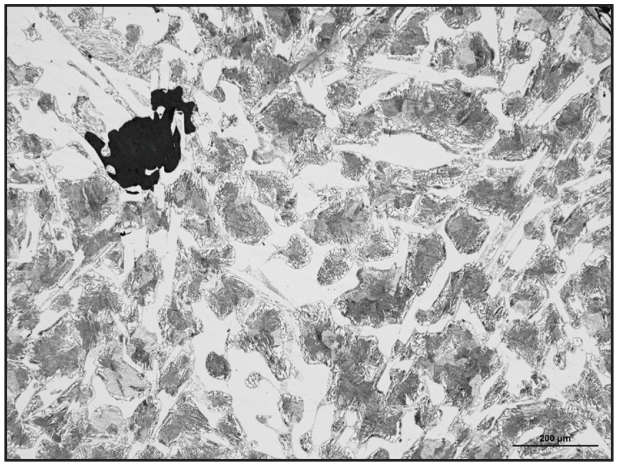
Une seule inclusion est observable sur la section réalisée. De dimensions moyennes (une centaine de microns), elle présente des contours irréguliers. L'inclusion se trouve composée de lattes de très petites dimensions, insérées dans une matrice vitreuse (**2**). Une seule inclusion étant observable, la section polie n'a pas fait l'objet d'analyse chimique.

Conclusion partielle :

Le bloc de métal est composé d'un alliage très fortement carburé (fonte blanche). Le point de fusion relativement bas a permis l'écoulement de ce cordon parmi de la scorie, au cours de la réduction. Le caractère lisse, estompé, de l'une des faces suggère qu'il s'agit de la surface de contact du métal avec le sol.



1



2

3

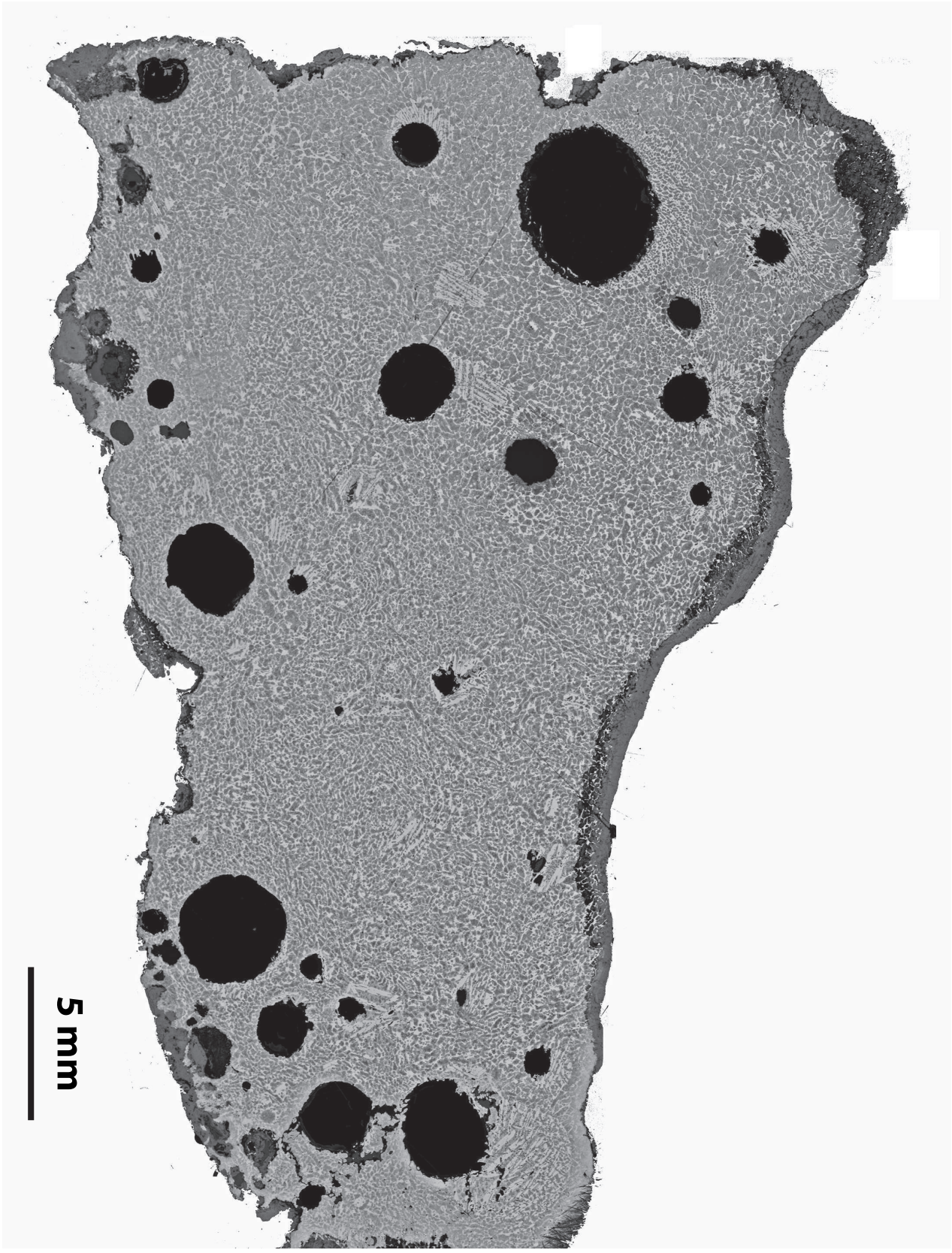
4

5

6

7

8



Attaque métallographique

ME-HS-F001

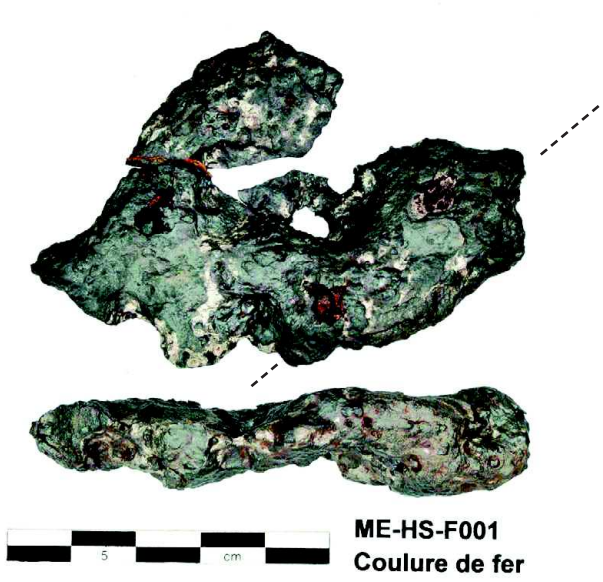
Catégorie : Coulure de fer

Masse : 97,3 g
Longueur : 69 mm
Largeur : 54 mm
Epaisseur : 17 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : env. 2,11 %

Remarque(s) :



ME-HS-F001
Coulure de fer

Description morphologique :

L'échantillon est une coulure de métal formée de deux cordons de section ovale. Les surfaces diffèrent d'une face à l'autre ; la première des reliefs lobés millmétriques, alors que la seconde est lisse, ce qui renseigne sur la face ayant été en contact avec le sol ou le fond du four.

Structure du métal :

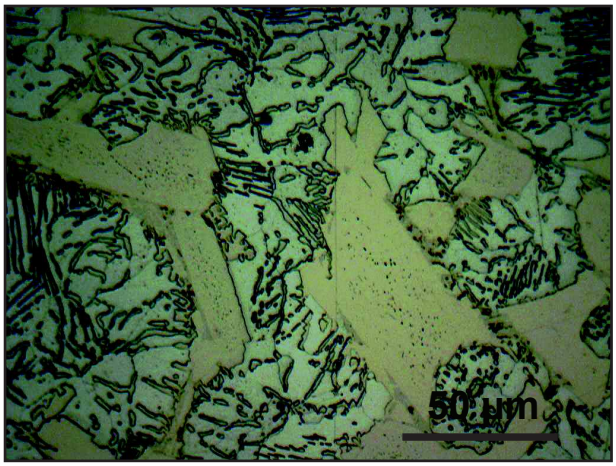
Le métal est compact, mais présente quelques porosités aux contours arrondis. Les surfaces sont corrodées, ainsi que quelques parcelles au sein de l'échantillon. La structure du métal est composée de lattes de cémentite insérées dans une matrice perlitique (Cliché **1**).

Inclusions :

Aucune inclusion de scorie n'a été observée sur la section polie. Aucune plage de scorie n'adhère par ailleurs aux surfaces du métal.

Conclusion partielle :

Le bloc de métal est composé d'un alliage très fortement carburé (fonte blanche). Le point de fusion relativement bas a permis l'écoulement du métal, qui a formé deux cordons.



1

2

3

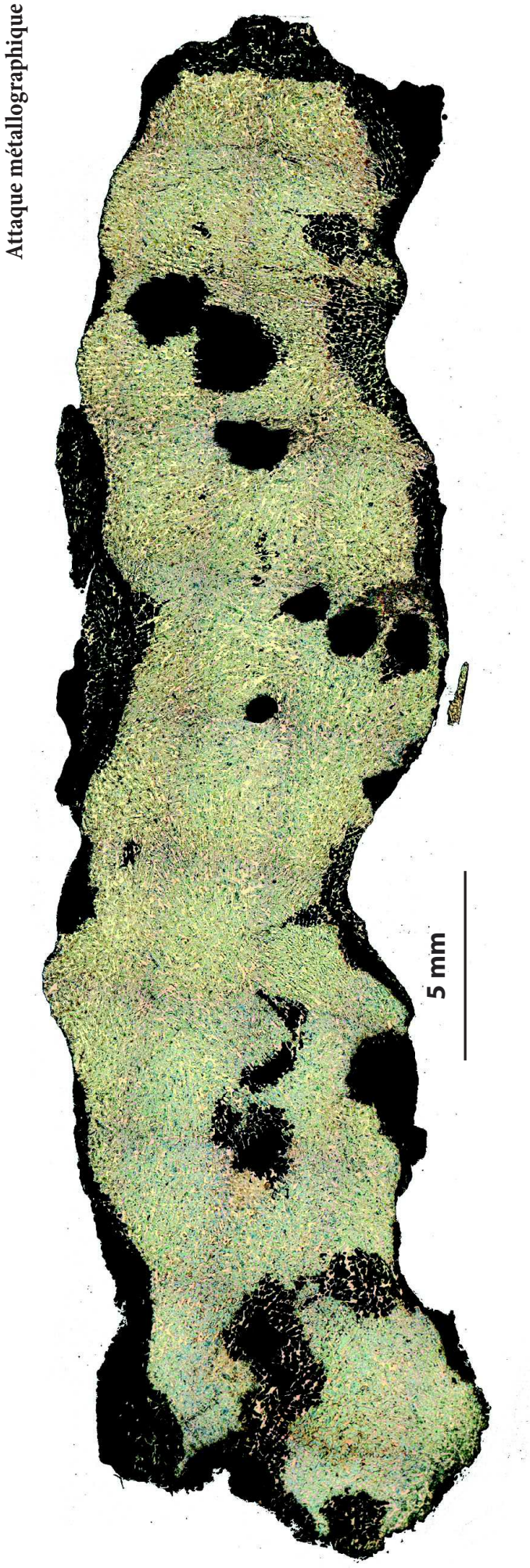
4

5

6

7

8


Attaque métallographique
5 mm

ME-1854/1857-F002

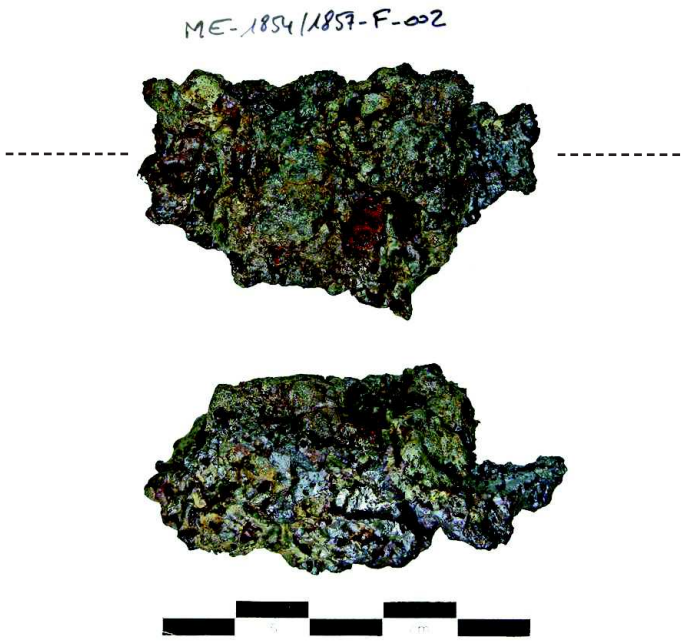
Catégorie : Minerai métallique

Masse : 54,4 g
Longueur : 55 mm
Largeur : 30 mm
Epaisseur : 25 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) : initialement interprété en tant que chute facettée



Description morphologique :

Il s'agit d'un bloc de fer pluricentimétrique, à contours irréguliers marqués par des protubérances lobées ou pointues et des cavités plurimillimétriques. Il possède une face relativement plane sur laquelle les reliefs paraissent écrasés, ce qui suggère l'impact d'un marteau.

Structure du métal :

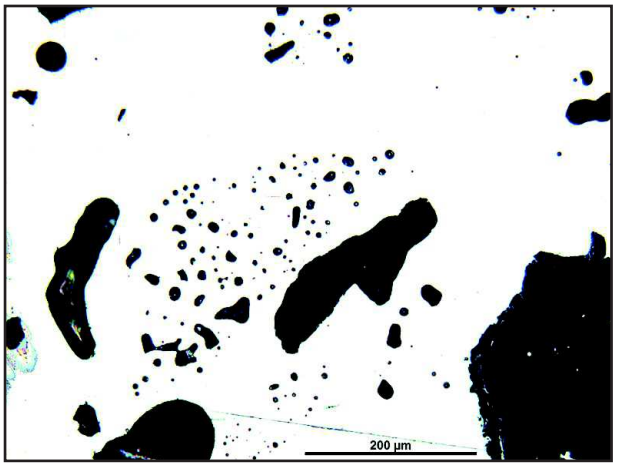
Le métal présente de nombreuses porosités, de dimensions inframillimétriques à plurimillimétriques, et de forme arrondie, ne présentant pas d'angles. Des microporosités sont également visibles, dont l'organisation dans le métal laisse localement penser à des oolithes métalliques (Cliché **1**). Les plus grosses vacuoles suggèrent les cavités centrales de nodules de minerai (Cf. section polie *infra*). La section montre de grandes plages de corrosion, se développant à partir de la périphérie du métal, des vacuoles, ainsi qu'à l'intérieur du métal, sous forme de piqûres. De nombreuses plages de scorie sont observables à la périphérie, et tapissent également les parois de certaines vacuoles. La forme de ces plages évoque parfois la fermeture de porosité en cours.

Inclusions :

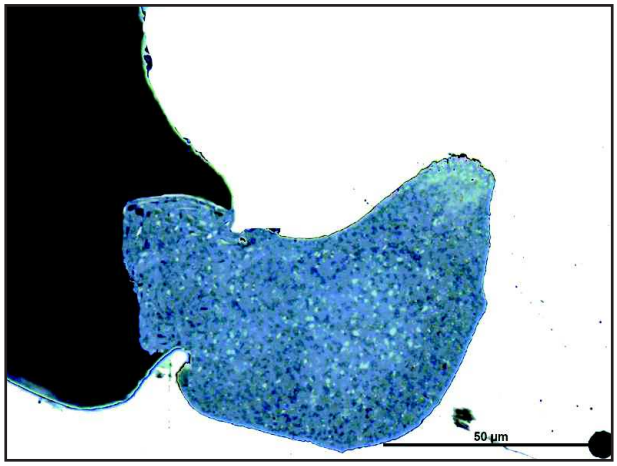
Le métal contient peu d'inclusions. Elles sont de petite taille, de forme circulaire, et constituent des groupes pulvérisés (**1**). Les inclusions ne contiennent pas de wüstite. De petits cristaux en lattes sont visibles dans la matrice des inclusions (**2**).
La scorie en périphérie est assez riche en wüstite sous forme dendritique (**3**). Elle présente par ailleurs une matrice formée majoritairement de cristaux quadrangulaire (**4**).

Conclusion partielle :

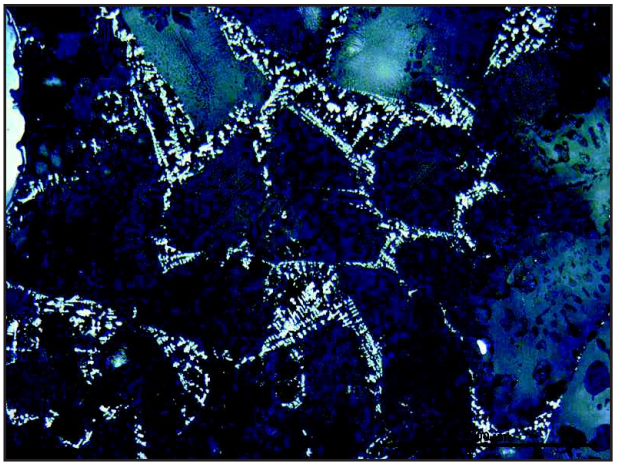
La morphologie et la répartition des cavités présentes dans le métal soulignent le faciès brut de ce dernier. Le fait qu'elles ne soient pas déformées laisse supposer que le fragment métallique n'a subi aucun travail de mise en forme, même grossier. La surface plane observée doit être en réalité une relique de la forme d'un bloc de minerai réduit, mais non aggloméré à la masse de métal principale.



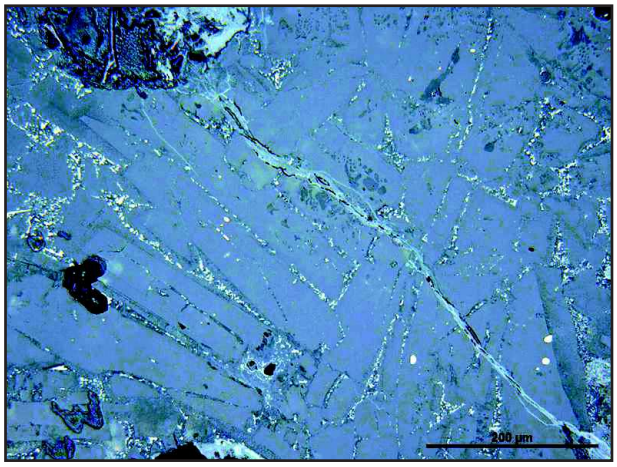
1



2



3



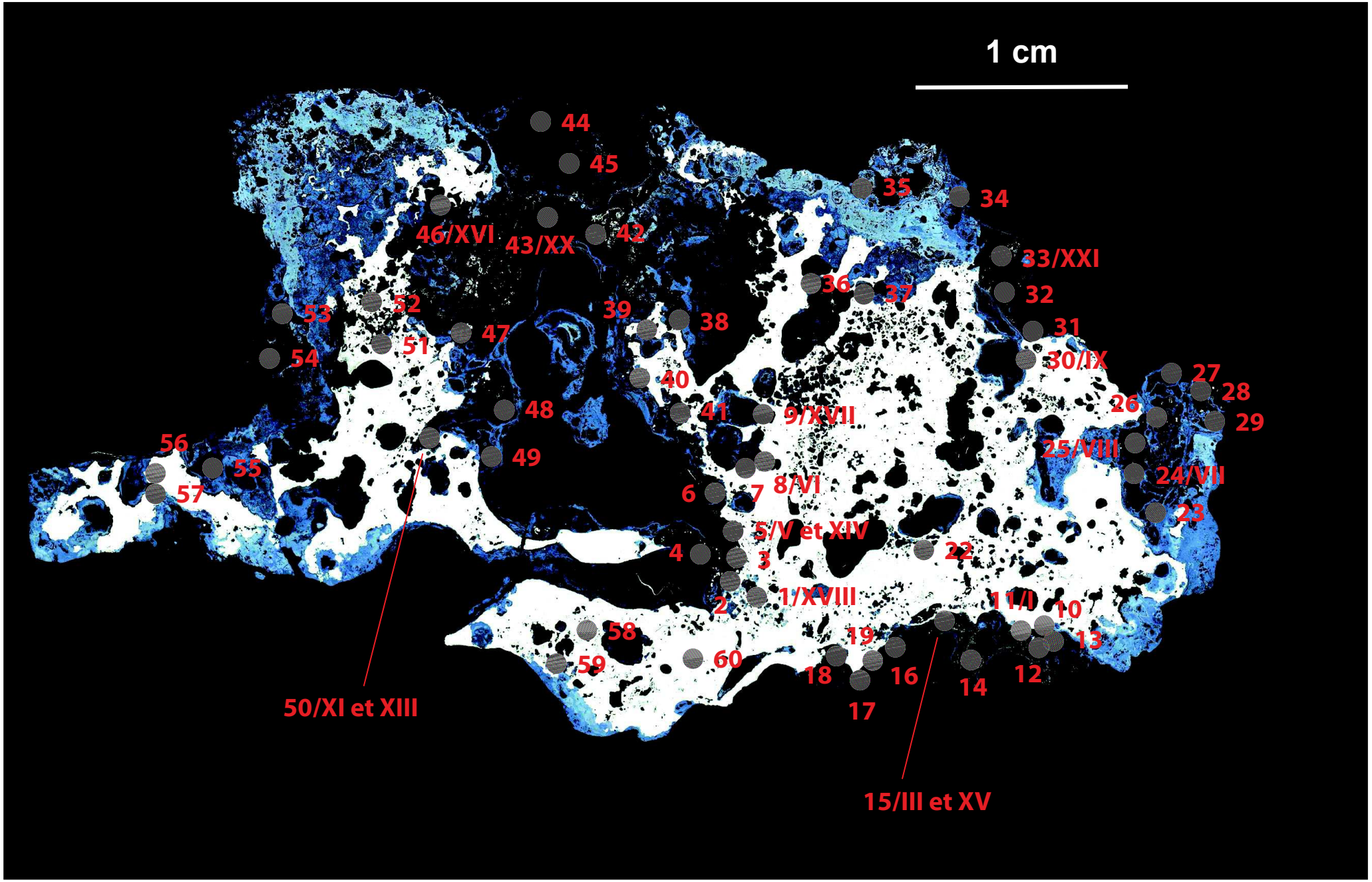
4

5

6

7

8



Repérage des analyses chimiques

ME-1854/1857-F003

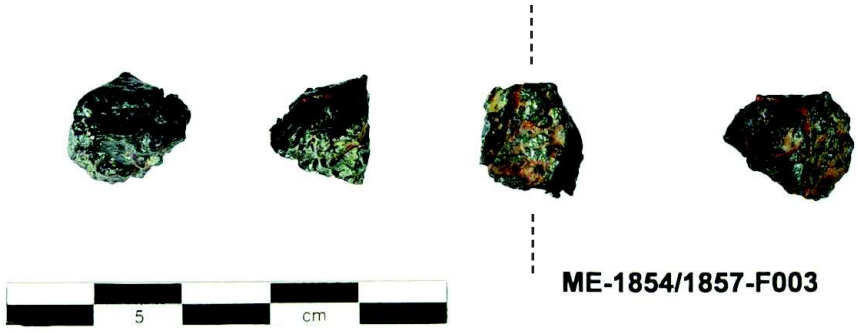
Catégorie : Minerai métallique

Masse : 3,1 g
Longueur : 11 mm
Largeur : 14 mm
Epaisseur : 11 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) : initialement interprété en tant que chute façonnée



Description morphologique :

Fragment de métal présentant plusieurs surfaces lisses et planes. Le biseau observable sur l'une des extrémités suggère que la pièce soit le bout d'une tige chutée lors de la mise en forme d'un objet.

Structure du métal :

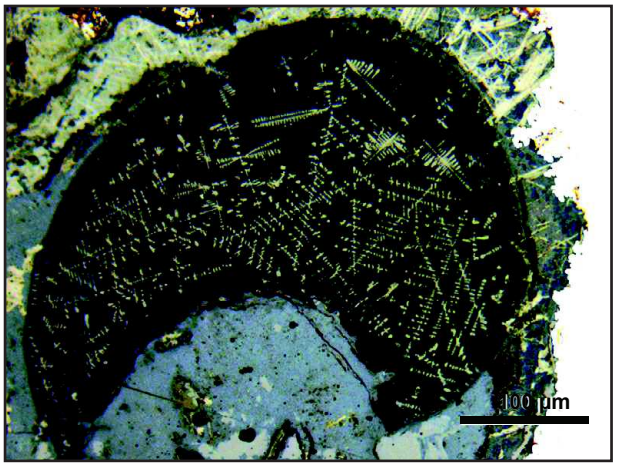
La section réalisée révèle l'état de corrosion important du métal. Celle-ci se développe à partir des surfaces, et affecte le métal sur plusieurs millimètres. De nombreuses cavités, dont les plus importantes affectent des dimensions millimétriques, sont observables au coeur du métal. De contours complexes, elles ne paraissent pas déformées. Des cavités plus petites sont observables, et forment des réseaux. Ces dernières sont majoritairement comblées par des produits de corrosion (Cf. section *infra*).

Inclusions :

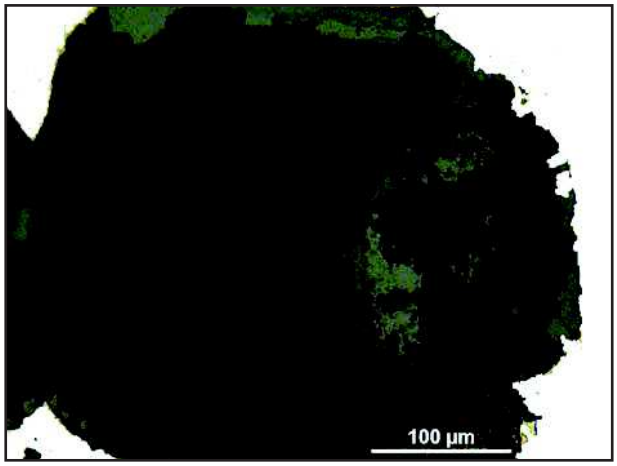
Peu d'inclusions de scorie sont observables sur la section. La plupart de la scorie visible adhère aux parois des cavités. Quelques dizaines d'inclusions sont toutefois visibles. Plusieurs plages de scories adhèrent également aux surfaces du métal, mais leurs dimensions sont inférieures au millimètre. La totalité de la scorie est composée de dendrites de wüstite se développant au sein d'une matrice composée de fins cristaux de couleur gris sombre (Cliché **1** et **2**).

Conclusion partielle :

La section polie montre que le métal contient de nombreuses cavités non déformées. Il ne peut ainsi s'agir d'une pièce ouvragée. Le fragment apparaît comme étant du minerai réduit, dont les surfaces planes constituent les reliques de la forme du bloc de minerai initial.



1



2

3

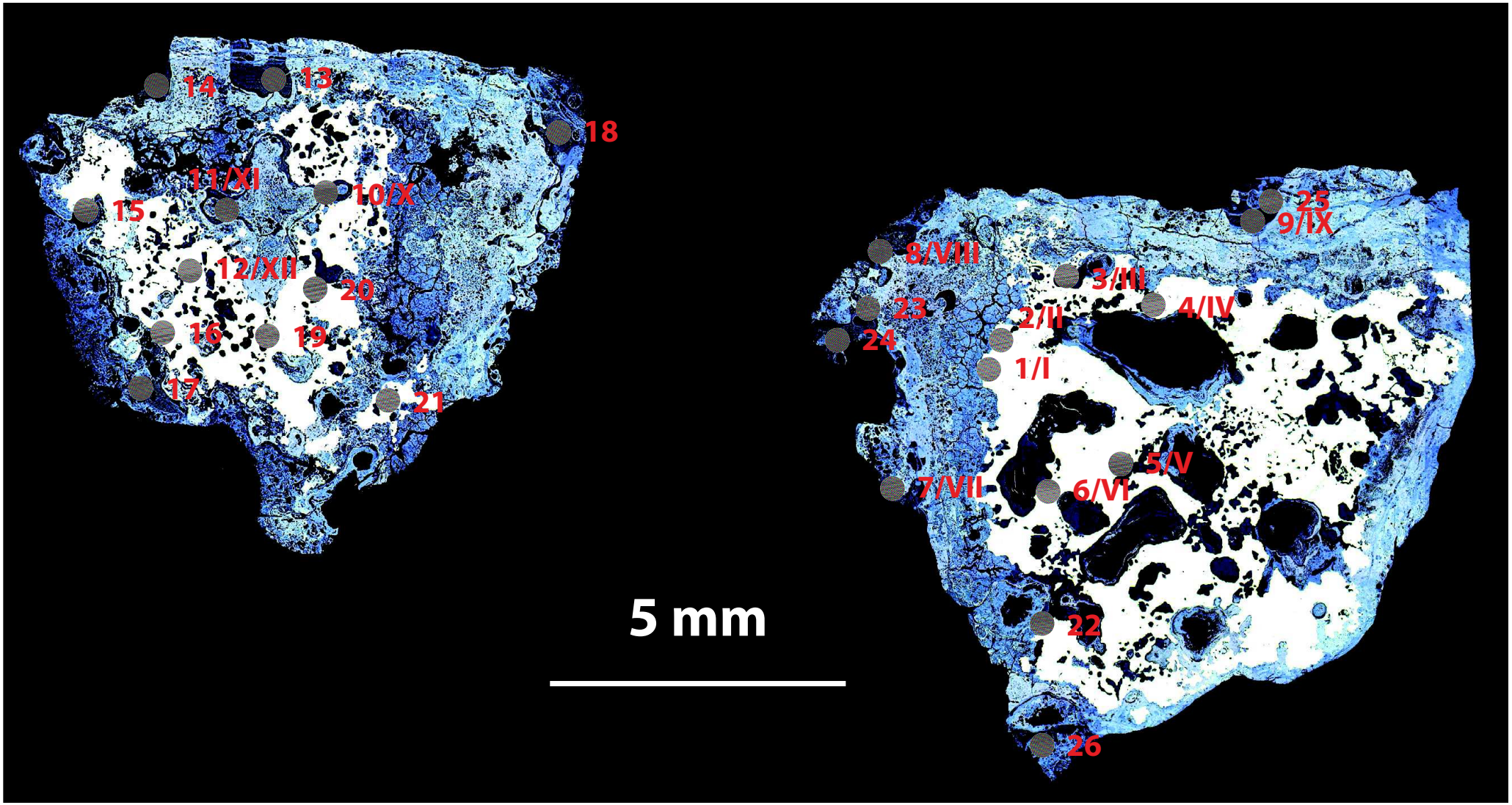
4

5

6

7

8



Repérage des analyses chimiques

ME-C3-F001

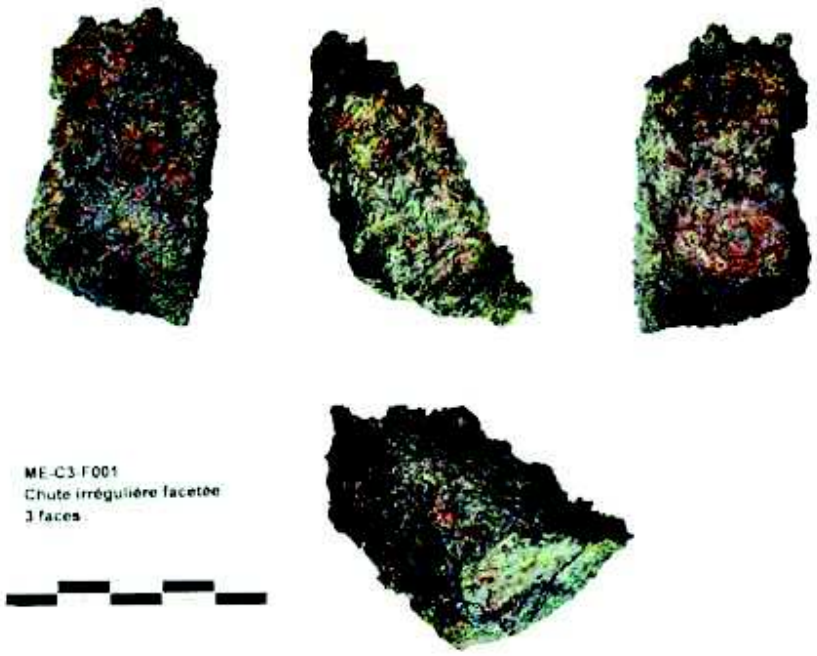
Catégorie : Minerai métallique

Masse : 89,3 g
Longueur : 58 mm
Largeur : 32 mm
Epaisseur : 25 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) : initialement interprété en tant que chute facettée



Description morphologique :

La chute présente une morphologie vaguement polyédrique, avec trois faces planes quasiment orthogonales entre elles. Les autres faces présentent des reliefs plus ou moins mamelonnés, suggérant le décollement de ce fragment par rapport à une masse en cours d'épuration.

Structure du métal :

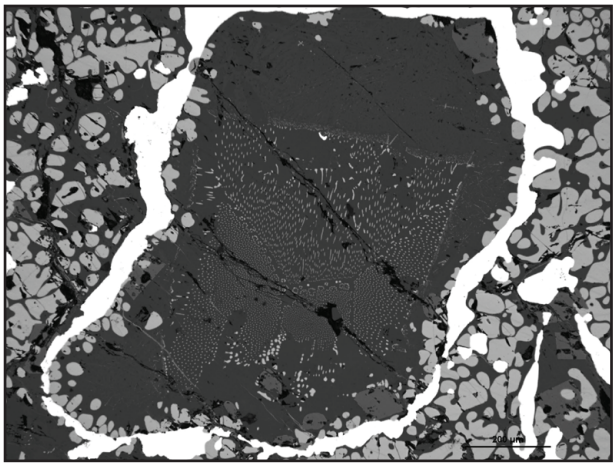
La section révèle que ce fragment n'est pas un bloc de métal en cours de compactage, puisqu'il est majoritairement composé de scorie. Le métal se présente sous la forme d'un réseau de filaments associés à des globules. De plus, les filaments métalliques ne sont pas déformés : le fragment ne semble pas avoir été martelé. La section présente également plusieurs cavités aux formes plus ou moins régulières. La périphérie de certaines vacuoles est soulignée par des filaments métalliques, suggérant la réduction de modules de minerai. Les filaments et globules n'ont pu s'agglomérer. Les zones périphériques ont subi un mécanisme de corrosion, dont les produits conservent la forme du réseau métallique originel (Cf. section *infra*).

Inclusions :

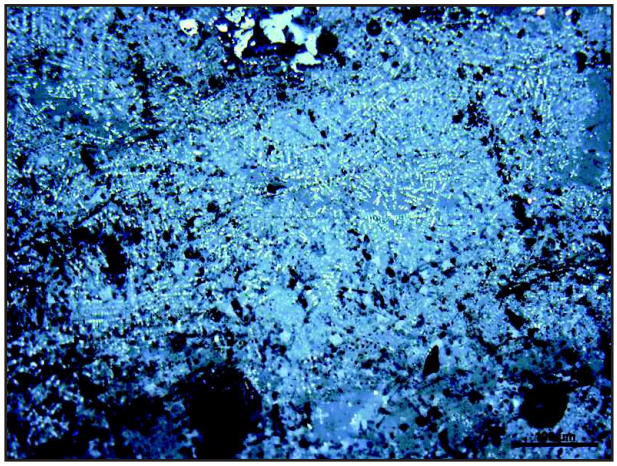
Le réseau de filaments et globules métalliques s'insère dans une scorie contenant une forte proportion d'oxydes de fer sous la forme de wüstite en dendrites ou formant des complexes myrmékitiques (Cliché **1)**. La wüstite est insérée dans une matrice formée de fines lattes de fayalite et d'un fond vitreux (**2**). De petits critaux anguleux de couleur gris clair sont également observables.

Conclusion partielle :

La section réalisée montre que le fragment est en réalité constitué majoritairement de scorie. Le métal n'est présent que sous la forme de quelques filaments et globules non agglomérés. Il apparaît délicat de trancher en tre deux interprétations : un fragment de minerai très peu réduit, ou un fragment situé en périphérie d'une masse de métal plus compact, et désolidarisée au cours des premières opérations de compactage.



1



2

3

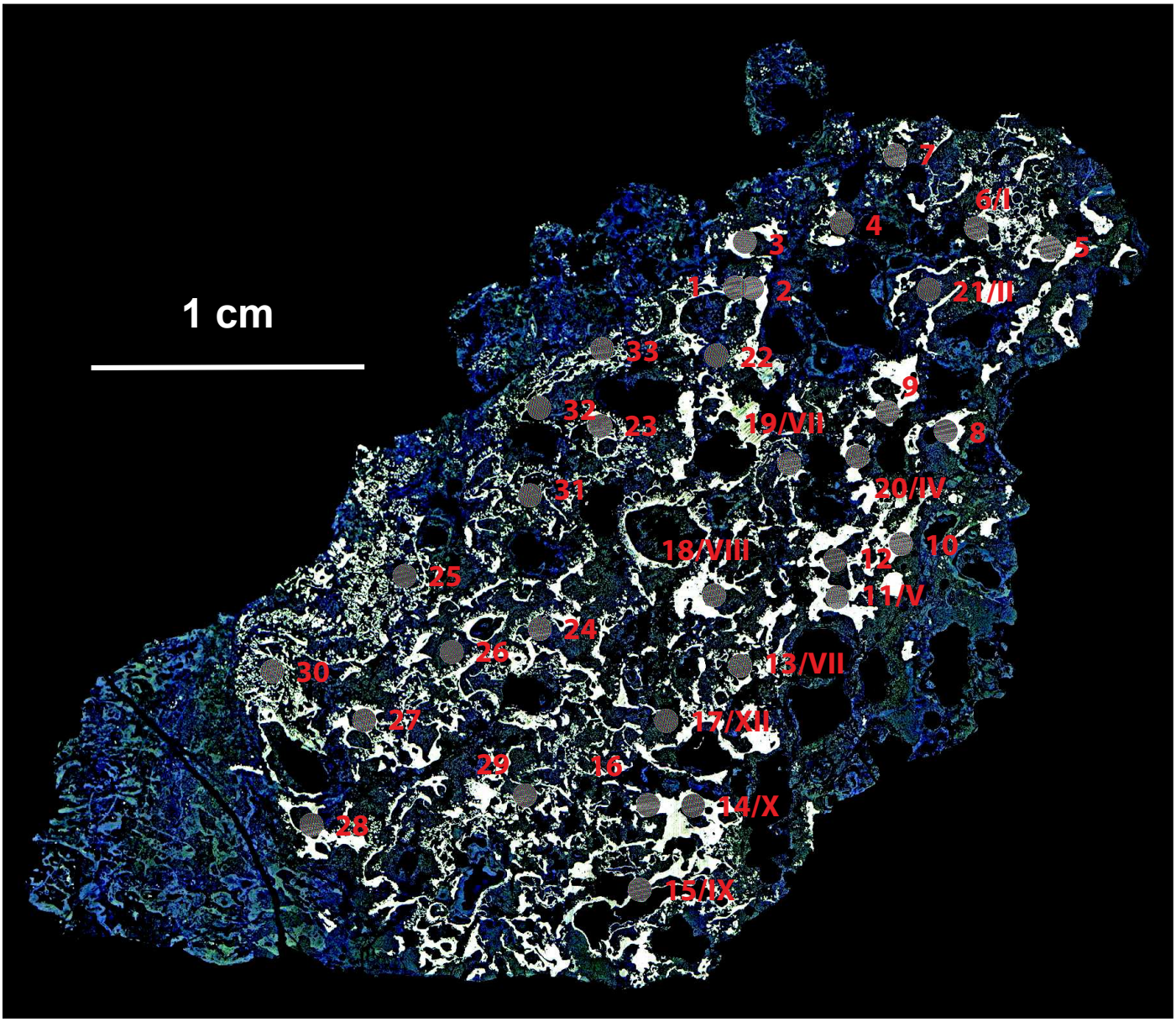
4

5

6

7

8



Repérage des analyses chimiques

ME-E2-F071

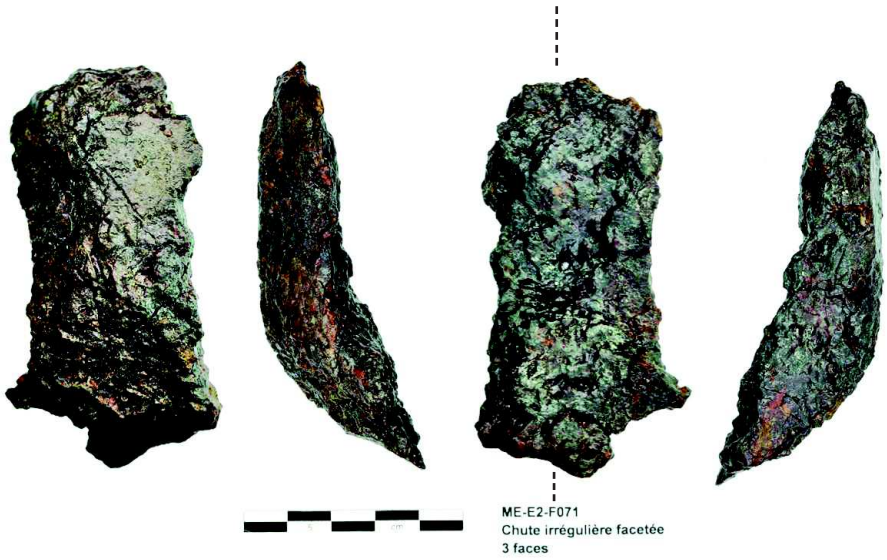
Catégorie : Minerai métallique

Masse : 129,7 g
Longueur : 90 mm
Largeur : 40 mm
Epaisseur : 23 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) : initialement interprété en tant que chute facettée



Description morphologique :

L'échantillon présente grossièrement la forme d'une pyramide aplatie, dont trois faces présentent une surface relativement lisse, alors que la quatrième montre de nombreux reliefs lobés. Cette morphologie évoque le détachement, lors d'une phase de martelage, d'un fragment détaché d'une masse brute.

Structure du métal :

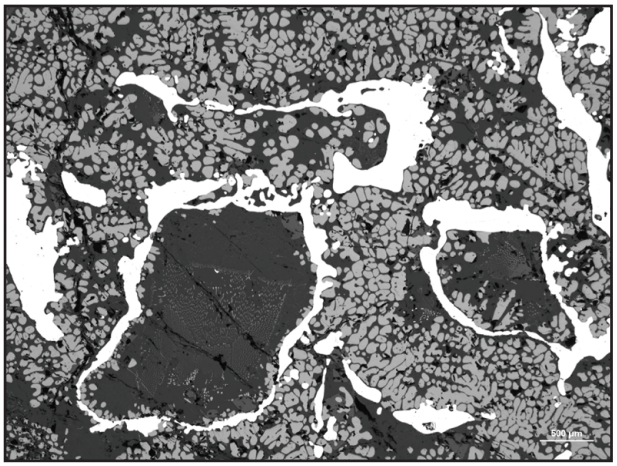
La section révèle que ce fragment n'est pas un bloc de métal en cours de compactage, puisqu'il est majoritairement composé de scorie. Le métal se présente sous la forme d'un réseau de filaments associés à des globules (Cf. section *infra*). Certains filaments constituent des anneaux soulignant les contours d'alvéoles remplies de scorie (Cliché **1**). De plus, les filaments métalliques ne sont pas déformés : le fragment ne semble pas avoir été martelé. Une part non négligeable du métal est corrodé (**2**).

Inclusions :

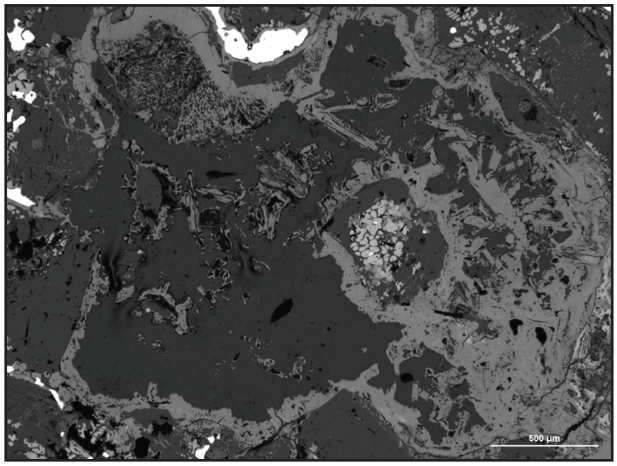
La scorie se compose d'une proportion variable (de faible à importante) de wüstite sous forme dendritique. Il est remarquable de constater que la scorie se trouvant à l'intérieur des alvéoles formées par les filaments de métal soit très appauvrie en wüstite par rapport à la scorie alentour (**1**). Ceci permet ainsi d'y distinguer de la fayalite cristallisée en lattes, et des cristaux (mélilites?) discernable en négatif de cristallisation des autres composés de la scorie (**3**). Des cristaux en forme de grain de riz et de couleur sombre sont également discernables par endroits dans la scorie (**4**).

Conclusion partielle :

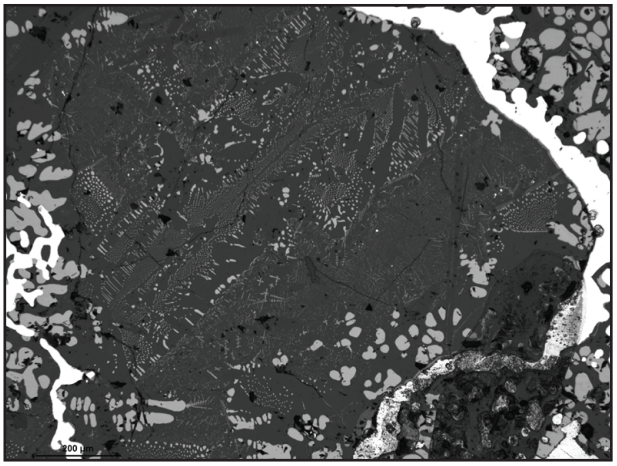
La section réalisée montre que le fragment est en réalité constitué majoritairement de scorie. Le métal n'est présent que sous la forme de quelques filaments et globules non agglomérés. Il apparaît délicat de trancher en tre deux interprétations : un fragment de minerai très peu réduit, ou un fragment situé en périphérie d'une masse de métal plus compact, et désolidarisée au cours des premières opérations de compactage.



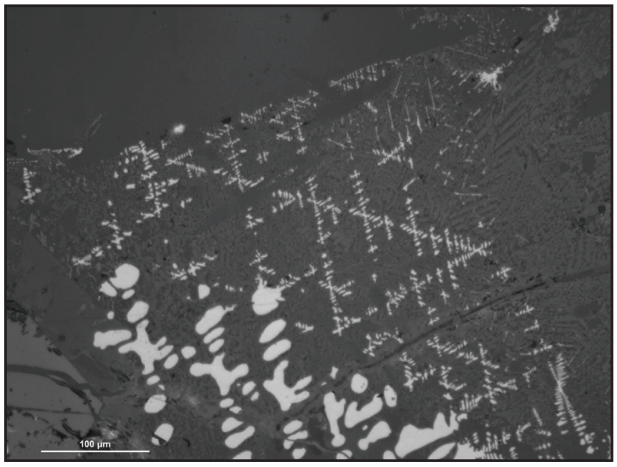
1



2



3



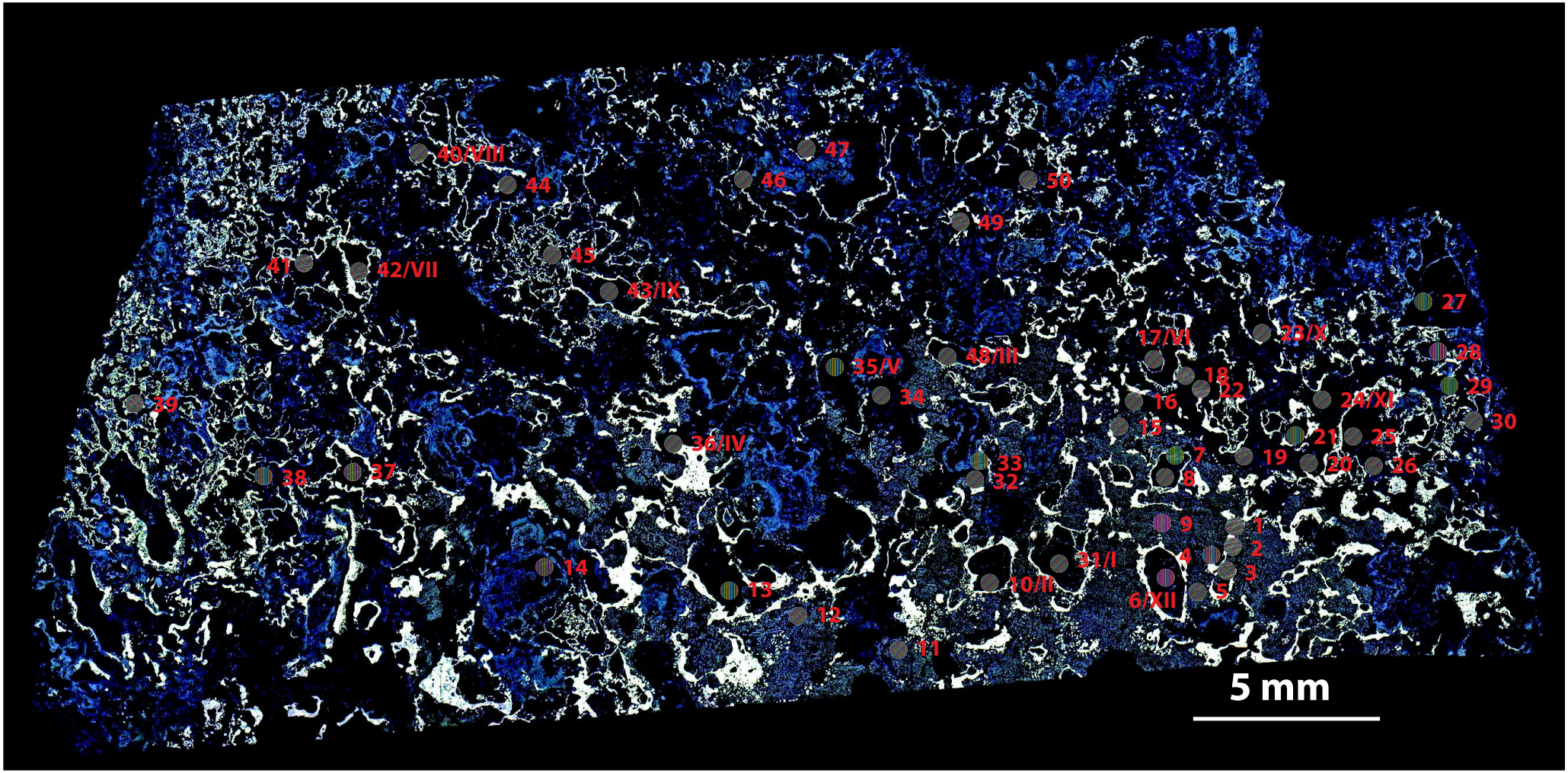
4

5

6

7

8



Repérage des analyses chimiques

ME-Sd4-F001

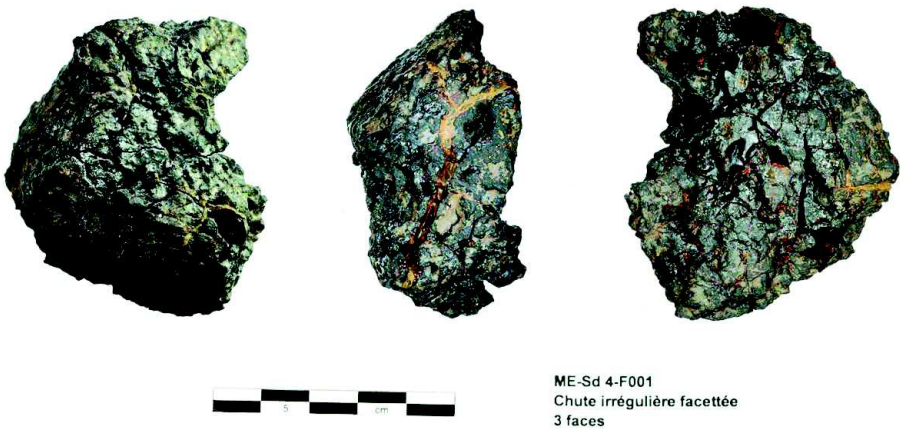
Catégorie : Minerai métallique

Masse : 139,2 g
Longueur : 60 mm
Largeur : 50 mm
Epaisseur : 30 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) : initialement interprété en tant que chute facettée



Description morphologique :

Bloc de taille pluricentimtrique, de forme irrégulière, mais dont le modelé laisse apparaître plusieurs faces plane séparées par des arêtes peu marquées et disposées plus ou moins à angle droit, dessinant une forme grossièrement quadrangulaire. Les quatre faces planes (au modelé irrégulier) s'opposent à une cinquième à reliefs beaucoup plus mamelonnés.

Structure du métal :

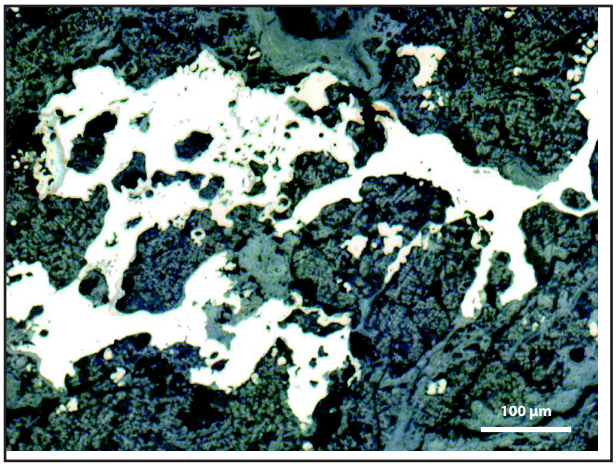
La section révèle que ce fragment n'est pas un bloc de métal en cours de compactage, puisqu'il est majoritairement composé de scorie. Contrairement aux deux individus précédents (ME-C3-F001 et ME-E2-F071), le métal ne forme pas de filaments. Il se présente plutôt sous la forme de plages plus massives aux contours irréguliers (Cliché **1**). L'échantillon est fortement affecté par un phénomène de corrosion, observable sur plus de la moitié de la section réalisée.

Inclusions :

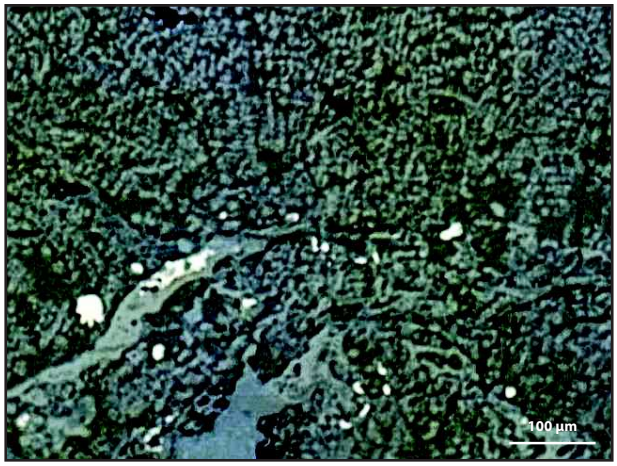
Aucune inclusion n'est observable sur la section. La scorie dans laquelle se développent les plages métalliques est constituée d'une forte proportion de dendrites de wüstite (**2**). La matrice de la scorie est constituée de lattes de fayalite. Aucune autre famille de cristaux n'est observable.

Conclusion partielle :

La section réalisée montre que le fragment est en réalité constitué majoritairement de scorie. Le métal n'est présent que sous la forme de quelques plages non agglomérées. Il apparaît délicat de trancher entre deux interprétations : un fragment de minerai très peu réduit, ou un fragment situé en périphérie d'une masse de métal plus compact, et désolidarisée au cours des premières opérations de compactage.



1



2

3

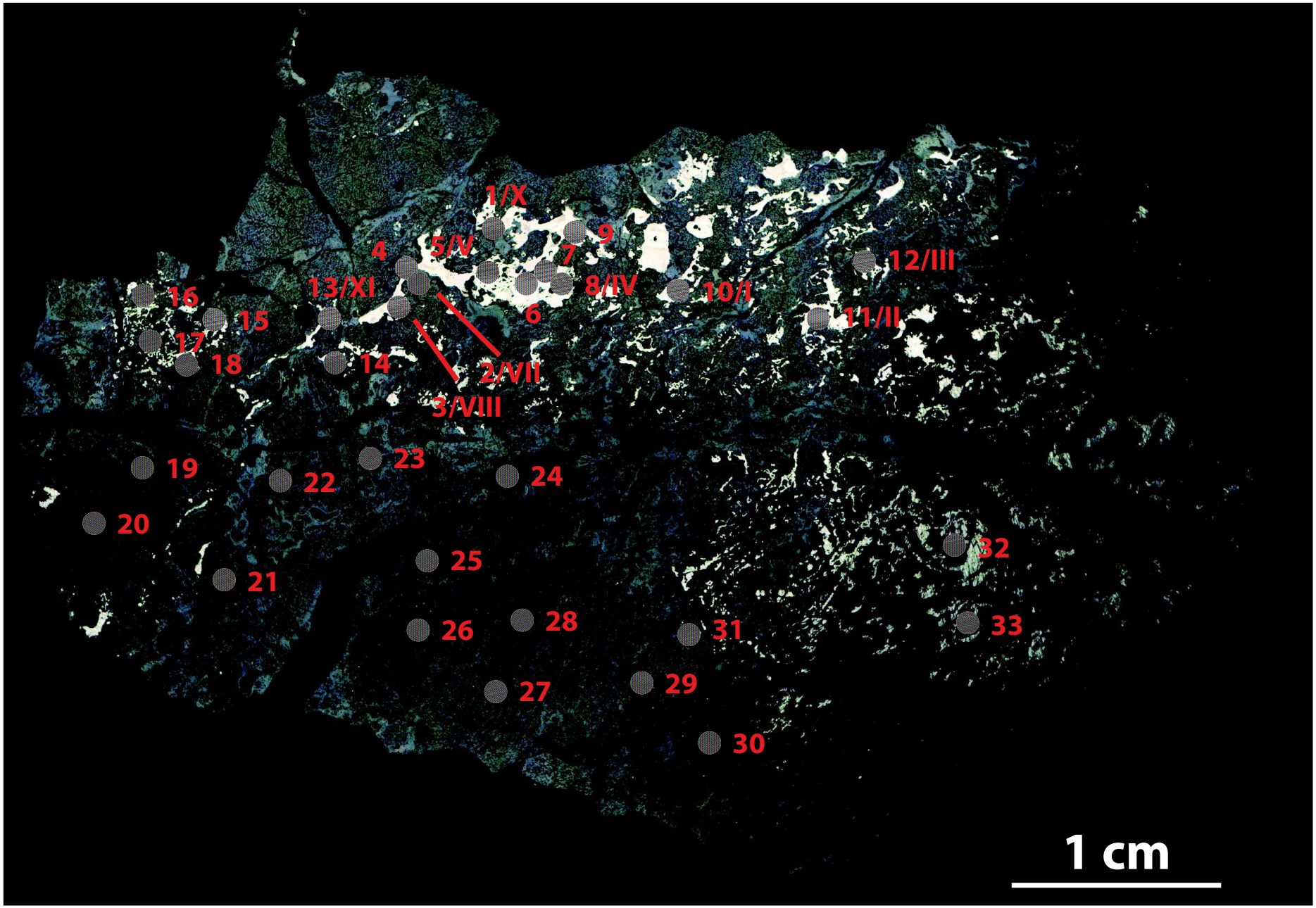
4

5

6

7

8



Repérage des analyses chimiques

ME-D2-F002

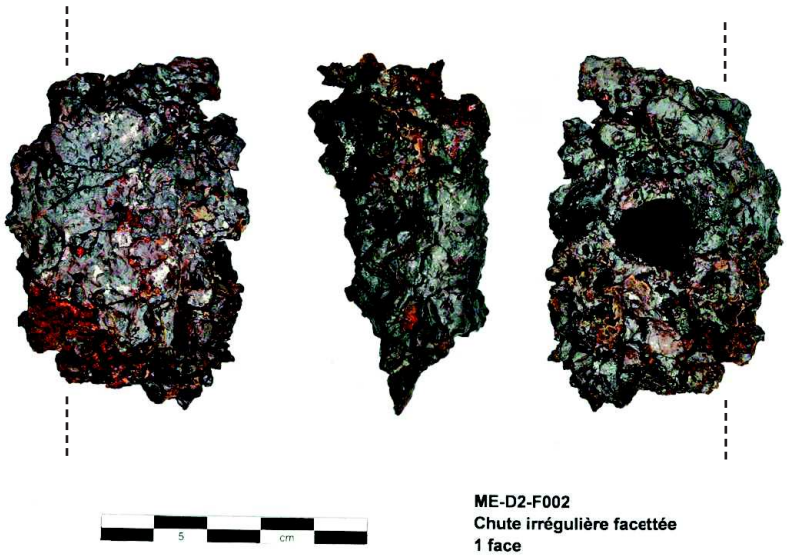
Catégorie : Minerai métallique

Masse : 25,7 g
Longueur : 40 mm
Largeur : de 10 à 26 mm
Epaisseur : 23 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : plus de 0,8 %

Remarque(s) : initialement interprété en tant que chute facettée



ME-D2-F002
Chute irrégulière facettée
1 face

Description morphologique :

Bloc de fer de forme irrégulière, possédant une face globalement plane et deux autres faces à morphologie irrégulière avec reliefs de petites proéminences millimétriques, des reliefs lobés, ainsi que des cavité millimétriques. La section de la pièce est triangulaire. L'aspect de surface de la face plane évoque des relief écrasés.

Structure du métal :

Le métal présente une structure d'alliage hypereutectoïde. Les grains de cémentite présentent une forme aciculaire et une organisation radiale (Clichés **1** et **2**). La structure est homogène à l'échelle de toute la section. Plusieurs porosités sont présentes au sein du métal, de dimensions très variables, d'infra- à plurimillimétrique. Un ensemble de microporosités est observable dans une partie de la section. Un réseau de fissures parcourt le centre de la section réalisée. La corrosion affecte fortement le métal, se développant à partir de la périphérie, ainsi que des fissures précitées, et épargnant les aiguilles de cémentite (**3**).

Inclusions :

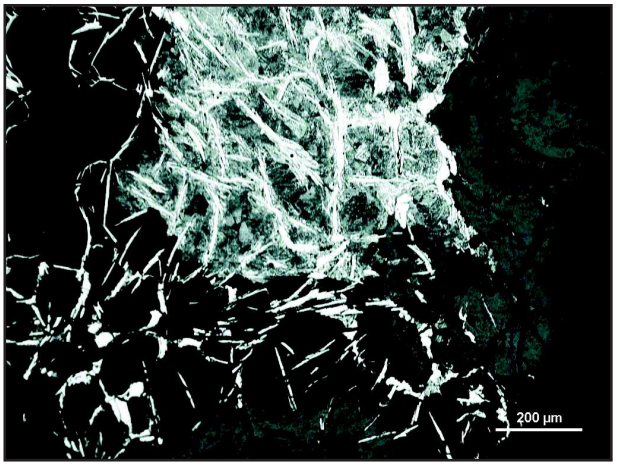
Les inclusions de scories sont rares sur la section. Tout au plus pourrait-on en dénombrer une dizaine, généralement de petites dimensions (entre une vingtaine et cinquantaine de microns de diamètre). La scorie visible se présente sous la forme de plages adhérentes aux surfaces du métal. Elle se compose d'une matrice de cristaux squelettiques de fayalite en lattes de très petites dimensions, associées en gerbes (**4**). Des cristaux de wüstite en dendrites se développent au sein de cette matrice. On peut également observer une cristallisation secondaire, de taille bien moindre, se développant autour des dendrites de wüstite plus importantes (**5**).

Conclusion partielle :

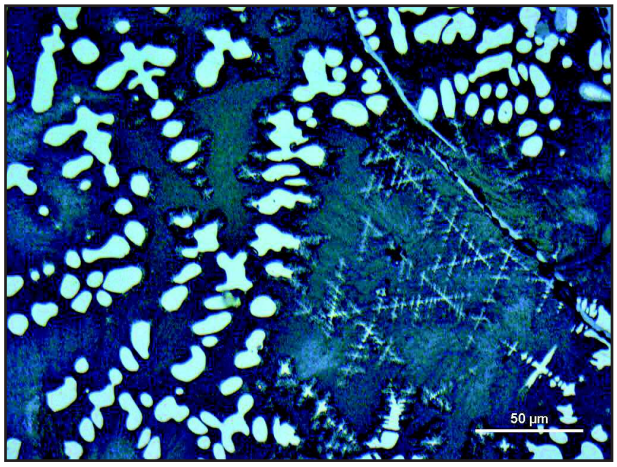
Le fragment de métal est constitué d'un alliage très carburé, et contient plusieurs vacuoles qui ne semblent pas déformées. Il pourrait s'agit d'un fragment de métal détaché de la masse principale au cours des premiers stades d'épuration, ou d'un fragment de minerai réduit en métal.

1

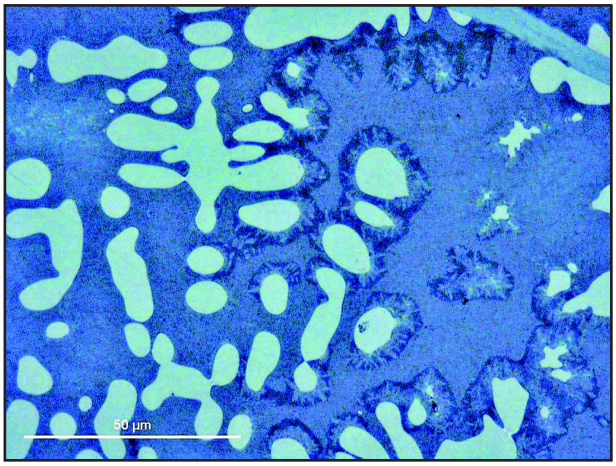
2



3



4

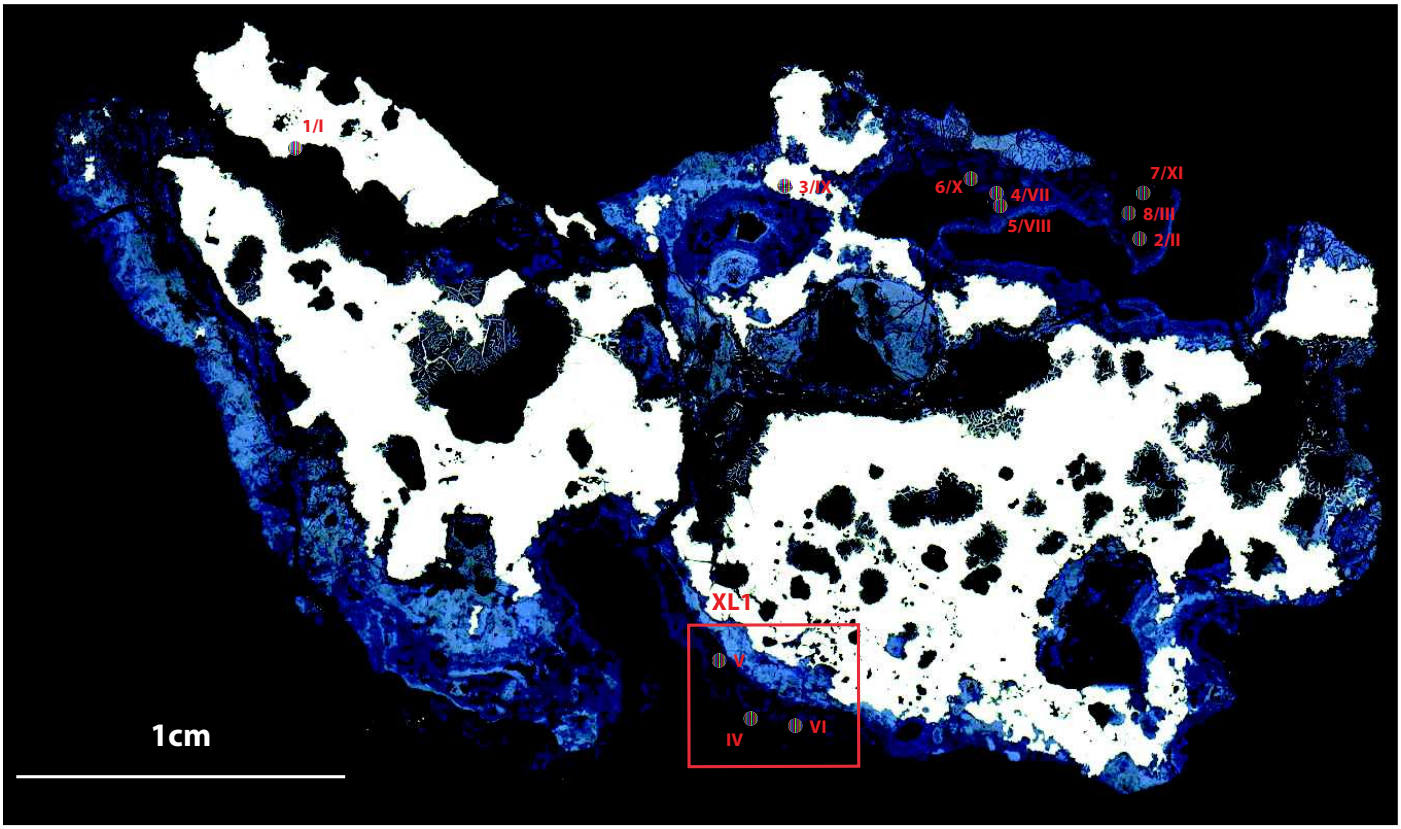


5

6

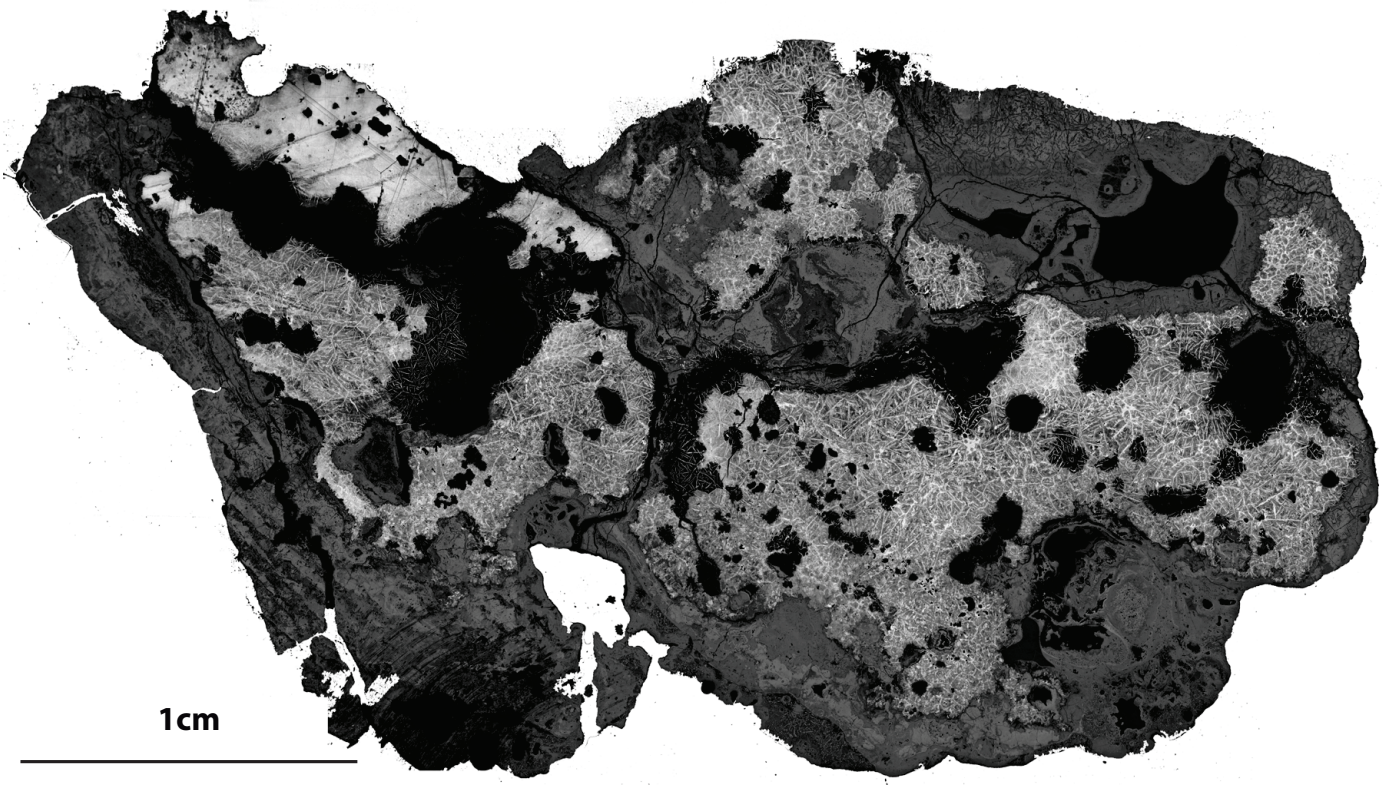
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-E2-F059

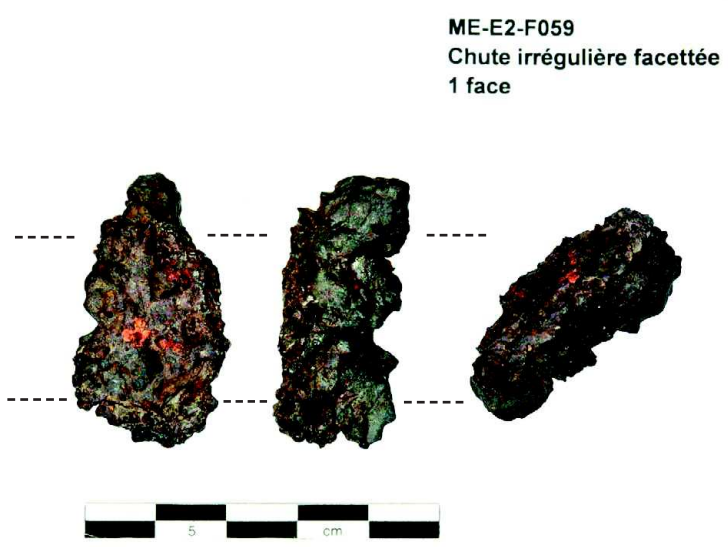
Catégorie : Minerai métallique

Masse : 15,8 g
Longueur : 38 mm
Largeur : 22 mm
Epaisseur : 17 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) : initialement interprété en tant que chute facettée



Description morphologique :

Bloc de fer pluricentimétrique de forme irrégulière, allongé, de section triangulaire. L'une des surfaces est globalement plane avec un modelé très faible. Les deux autres surfaces ont des reliefs mm lobés ou en proéminences pointues et des cavités plurimillimétriques. L'aspect de la face évoque des reliefs écrasés avec des creux peu déformés.

Structure du métal :

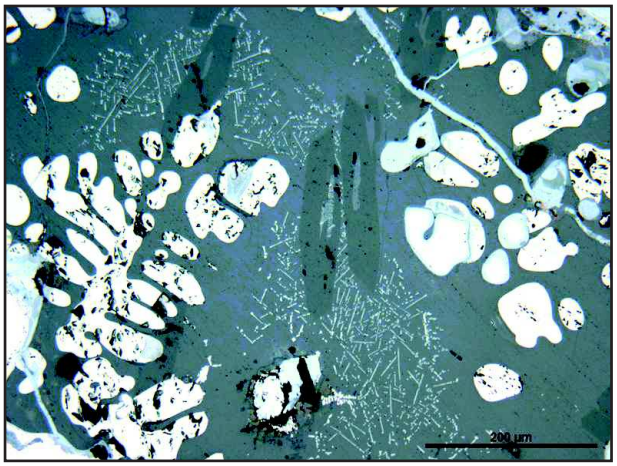
L'échantillon semble composé, en coupe, d'environ 20% de métal (60% de scorie et 20% de produits de corrosion), sous forme de filaments avec appendices, d'îlots, et de petits ensembles sous forme amiboïde, dont certains suggèrent la forme d'oolithes (Cf. section *infra*). De petits appendices de métal sont visibles le longs de certains filaments. De petits globules ains que des dendrites sont également observables (Cliché **1**). Les plus grandes plages de métal sont parsemées d'îlots de scorie (**2**). Un morceau de charbon de bois est inclus dans le fragment.

Inclusions :

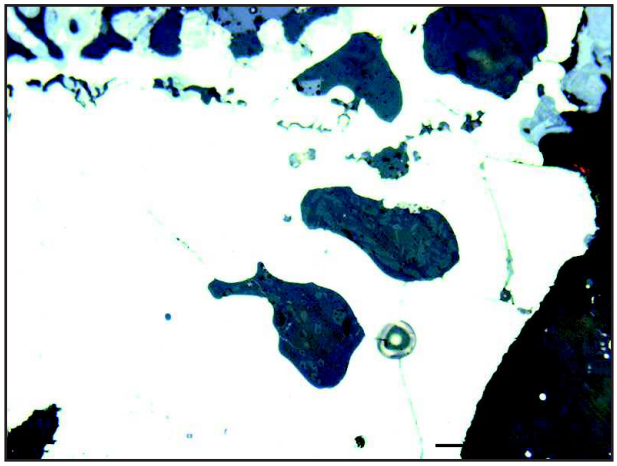
Elle se distingue par une quantité importante de wüstite, présente sous la forme de grosses dendrites ou de globules (**3**). Localement, on observe de très fines dendrites de wüstite. Quelques cristaux automorphes de couleur gris clair apparaissent également dans ce cas (**4**). Il pourrait s'agir de spinelles type hercynite. Des cristaux d'apatite sous forme de grains de riz sont visibles (**1**,**3**,**4**,**5**). La scorie comprise dans les îlots métalliques ne présente pas de cristallisation bien marquée, mais plutôt un faciès amorphe (**6**).

Conclusion partielle :

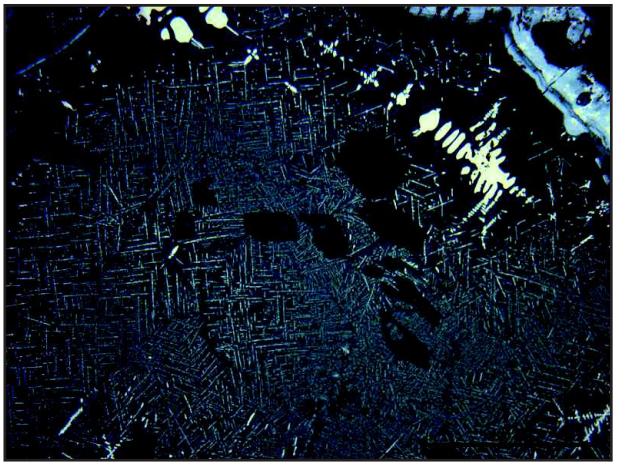
La section réalisée montre que le fragment est en réalité constitué majoritairement de scorie. Le métal n'est présent que sous la forme de quelques plages non agglomérées. Il apparaît délicat de trancher entre deux interprétations : un fragment de minerai très peu réduit, ou un fragment situé en périphérie d'une masse de métal plus compact, et désolidarisée au cours des premières opérations de compactage.



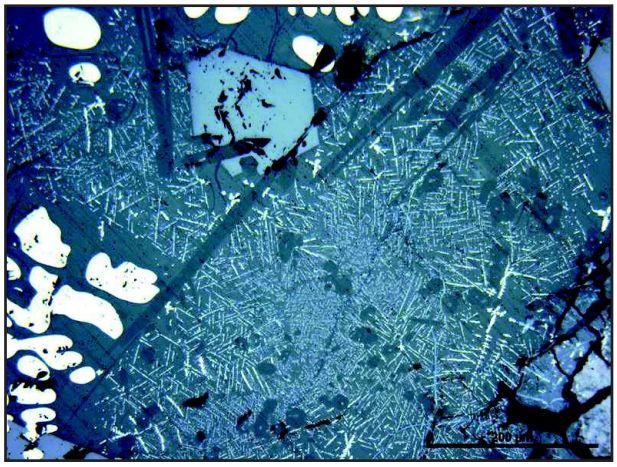
1



2

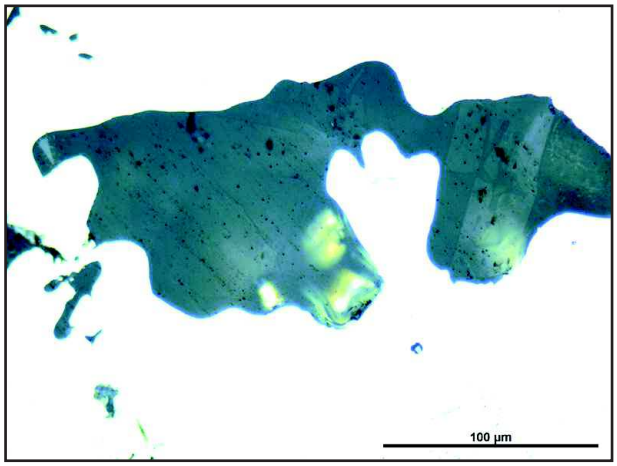


3



4

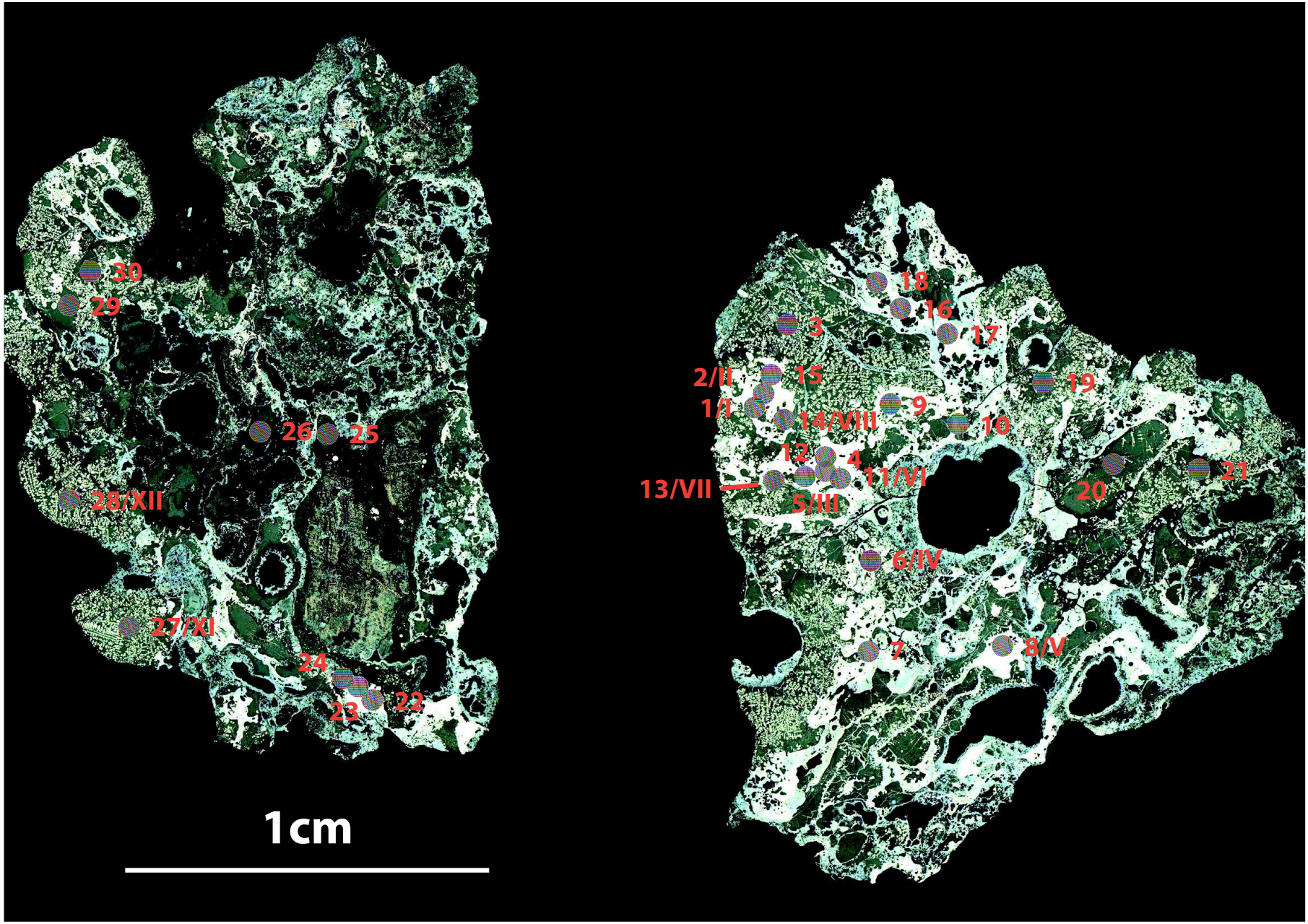
5



6

7

8



Repérage des analyses chimiques

ME-D2D3-F001

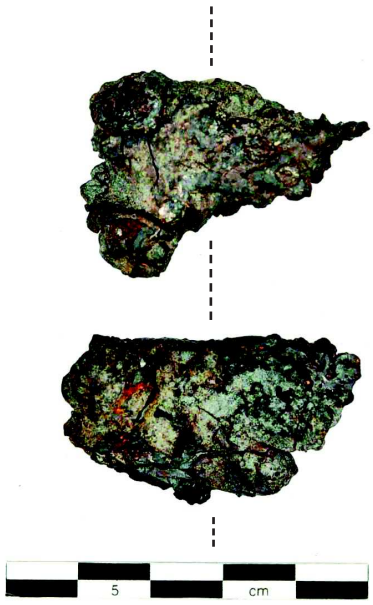
Catégorie : Minerai métallique

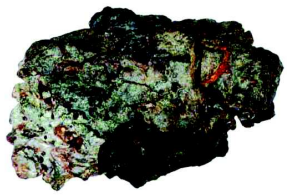
Masse : 29,3 g
Longueur : 41 mm
Largeur : 32 mm
Epaisseur : 30 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : 0,245 %

Remarque(s) : initialement interprété en tant que chute facettée





ME-D2D3-F001
Chute irrégulière facettée
1 face plane

Description morphologique :

Fragment de métal de forme irrégulière, présentant une face plane. Les autres surfaces présentent des reliefs millimétriques. La section du fragment est globalement triangulaire, et évoque une chute de métal en cours de compactage.

Structure du métal :

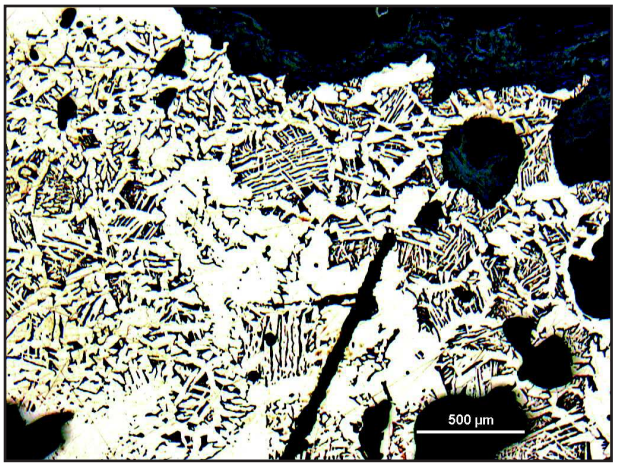
D'importantes plages de scorie sont observables en périphérie du bloc de métal. La structure du métal se compose majoritairement d'un alliage hypoeutectoïde à 0.3% C (Cliché **1**). Toutefois, plusieurs zones se composent de ferrite, aux joints de grain très faiblement carburés. Les grains de ferrite sont equiaxes et adoptent une taille de plusieurs centaines de microns. Ces zones très faiblement carburées se situent majoritairement en périphérie du bloc de métal et autour des porosités importantes(**2**). Cette forte décarburation localisée pourrait être liée à la circulation de gaz oxydants. On imagine ainsi un fragment de métal subissant une décarburation dans un foyer de forge, par la suite désolidarisé de la masse principale, et refroidissant lentement.

Inclusions :

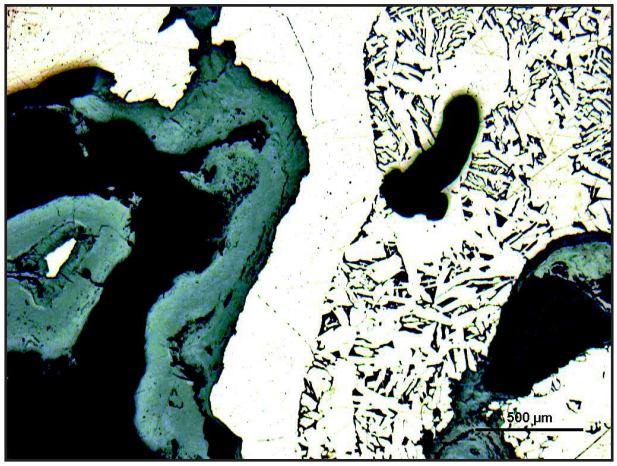
La scorie présente dans l'échantillon se compose d'un réseau assez dense de cristaux de formes diverses, allongée, trapue, etc. La taille de ces cristaux varie de quelques dizaines à quelques centaines de micromètres (**3**). Les phases dominantes sont les spinelles type hercynite et les olivines de type fayalite. La scorie est présente incluse sous forme de plages de dimensions importantes (de l'ordre de plusieurs centaines de microns).

Conclusion partielle :

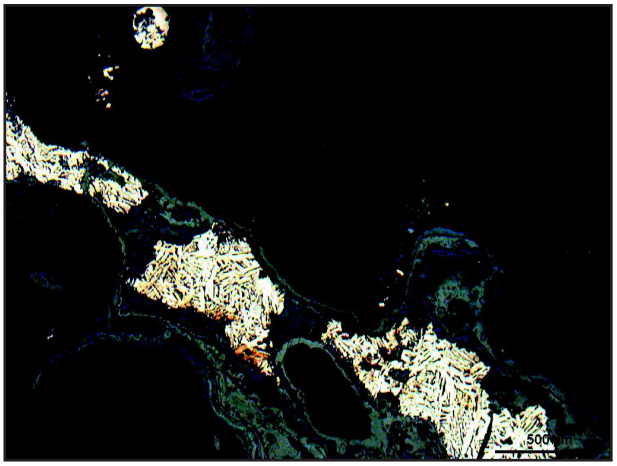
La section polie montre que le métal contient de nombreuses cavités non déformées. Il ne peut ainsi s'agir d'une pièce ouvragée. Le fragment apparaît comme étant du minerai réduit, dont les surfaces planes constituent les reliques de la forme du bloc de minerai initial.



1



2



3

4

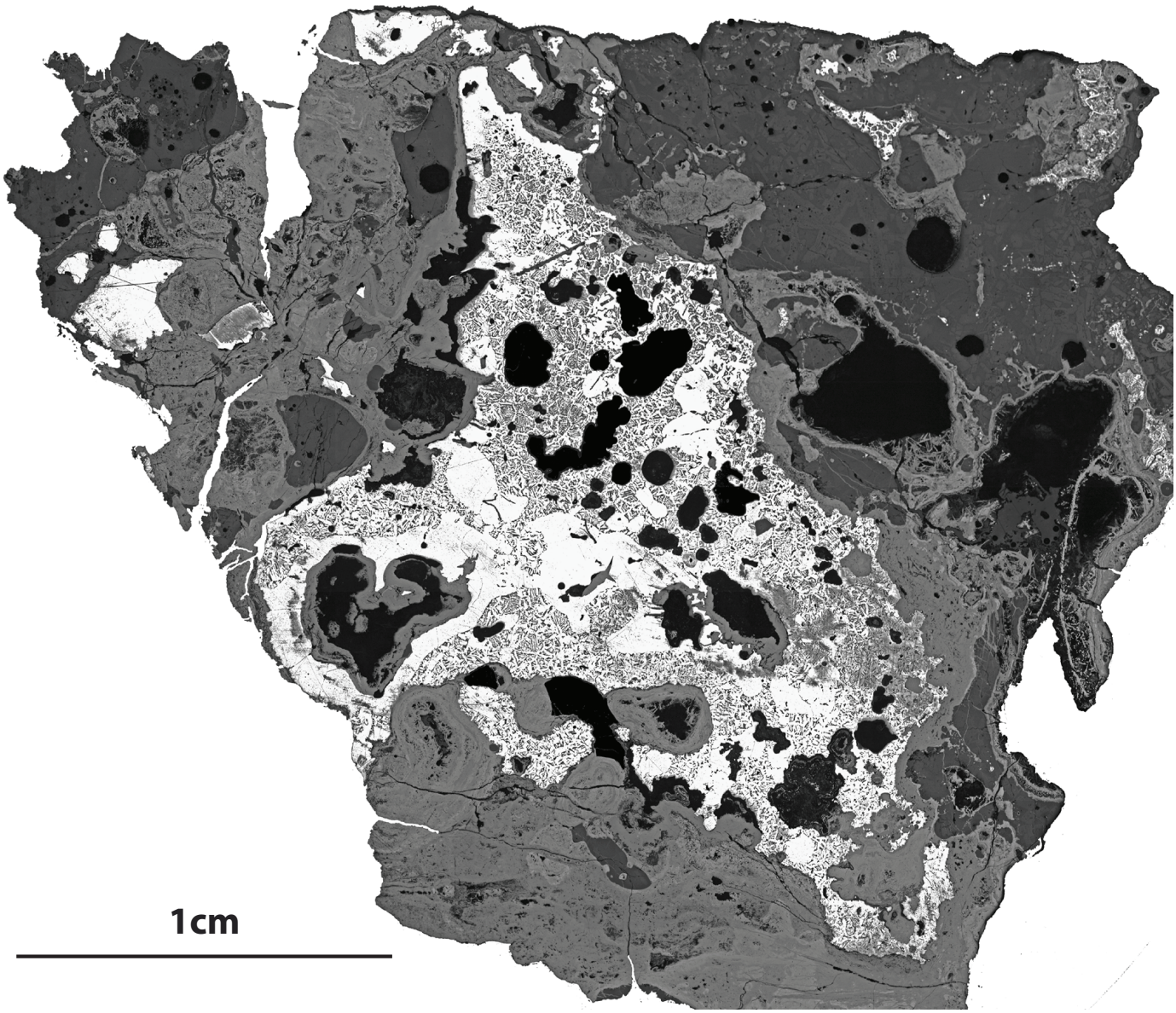
5

6

7

8

Attaque métallographique



ME-1578-F008

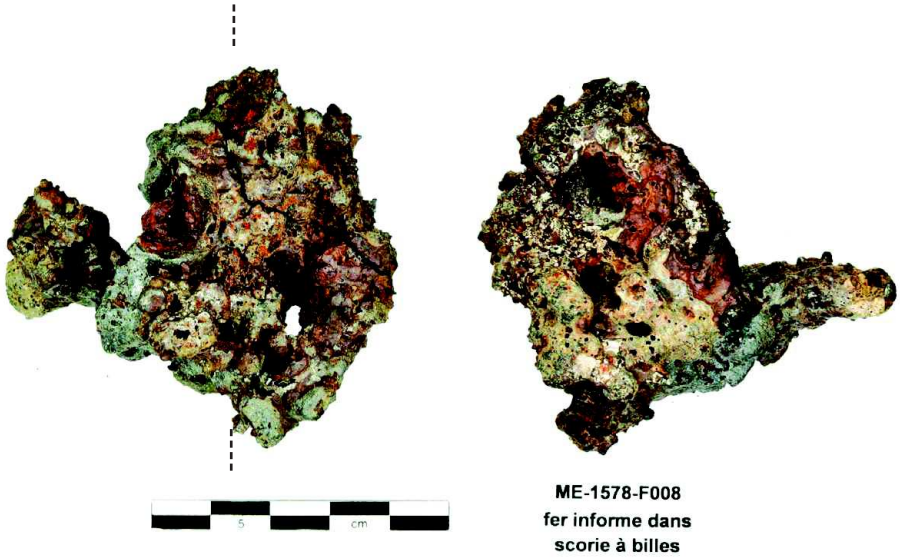
Catégorie : Fer informe dans scorie à billes

Masse : 108,8 g
Longueur : 60 mm
Largeur : 58 mm
Epaisseur : 48 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : 0,458 %

Remarque(s) :



Description morphologique :

L'échantillon est un fragment de métal informe, inclus pour partie dans de la scorie présentant en surface quelques billes métalliques submillimétriques. Ses reliefs sont irréguliers, peu proéminents.

Structure du métal :

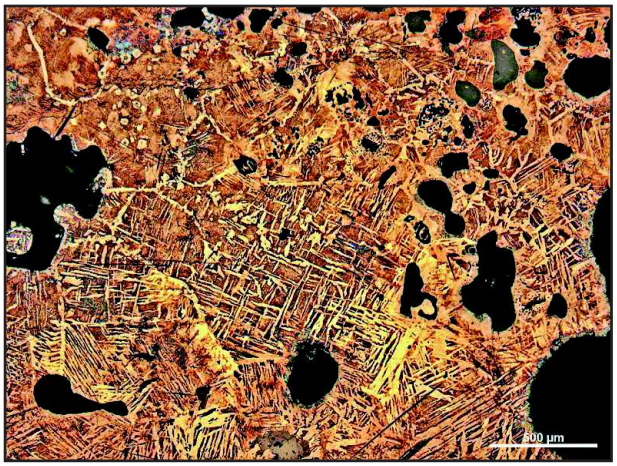
Le métal présente de nombreuses porosités et une structure très hétérogène. A certains endroits, celle-ci est majoritairement ferritique. Il s'agit de zones dans lesquelles le métal est le moins compact. Des surfaces relativement importantes présentent la structure d'un acier hypoeutectoïde à 0,1 % de C. D'autres parties montrent une structure perlito-ferritique dans laquelle la ferrite est cristallisée en grains aciculaires (Clichés **1** et **2**). Une structure ferrito-bainitique est observable dans la partie inférieure de l'échantillon (**3**). Il est également remarquable de noter la présence d'eutectiques phosphoreux de forme circulaire, couronnés par des grains de ferrite (**4** et **5**).

Inclusions :

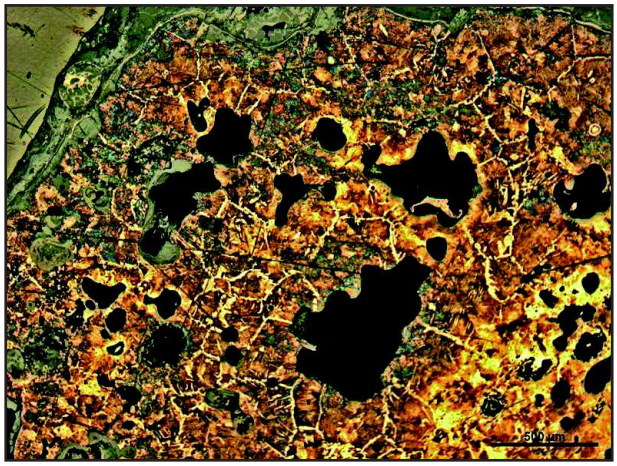
La scorie adhérant au fragment contient des quantités importantes de métal sous la forme de globules et filaments qui forment des réseaux étendus (**6**). La scorie en elle-même se compose de fayalite en lattes, parfois associés en gerbes (**7**). En périphérie de ces lattes, de très fins grains (submillimétriques) brillants sont observables. Les inclusions dans le métal sont assez peu nombreuses. Elles contiennent peu de wüstite. La matrice est finement cristallisée. Des cristaux aux contours irréguliers et de couleur sombre sont visibles (**8**).

Conclusion partielle :

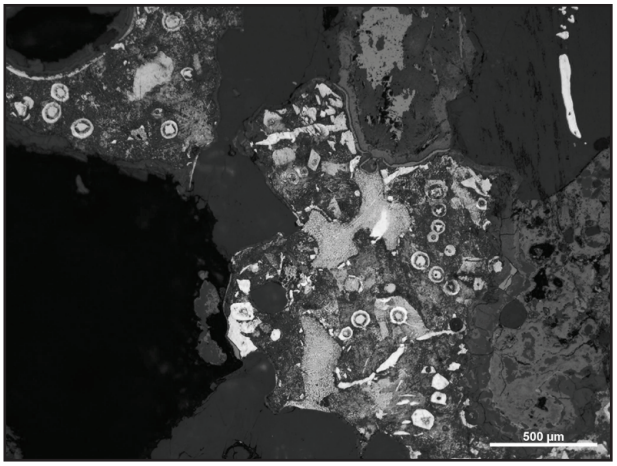
Le fragment de métal, incorporé dans de la scorie, est peu compact et contient de nombreuses porosités de formes irrégulières, mais qui ne paraissent pas déformées. En périphérie du bloc de métal principal, et au sein de la scorie, de nombreux filaments et amas de globules métalliques sont visibles. Le fragment est un déchet issu de la réduction, qui n'a pas subi de traitement ultérieur.



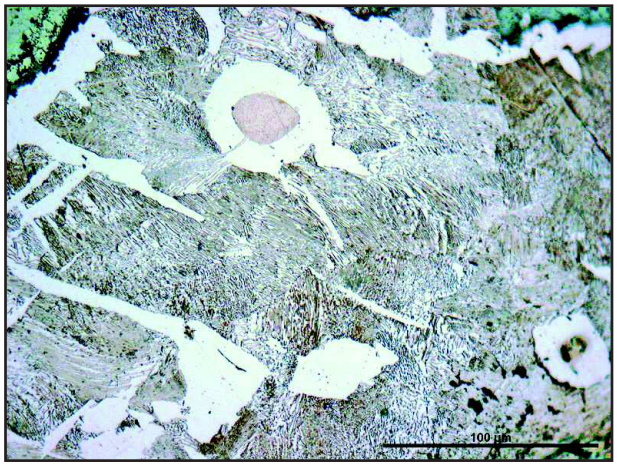
1



2

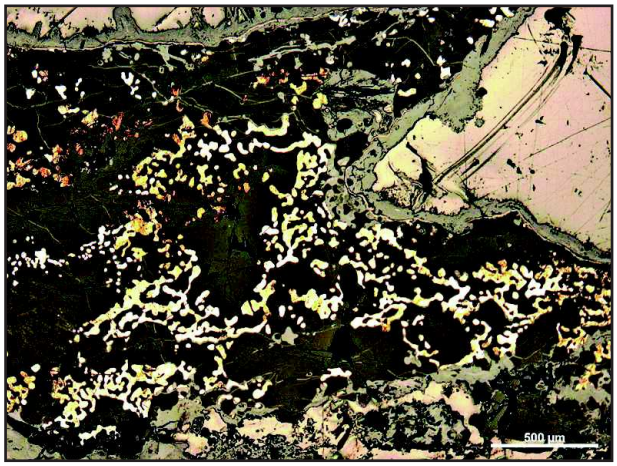


3

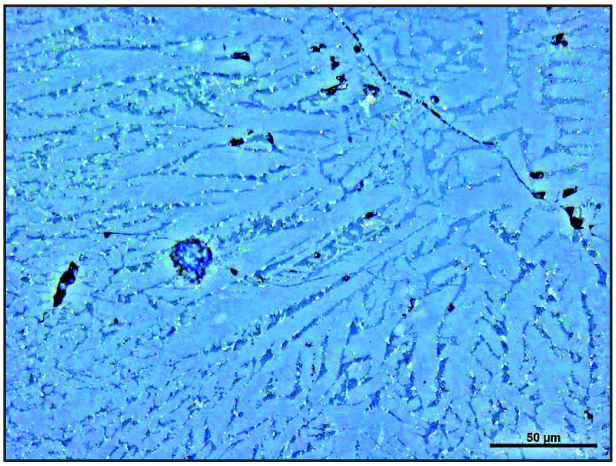


4

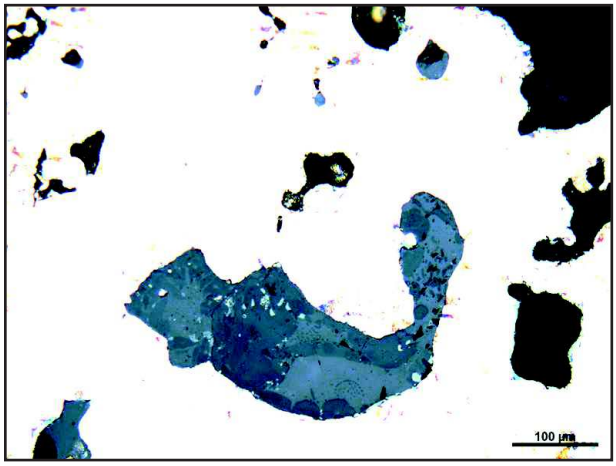
5



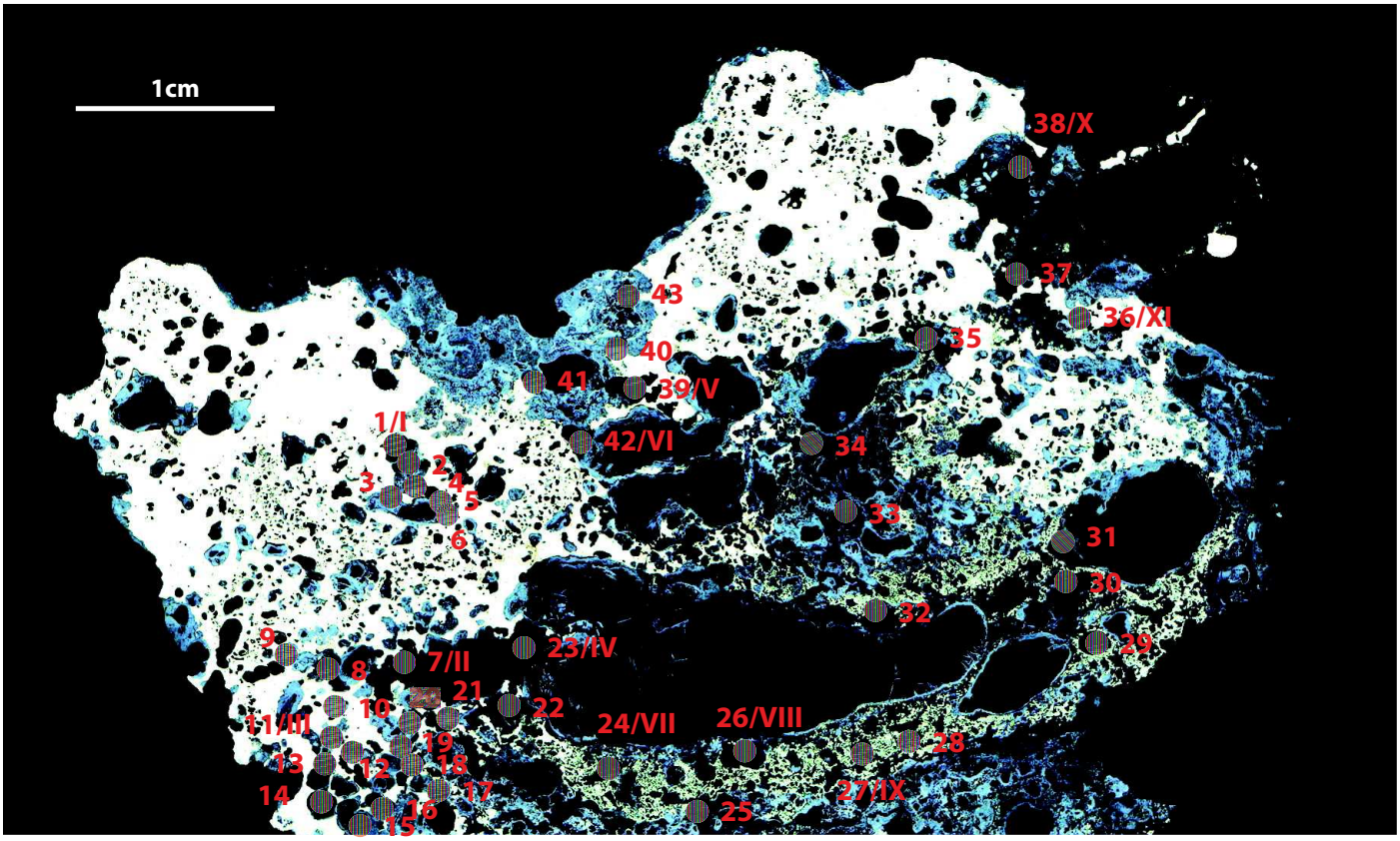
6



7

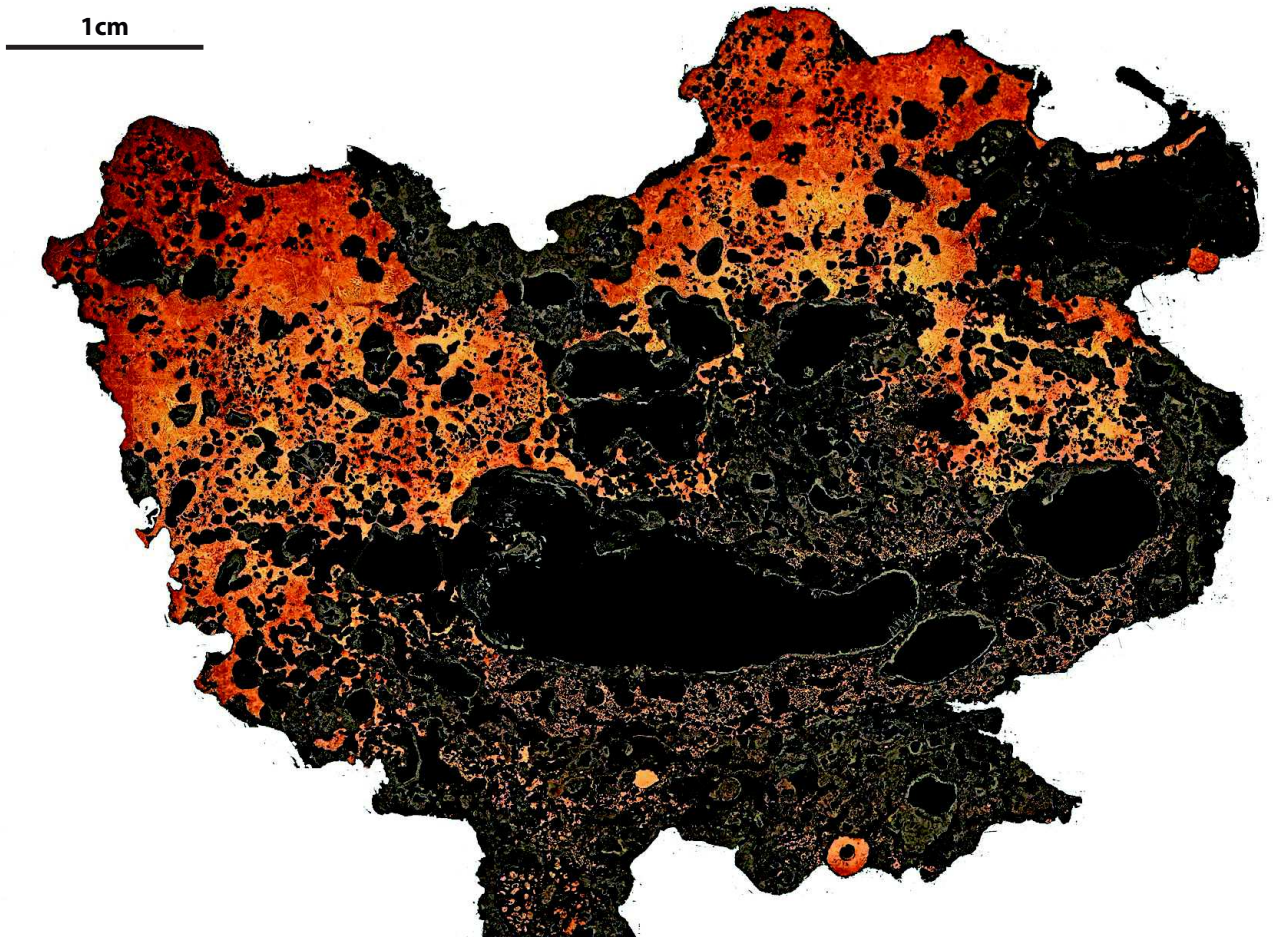


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-1578-F012

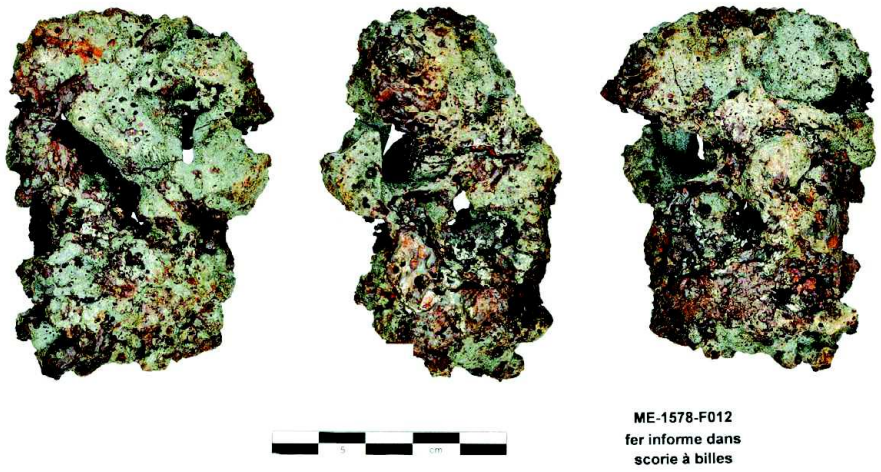
Catégorie : Fer informe dans scorie à billes

Masse : 115 g
Longueur : 70 mm
Largeur : 54 mm
Epaisseur : 45 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) :



Description morphologique :

L'échantillon se compose de fragments métalliques contenus dans de la scorie grise à billes. Les surfaces présentent des reliefs lobés de taille millimétrique. L'agglomérat n'est pas compact, et présente même des porosités traversantes de taille centimétrique.

Structure du métal :

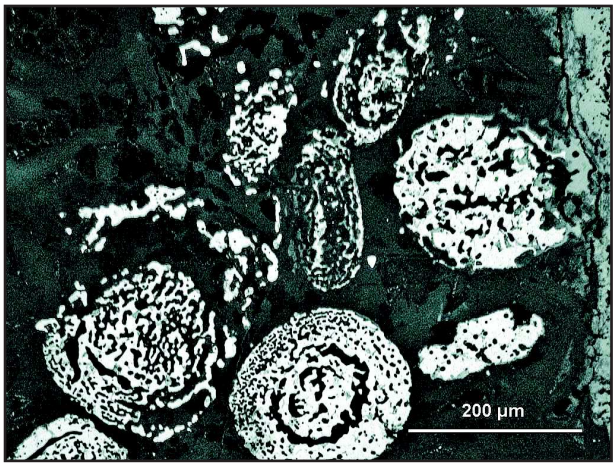
La section polie révèle une proportion en métal bien moindre à ce qui avait été estimé lors de l'examen à l'œil nu. Il est avant tout présent sous la forme de nodules ovoïdes, qui semblent être des fantômes d'oolithes. Ces nodules sont soit répartis de manière homogène et lâche au sein de la scorie, soit forment des agrégats relativement compacts. Il s'agit d'oolithes ferrugineux réduits à l'état métallique (Clichés **1** et **2**). Quelques plages de métal en cours d'agglomération, ainsi que plusieurs îlots sont toutefois visibles. La structure du métal est à dominante ferritique. Toutefois une plage plus fortement carburé (0,6-0,7 % C) est observable sur l'un des îlots métalliques. Quelques eutectiques phosphoreux sont également visibles (**3**).

Inclusions :

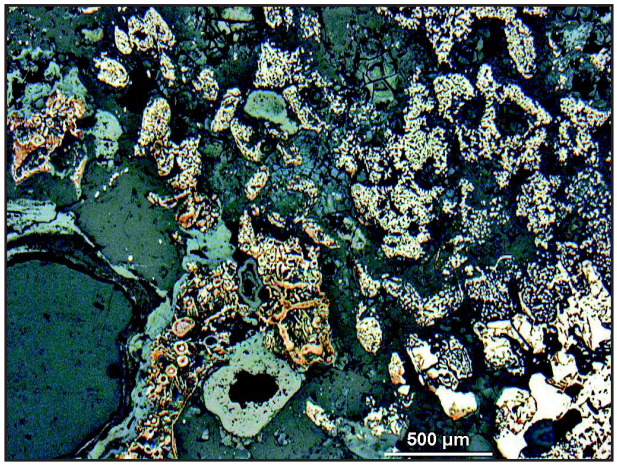
La scorie se compose majoritairement de cristaux présentant une forme allongée et anguleuse. La matrice se compose d'un semis gris sombre dans lequel de fines dendrites sont observables (**4**). La scorie est criblée de billes de métal, dont les dimensions sont variables, mais n'excèdent pas pour la plupart la dizaine de microns. De petites parcelles aux contours irréguliers sont également visibles.

Conclusion partielle :

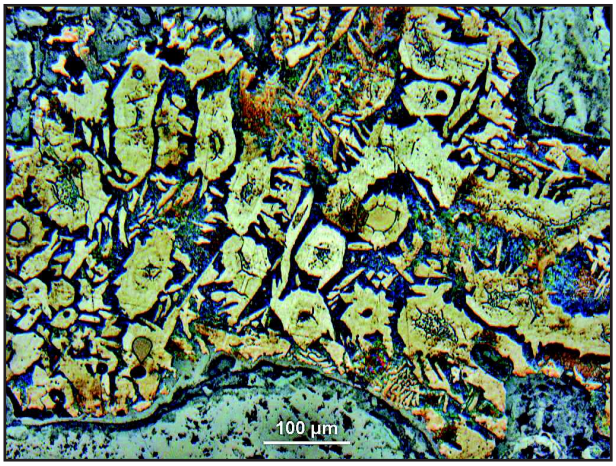
Le fragment comporte relativement peu de métal. Seule une partie restreinte de ce dernier est agglomérée. Il est surtout visible sous la forme de fantômes d'oolithes, bien distincts les uns des autres. Le métal n'a pas pu s'agglomérer avant le refroidissement de la scorie. Il s'agit bien d'un déchet issu de la réduction du minerai. La texture oolithique de ce dernier ne fait aucun doute dans ce cas.



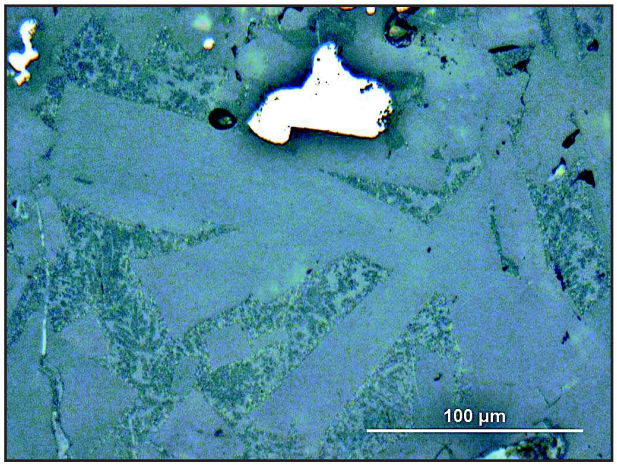
1



2



3



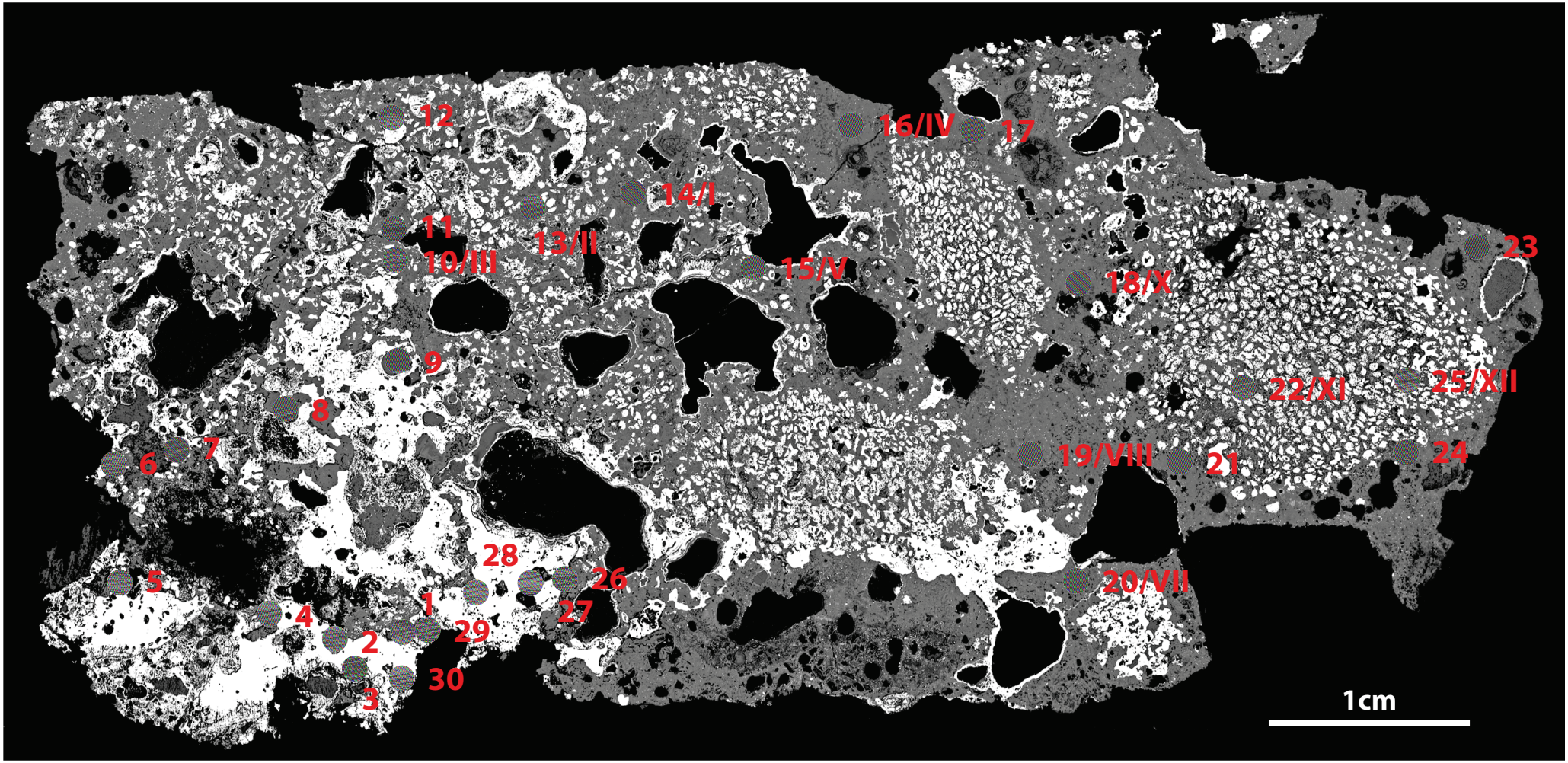
4

5

6

7

8



Repérage des analyses chimiques

ME-1882-F002

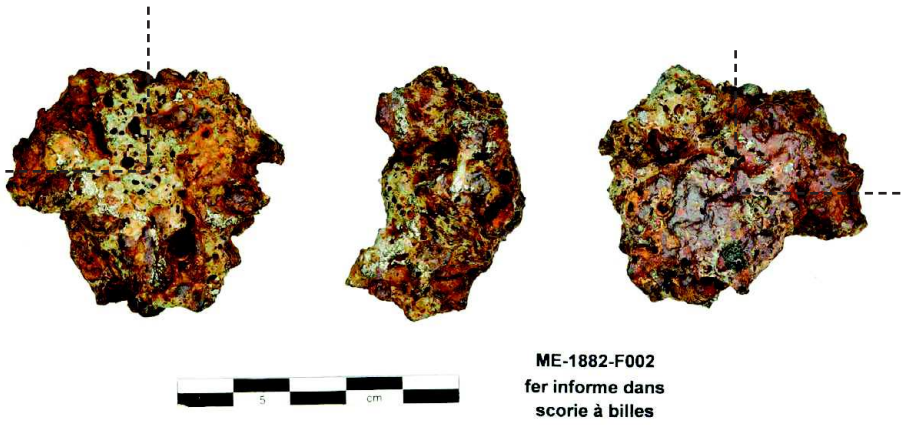
Catégorie : Fer informe dans scorie à billes

Masse : 58,4 g
Longueur : 47 mm
Largeur : 44 mm
Epaisseur : 25 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : 0,363 %

Remarque(s) :



Description morphologique :

Il s'agit d'un morceau de métal informe, montrant des plages importantes de scorie gris-blanchâtre en surface. Les surfaces sont irrégulières, présentant des reliefs peu prononcés.

Structure du métal :

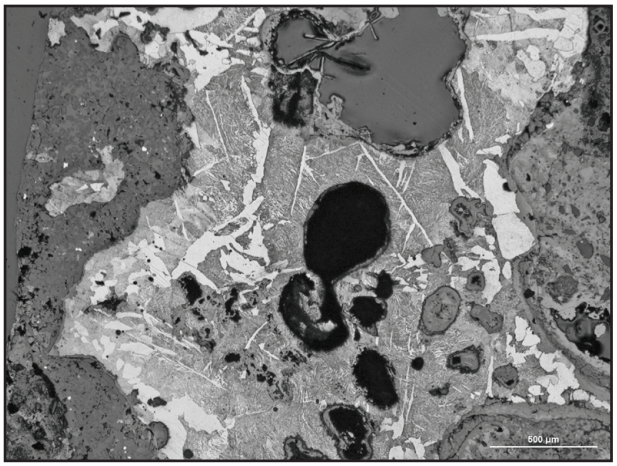
Le métal est peu compact ; il présente de nombreuses porosités. Une fraction non négligeable de ce dernier est par ailleurs corrodée. Le métal présente un degré de carburation variables, variant d'un acier hypoeutectoïde à 0,1 % C, jusqu'à des structures perlito-ferritiques au sein desquelles les grains de ferrite adoptent une morphologie aciculaire (Clichés **1** et **2**). De manière générale, les zones proches des plages de scorie adoptent une structure pauvre en carbone, dont la concentration augmente à mesure que l'on s'éloigne de la scorie (Cf. section *infra*). L'échantillon comporte des plages de scorie externe adhérant au métal. A l'instar de celui-ci, elle présente de nombreuses porosités. Elle contient également une concentration importante de petites billes de métal. Localement, celui-ci s'agglomère sous la forme de filaments et de globules de taille plus importante.

Inclusions :

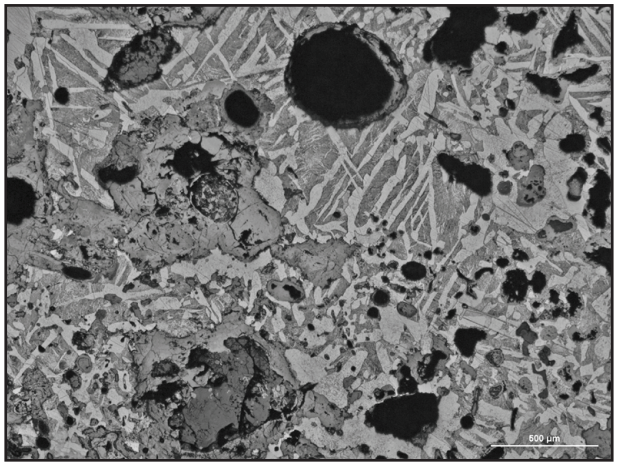
La section montre une prédominance de la scorie. Le métal contient toutefois des inclusions de scorie. Ces inclusions ont une taille de l'ordre de la centaine de microns. Elles sont plus nombreuses dans la zone métallique proche de la principale plage de scorie. Leur forme est globalement subcirculaire, avec des formes parfois un peu plus étirées(**3**). Deux faciès minéralogiques sont observables pour les inclusions. Une partie se compose d'un fin semis gris clair sur un fond plus foncé (**4**). Les autres se composent de grains aux contours arrondis, plus ou moins allongés. Entre ces grains se développent de petits cristaux de couleur claire d'une taille de l'ordre du micron (**5** et **6**). Quelques inclusions présentent par ailleurs un faciès amorphe (**7**).

Conclusion partielle :

La section révèle une prédominance de la scorie de réduction, au sein de laquelle se développent des parcelles métalliques plus ou moins importantes. Les moins importantes forment des filaments ou des petites billes, grossièrement agglomérés. Le fragment ne présentant par ailleurs aucune caractéristique morphologique en faveur d'un traitement de post-réduction, il peut être considéré comme un déchet issu de la réduction.

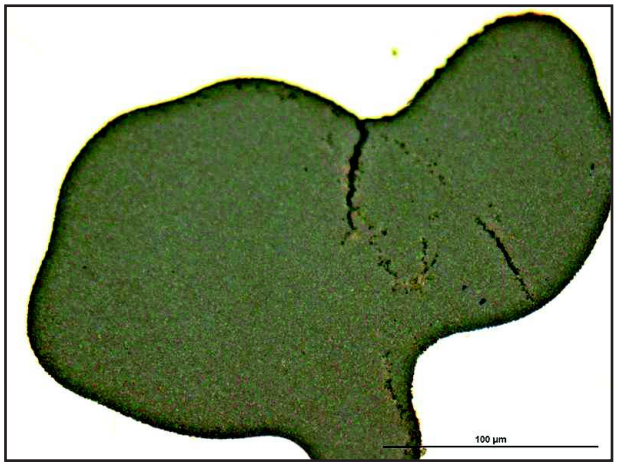


1

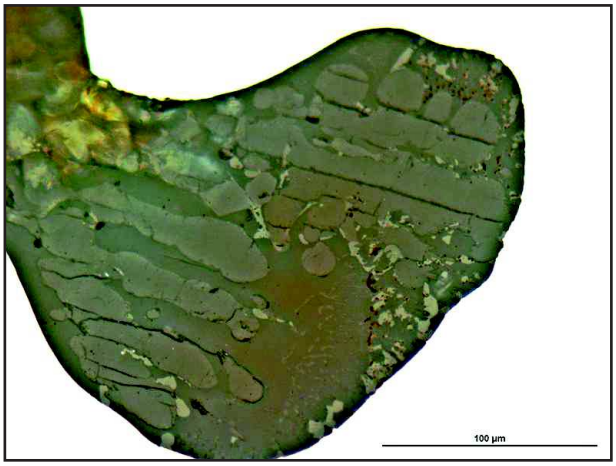


2

3

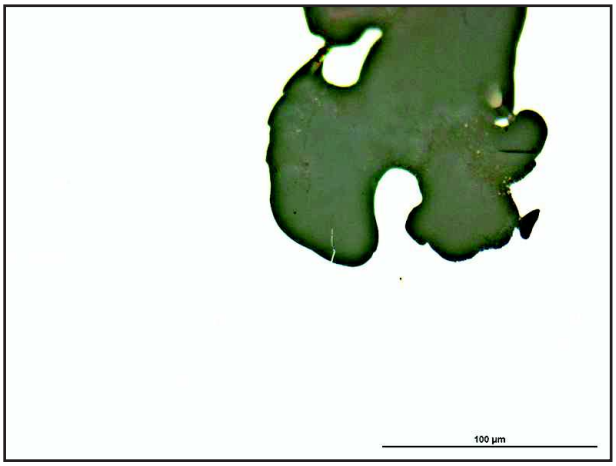


4



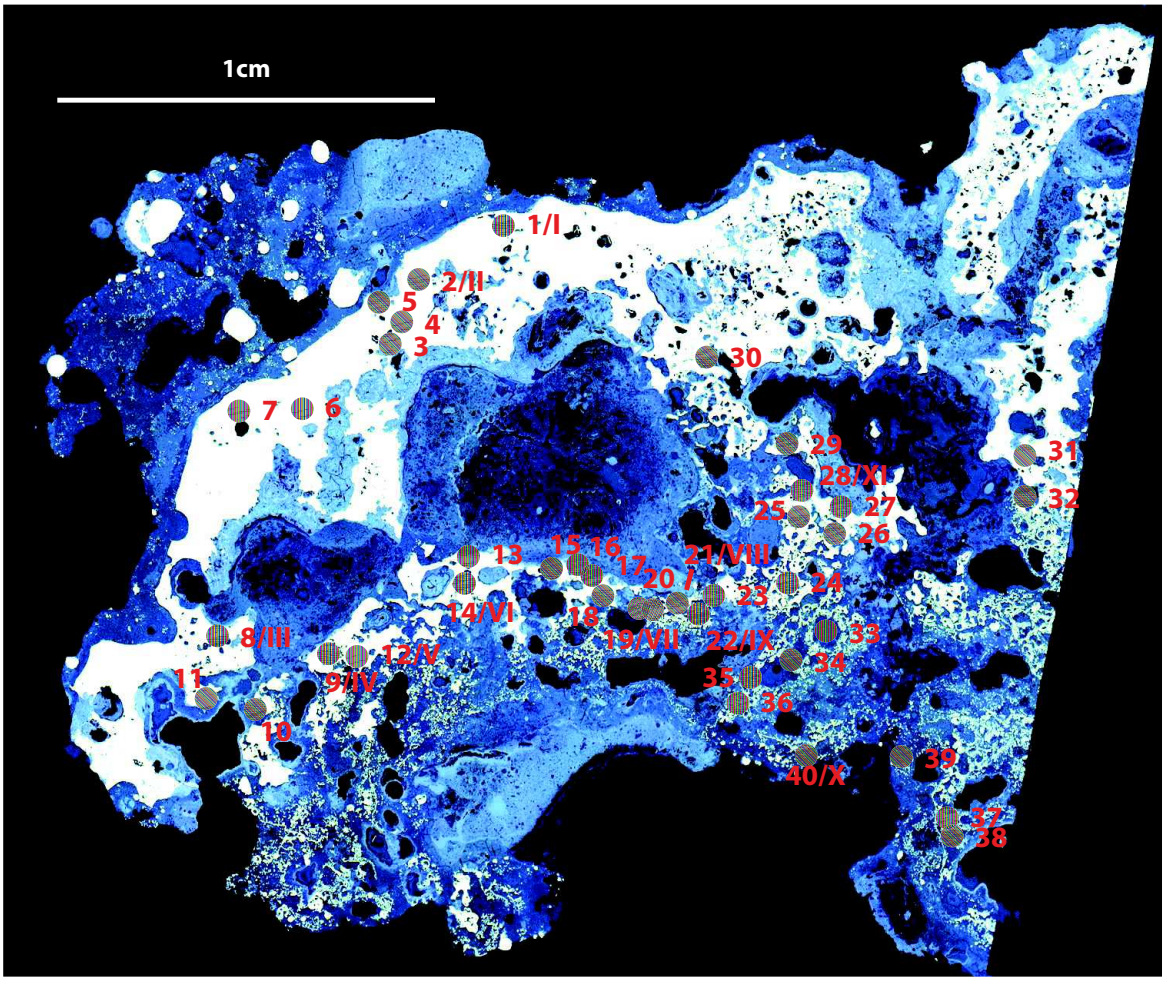
5

6



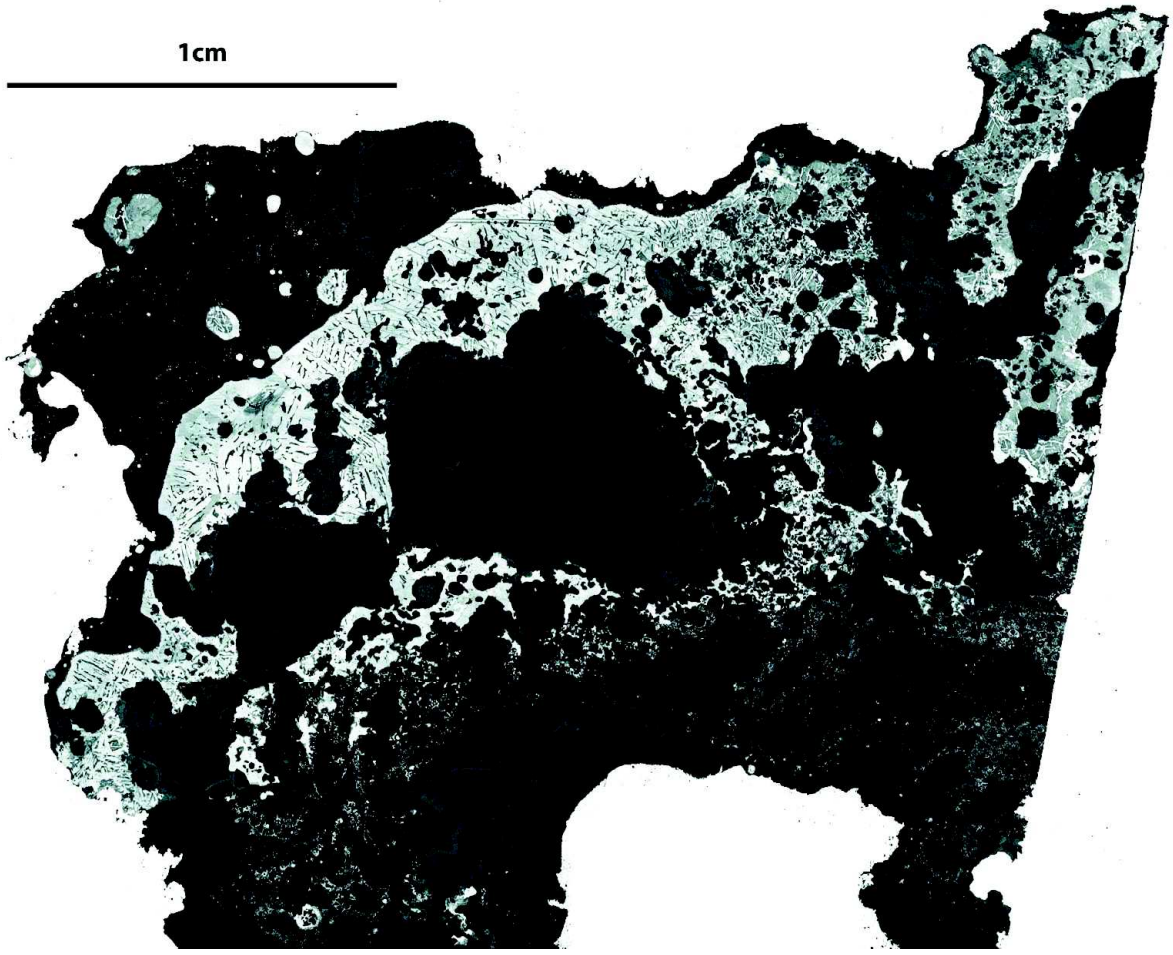
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-1960-F019

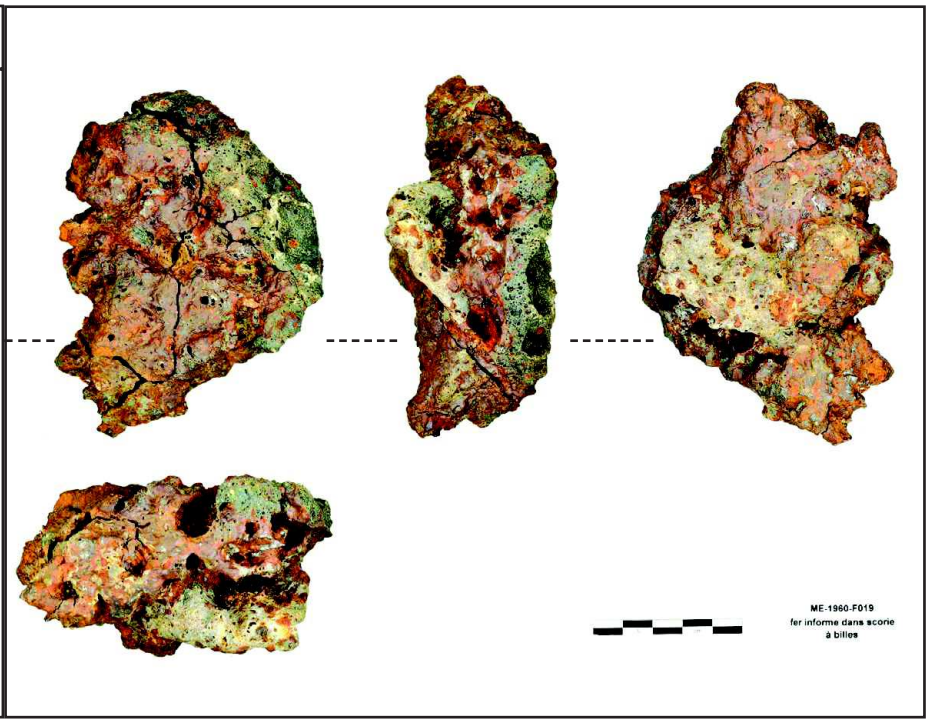
Catégorie : Fer informe dans scorie à billes

Masse : 105,3 g
Longueur : 74 mm
Largeur : 47 mm
Epaisseur : 35 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : 0,792 %

Remarque(s) :



Description morphologique :

Fragment de métal informe, présentant des contours irréguliers, ainsi que des reliefs centimétriques lobés trapus ou allongés, adhérant à une scorie gris-blanchâtre à billes de fer constituée de petits cordons aplatis (présence de petits fragments centimétriques de coulures de scorie en cordons pris dans la masse).

Structure du métal :

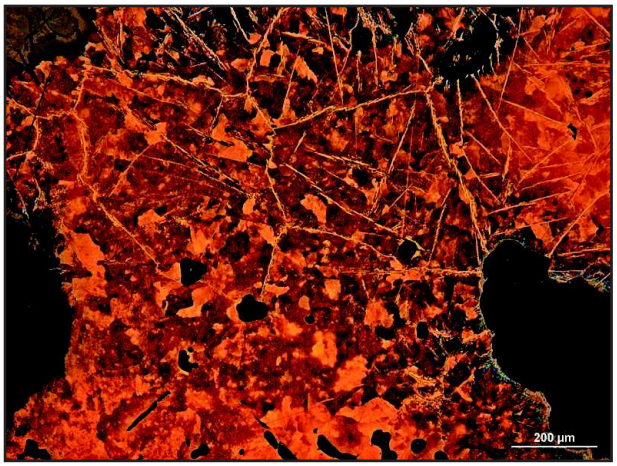
Le métal présente majoritairement une structure d'acier eutectoïde à hypereutectoïde (Cliché **1**). Quelques rares zones se révèlent moins légèrement moins carburées (0,6 - 0,7 % C) (**2**). Bien que le métal soit relativement compact, il présente tout de même de nombreuses porosités dont la taille peut atteindre plusieurs millimètres. La corrosion affecte environ le quart de la surface du métal.

Inclusions :

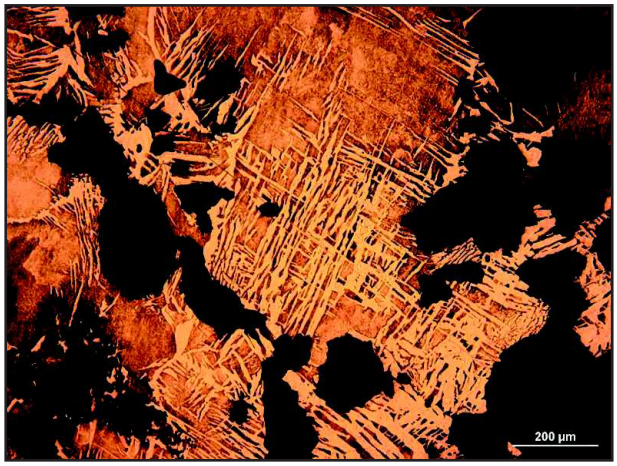
Une plage de scorie importante adhère au fragment de métal. Elle montre un faciès minéralogique très variable. Globalement, on observe une concentration importante de wüstite dans la majeure partie de la scorie. Seul un liseré à la périphérie de cette dernière n'en contient pas. Elle se cristallise sous la forme de dendrites de taille variable (**3**) et dont les éléments présentent une forme anguleuse (**4**). Dans les zones où la wüstite est moins dense, une cristallisation dense est observable, qui se compose de cristaux de couleur gris clair de forme polygonale, bien que la densité des des autres phases ne permette pas de bien définir ces formes (**5**). Des cristaux gris sombre sont également présents dans la scorie. Ils ont une épaisseur variant entre 1 et 5 micromètres, et une longueur pouvant aller jusqu'à la cinquantaine de microns. Des grains de forme globulaire et de couleur claire, certainement de la wüstite, complètent les phases de cette scorie. La matrice est constituée d'une phase amorphe, de couleur gris sombre (**6**).

Conclusion partielle :

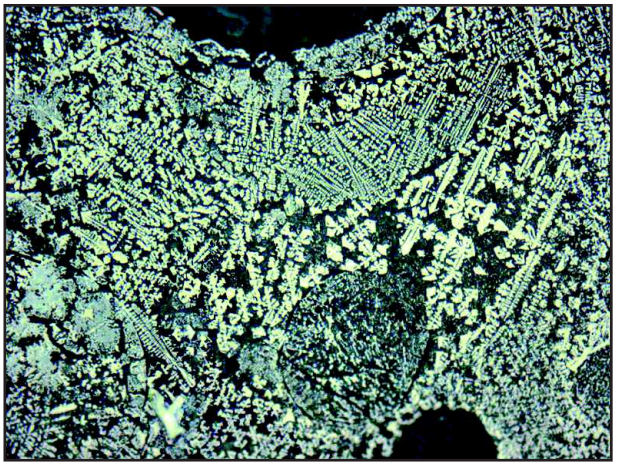
Le métal composant le fragment se révèle être, contrairement aux autres individus de la même catégorie, relativement compact. Il est fortement carburé. Le fragment ne présente aucun indice en faveur d'un traitement de post-réduction. Il s'agit d'un fragment de métal dont on s'est débarassé au terme de la réduction.



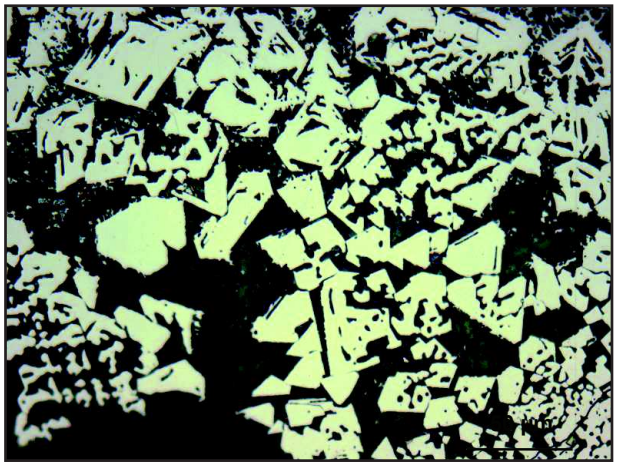
1



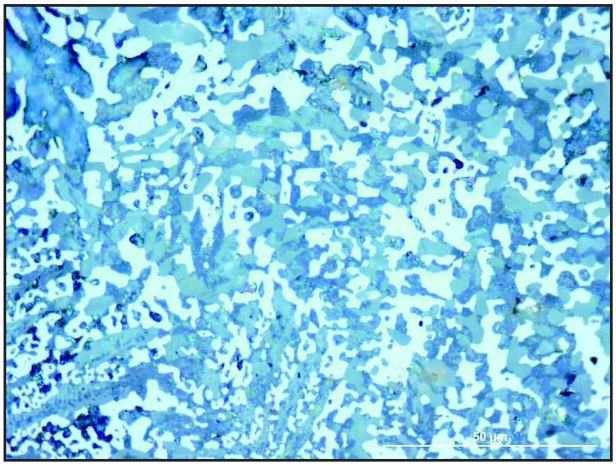
2



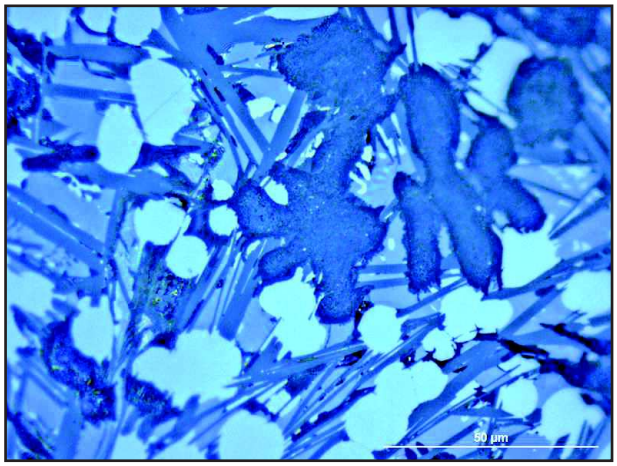
3



4



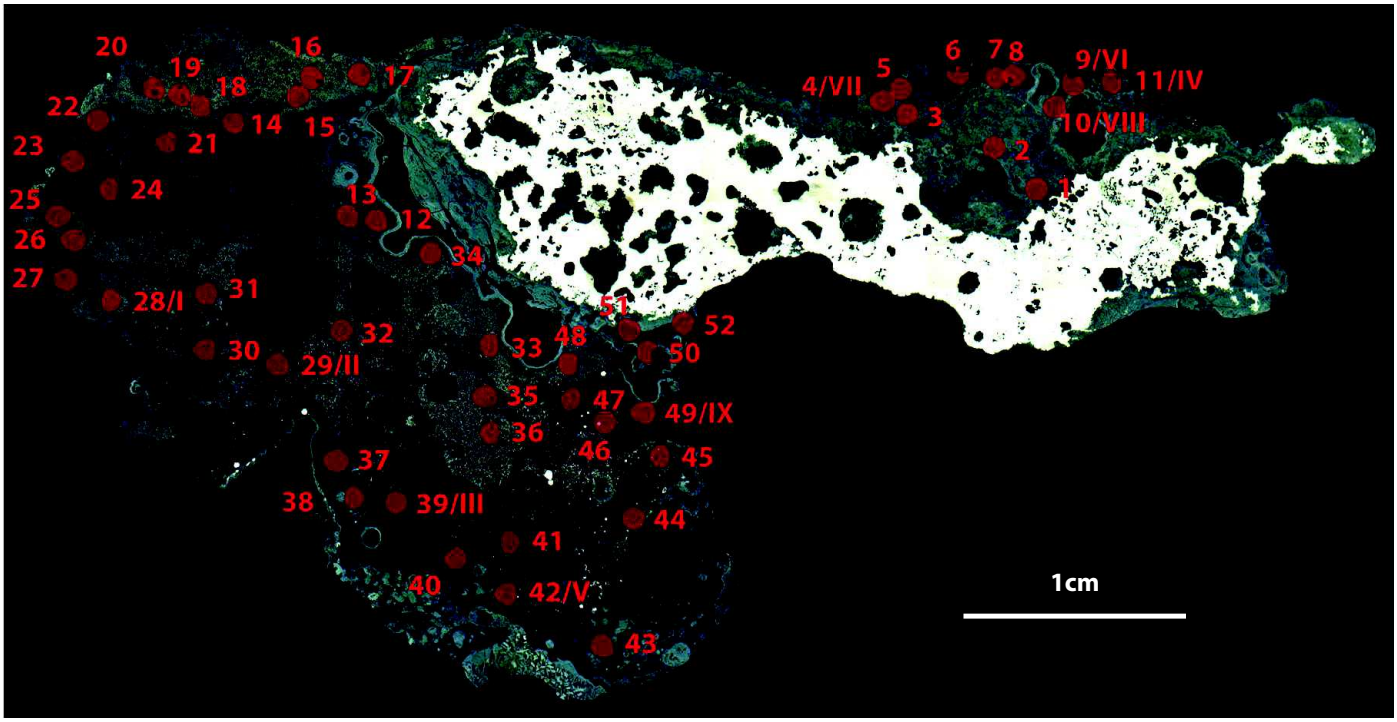
5



6

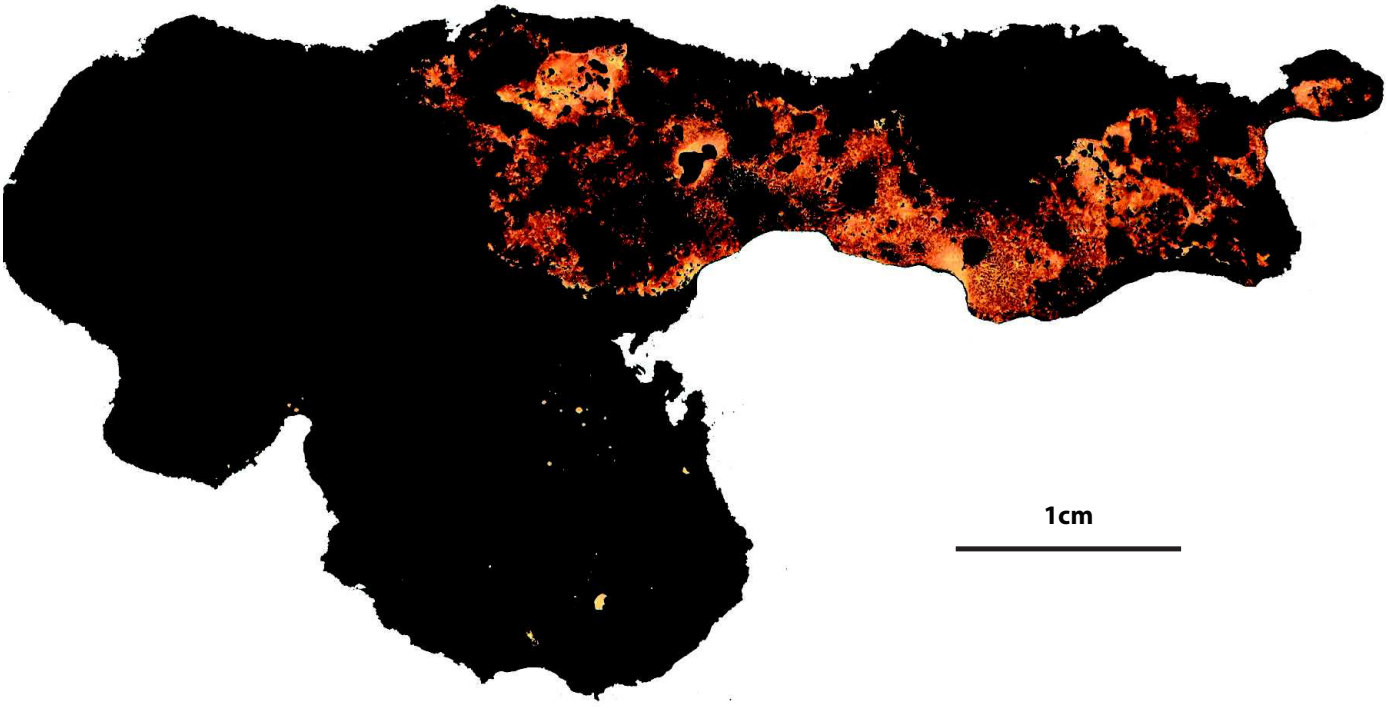
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-D2-F010

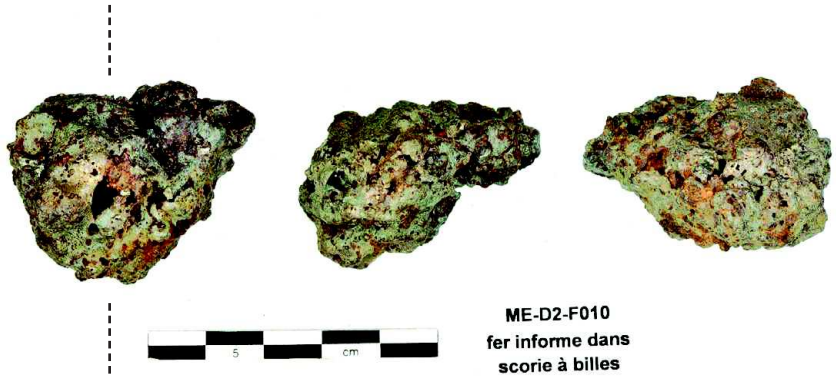
Catégorie : Fer informe dans scorie à billes

Masse : 43,2 g
Longueur : 43 mm
Largeur : 35 mm
Epaisseur : 25 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : 0,238 %

Remarque(s) :



Description morphologique :

L'échantillon se présente sous la forme d'un fragment de métal dans les creux duquel de la scorie grise avec des billes métalliques s'est logée. Les surfaces du métal sont irrégulières, montrant des reliefs lobés de taille centimétrique.

Structure du métal :

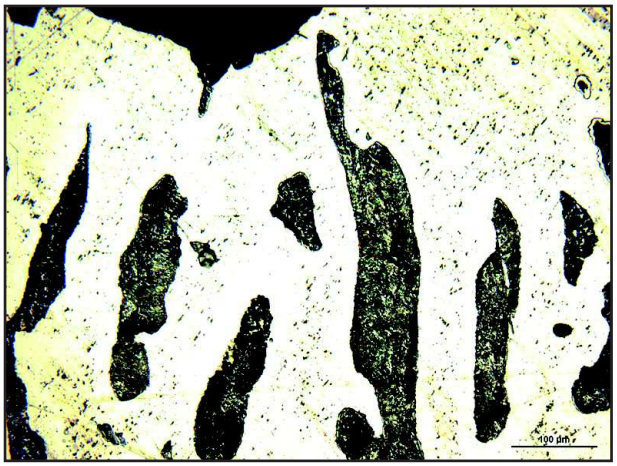
La section montre en fait plusieurs fragments de métal plus ou moins individualisés, parfois reliés par des filaments de métal. Cette structuration évoque bien l'agglomération en cours de ces fragments. Le métal montre plusieurs degrés de carburation. Des plages à dominante ferritique occupent le cœur de l'ensemble de fragments métalliques. Autour de ces plages, on observe des structures ferrito-perlitiques caractéristiques d'un acier hypoeutectoïde à 0,1-0,2 % de C. La perlite y est présente sous forme d'îlots au sein de la ferrite (Cliché **1**). Des plages eutectoïdes sont également visibles (**2**). De manière générale, le taux de carburation augmente au fur et à mesure que l'on s'éloigne du cœur du métal. Au sein de la scorie, le métal montre plusieurs faciès morphologiques : agglomérats de microbilles, globules isolés, mais également des ensembles de billes et filaments formant des fantômes d'oolithes (**3**). L'échantillon présente des zones corrodées dont l'expansion se fait de façon privilégiée à partir des porosités du métal, ou les interfaces entre scorie et métal.

Inclusions :

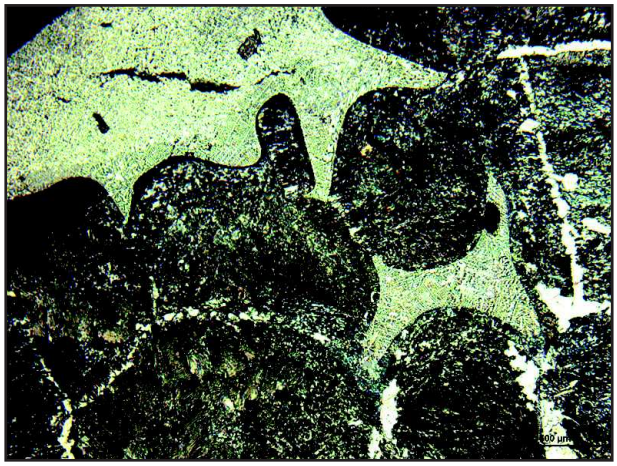
Le métal contient peu d'inclusions de scorie ; elles présentent des dimensions moyennes, quelques dizaines de microns au maximum. La scorie est surtout présente sous la forme de fragments importants imbriqués entre les différents ensembles métalliques. La composition de la scorie est homogène à l'échelle de la surface polie, on observe peu de variations dans la représentation des différentes phases. La scorie est majoritairement composée de gros cristaux polygonaux de nuance gris moyen, dont les dimensions avoisinent la cinquantaine de microns pour la largeur et plusieurs centaines de microns pour la longueur. Entre ces lattes, on observe des cristaux se présentant dans une matrice de type semis gris clair, des grains gris sombres aux formes variables (**4**). Localement, l'un ou l'autre globule squelettique de wüstite. De façon assez anecdotique on peut observer, en bordure du métal, une parcelle de wüstite présentant un réseau serré et orthogonal de petits grains de taille millimétrique (**5**).

Conclusion partielle :

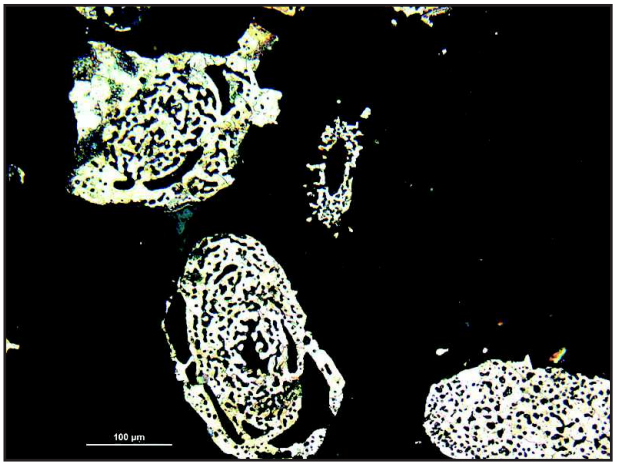
La section révèle une prédominance de la scorie de réduction, au sein de laquelle se développent des parcelles métalliques plus ou moins importantes. Les moins importantes forment des filaments ou des petites billes, grossièrement agglomérés. Le fragment ne présentant par ailleurs aucune caractéristique morphologique en faveur d'un traitement de post-réduction, il peut être considéré comme un déchet issu de la réduction.



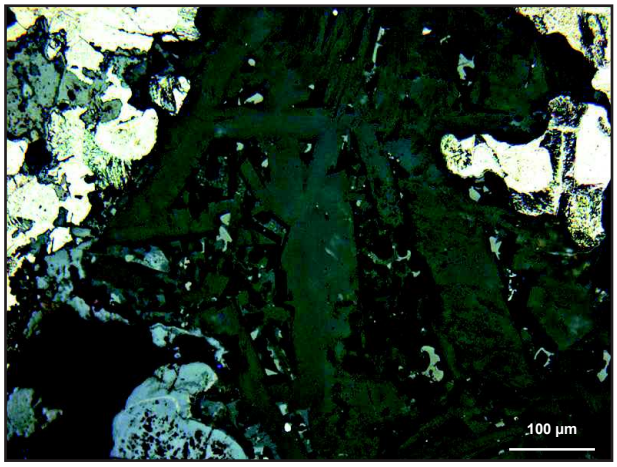
1



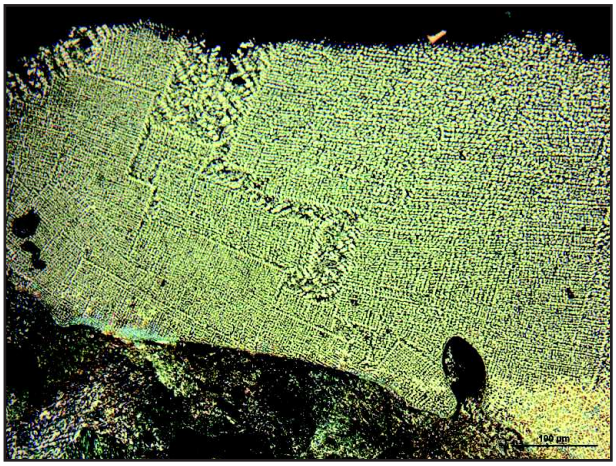
2



3



4

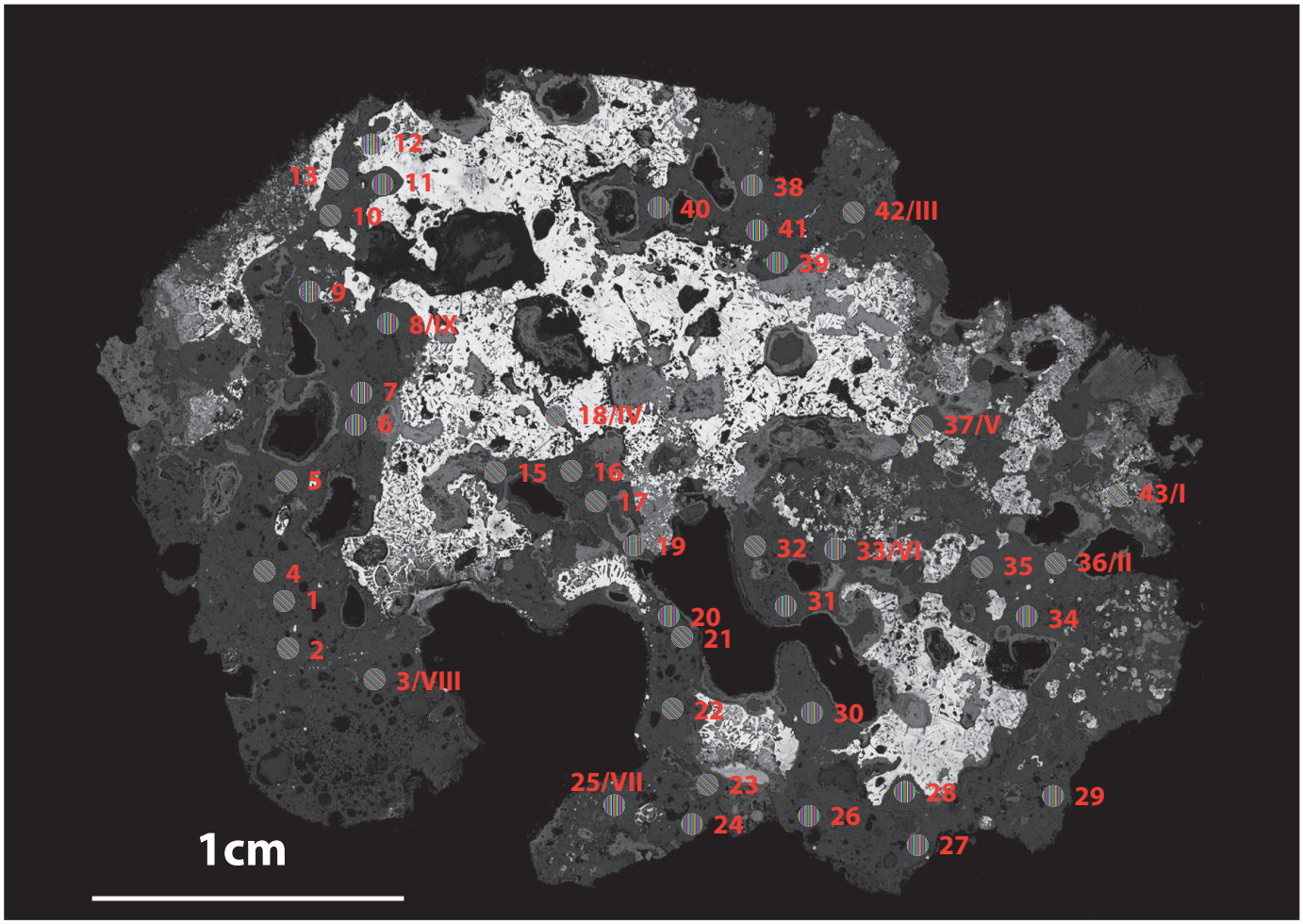


5

6

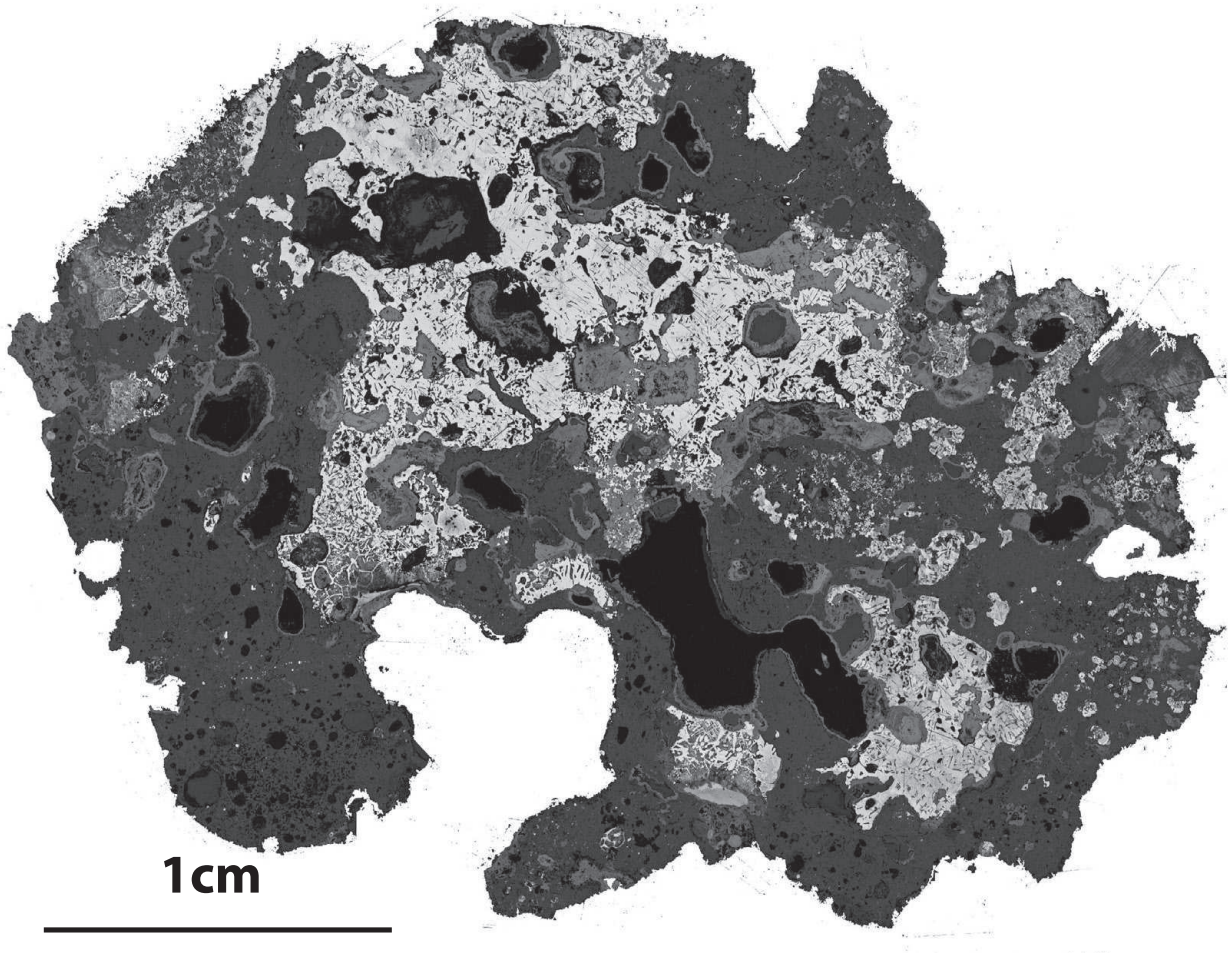
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-2174-F002

Catégorie : Fer informe dans scorie à billes

Masse : 66,3 g
Longueur : 77 mm
Largeur : 36 mm
Epaisseur : 35 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire :

Pourcentage moyen de carbone : 0,438 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

L'échantillon est un fragment de fer informe de forme allongée dont la périphérie est recouverte partiellement de scorie grise. Les surfaces sont irrégulières, et présentent un faciès à reliefs lobés de taille plurimillimétriques.

Structure du métal :

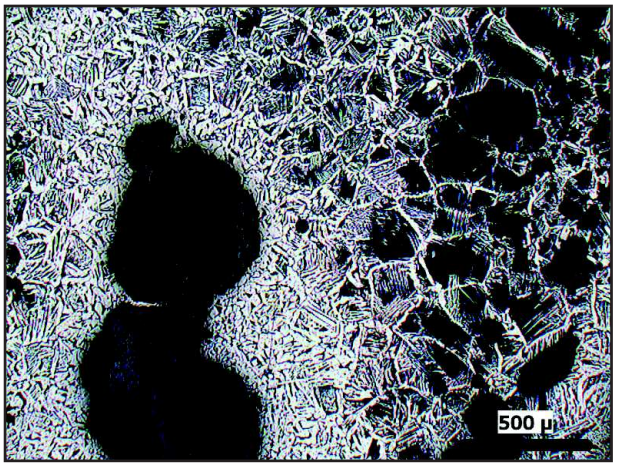
Le métal montre une porosité importante, se répartissant de manière hétérogène. Le degré de carburation du métal est variable. Globalement, il s'agit d'un acier hypoeutectoïde pour lequel la teneur en carbone varie de 0,2 à 0,6% : structure ferrito perlitique en widmannstätten (Cliché **1**). Localement, des zones ferritiques sont présentes. Dans les parties plus aciérées, à 0,6%, la ferrite adopte une morphologie aciculaire (**2**). En périphérie du métal, des zones s'approche de l'eutectoïde (perlite). Des structures caractéristiques liées à la présence de phosphore sont présentent dans les zones plus aciérées (**3**), et celles plus ferritique (marbrures) (**4**). Des fantômes d'oolithes sont par ailleurs visibles dans la scorie (**5**).

Inclusions :

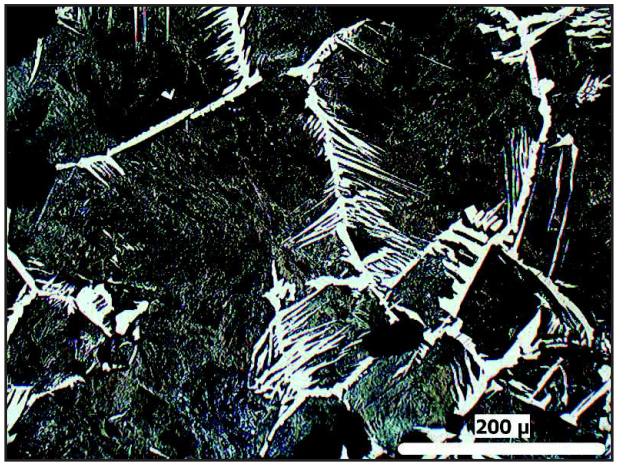
Le métal contient peu d'inclusions de scorie (quelques dizaines sur la section), leur forme est subcirculaire à polylobée (**6**). Une partie possède une matrice composée d'un fin semis dans lequel on observe des cristaux polygonaux aux angles toutefois arrondis, de couleur gris assez sombre (feldspathoides ?). Les autres semblent être composées d'une matrice de mélilites au sein de laquelle on distingue des cristaux de couleur gris de nuance moyenne, et trapus. L'échantillon présente de larges parcelles périphériques de scorie qui occupent une surface importante de la section. Elle se compose principalement de grands cristaux de mélilite, sous forme anguleuse, contenant parfois des parcelles de métal (souvent sous forme de billes) (**7**). Entre les cristaux de mélilite, on observe de la magnétite sous forme de petits bâtonnets et/ou de losanges. Elle est parfois accompagnée de bâtonnets gris foncé (wollastonite ou apatites ?) (**8**).

Conclusion partielle :

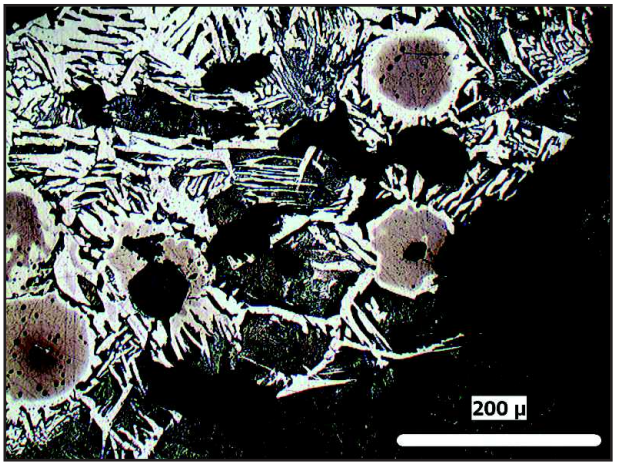
La section révèle un métal peu compact, comportant plusieurs cavités non déformées. Le métal est inclus dans une scorie dont le faciès minéralogique correspond à ce qui est connu par ailleurs pour la réduction du minerai oolithique aalénien. Le fragment est un déchet associé à la réduction de ce dernier.



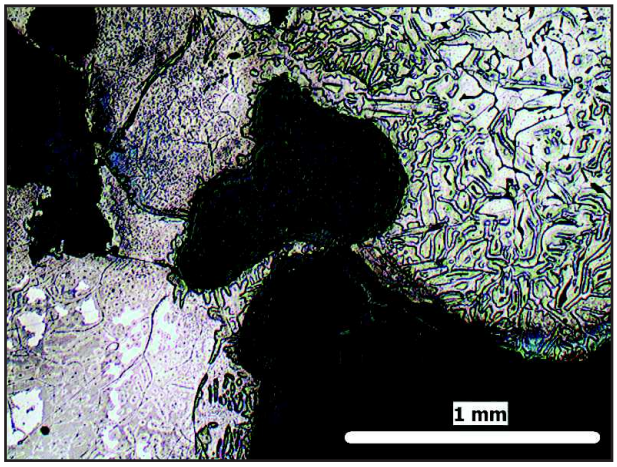
1



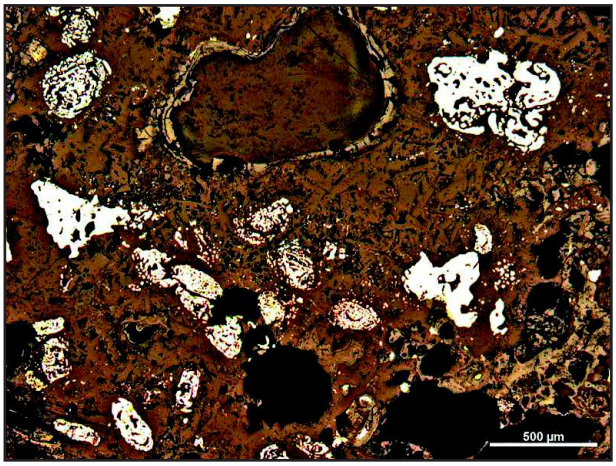
2



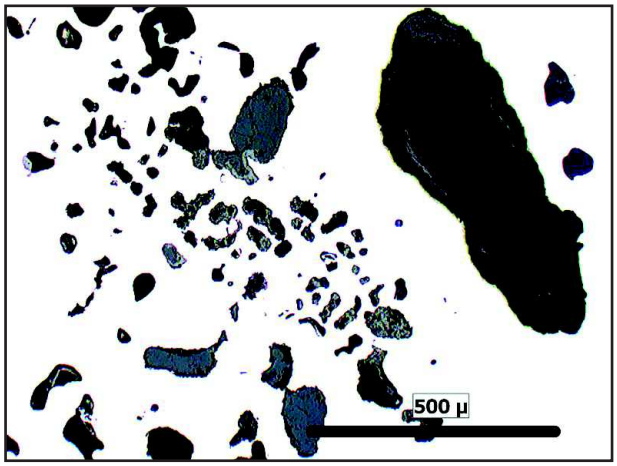
3



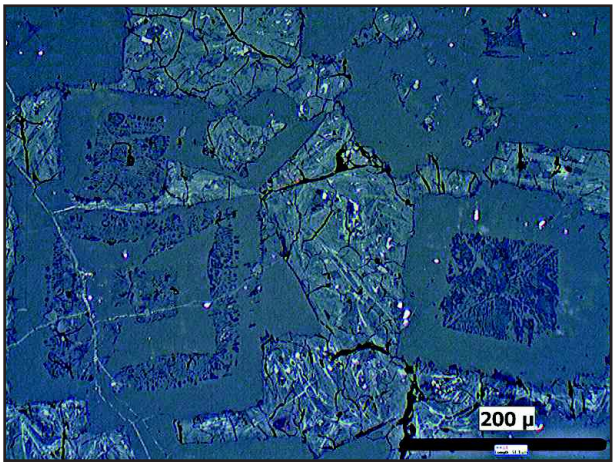
4



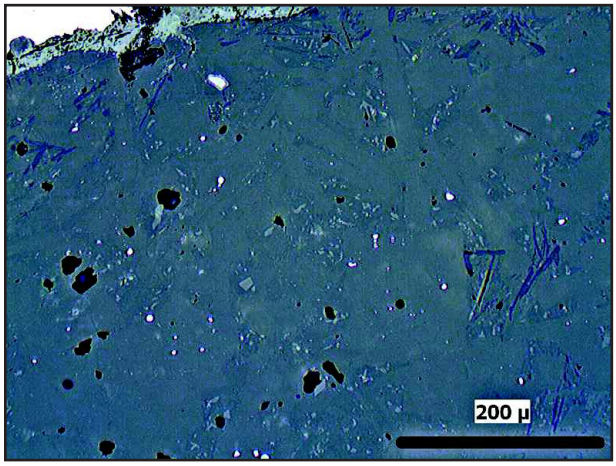
5



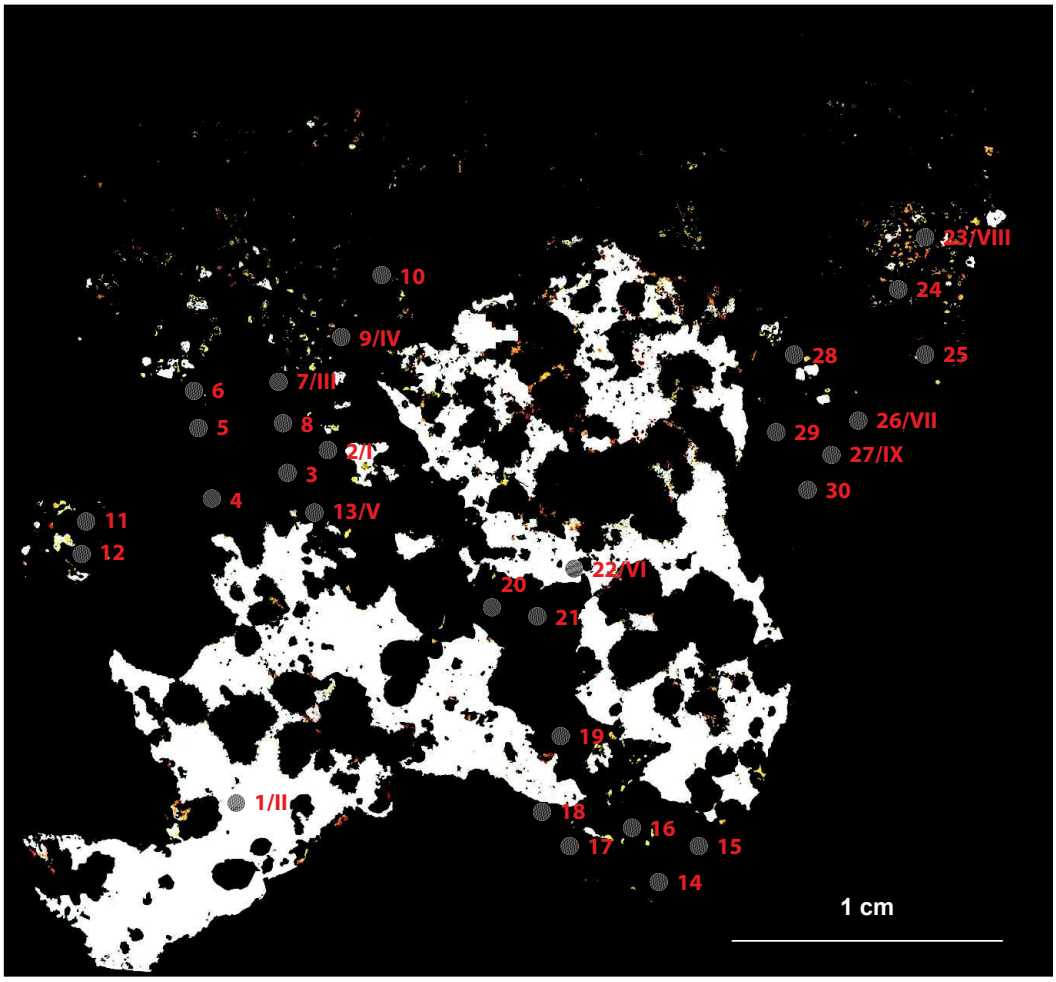
6



7

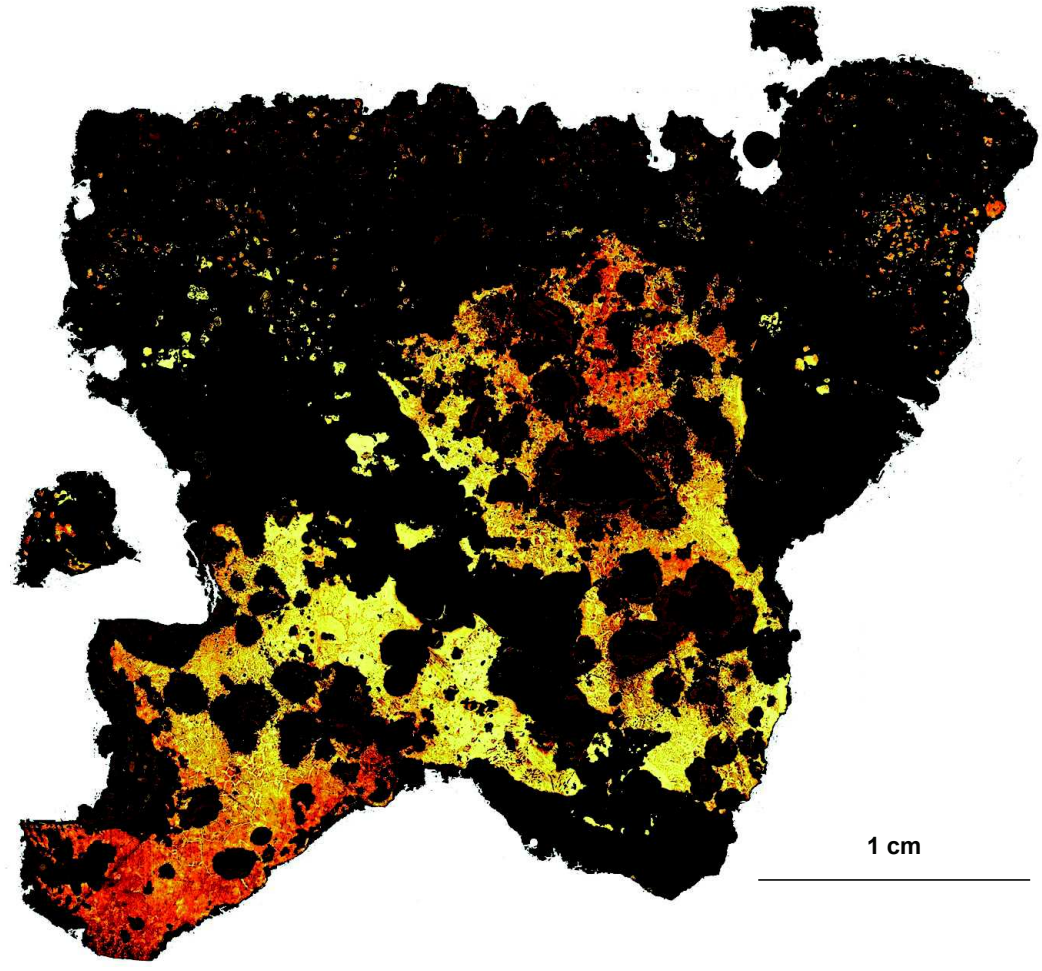


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-1471-F001

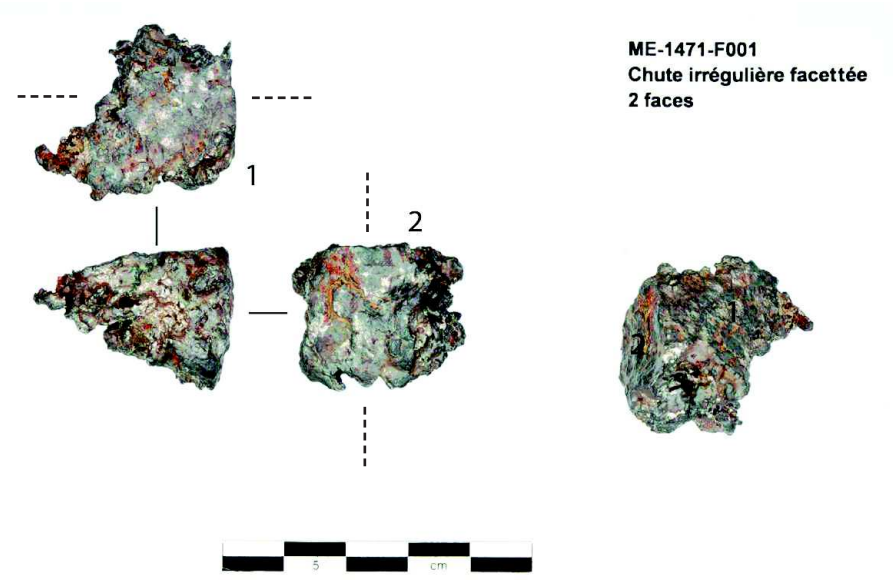
Catégorie : Chute facettée

Masse : 35 g
Longueur : 33 mm
Largeur : 22 mm
Epaisseur : 28 mm
Etape de la chaîne opératoire : Epuration

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : 0,054 %

Remarque(s) : Chute présentant deux faces planes



Description morphologique :

Bloc de fer présentant deux faces planes disposées à angle droit, qui s'opposent à une surface à reliefs hérissés. Les deux faces planes présentent un modelé légèrement irrégulier.

Structure du métal :

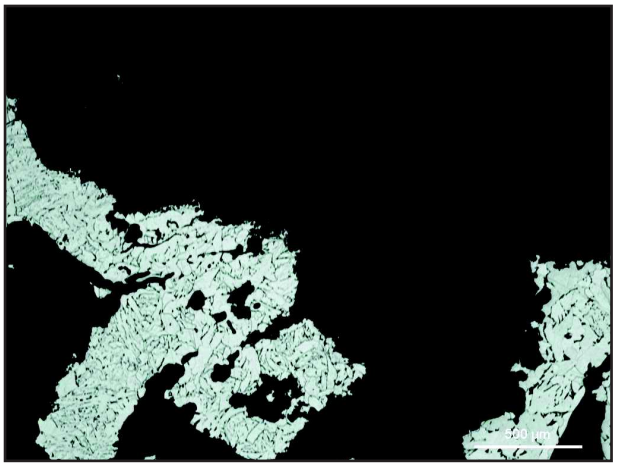
La structure du métal est globalement ferrito-perlitique (0,1% C), mais on observe localement de légères variations du degré de carburation de ce dernier. De manière générale, les zones proches des surfaces de martelage présentent un phénomène de recristallisation des grains de ferrite, alors que le cœur de l'échantillon présente une structure ferritique non équiaxe (cristaux en lattes) (Cliché **1**). Il est par ailleurs intéressant de noter que le métal présente une structure plus carburée au voisinage de la surface aux contours irréguliers (Cf. section *infra*). Une plage de métal eutectoïde est visible en périphérie du métal (**2**). L'échantillon présente un réseau important de fissurations et de porosités, dont l'organisation et la déformation apparente évoque un compactage en cours du métal.

Inclusions :

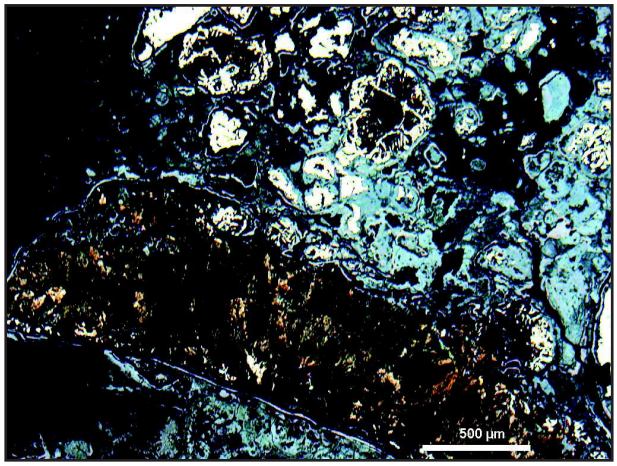
Le fragment de métal ne contient que peu de scorie piégée sous la forme d'inclusions. Ces dernières se situent majoritairement au voisinage des surfaces planes. Elles se présentent sous une forme allongée, et sont alignées (**3**). La longueur moyenne de ces inclusions est environ de 200-300 µm. Ces inclusions présentent toutes une structure amorphe (**4**). Quelques inclusions sont observables au coeur du métal, qui ne présentent pas de signe de déformation (**5**).
On remarque par ailleurs un fragment de scorie de réduction contenu dans une porosité importante de l'une des surfaces planes. Cette scorie présente de nombreux fantômes d'oolithes, se présentant comme des agglomérations de petites plages de métal, soit sous une forme filamenteuse, soit globulaire (**2**), dont l'organisation permet de restituer les oolithes ferrugineux constituant le minerai.

Conclusion partielle :

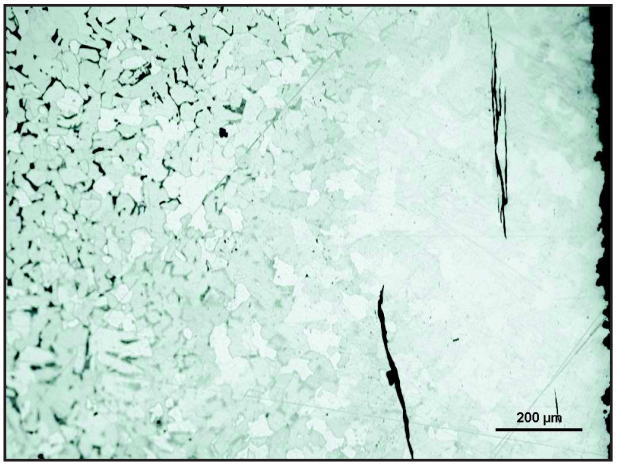
L'échantillon présente deux faces planes formant un angle à 90°, correspondant à des surfaces de frappe. Les autres faces, présentant une surface irrégulière, laissent à penser à une désolidarisation du morceau de métal lors de phases de compactage d'une masse brute de métal.



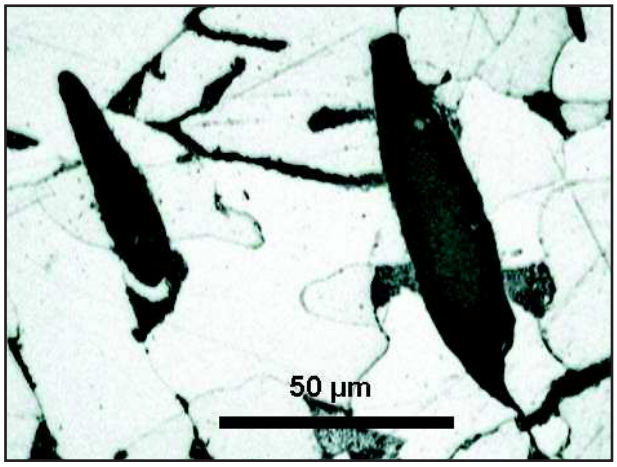
1



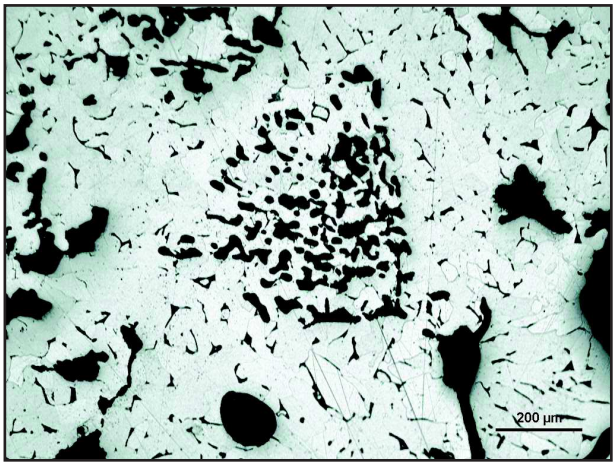
2



3



4

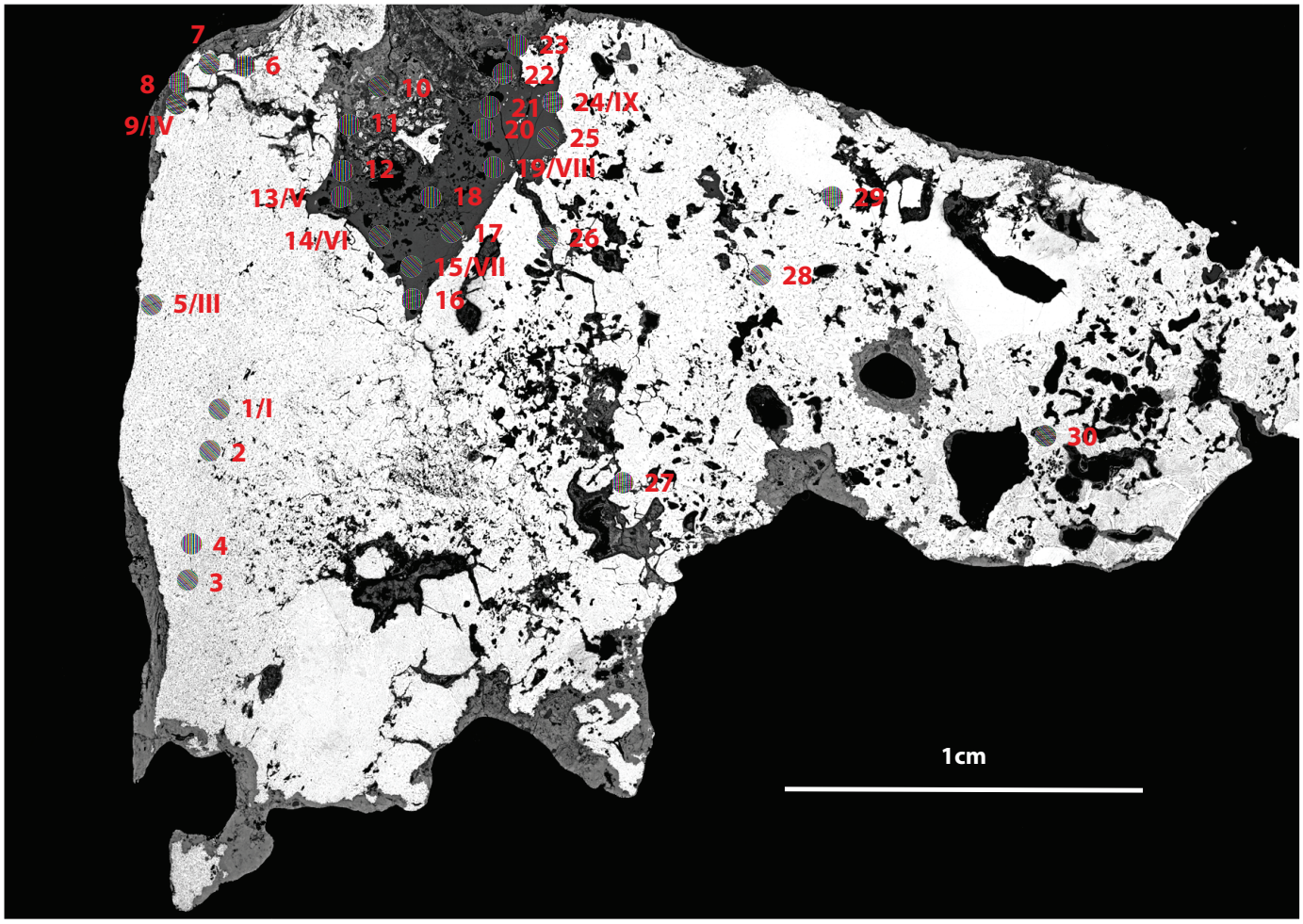


5

6

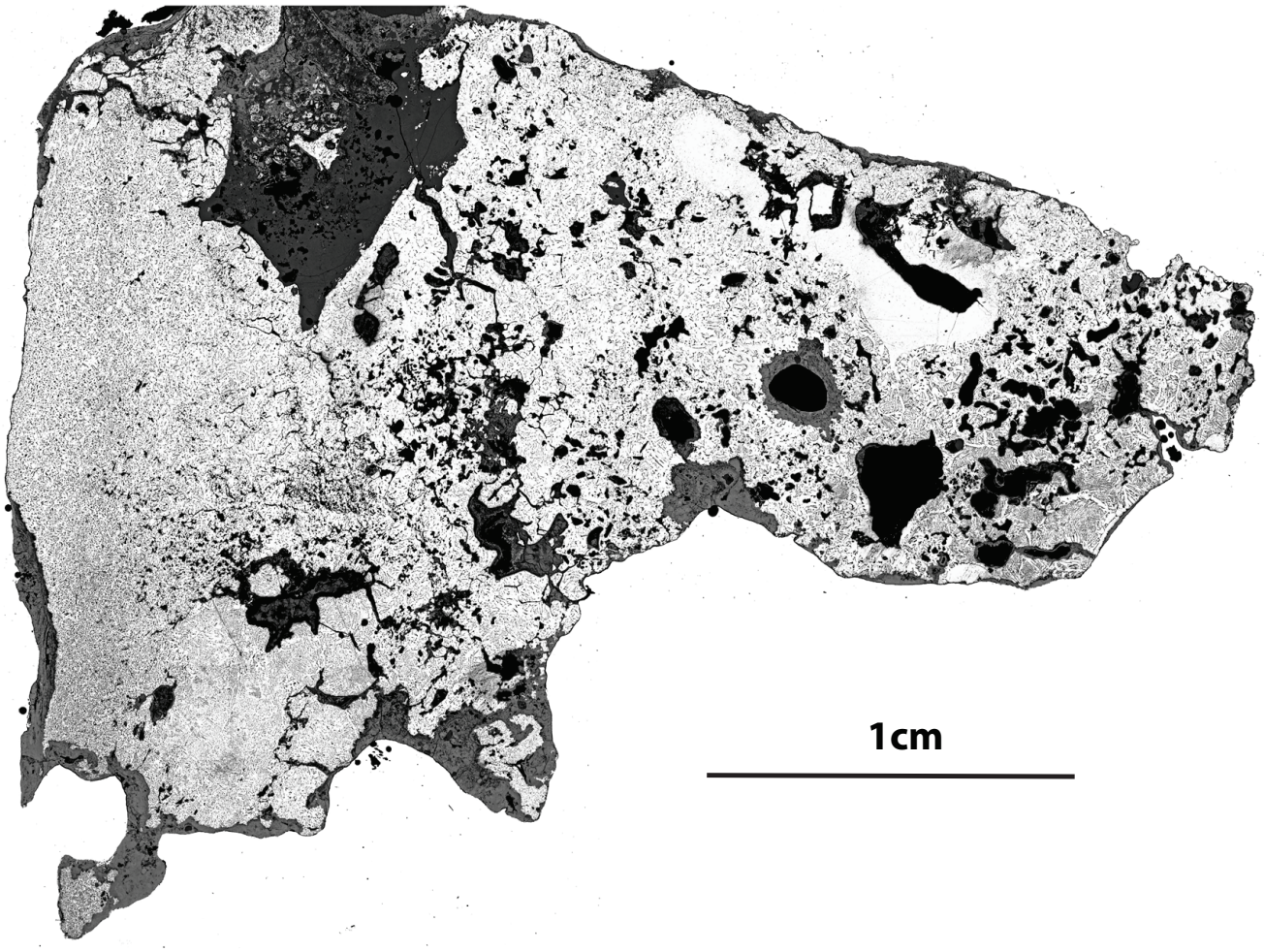
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-A4A5-F007

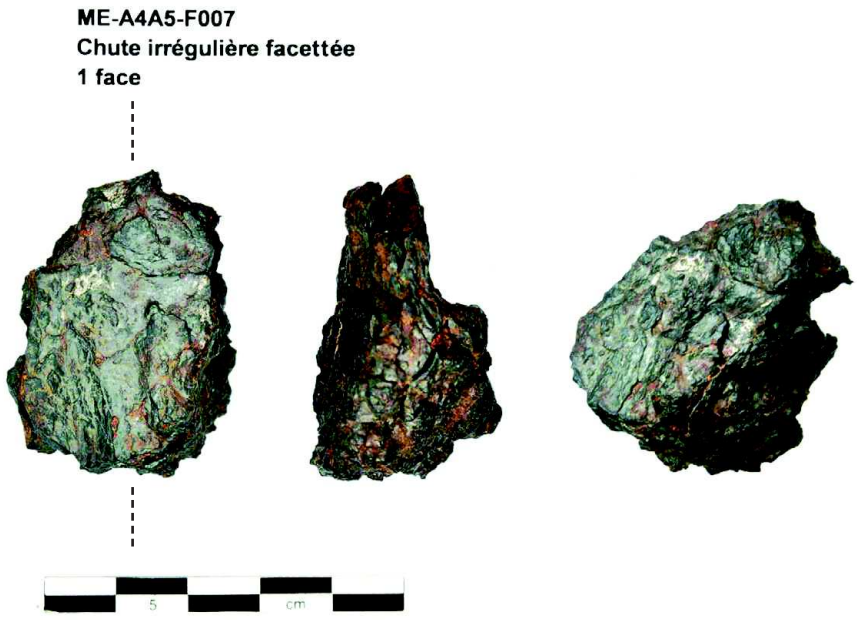
Catégorie : Chute facettée

Masse : 74,6 g
Longueur : 45 mm
Largeur : 38 mm
Epaisseur : 23 mm
Etape de la chaîne opératoire : Epuration

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : 0,15 %

Remarque(s) : Chute présentant une face plane



Description morphologique :

Bloc de fer pluricentimétrique, de forme grossièrement subcirculaire, mais à contours irrégulier; section grossièrement triangulaire avec trois faces longitudinales, dont deux forment presque à angle droit: l'une d'elle présente partiellement une surface plate bordée au raccord avec l'autre face par un bourrelet; les deux autres faces possèdent des reliefs lobés millimétriques à plurimillimétriques. Le plat et le bourrelet semblent être des indices de martelage.

Structure du métal :

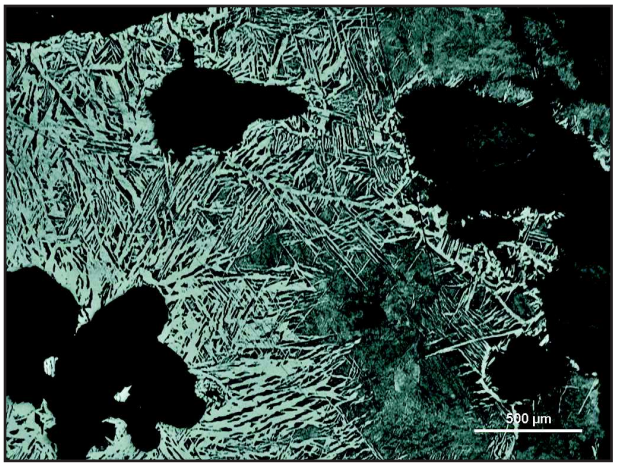
La structure du métal est globalement celle d'un acier hypoeutectoïde à 0,1% C, mais présentant toutefois une relative hétérogénéité. Une structure ferritique à grains equiaxes domine en de nombreux endroits, situés à la périphérie de la section. En trois endroits, une structure perlitique est observable (Cliché **1**).Deux de ces zones sont situées aux extrémités d'une porosité en cours de fermeture. La troisième est située à un autre angle de l'échantillon. Des grains de ferrite affectant une structure de Widmanstätten sont également visibles sur environ un quart de la surface de la section (**2**). Le métal présente des fissures certainement liées à un martelage (Cf. section *infra*).

Inclusions :

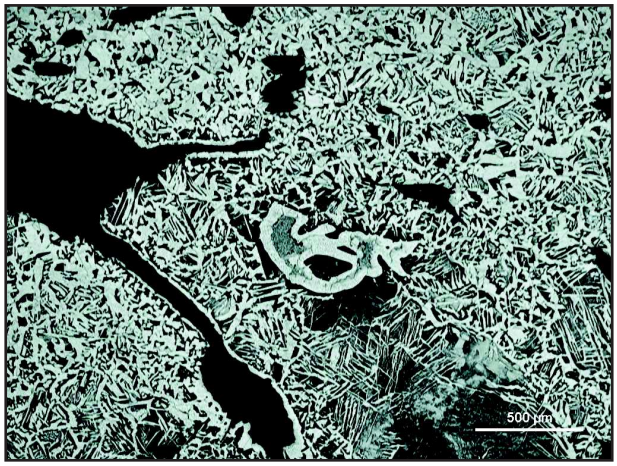
Le métal contient peu de scorie. Celle-ci est surtout située aux extrémités de la porosité évoquée plus tôt. La scorie incluse se présente sous une forme globulaire, et se répartit de manière homogène au sein du métal. Ces inclusions sont pour une part amorphes, mais certaines présentent une cristallisation en wüstite sous forme dendritique (**3**).

Conclusion partielle :

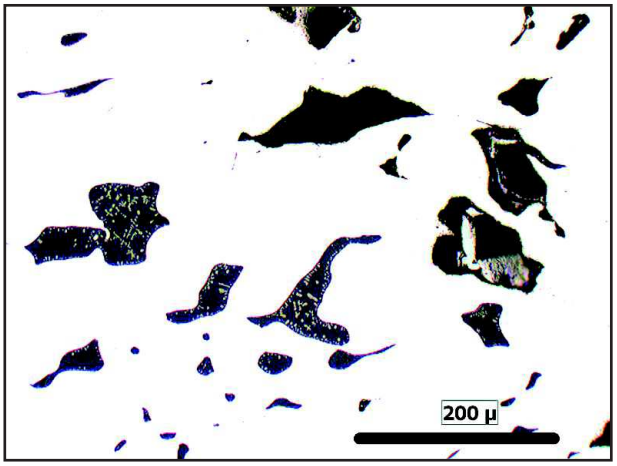
Le fragment présente deux faces formant un angle de près de 90°. L'une des faces présente une surface plane et lisse suggérant une surface de frappe ou de contact avec un billot ou une enclume. La compacité du métal, ainsi que le réseau de fissure laissent entendre que le fragment s'est détaché au cours du compactage d'une masse de métal plus importante.



1



2



3

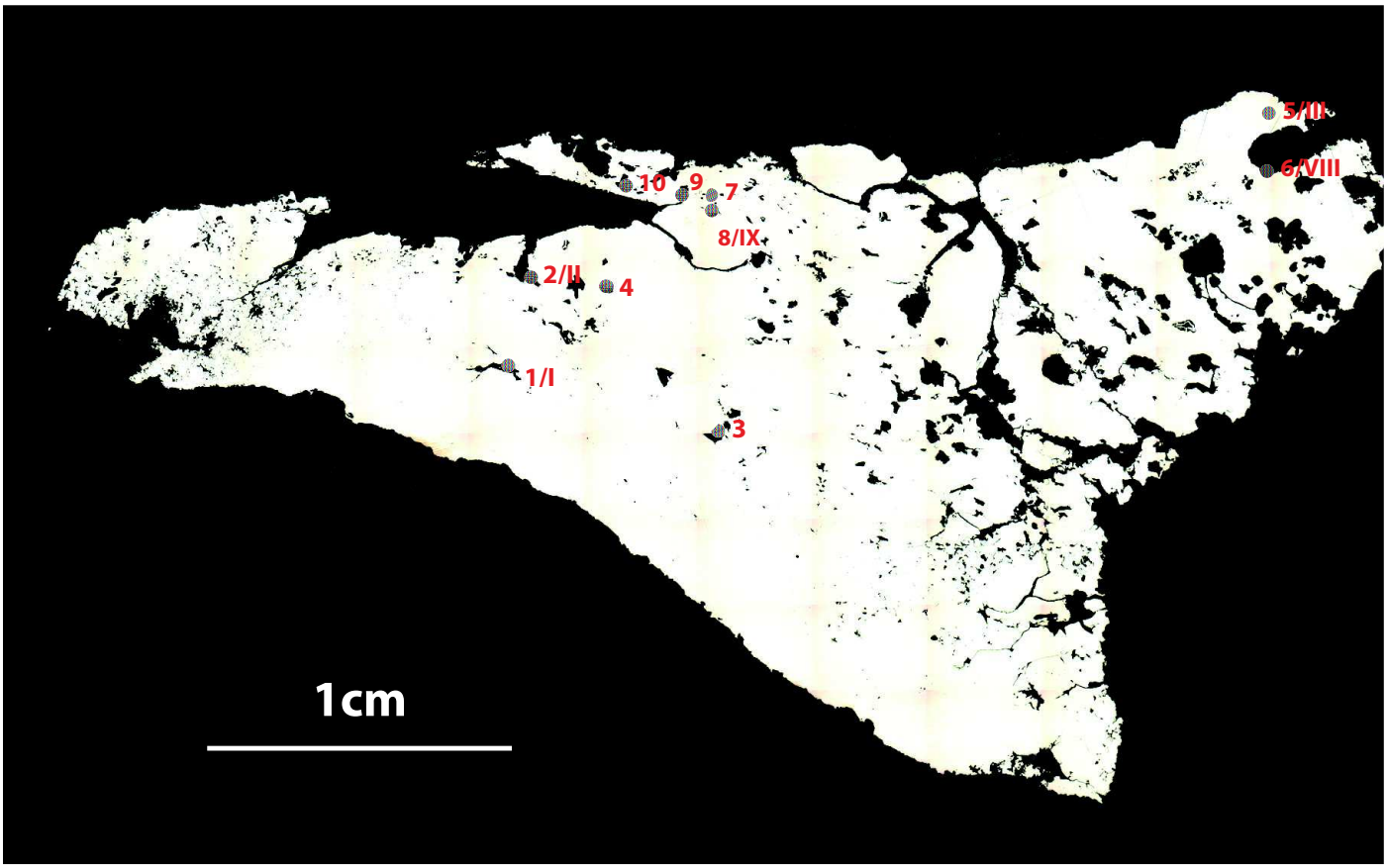
4

5

6

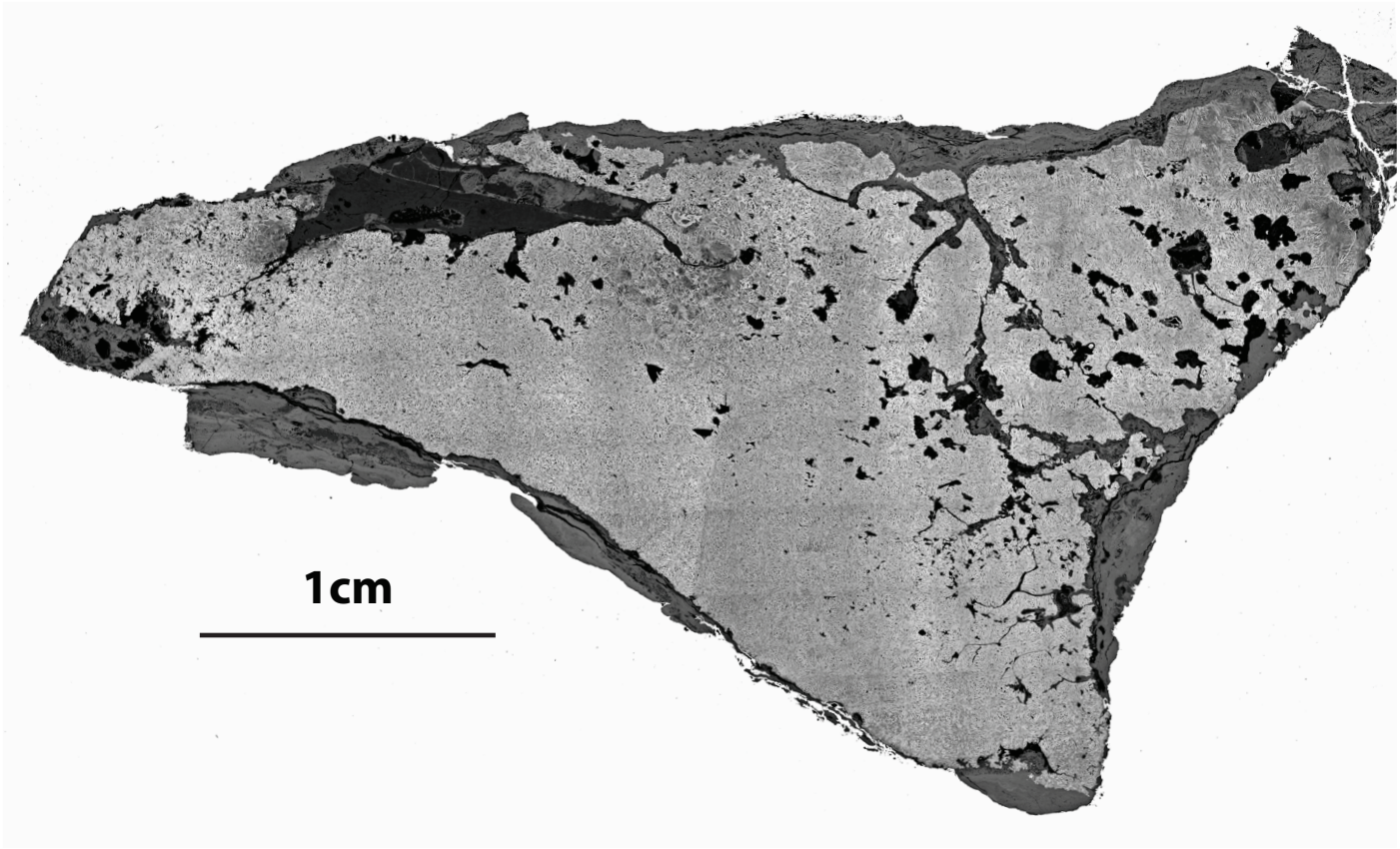
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-E2-F046

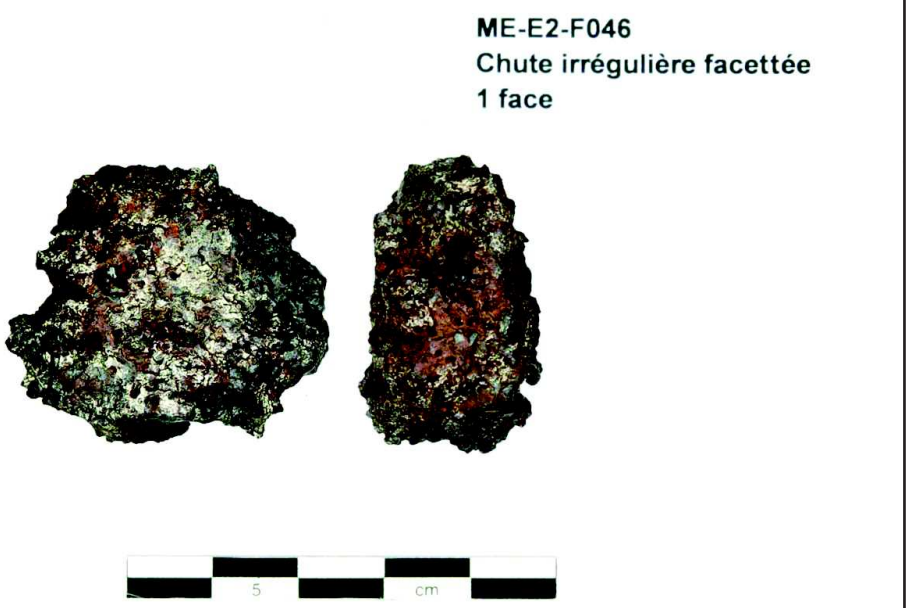
Catégorie : Chute facettée

Masse : 46,7 g
Longueur : 37 mm
Largeur : 36 mm
Epaisseur : 20 mm
Etape de la chaîne opératoire : Epuration

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : 0,707 %

Remarque(s) : Chute présentant une face plane



Description morphologique :

Bloc de fer pluricentimétrique de forme subcirculaire. De contours irréguliers, le fragment montre des surfaces avec petits reliefs lobés et proéminences pointues millimétriques; l'un des grandes faces présente en son centre un aspect plan évoquant un indice de martelage.

Structure du métal :

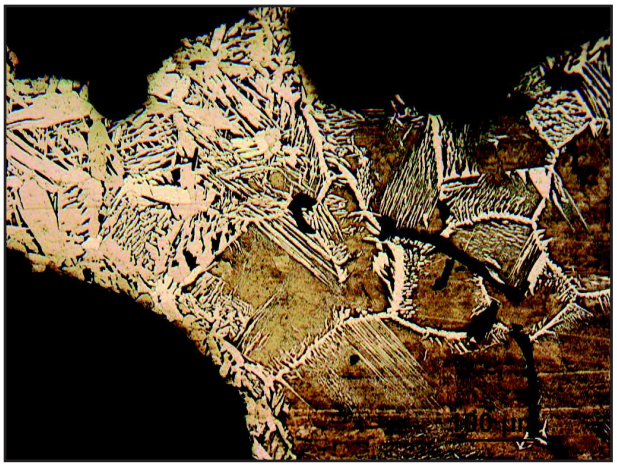
Le métal adopte une structure hypo- à hypereutectoïde (Cliché **1**). De nombreuses aiguilles fines de cémentite sont observables dans les zones les plus carburées (**2**). Les grains de ferrite de la matrice montrent, dans les zones les moins carburées, une structure en arêtes de poisson (**3**). Le métal en périphérie semble subir localement une décarburation, puisque des plages hypoeutectoïdes à 0,3 % C sont observables. Ces zones se trouvent soit en périphérie du fragment de métal, soit au niveau de porosités. La décarburation de ces zones tendrait à interpréter cette chute comme étant liée à une phase de travail en atmosphère oxydante (bas-foyer de forge ou d'épuration ?). Les porosités sont majoritairement à contours complexes et de dimensions infra millimétrique à millimétrique.

Inclusions :

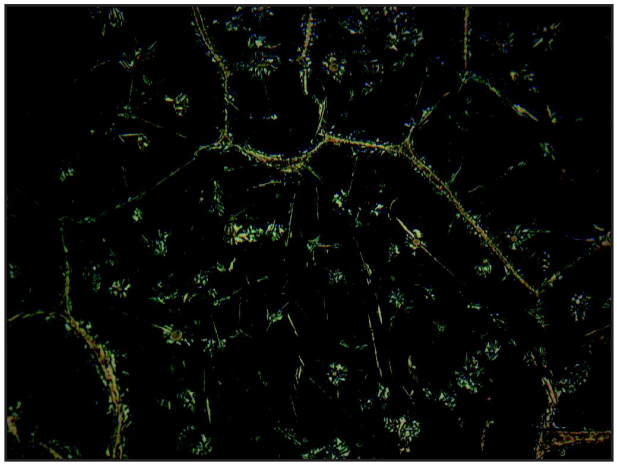
Une plage de scorie est observable sur la section. Elle se distingue par une quantité importante de wüstite, présente sous la forme de grosses dendrites ou de globules. Certains ensembles semblent dessiner la forme d'oolithes (**4**). Localement, ces dendrites ont une taille inférieure, ce qui laisse entrevoir une matrice cristallisée en lattes serrées, certainement d'olivines calciques. Quelques cristaux automorphes de couleur gris clair apparaissent également dans ce cas. Il pourrait s'agir de spinelles type hercynite (**5**). Par ailleurs, la scorie n'est pas à proprement parler présente dans l'échantillon sous forme d'inclusions, mais plutôt de scorie résiduelles adhérant aux parois des porosités. Dans ce cas, la scorie de présente pas de cristallisation visible, mais plutôt un faciès amorphe.

Conclusion partielle :

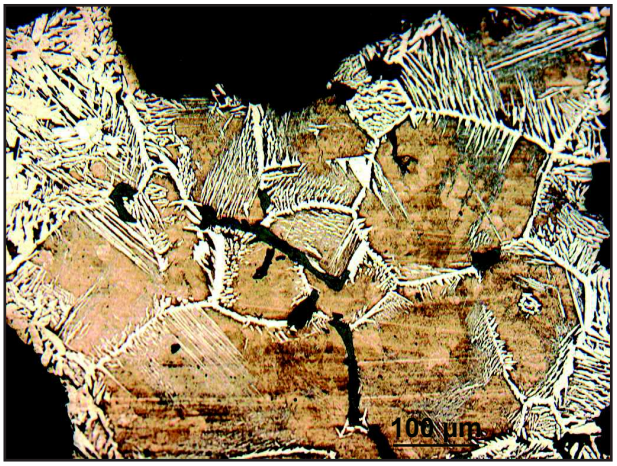
La morphologie du fragment de métal suggère un premier travail de compactage d'une masse de métal plus importante, de laquelle le fragment se serait désolidarisé. La carburation très importante du métal permet de supposer qu'il s'agit d'un fragment périphérique à la masse principalen chuté dès le début des opérations de post-réduction.



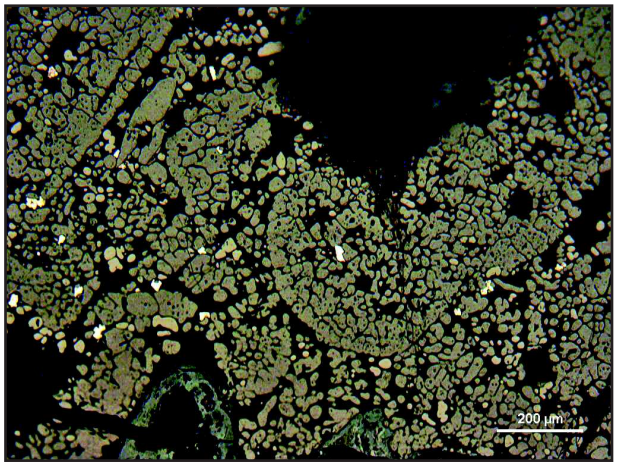
1



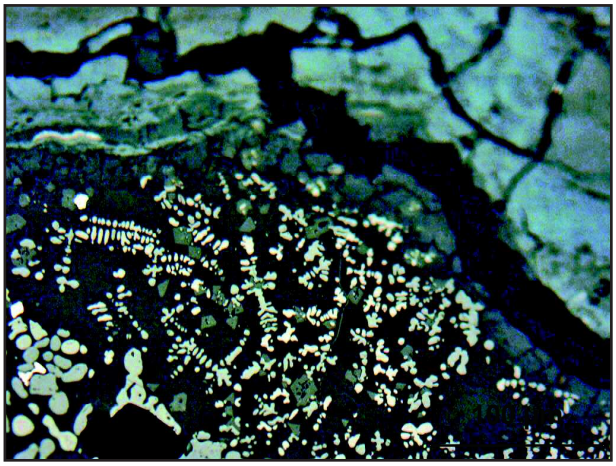
2



3



4

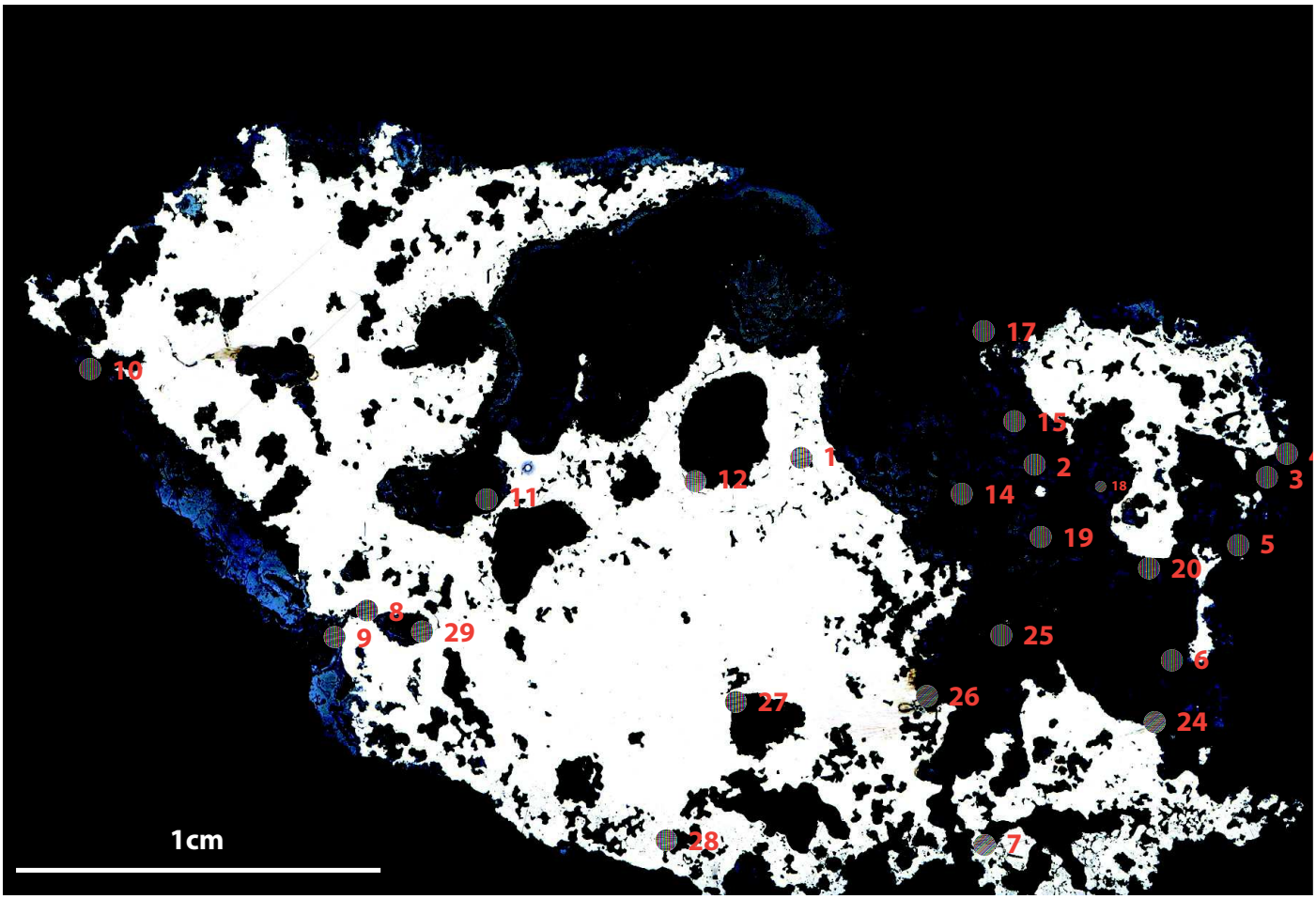


5

6

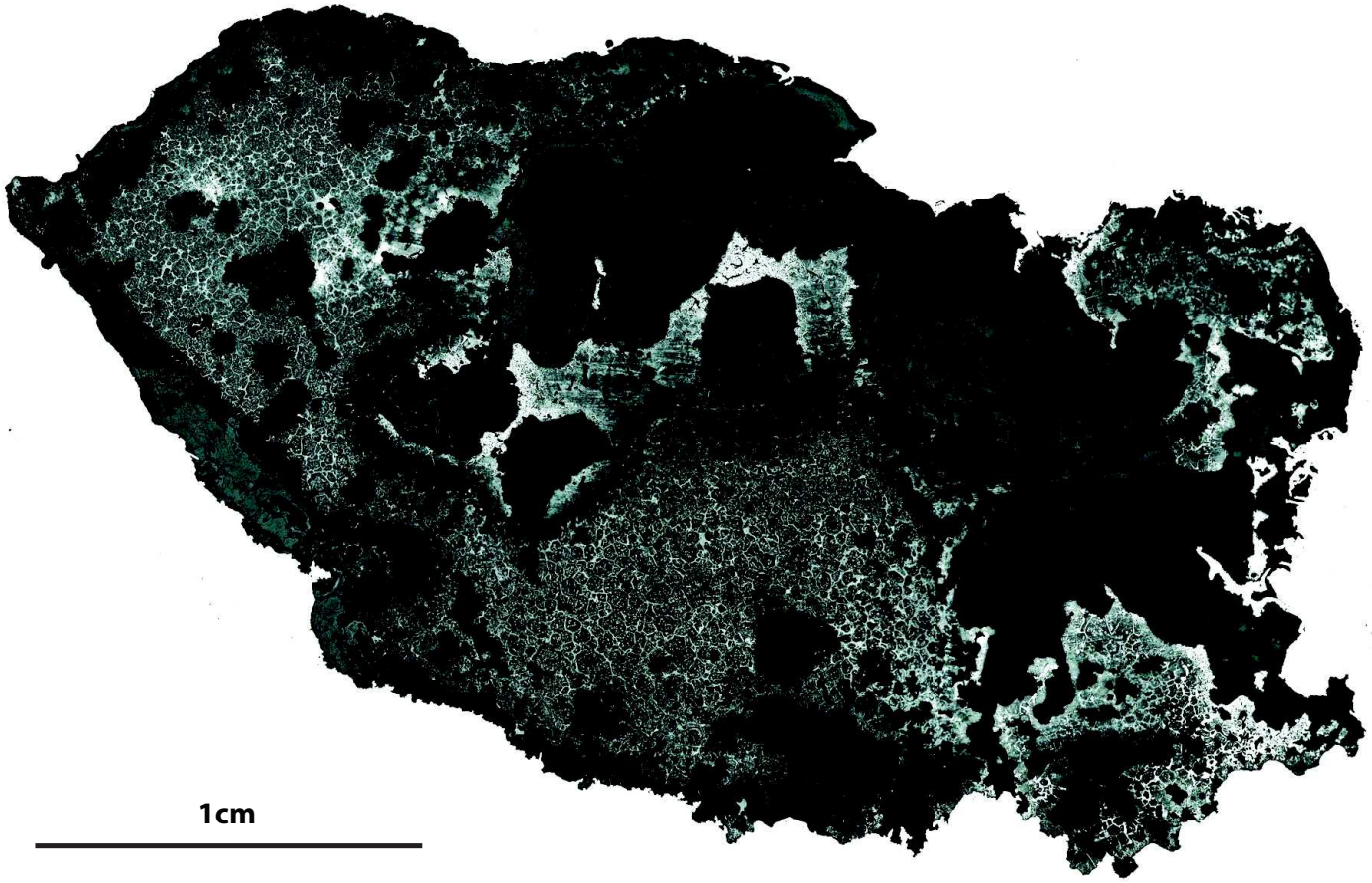
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-E2-F052

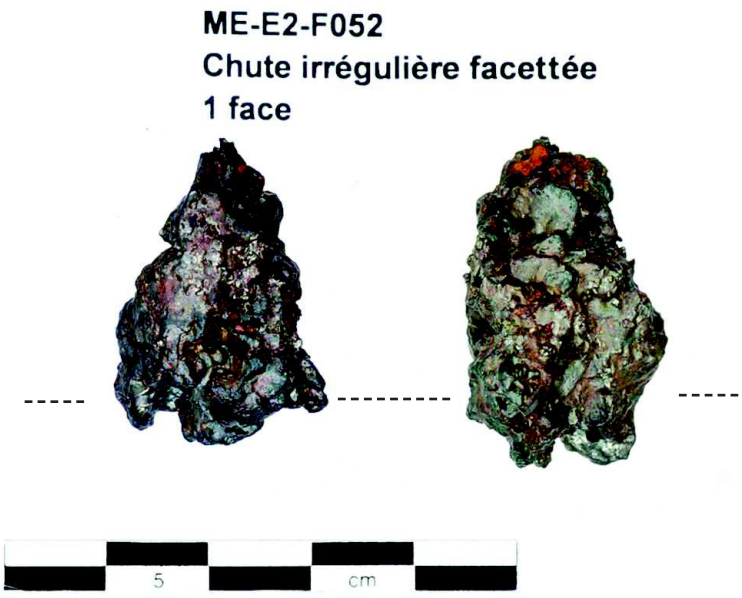
Catégorie : Chute facettée

Masse : 16,4 g
Longueur : 33 mm
Largeur : 19 mm
Epaisseur : 16 mm
Etape de la chaîne opératoire : Epuration

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : 0.779 %

Remarque(s) : Chute présentant une face plane



Description morphologique :

Bloc de fer cm de forme irrégulière, avec des surfaces à reliefs millimétriques faiblement lobés ou en proéminences pointues et des cavités millimétriques. L'une des faces présente un aspect plan comme si les reliefs avaient été écrasés, mais les creux non déformés.

Structure du métal :

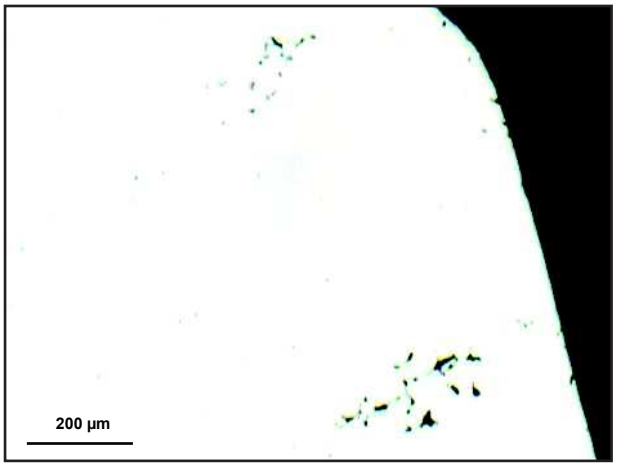
Le métal, compact, contient quelques porosités à contours arrondis et de dimensions infra millimétrique à millimétrique. Aucune fissure n'est observable. Plusieurs zones contiennent également des groupes de microporosités à contours complexes (Cliché **1**). La structure est très majoritairement eutectoïde (**2**). Seule une zone ferrito-perlitique est observable en périphérie de la section réalisée (minimum 0,2 % C) (**3**).

Inclusions :

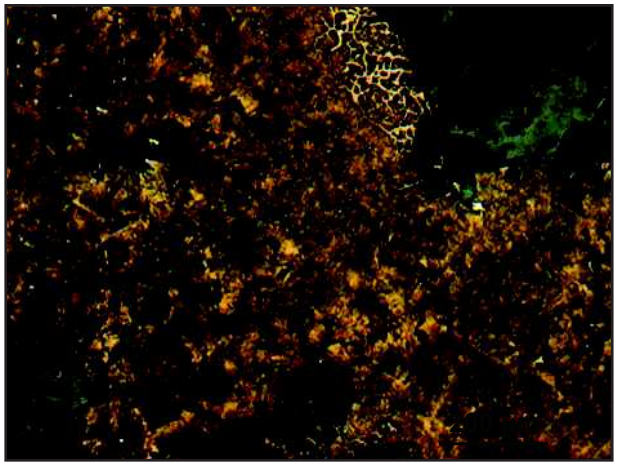
Le métal contient très peu d'inclusions. Quelques plages de scorie sont observables en périphérie ou en remplissage partiel de porosités. La matrice de la scorie est finement cristallisée, il n'est pas possible de distinguer les cristaux au microscope.

Conclusion partielle :

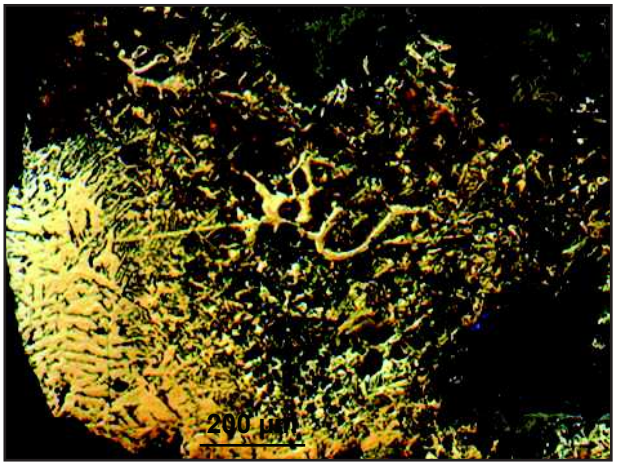
La morphologie du fragment de métal suggère un premier travail de compactage d'une masse de métal plus importante, de laquelle le fragment se serait désolidarisé. La carburation très importante du métal permet de supposer qu'il s'agit d'un fragment périphérique à la masse principalen chuté dès le début des opérations de post-réduction.



1



2



3

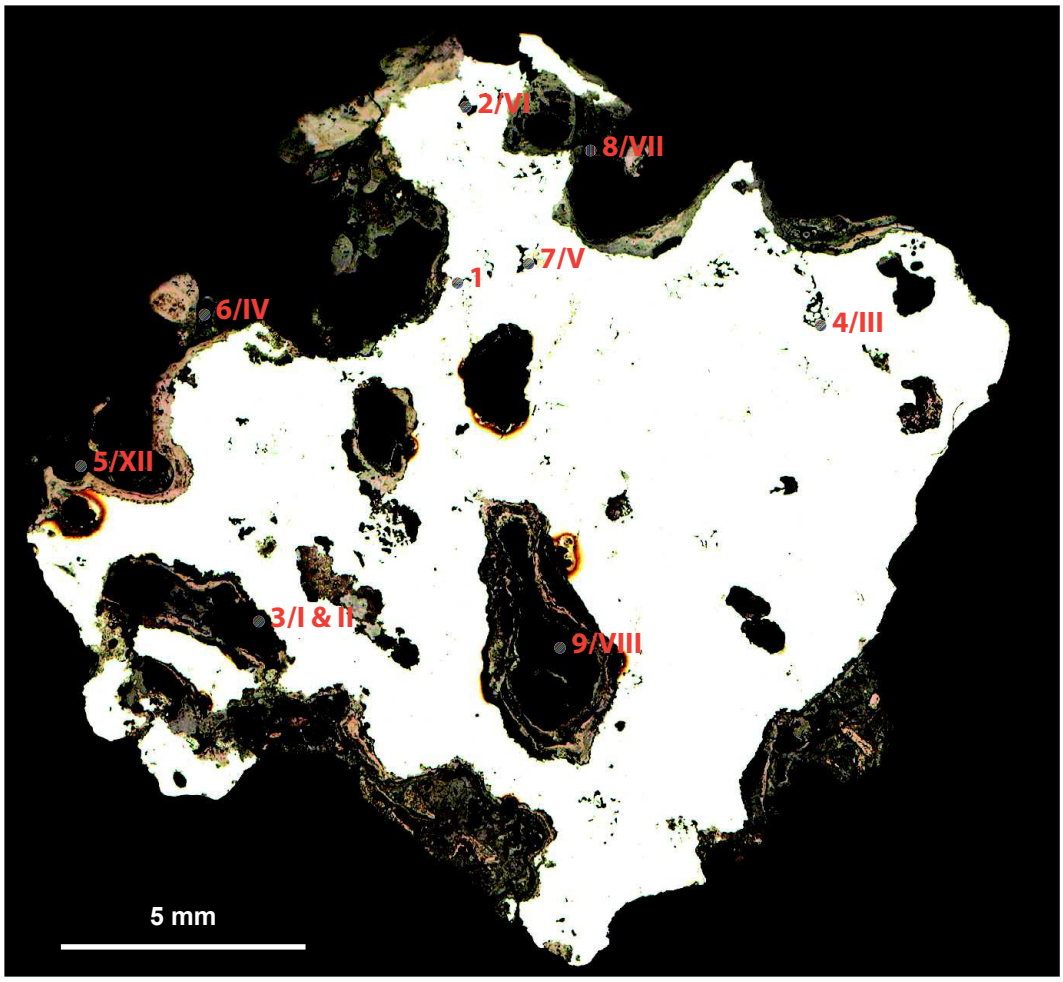
4

5

6

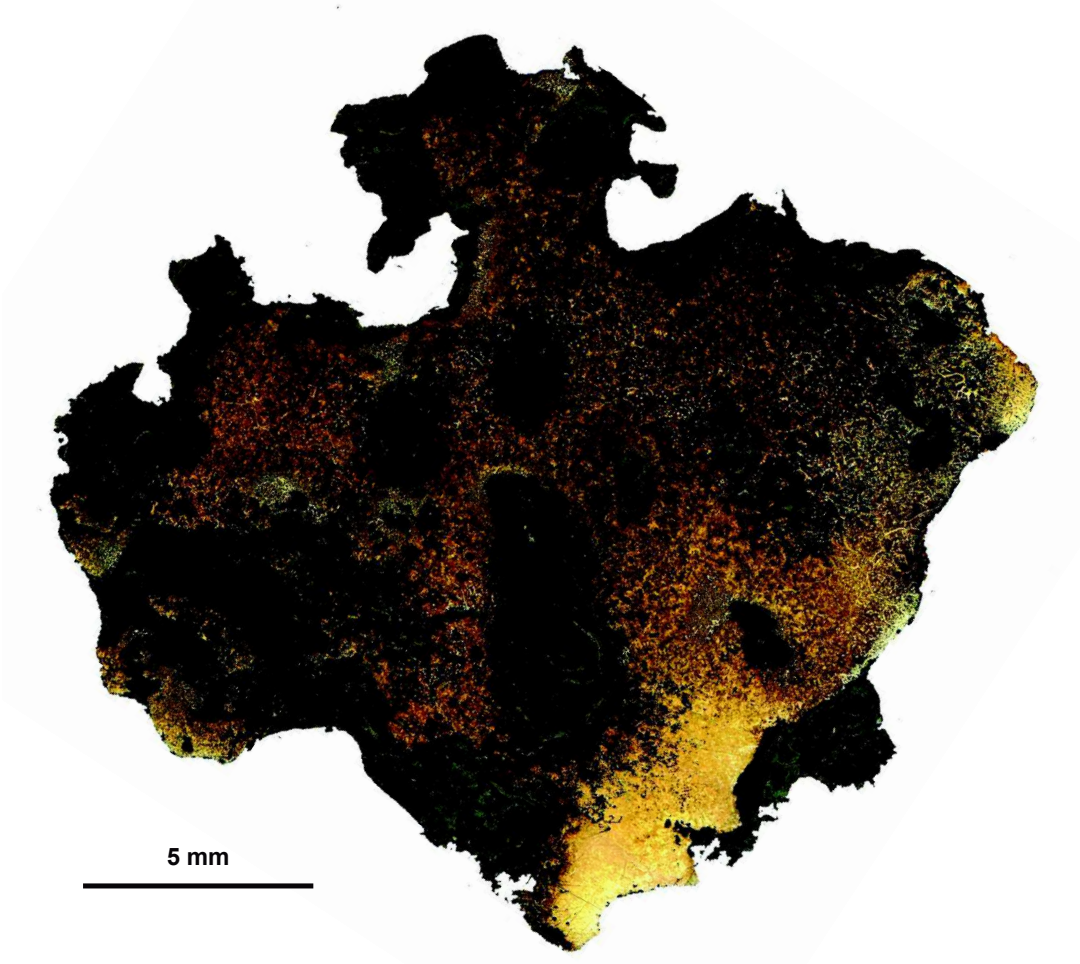
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-E2-F072

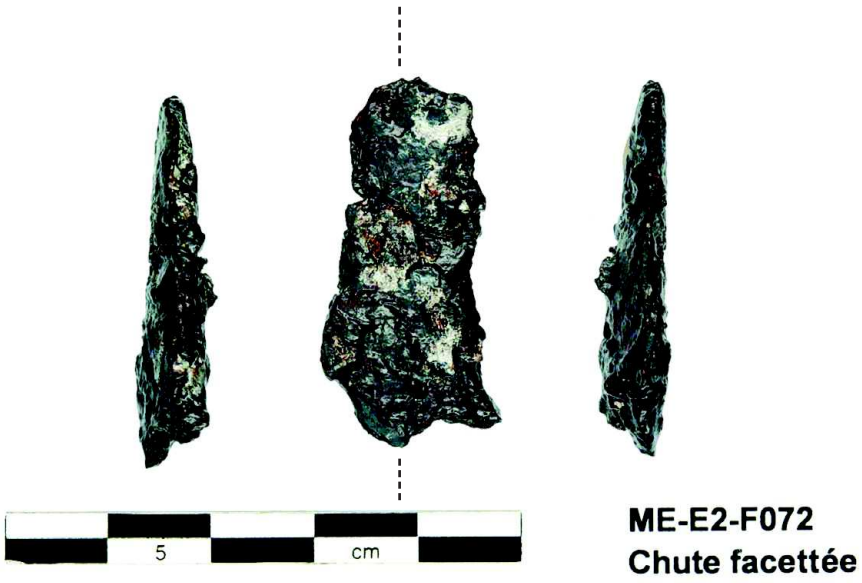
Catégorie : Chute facettée

Masse : 7,1 g
Longueur : 45 mm
Largeur : de 12 à 13 mm
Epaisseur : de 6 à 7 mm
Etape de la chaîne opératoire : Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 3,4 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,124 %

Remarque(s) : Ecaille de fer



Description morphologique :

Petit morceau de fer allongé et étroit, peu épais, à l'aspect d'une tôle, mais aux surfaces de modelé irrégulier constituées d'ondulations mamelonnées. Les deux côtés longitudinaux, ainsi l'une des extrémités, légèrement arrondie, semblent complètes. L'autre extrémité, plus large et aux contours plus irréguliers, parait brisée. Evoque une écaille détachée de la surface d'un morceau de fer. Toutefois aucune surface n'est strictement plane.

Structure du métal :

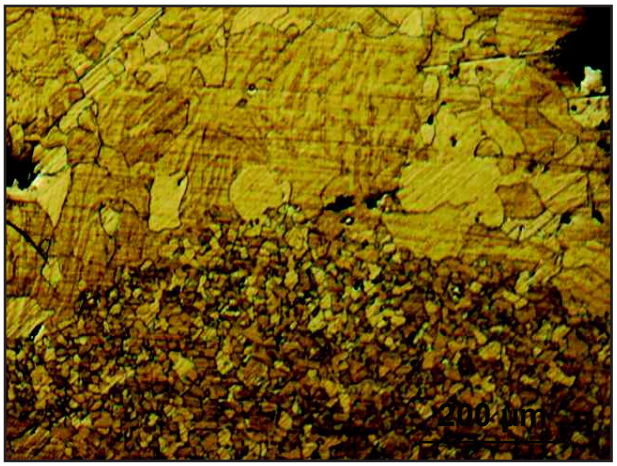
Le métal est globalement compact. Quelques fissures le parcourent. Quelques porosités millimétriques sont observables. Le centre de la section est affecté par un important phénomène de corrosion. La structure du métal est majoritairement ferritique. Les grains, equiaxes, sont de taille très variable. De plusieurs centaines de microns pour les grains au centre de la section, les dimensions diminuent jusqu'à une dizaine de microns pour une zone située à l'une des extrémités (Cliché **1**). La seconde extrémité présente quant à elle une structure hypoeutectoïde, variant de 0,3 à 0,6% C (**2**). Des marbures sont observables au sein de la structure ferritique (**3**).

Inclusions :

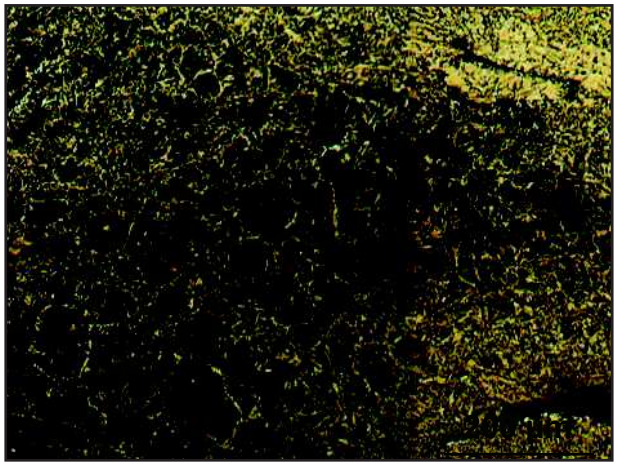
De la scorie adhère à la surface du fragment de métal. Elle présente une cristallisation en wüstite assez importante, sous la forme de globules, de grosses dendrites et d'un réseau de fines dendrites (**4**). Des cristaux de couleur gris sombre sont visibles en négatif au sein de ce réseau (**5**). Le métal présente une propreté inclusionnaire moyenne. Des inclusions de scorie de taille importante sont visibles. Leur cristallisation est différente de la scorie externe. Les inclusions présentent une matrice vitreuse dans laquelle se trouvent des dendrites de wüstite de taille moyenne, mais relativement peu développées. Des grains equiaxes de forme polygonale et de couleur gris clair sont également présents, certainement des spinelles de type hercynite (**6**). Il est à noter également une constellation d'inclusions pulvérisées dont les contours évoquent bien la forme d'une seule et même parcelle de scorie au sein de laquelle se sont développés des filaments de métal (**7**). Leur structure est vitreuse. Une partie des inclusions dans la zone la moins travaillée présentent une corrosion à chaud (**8**).

Conclusion partielle :

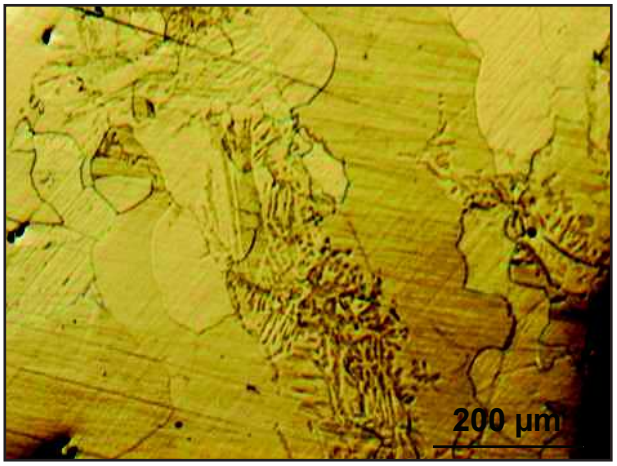
Le fragment de métal, relativement fin, montre deux faces principales aux surfaces irrégulières. Il semble que ce fragment soit une écaille de métal détachée d'une masse en cours de mise en forme.



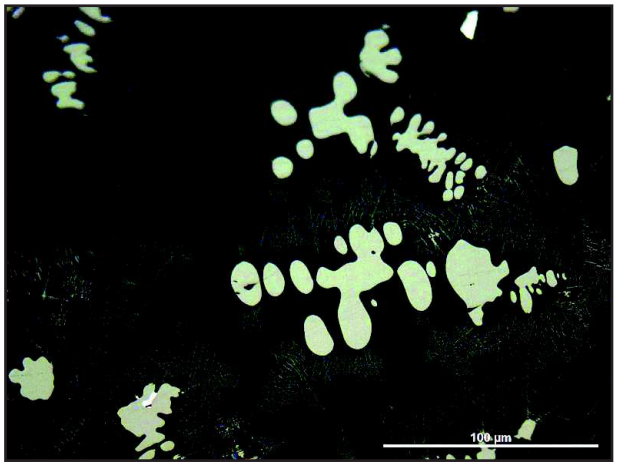
1



2

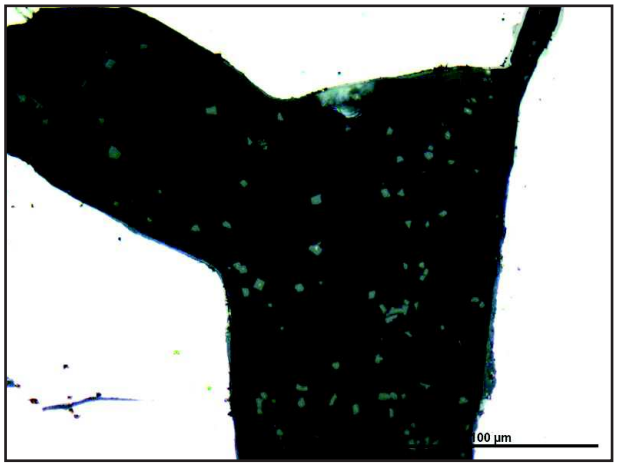


3



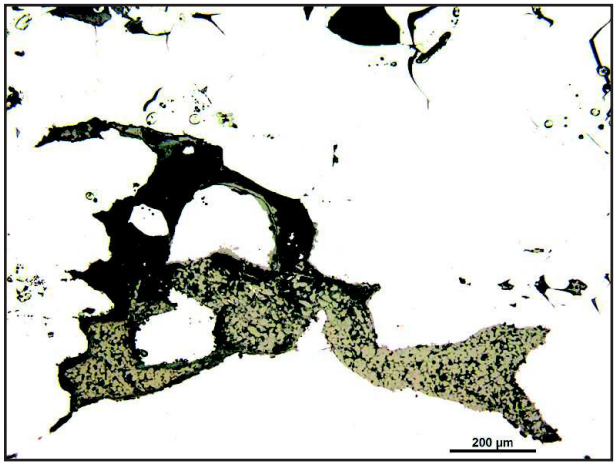
4

5

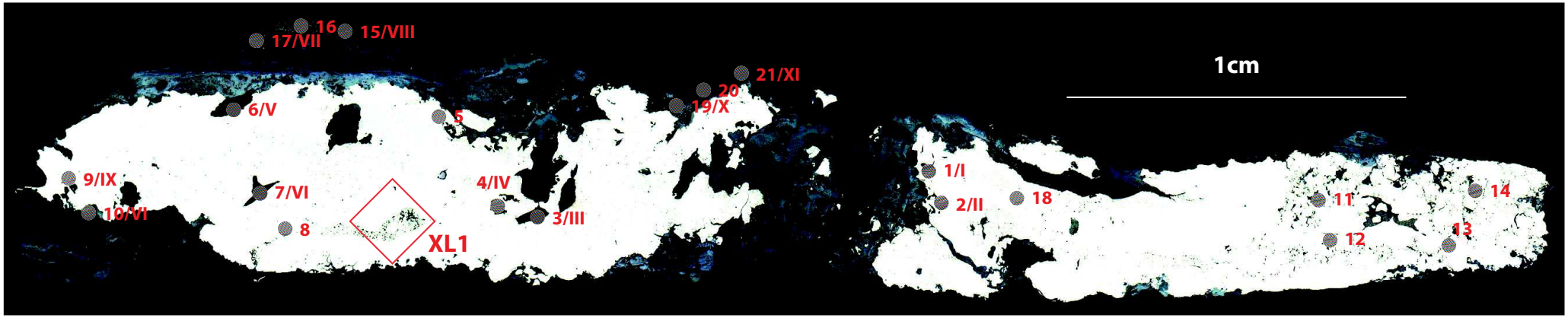


6

7

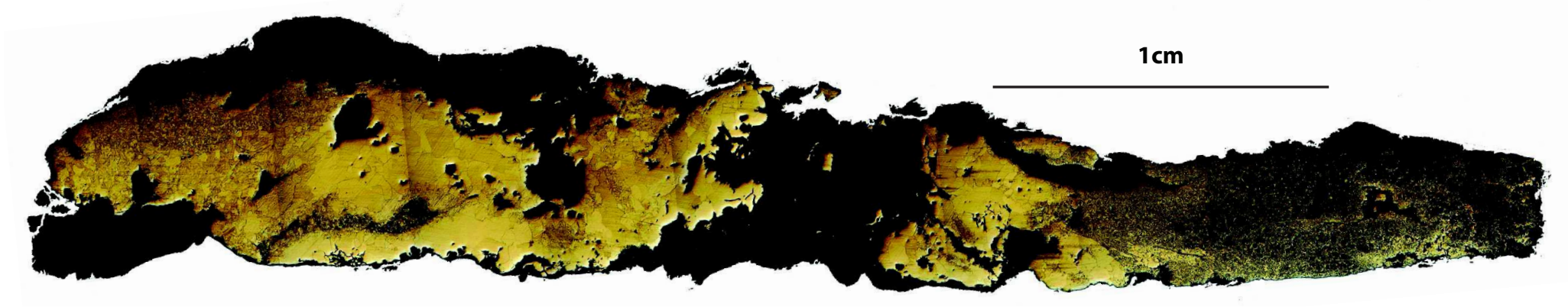


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-HS-F003

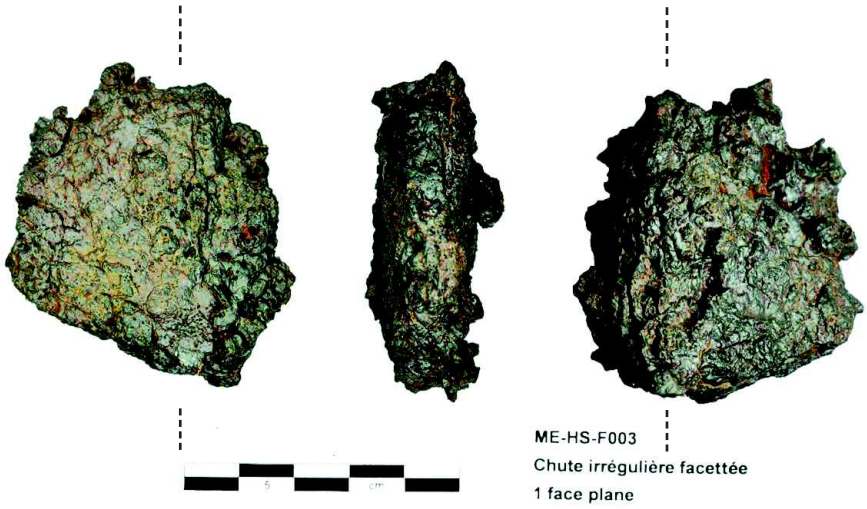
Catégorie : Chute facettée

Masse : 110,5 g
Longueur : 51 mm
Largeur : 54 mm
Epaisseur : 18 mm
Etape de la chaîne opératoire : Mise en forme

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : 0,187 %

Remarque(s) :



Description morphologique :

Il s'agit d'un bloc de fer peu épais, de plan subcirculaire. Il présente un bord rectiligne, le reste du contour étant courbe et plus irrégulier. Les deux grandes surfaces sont relativement planes mais avec des reliefs de petites protubérances de taille millimétrique. L'une des grandes faces a un modelé légèrement convexe. Les faibles reliefs pourraient évoquer une surface de pose.

Structure du métal :

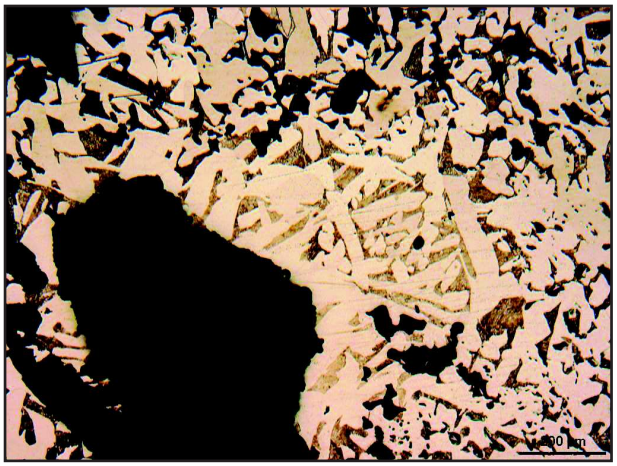
Le métal est relativement compact, mais comporte plusieurs porosités, dont les dimensions des plus importantes présentent des dimensions de l'ordre de quelques centaines de microns. Aucune fissure n'est visible. La corrosion affecte par ailleurs fortement le métal.
La structure dominante est celle d'un acier hypoeutectoïde (Clichés **1** et **2**), couvrant environ deux tiers de la surface observée. Le reste du métal présente une structure ferritique à grains équiaxes.

Inclusions :

Le métal comporte peu d'inclusions de scorie. De nombreuses plages de scorie sont toutefois observables à la périphérie, ainsi qu'à une extrémité de l'échantillon.
La scorie adhérente contient de la wüstite, en quantités relativement importantes, et sous la forme de dendrites. Les inclusions en contiennent moins et montrent une matrice dont on ne distingue pas la cristallisation. De petits cristaux en bâtonnets sont visibles dans cette matrice ainsi qu'aux extrémités des dendrites de wüstite (**3** à **5**).

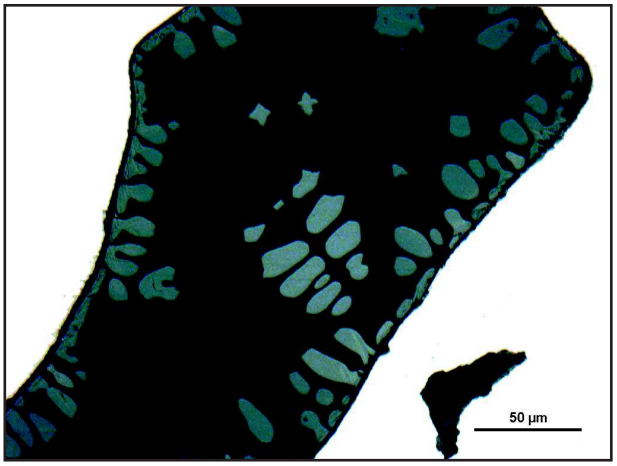
Conclusion partielle :

Le fragment de métal présente un faciès relativement brut. Le métal comportent un nombre important de cavités, et de grandes plages de scories adhèrent encore sur ses surfaces, par ailleurs planes. Cette régularité laisse supposer que le fragment a subi un martelage peu poussé. Il s'agit ici d'un simple écrasement.

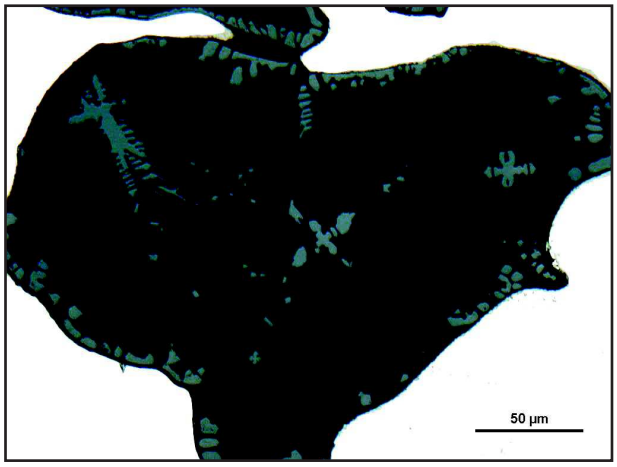


1

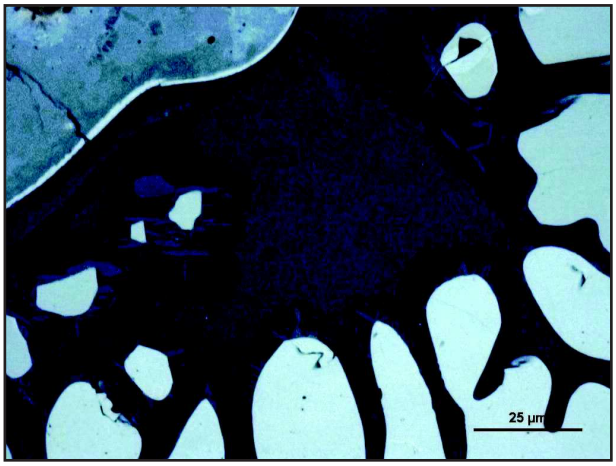
2



3



4

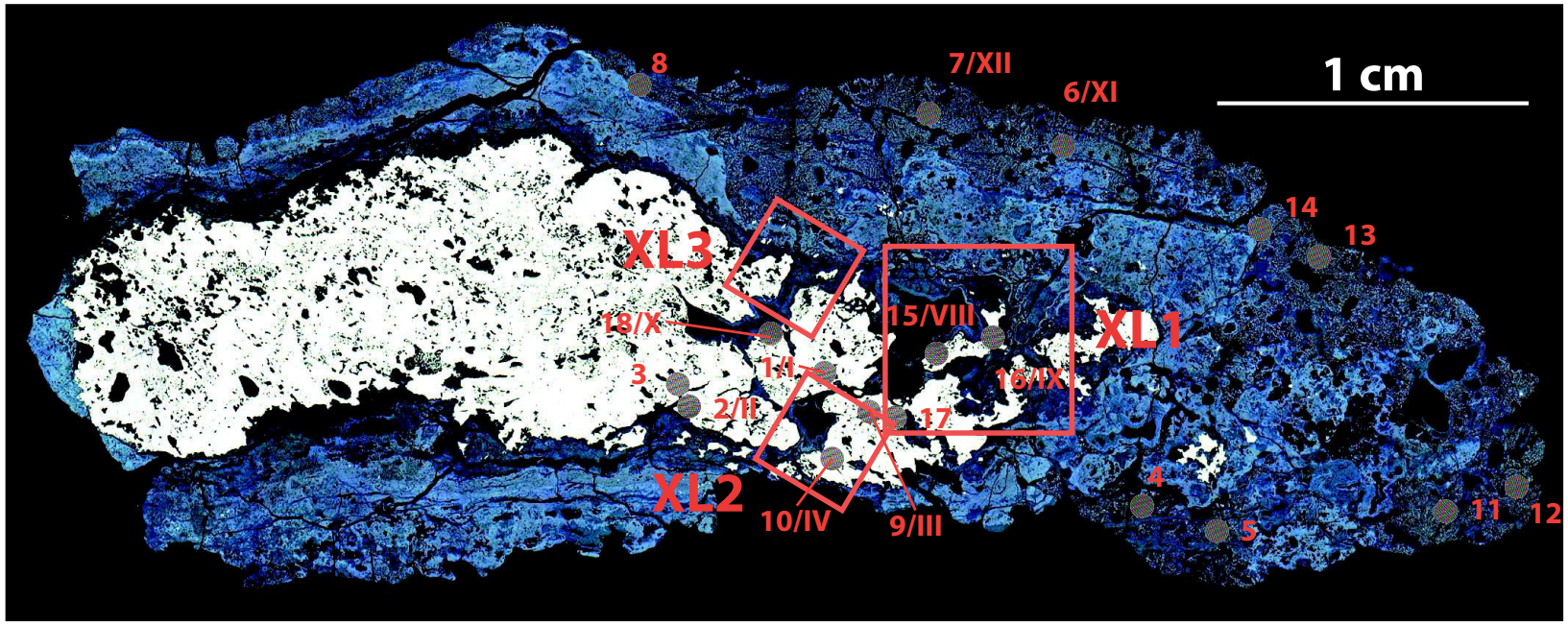


5

6

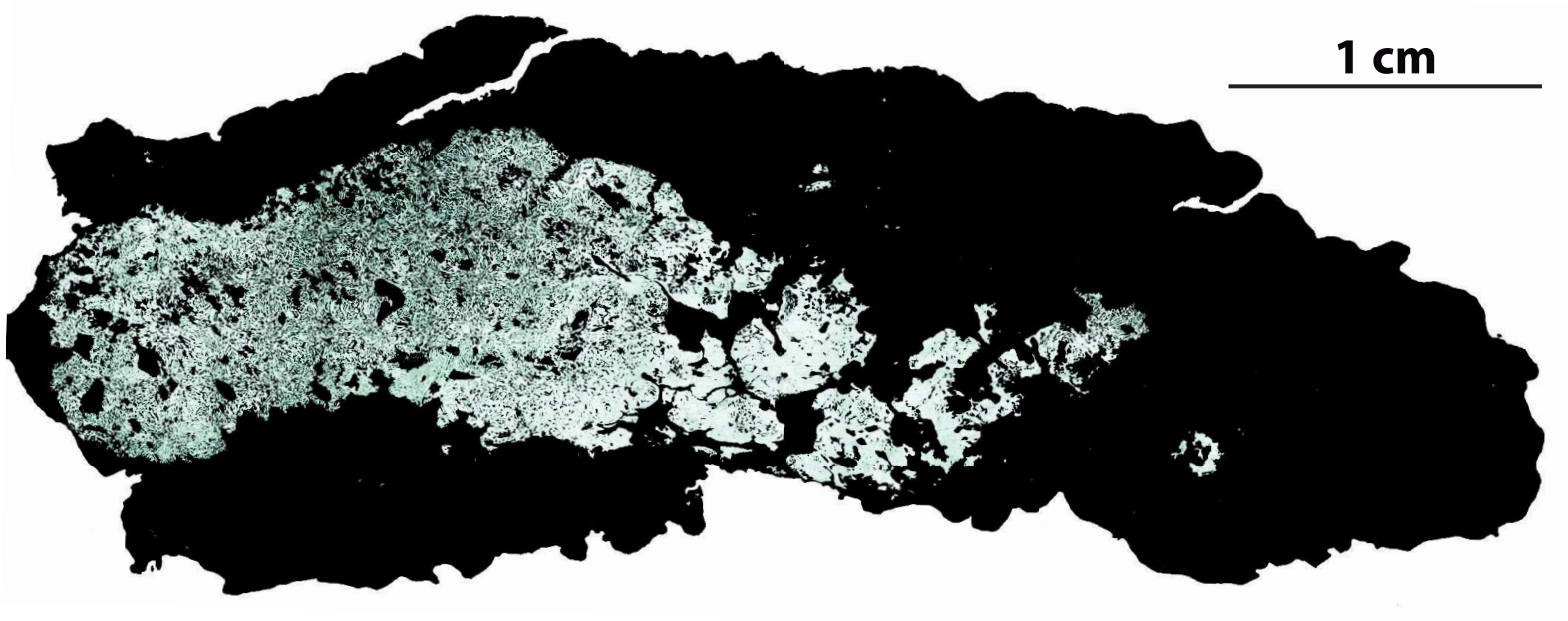
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-1750-F001

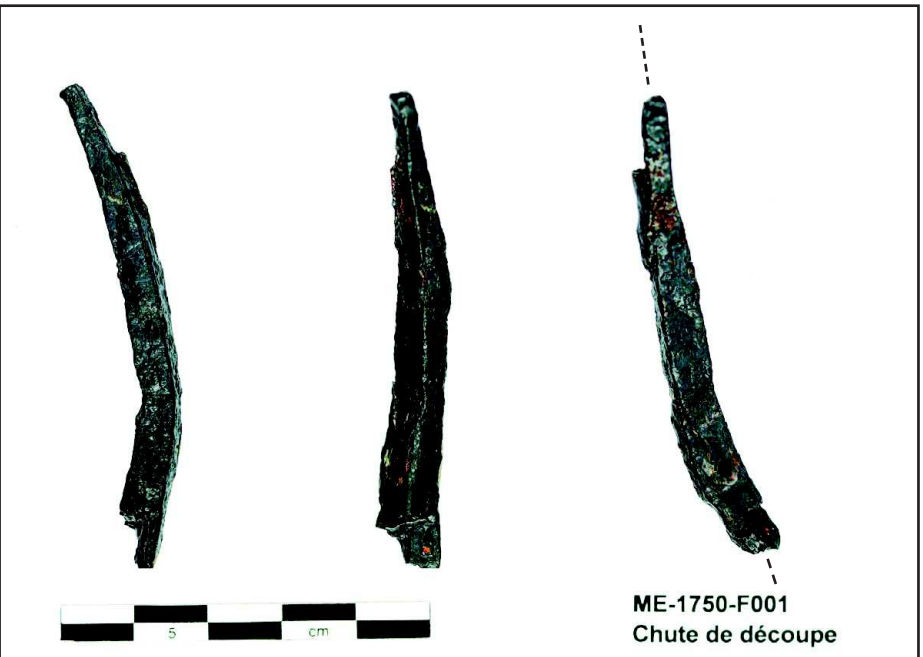
Catégorie : Chute façonnée

Masse : 8,8 g
Longueur : 65 mm
Largeur : de 3,5 à 7,5 mm
Epaisseur : de 3 à 6,5 mm
Etape de la chaîne opératoire : mise en forme

Propreté inclusionnaire : 3,13 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,02 %

Remarque(s) : soie de préhension



Description morphologique :

Fragment de tige façonné de section carré, une extrémité effilée mais non pointue, légèrement écrasée, et une extrémité cassée lors du façonnage. La tige est courbée dans le sens longitudinal. Une empreinte transversale (trace d'outil ou déformation) est marquée à environ 20 mm de l'extrémité cassée. Evoque une chute de travail, ou un objet cassé.

Structure du métal :

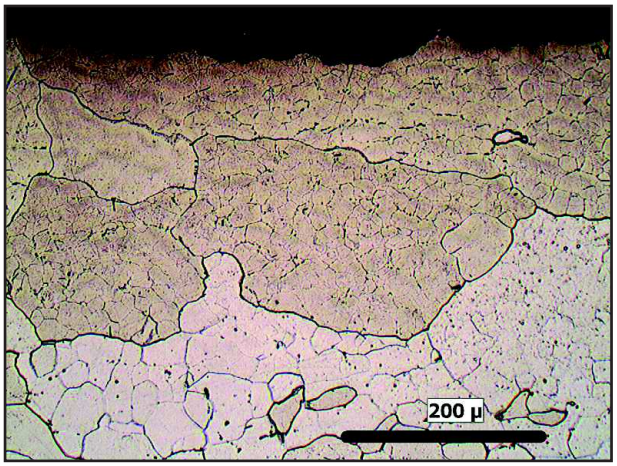
Le métal, compact, sans porosités, présente une structure ferritique composée de grains équiaxes. De très gros grains sont visibles qui présentent des cristallisations sous-jacentes (phénomènes de recristallisation) (**1**). Aux extrémités de la tige, les grains sont de taille très variable. On observe localement des plages plus carburées (hypoeutectoide à 0,1% C) en périphérie de l'objet, mais leur extension est très limitée. Des marbrures préférentiellement situées en bordure de l'échantillon, sont liées à des phénomènes de recristallisation ou à la présence de phosphore (**2**). La propreté inclusionnaire du métal est mauvaise.

Inclusions :

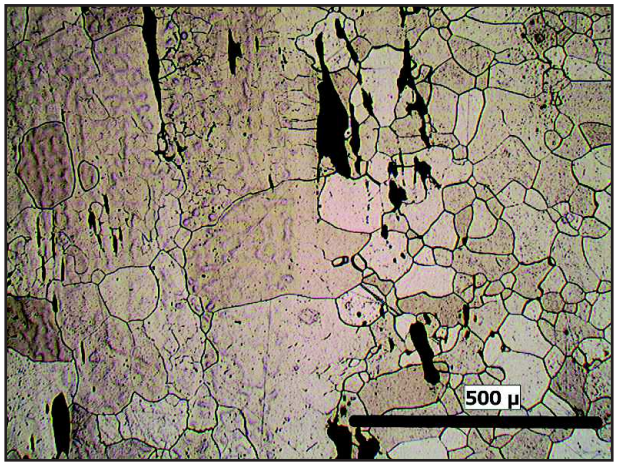
La morphologie des inclusions est variable : certaines sont allongées régulières ou non alors que d'autres adoptent une forme plus complexe, présentant une partie allongée et une partie plus trapue. Certaines inclusions de scorie présentent une matrice finement cristallisée non résoluble au microscope. Quelques-unes semblent contenir des petits cristaux mal définis ; une seule montre une cristallisation en fines lattes (**3**). La plupart contiennent de la wüstite cristallisée en fines dendrites (**4**). Certaines inclusions contiennent de manière ponctuelle ou plus généralisée des cristaux gris foncé en bâtonnets, parfois en forme de grain de riz (**5**). Plus occasionnellement, quelques spinelles en forme de losange ou d'aiguilles sont observables (**6**).

Conclusion partielle :

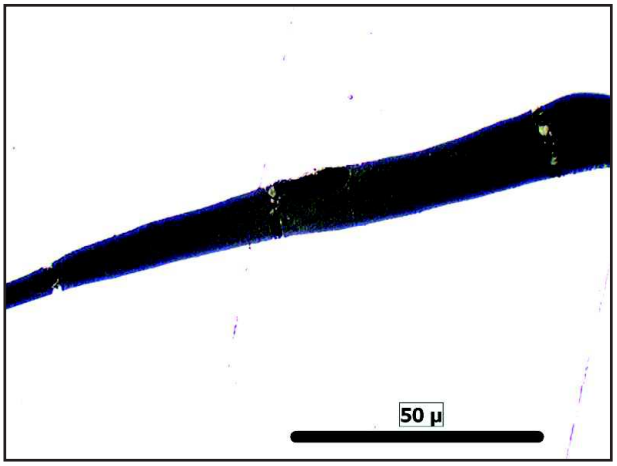
Le métal contient de nombreuses inclusions, presque toutes orientées dans le même sens longitudinal, relatif à un travail de déformation orienté. Leurs contours complexes laissent supposer qu'il s'agit de scorie présente dans une pièce de métal brut, mis en forme par allongement. Aucun indice ne laisse entendre que le métal ait été mis en forme par une succession de replis et de soudures.



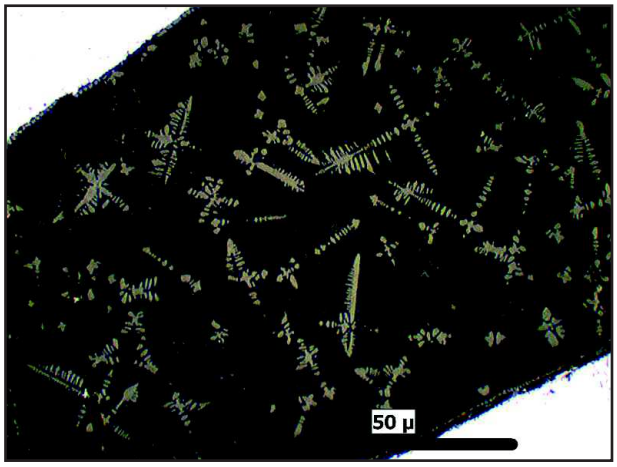
1



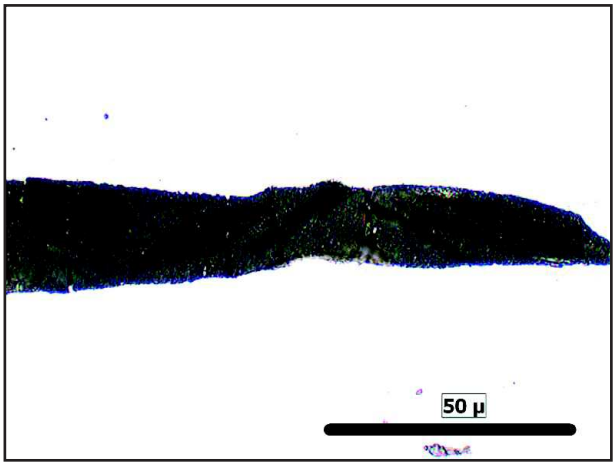
2



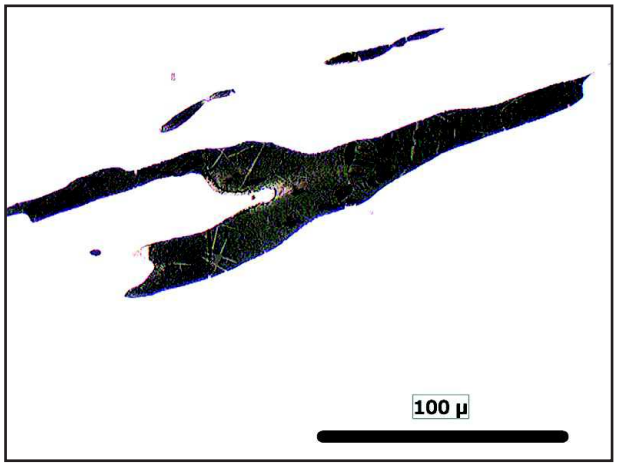
3



4



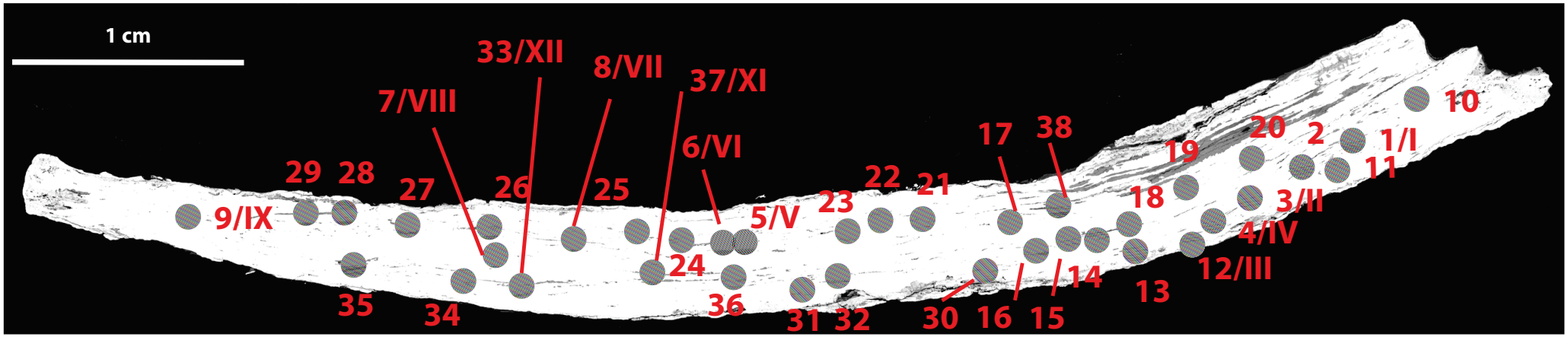
5



6

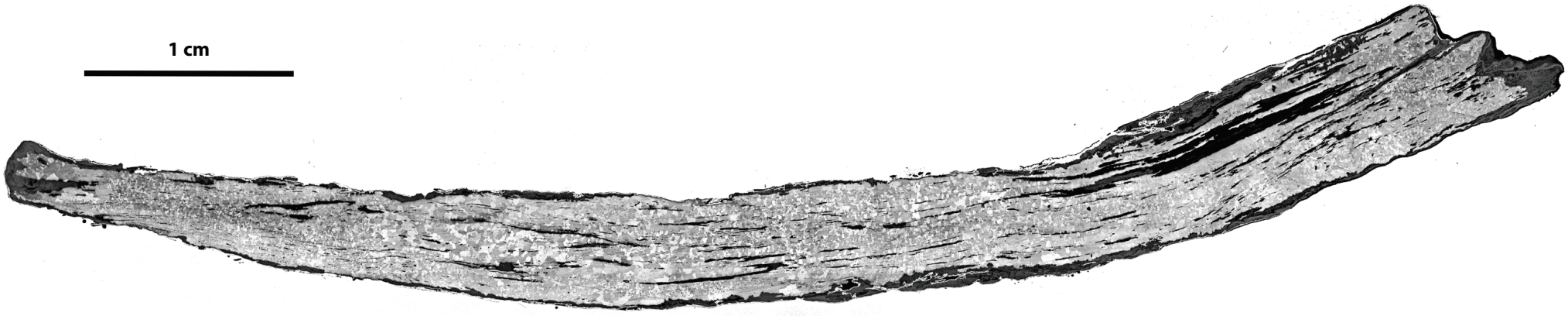
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-1859-F039

Catégorie : Chute façonnée

Masse : 4,0 g
Longueur : 48 mm
Largeur : de 4,5 à 7 mm
Epaisseur : de 4 à 5 mm
Etape de la chaîne opératoire : mise en forme

Propreté inclusionnaire : 0,88 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,05 %

Remarque(s) : Chute-tige

Description morphologique :

Fragment de tige de section carrée avec une extrémité effilée; surfaces et contours d'apparence légèrement irrégulière(peut-être due à la corrosion), à l'origine planes et façonnées. Aucune extrémité ne parait cassée à froid.

Structure du métal :

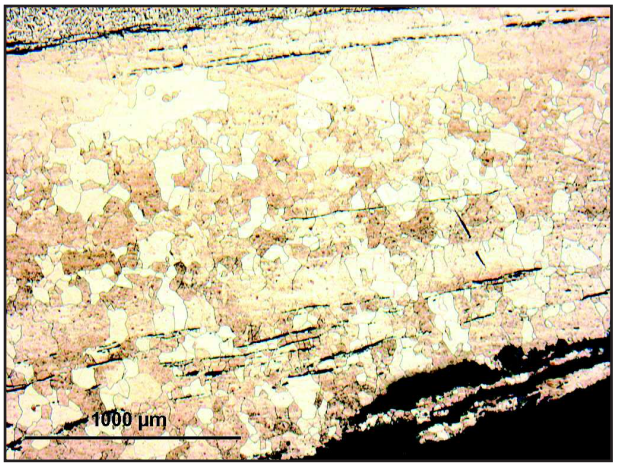
Le métal, compact, présente une structure hétérogène. La quasi-totalité de la surface de la section adopte une structure ferritique équiaxe, à taille de grain variable. La répartition par taille des grains se fait selon des axes longitudinaux, avec la partie centrale présentant les plus gros grains (Cliché **1**). La partie inférieure de la section adopte également une structure hypoeutectoïde (de 0,1 à 0,3 % C) (**2**). Il est à noter que la majorité des inclusions présentes dans le métal se situent soit à l'interface entre ces deux ensembles, soit dans la partie hypoeutectoïde (**3**).

Inclusions :

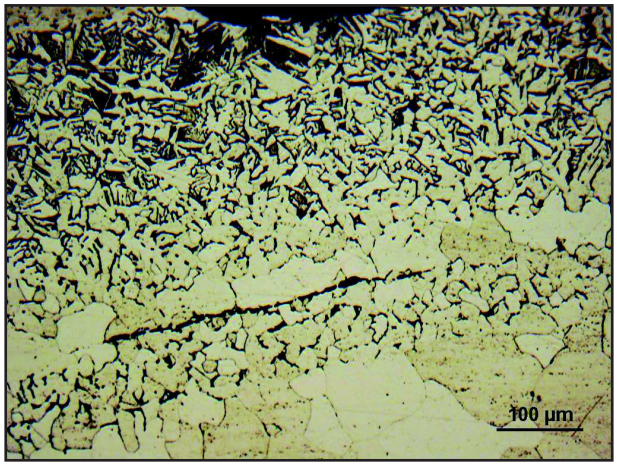
Celles-ci se présentent majoritairement sous la forme d'alignements d'inclusions allongées et très fines (**1**). Leur épaisseur dépasse rarement la dizaine de microns. Sont également associées à ces alignements des groupes d'inclusions de petite taille et pulvérisées (**4**). Les inclusions sont majoritairement composées de globules de wüstite, ce qui ne laisse qu'entrevoir le reste des composants du matériau, qui paraissent constituer un fond vitreux (**5**).

Conclusion partielle :

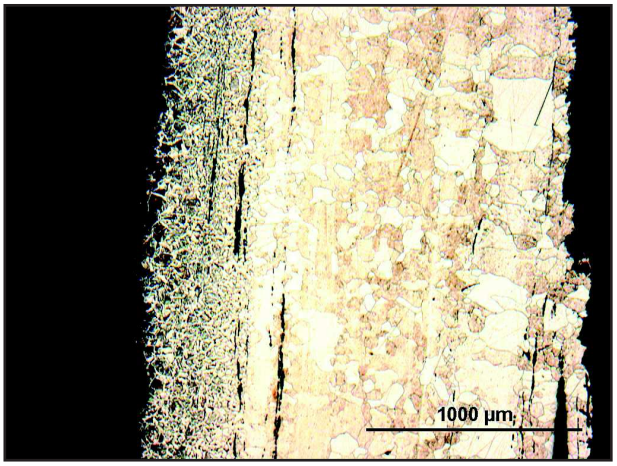
L'échantillon est une barre de section quadrangulaire, effilée à l'une de ses extrémités. Les surfaces, malgré l'état de corrosion, montrent que le métal a été travaillé de manière assez poussée. L'échantillon est interprété comme étant soit une chute-tige issue d'une ébauche d'objet, soit un fragment d'objet. Les inclusions présentent par ailleurs un faciès de travail de forge. Le métal a pu faire l'objet d'une ou plusieurs séquences de repli-soudure.



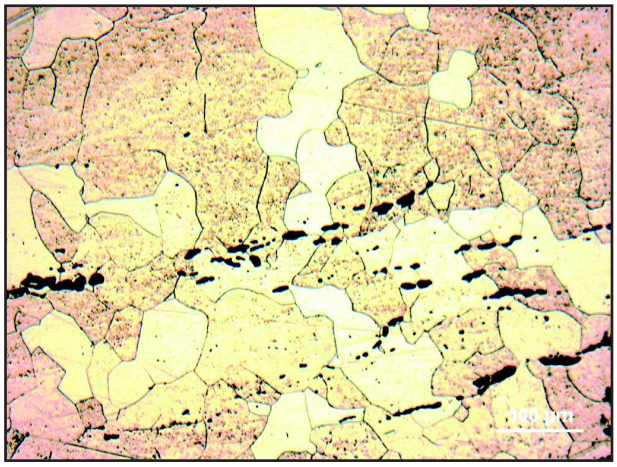
1



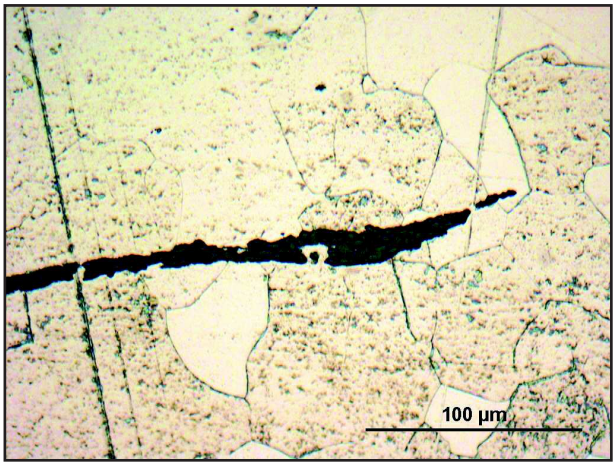
2



3



4

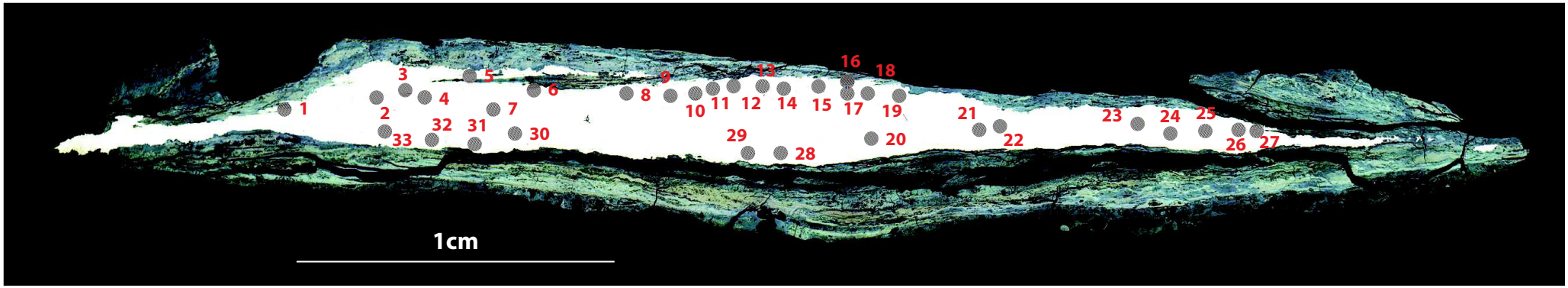


5

6

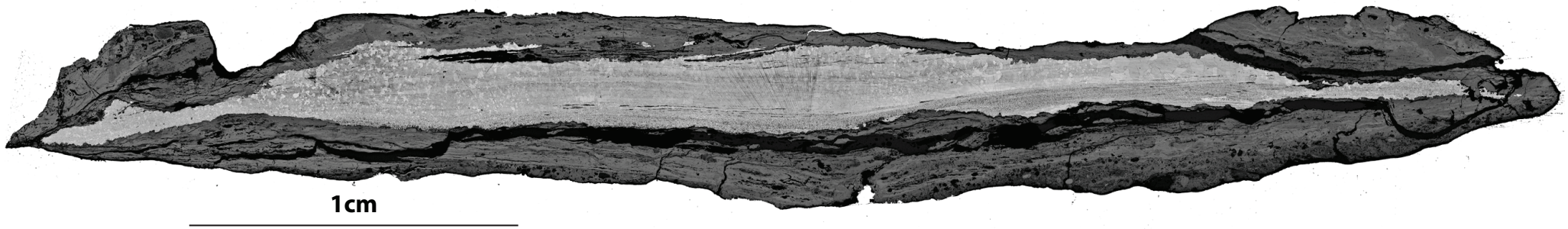
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-C2-F018

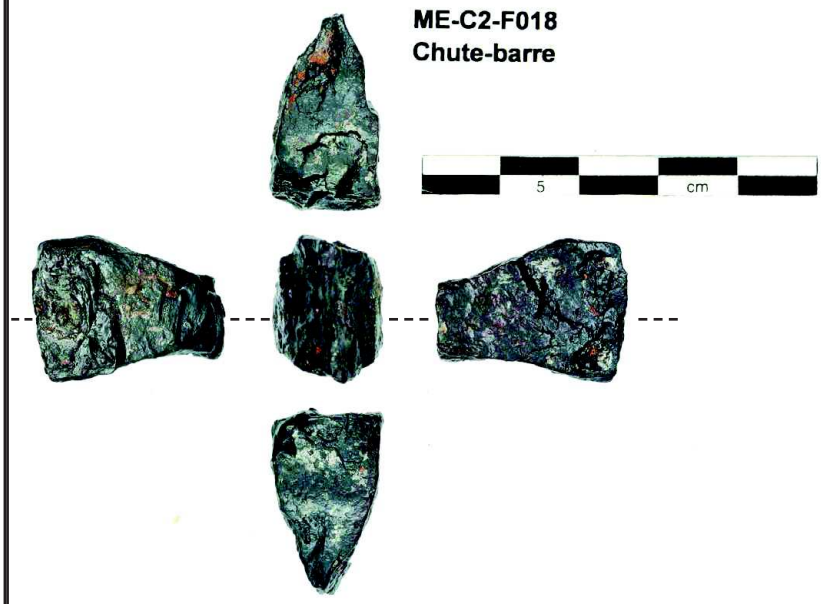
Catégorie : Chute façonnée

Masse : 17,7 g
Longueur : 24 mm
Largeur : de 11 à 18 mm
Epaisseur : de 2 à 14 mm
Etape de la chaîne opératoire : mise en forme

Propreté inclusionnaire : 0,12 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,037 %

Remarque(s) : Chute-barre



Description morphologique :

Morceau de fer façonné de section carrée, dont l'une des extrémités se termine en double biseau formant une bordure transervale affinée légèrement évasée. L'autre extrémité est cassée ou brute. L'amorce des deux faces biseautées est soulignée par un ressaut et une échancrure, bien marqués, sur la moitié de la largeur, correspondant au démarrage d'une trace de découpe. Les deux faces perpendiculaires au biseau présentent une légère déformation certainement due à l'utilisation d'une pince de préhension.

Structure du métal :

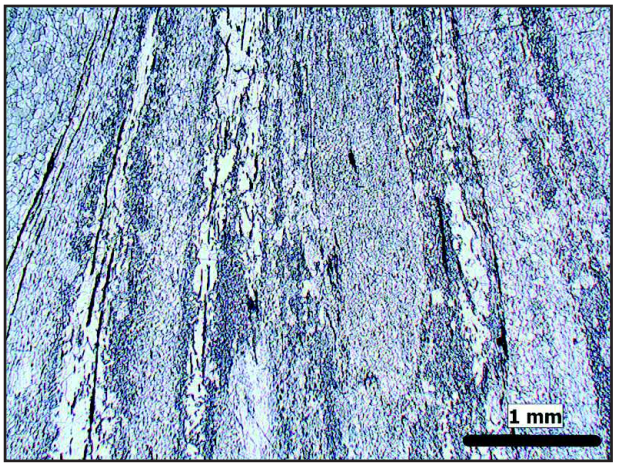
Le métal est compact. La pièce semble constituée de métal replié sur lui-même, formant plusieurs couches ferritiques, adoptant une structure en bandes (Cliché **1**). Ces bandes ferritiques se distinguent par des tailles de grains différentes, et par des marbrures (**2**). Localement, on peut observer des plages un peu plus carburées, ferrito-perlitiques, notamment en périphérie de la chute (**3**). Mis à part les deux bandes centrales constituées de gros grains, les autres présentent des grains de taille fine à moyenne. La présence de marbrures, corrélée à celle de gros grains peut être liée à la présence de phosphore dans le métal.

Inclusions :

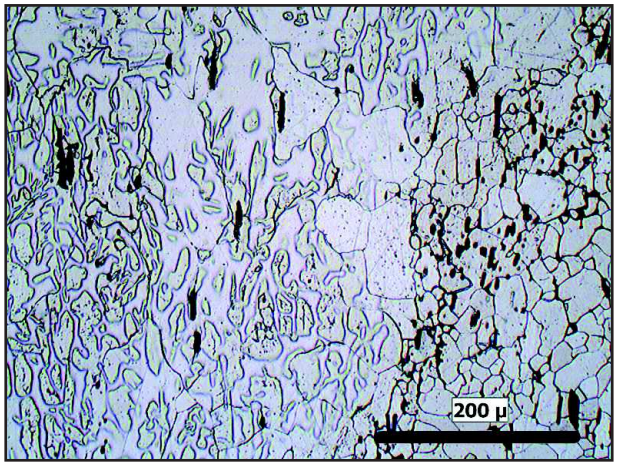
Les inclusions, fines et allongées, sont alignées (**4**). Ces alignements soulignent partiellement les limites des bandes, mais également le repli, l'écrasement et le glissement du métal générés par l'outil de découpe. La majorité est constituée d'une matrice irrisée non résoluble au microscope avec globules de wüstite/magnétite parfois occupant pratiquement toute l'inclusion (**5**) ou plus ponctuellement avec dendrites de wüstite (**6**). Une seule possède une matrice constituée de petits cristaux gris anguleux (mic6). Ponctuellement, certaines scories d'inclusions contiennent des spinelles en aiguille dans une matrice irrisée (**7**). Plusieurs sont vitreuses, certaines contenant de petits cristaux gris sombres (**8**).

Conclusion partielle :

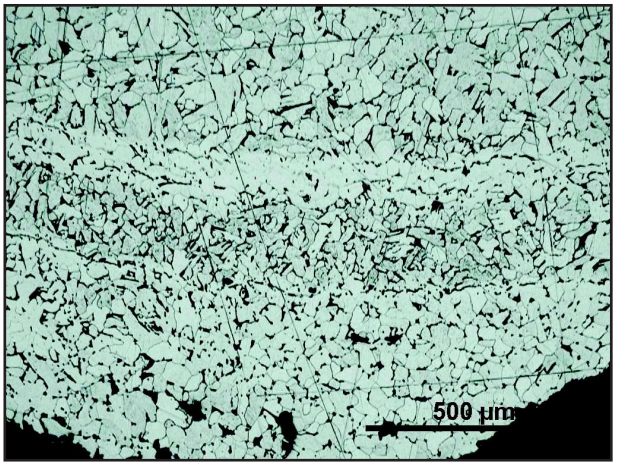
Il s'agit d'un déchet de postréduction, plus particulièrement d'une chute de façonnage (extrémité chutée avec double coupe en biseau d'une petite barre de section carrée). La barre de métal semble avoir été mise en forme par replis et soudures successifs.



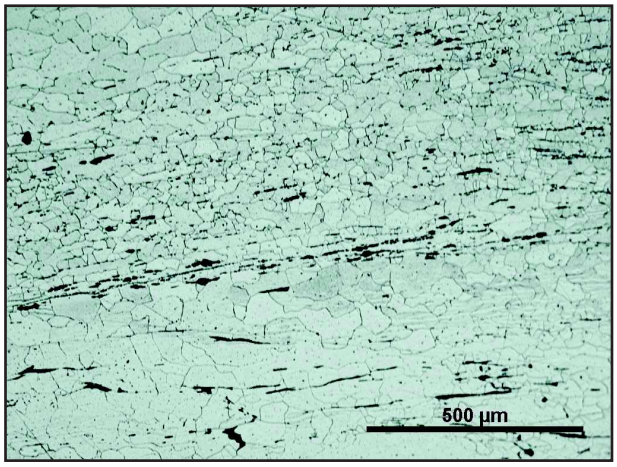
1



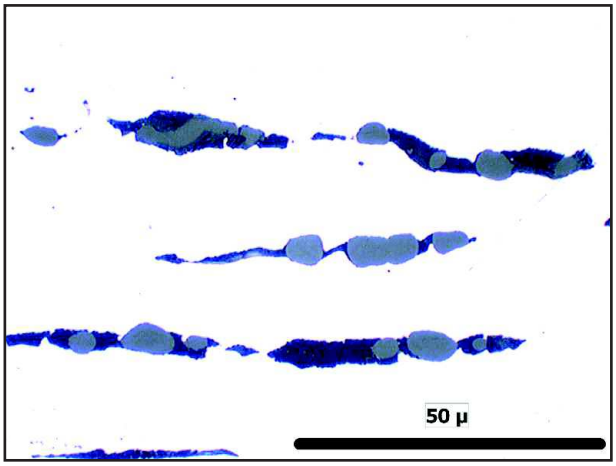
2



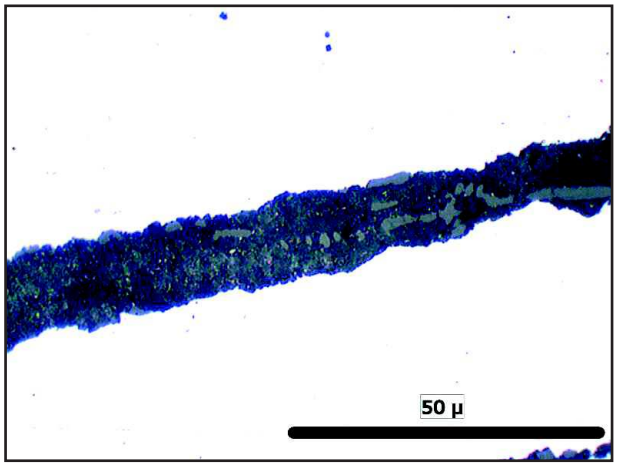
3



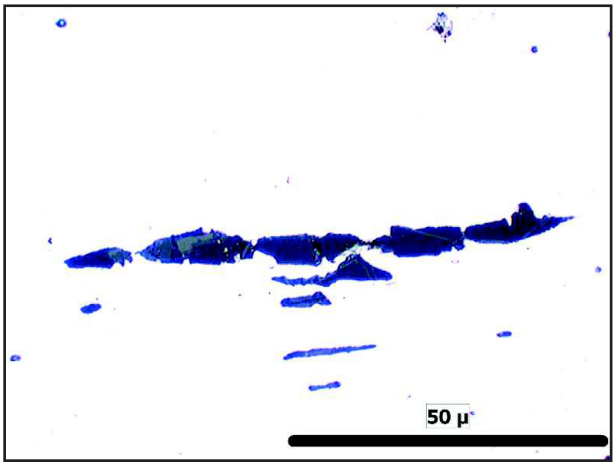
4



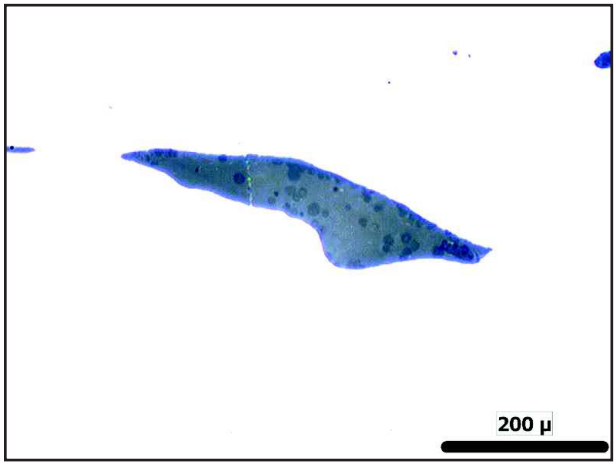
5



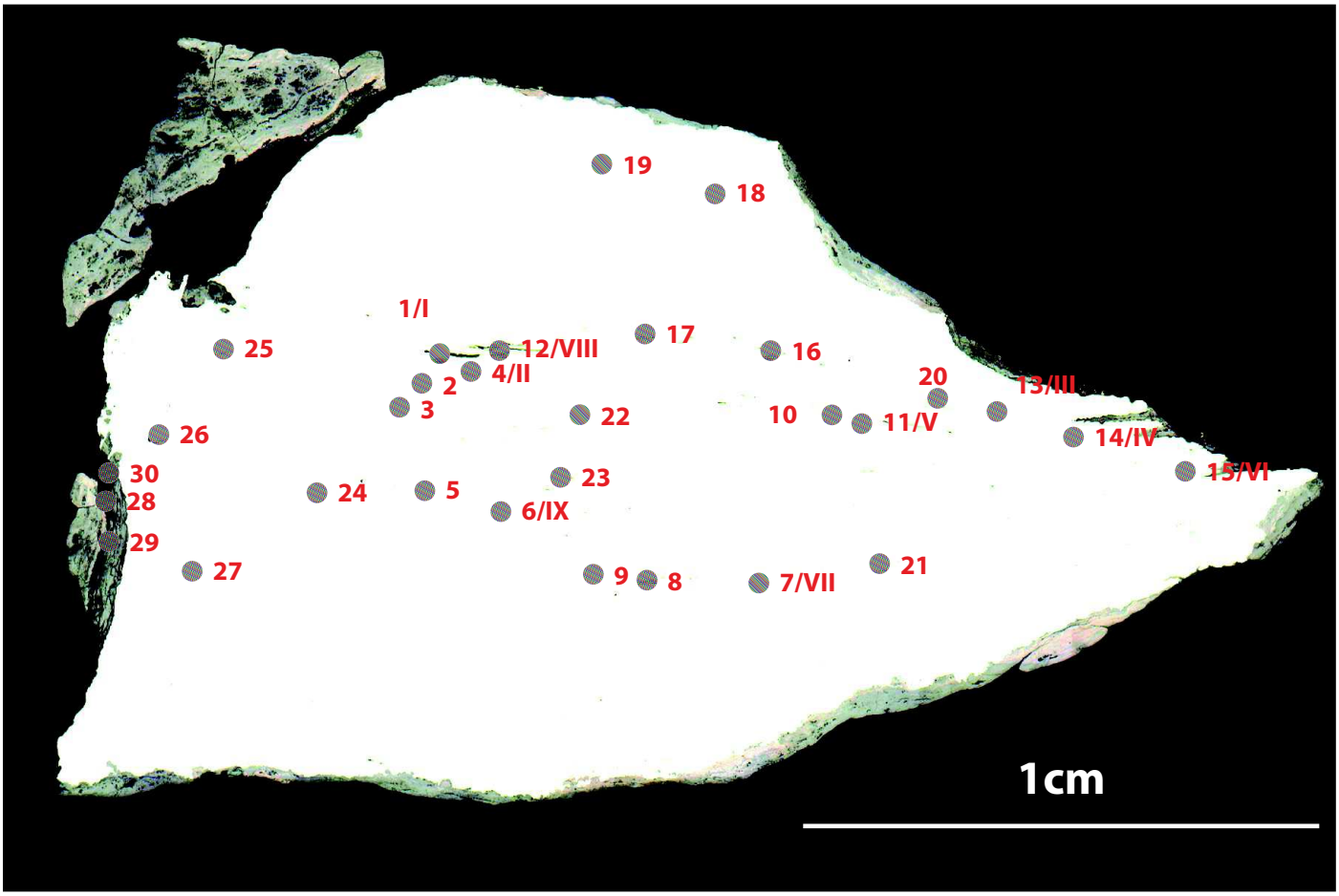
6



7

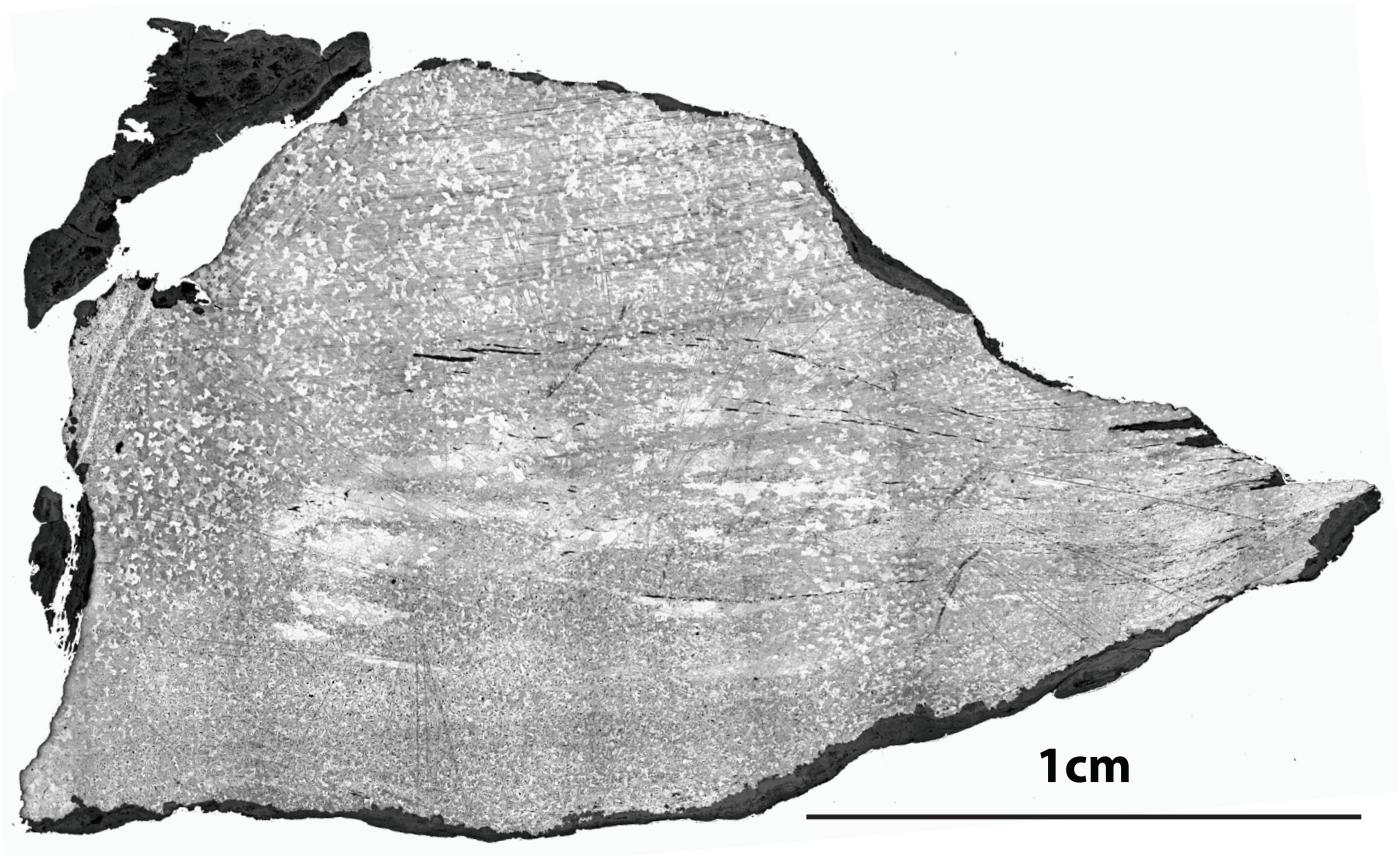


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-C3-F010

Catégorie : Chute façonnée

Masse : 4,6 g
Longueur : 17 mm
Largeur : 12 mm
Epaisseur : 11 mm
Etape de la chaîne opératoire : Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 1,3 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,046 %

Remarque(s) : Chute-tige ?

ME-C3-F010
Chute-barre

Description morphologique :

Fragment de tige de fer, de section ronde, dont l'état de corrosion ne permet pas de dire si elle est coupée ou cassée aux extrémités.

Structure du métal :

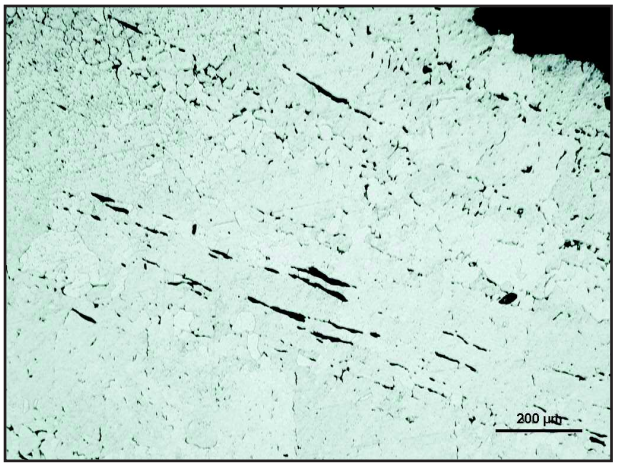
Le métal présente une structure majoritairement ferritique, avec des grains équiaxes de taille relativement homogène. Une plage d'acier hypoeutectoïde (0,2-0,3 % C) est visible sur une moitié de la tige (moitié supérieure sur le cliché général *infra*). Le métal n'est pas complètement compact, et présente un réseau de fissures assez important. L'état de conservation est mauvais, la corrosion ayant fortement attaqué le métal. Cette dernière observe une progression préférentielle par le réseau de fissures. De nombreuses porosités sont également observables. Le métal apparaît encore relativement peu travaillé par rapport à d'autres chutes façonnées étudiées pour le site de Messein - Les Noires Terres.

Inclusions :

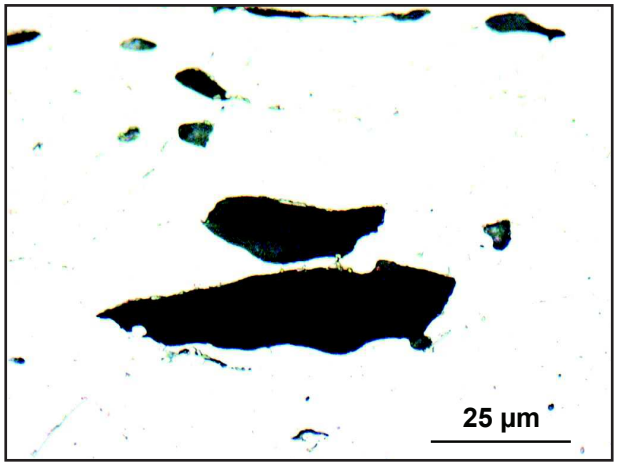
Quelques inclusions sont présentes au sein du métal. Leur morphologie et leur concentration sont variables. Certaines zones présentent des alignements d'inclusions allongées ou pulvérisées (Cliché **1**), mais ne sont pas nombreuses. En revanche, un bon nombre d'inclusions, isolées ou en petits groupes, adoptent une morphologie centrée, autre indice en faveur d'un métal relativement peu compacté. Les inclusions ont une taille approximative de quelques dizaines de microns pour la plupart. On observe une représentation à peu près égale des inclusions montrant des phases cristallisées et des inclusions amorphes. Ces dernières sont de couleur gris sombre. On y distingue un fin semis plus clair (**2**). Les autres inclusions montrent des cristallisations de wüstite sous forme dendritique, des lattes de fayalite, ainsi que des cristaux allongés.

Conclusion partielle :

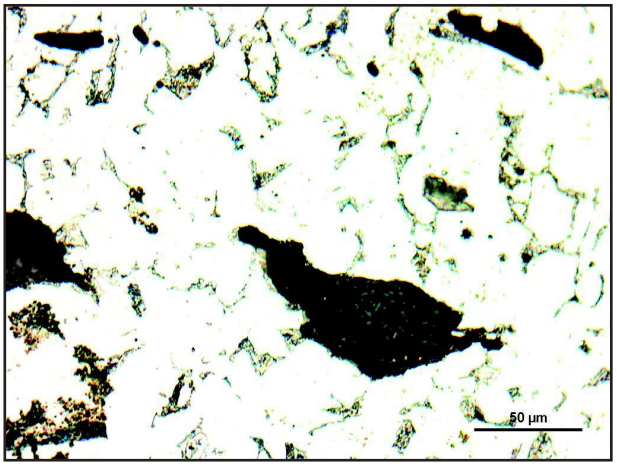
L'état de corrosion avancé du métal empêche de déterminer s'il s'agit d'un fragment chuté au cours d'un travail de mise en forme ou d'un fragment d'objet. Le métal, peu compact en certains endroits, semble avoir été altéré par le feu.



1



2



3

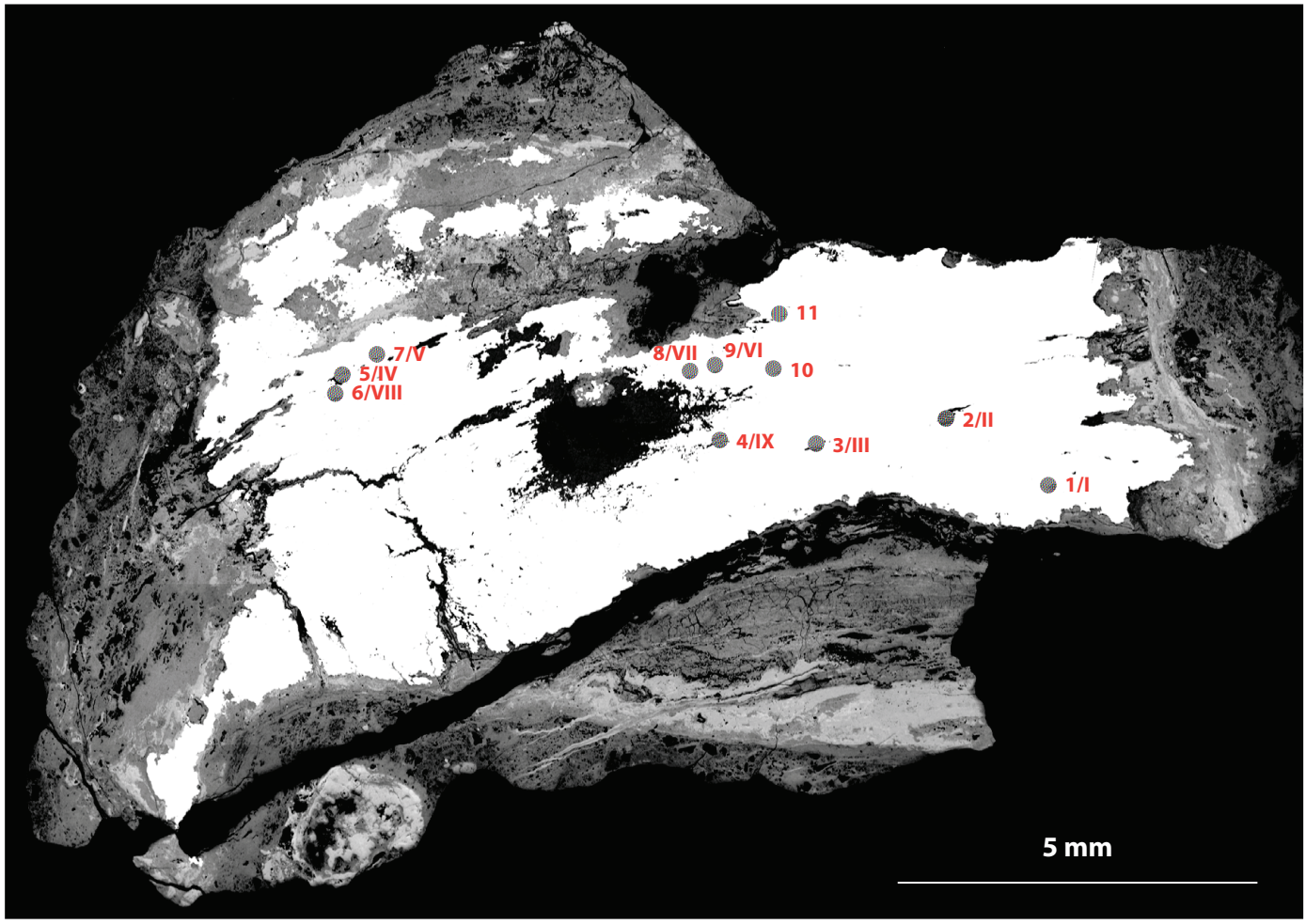
4

5

6

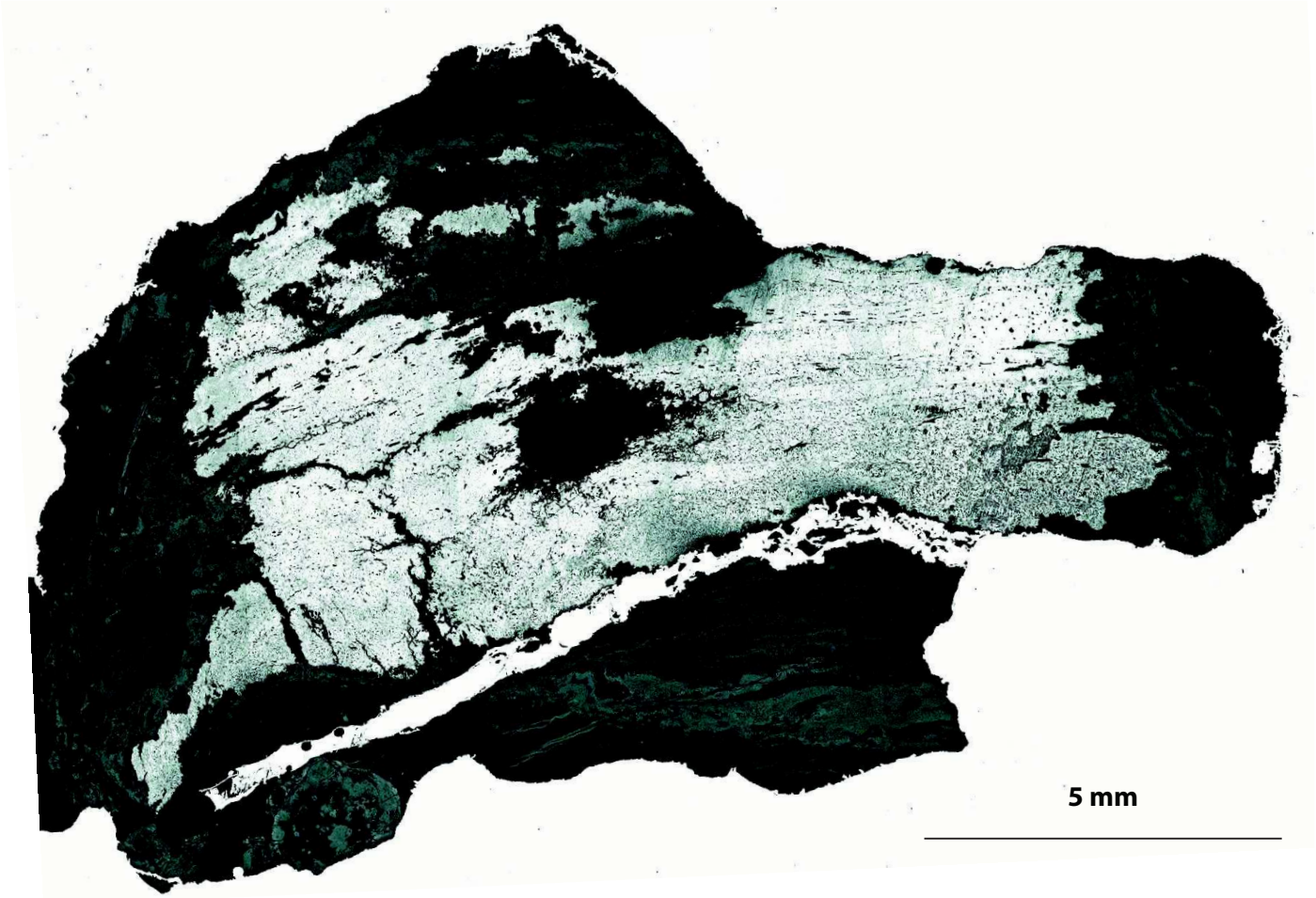
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-E2-F001a

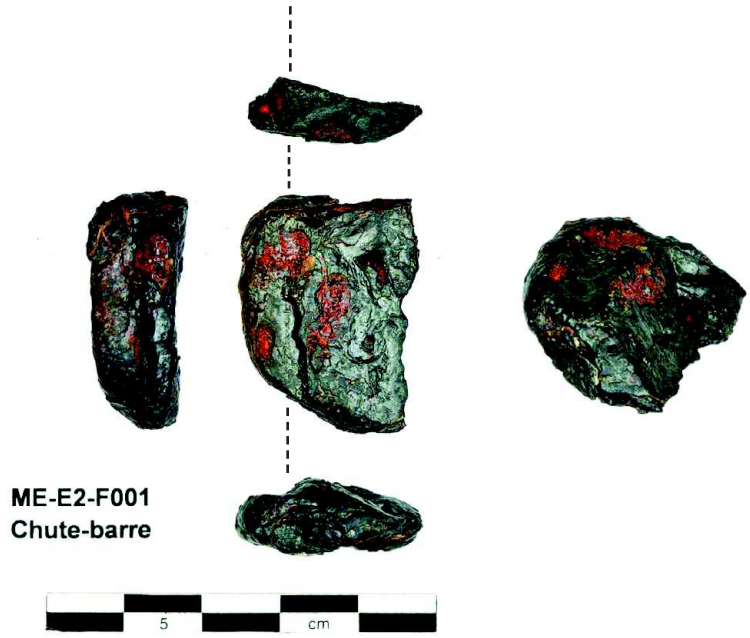
Catégorie : Chute façonnée

Masse : 19,6 g
Longueur : 23 mm
Largeur : 30 mm
Epaisseur : 11 mm
Etape de la chaîne opératoire : Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 3,15 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,128 %

Remarque(s) : Chute-bande



Description morphologique :

Morceau de fer façonné de forme grossièrement rectangulaire dont l'une des extrémités présente des angles arrondis, et dont un des longs côtés est biseauté. Probablement une chute en bout d'une barre de section rectangulaire. Une empreinte est apparente sur l'une des faces, pouvant être la trace d'un outil de préhension.

Structure du métal :

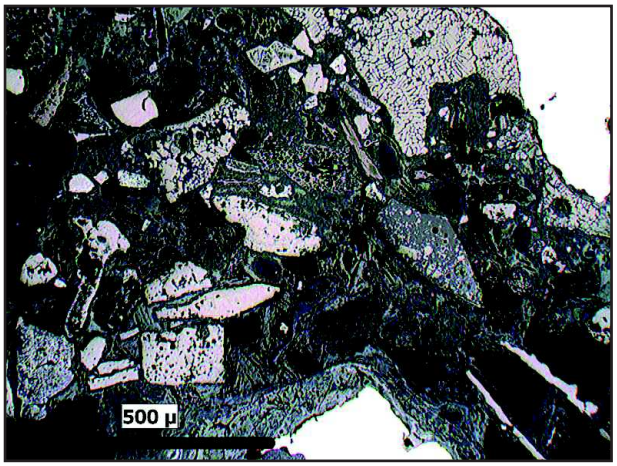
La partie centrale de la section se distingue par la compacité du métal. Les extrémités comportent plus de porosités. Pour l'une d'elles, les porosités, de dimensions relativement réduites, semblent faiblement déformées et parfois se refermer. L'autre extrémité présente des vacuoles de plus grandes dimensions, certaines millimétriques, qui ne semblent pas déformées. Les cavités peuvent être comblées par des produits de corrosion à chaud ou par le sédiment (Cliché **1**). Le métal est majoritairement ferritique. Un liseré fortement carburé (structure eutectoïde comprenant quelques aiguilles de cémentite) est visible sur l'une des grandes faces (**2** et **3**). Des plages carburées (autour de 0,3 % C) sont également visibles en périphérie des cavités les plus importantes (**4**).

Inclusions :

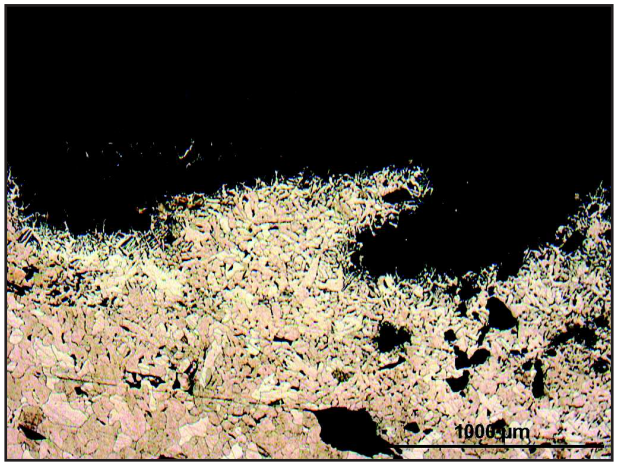
Les inclusions situées dans le centre adoptent une morphologie allongée et fine, mais ne forment pas d'alignements. Elles sont plus volumineuses au sein de l'extrémité la moins vacuolaire, présentant des contours plus ou moins complexes évoquant une déformation grossière du métal. Les inclusions ne montrent globalement pas d'orientation préférentielle, mis à part celles du centre qui présentent grossièrement une orientation parallèle aux bords longs. Les inclusions se constituent d'une scorie à matrice finement cristallisée difficilement résoluble (en lattes quand observable) dans la plupart des cas, et comportant des globules de wüstite (**5** et **6**). Quelques petites inclusions de scorie vitreuse ont été observées sur la section (**7**).

Conclusion partielle :

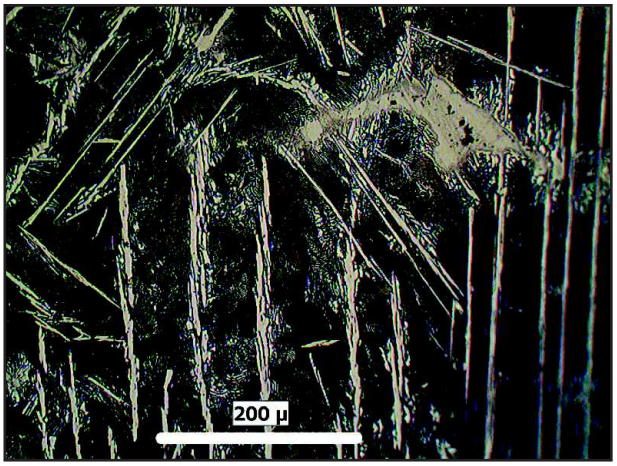
La présence de porosités de taille importante sur les bords latéraux indique un état relativement brut. La partie centrale, plus compacte, contient de rares cavités de petite taille et moins nombreuses, des inclusions plus fines et orientées. Cette partie a subi un travail plus important. Le fait que la pièce ait, malgré sa faible section, conservé un aspect brut laisse supposer que la matière première travaillée pour obtenir la barre a subi une quantité de travail globalement faible.



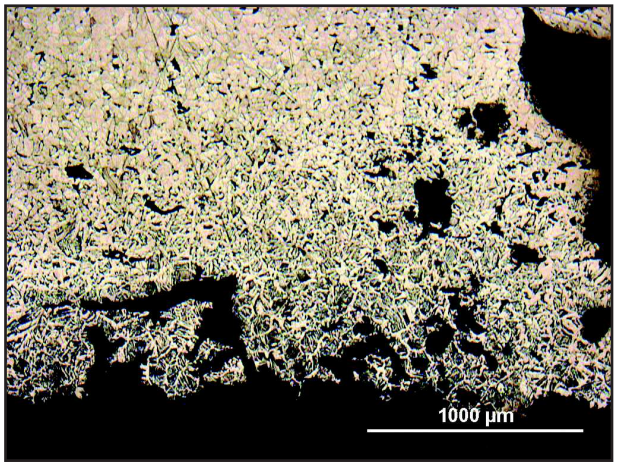
1



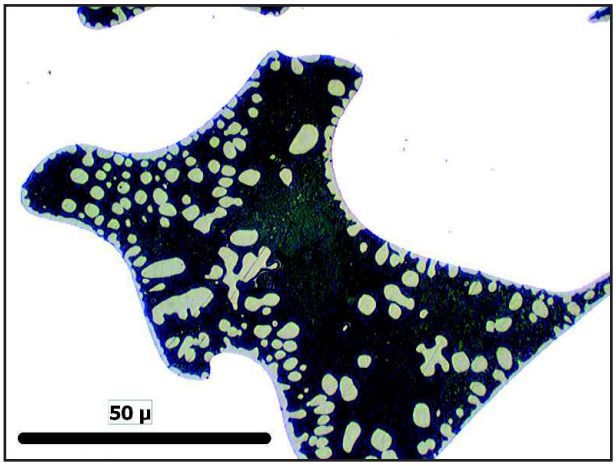
2



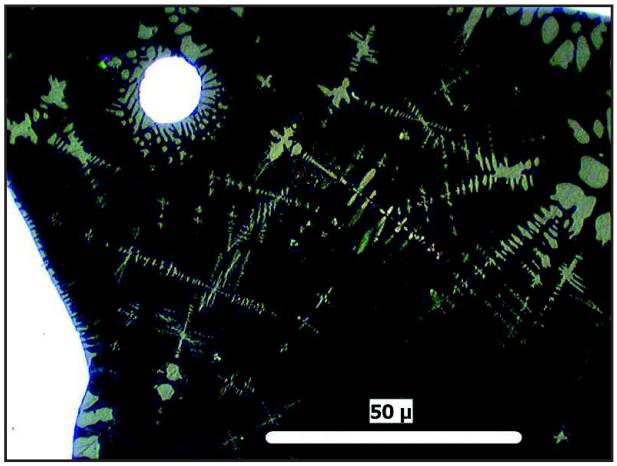
3



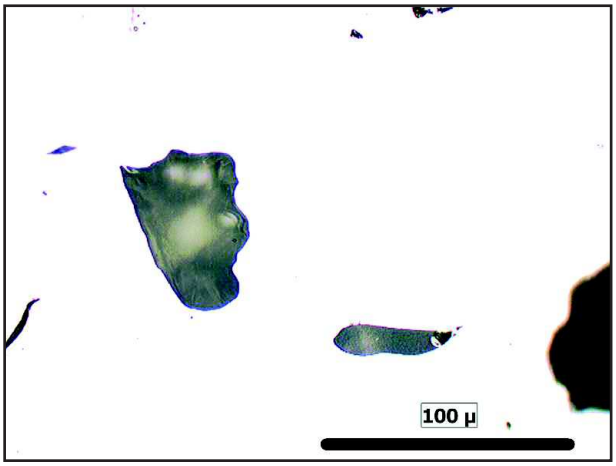
4



5

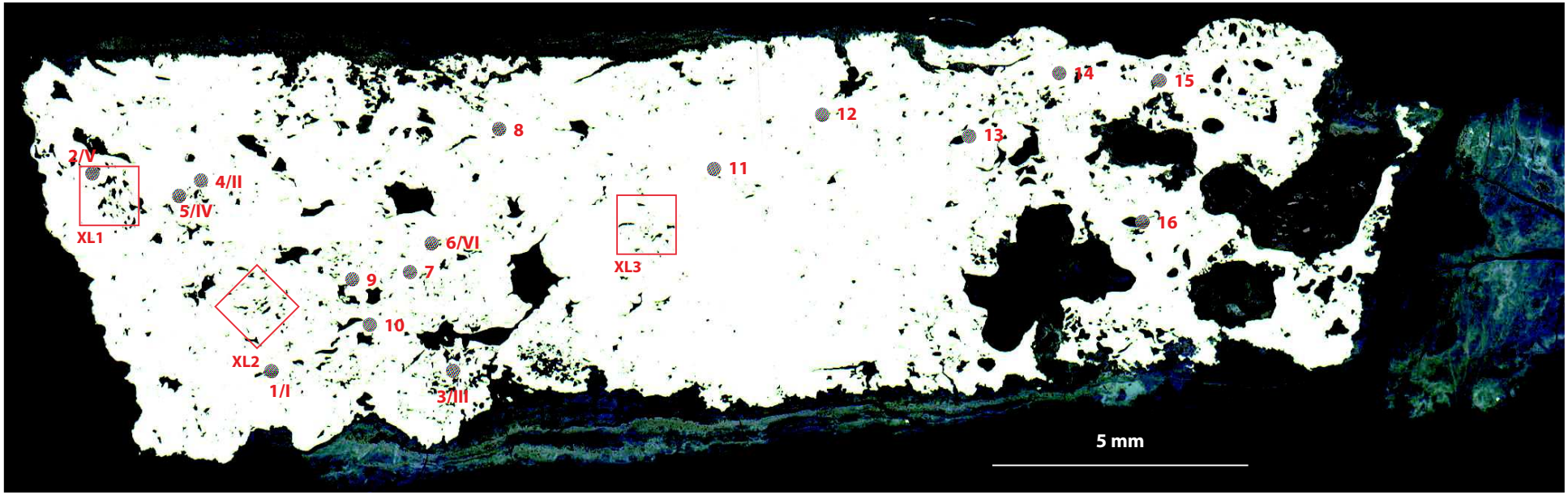


6



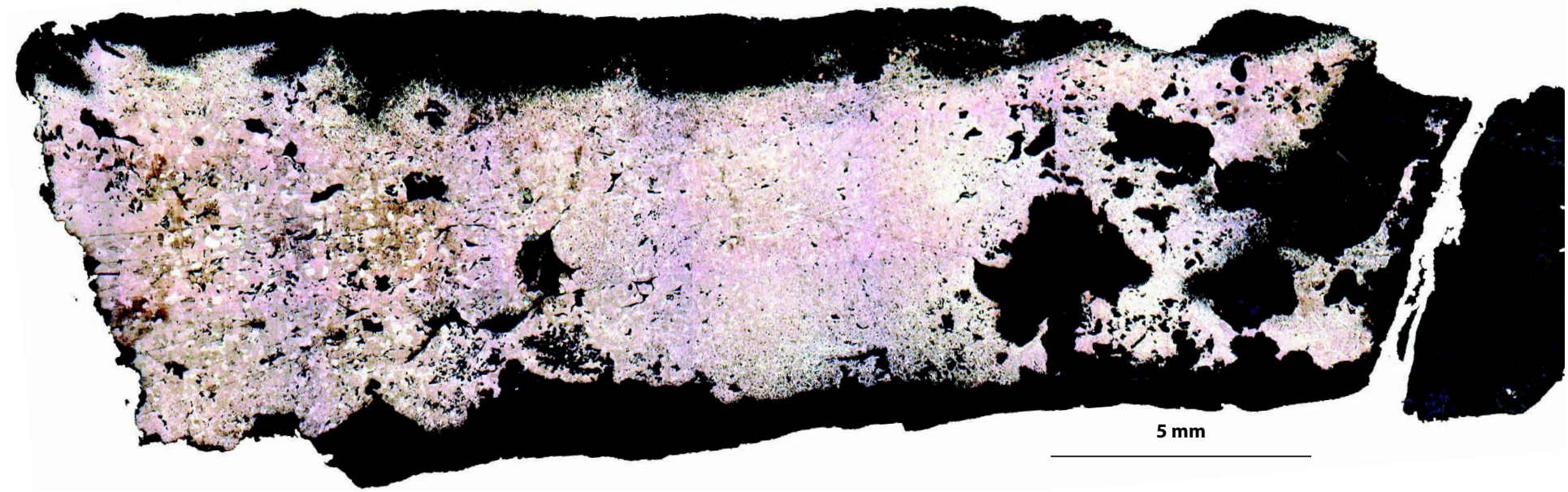
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-E2-F001b

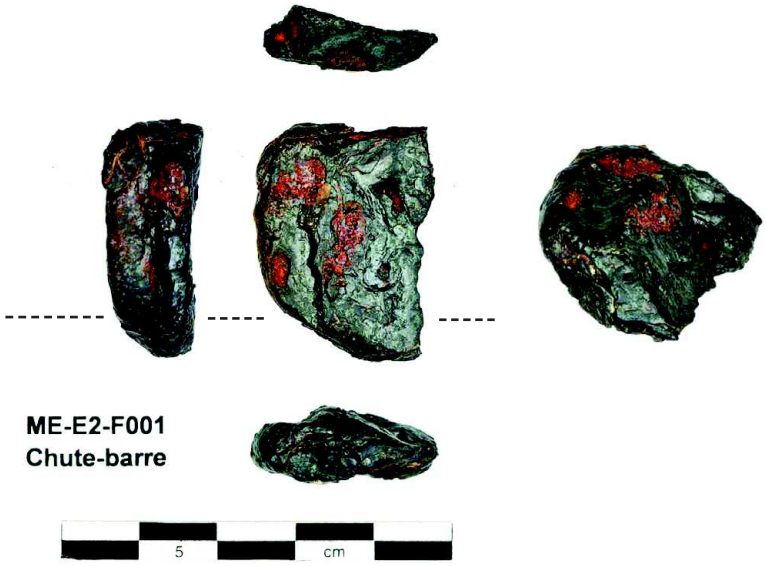
Catégorie : Chute façonnée

Masse : 19,6 g
Longueur : 23 mm
Largeur : 30 mm
Epaisseur : 11 mm
Etape de la chaîne opératoire : Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 1,95 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,092 %

Remarque(s) : Chute-bande



Description morphologique :

Morceau de fer façonné de forme grossièrement rectangulaire dont l'une des extrémités présente des angles arrondis, et dont un des longs côtés est biseauté. Probablement une chute en bout d'une barre de section rectangulaire. Une empreinte est apparente sur l'une des faces, pouvant être la trace d'un outil de préhension.

Structure du métal :

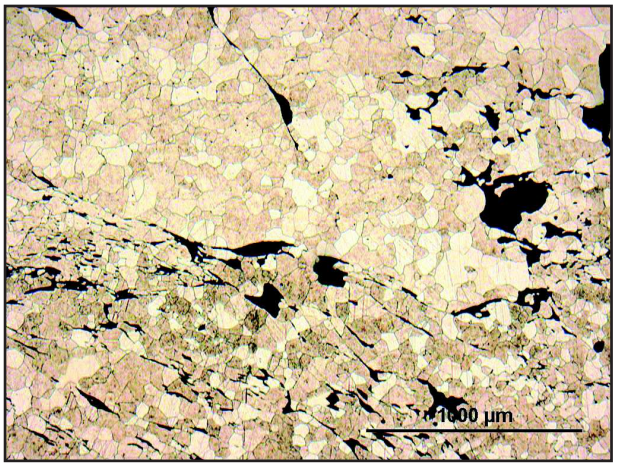
On retrouve, en cohérence avec les observations faites pour la section transversale E2-F001a (Cf. *supra*), des porosités dans la partie opposée au biseau. La structure du métal est majoritairement ferritique, composée de grains équiaxes. Les grains présentent gloablement des dimensions similaires (environ une soixantaine de microns) (Cliché **1**). Des plages carburées sont également présentes dans cette zone (structure proche, voire eutectoïde) (**2** et **3**). Un bourrelet est observable sur l'une des surfaces.

Inclusions :

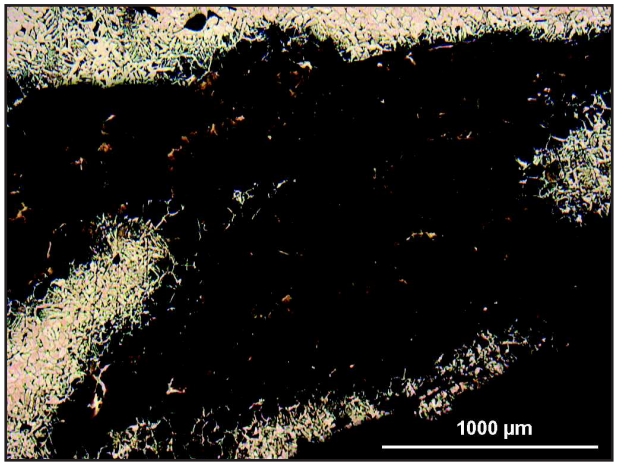
Des alignements d'inclusions, dont les formes évoquent des porosités résorbées, sont présents entre le bourrelet et le biseau. La courbure que décrivent les alignements, ainsi que le bourrelet, soulignent la déformation de la matière sous l'effet de l'outil de coupe. Les inclusions présentent un faciès minéralogique similaire à celles de la section transversale. Quelques inclusions composées presqu'exclusivement de produits de corrosion à chaud (wüstite ou magnétite) sont par ailleurs observables au sein des alignements d'inclusions mentionnés précédemment (**4**).

Conclusion partielle :

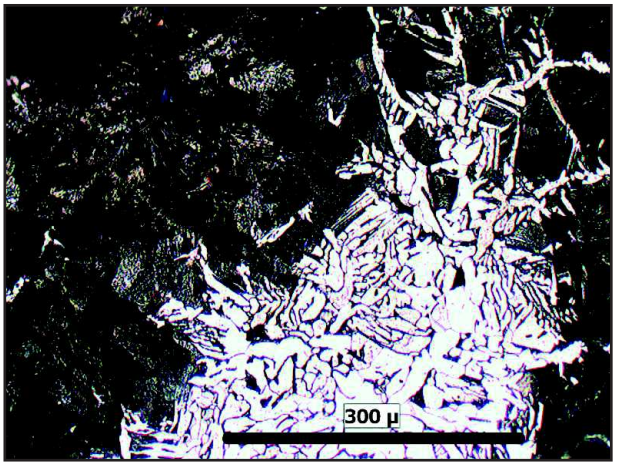
La structure de métal, ainsi que les lignes d'inclusions, soulignent dans ce cas la déformation subie par le métal lors de la découpe de cette chute. La porosité importante, ainsi que les plages très carburées (accident de chauffe?), suggèrent que peu de soin a été apporté à cette partie du métal travaillé.



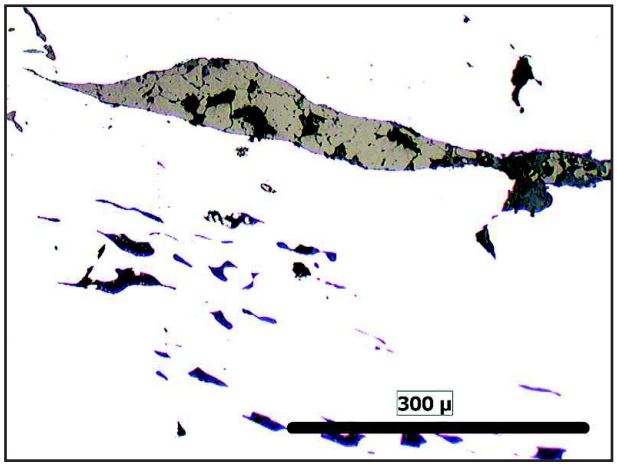
1



2



3



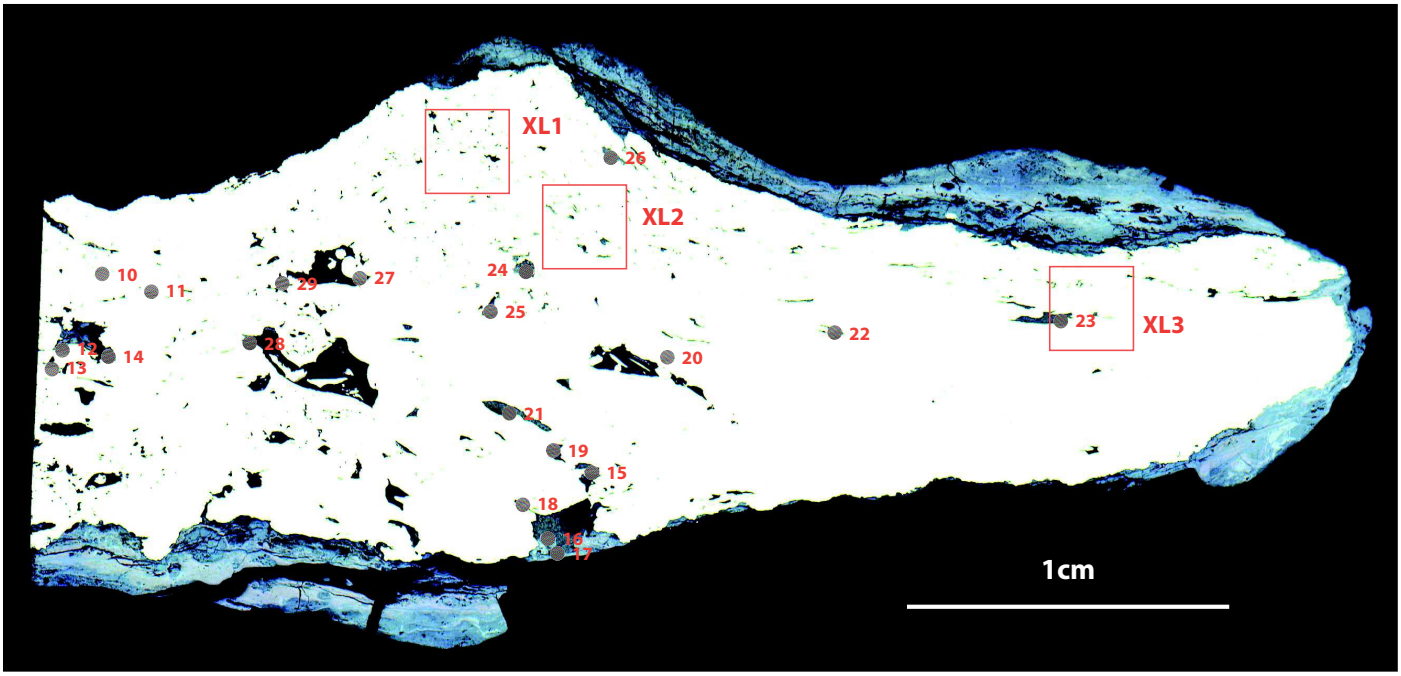
4

5

6

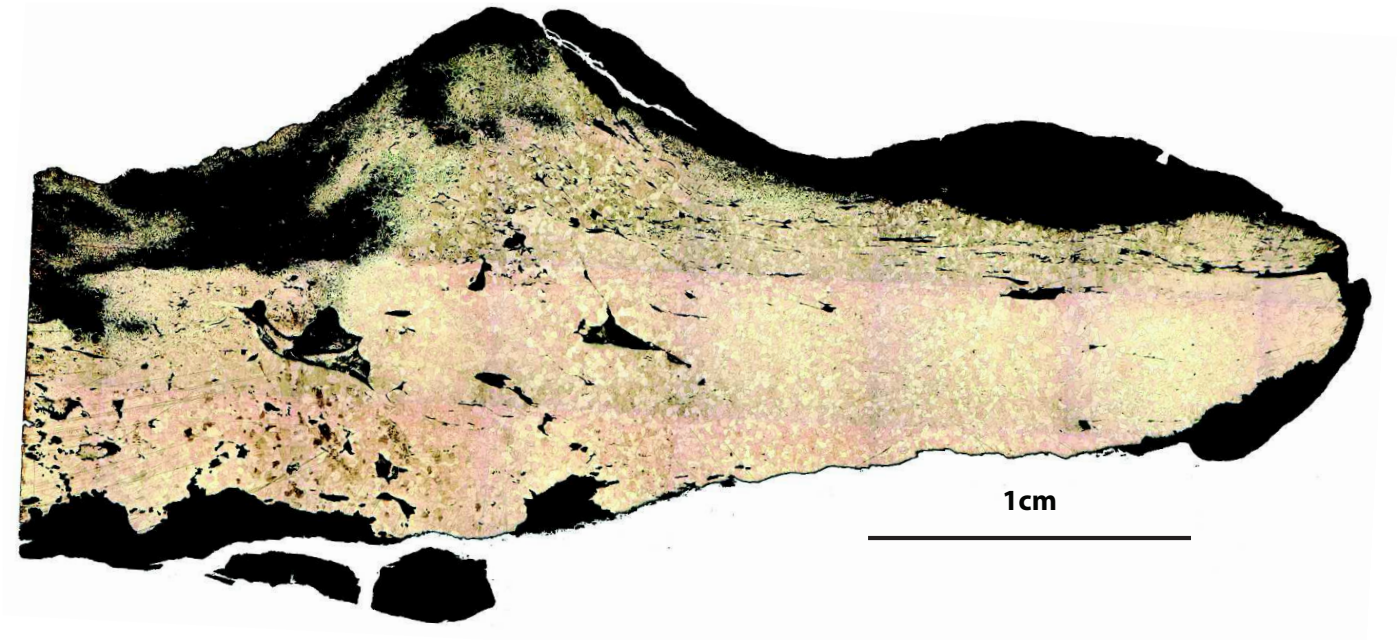
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-1367-001

Catégorie : Objet

Masse : 12,8 g
Longueur : 89 mm
Largeur : 18 mm
Epaisseur : 2,5 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 0,76 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,232 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Fragment de couteau, fer forgé. La lame (manque la pointe) et la soie sont incomplètes. Le dos est droit. Une gouttière est parallèle au dos, sur la face gauche; une autre est moins bien visible sur l'autre face. Lame légèrement pliée au centre. Lame : longueur 63 mm, largeur 18mm; soie : longueur 25 mm, largeur 14mm. La soie est dans le prolongement du tranchant et en léger décrochement par rapport au dos

Structure du métal :

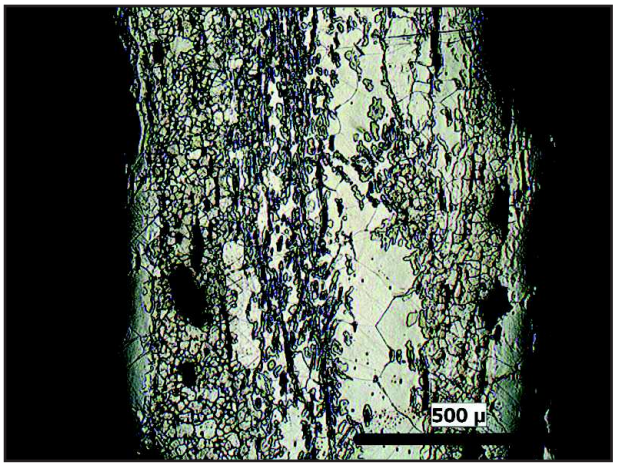
Le dos de la lame présente une pliure du métal sur lui-même soulignée par l'orientation des inclusions. Sa structure ferritique et ferrito-perlitique est grossièrement en bandes (Cliché **1**). Au centre de la lame, la structure est plus carburée (**2**). La zone centrale est de structure ferrito-perlitique (à 0,3-0,4 %C) dont la perlite a subi une transformation (**3**). Cette partie se trouve délimitée par ce qui semble apparaître comme des soudures, l'une en dents de scie, l'autre transversale. Le tranchant quant à lui adopte une structure bainitique (**4**).

Inclusions :

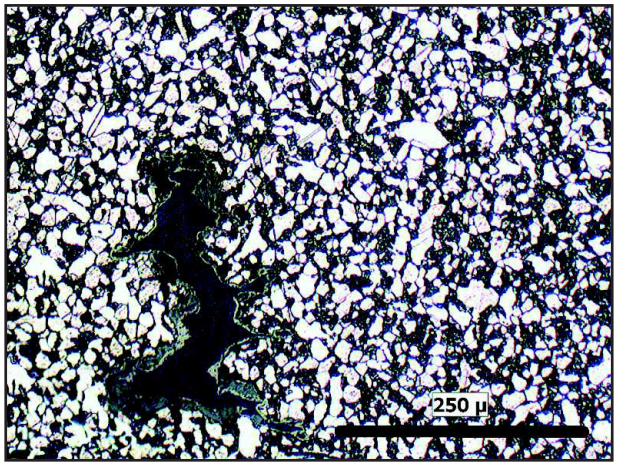
Des inclusions sont présentes dans les différentes parties du métal constituant la lame : tranchant, centre, et dos. On distingue deux groupes de cristallisation. Le premier se caractérise par de gros globules de magnétite/wüstite occupant pratiquement toute l'inclusion. Ces derniers se trouvent en moindres proportions dans les inclusions du second groupe, dont la matrice apparaît sous forme de losange (**5** et **6**) ou de lattes, ou enfin de cristallisation très fine non résoluble. Dans la partie du tranchant, on observe quelques petites inclusions vitreuses (**7** et **8**).

Conclusion partielle :

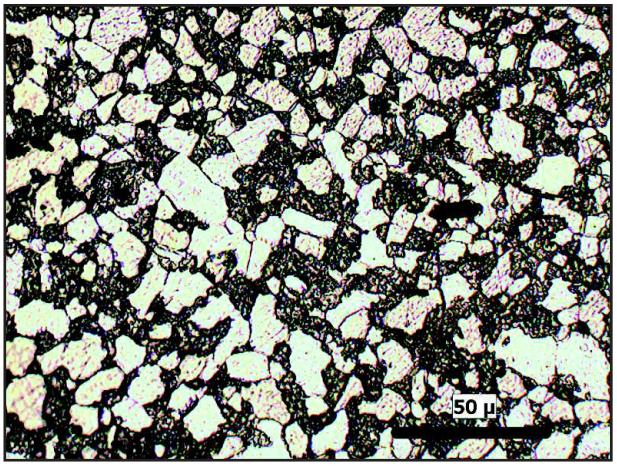
La lame du couteau possède un tranchant en acier rapporté par soudure sur un corps constitué par la superposition de 2 bandes de métal, l'une formant le dos de la lame (ferritique et ferrito-perlitique), l'autre le centre (ferrito-perlitique).



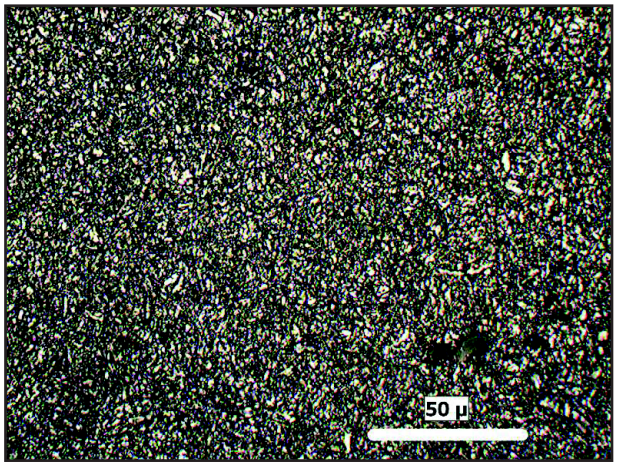
1



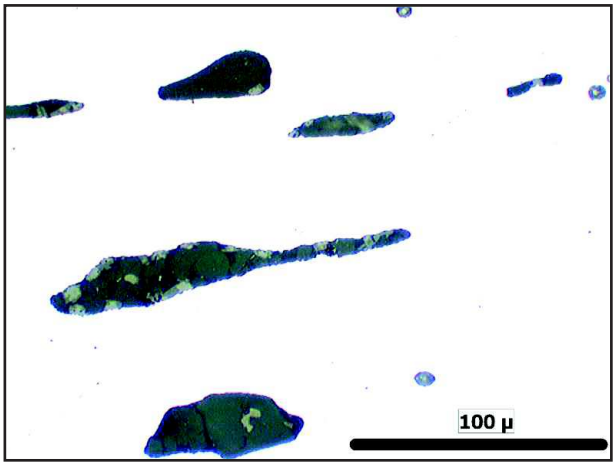
2



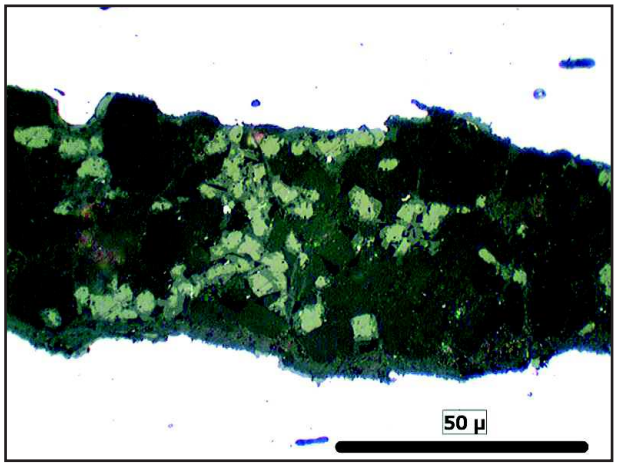
3



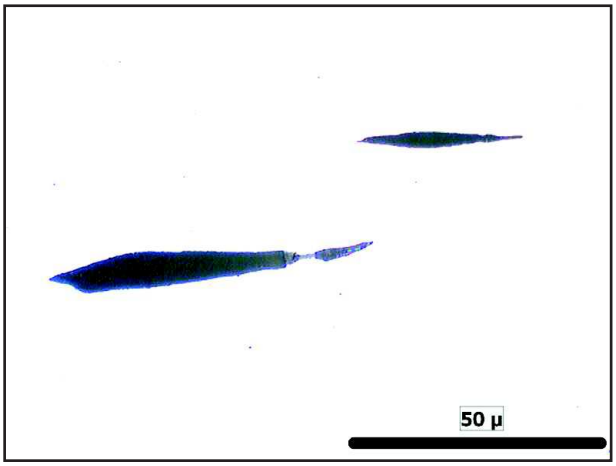
4



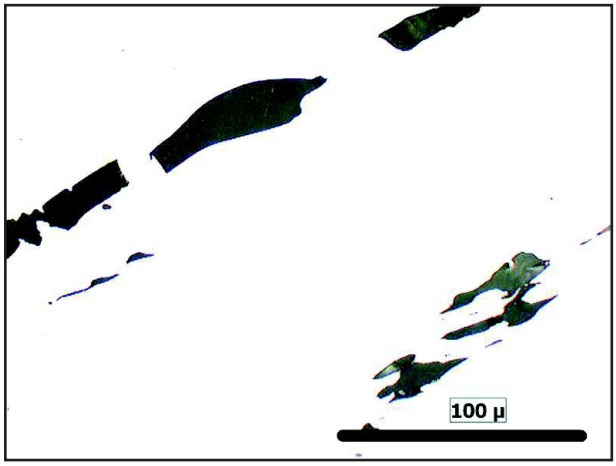
5



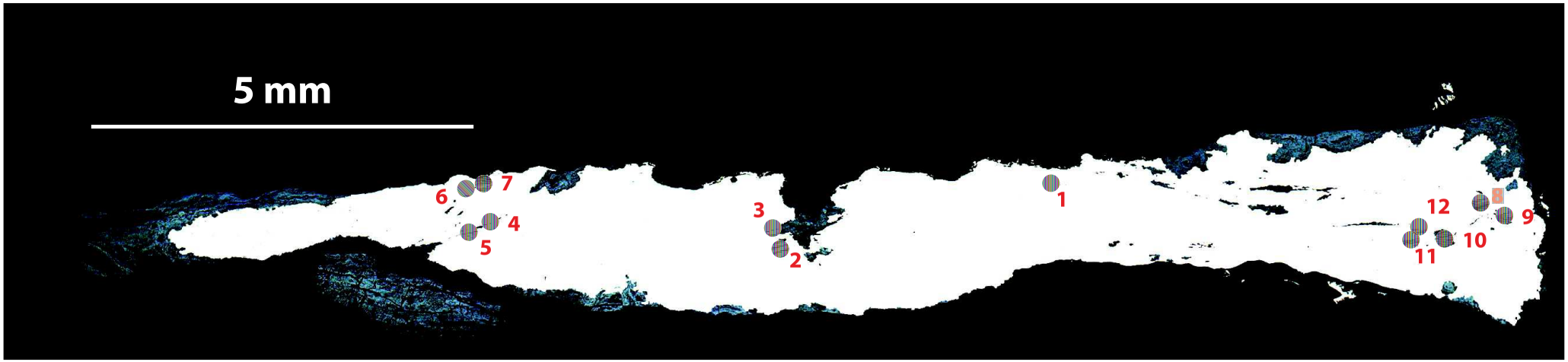
6



7

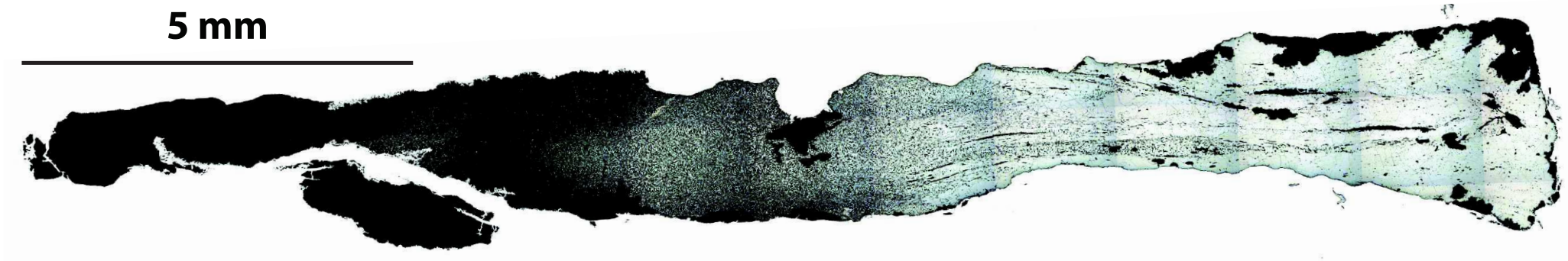


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-1623-001

Catégorie : Objet

Masse : 40 g
Longueur : 50 mm
Largeur : 29 mm
Epaisseur : de 5 à 7 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 0,09 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,030 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Piton (?), fer forgé. Forte et courte tige de section trapézoïdale recourbée à angle droit à son extrémité aplatie en forme de spatule. Section de la tige : 13x9 mm

Structure du métal :

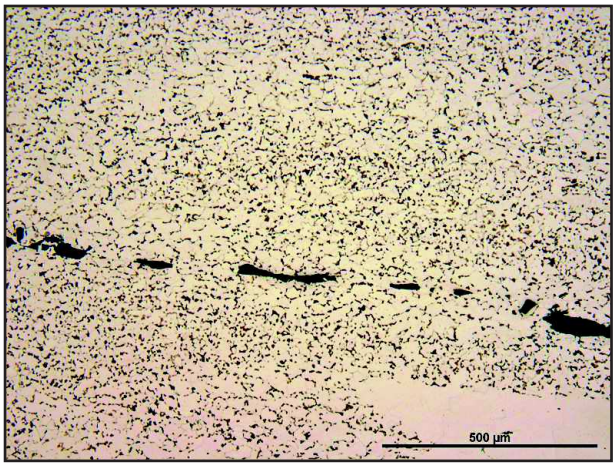
La structure du métal est très majoritairement ferritique. Des plages ferrito-perlitiques, avec des grains de module fin, sont situées dans la zone centrale et sont encadrées par des zones ferritiques. La ferrite présente une granulométrie hétérogène. Les grains présentent des cernes caractérisant une recristallisation. Les grains de ferrite sont aussi localement écrouis, ils se présentent sous la forme de pavés rectangulaires.

Inclusions :

Le métal est très propre. Les rares inclusions visibles sont de petites dimensions, fines et allongées. Elles forment des alignements soulignant la déformation du métal (Cliché **1**). Elles ne présentent pas de cristallisation résoluble au microscope optique.

Conclusion partielle :

La propreté inclusionnaire du métal, la finesse des inclusions, ainsi que la régularité et l'homogénéité des structures métallographiques suggèrent que l'objet a subi une mise en forme relativement poussée.
L'échantillon n'a pu faire l'objet de caractérisation chimique.



1

2

3

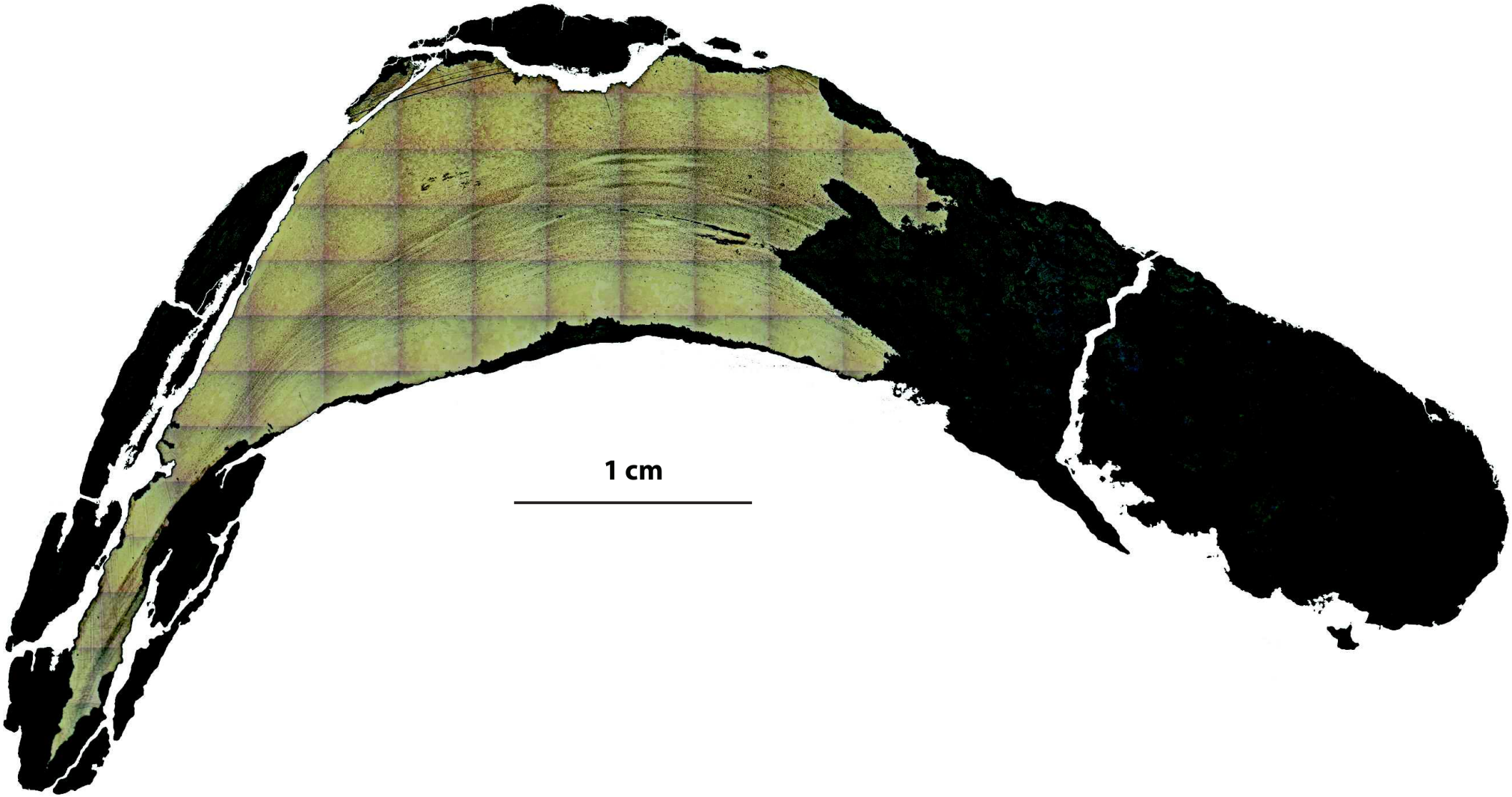
4

5

6

7

8


1 cm

ME-1633/1634-002

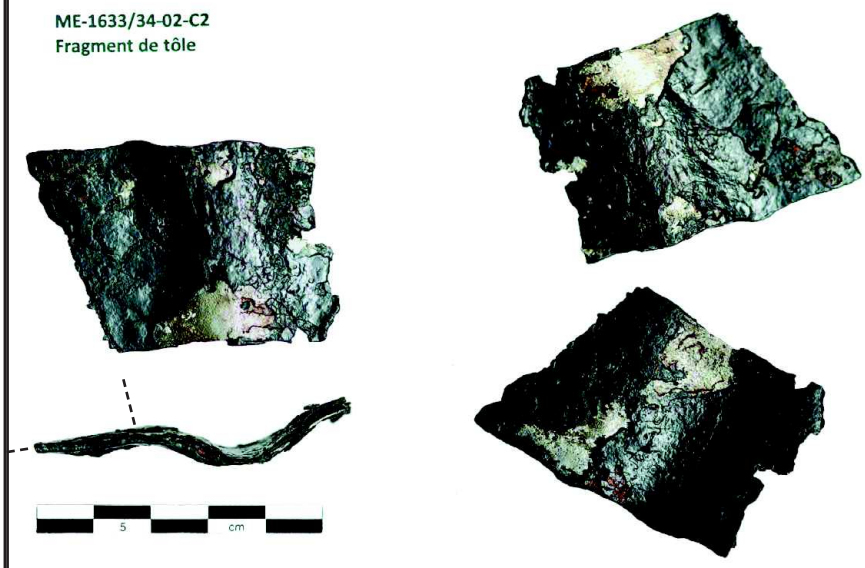
Catégorie : Objet

Masse : 12,5 g
Longueur : 54 mm
Largeur : 40 mm
Epaisseur : de 3 à 5 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : 0,02 %

Remarque(s) : Tôle



Description morphologique :

Pièce métallique en tôle de fer, de forme grossièrement rectangulaire. Les deux bords longitudinaux sont parallèles, les deux bords transervaux sont incomplets. Une ondulation transversale est observable sur l'une des moitiés de la tôle conservée.

Structure du métal :

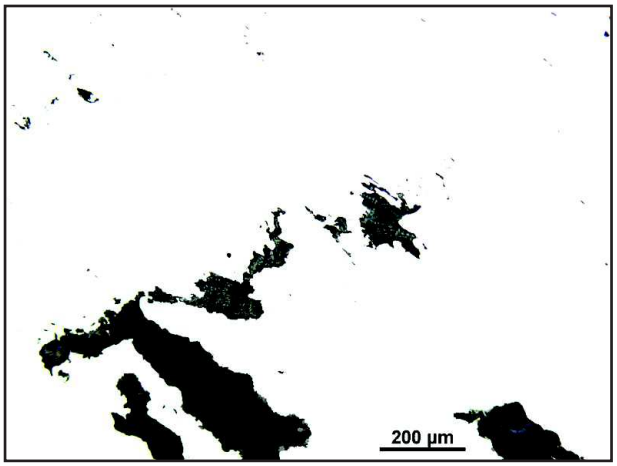
La structure du métal est intégralement ferritique. Les grains sont équiaxes, mais de dimensions variables. La section réalisée révèle plusieurs porosités de dimensions millimétriques, dont certaines pourraient être dues à la corrosion du métal.

Inclusions :

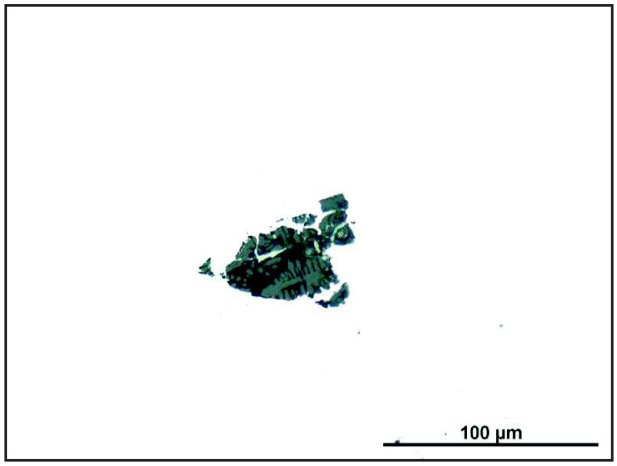
Très peu d'inclusions sont visibles sur la section réalisée. Celles-ci sont de dimensions réduites, de l'ordre de la dizaine de microns. Elles présentent toutes un faciès minéralogique similaire : une matrice fayalitique cristallisée en lattes, dans laquelle se développent des dendrites de wüstite (Clichés **1** et **2**).

Conclusion partielle :

L'objet est un fragment de tôle de fer dont la fonction reste indéterminée. La matrice métallique est propre et constituée uniquement de fer doux.



1



2

3

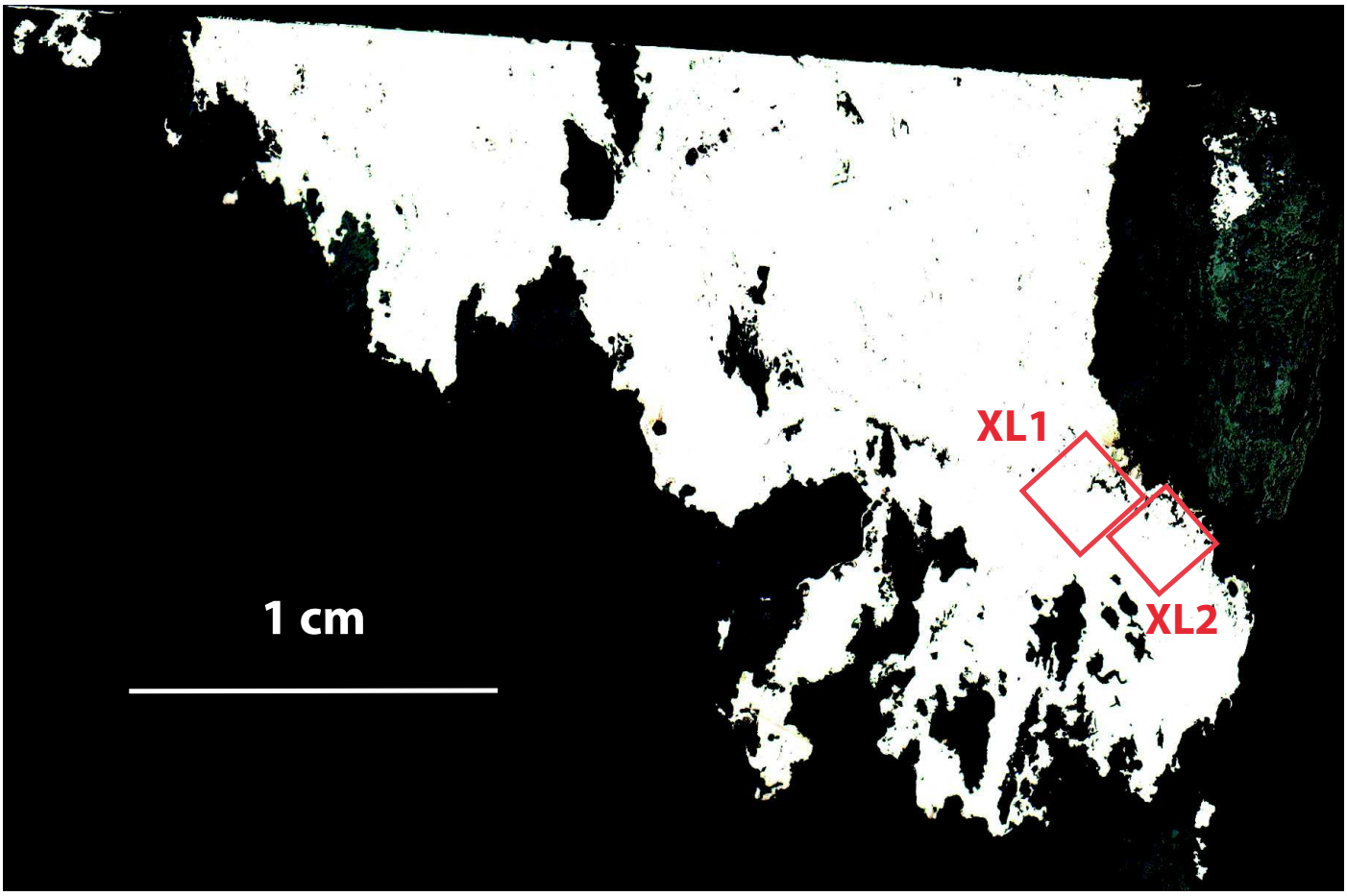
4

5

6

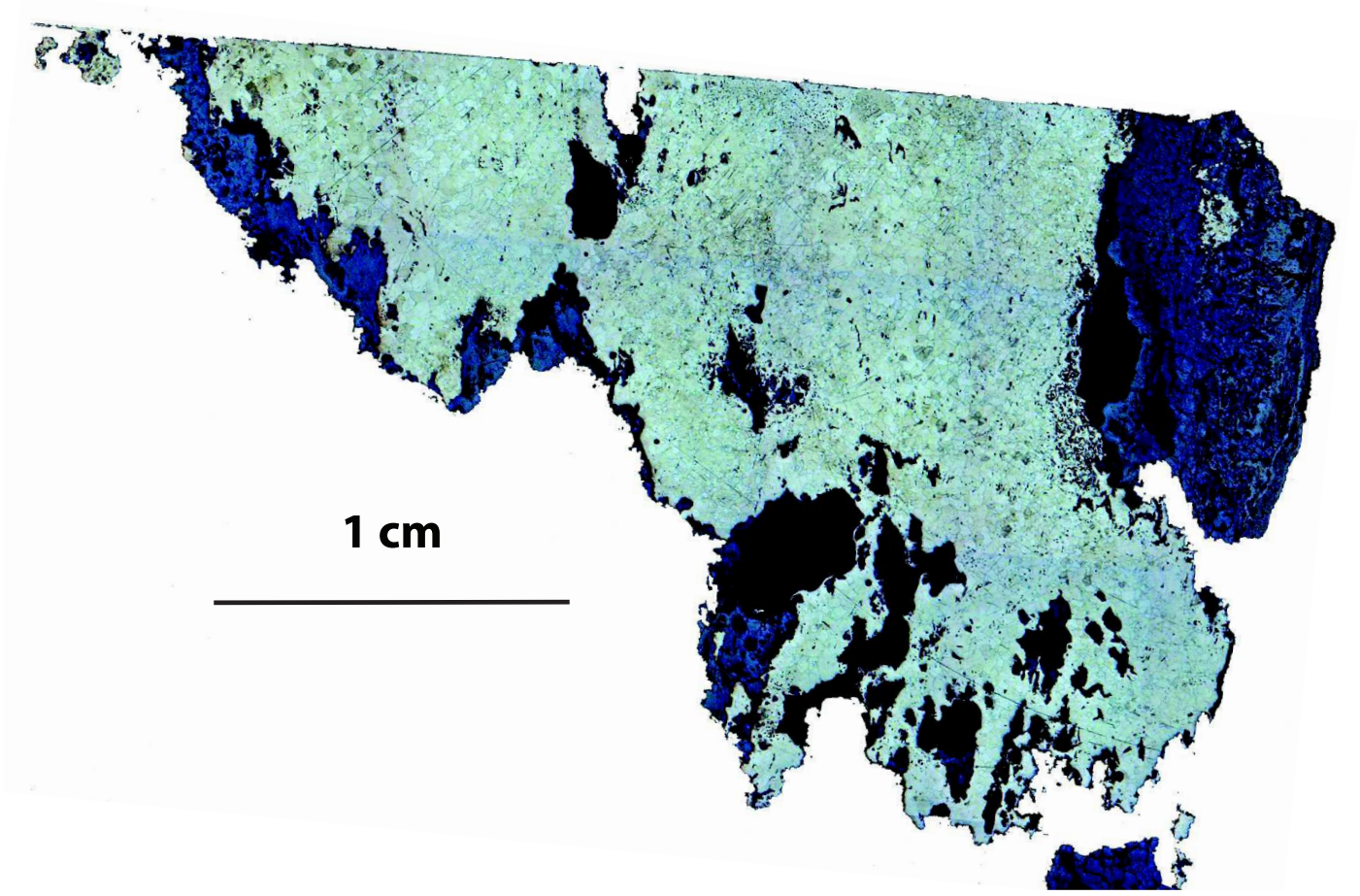
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-1679-002

Catégorie : Objet

Masse : 12,6 g
Longueur tige : 50 mm
Longueur pointe : 25 mm
Section : de 8 à 9 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,3 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,270 %

Remarque(s) : Elément de fixation

Description morphologique :

Fragment de tige en fer de section carrée (9x8 mm), terminée par une extrémité en pointe recourbée à angle droit; l'autre extrémité est peut-être cassée. Evoque un fragment de crampon en fer ou tout au moins un élément de fixation.

Structure du métal :

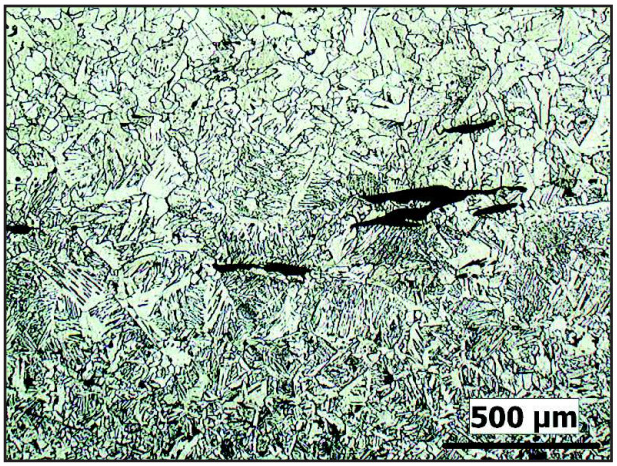
La structure est majoritairement ferrito-perlitique. Les grains de ferrite adoptent une structure en widmannstätten (Cliché **1**). On observe une alternance de bandes plus carburées (perlito-ferritique) (**2**), ou plus ferritiques (surtout vers la pointe), dont les grains contiennent des marbrures (**3**), plus vraisemblablement liées à un phénomène de recristallisation.

Inclusions :

Les inclusions sont majoritairement allongées aux contours plus ou moins réguliers. D'autres montrent des contours beaucoup plus sinueux, indiquant une action d'écrasement plutôt que d'allongement. De petites inclusions sous forme de billes sont également observables. elles sont toutes plus ou moins parallèles aux surfaces. Les plus grandes inclusions mesurent plusieurs centaines de microns et sont plus ou moins fines (jusqu'à 80 µ). Plusieurs faciès minéralogiques sont observables. Certaines inclusions présentent une matrice amorphe, contenant ou non des globules de wüstite (**4**). D'autres montrent une matrice finement cristallisée comprenant de petits globules sombres (**5**). Certaines enfin présentent une cristallisation en lattes comprenant de fines dendrites ou des globules de wüstite (**6**).

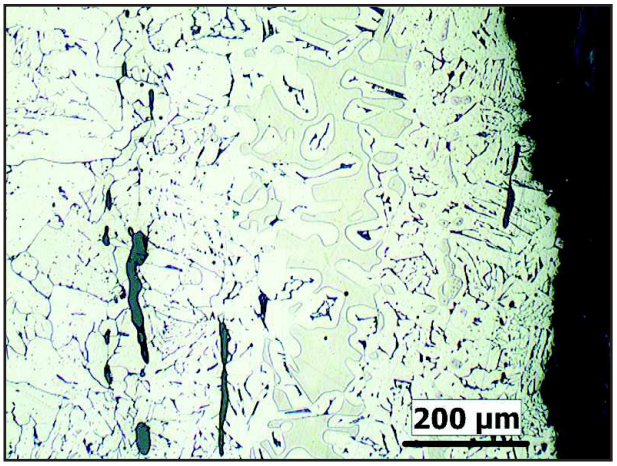
Conclusion partielle :

L'organisation des structures souligne la mise en forme du métal par allongement. La morphologie et les dimensions des inclusions suggèrent quant à elle que le métal a subi une quantité de travail relativement réduite.

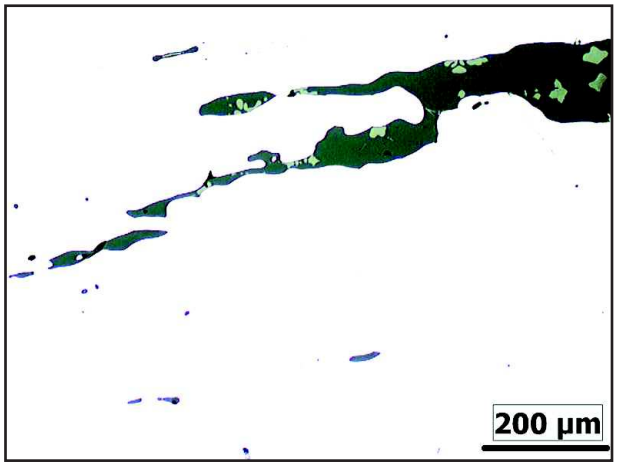


1

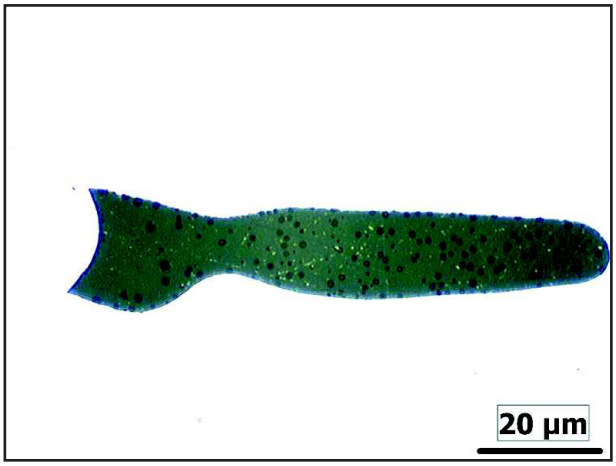
2



3



4

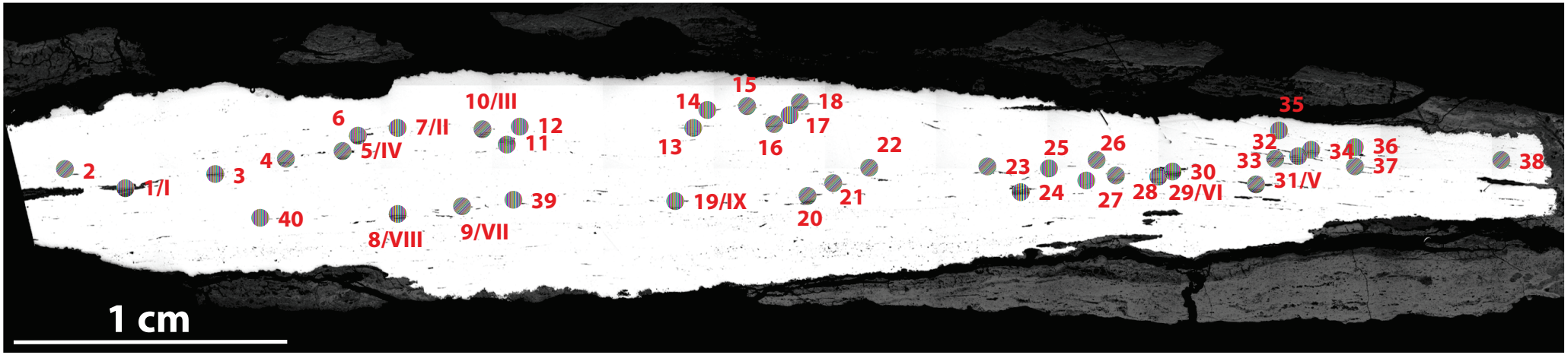


5

6

7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique

ME-1841-002

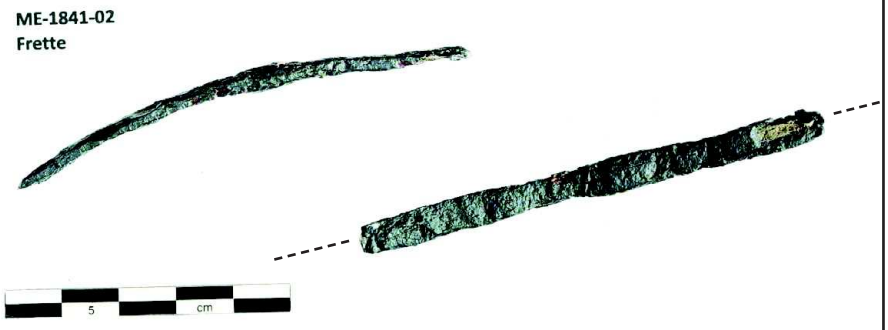
Catégorie : Objet

Masse : 5,7 g
Longueur : 84 mm
Largeur : 7 mm
Epaisseur : 3 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,85 %

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) : Frette ?



Description morphologique :

Fer plat en forme de ruban, de section demi-ovalaire, légèrement courbe. Il s'agit d'une tige pouvant être un fragment d'objet (frette) ou une chute-bande. L'objet semble cassé aux deux extrémités.

Structure du métal :

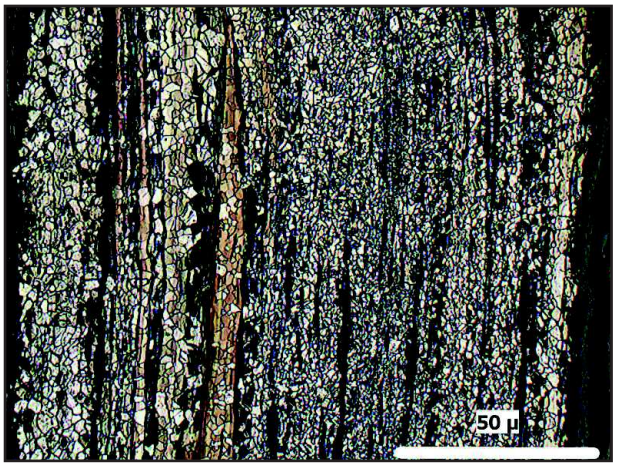
Le métal constituant le ruban est compact, sans porosités. Il présente une structure en bandes longitudinales formée d'une dizaine de couches superposées , ferritiques et ferrito-perlitiques, qui semblent délimitées (Cliché **1)** par des alignements d'inclusions surlignés parfois par un liseré clair. Les grains, de forme majoritairement équigranulaire, parfois aciculaire, ont une taille moyenne. On remarque une bande à gros grains pouvant signaler la présence de phosphore (**2**). Vers l'arrière, on observe des bandes présentant une structure de ferrito-perlitique à perlito-ferritique (**3**).

Inclusions :

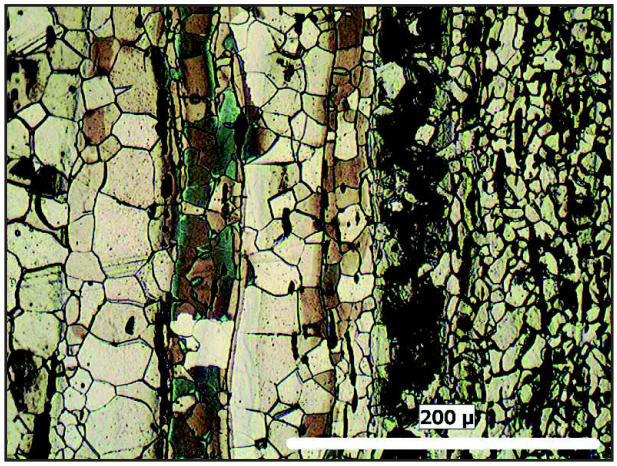
La section montre une quantité importante d'inclusions plus ou moins alignées, réparties sur toute la surface toutes orientées dans le même sens longitudinal que les couches du feuilletage dont elles soulignent de manière discontinue les limites. Elles sont plus ou moins épaisses et leur morphologie est variable, certaines sont brisées en plusieurs segments (**4**). On distingue deux groupes de cristallisation dans les inclusions de scorie. Le premier se caractérise par de gros globules de magnétite/wüstite occupant pratiquement toute l'inclusion (**5**). Ils sont absents dans les autres inclusions, dont la matrice apparaît sous forme de cristaux polygonaux (**6**) ou de lattes, de cristallisation très fine non résoluble ou enfin vitreuse. Certaines contiennent de manière ponctuelle des cristaux gris foncé en bâtonnets (**7**), ou des spinelles en forme d'aiguilles (**8**).

Conclusion partielle :

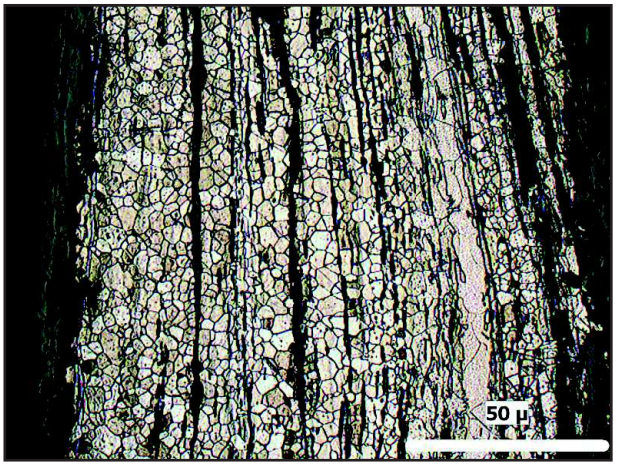
La majorité des inclusions sont orientées selon un axe longitudinal, soulignant la déformation du métal par allongement. Les formes complexes de certaines inclusions résultent de la déformation de parcelles de scorie plus étendues.



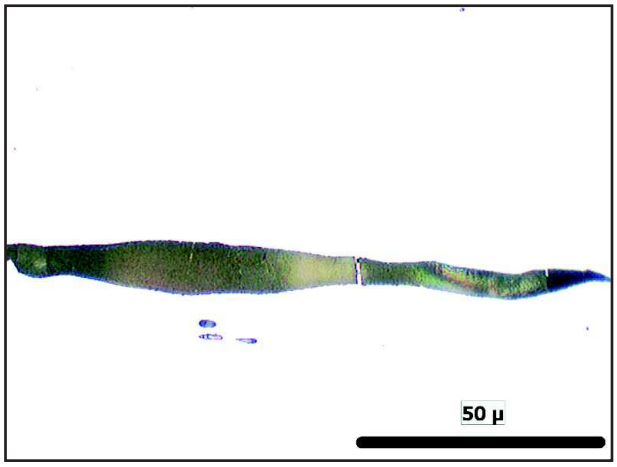
1



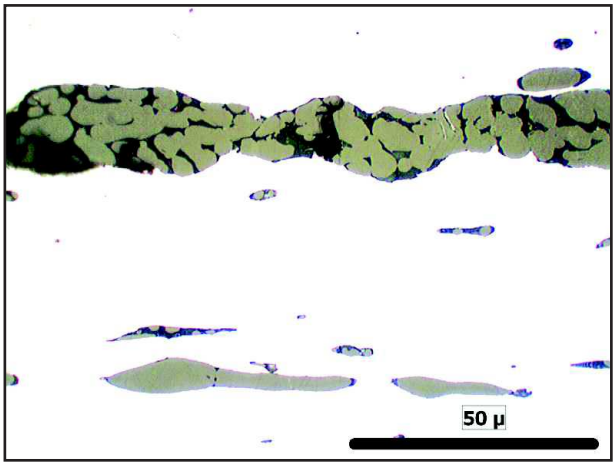
2



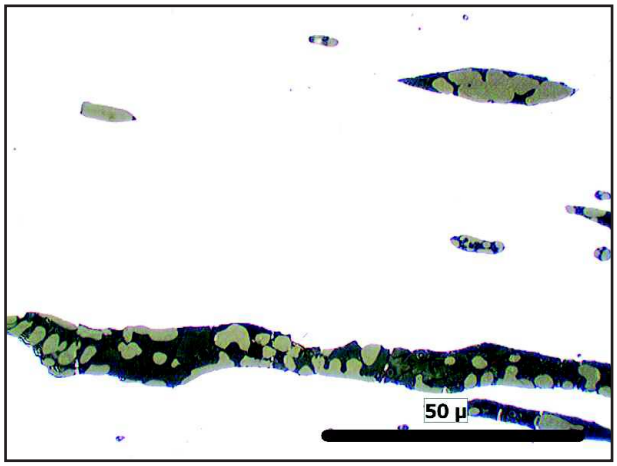
3



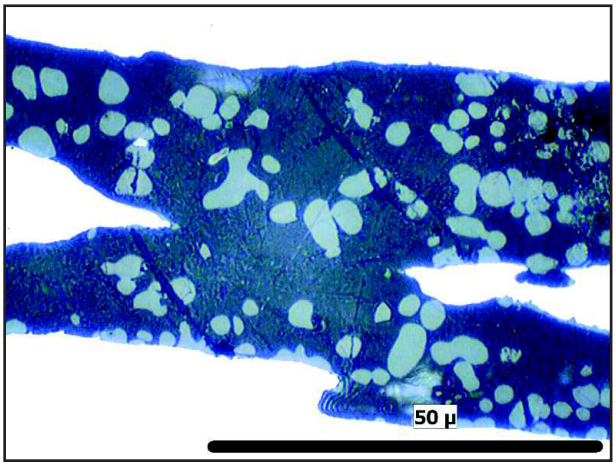
4



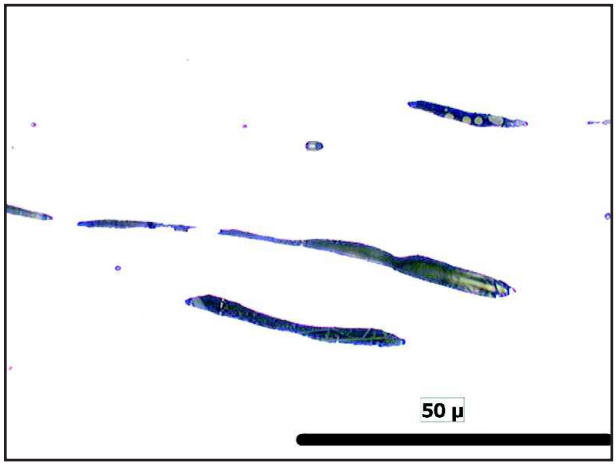
5



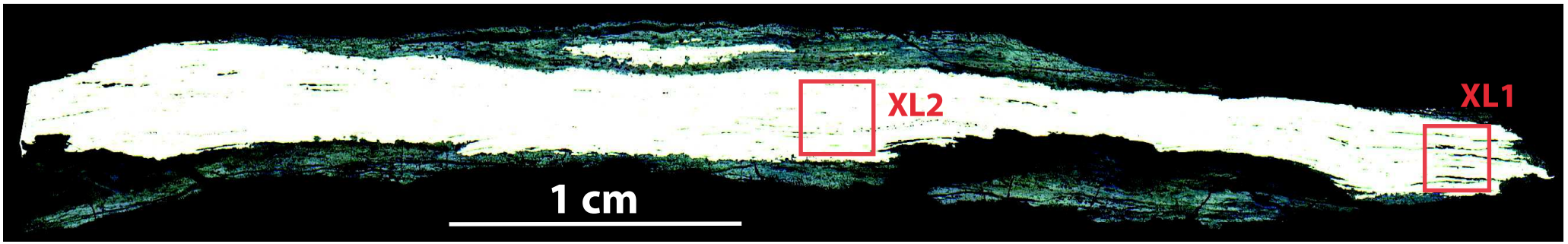
6



7



8



Repérage des analyses chimiques

ME-1860-003

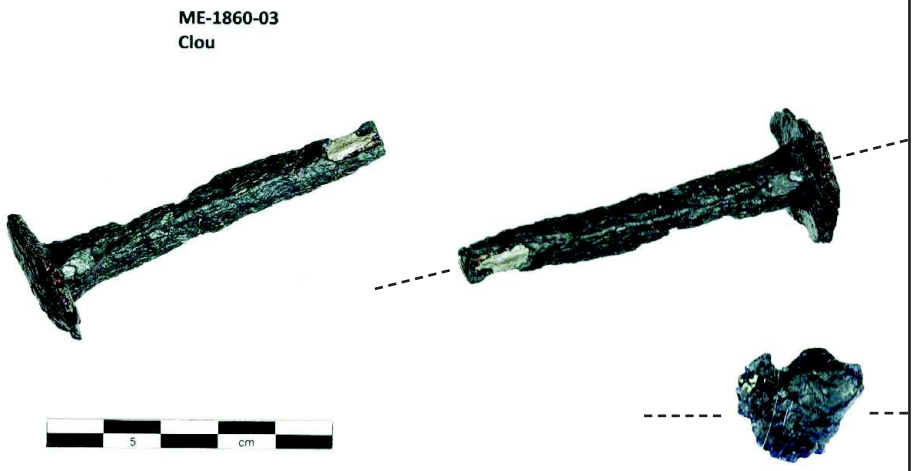
Catégorie : Objet

Masse : 21,5 g
Longueur : 67 mm
Largeur tige : 8 mm
Epaisseur tige : 6 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 0,79 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,068 %

Remarque(s) : Clou



Description morphologique :

Clou droit, fer forgé, tête ronde aplatie (24x22), tige de section rectangulaire (8x6mm) (L. 67 mm).

Structure du métal :

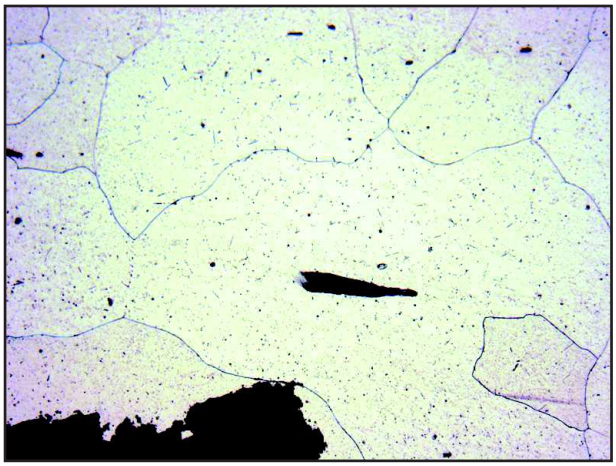
La structure du métal est très majoritairement ferritique (Cliché **1**), mais la taille des grains est très hétérogène. Majoritairement, les dimensions de ces derniers ne dépassent pas la dizaine de microns, mais on peut observer des grains de taille plus importante, notamment au niveau de la tête du clou, ainsi que sur une bordure de la tige. Les grains sont organisés en bandes au niveau d'une des surfaces de la tige. Très localement, on observe une légère carburation du métal en bordure de la tige, avec un acier hypoeutectoïde à 0,1-0,2 % de C (**2**). La tête présente une fissure de 2 à 3 millimètres de longueur ainsi qu'un réseau de petites fissures moins importantes. Quelques fissures sont également observables au centre de la tige du clou. Le métal est affecté par de la corrosion, majoritairement au niveau de la tête et du centre de la tige.

Inclusions :

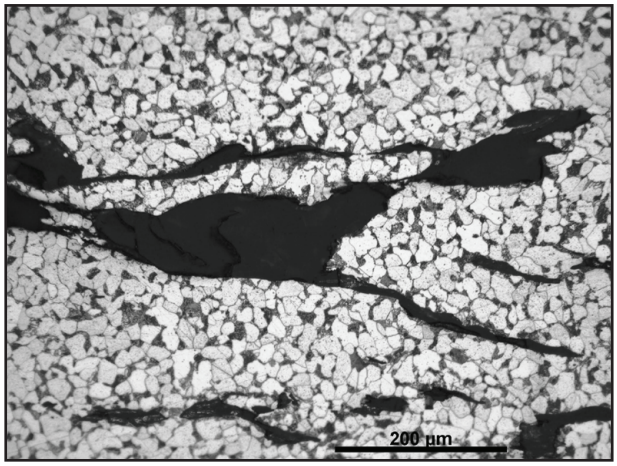
La propreté inclusionnaire de l'objet est bonne. Les inclusions sont globalement groupées au sein du métal, et forment des alignements. La plupart sont allongées et fines, mais certaines présentent des formes plus trapues, et l'une ou l'autre montre bien la déformation-écrasement de la scorie au sein du métal. Les dimensions sont variables, de l'ordre de quelques dizaines à plusieurs centaines de microns de longueur. Elles se composent pour une part d'entre elles d'une matrice totalement amorphe (**3**). D'autres sont formées de gros cristaux aux angles arrondis (**4**), et pour l'autre d'une proportion importante de wüstite dans une matrice fayalitique (**5**).

Conclusion partielle :

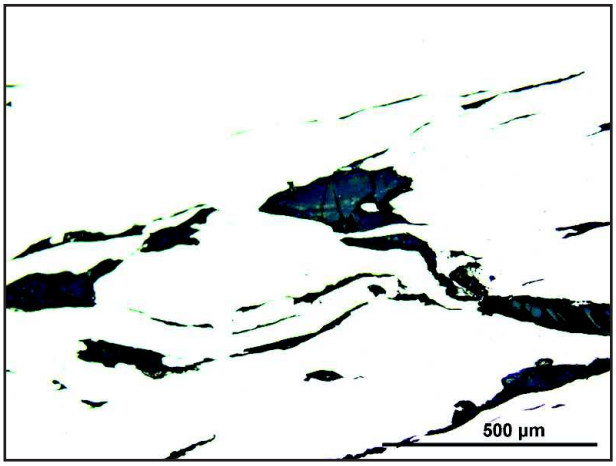
Il s'agit certainement d'un clou de charpente ou de menuiserie.



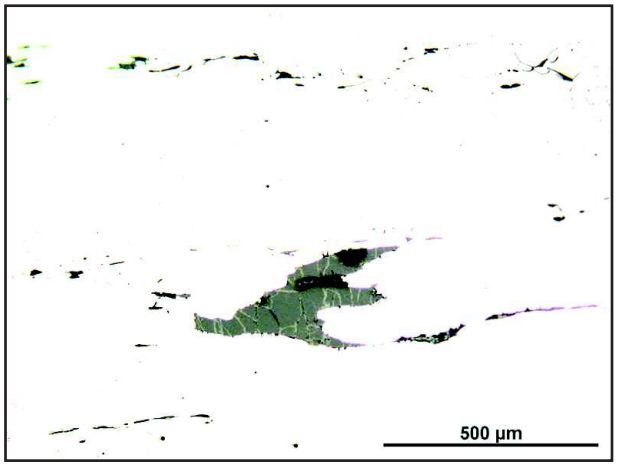
1



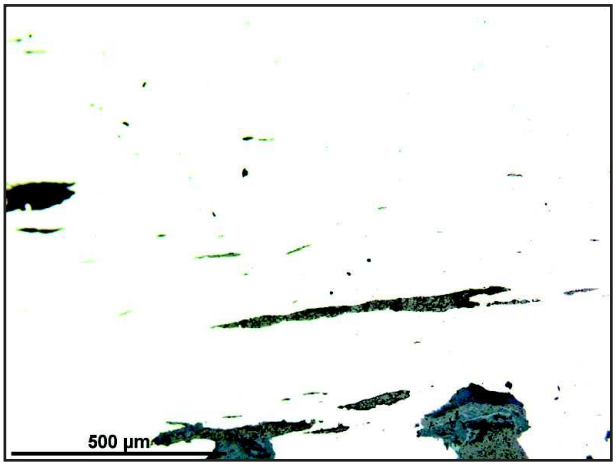
2



3



4

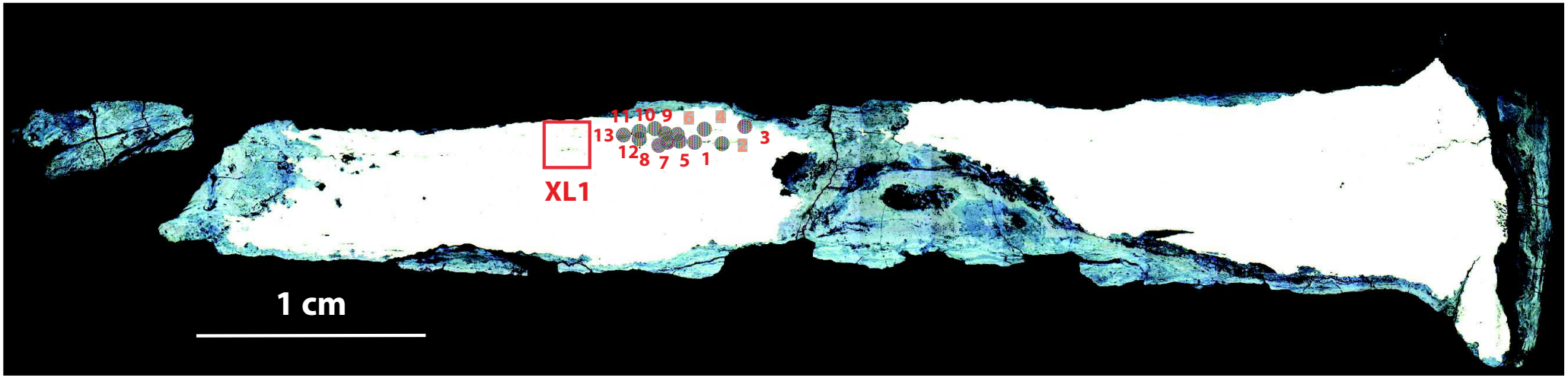


5

6

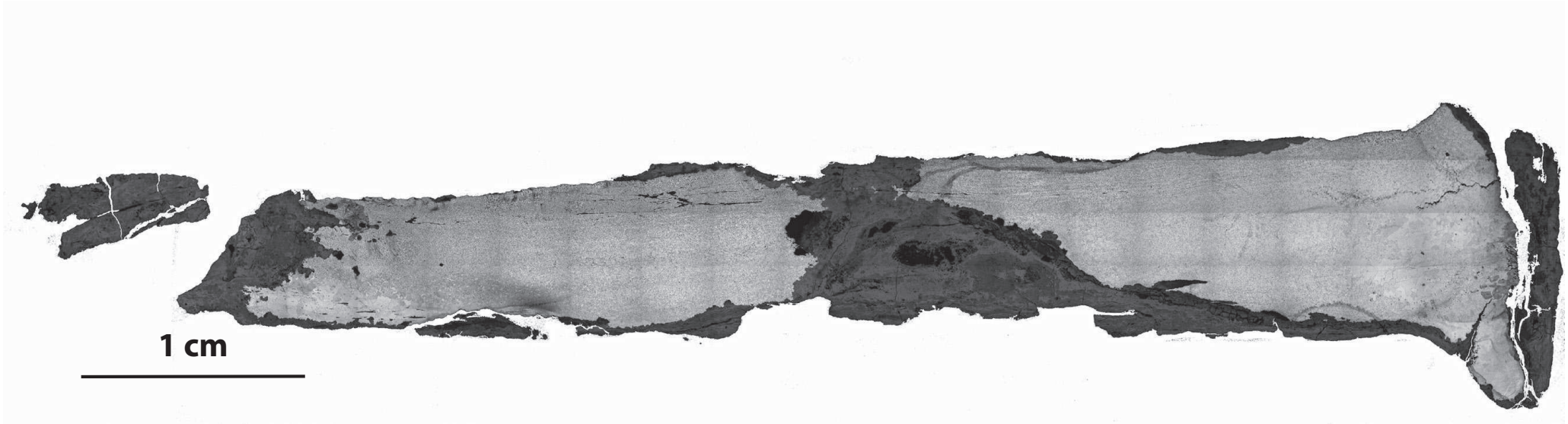
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-1896-002

Catégorie : Objet

Masse : 8,3 g
Longueur : 43 mm
Largeur : 11 mm
Epaisseur : 11 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,27 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,036 %

Remarque(s) : Fragment de tige

Description morphologique :

Fragment de tige de section rectangulaire, s'affinant à une extrémité. Il présente une forme irrégulière, probablement due à son état très corrodé (gonflement par les oxydes).

Structure du métal :

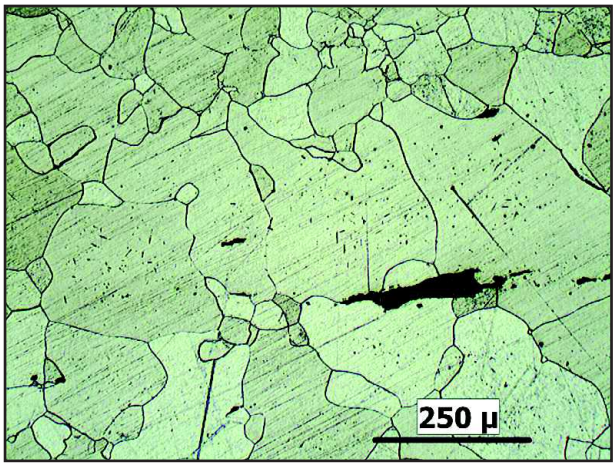
Structure presqu'exclusivement ferritique, majoritairement à gros grains (Cliché **1)**, mais leur taille est néanmoins variable. Très localement, de petites plages de structure perlitique s'insèrent dans des recristallisations de grains de ferrite. Ponctuellement, des marbrures sont observables.

Inclusions :

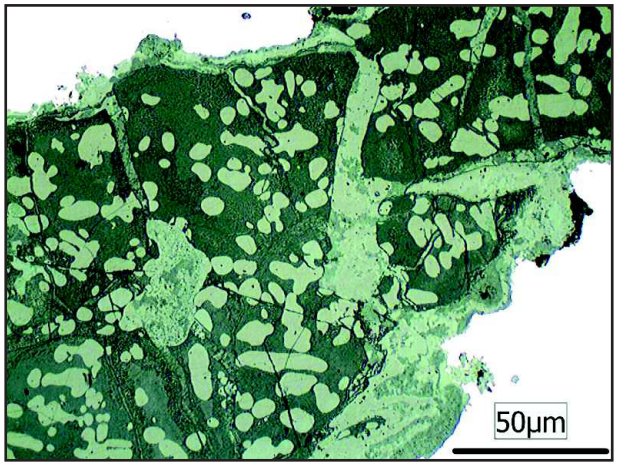
Les inclusions observent une répartition hétérogène au sein de la matrice métallique. On peut observer par exemple des groupes d'inclusions fines et allongées dont l'orientation peut diverger des surfaces. Elles sont parfois accompagnées d'inclusions plus épaisses. Certaines débouchent sur les surfaces. Le faciès minéralogique s'avère relativement homogène, puisqu'on observe la présence récurrente de wüstite sous la forme de globules ou de dendrites (**2** et **3)**. Des groupes de petites inclusions (qques microns), composées presqu'exclusivement de wüstite/magnétite sont également présents sur la section (**4)**.

Conclusion partielle :

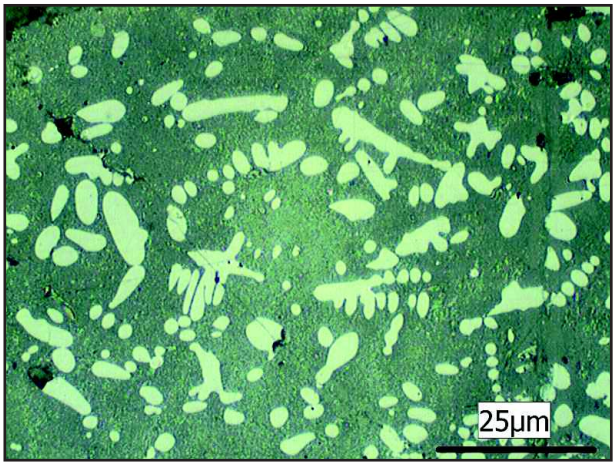
La prédominance d'oxydes de fer liés à une oxydation à chaud suggère que les inclusions seraient à associer à des phases de travail post-réduction.



1



2



3

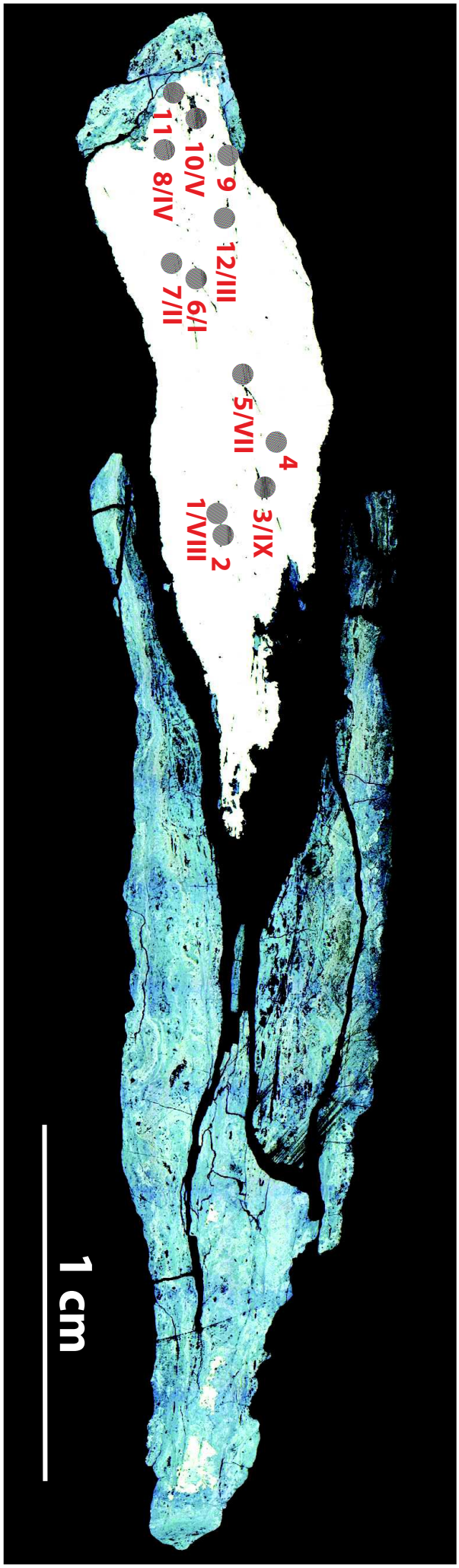
4

5

6

7

8


11
10/V
8/IV
9
12/IIII
7/II
6/I
5/VII
4
3/IX
1/VIII
2
1 cm

ME-2060-004

Catégorie : Objet

Masse : g
Longueur : 101 mm
Largeur : 78 mm
Epaisseur : 14 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 0,36 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,02 %

Remarque(s) : Fer

Description morphologique :

Fer massif, étroit et à rives linéaires. L'extrémité antérieure, relativement aplatie, comporte un talon à profil convexe replié à 90°. A l'opposé, les crampons, repliés à 90°, sont assez développés. La fixation était assurée par 5 clous engagés dans des étampures rectangulaires soigneusement réalisées, dépourvues de contrepercures allongées.

Structure du métal :

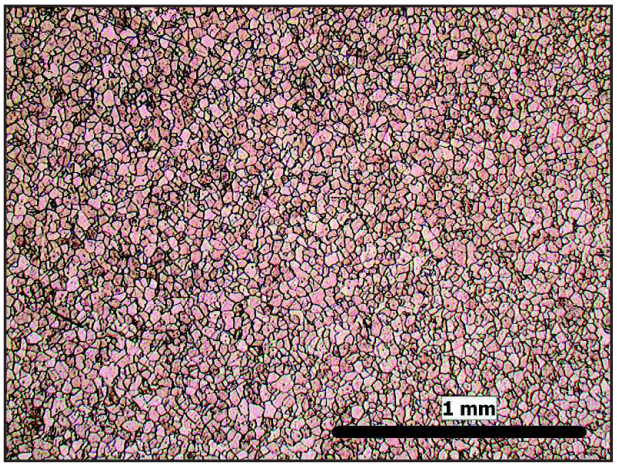
La structure du métal est exclusivement ferritique. De très petites dimensions (environ 10 microns), les grains présentent une taille relativement homogène. Ils sont très majoritairement equiaxes (Cliché **1**). Une structure en bandes, se distinguant par de légères variations de dimensions des grains (**2**), souligne la déformation du métal, notamment au niveau des talons (**3**).

Inclusions :

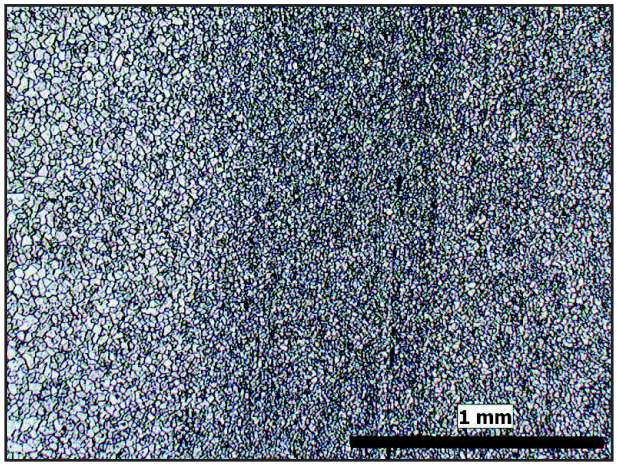
La propreté inclusionnaire du métal est excellente. Les inclusions sont, pour la majorité, fines et allongées. Elles forment des alignements (**4**). De très petites inclusions globulaires (quelques microns de diamètre) sont également observables (**5**). Les inclusions sont majoritairement composées de globules de wüstite, se développant au sein d'une matrice à cristallisation très fine (**6**). Dans certains cas, il est possible d'observer des lattes de fayalite (**7**). Les inclusions globulaires sont quant à elles vitreuses (**5**).

Conclusion partielle :

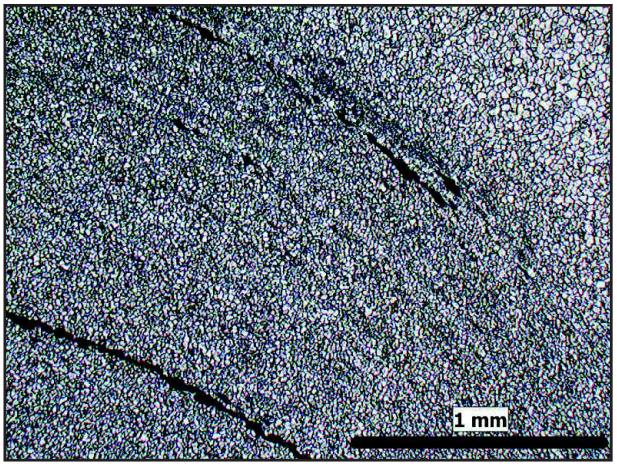
Le métal est compact, très propre et exclusivement ferritique, ce qui dénote un travail de mise en forme poussé. La taille des grains de ferrite est très homogène. Les grains sont de petite taille, ce qui suggère un refroidissement rapide ou des chauffes à basse température.



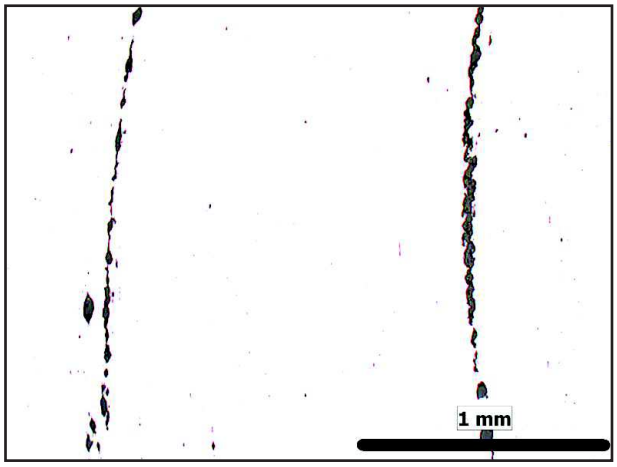
1



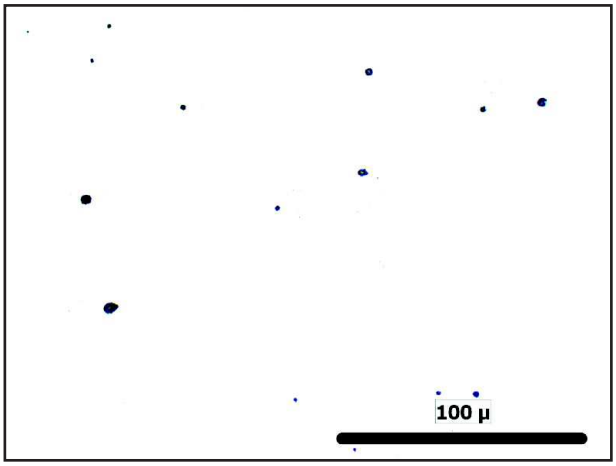
2



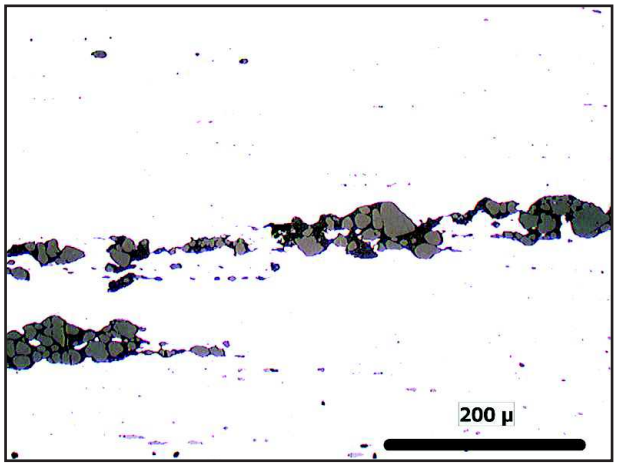
3



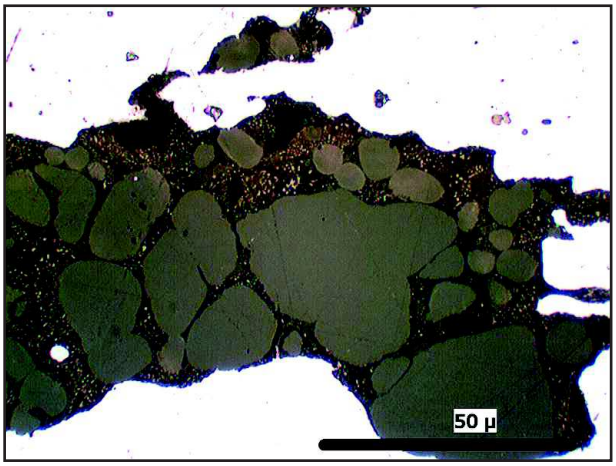
4



5

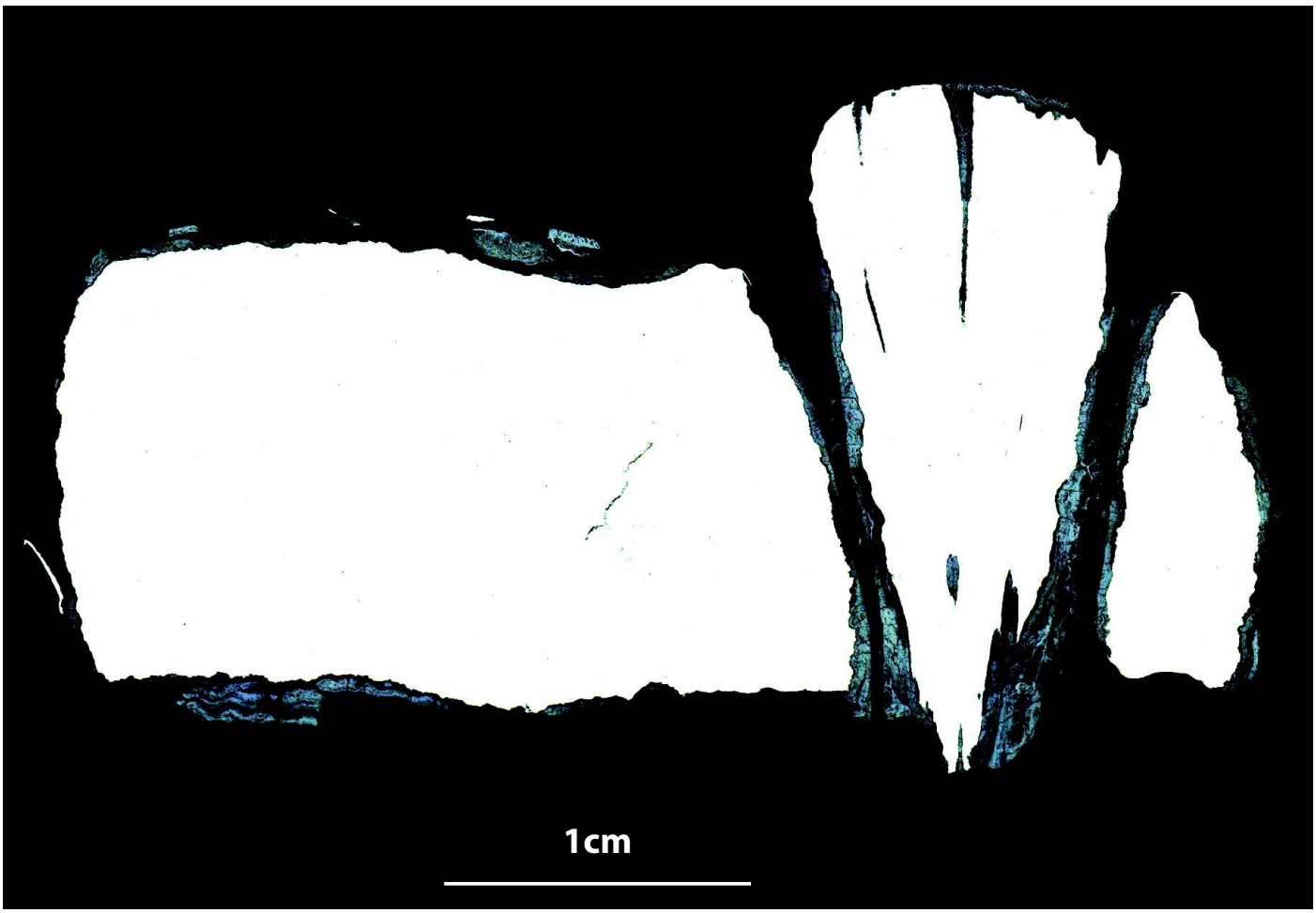


6



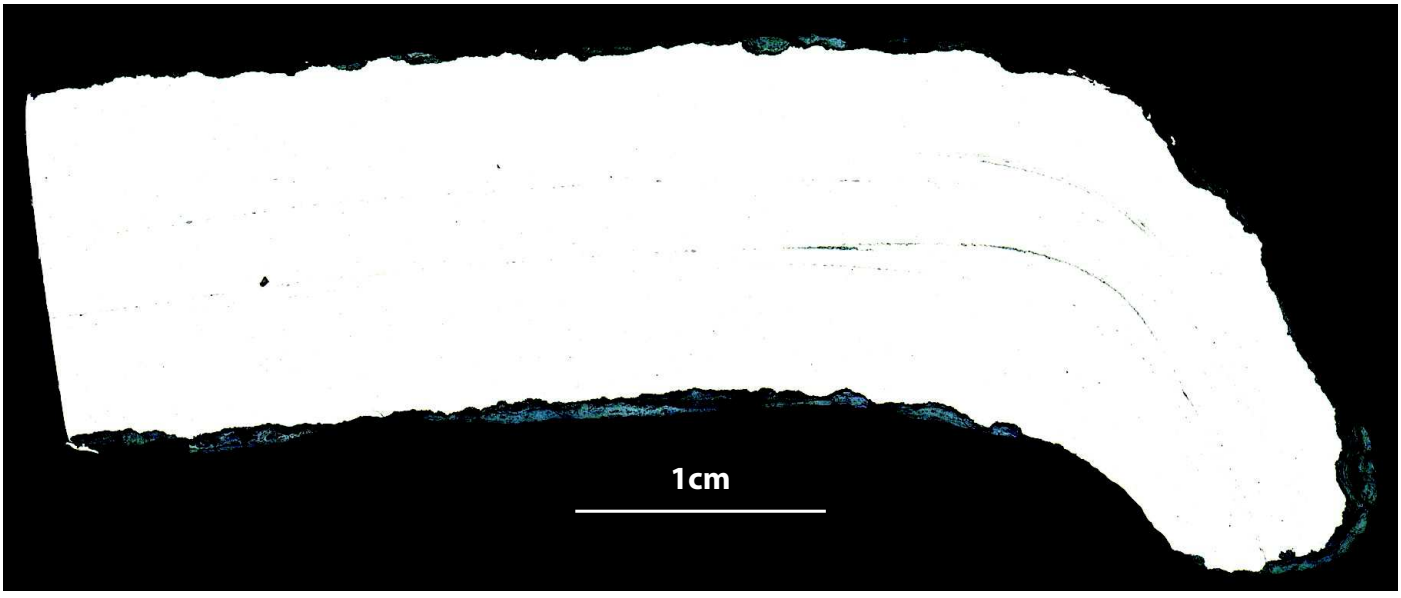
7

8



Section polie transversale

Section polie longitudinale



ME-2077-002

Catégorie : Objet

Masse : 24 g
Longueur : 129 mm
Largeur : 25 mm
Epaisseur : 3 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,34 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,240 %

Remarque(s) : Fragment de couteau

Description morphologique :

Fragment de couteau en fer forgé. La lame est complète. La soie est quant à elle brisée (30mm restants), et presque aussi large que la lame. Un décrochement est visible entre le dos de la lame et la soie. Le tranchant est à peine concave (courbure due à l'utilisation). Le dos, rectiligne, est fortement busqué vers la pointe.

Structure du métal :

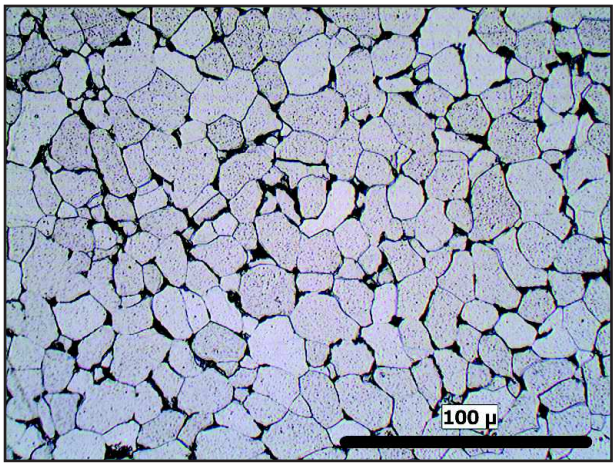
Le corps de la lame ne présente pas de feuilletage visible. Un tranchant a été rapporté au moyen d'une soudure en bec de flûte (Cf. section *infra*). Le dos de la lame est formé d'un métal ferritique (Cliché **1)** et ferrito-perlitique à grains fins et équiaxes. La taille des grains tend à augmenter à proximité de la soudure. Au niveau de l'assemblage, entre le tranchant en acier et le corps plutôt ferritique, il s'établit un gradient de teneur en carbone qui forme une zone de transition ferrito-perlitique. Un liseré plus clair marque la zone de jonction. Le tranchant possède une structure perlitique (**2**). Vers l'extrémité, elle est bainitique (**3**) ce qui témoigne d'un traitement thermique.

Inclusions :

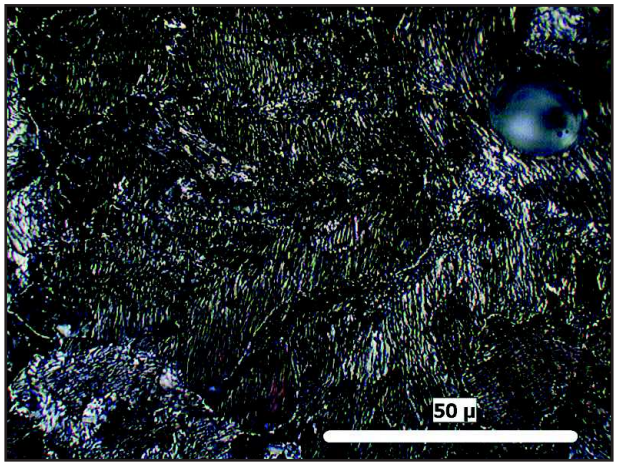
Les inclusions sont réparties de manière hétérogène. Elles sont peu nombreuses dans le dos de la lame, et de surcroît de petite taille. A proximité de la soudure, des groupes d'inclusions sont certainement liées à la mise en place de cette dernière : l'un, sous une forme grossière d'alignement, présente une orientation transversale. L'ensemble des inclusions sont cristallisées sous forme de lattes(**4**), en petits cubes aux bords émoussés (**5**). Elles peuvent contenir des globules de wüstite/magnétite (**6**). Vers le tranchant, des inclusions fines et allongées sont visibles, en quantités plus importantes que dans le dos, et présentent un aspect tantôt irisé (**7**), tantôt à tendance vitreuse (**8**). On peut également observer, dans ces zones, des inclusions subcirculaires de petite taille.

Conclusion partielle :

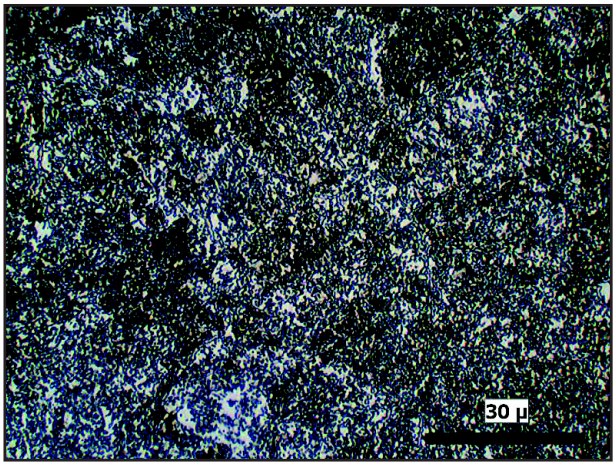
La lame du couteau possède un tranchant en acier rapporté par soudure. La structure du dos de la lame est globalement homogène, et peu carburée. Le centre de la lame contient plus d'inclusions. La structure du métal du tranchant marque un traitement thermique.



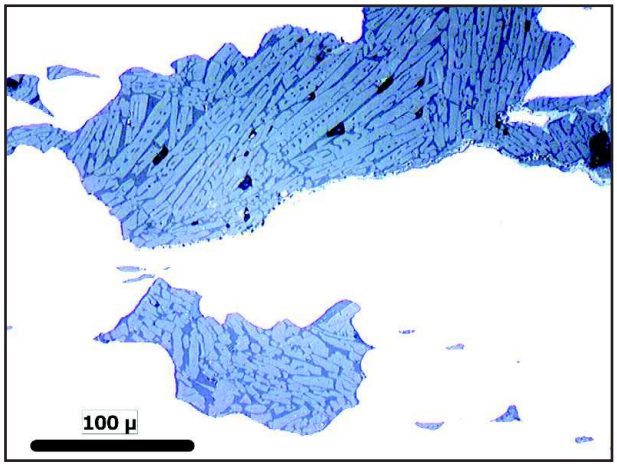
1



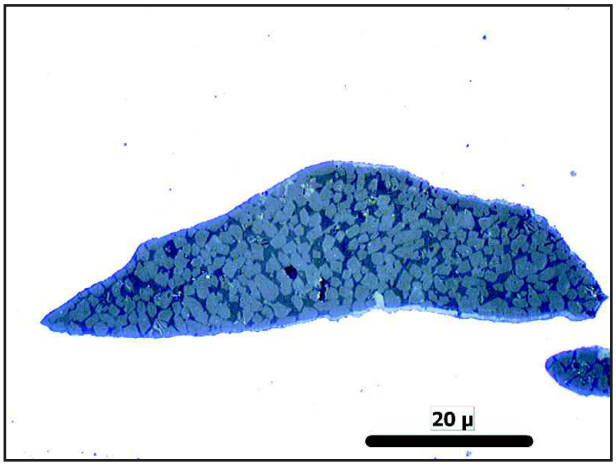
2



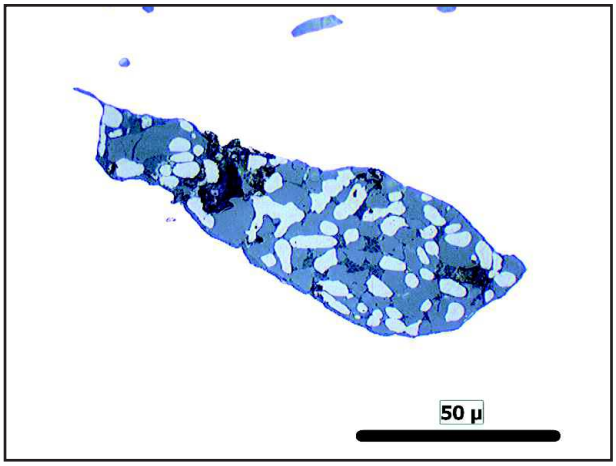
3



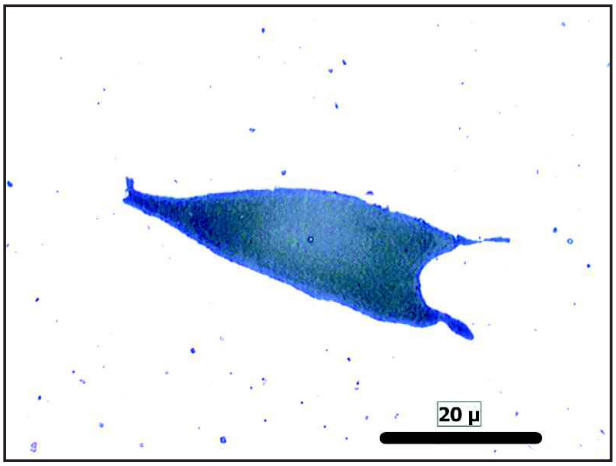
4



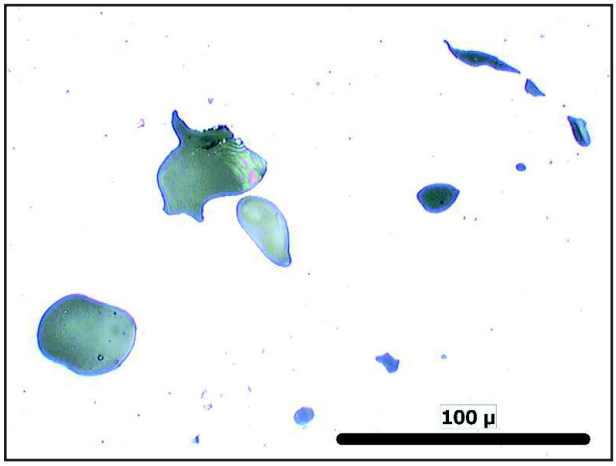
5



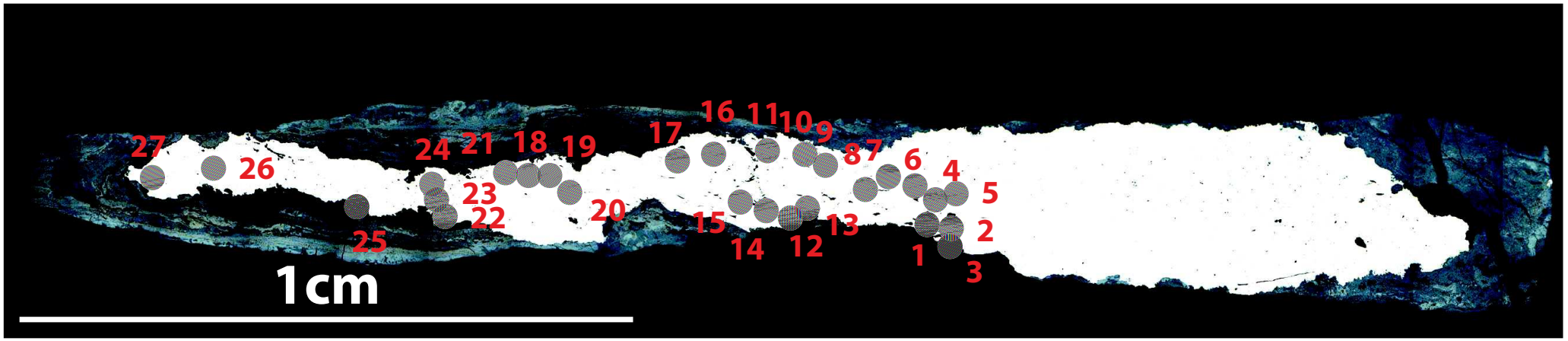
6



7

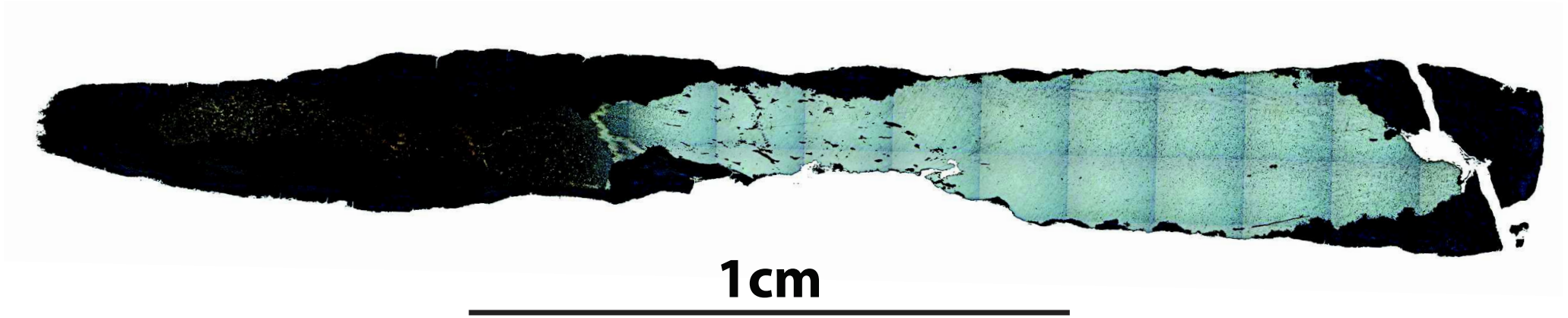


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-2122-001

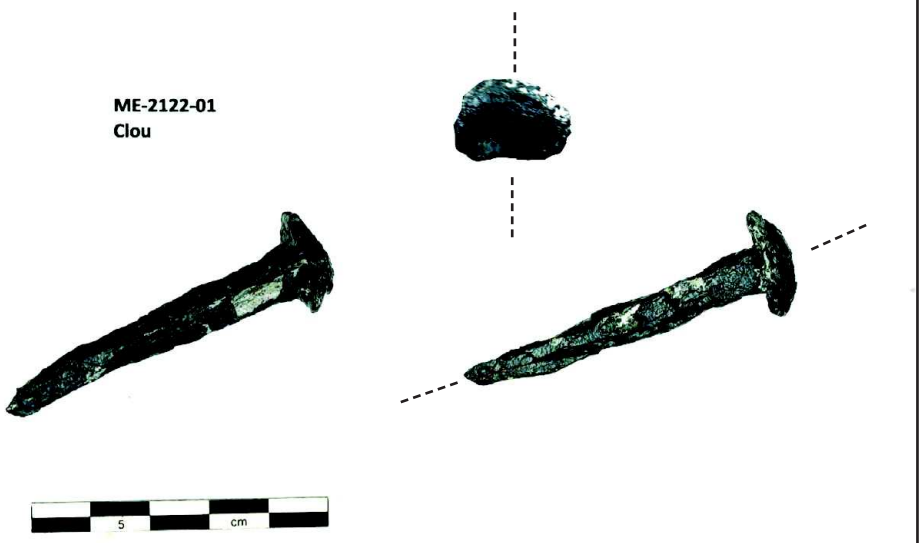
Catégorie : Objet

Masse : 14 g
Section tige : 7 par 7 mm
Dimensions tête : 21 par 21 mm
Longueur : 60 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,78 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,200 %

Remarque(s) :



Description morphologique :

Clou droit en fer forgé, à tête rectangulaire.

Structure du métal :

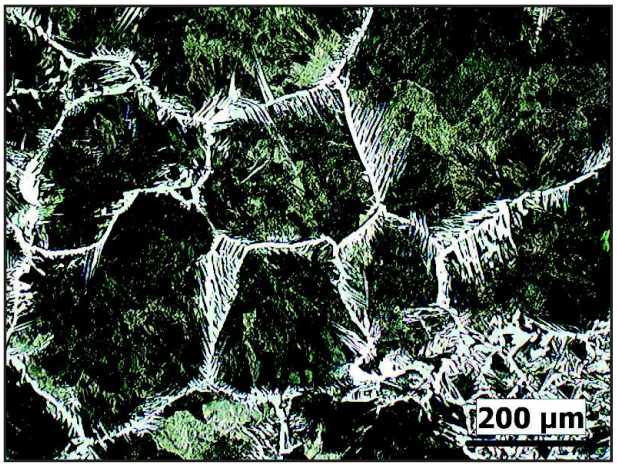
La tige du clou est corrodée en quasi totalité. La partie conservée présente majoritairement une structure hypoeutectoïde à 0,6-0,7 % C (Cliché **1**). La tête présente quant à elle une structure ferritique (**2**) à ferrito-perlitique (max. 0,3 - 0,4 % C). Les grains de ferrite adoptent une forme allongée dans les zones les plus carburées. La jonction entre la tête et la tige est soulignée par un liseré plus clair, suggérant une hétérogénéité chimique.

Inclusions :

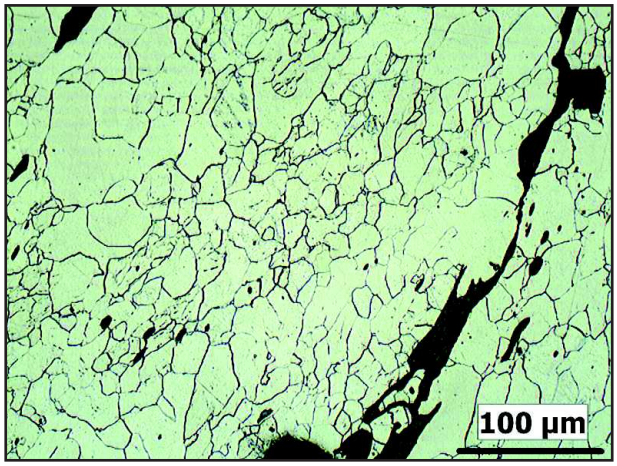
La propreté inclusionnaire de la tête est moyenne. Dans la tige, les inclusions se concentrent en périphérie de la zone la plus carburée (**3**). Les inclusions présentent des formes irrégulières et des dimensions variables. Elles sont par ailleurs regroupées. Certaines inclusions sont alignées et soulignent la déformation du métal, notamment à la jointure entre tête et tige (**4**). Deux faciès minéralogiques sont observables. Le premier se caractérise par des globules de wüstite se développant en bordure des inclusions, dans une matrice finement cristallisée ou vitreuse (**5** et **6**). Le second se distingue par des dendrites de wüstite se répartissant sur toute la surface des inclusions, dans une matrice finement cristallisée, ou composée de fayalite en lattes (**7** et **8**).

Conclusion partielle :

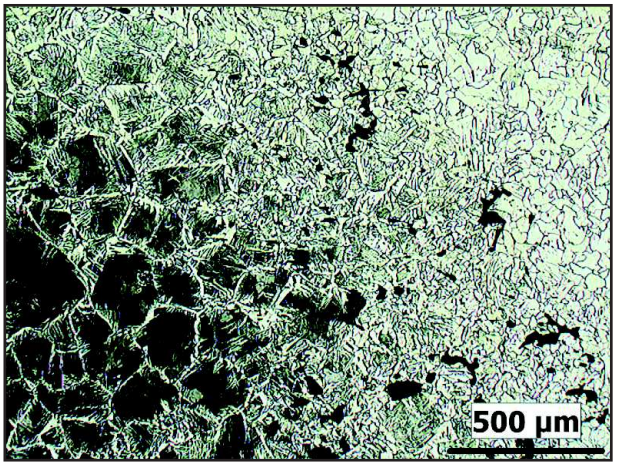
Il s'agit certainement d'un clou de charpente ou de menuiserie.



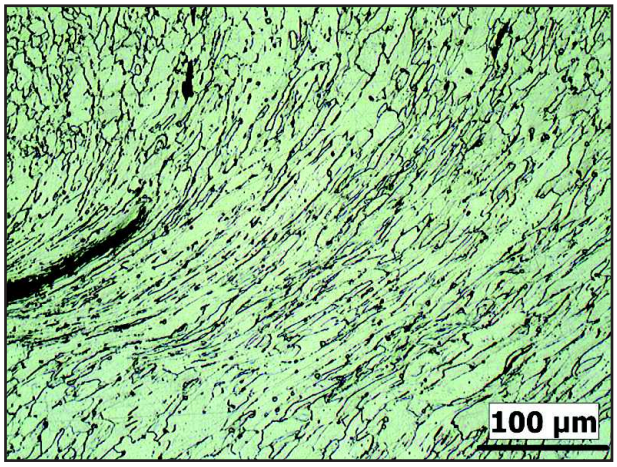
1



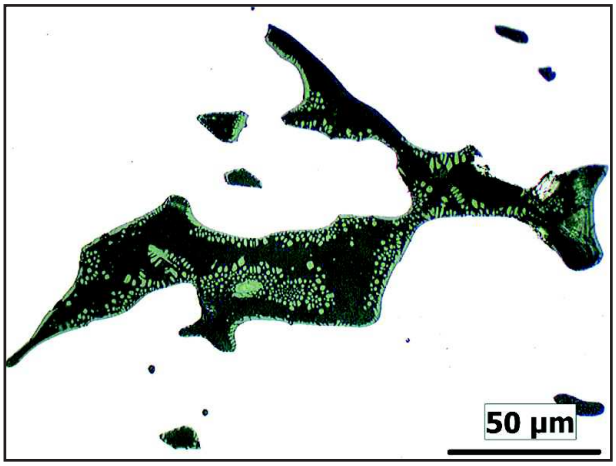
2



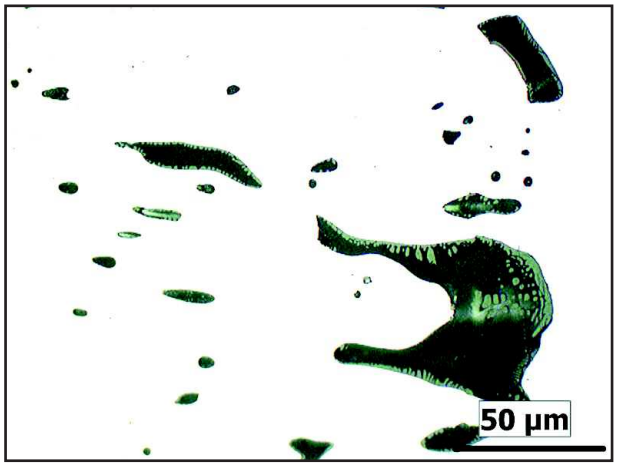
3



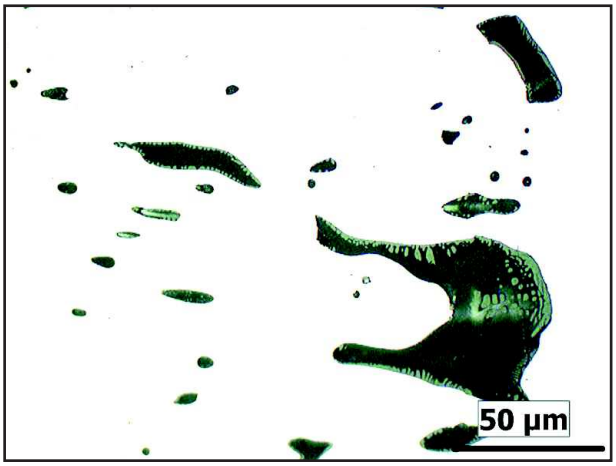
4



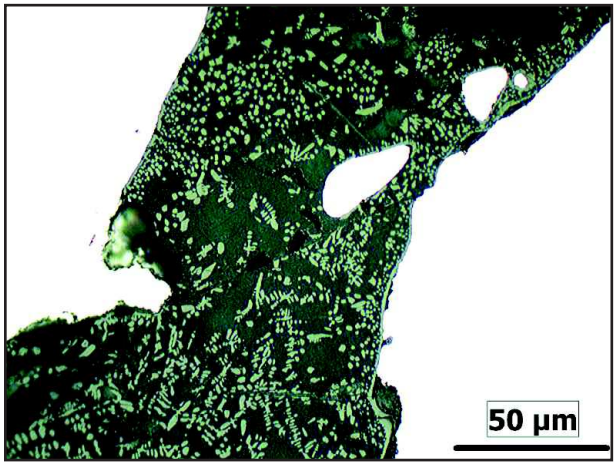
5



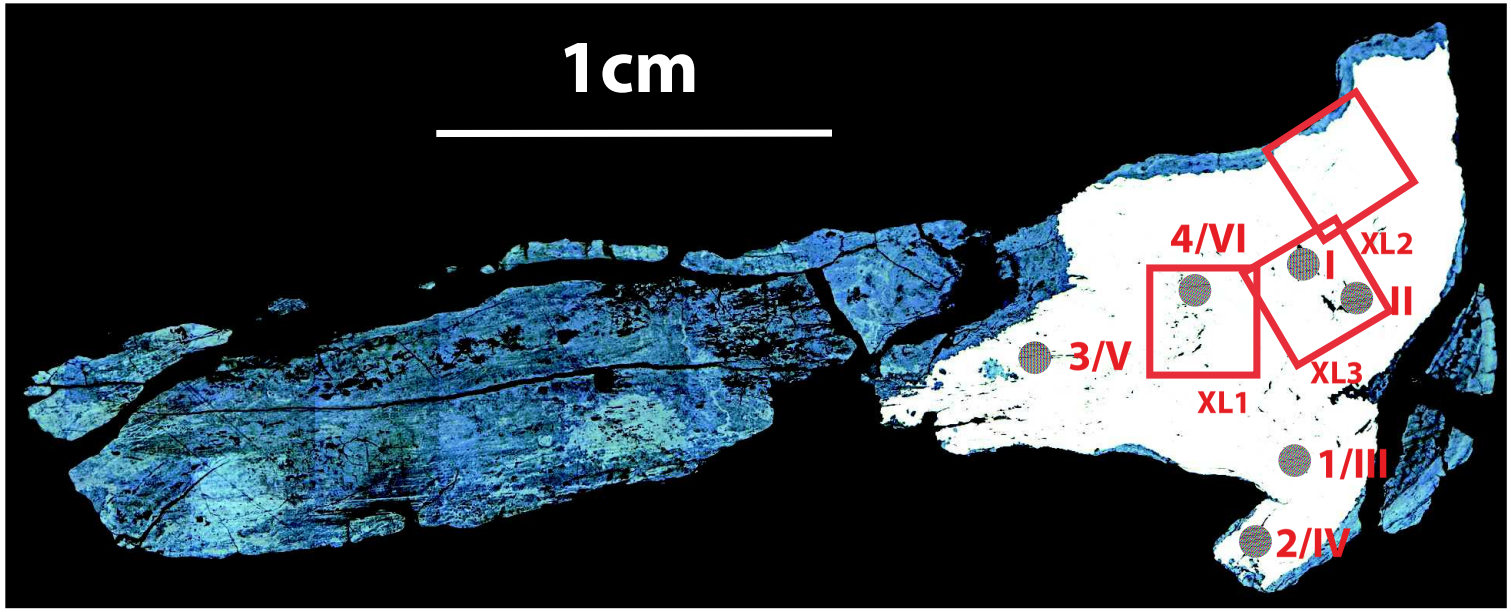
6



7

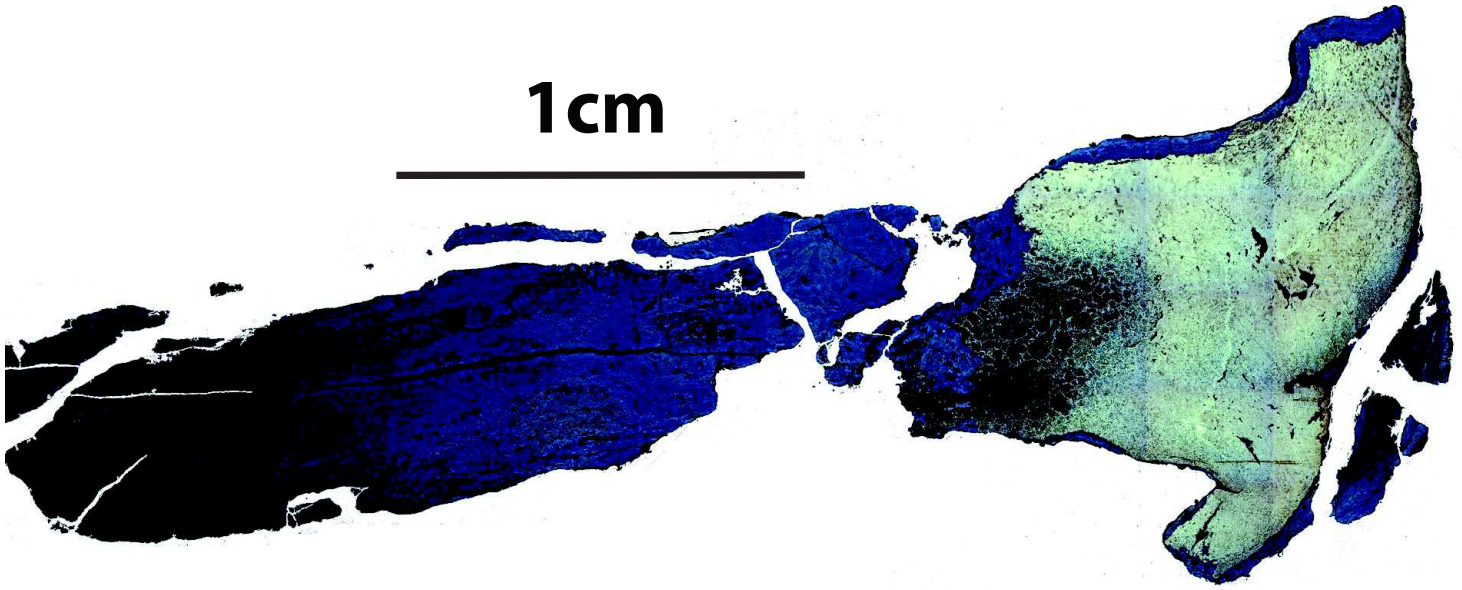


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



ME-2196-001

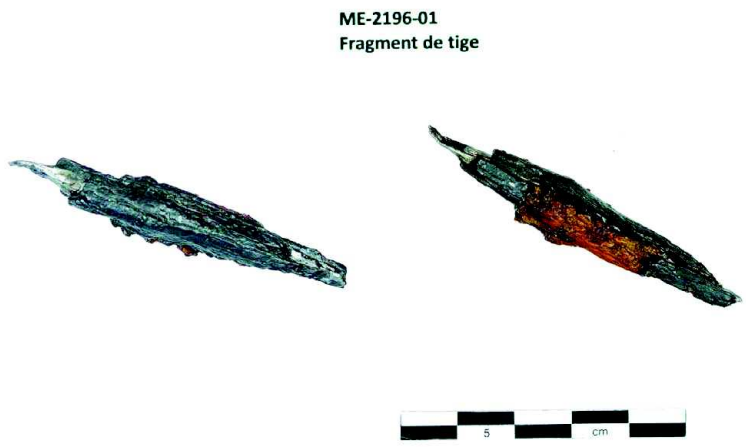
Catégorie : Objet

Masse : 9 g
Longueur : 62 mm
Largeur : 10 mm
Epaisseur : 10 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 0,07 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,107 %

Remarque(s) : Section longitudinale



Description morphologique :

Tige de fer, de section carrée, dont les extrémités sont effilées. L'une des extrémités est courbée. La corrosion a désolidarisé le métal en périphérie. Des fibres ligneuses sont visibles sur l'une des surfaces.

Structure du métal :

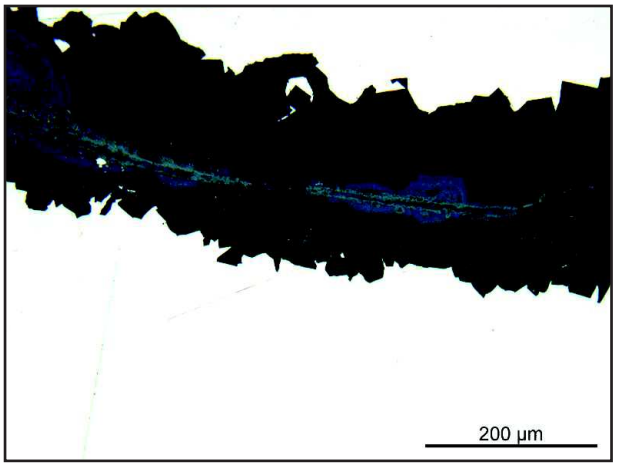
Le métal est compact. Une ligne de corrosion épaisse et longitudinale (Cliché **1**) traverse toutefois la tige et débouche sur l'une des surfaces. Une ligne de soudure est bien visible, en bordure d'une zone plus aciérée (**2**). Une autre limite, bien moins visible, peut être observée sur la bordure inférieure de cette zone carburée. Une grande partie de la section révèle toutefois une structure ferritique (**3**). L'ensemble suggère une partie aciérée, de structure perlito-ferritique, rapportée sur une tige ferritique (**4**). La partie carburée se prolonge dans le corps de la tige par une structure ferrito-perlitique jusqu'au trait de coupe. Une carburation plutôt accidentelle est observable au sein de la tige.

Inclusions :

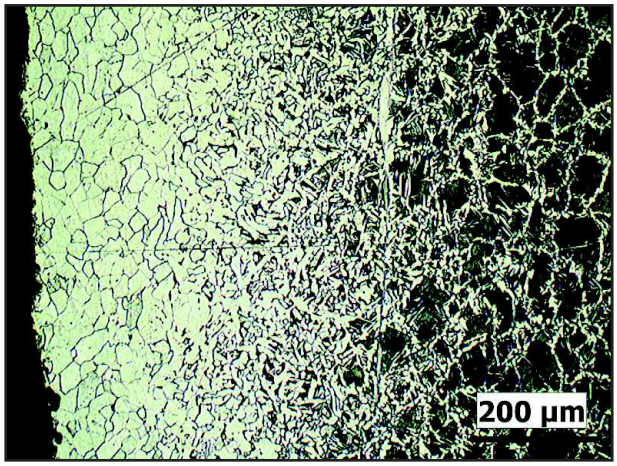
Les inclusions sont allongées parallèlement aux surfaces, et sont toutes de très petites dimensions (de l'ordre de quelques microns). La pointe est très propre, seuls quelques alignements sont observables (**5**). Dans la partie la plus large de l'objet, les inclusions forment un nuage, situé dans une zone plus carburée.
Deux types de cristallisation sont observables. Certaines inclusions sont composées d'une fine cristallisation (**6** et **7**), alors que d'autres sont composées de globules de wustite/magnétite sur un fond non cristallisé.

Conclusion partielle :

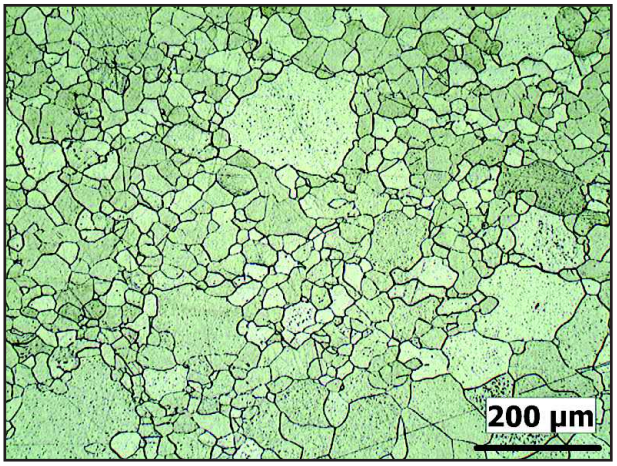
Le métal présente un dégré d'élaboration poussé. La propreté inclusionnaire est excellente. La structure du métal révèle que l'objet est certainement constitué d'un insert aciéré dans une tige ferritique. La présence de fibre suggère que la tige était emmanchée. Il pourrait s'agir d'une alène (poinçonnage). Aucune caractérisation chimique des inclusions n'a été effectuée.



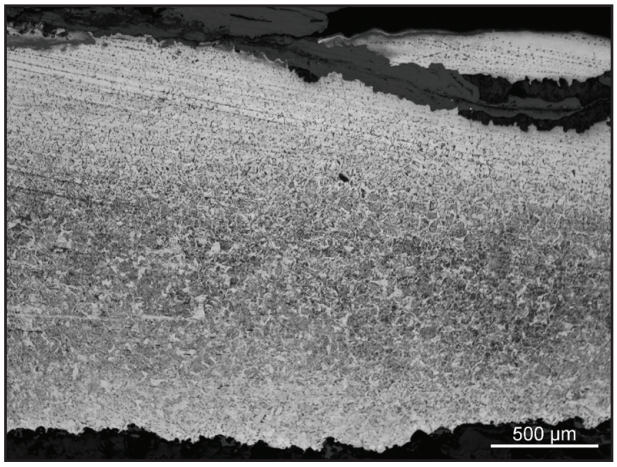
1



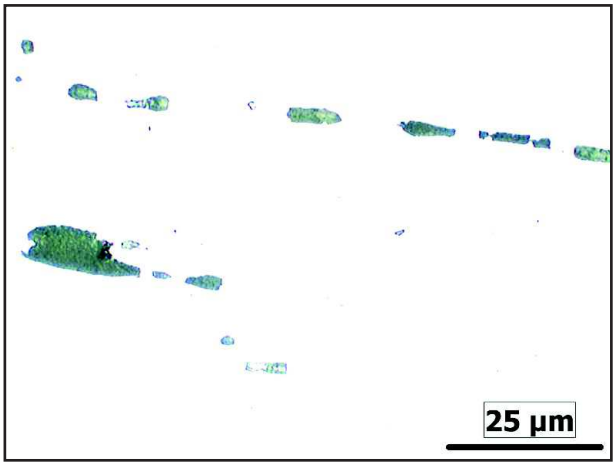
2



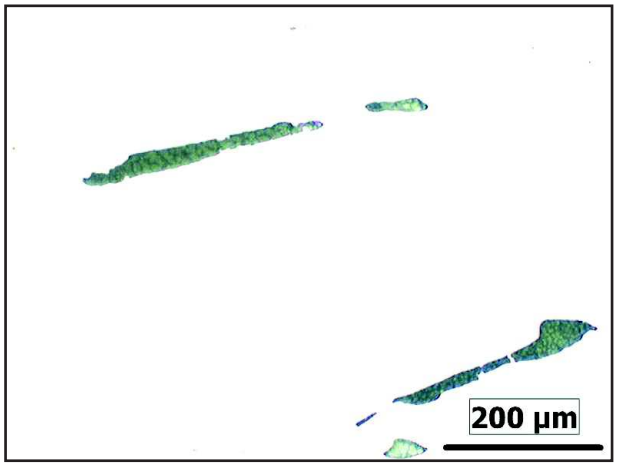
3



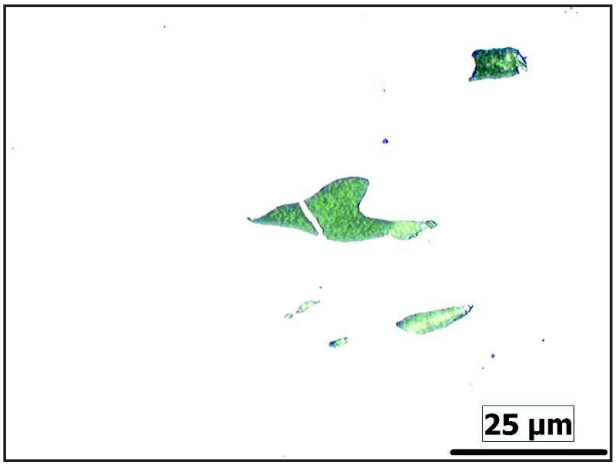
4



5



6



7

8

Attaque métallographique

ME-3054-001

Catégorie : Objet

Masse : 16 g
Longueur : 124 mm
Largeur : 20 mm
Epaisseur : 3 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 3,54 %

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) :

Description morphologique :

Fragment de couteau, fer forgé. Lame incomplète (il manque la pointe), prolongée par une longue soie (incomplète) centrée par rapport à la lame. Le dos est droit. Le tranchant est concave ; ceci peut être dû à l'usure ou à une cassure. La lame est légèrement pliée.

Structure du métal :

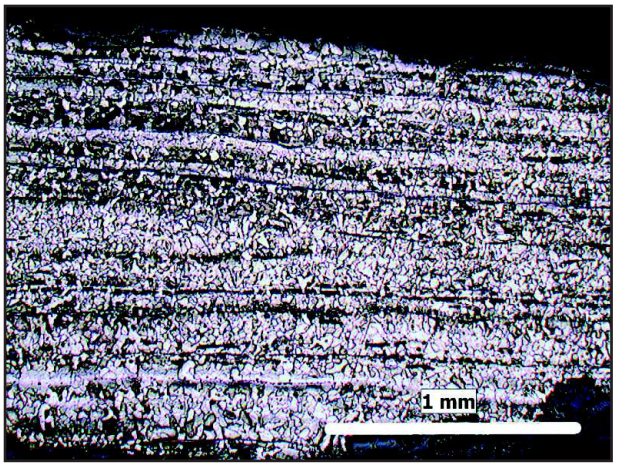
L'épaisseur de la lame est feuilletée formée par plusieurs couches superposées de structure ferritiques et ferrito-perlitiques délimitées par des lignes de soudure (Cliché **1**). Ces dernières sont soulignées par des alignements d'inclusions surlignés parfois par un liseré clair. Les grains, de forme majoritairement équigranulaire, parfois aciculaire, adoptent des dimensions globalement homogènes : pas de marbrures visibles, ni de grains de très grande taille. La lame ne présente pas de tranchant rapporté.

Inclusions :

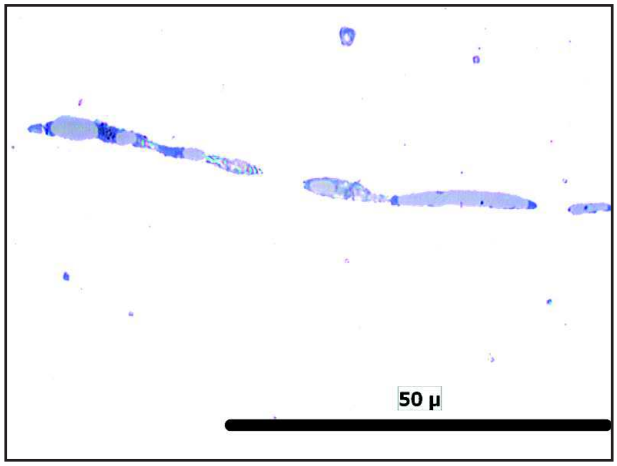
La section montre une quantité importante d'inclusions réparties sur toute la surface. Presque toutes sont orientées parallèlement aux couches du feuilletage et soulignent de manière discontinue les soudures. Elles sont dans l'ensemble fines et allongées, certaines, de très petite taille, sont de forme subcirculaire. Une petite partie des inclusions sont d'aspect vitreux, avec parfois des nodules gris foncés. La majorité contient des globules de wüstite, plusieurs sont essentiellement constituées de globules de wüstite/magnétite (**2** et **3**), ils procèdent de manière certaine des soudures. La matrice peut être irisée, avec cristaux gris à angles arrondis (**4** et **5**), à cristallisation très fine (**6** et **7**) .

Conclusion partielle :

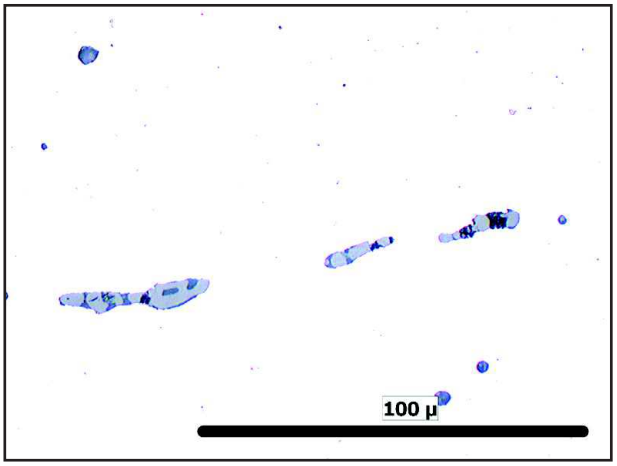
La barre utilisée pour la fabrication du couteau est feuilletée, formée de plusieurs couches ferritiques et ferrito-perlitique superposées et soudées. Elle est vraisemblablement obtenue en partie par replis successifs. Sur la section de la lame, le feuilletage est longitudinal, il n'y a de traitement thermique et aucun tranchant rapporté. Les inclusions observées ont certainement été générées lors des soudures.



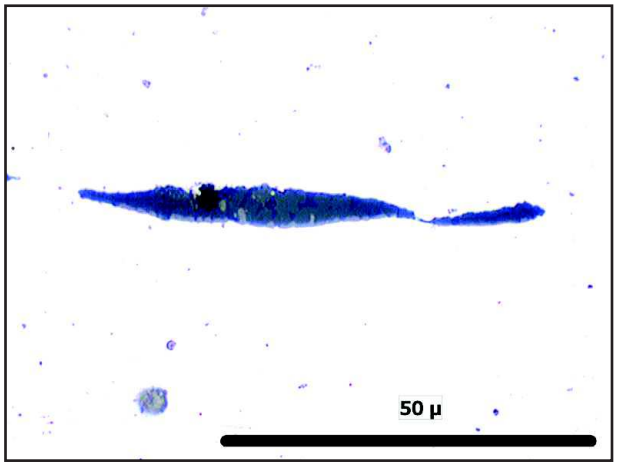
1



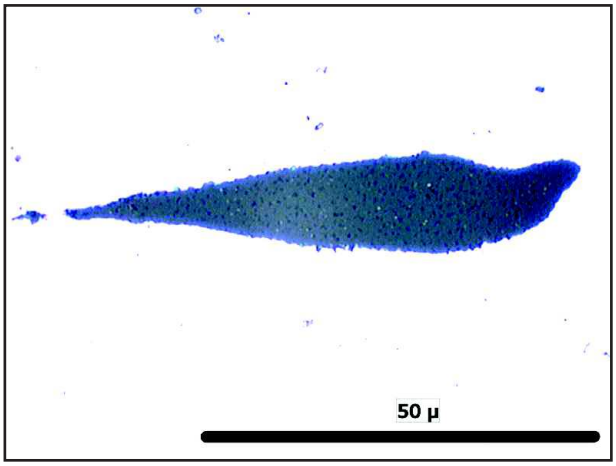
2



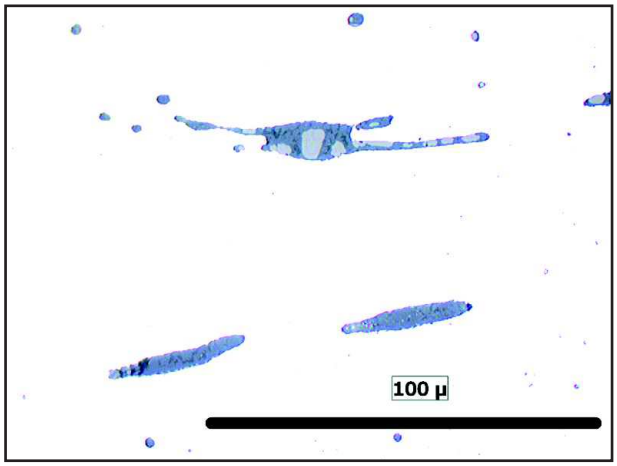
3



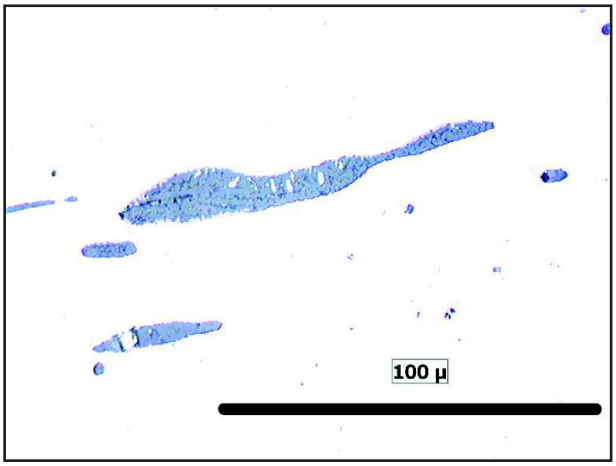
4



5

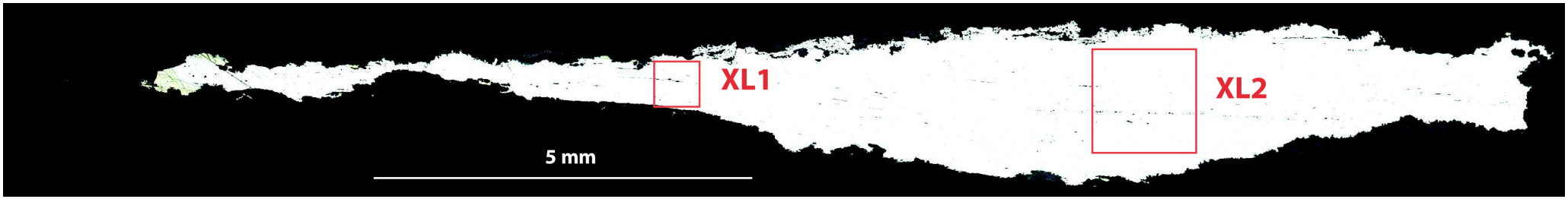


6



7

8



Repérage des analyses chimiques

ME-E2-002

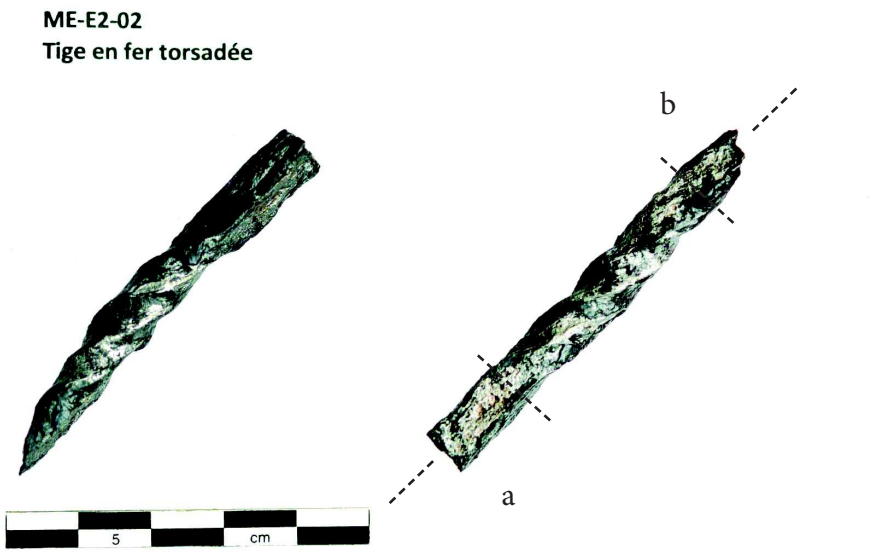
Catégorie : Objet

Masse : 13,4 g
Longueur : 60 mm
Largeur : 7 mm
Epaisseur : 7 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,67 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,127 %

Remarque(s) :



Description morphologique :

Tige de fer de section carrée, torsadée, en apparence complète : une extrémité droite, l'autre (côte torsade) pincée

Structure du métal :

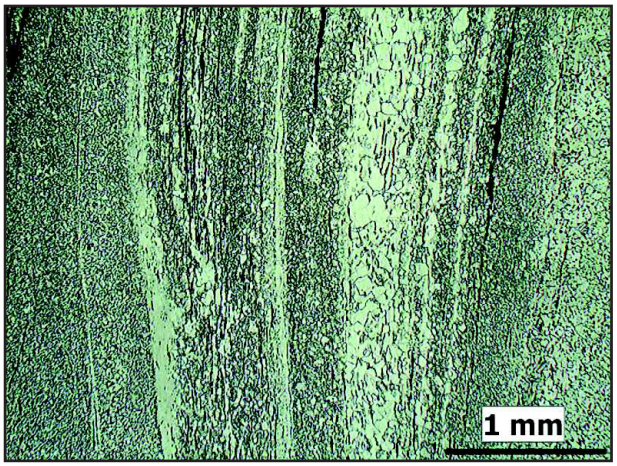
Sur la section «b», on observe une alternance de bandes ferritiques et de bandes ferrito-perlitiques (Cliché **1)**, soulignées parfois par des lignes d'inclusions, parfois par des liserés. Les replis apparaissent de façon assez évidente sur la section.
Sur la section« a », la structure est majoritairement ferrito-perlitique. Une partie de la ferrite a cristallisé en formant des cristaux aux contours irréguliers et de forme allongée (**2)**. La structure est relativement homogène ; pas de structure en bandes observable.

Inclusions :

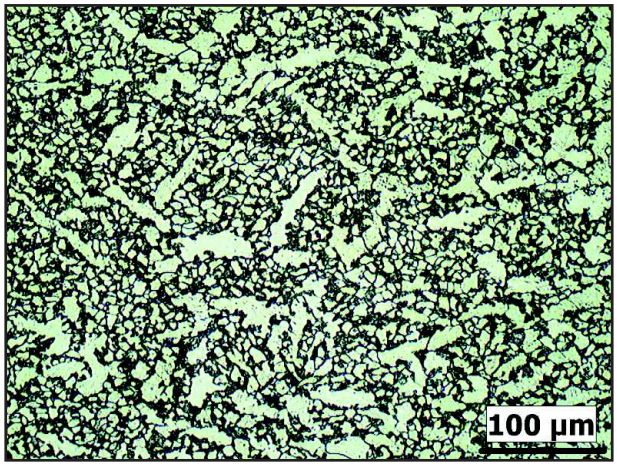
Les inclusions se répartissent de manière relativement hétérogène sur les deux sections. Elles forment généralement des alignements non rectilignes (Cf. section *infra*).
Dans la partie « a », les inclusions présentent pour la plupart une dominante d'oxydes de fer (**3** et **4)**.
Dans la partie « b », la plupart sont composées d'une fine cristallisation (**5)**, contenant parfois des bâtonnets (**6)**. Quelques-unes présentent une matrice fayalitique cristallisée en lattes, contenant quelques dendrites de wüstite (**7)**.

Conclusion partielle :

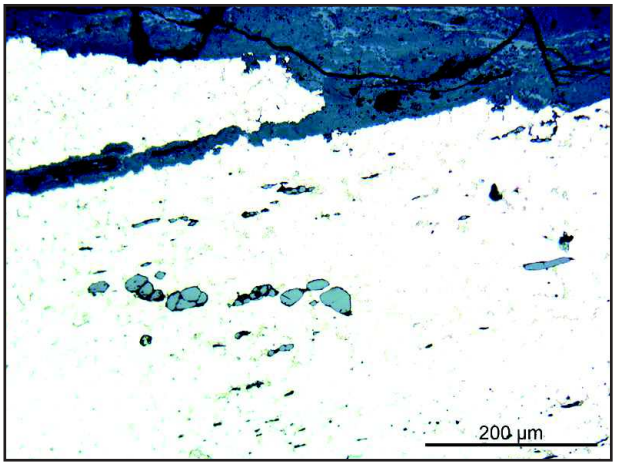
Il s'agit vraisemblablement d'un chute de travail en bout : fabrication dun manche d'outil ou d'objet, d'une anse de seau, voire d'une fiche à bélière, caractéristique de l'équipement masculin mérovingien (dans ce cas-là, l'objet serait cassé, puisque l'anneau n'est pas conservé). On ne peut exclure qu'il s'agisse d'un fragment d'objet chuté pour récuparation (anse de seau, fiche à bélière etc...).



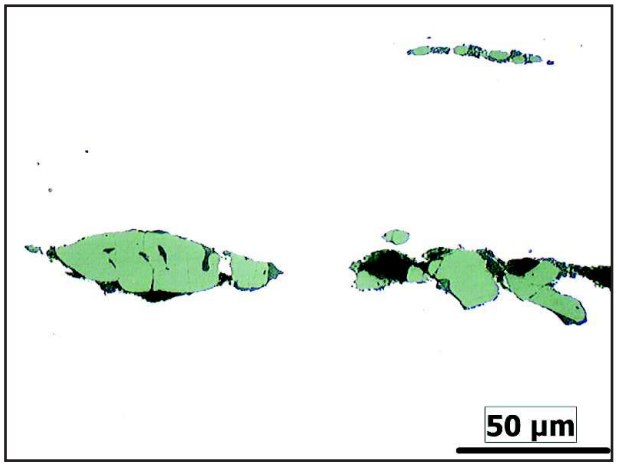
1



2

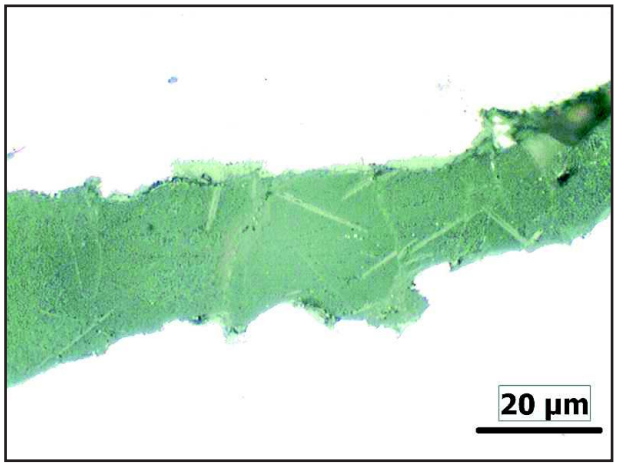


3

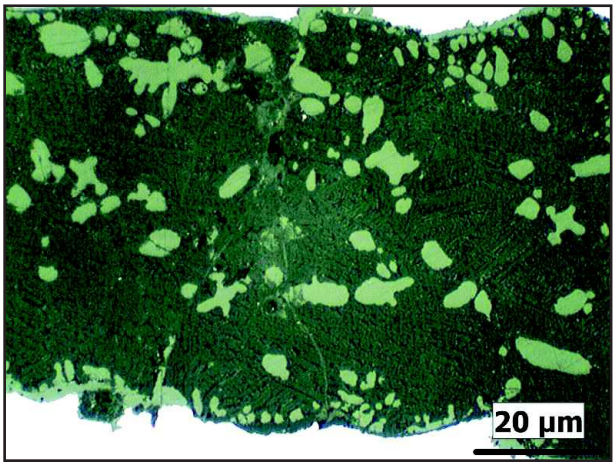


4

5

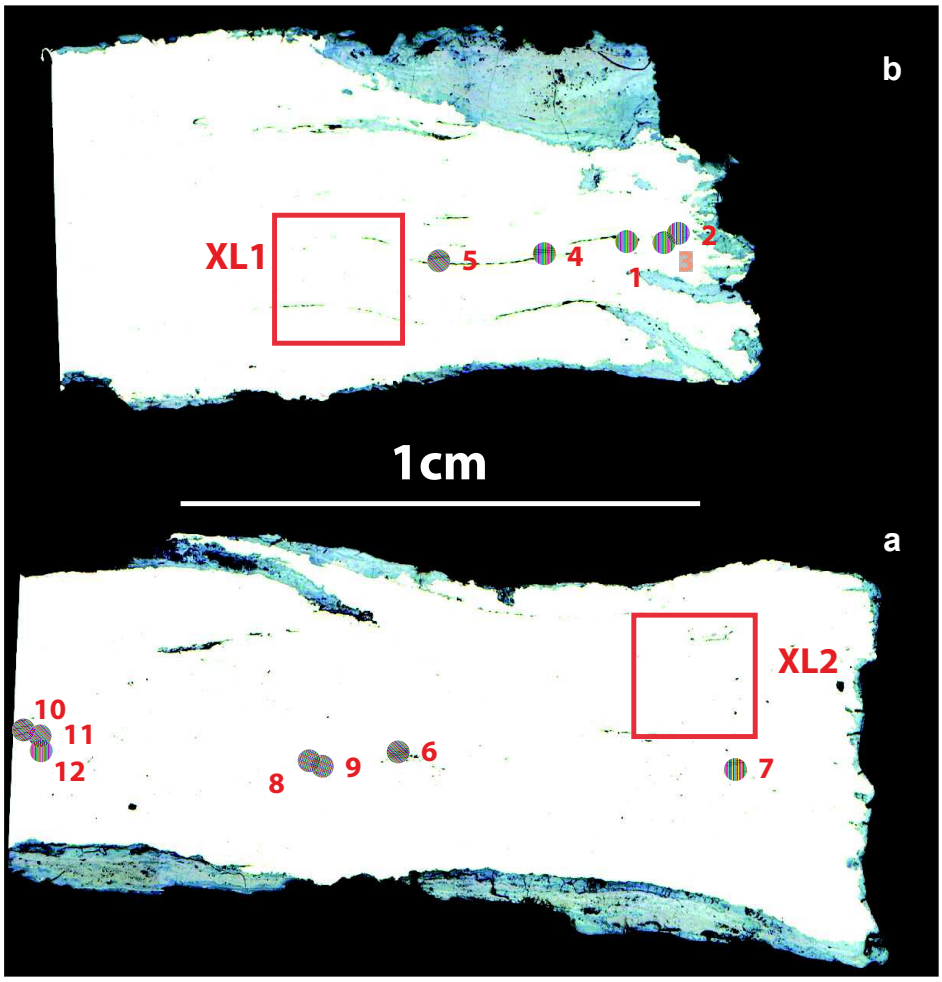


6



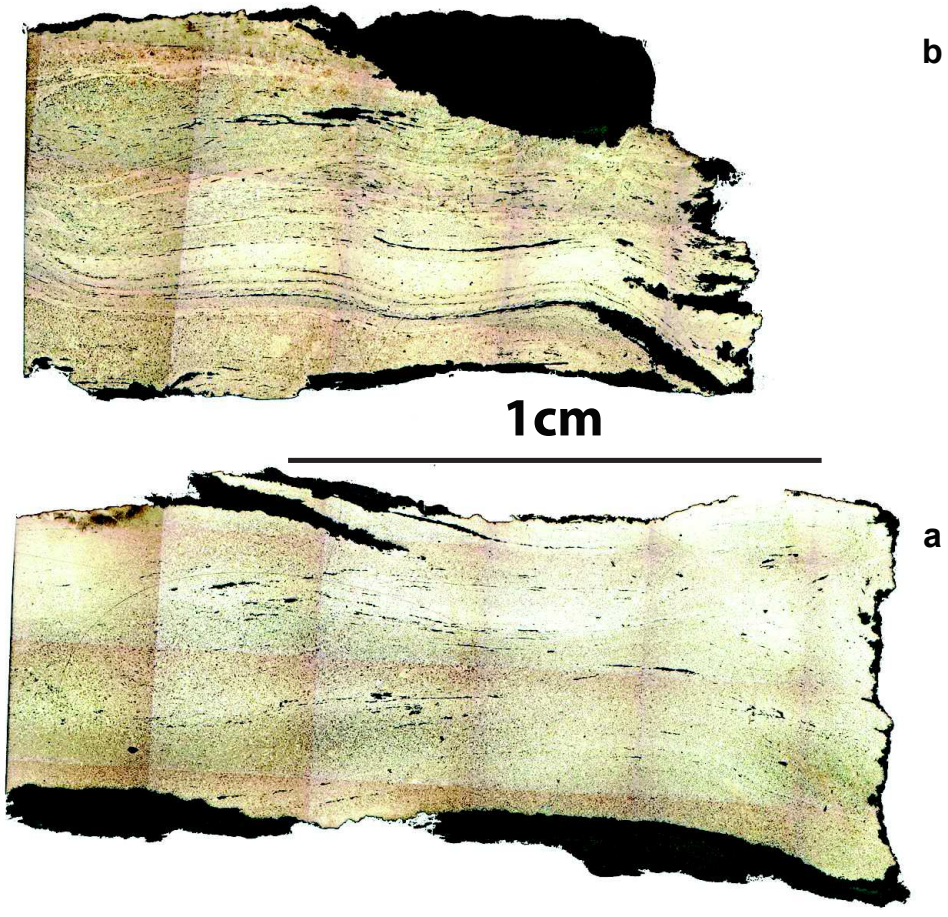
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



LUDRES - Chaudeau

LUD-F209

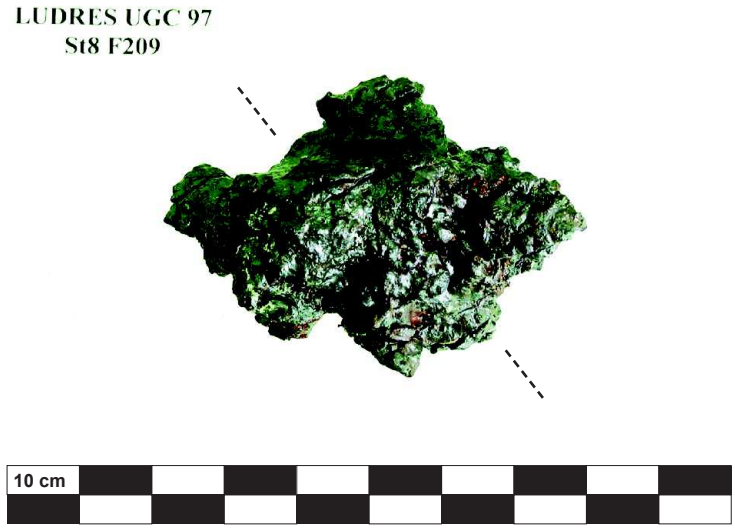
Catégorie : Chute facettée

Masse : 81,5 g
Longueur : 54 mm
Largeur : 34 mm
Epaisseur : 37 mm
Etape de la chaîne opératoire : Epuration

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) :



Description morphologique :

Il s'agit d'un bloc de métal qui présente une face à surface lisse d'aspect comparable à celui d'une face martelée. La masse est de plan grossièrement triangulaire aux cotés prolongés par des bords sub-verticaux, ce qui lui donne la forme grossière d'un prisme tronqué. La face lisse est en grande partie plane. les autres faces présentent un relief relativement important constitué par la succession de lobes, amas et appendices parfois proéminents, ainsi que de cavités.

Structure du métal :

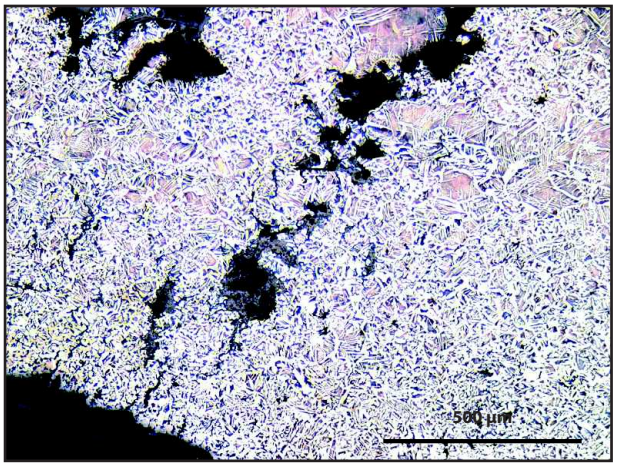
Le métal est relativement compact. Mis à part la zone sous-jacente à la face plane, des fissures parcourent le métal, divisant ce dernier en plusieurs ensembles. Le métal comporte des cavités infra- et millimétriques. La corrosion s'est développée à partir des fissures et cavités. La masse de métal présente une répartition hétérogène du carbone. Les deux structures majoritaires sont ferrito perlitique (plutôt du coté de la surface plane) (Cliché **1),** puis perlitique (au-delà jusqu'aux bords) (**2**). Les structures hypoeuctectoïdes sont organisées en widmannstätten (**3**). Des eutectiques phosphoreux sont visibles dans les zones carburées (**4**).

Inclusions :

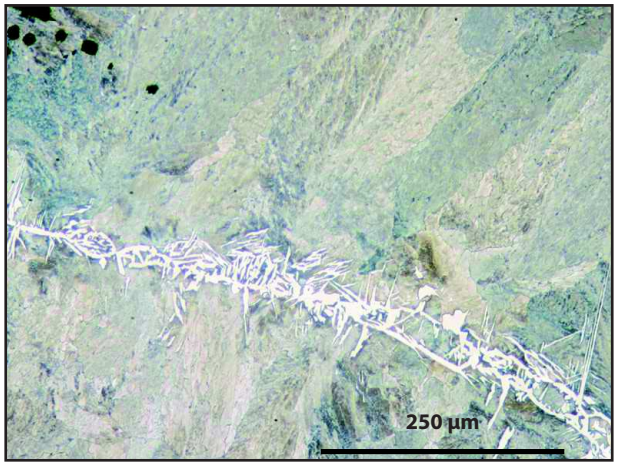
La scorie s'avère rare à l'échelle de la section. Quelques parcelles sont situées en remplissage des cavités de surface. Quelques inclusions sont observables, mais de dimensions réduites ; aucune ne dépasse 50 microns. Une seule parcelle de scorie de taille importante est visible. Elle mesure plusieurs millimètres de longueur. Elle présente une matrice constituée majoritairement de grands cristaux anguleux de couleur sombre (**5**). De petites billes métalliques sont visibles dans cett parcelle.

Conclusion partielle :

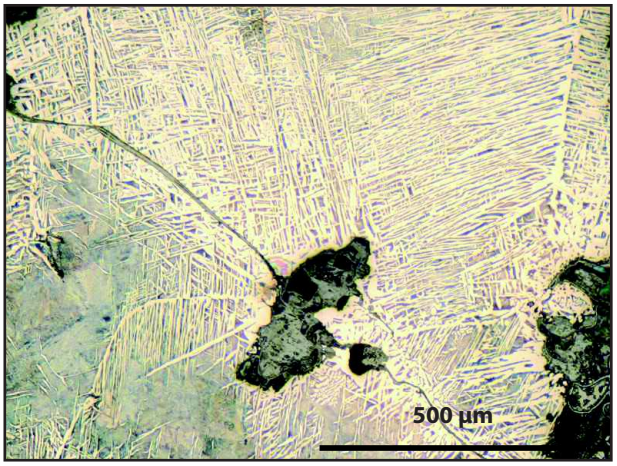
Cette masse de métal pourrait correspondre à une chute désolidarisée d'une masse plus importante, sous l'effet d'une action mécanique de type martelage, comme le suggère la surface plane.



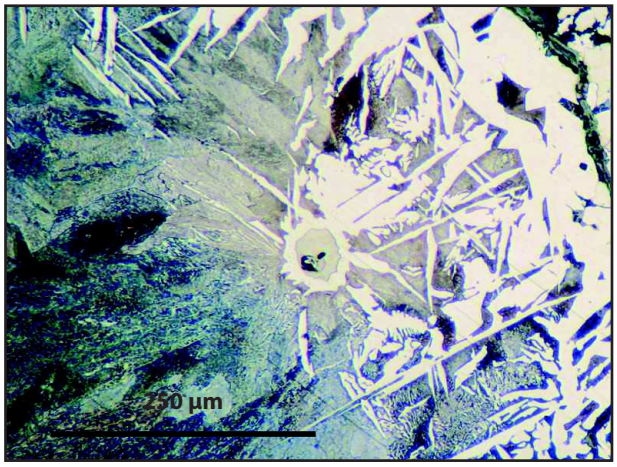
1



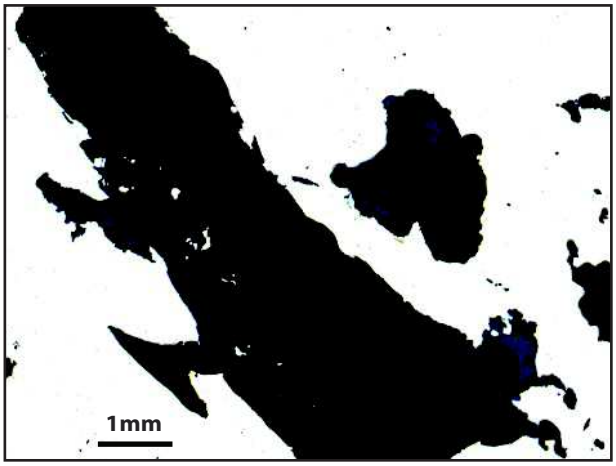
2



3



4

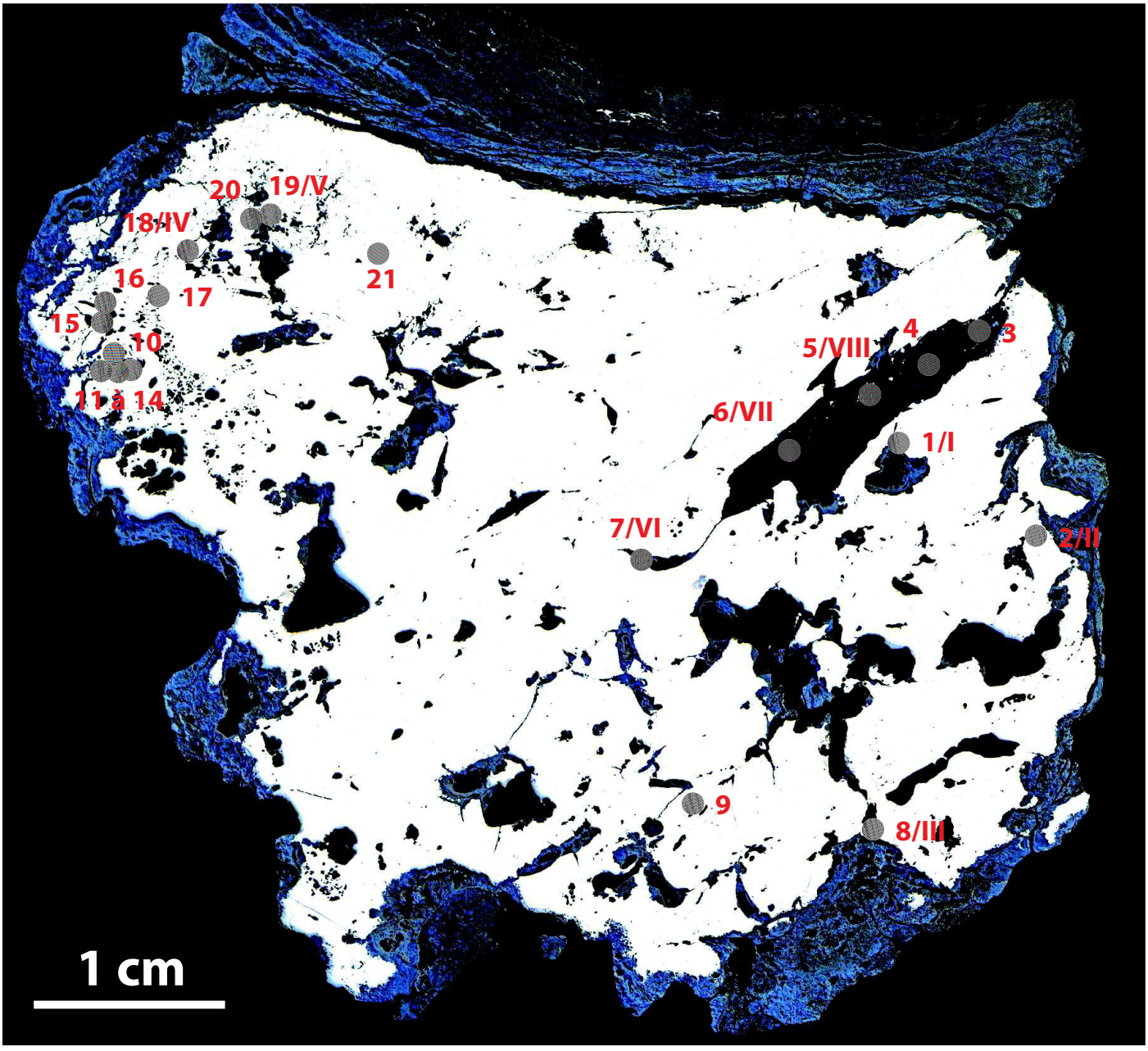


5

6

7

8



Repérage des analyses chimiques

LUD-F212

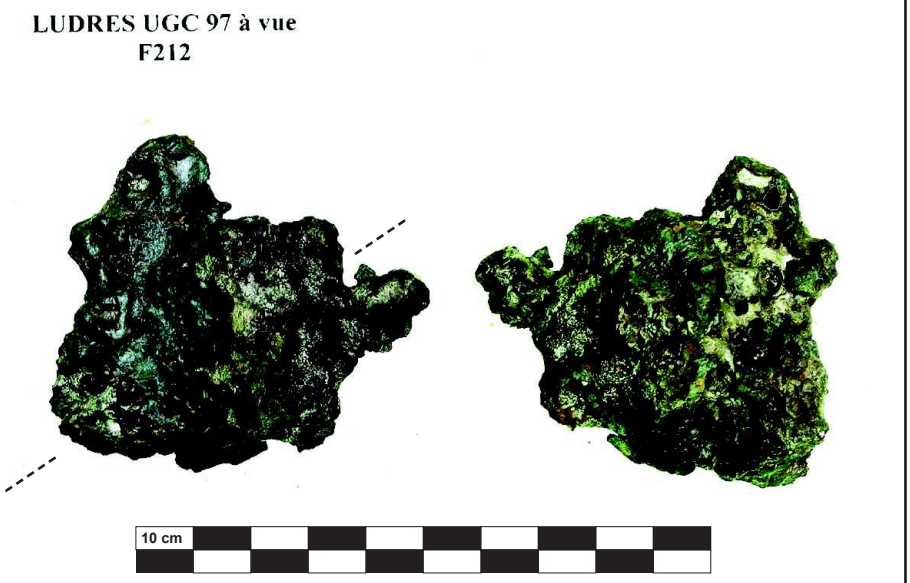
Catégorie : Coulure de fer

Masse : 634 g
Longueur : 48 mm
Largeur : 44 mm
Epaisseur : 30 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) :



Description morphologique :

Le bloc de métal est constitué d'un cordon et d'une coulure plate. Une des grandes faces possède un relief ondulé et une surface lisse. La opposée possède en plus des cratères et cavités plurimillimétriques.

Structure du métal :

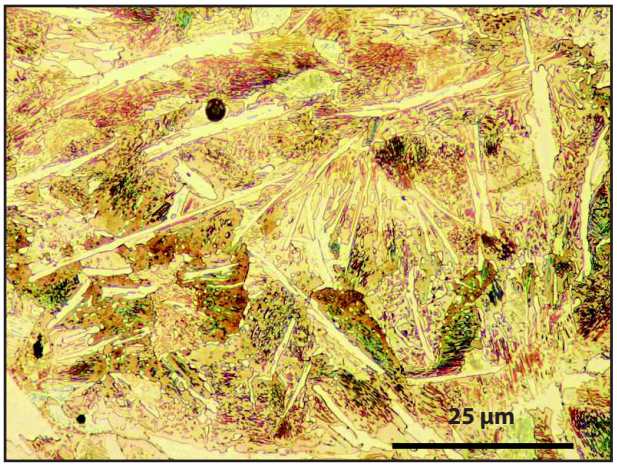
La structure dominante est celle d'un acier hypereutectoïde (Cliché **1)** contenant une perlite lamellaire plus ou moins coalescée et des lattes ou aiguilles de cémentite. Cependant l'échantillon présente une grande hétérogénéité, puisque de nombreuses zones présentent une structure de fonte blanche hypoeutectique (**2**). Plusieurs porosités de forme circulaire et de dimensions plurimillimétriques sont visibles.

Inclusions :

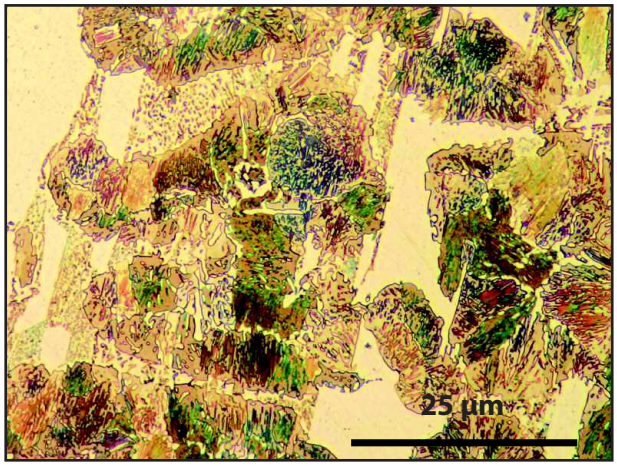
Les inclusions sont très rares et de petites dimensions. Elles possèdent des contours arrondis et des formes irrégulières (**3**). Les plus petites sont circulaires. Ces inclusions sont généralement d'aspect vitreux avec de rares spinelles et localement quelques billes très fines de métal. Sur le fond vitreux, on distingue des cristaux ressemblant à des mélilites (**4**).

Conclusion partielle :

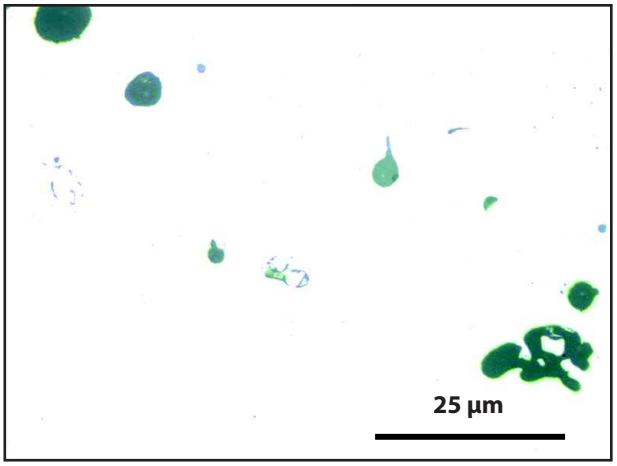
Le bloc de métal est constitué d'un alliage très carburé. La forme de cordon du métal, ainsi que la présence de cavités sphériques suggèrent qu'il s'agit d'une coulure de fer.



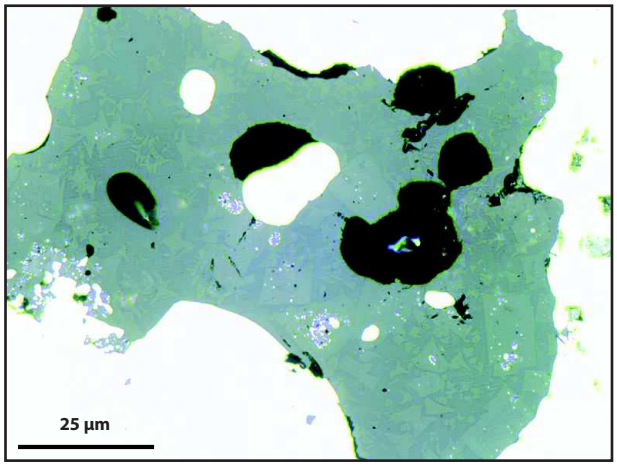
1



2



3



4

5

6

7

8

Section polie

LUD-F220

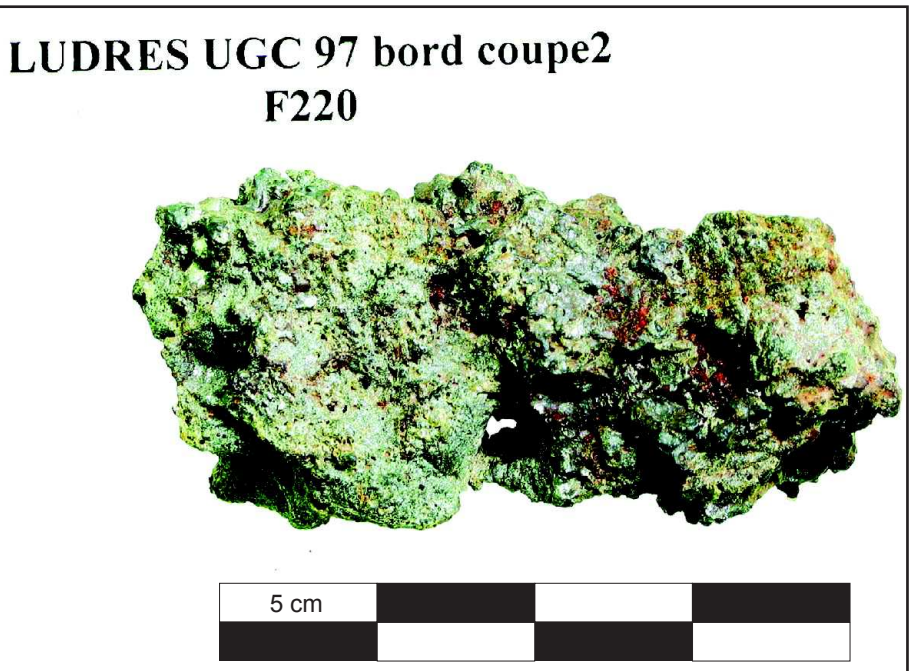
Catégorie : Minerai métallique

Masse : 52,9 g
Longueur : 57 mm
Largeur : 25 mm
Epaisseur : 30 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) : section longitudinale



Description morphologique :

La pièce, qui semble complète, est allongée et grossièrement parallélépipédique. Une grande face est la plus régulière, relativement plane et faiblement ondulée. Les autres présentent des cratères parfois cm qui alternent avec des protubérances sous forme de petits appendices ou de lobes, ce qui crée un relief plus important, des surfaces irrégulières et donne localement l'aspect d'un produit ramolli.

Structure du métal :

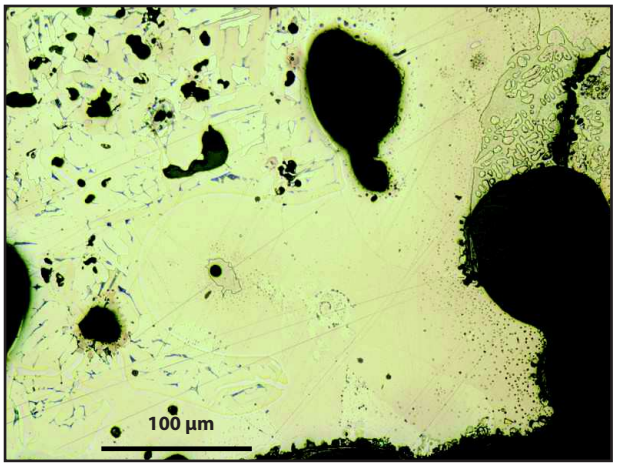
Le métal comporte de nombreuses porosités aux dimensions et de formes variables. Les plus importantes sont de taille millimétrique. L'ensemble n'est pas compact, mais semble plutôt formé de plusieurs nodules reliés entre eux, aux contours arrondis et formes complexes. La structure du métal est également très variables. Certaines zones sont ferritiques, et présentent des marbrures (Cliché **1)** ; la majorité présentent une structure hypoeutectoïde à eutectoïde (**2**). Dans les zones carburées, la ferrite cristallise en structure de widmannstätten (**3**). Des phosphures sont également visibles (**4**).

Inclusions :

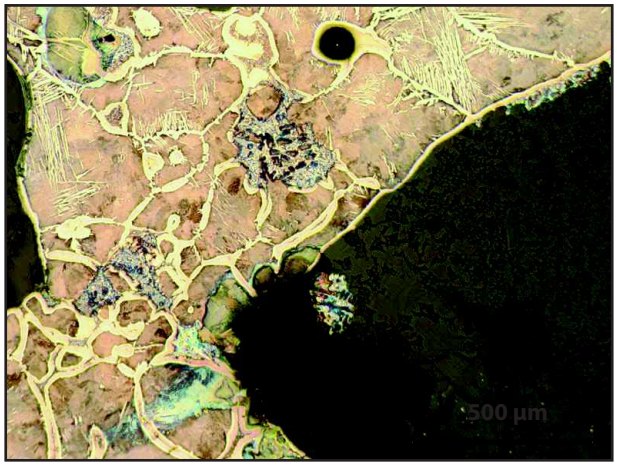
La section présente plusieurs plages de scorie étendues remplissant une partie des interstices entre les nodules métalliques. La scorie est constituée d'une matrice comprenant majoritairement des cristaux anguleux de grandes dimensions (**5**). Des globules de métal sont visibles dans les interstices entre cristaux (**6**).
Le métal contient peu d'inclusions de scorie. Les seules visibles sont de petite taille et de forme irrégulière, ainsi que de contours arrondis (**7**). La plupart présentent une matrice vitreuse ; les plus grande sont cristallisées (**8**).

Conclusion partielle :

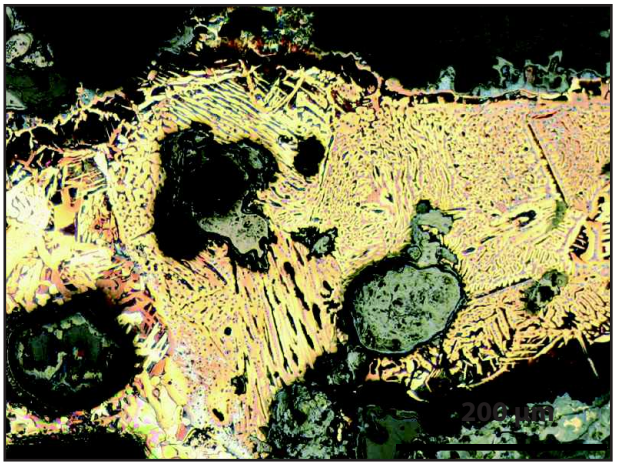
L'aspect ramolli des surfaces du bloc métalliques, ainsi que l'agglomération de plusieurs nodules métalliques plurimillimétriques, suggèrent que l'échantillon est un agglomérat de minerai métallique.



1

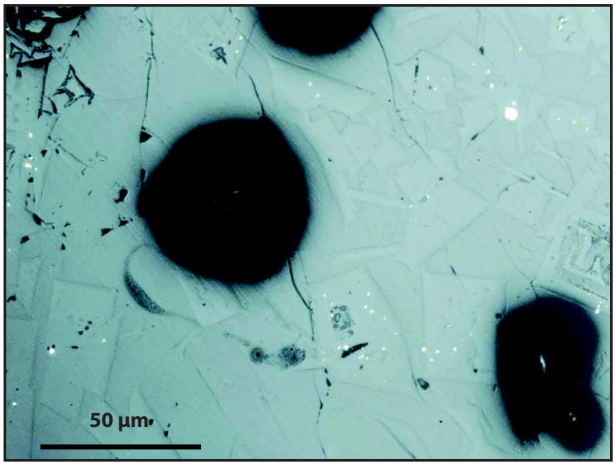


2

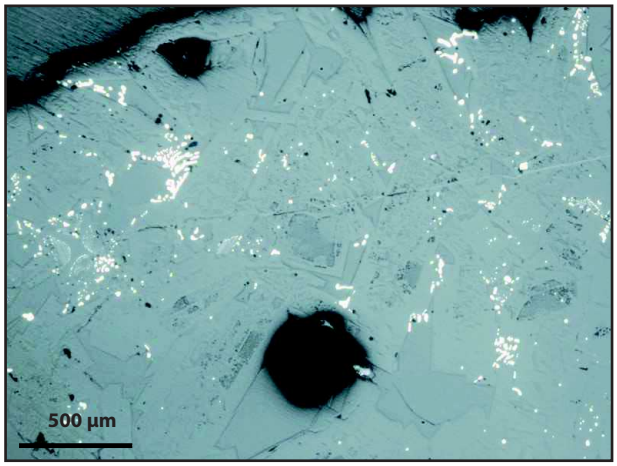


3

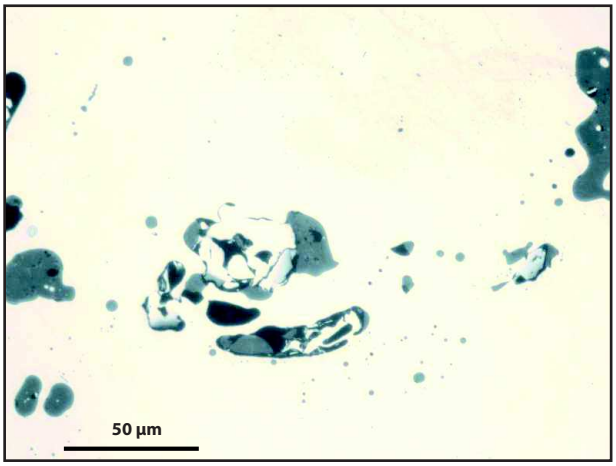
4



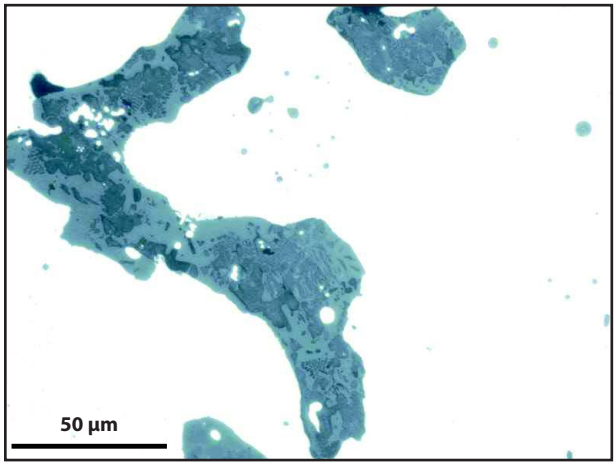
5



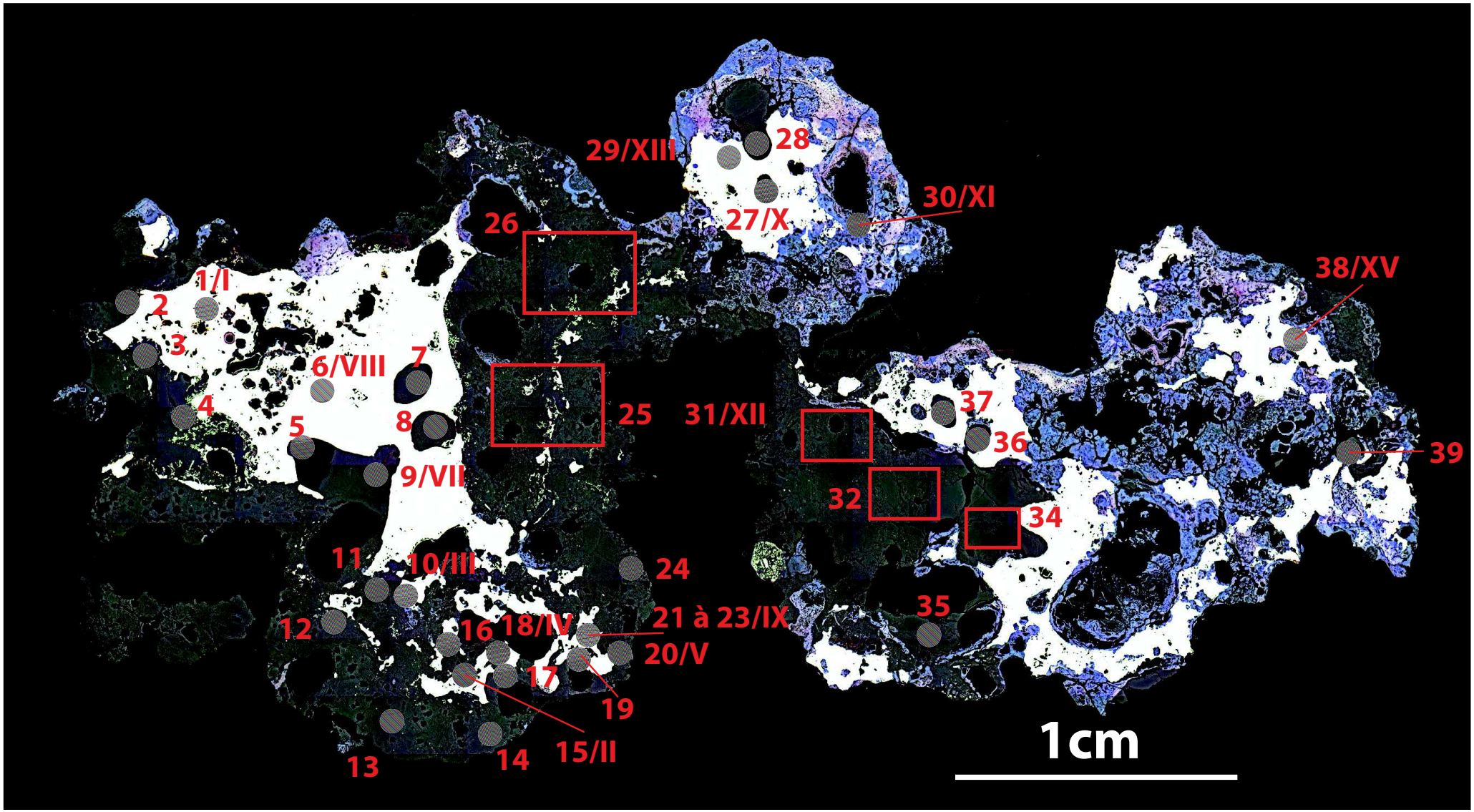
6



7



8



Repérage des analyses chimiques

LUD-F221

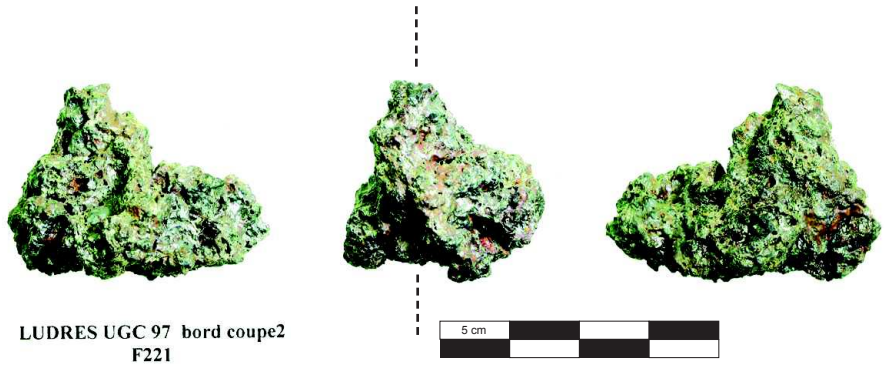
Catégorie : Minerai métallique

Masse : 51,4 g
Longueur : 46 mm
Largeur : 37 mm
Epaisseur : 33 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) :



Description morphologique :

Le bloc de métal a grossièrement la forme d'un tétraèdre. Les surfaces aux contours plutôt arrondis ne sont pas continues. Elles sont constituées d'un macro et microrelief formé de protubérances sous forme de petits appendices, lobes ou mamelons de tailles diverses en alternance avec des cratères et cavités. Les surfaces ne semblent pas porter de scorie. La pièce étant complète, de part son module et sa forme grossièrement tétraédrique, celle-ci peut s'apparenter à un grain de minerai réduit à l'état métallique.

Structure du métal :

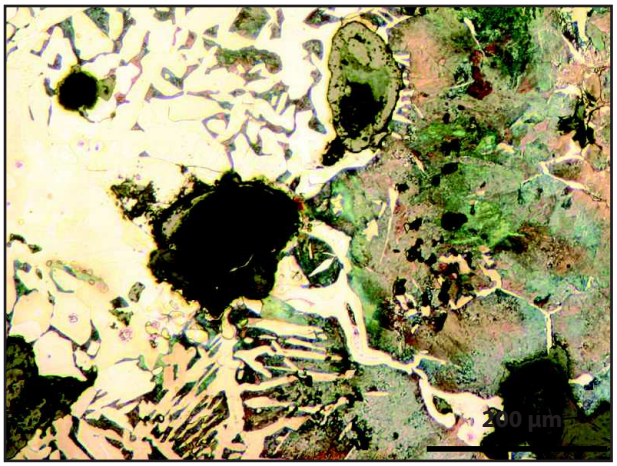
Le métal forme un seul ensemble avec forte présence de vacuoles plurimillimétriques, aux contours arrondis et formes plus ou moins complexes. La structure du métal est variable. Quelques rares plages ferritiques sont observables (Cliché **1**). La structure majoritaire est hypoeutectoïde à eutectoïde (**2**). Des phosphures sont localisés dans les zones perlitiques (**3** et **4**).

Inclusions :

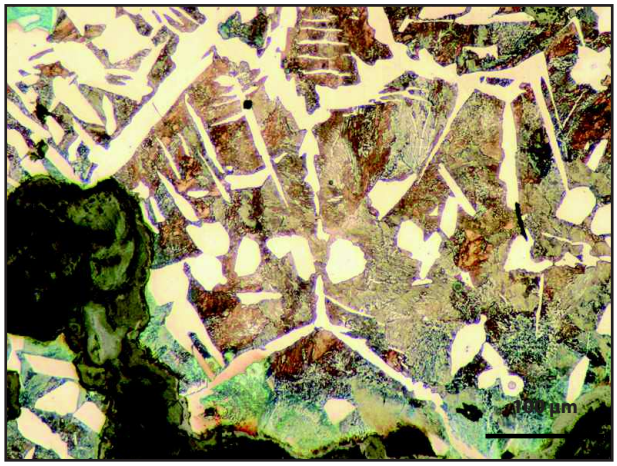
Des plages de scorie sont présentes localement en bordure et dans le métal sous forme de zones plus ou moins étendues. Certaines de ces zones sont vitreuses avec une grande quantité de très petits cristaux en bâtonnets (**5**), d'autres contiennent des petits cristaux de mélilites. La scorie comprend localement des petites zones de métal dont certaines en forme d'oolithe (**6**).
Des inclusions de scorie aux contours plus ou moins arrondis, remplissent parfois partiellement des cavités (**7**). D'autres forme de petites billes vitreuse. Localement, on observe également de très petites inclusions de couleur gris clair. Certaines inclusions présentent par ailleurs des cristaux en grains de riz et des cristaux anguleux (**8**).

Conclusion partielle :

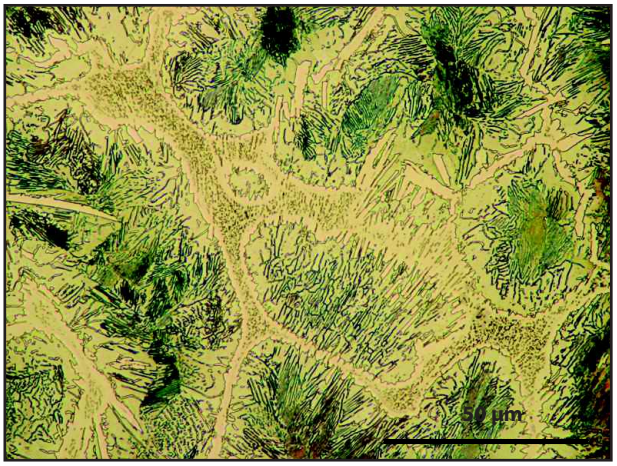
Le bloc métallique semble constitué de plusieurs nodules de minerai soudés les uns aux autres. La scorie adhérant à ces parcelles métalliques comprend par ailleurs des fantômes d'oolithes métalliques, suggérant que le métal est issu de la réduction d'un minerai à texture oolithique.


200 µm

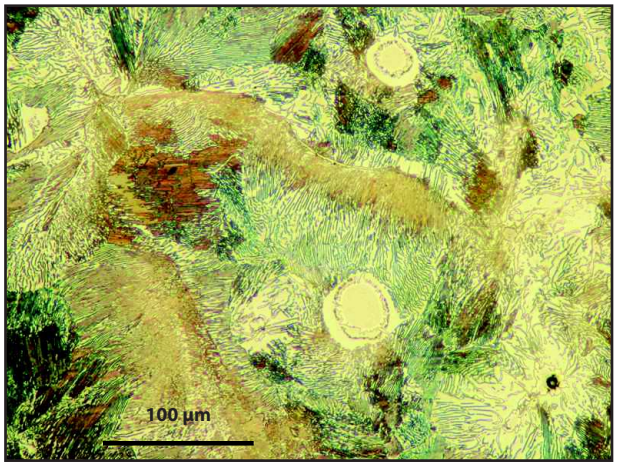
1


100 µm

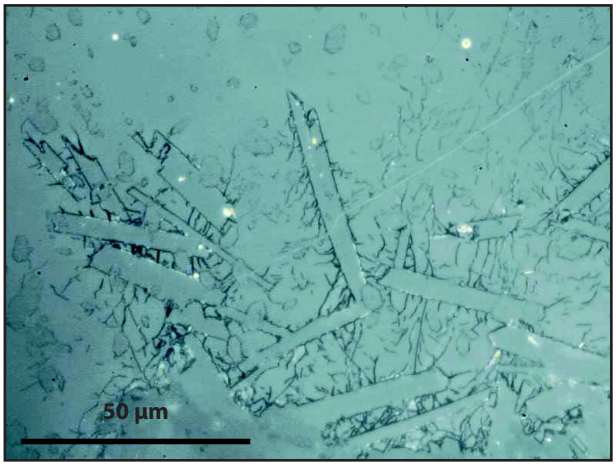
2


50 µm

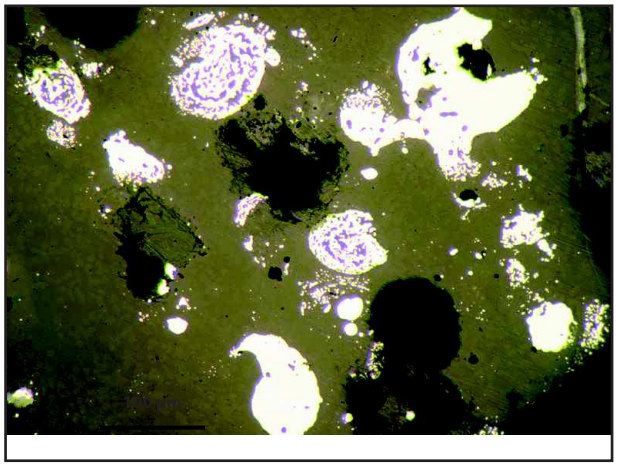
3


100 µm

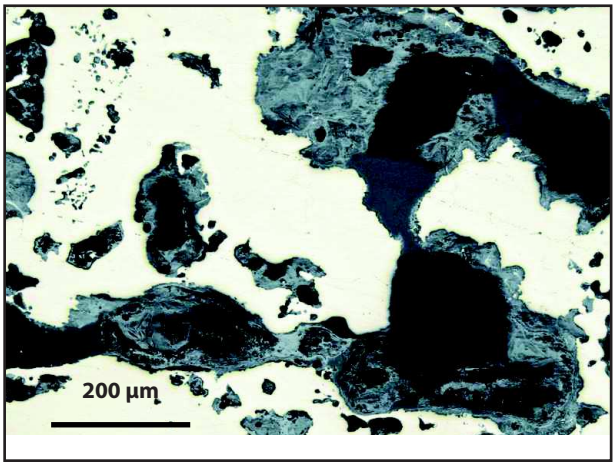
4


50 µm

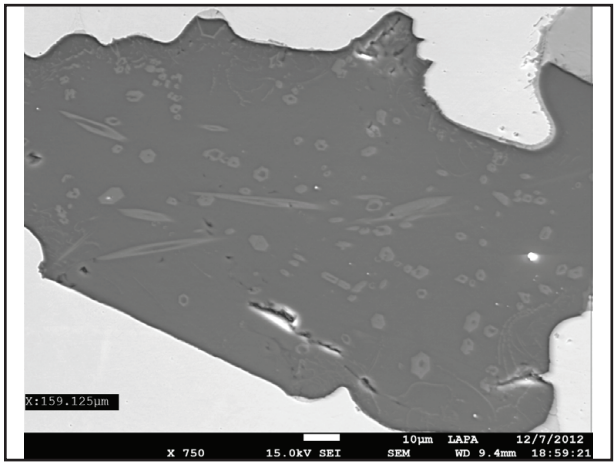
5



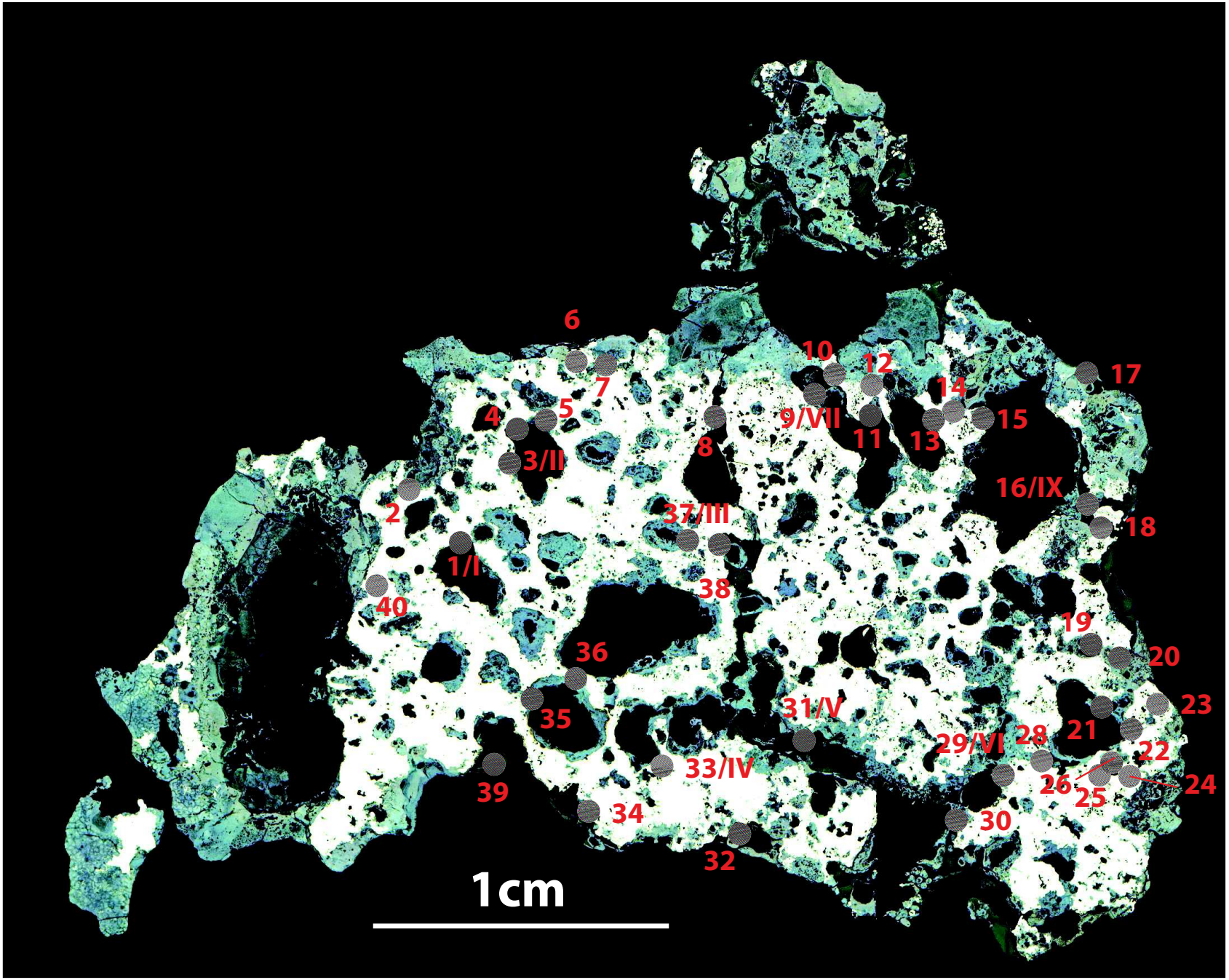
6


200 µm

7


X:159.125µm
X 750
15.0kV SEI
10µm LAPA
SEM
12/7/2012
WD 9.4mm 18:59:21

8



Repérage des analyses chimiques

LUD-F224

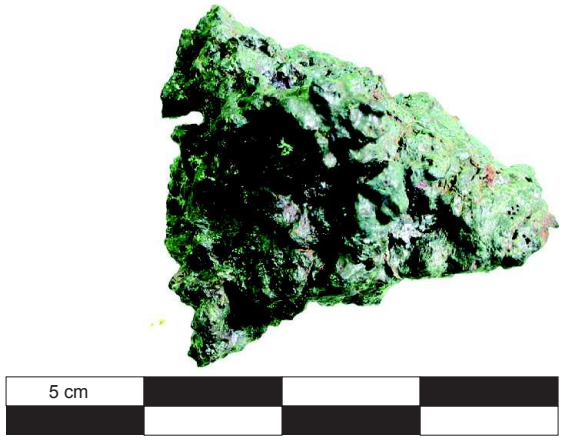
Catégorie : Minerai métallique

Masse : 27 g
Longueur : 37 mm
Largeur : 31 mm
Epaisseur : 25 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) :



LUDRES UGC 97 bord coupe2
F224

Description morphologique :

Le bloc de métal est de forme anguleuse, avec des faces de forme triangulaire. Les faces ont une allure plane bien que les surfaces composées d'une succession de lobes de tailles diverses soient bosselées.

Structure du métal :

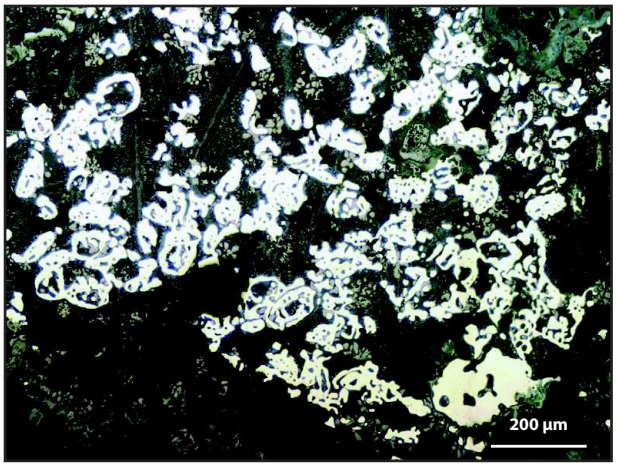
Le métal est surtout présent sous forme de petites plages aux contours plus ou moins tourmentés qui évoquent les oolithes du minerai d'origine et forment localement des groupements plus ou moins denses d'oolithes métalliques (Clichés **1** et **2)**. Localement, le métal forme des petites plages un peu plus importantes aux contours arrondis et formes peu complexes. Certaines cavités sont partiellement remplies de produits de corrosion.

Inclusions (3 à 5) :

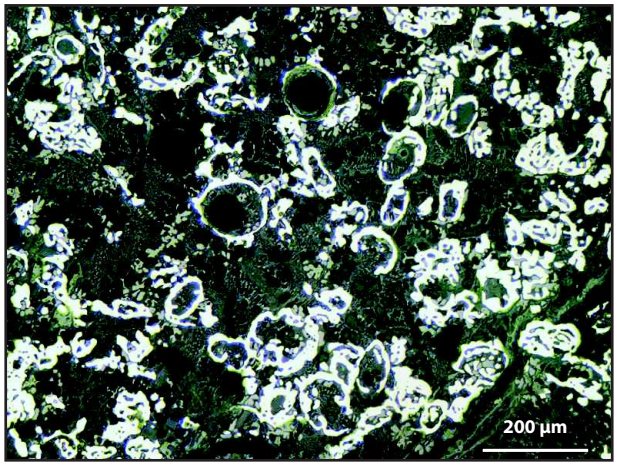
Etant donné que le métal n'est pas bien aggloméré, la scorie n'est pas incluse au sein de ce dernier. A l'inverse, la scorie forme la matrice de l'échantillon. Elle est cristallisée et présente un fond de mélilites quadrangulaires contenant de fines particules de wustite orientées et alignées, découpées par de nombreux globules non déterminé. On observe de la wüstite sous forme globulaire et localement en dendrites de taille moyennes. Localement, des cristallisations gris foncées parfois sous forme de dendrites sont présentes entre les mélilites.

Conclusion partielle :

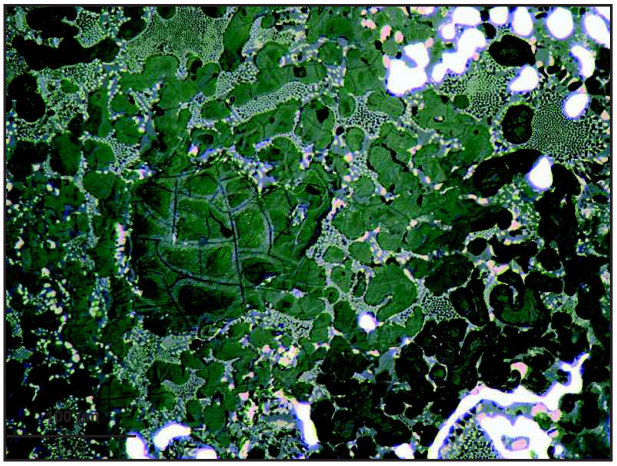
Le bloc est constitué principalement de scorie de réduction dans laquelle se développent des ensembles d'oolithes métalliques. Il n'a s'agit pas à proprement parler de minerai métallique, le métal n'étant pas aggloméré.



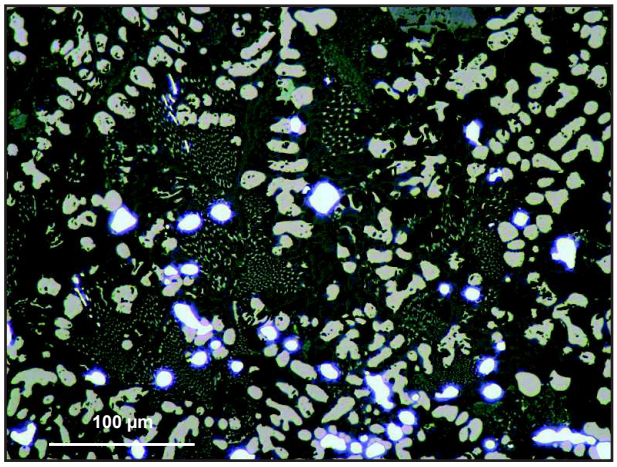
1



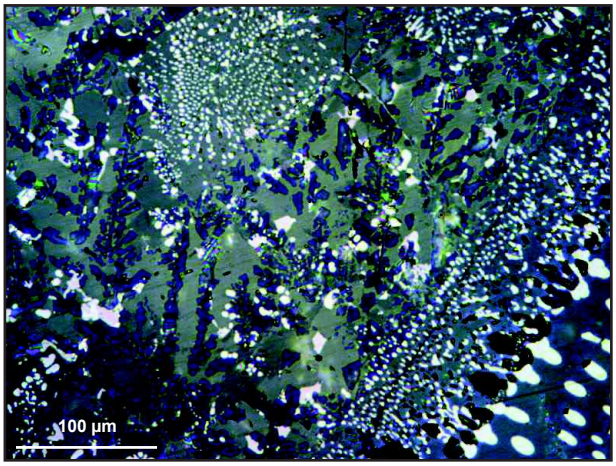
2



3



4

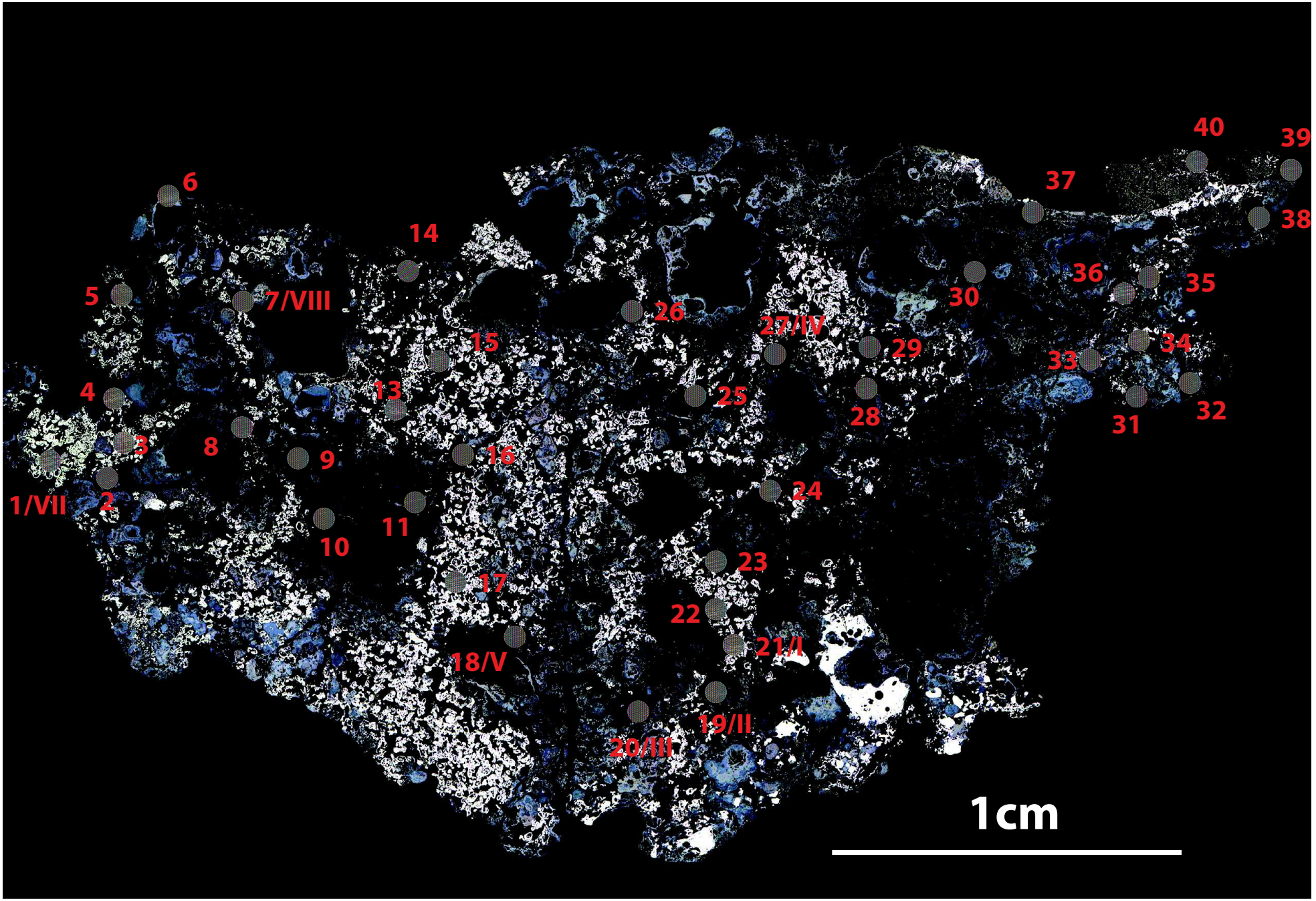


5

6

7

8



Repérage des analyses chimiques

LUD-F269

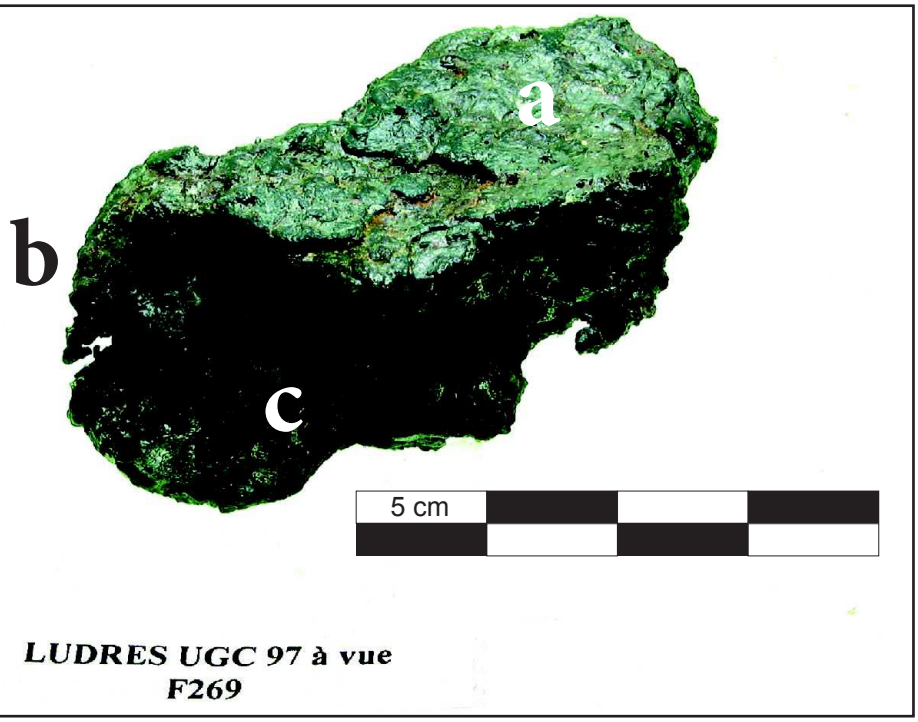
Catégorie : Chute facettée

Masse : 231 g
Longueur : 57 mm
Largeur : 37 mm
Epaisseur : 36 mm
Etape de la chaîne opératoire : Epuration

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) :



LUDRES UGC 97 à vue F269

Description morphologique :

Bloc de métal présentant deux faces perpendiculaires. L'un des cotés présente une surface plane (a) consécutive à un martelage et l'autre perpendiculaire (b), une surface brute présentant un faible relief aux formes arrondies formé de petites protubérances et cavités. La surface opposée aux deux autres (c) présente un relief un peu plus marqué et un peu plus anguleux qui laisse apparaître localement des vacuoles arrondies millimétriques et plurimillimétriques.

Structure du métal :

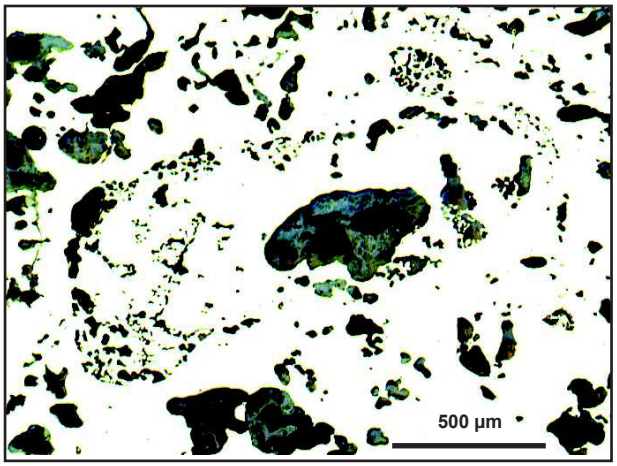
La section révèle un métal relativement compact. Plusieurs fissures de longueur millimétrique parcourent le métal, mis à part la zone sous-jacente à l'une des faces planes (a). De nombreuses porosités de taille variable parsèment les parties du métal opposées à la surface précitée. Les fissures et porosités sont comblés, partiellement ou totalement, par des produits de corrosion à chaud. L'organisation de certaines microporosités révèle qu'elles sont les reliques de la structure du minerai (oolithes) (Cliché **1**).
La structure du métal est majoritairement ferrito-perlitique (**2**). Un liseré perlitique est visible le long de la surface d'arrachement (c) (**3**). La ferrite a cristallisé en structures de widmannstätten dans les zones hypoeutectoïde (**4**).

Inclusions :

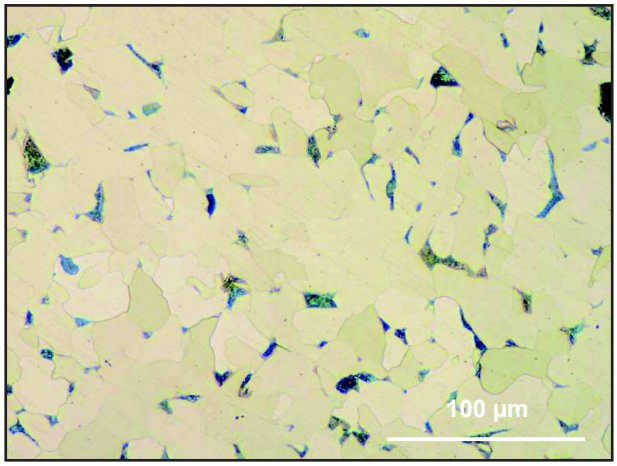
La section ne révèle quasiment pas de scorie périphérique adhérant aux surfaces du métal. Une seule parcelle de scorie périphérique, vitreuse, est visible.
Les inclusions de scorie sont peu nombreuses sur la section. La plupart présentent des formes irrégulières aux contours arrondis, avec une matrice amorphe. Quelques inclusions sont cristallisées. Elles contiennent des cristaux polygonaux aux angles arrondis (hercynite ?) (**5**). Les inclusions proches des surfaces planes sont fines, allongées et orientées dans la même direction (**6**).

Conclusion partielle :

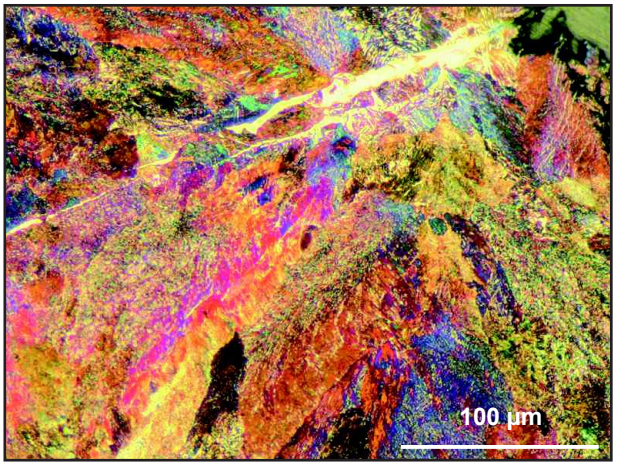
Le bloc métallique est certainement issu de l'épuration d'une masse plus importante, obtenue par la réduction de minerai oolithique. Les deux faces planes évoquent un martelage.



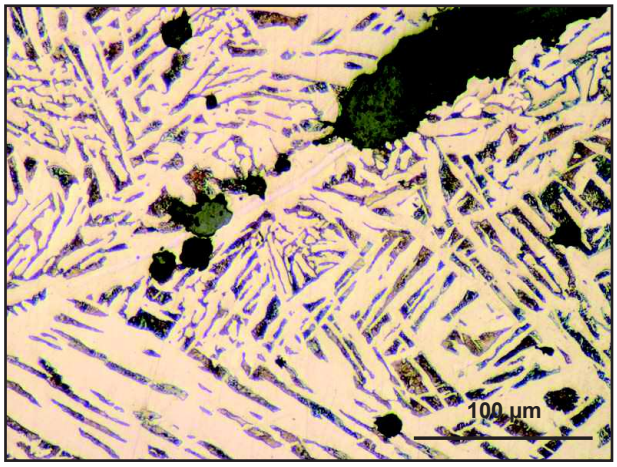
1



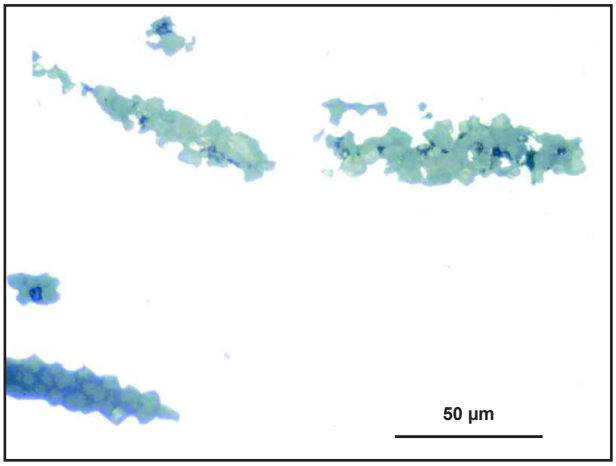
2



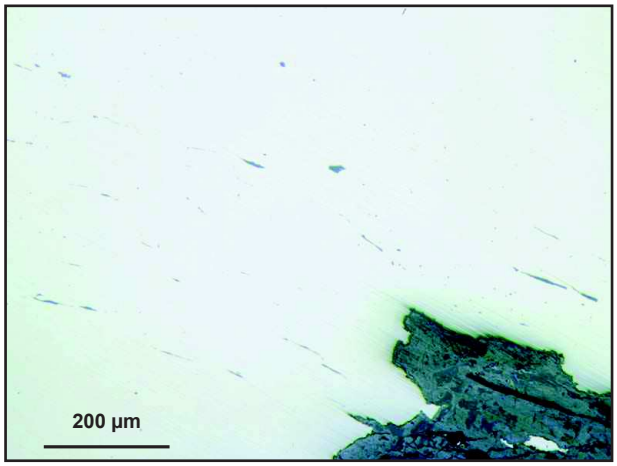
3



4



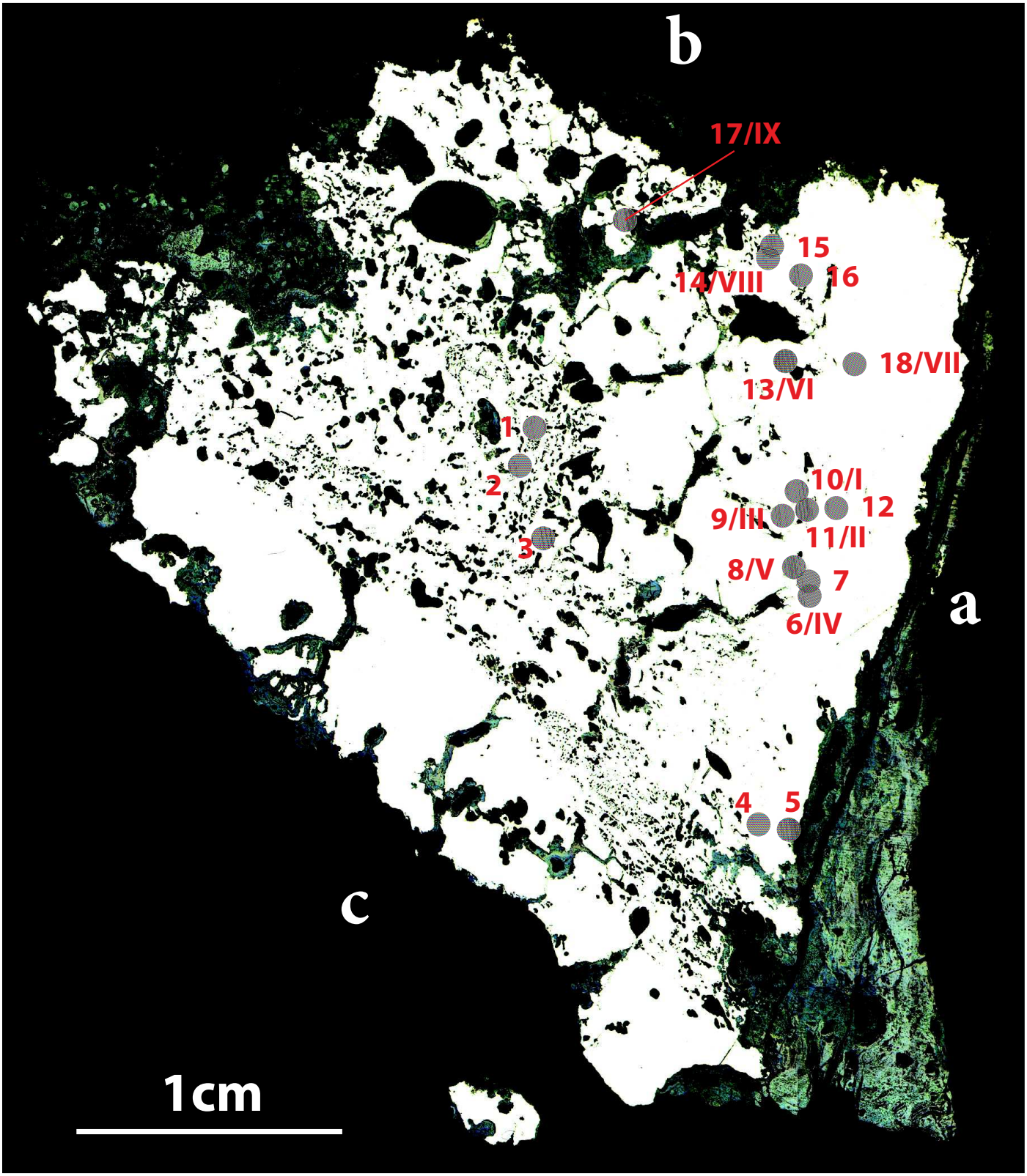
5



6

7

8



Repérage des analyses chimiques

CHAVIGNY - Le Haldat

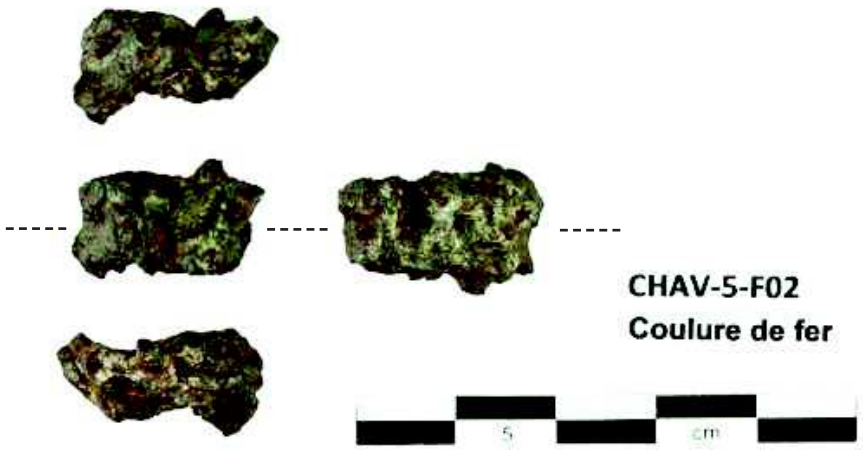
CHAV-ST5-F02

Catégorie : Coulure de fer

Masse : 6,1 g
Longueur : 21 mm
Largeur : 13 mm
Epaisseur : 9 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : 0,03 %
Pourcentage moyen de carbone : env. 2,11 %

Remarque(s) :



Description morphologique :

L'échantillon est une coulure de métal formée d'un cordon de section quadrangulaire aux angles arrondis. Les surfaces présentent des reliefs lobés millmétriques. Le fragment présente une échancrure transversale concave sur chacune des faces longitudinales.

Structure du métal :

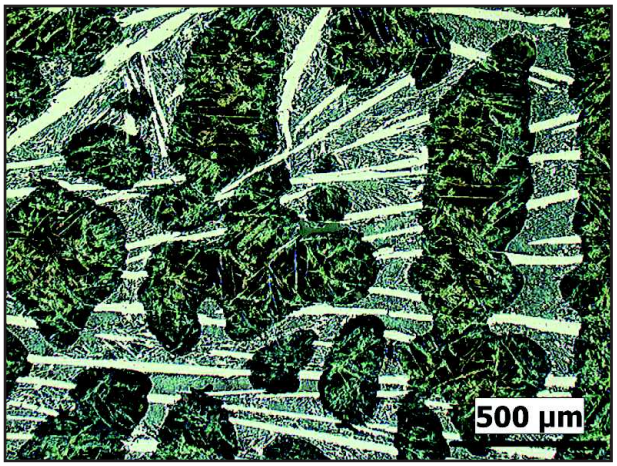
La section révèle un métal compact, dépourvu de toute porosité ou fissure. La corrosion affecte localement la périphérie du métal.
La structure de ce dernier est intégralement hypoeutectique, composée de cémentite en bâtonnets et de perlite (Cliché **1)**.

Inclusions :

La section ne présente que quelques inclusions de petites dimensions (une dizaine de microns de diamètre). Les inclusions sont de forme anguleuse, ou globulaire, de couleur gris clair (Cliché **1)**.

Conclusion partielle :

Le bloc de métal est composé d'un alliage très fortement carburé (fonte blanche). Les surfaces, relativement lisses, estompées, suggèrent une fusion partielle de l'alliage.



1

2

3

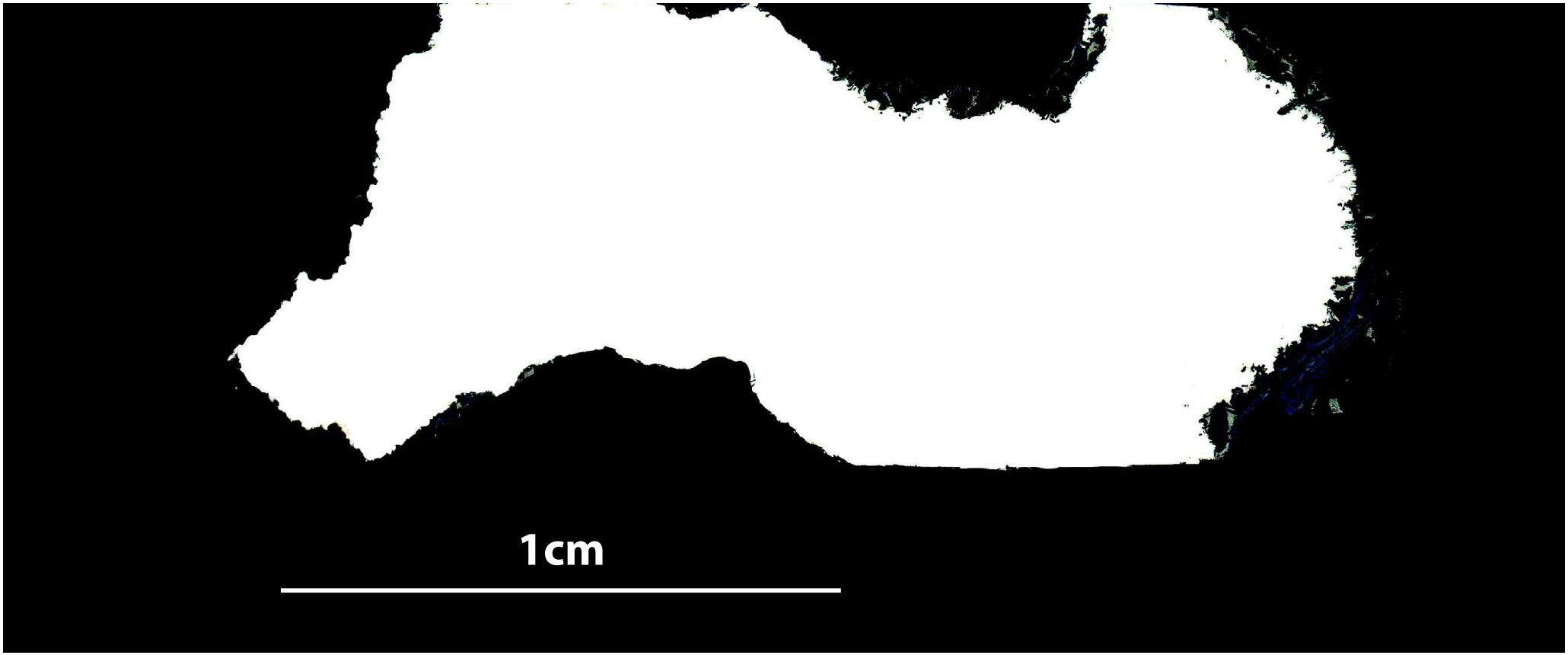
4

5

6

7

8



Repérage des analyses chimiques

CHAV-ST12-F01

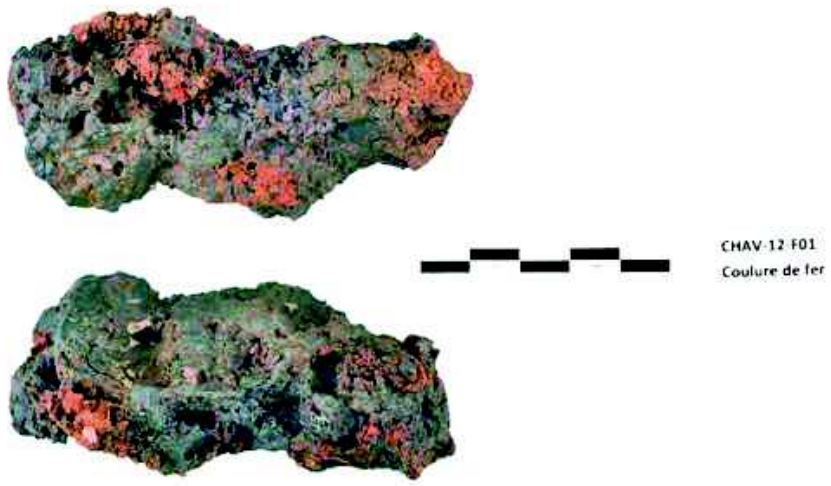
Catégorie : Coulure de fer

Masse : 177 g
Longueur : 85 mm
Largeur : 35 mm
Epaisseur : 20 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) :



Description morphologique :

Le fragment de métal est de forme grossièrement parallélépipédique, anguleuse. L'une des surfaces présente des reliefs lobés, estompés. Les autres surfaces montrent des cavités débouchantes aux formes variées et irrégulières.

Structure du métal :

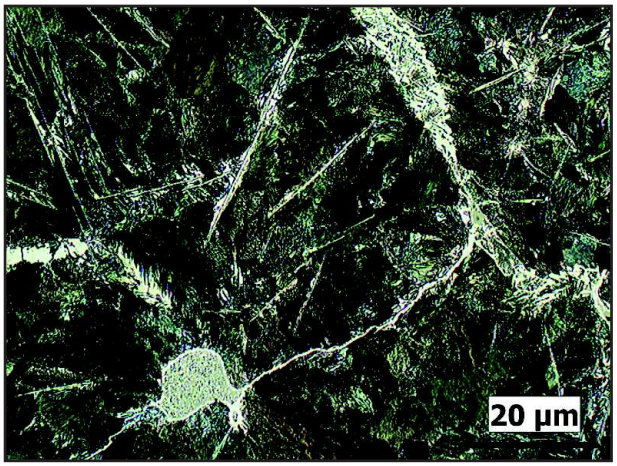
Le fragment de métal est de forme grossièrement quadrangulaire, relativement compact, si ce n'est quelques cavités dont les dimensions n'excèdent pas la centaine de microns.
Il s'agit essentiellement un acier hypereutectoide (matrice perlitique avec Fe3C, en réseau et en aiguilles) (Cliché **1)**. Localement, des zones plus perlitiques. L'échantillon contient beaucoup de phosphore sous forme d'eutectique, en répartition hétérogène (zones de très forte concentration) (**2)**.

Inclusions :

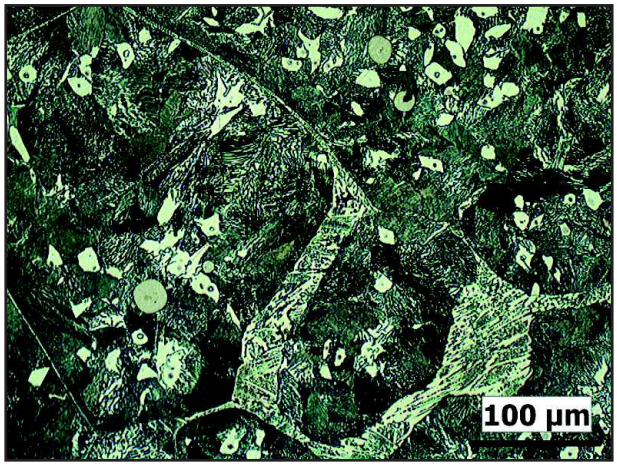
Les inclusions, rares sur la section, sont de forme plutôt arrondie (**3)**. Certaines sont cristallisées (lattes) (**4)** et d'autres sont vitreuses. La plupart des inclusions comportent par ailleurs des billes métalliques micrométriques. Enfin, quelques inclusions sont observables dans les phosphures (**5)**.

Conclusion partielle :

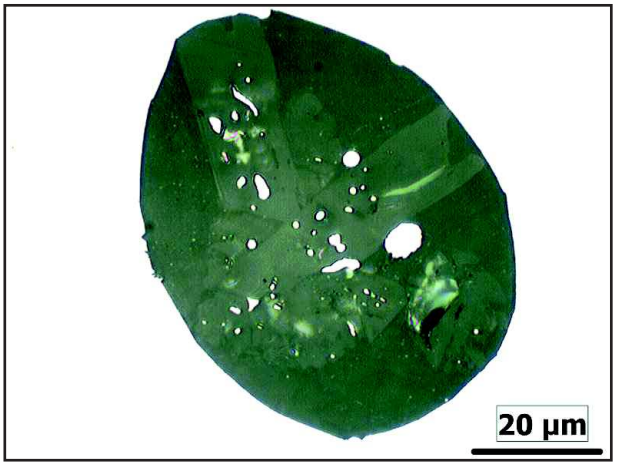
Compte tenu des surfaces planes et des angles, ainsi que de la structure du métal, ces éléments convergent vers un fragment de métal ayant subi au moins un premier travail de mise en forme. Prenant en compte l'incertitude concernant son interprétation, l'échantillon reste attribué comme déchet de réduction.



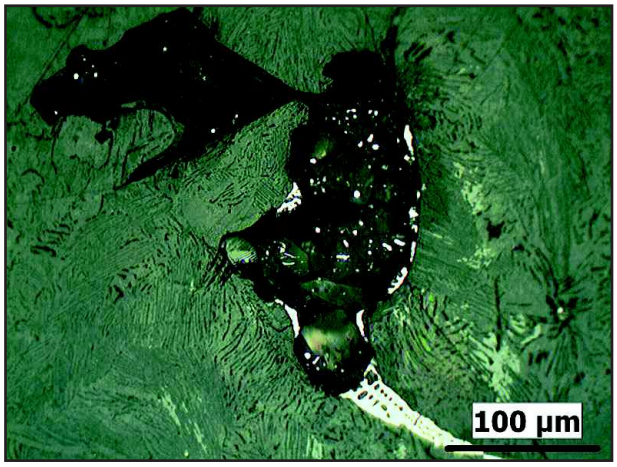
1



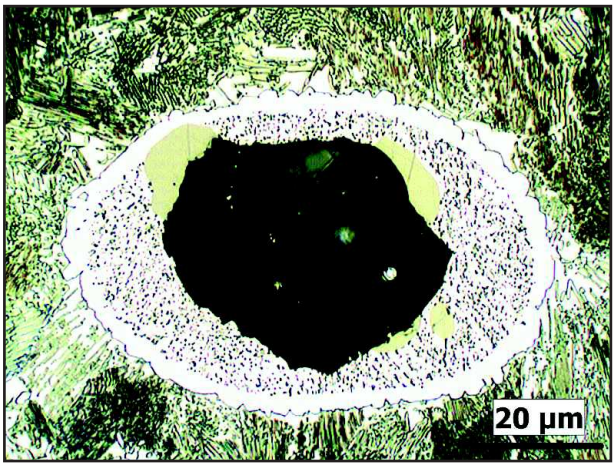
2



3



4



5

6

7

8

Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique

CHAV-ST12-F02

Catégorie : Coulure de fer

Masse : 61 g
Longueur : 45 mm
Largeur : 32 mm
Epaisseur : 21 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : 1,2 %

Pourcentage moyen de carbone : env. 2,11 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Le fragment de métal est de forme vaguement parallélépipédique et constitue l'extrémité d'une coulure de fer. Les surfaces sont relativement lisses, composées de reliefs lobés estompés.

Structure du métal :

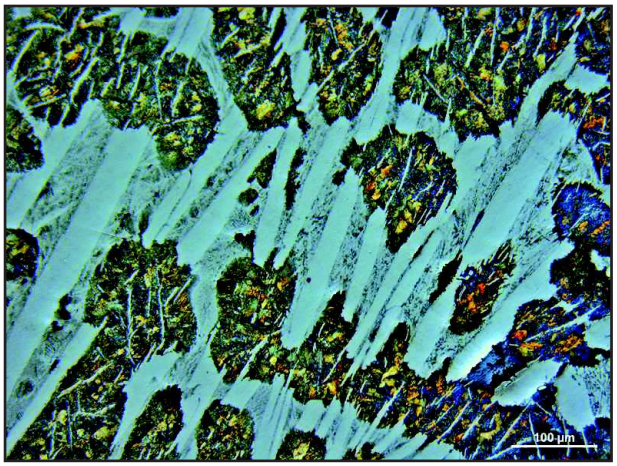
Le métal compact, comporte toutefois une cavité de forme subcirculaire aux contours irréguliers et de taille centimétrique. La section révèle une structure fortement carburée, celle d'une fonte hypoeutectique (Clichés **1** et **2).** La matrice est perlitique, dans laquelle se développe de la cémentite sous forme de lattes et d'aiguilles.

Inclusions :

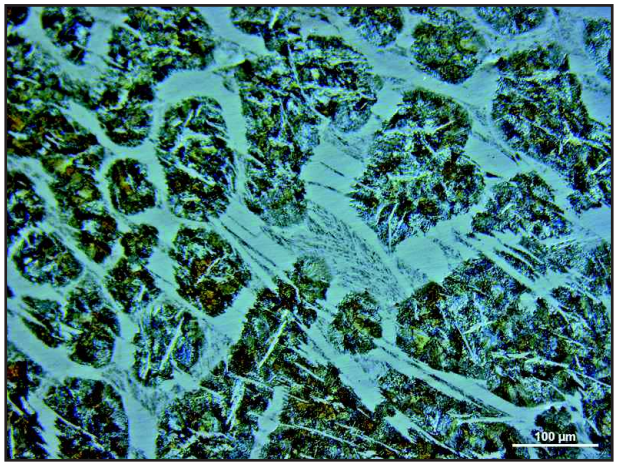
Les inclusions de scorie sont peu nombreuses, de forme sphérique dont le diamètre ne dépasse pas la vingtaine de microns (**3**). Quelques inclusions montrent une forme allongée (**4**). Elles présentent toutes un caractère amorphe, ou une cristallisation fine comprenant occasionnellement des billes métalliques de taille micrométrique.

Conclusion partielle :

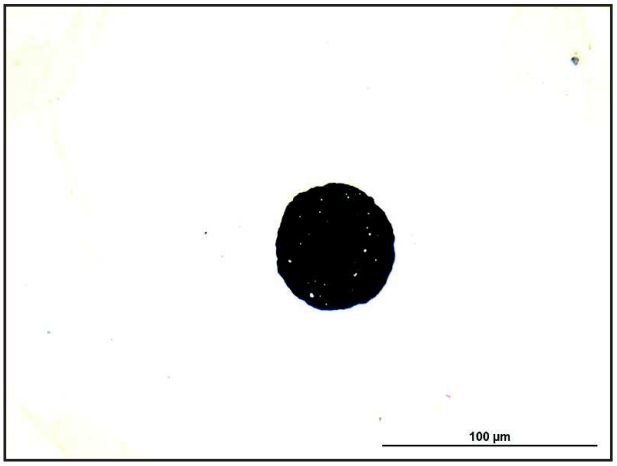
Le bloc de métal est composé d'un alliage très fortement carburé (fonte blanche). Les surfaces, relativement lisses, estompées, suggèrent une fusion partielle de l'alliage.



1



2



3

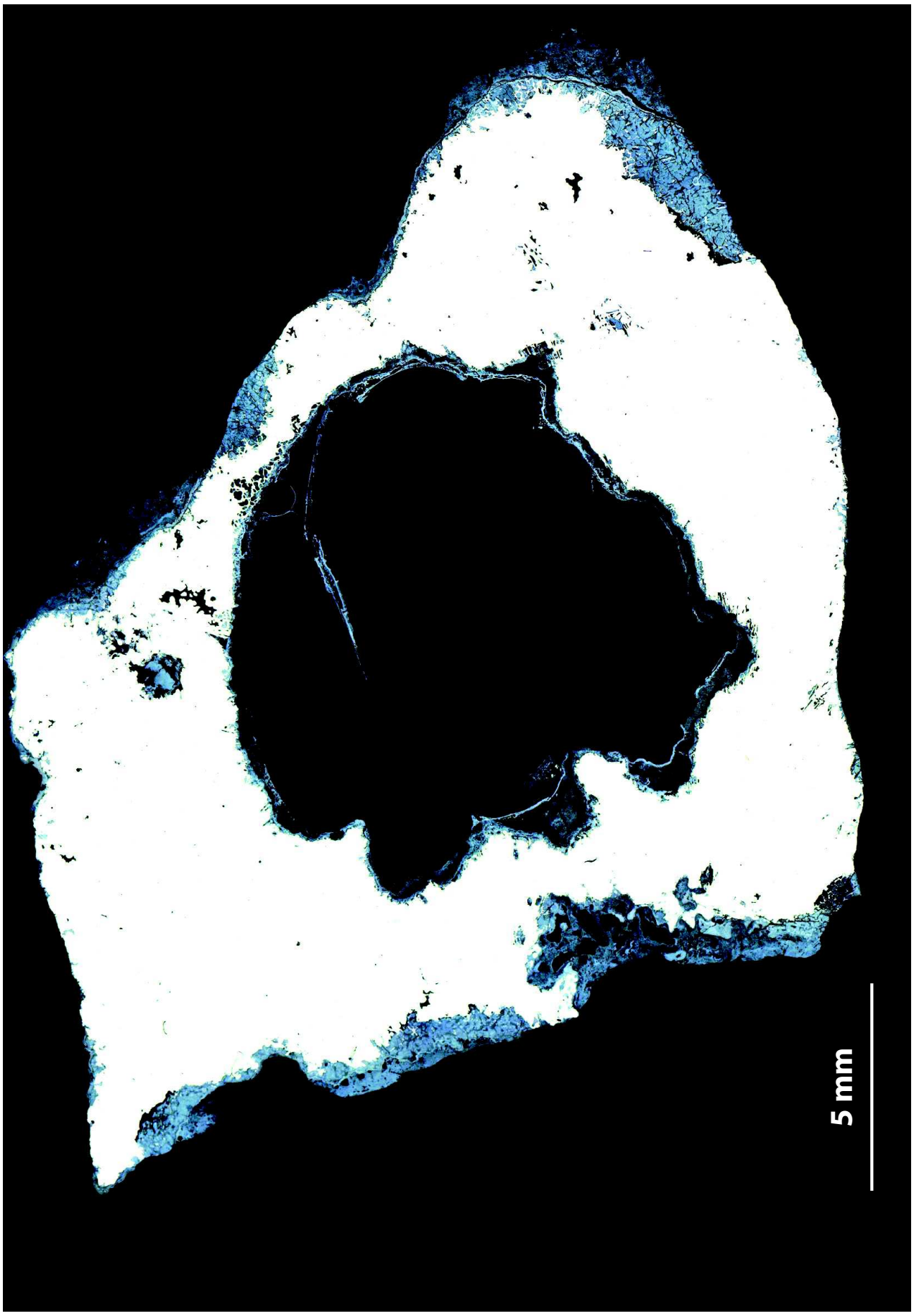
4

5

6

7

8



Section polie

CHAV-ST12-F04

Catégorie : Coulure de fer

Masse : 13,4 g
Longueur : 20 mm
Largeur : 17 mm
Epaisseur : 12 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : 0,71 %

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) :

CHAV-12-F04
Chute façonnée

Description morphologique :

Le fragment de métal est de forme vaguement parallélépipédique. Les surfaces les plus importantes sont relativement lisses, composées de reliefs lobés estompés. Les surfaces perpendiculaires sont plus irrégulières présentant des relifefs mamelonnés millimétriques. L'une de ces dernières présente un aspect concave, constituant peut-être l'empreinte d'un outil.

Structure du métal :

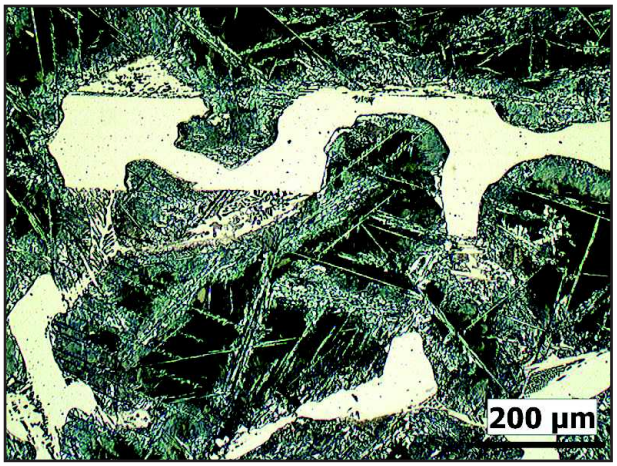
La section révèle que le métal est constitué d'un alliage fortement carburé, caractéristique d'un acier hypereutectoïde. La matrice est perlitique, dans laquelle se développent des lattes squelettiques de cémentite, formant des réseaux. Celle-ci se présente également sous la forme d'aiguilles (Clichés **1** et **2**).

Inclusions :

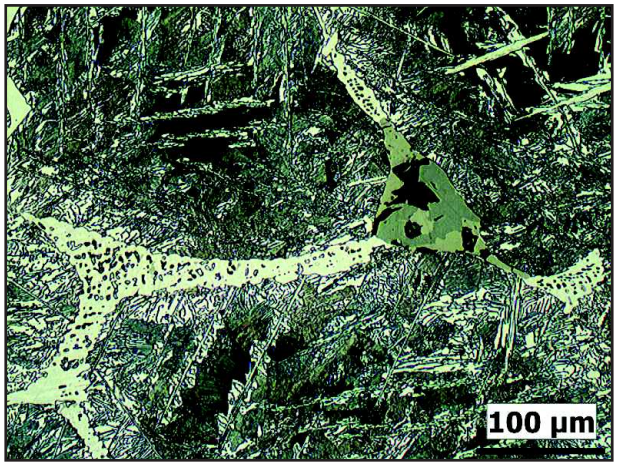
Des reliquats de scorie sont présents sur le pourtour du fragment de métal. La scorie présente deux faciès majoritaires. Le premier est vitreux (comportant parfois grains de quartz aux contours ramollis ?). Le second, opaque, est caractérisé par de très fines billes de métal et une structure non résoluble (**3**). La scorie peut contenir des aiguilles gris clair à blanc, ainsi que de très fines lamelles courbes (**4**). L'ensemble contient des plages de métal oxydé post-enfouissement (**5**).
De rares inclusions de scorie, de couleur gris clair et de petites dimensions, sont observables (**2**).

Conclusion partielle :

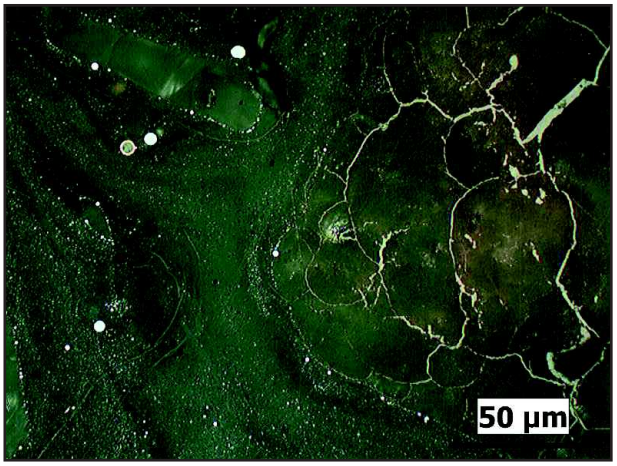
Le bloc de métal est composé d'un alliage très fortement carburé (acier hypereutectoïde). Les surfaces, relativement lisses, estompées, suggèrent une fusion partielle de l'alliage.



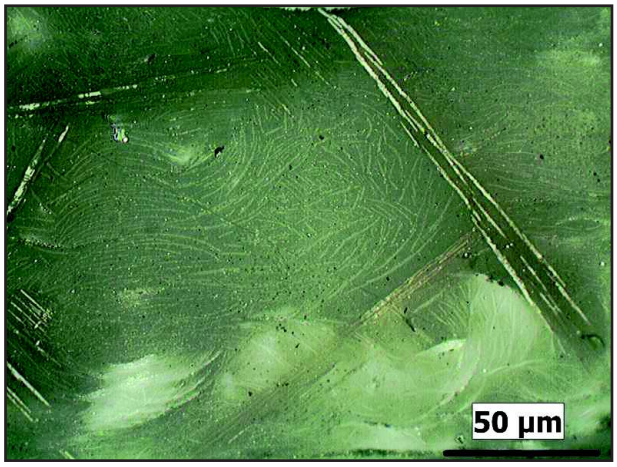
1



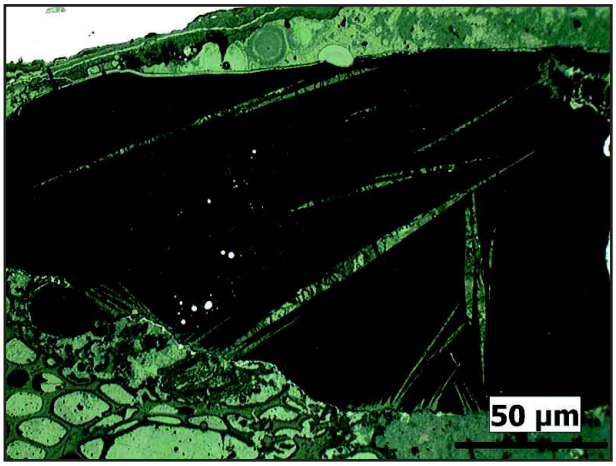
2



3



4

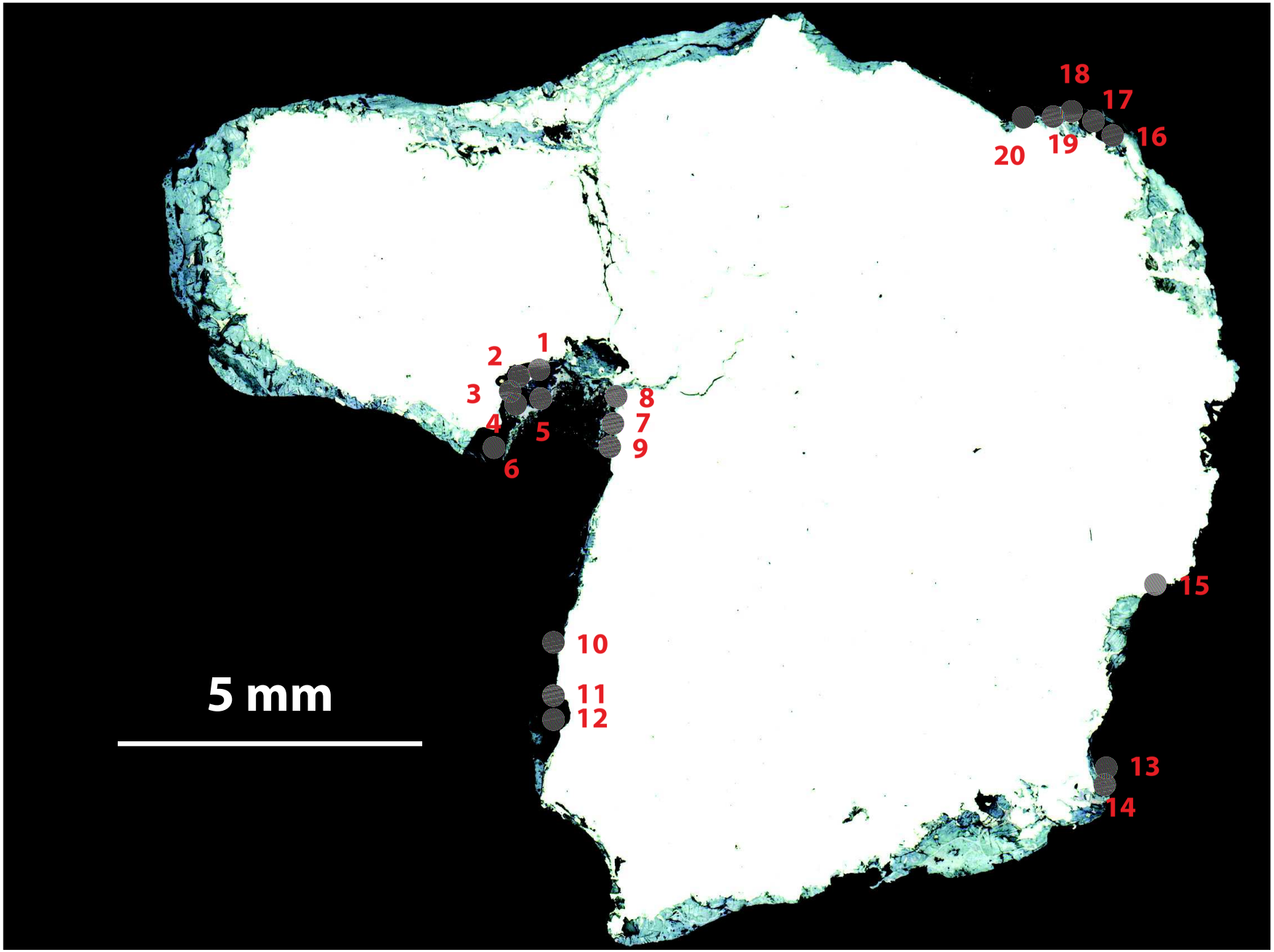


5

6

7

8



Repérage des analyses chimiques

CHAV-ST12-F05

Catégorie : Débris de fer informe

Masse : 8,5 g
Longueur : 24 mm
Largeur : 15 mm
Epaisseur : 10 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) :

Description morphologique :

Le fragment métallique présente une forme irrégulière. Les surfaces, irrégulières, présentent des reliefs lobés et mamelonnés de taille millimétrique, ainsi que des cavités.

Structure du métal :

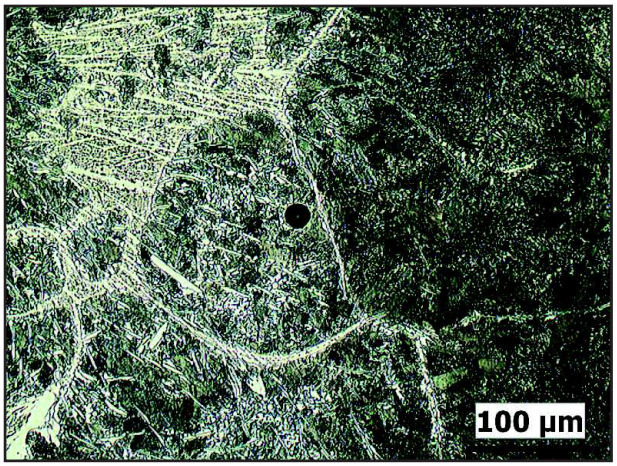
La section révèle un métal comprenant des porosités. Les plus grandes sont de dimensions plurimillimétriques. D'autres cavités, de taille plus modeste, présentent des formes irrégulières aux contours arrondis. Aucune n'apparaît déformée.
La structure du métal est aciérée (Cliché **1**). Les zones les moins carburées sont caractéristiques d'un acier à 0,6-0,7 % C. Les plus aciérées sont constituées d'un alliage hypereutectoïde.

Inclusions :

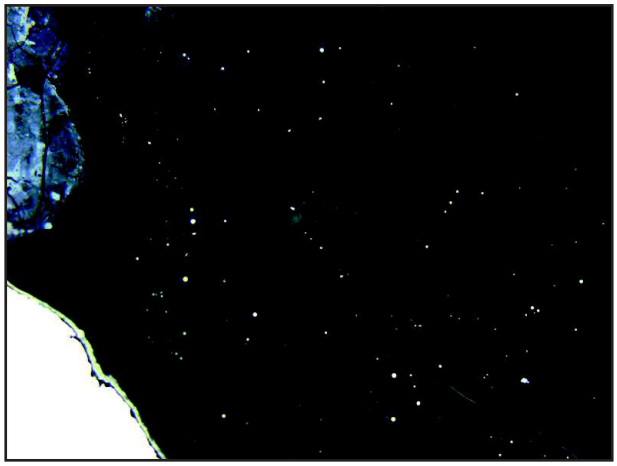
La majorité de la scorie visible sur la section adhère aux surfaces du fragment métallique. La scorie périphérique présente une matrice très finement cristallisée. Des grains de forme anguleuse de couleur grise à nuance moyenne et de dimensions moyennes (quelques dizaines de micromètres) sont visibles au sein de cette matrice. Des billes métalliques de quelques microns de diamètre sont également présentes (**2** à **4**).
Les inclusions de scorie sont rares et de très petites dimensions. De forme circulaire, elles sont formées d'une matrice vitreuse (**5**).

Conclusion partielle :

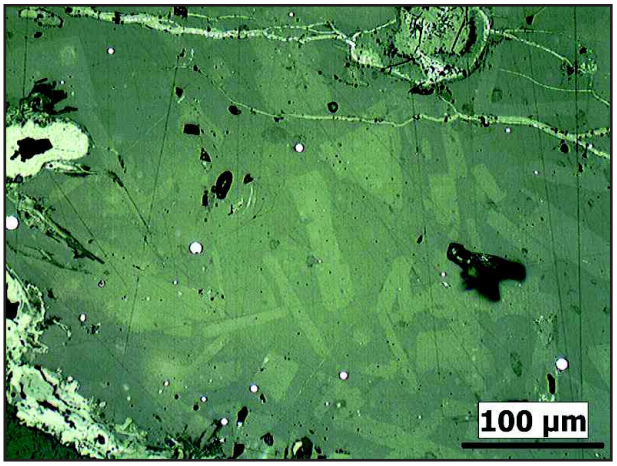
Le fragment métallique est constitué d'un alliage fortement carburé. La morphologie des surfaces du métal, ainsi que le fait que les cavités ne soient pas déformées, suggèrent qu'il s'agit d'un débris métallique informe issu de la réduction de minerai de fer.


100 µm

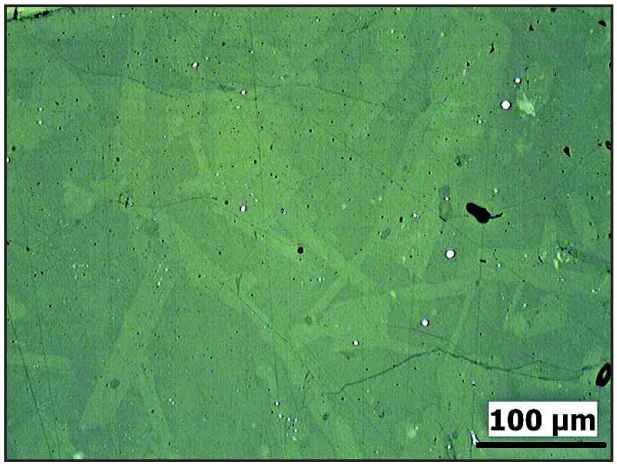
1



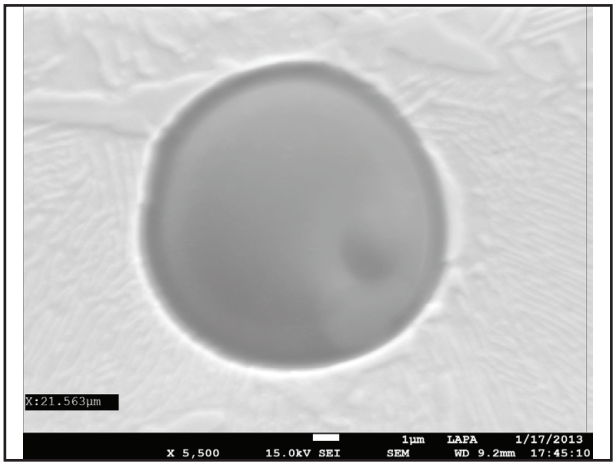
2


100 µm

3


100 µm

4

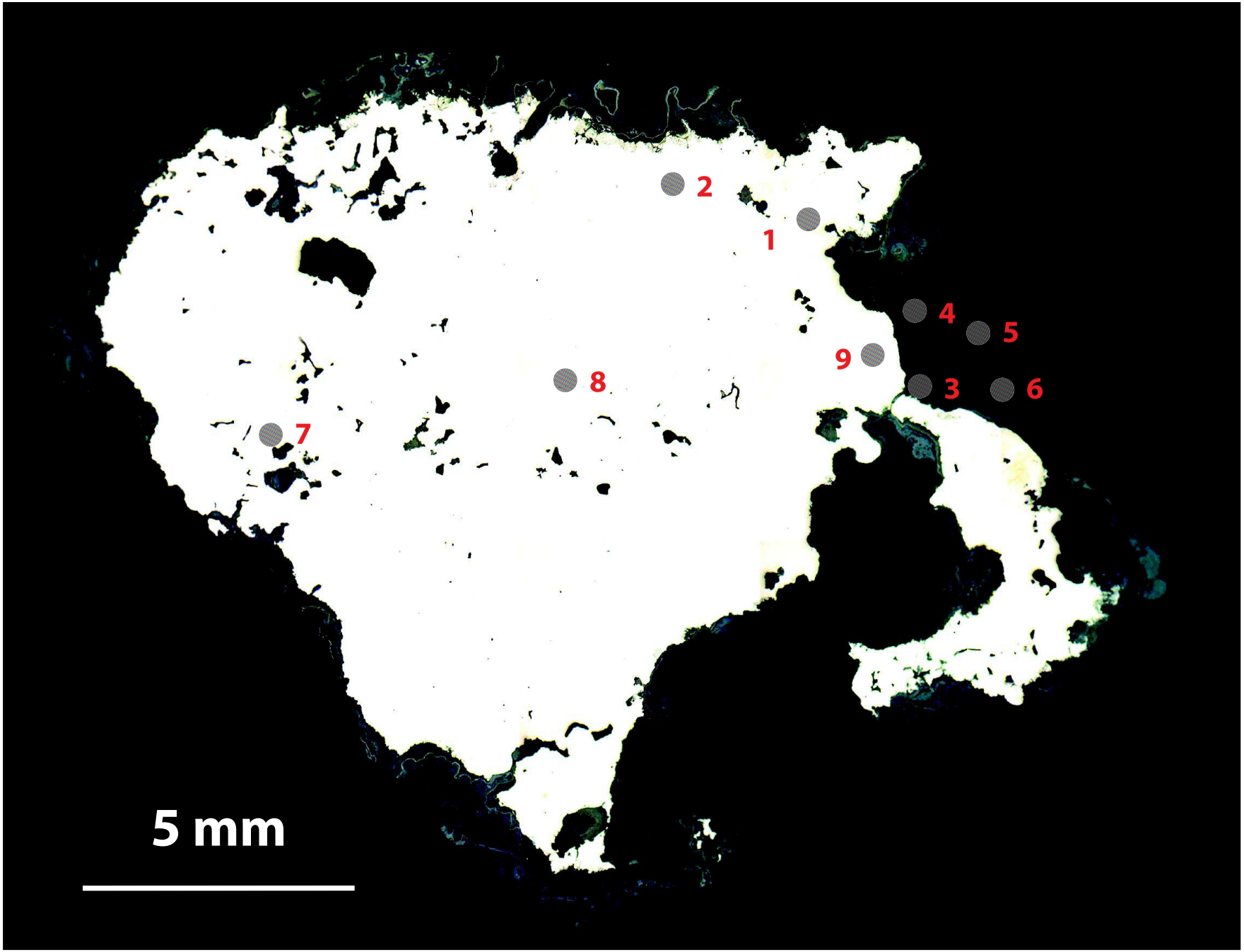

X:21.563µm
1µm LAPA 1/17/2013
X 5,500 15.0kV SEI SEM WD 9.2mm 17:45:10

5

6

7

8



Repérage des analyses chimiques

CHAV-ST12-F06

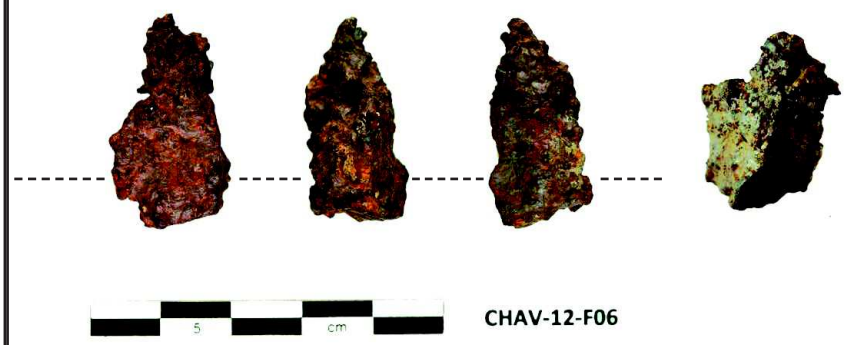
Catégorie : Minerai métallique

Masse : 9,9 g
Longueur : 29 mm
Largeur : 21 mm
Epaisseur : 13 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) :



CHAV-12-F06

Description morphologique :

Le fragment présente plusieurs surfaces planes et à reliefs estompés. Deux de ces surfaces sont quasiment perpendiculaires, séparées par des arêtes anguleuses. Le métal s'affine à partir de ces surfaces pour former une extrémité pointue. Le métal, dans cette moitié, présente des surfaces hérissées composées de reliefs lobés millimétriques.

Structure du métal :

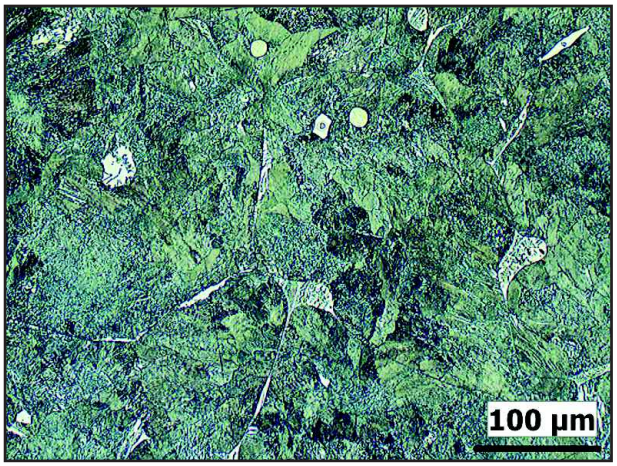
Le métal se compose très majoritairement de perlite (Cliché **1**), dans laquelle on observe des ensembles constitués de cémentite et de phosphore, aux contours curvilignes (**2**). Des *oculi* phosphoreux sont également présents, mais ne provoquent pas forcément (contrairement à d'autres exemples) de décarburation localisée de la matrice perlitique. Localement, en surface, une décarburation du métal se traduit par la présence de grains de ferrite, de forme aciculaire (**3**). Au cœur du métal, de rares grains de ce type sont également observables.

Inclusions :

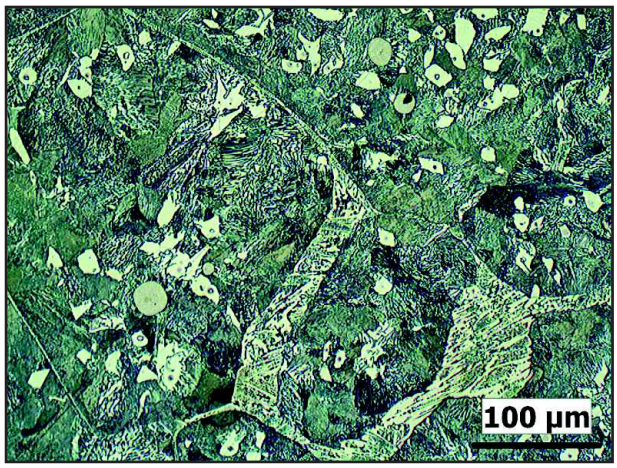
Une plage de scorie est visible en périphérie du métal. Elle se compose de gros cristaux polygonaux dont les dimensions varient entre quelques dizaines et quelques centaines de micromètres. Les espaces interstitiels sont composés de cristaux allongés, ainsi que de fines dendrites. Des billes métalliques de quelques microns de diamètres se sont développées au sein des cristaux (**4**).
Le métal ne contient que de très rares inclusions de scorie. Mis à part deux exemplaires, présentant des dimensions supérieures à une centaine de microns (**5**), elles sont globulaires et de petite taille (**6**). L'ensemble des inclusions sont vitreuses.

Conclusion partielle :

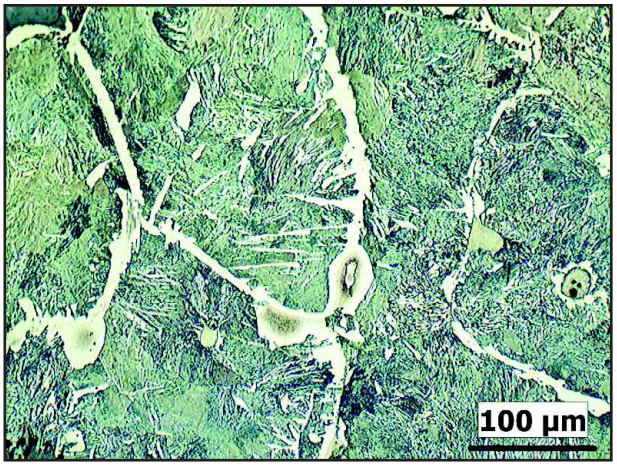
Le fragment de métal, présentant plusieurs surfaces planes, pourrait être une chute issue d'un travail de compactage sommaire d'une masse plus importante. La section toutefois ne présente aucun indice en faveur d'une déformation plastique. Il apparaît ainsi que le fragment pourrait être en réalité un bloc de minerai réduit.



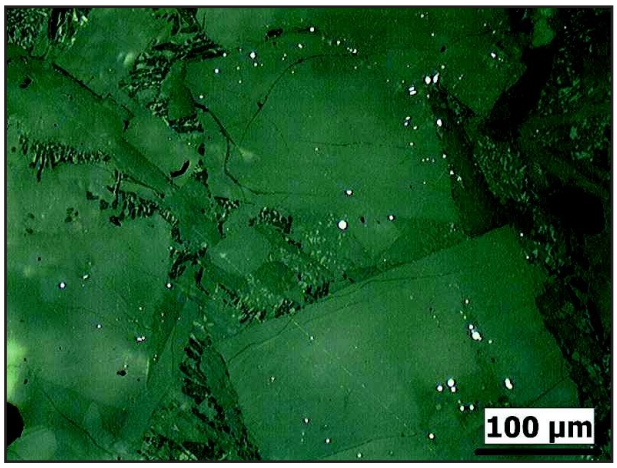
1



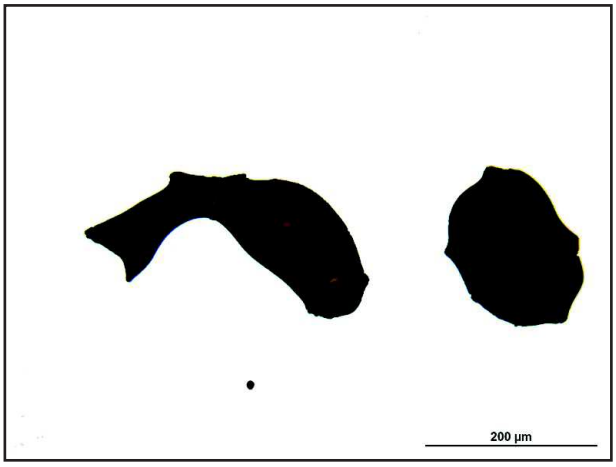
2



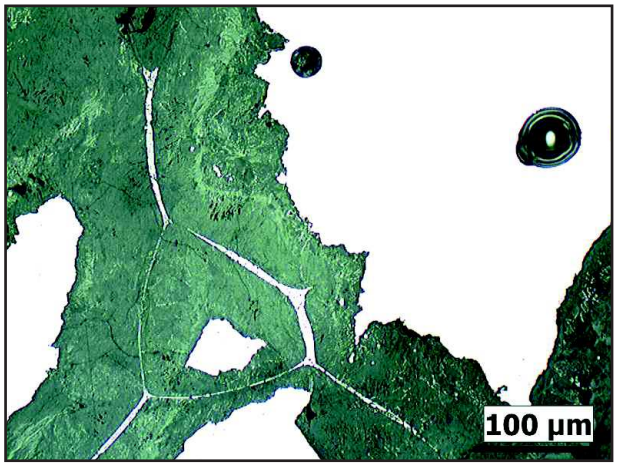
3



4



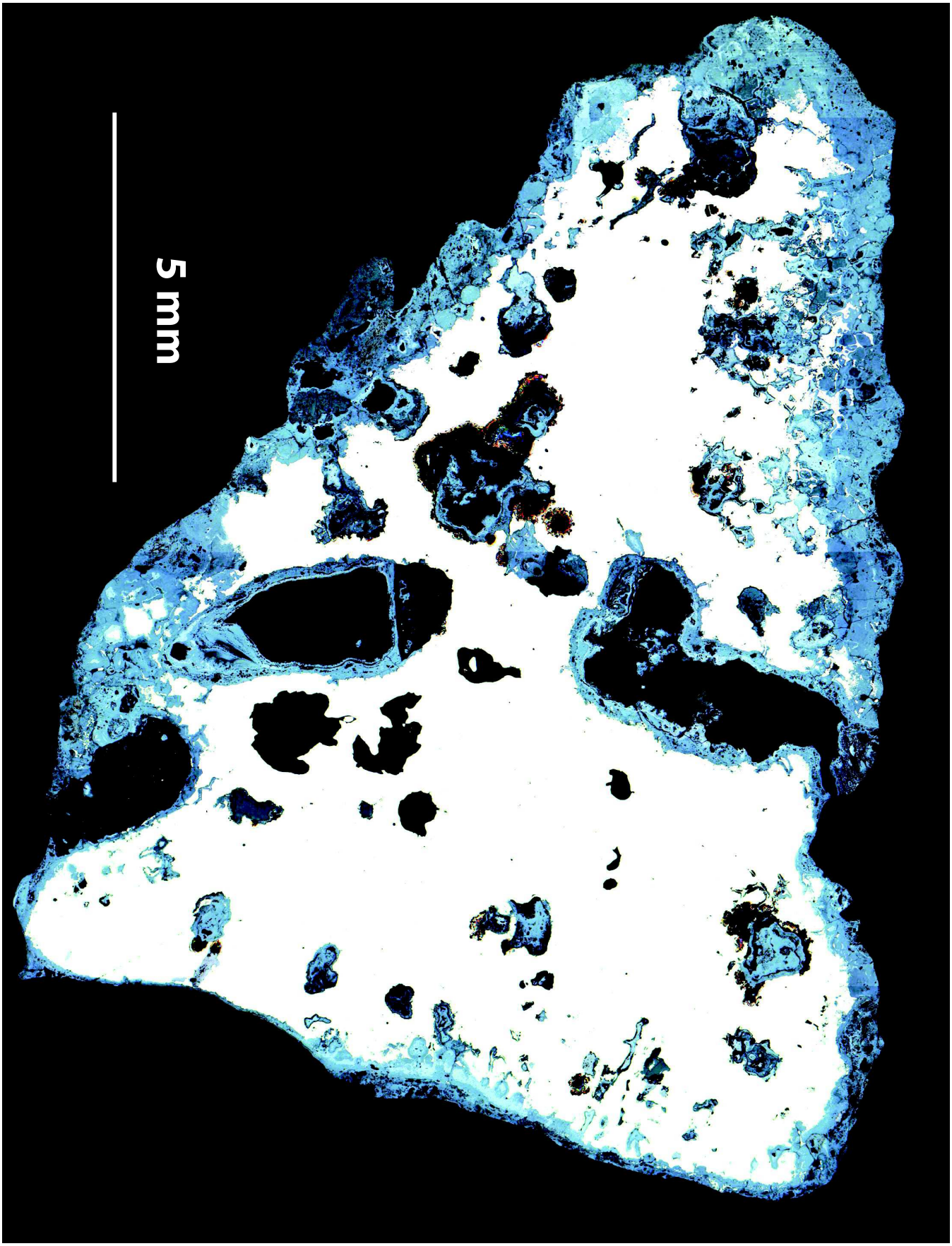
5



6

7

8


5 mm

CHAV-ST54-F02

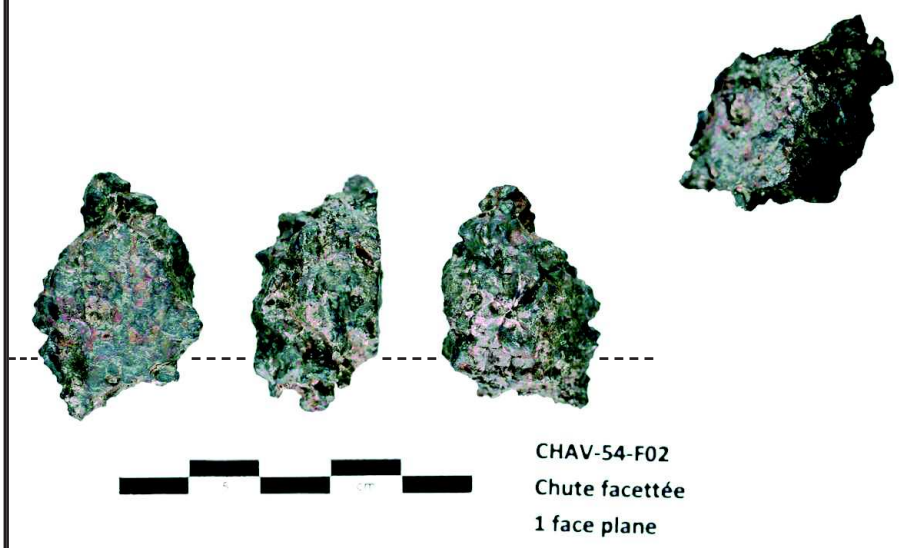
Catégorie : Chute facettée

Masse : 31 g
Longueur : 27 mm
Largeur : 22 mm
Epaisseur : 17 mm
Etape de la chaîne opératoire : Epuration

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) :



Description morphologique :

Le fragment métallique présente une face plane à la surface lisse. La section de l'échantillon forme grossièrement un demi-cercle. Les autres surfaces sont irrégulières et présentent des reliefs lobés de taille millimétrique.

Structure du métal :

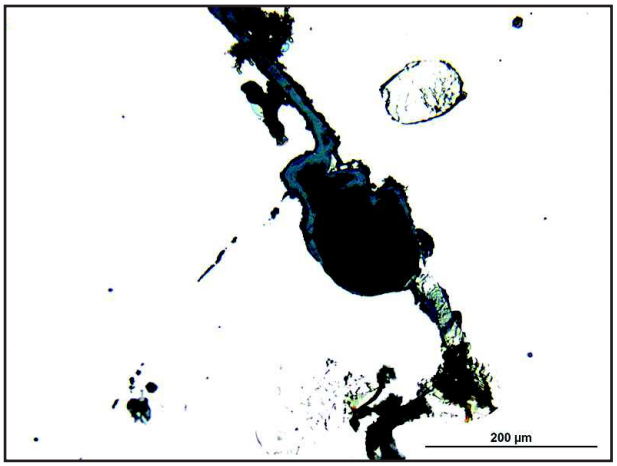
La section révèle un métal relativement compact. Ce dernier ne comporte qu'une porosité de dimensions millimétriques. Localement, de petites porosités en cours de fermeture sont visibles (Cliché **1**). Il est parcouru par un réseau de fissures principal traversant le métal transversalement. Des fissures de taille moindre prennent naissance sur ce réseau. Le métal sous-jacent à la surface plane apparaît plus compact que le reste. Un liseré de magnétite est observable pour la plupart des fissures.
La structure du métal est très carburée. Il s'agit majoritairement d'un acier eutectoïde (**2**). Localement, on observe un faciès plus proche d'une fonte hypoeutectique : la perlite est organisée en réseau dendritique dans les interstices duquel des bâtonnets de cémentite se développent (**3**).

Inclusions :

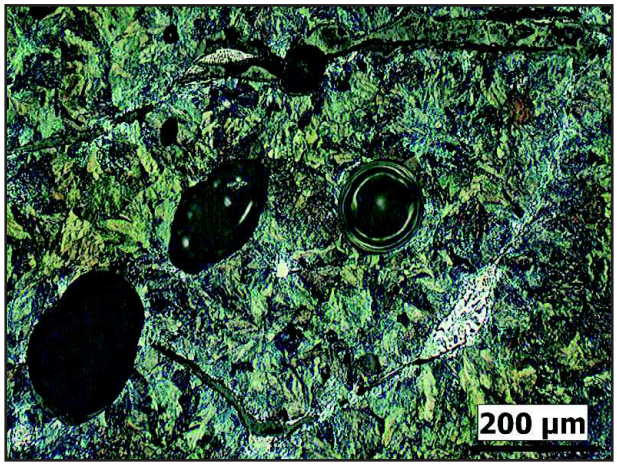
Aucune parcelle de scorie périphérique n'est décelable sur la section. Le métal comporte des inclusions, généralement de dimensions variables (de quelques dizaines à quelques centaines de microns de diamètre) (**4**). Certaines sont très petites, d'un diamètre inférieur à la dizaine de microns (**5**). Elles sont toutes de forme circulaire à subcirculaire. Elles présentent une matrice pouvant être vitreuse (**2** et **4**), ou opaque sans cristallisation visible (**2**, **4** et **6**).

Conclusion partielle :

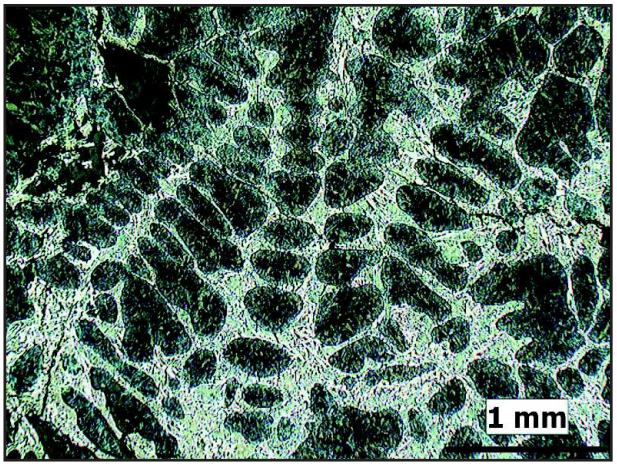
La compacité du métal, ainsi que la présence d'une surface plane, laisse entendre que le fragment métallique s'est désolidarisée d'une masse plus importante au cours d'un travail sommaire de compactage.


200 µm

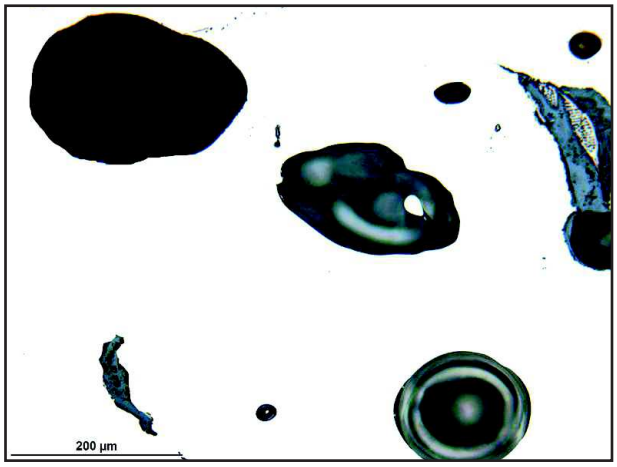
1


200 µm

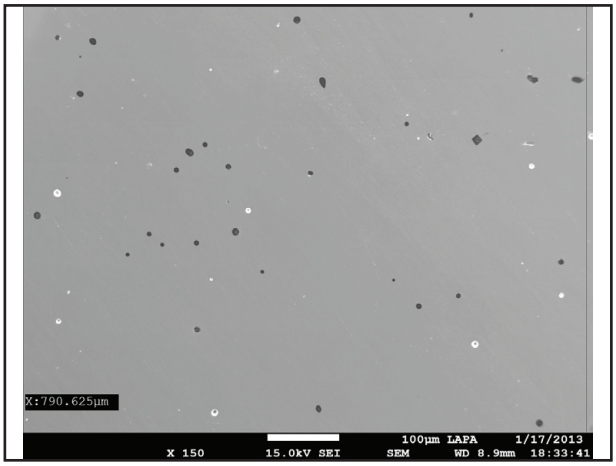
2


1 mm

3


200 µm

4


X:790.625µm
X 150 15.0kV SEI
100µm LAPA 1/17/2013
SEM WD 8.9mm 18:33:41

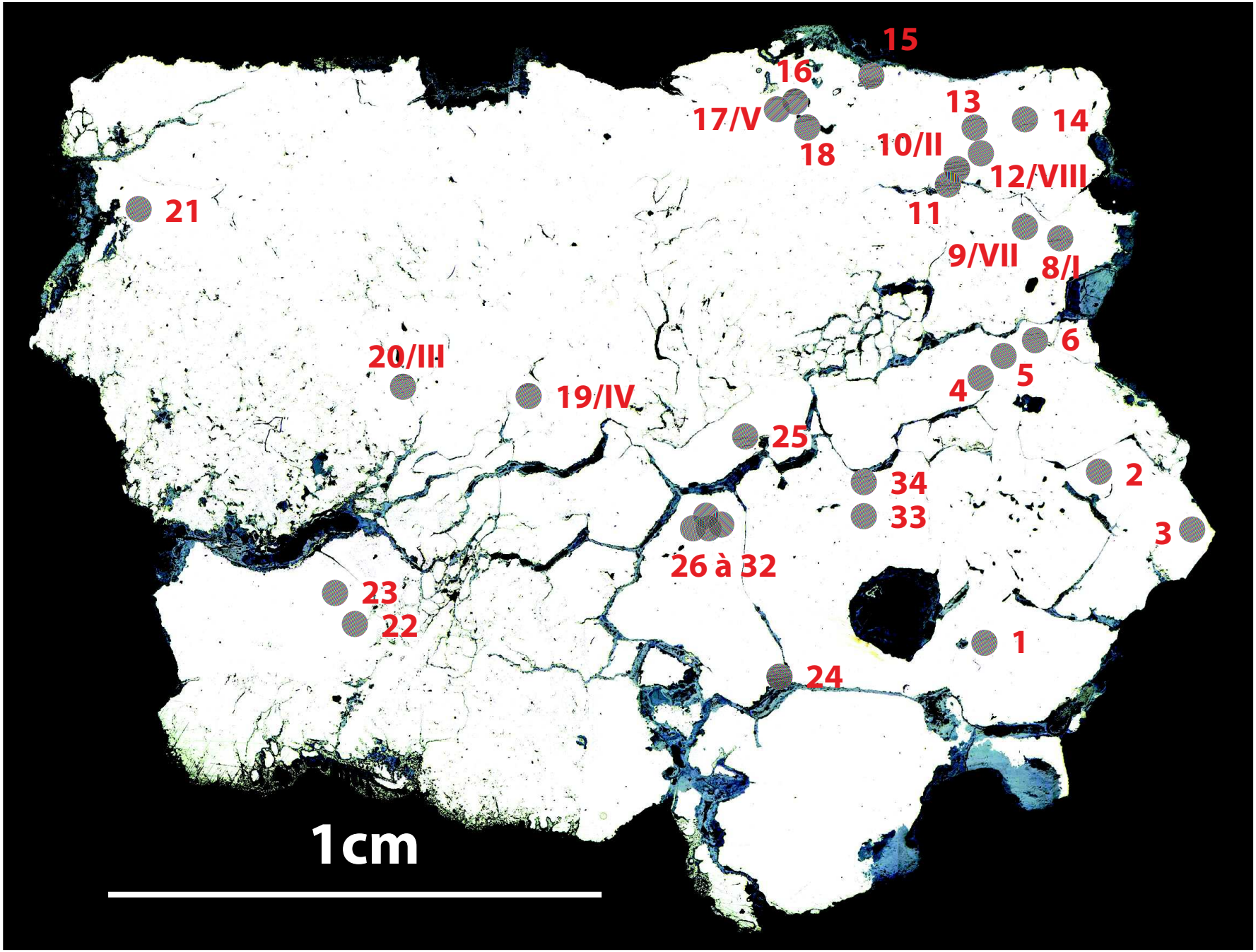
5

200 µm

6

7

8



Repérage des analyses chimiques

CHAV-ST54-F03

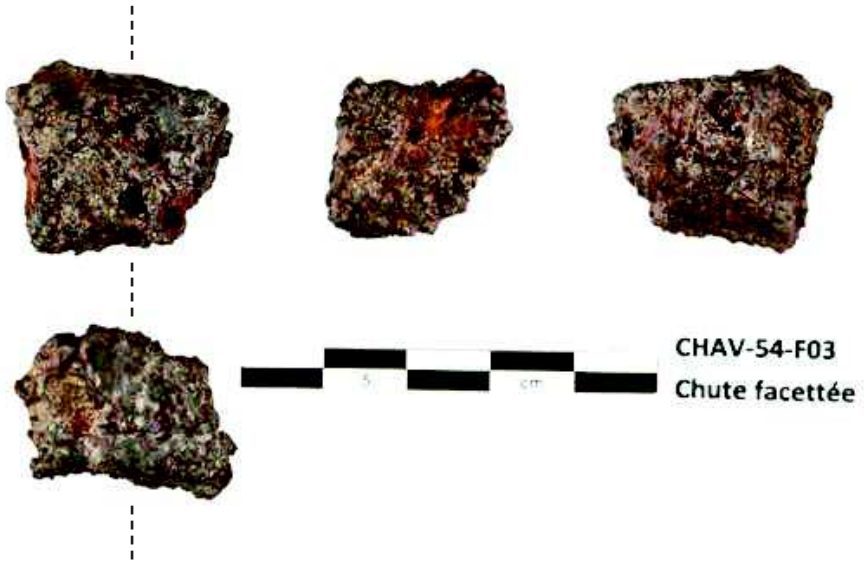
Catégorie : Chute facettée

Masse : 31 g
Longueur : 25 mm
Largeur : 22 mm
Epaisseur : 18 mm
Etape de la chaîne opératoire : Epuration

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) :



Description morphologique :

La fragment métallique présente deux faces relativement planes aux surfaces quasiment lisses, à reliefs lobés estompés. Une troisième face est légèrement concave. Les surfaces, hormis celles des deux faces précitées, sont irrégulières, à reliefs mamelonnés millimétriques. Une cavité millimétrique est observable sur l'une des faces. Le fragment présente un profil grossièrement trapézoïdal.

Structure du métal :

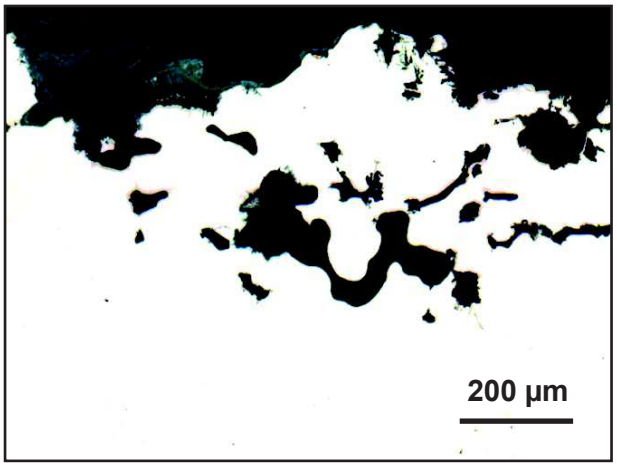
La section révèle un métal compact, ne comportant que de rares porosités. Ces dernières présentent des formes complexes aux contours arrondis, et sont surtout présentes près des surfaces (Cliché **1**).
Le métal présente un taux de carburation important, variant d'un acier eutectoïde à hypereutectoïde. Dans le second cas, la cémentite se développe sous forme d'aiguilles formant localement des gerbes (**2**).

Inclusions :

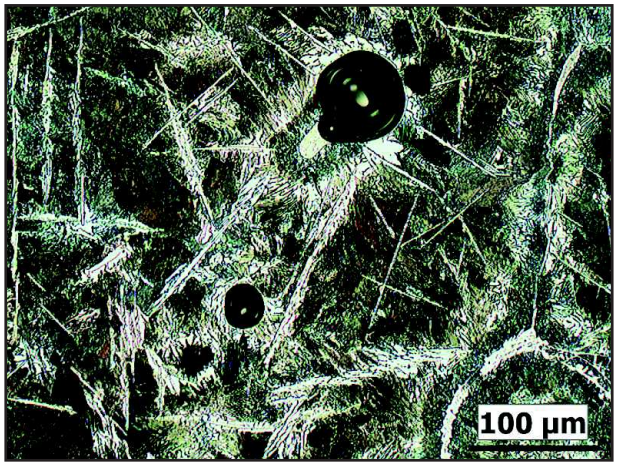
Quelques parcelles de scories adhèrent aux surfaces du métal. Elle se compose d'une matrice à cristallisation très fine, au sein de laquelle se développent de fins cristaux allongés de couleur sombre et de petits cristaux anguleux de couleur gris clair. Des globules métalliques sont également observables (**3**).
Le métal contient peu d'inclusions. Ces dernières sont toutes de forme circulaire à subcirculaire. Leur matrice se compose soit d'un matériau opaque au sein duquel quelques cristaux sont difficilement discernables (**4**), soit d'une matrice vitreuse (**5**).

Conclusion partielle :

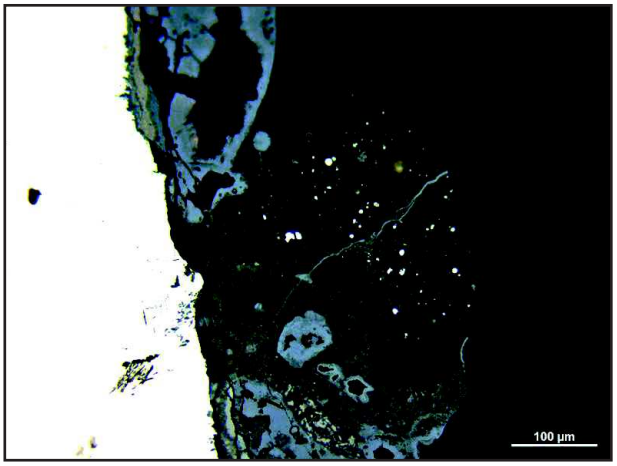
La compacité du métal, ainsi que la présence d'une surface plane, laisse entendre que le fragment métallique s'est désolidarisée d'une masse plus importante au cours d'un travail sommaire de compactage.


200 µm

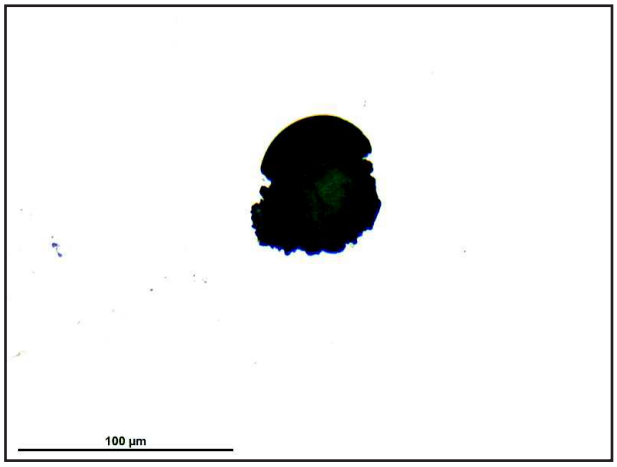
1


100 µm

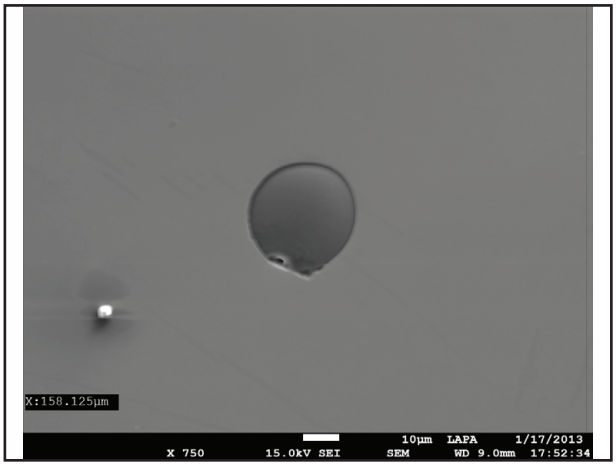
2


100 µm

3


100 µm

4

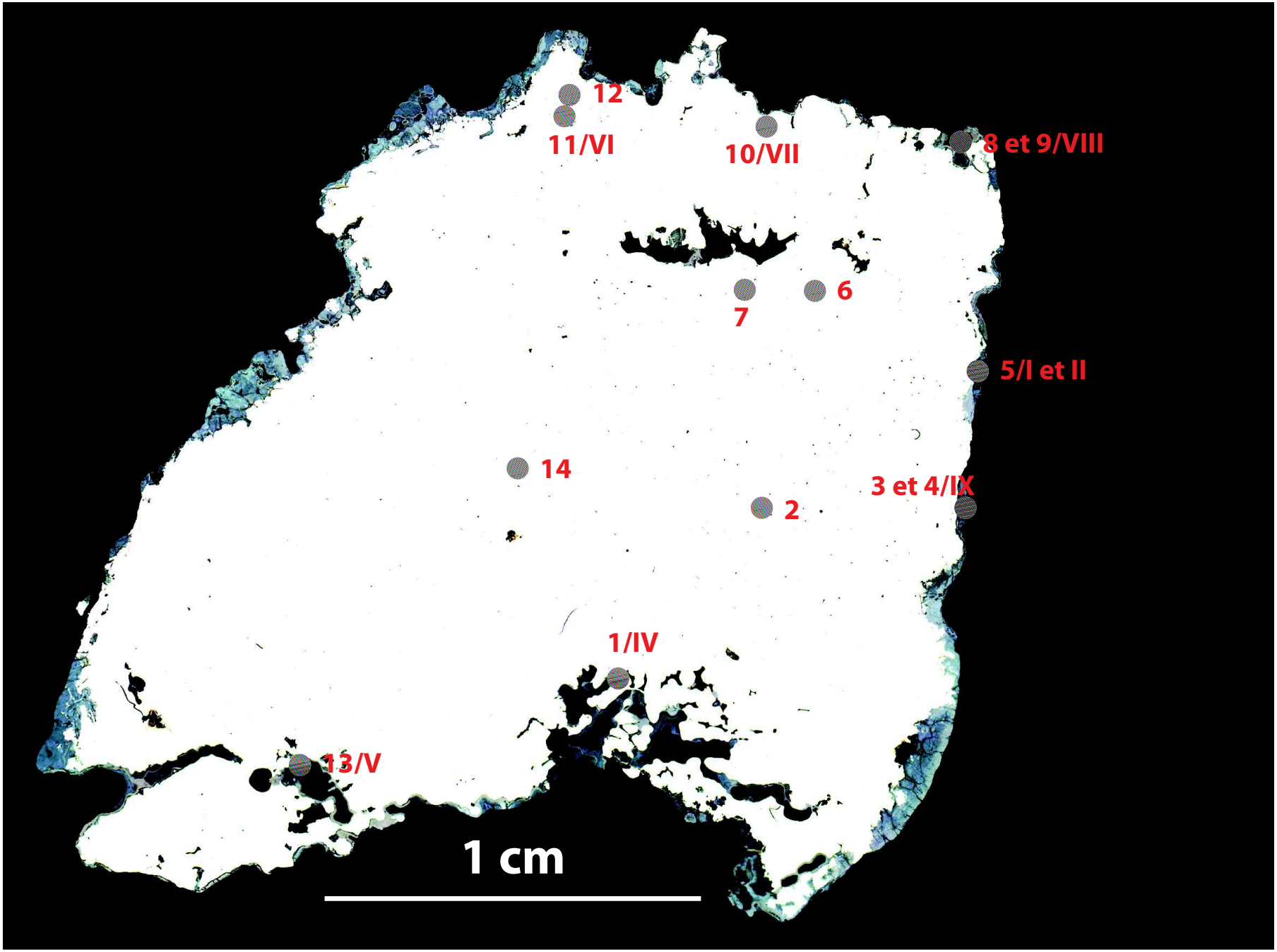

X:158.125µm
10µm LAPA 1/17/2013
X 750 15.0kV SEI SEM WD 9.0mm 17:52:34

5

6

7

8



Repérage des analyses chimiques

VELAINE-EN-HAYE - ZAC Herbue Chalin

Velaine002

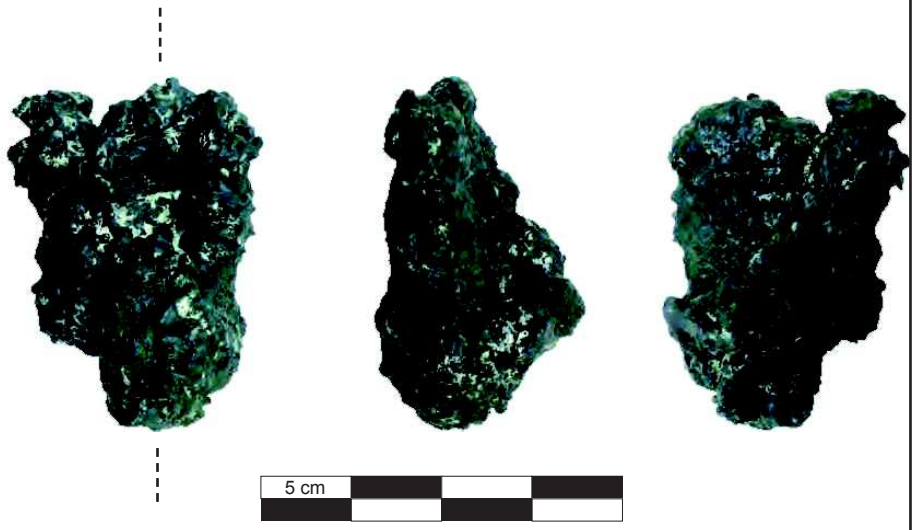
Catégorie : Minerai métallique

Masse : 58 g
Longueur : 49 mm
Largeur : 36 mm
Epaisseur : 31 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction/Epuration

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) : Etude S. Bauvais



Description morphologique :

Il s'agit d'un nodule métallique de forme irrégulière et aux surfaces perturbées de creux et de bosses aux arêtes émoussées. Le bloc métallique présente des pincements sur ses deux extrémités longitudinales.

Structure du métal :

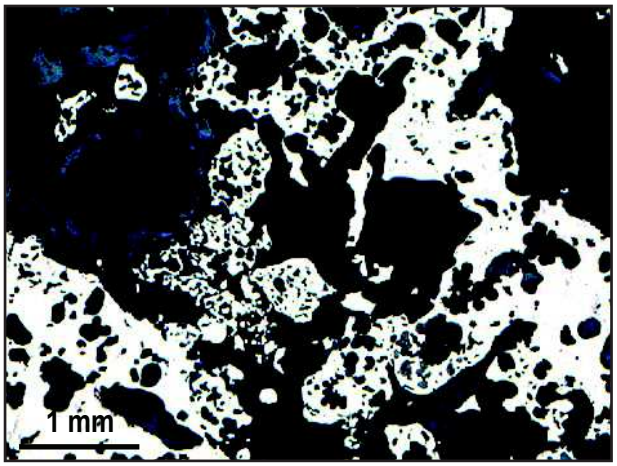
La section révèle trois nodules de métal principaux, compris dans une gangue formée par de la scorie, ainsi que de produits de corrosion. Des parcelles métalliques en cours d'agglomération sont également observables. Une partie d'entre elles pourraient être des oolithes réduits (Cliché **1**). Le métal comporte de nombreuses porosités de tailles et de formes variables, mais qui ne semblent pas déformées (Cf. section *infra*).
Le métal se révèle être composé presqu'entièrement de ferrite (**2**) hormis de très petites zones d'acier hypoeutectoïde de 0,1 à 0,6 % C (**3**). Les grains de ferrite forment dans ce cas des structures de widmannstätten. Ces parcelles aciérées ne représentent toutefois qu'un moins de 1 % de la surface du métal.

Inclusions :

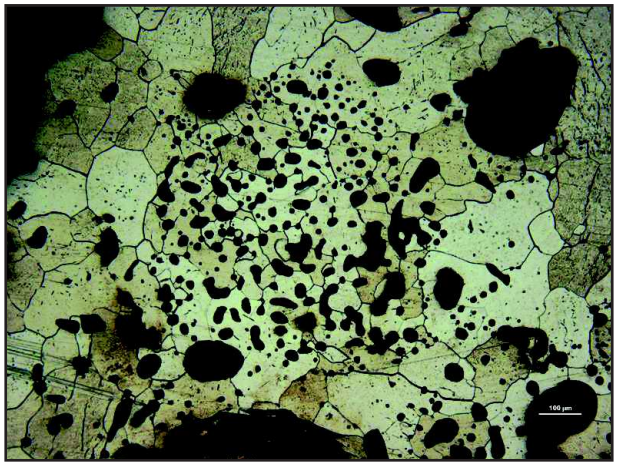
Les nodules métalliques se sont développés dans de la scorie de réduction. Cette dernière présente un faciès minéralogique homogène à l'échelle de la section. Il est caractérisé par une matrice fayalitique, cristallisée en lattes fines. Parfois la cristallisation n'est pas visible. Des globules et dendrites de wüstite de taille variable se sont développées au sein de cette matrice (**4** et **5**).
Des inclusions de scorie sont par ailleurs visibles en grand nombre dans le métal. Elles sont généralement de forme subcirculaire, mais peuvent également former le remplissage de cavités aux formes plus complexes. Certains groupes d'inclusions rappellent par ailleurs des modules de minerai réduits (**6**). Deux faciès minéralogiques dominent. Le premier est identique à celui de la scorie environnante (**7**). Le second (**8**), caractérisant de petites inclusions circulaires, se distingue par une matrice vitreuse ou opaque mais sans cristallisation visible.

Conclusion partielle :

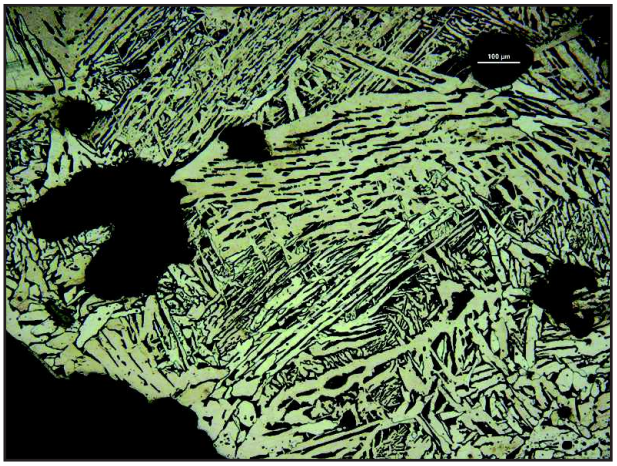
Ce bloc métallique comporte les indices d'un métal proche d'une masse brute de réduction (nodules de minerai réduits, métal très riche en inclusions de scorie non déformées). Toutefois, la présence d'une oxydation à chaud périphérique, voire d'une brulure du métal montre qu'une chauffe postérieure a eu lieu. De plus, sa morphologie générale montre une légère déformation. Par conséquent, il semble s'agir d'un fragment de métal plus ou moins brut en cours de compactage.



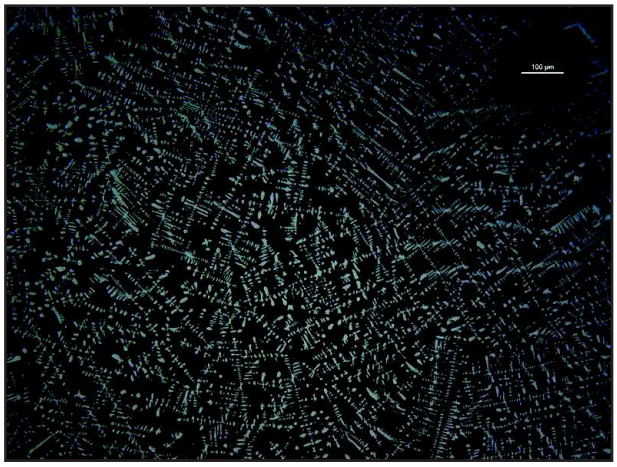
1



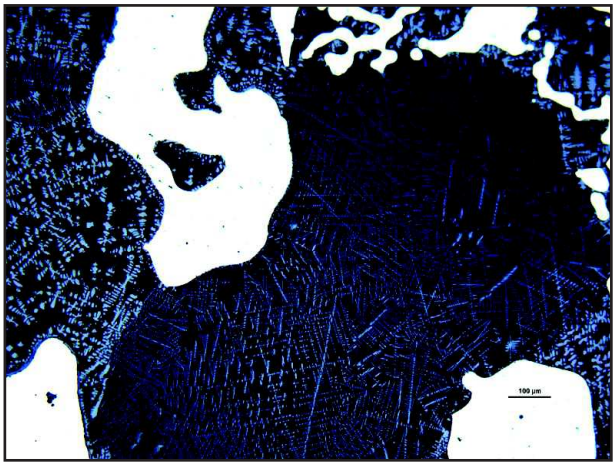
2



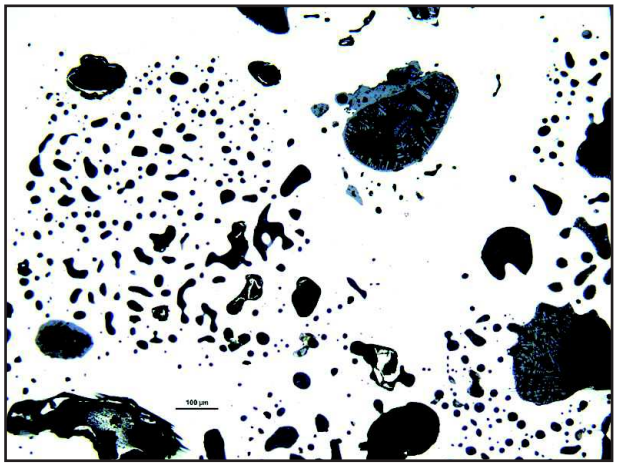
3



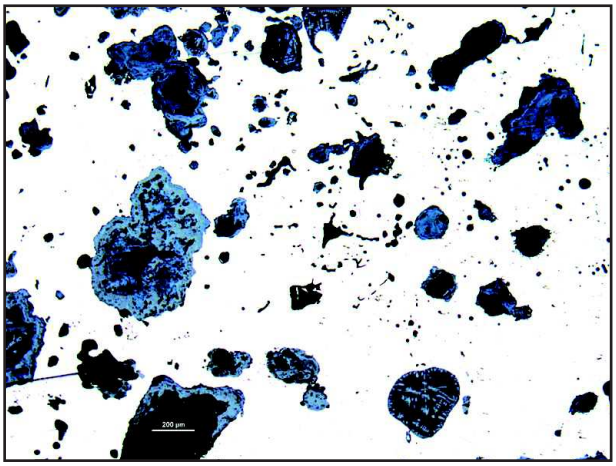
4



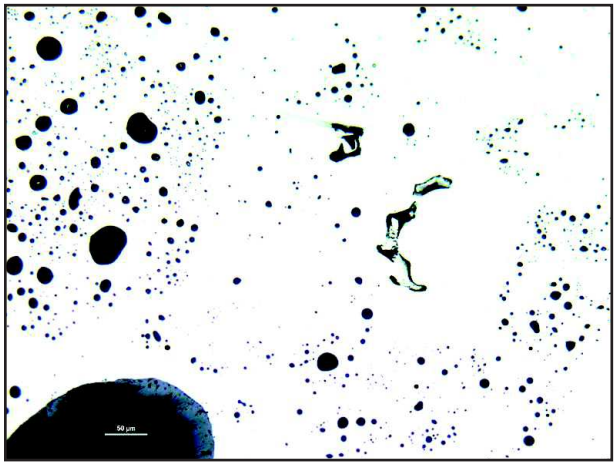
5



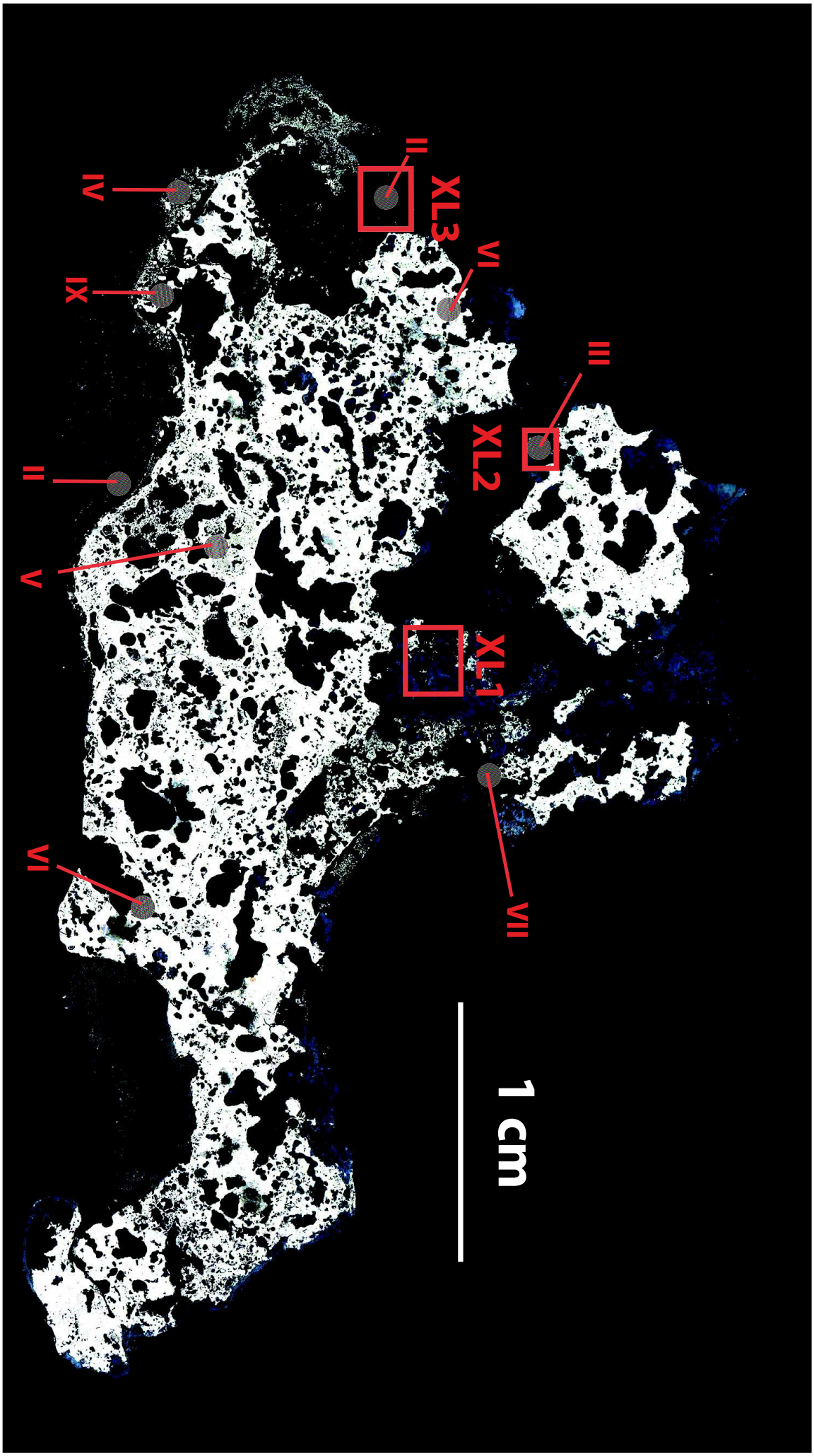
6



7



8


IV
II
XL3
VI
IX
III
XL2
II
V
XL1
VI
VII
1 cm

Velaine027

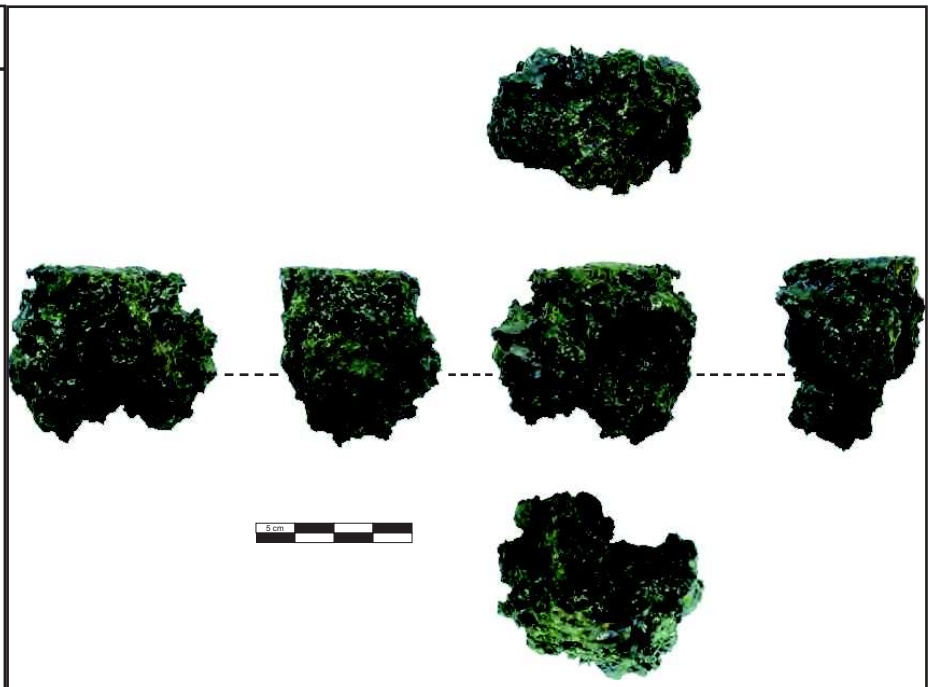
Catégorie : Minerai métallique

Masse : 82 g
Longueur : 64 mm
Largeur : 62 mm
Epaisseur : 43 mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) : Etude S. Bauvais



Description morphologique :

Il s'agit d'une masse métallique de forme irrégulière avec de nombreuses cavités et excroissances aux arêtes émoussées. Sa forme est légèrement semicirculaire avec au centre une large cavité. L'une de ses faces présente un méplat, peut-être le reliquat d'un martelage.

Structure du métal :

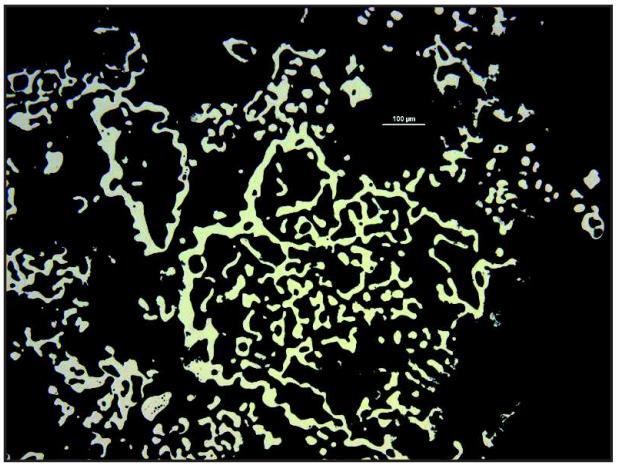
La section révèle que le bloc comporte en réalité relativement peu de métal. Il se présente en effet sous la forme de filaments et globules se développant dans une matrice scoriacée (Cliché **1**). Quelques plages métalliques plus étendues et aux contours irréguliers sont toutefois observables sur la section (**2**). Celle-ci révèle par ailleurs l'état de corrosion avancé de l'ensemble (**3**).
Loalement, les filaments et globules forment des amas dont l'organisation évoque la réduction de modules de minerai (peut-être des oolithes) (**4** et **5**). La périphérie des plages de métal présente ponctuellement des liserés de corrosion à chaud (**6**), ce qui suggère que le bloc a subi un traitement thermique post-réduction. Le métal se trouve composé exclusivement de ferrite (**7**).

Inclusions :

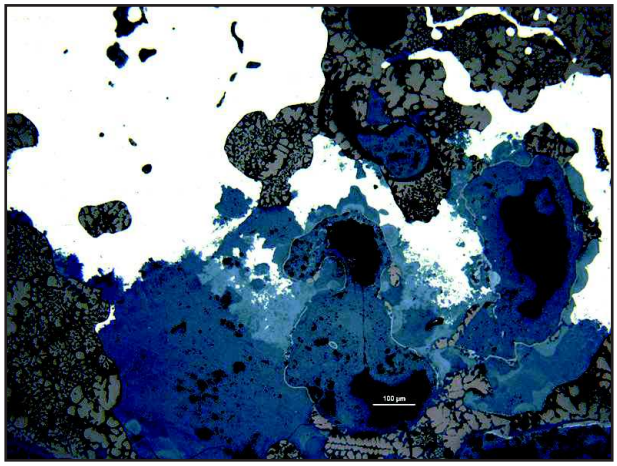
Etant donné que le métal n'est pas bien aggloméré, la scorie n'est pas incluse au sein de ce dernier. A l'inverse, la scorie forme la matrice de l'échantillon.
Le faciès minéralogique de la scorie est très largement dominé par la wüstite, formant généralement des dendrites de grandes dimensions, dont les éléments mesurent plusieurs dizaines de micromètres. Des dendrites de dimensions plus réduites sont également visibles. Il n'est pas possible de distinguer de cristallisations dans les espaces interstitiels (**8**).

Conclusion partielle :

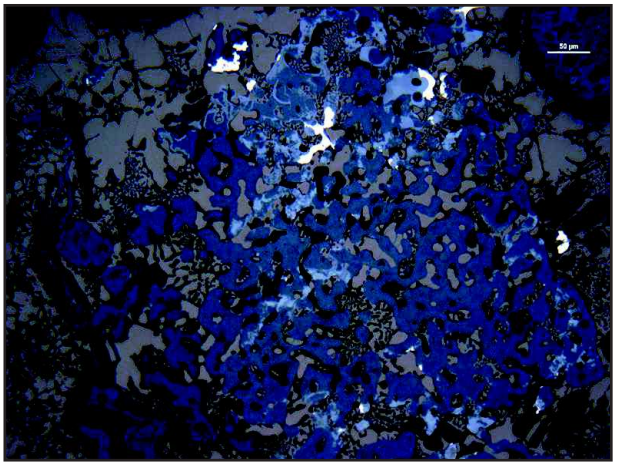
La présence de très nombreux filaments métalliques formant par endroits ce qui peut être interprété comme des grains de minerai en cours de réduction additionné à des plages métalliques aux contours très irréguliers et arrondis des zones métalliques rapprochent cette objet d'un fragment de masse brute de réduction. L'oxydation à chaud de sa périphérie ainsi que la face aplanie montre qu'il a subi une chauffe et un martelage.



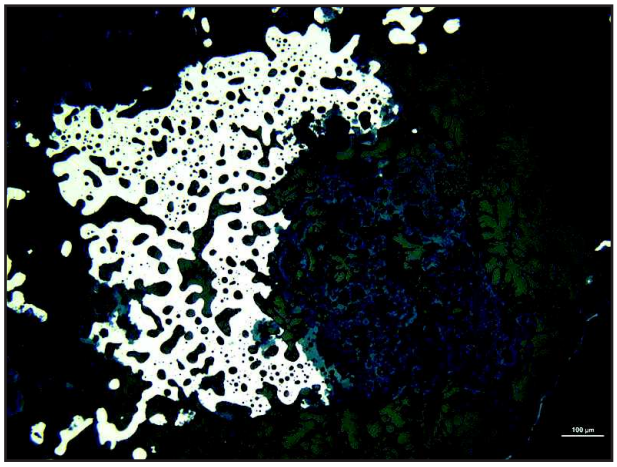
1



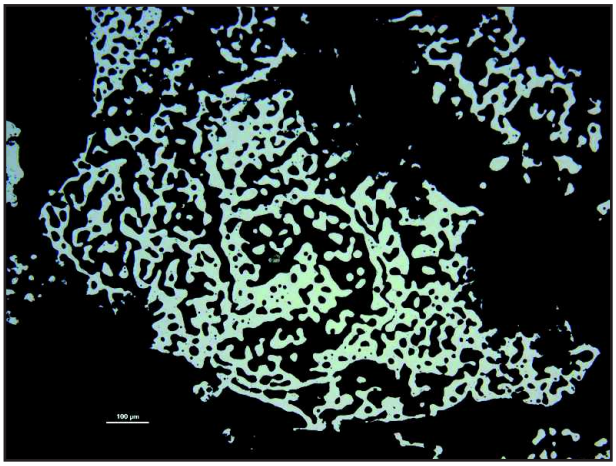
2



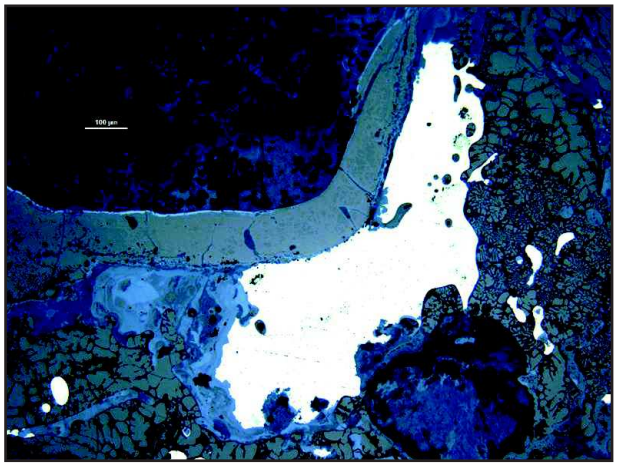
3



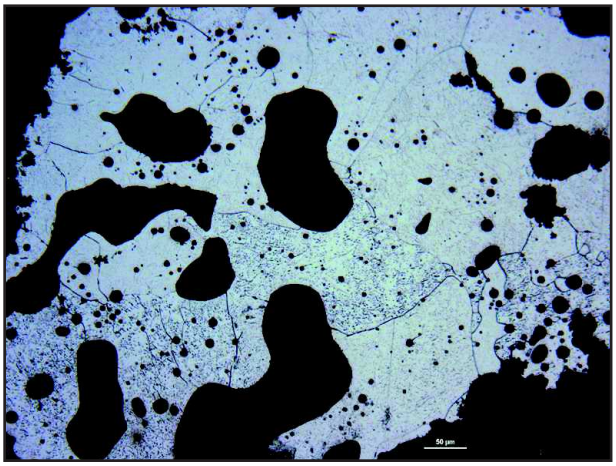
4



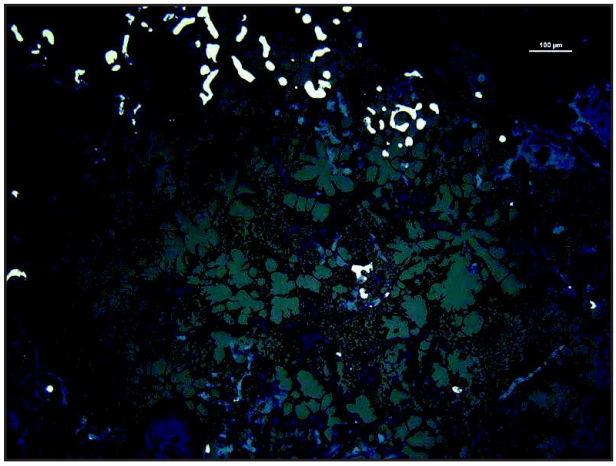
5



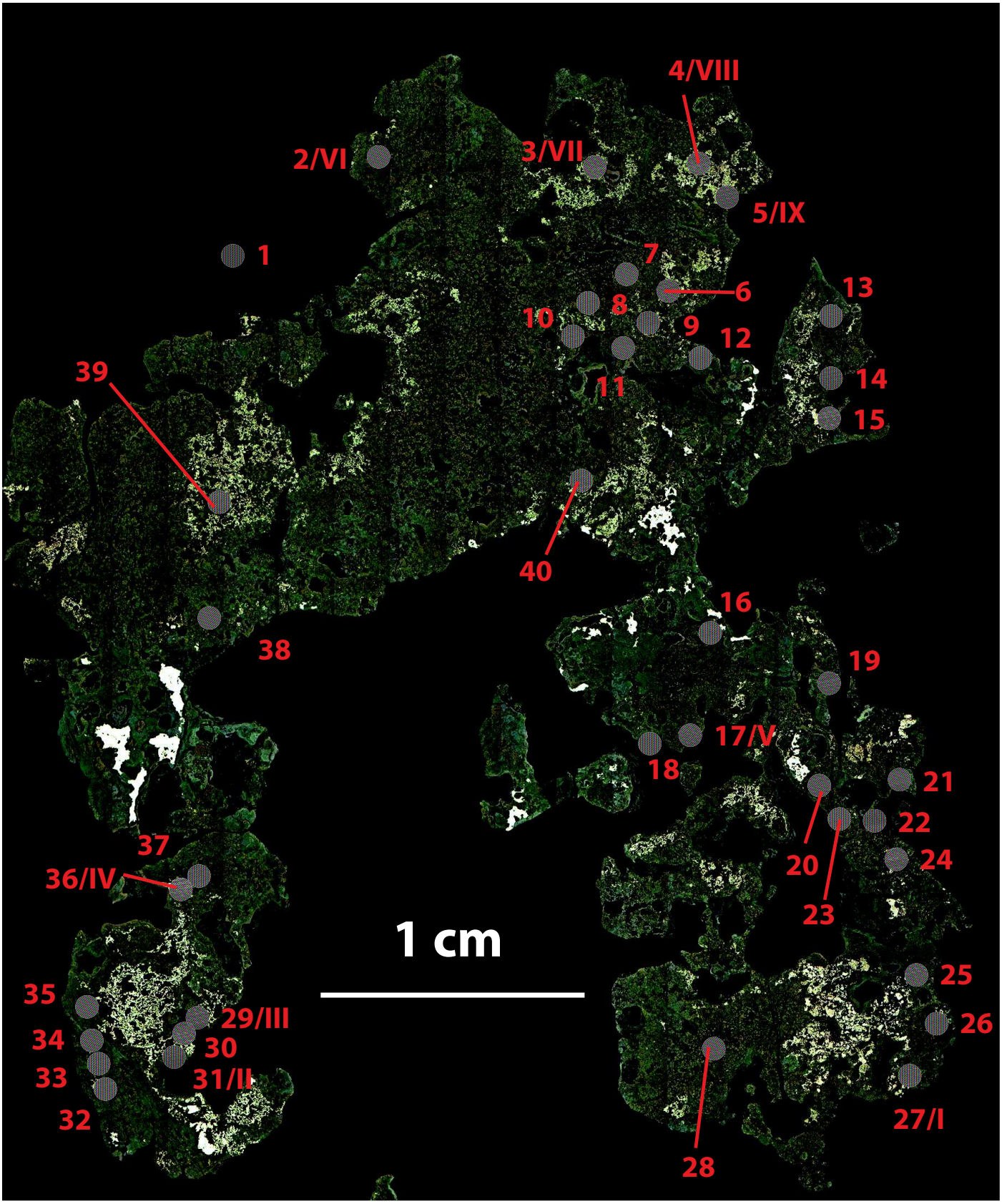
6



7



8



Repérage des analyses chimiques

SAINT-DIZIER - Chêne-Saint-Amand

StDz_132

Catégorie : Minerai métallique

Masse : 130 g
Longueur : 40 mm
Largeur : 30 mm
Epaisseur : mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) : St. 172 dans Leroy, Merluzzo 1998, p. 93

Description morphologique :

Il s'agit d'un bloc de métal de forme grossièrement parallélépipédique. Il présente trois faces perpendiculaires deux à deux. Les surfaces sont assez régulières et lisses, montrant des reliefs lobés estompés.

Structure du métal :

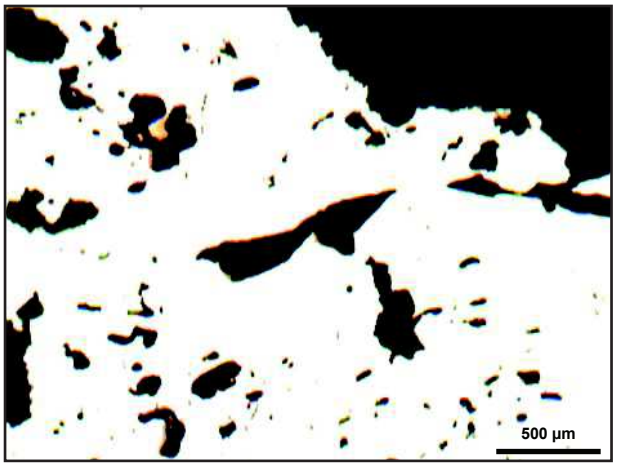
Le métal est relativement compact. Il comporte toutefois de nombreux vacuoles de formes variées. Les plus importantes montrent une forme circulaire, tandis que les plus petites sont plus allongées, et évoqueraient pour certaines des cavités en cours de résorption (Cliché **1**). L'organisation des porosités laisse deviner des témoins des modules de minerai réduits (petites porosités couronnant une cavité centrale plus importante) (**2**).
Certaines cavités parmi les plus importantes présentent en périphérie un liseré de produits de corrosion à chaud (**3**), ce qui pourrait traduire un traitement thermique en post-réduction.

Inclusions :

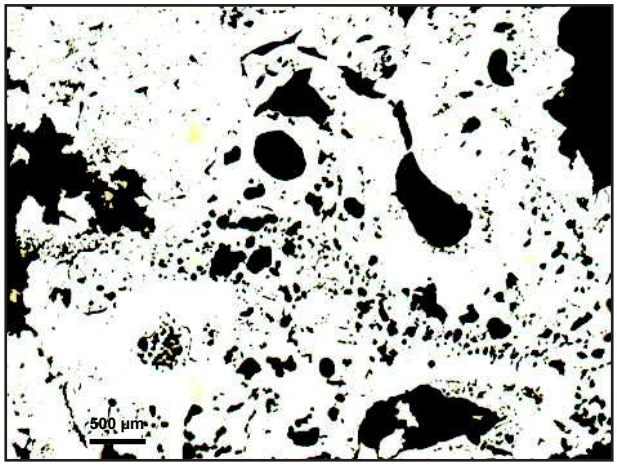
La section révèle quelques parcelles de métal adhérant aux surfaces du métal. Les inclusions sont quant à elles nombreuses, de tailles et de formes variées. Les plus petites adoptent une forme circulaire tandis que les plus importantes présentent des formes complexes, ramifiées, et aux contours anguleux (**4**).
L7 soit des bâtonnets (**5** et **6**). Une cristallisation interstitielle est visible, constituée de fines lattes de fayalite. Des ébauches de dendrites de wüstite (**5** et **7**), ainsi que des billes de métal (**6**) sont localement observables.

Conclusion partielle :

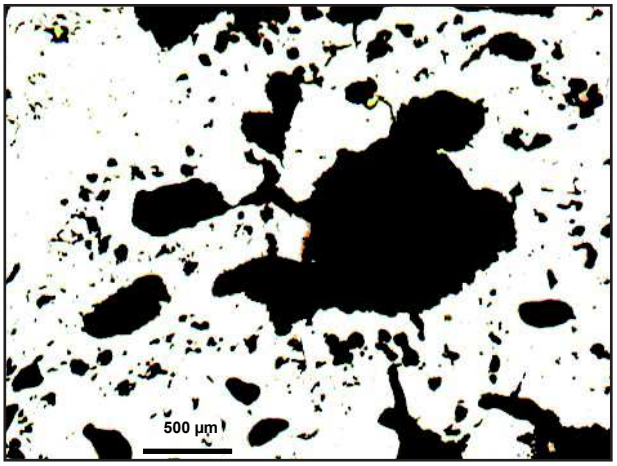
La microstructure du métal, ainsi que l'aspect extérieur du fragment, montrent qu'il est bien issu de la réduction d'un bloc de minerai de fer. Le fait que certaines porosités semblent être en cours de résorption, ainsi que la présence de liserés de corrosion à chaud dans les porosités, amènent à se demander si le métal n'a pas subi un sommaire travail de post-réduction.



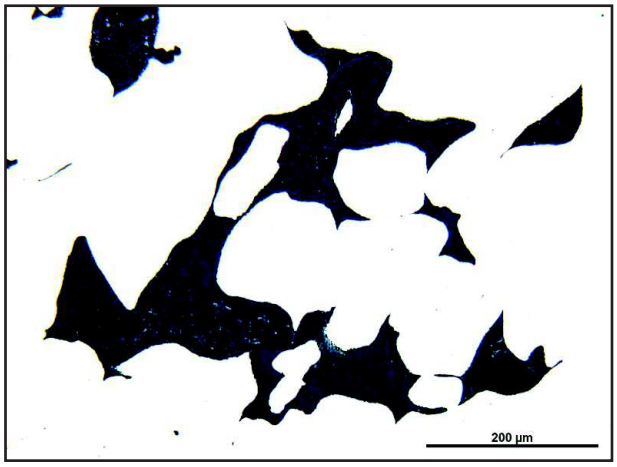
1



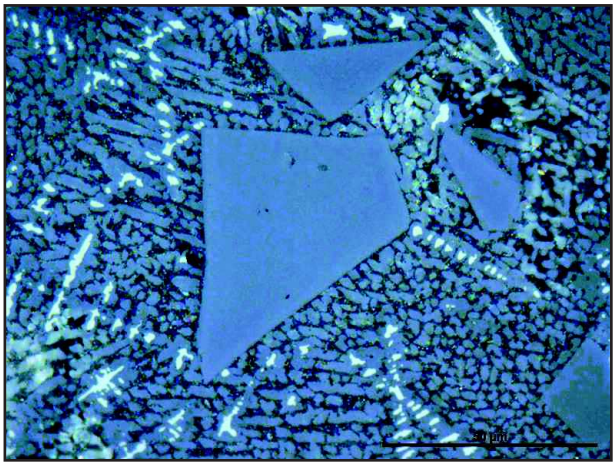
2



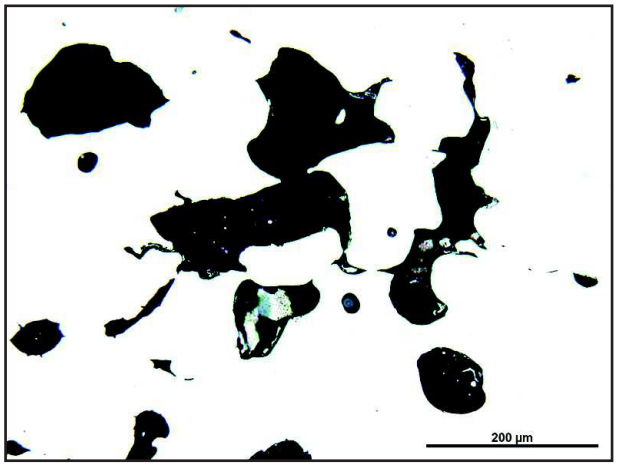
3



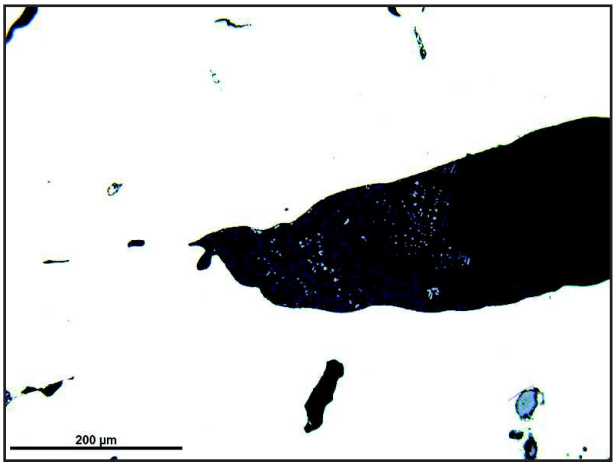
4



5

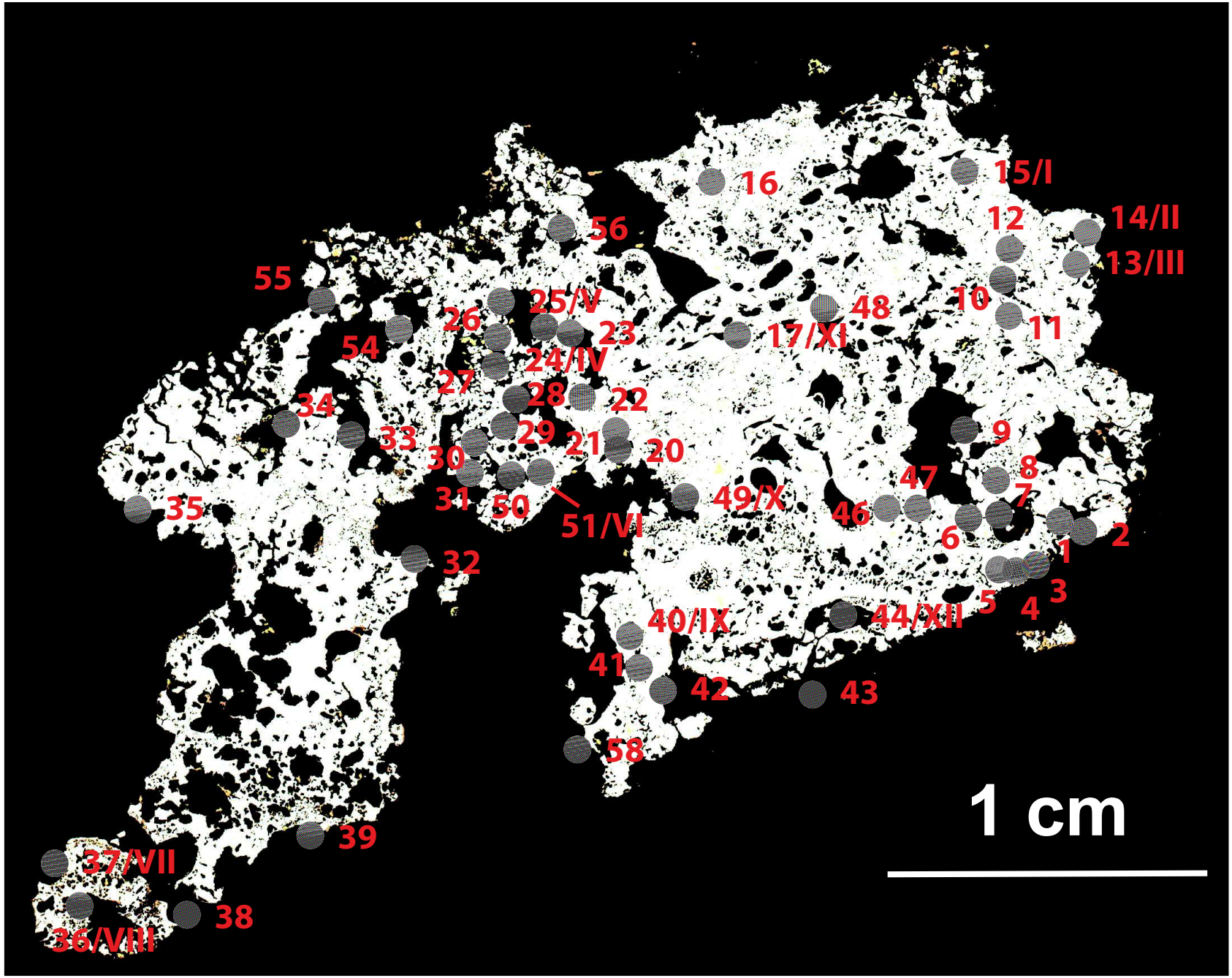


6



7

8



Repérage des analyses chimiques

StDz_BF1000

Catégorie : Minerai métallique

Masse : g
Longueur : mm
Largeur : mm
Epaisseur : mm
Etape de la chaîne opératoire :

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : N/A

Remarque(s) :

Description morphologique :

Le fragment de métal est de forme vaguement parallélépipédique. Les faces sont irrégulières et présentent des surfaces marquées par des protubérances et creux millimétriques.

Structure du métal :

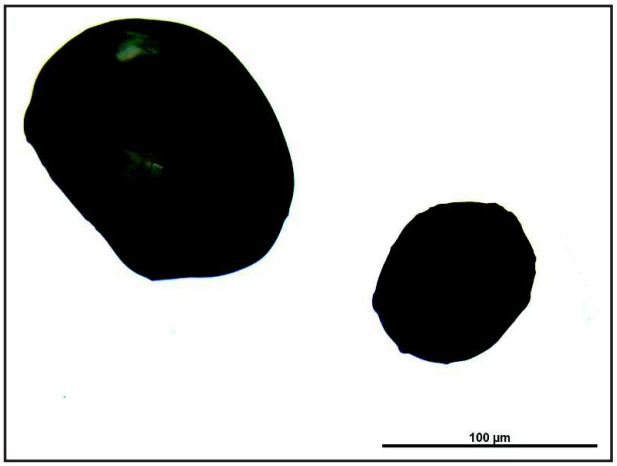
Le métal n'est pas compact. Il comporte de nombreuses cavités plurimillimétriques de forme arrondie ou plus complexe mais à contours arrondis également. Le métal est par ailleurs parsemé de porosités de dimensions inférieures présentant grossièrement les mêmes formes que les plus importantes. La section montre deux nodules métalliques accolés, reliés par un mince pont métallique. Les interstices sont comblés par de la scorie ainsi que par des produits de corrosion. La périphérie de certaines cavités semble marquée par des liserés de corrosion à chaud.

Inclusions :

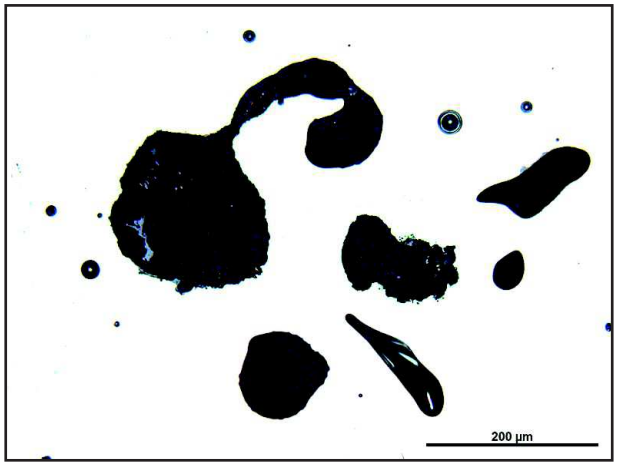
La section montre des plages de scorie adhérant aux surfaces des nodules métalliques ainsi que des inclusions. Des plages de scorie tapissent également, de manière localisée, les parois de certaines cavités. Les plus petites inclusions sont globulaires.
La scorie présente une matrice vitreuse, ou opaque sans cristallisations visibles (Clichés **1** et **2**). Elle présente généralement des cristaux polygonaux aux contours anguleux ou émoussés (**3**). Il pourrait s'agir d'hercynite. Cette dernière est localement cristallisée en aiguilles (**4**). Quelques billes de métal sont par ailleurs visibles (**3** et **4**). La scorie périphérique comporte par ailleurs des lattes squelettiques de fayalite (**5**).

Conclusion partielle :

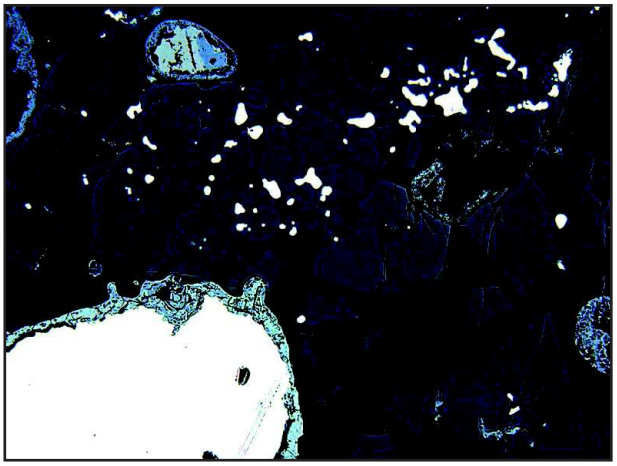
Le bloc métallique comporte deux nodules pouvant correspondre à deux blocs de minerai réduits à l'état métallique. La morphologie et l'organisation des porosités renforce le sentiment qu'il s'agit d'un métal issu de la réduction de minerai de fer. Il ne semble pas avoir subi de déformation en post-réduction.



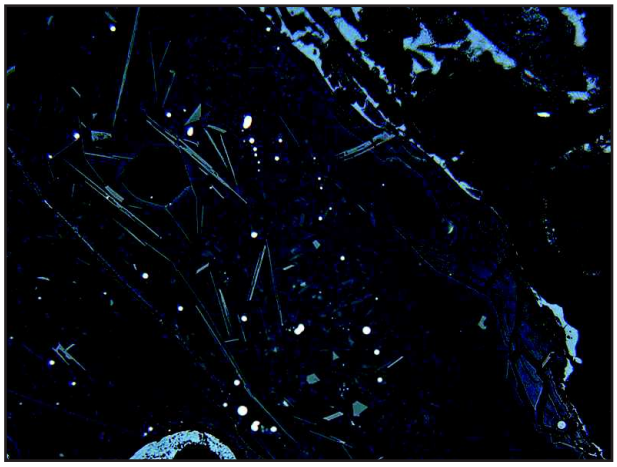
1



2



3



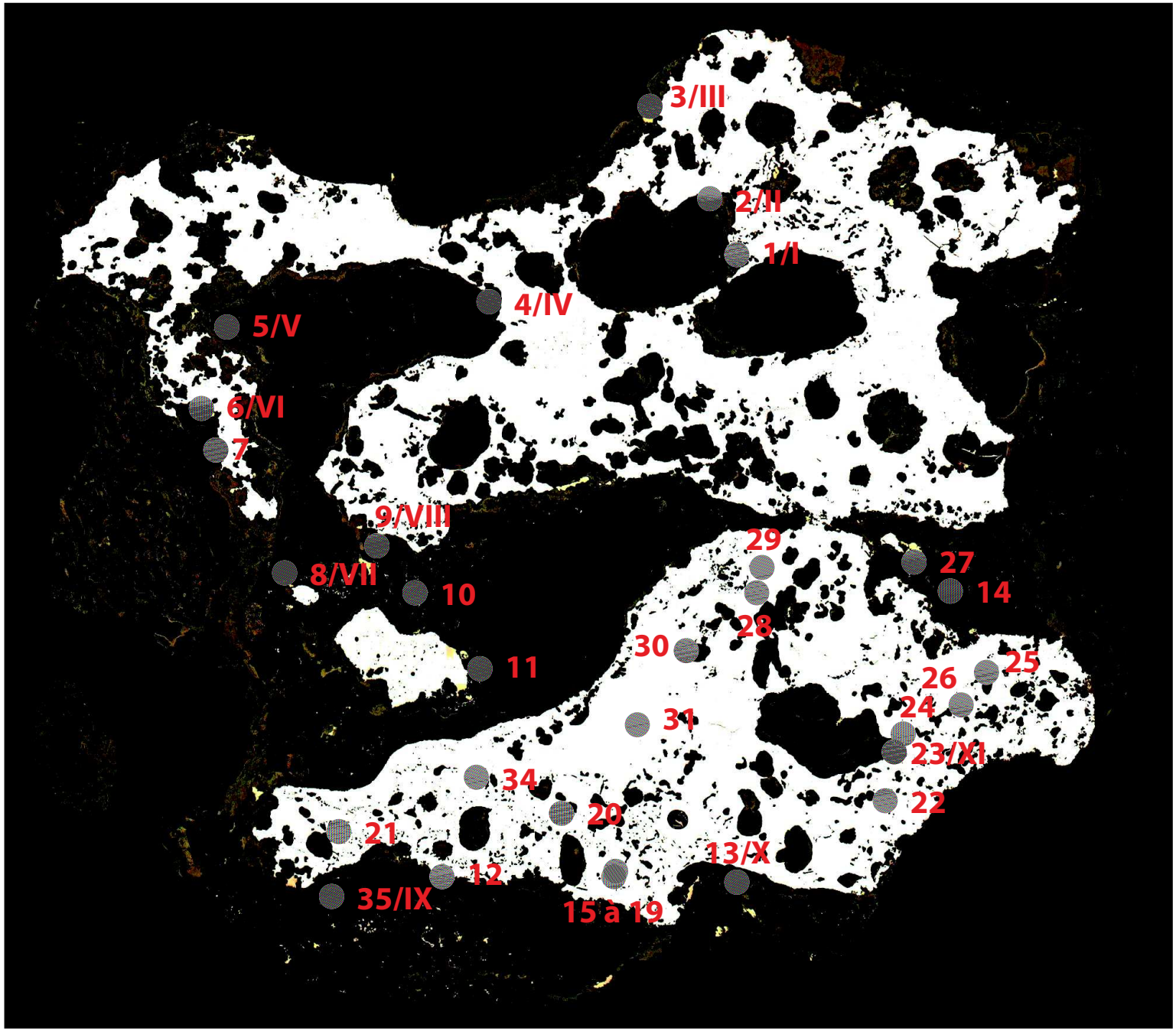
4

5

6

7

8



Repérage des analyses chimiques

StDz_172-3

Catégorie : Objet

Masse : g
Longueur : mm
Largeur : 18 mm
Epaisseur : 4 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,9 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,02 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Il s'agit d'un fragment de fer d'équitation.

Structure du métal :

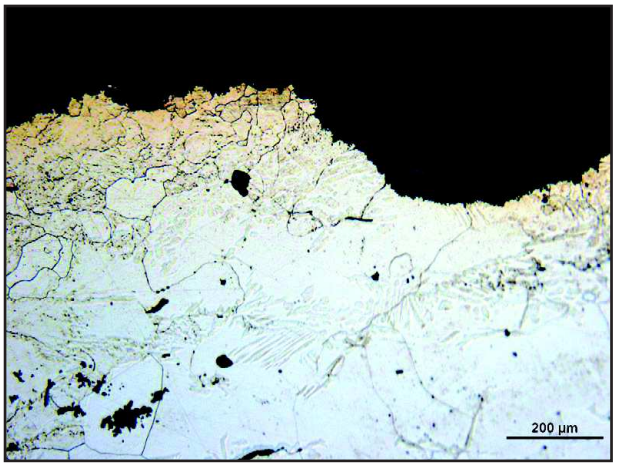
La section révèle un métal compact. La corrosion a affecté ce dernier en périphérie. Il est intégralement constitué de ferrite. Cette dernière a cristallisé en grains équiaxes de dimensions importante (de l'ordre de quelques centaines de microns à plus d'un millimètre). Leurs dimensions sont relativement homogènes, bien que les grains en bordure de la surface concave soient légèrement plus petits (Cliché **1**). Des marbrures sont localement visibles à certains joints de grain (**1**). Elles sont grossièrement organisées en alignements (**2**).

Inclusions :

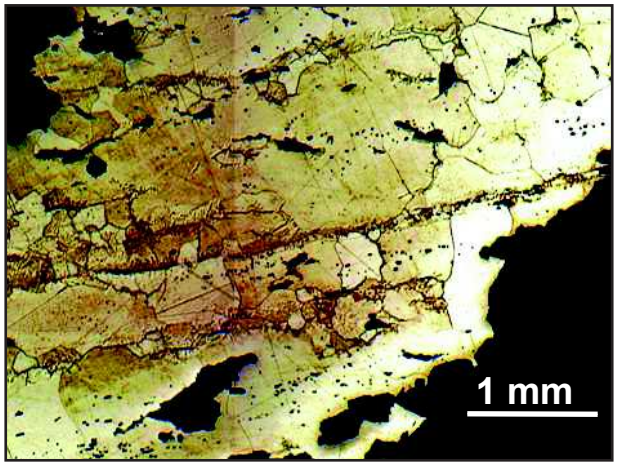
La propreté inclusionnaire du métal est médiocre. De nombreuses inclusions, de taille et de forme variées, sont visibles (les plus importantes mesurent plusieurs centaines de microns). Une partie adopte une forme trapue, prolongée par des appendices (**3**). D'autres sont fines et allongées. De nombreuses inclusions pulvérisées sont visibles à l'une des extrémités de la coupe (**4**). Localement, des alignements de microinclusions composées de produits de corrosion à chaud sont visibles (**5**).
Les inclusions présentent une matrice à fine cristallisation, au sein de laquelle se développent des cristaux (spinelles type hercynite ?) formant des polygones anguleux (**5** et **6**).

Conclusion partielle :

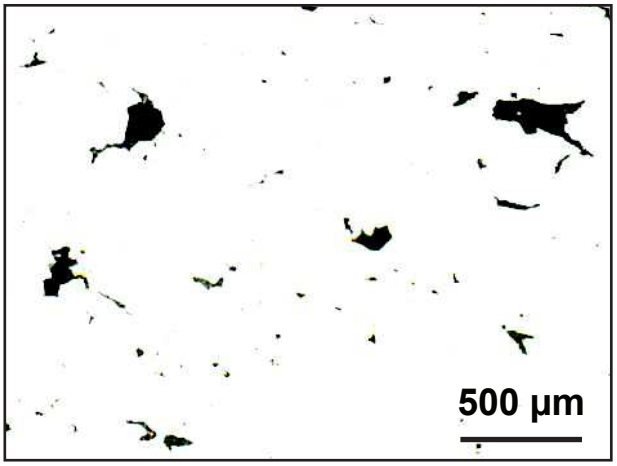
Le métal présente une structure homogène de fer doux. Les marbures organisées en bandes (phénomène de recristallisation ?) ainsi que les lignes d'inclusions composées de wüstite suggèrent que le métal a été formé par replis. La quantité et la morphologie des inclusions présentes sur la section laissent toutefois supposer que le métal n'a pas subi de mise en forme extrêmement poussée.



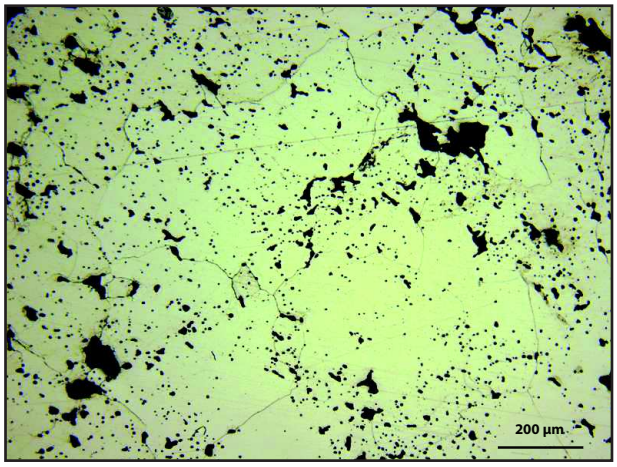
1



2

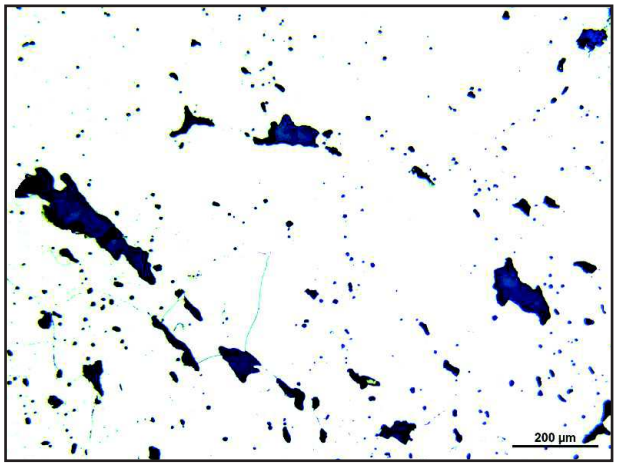


3



4

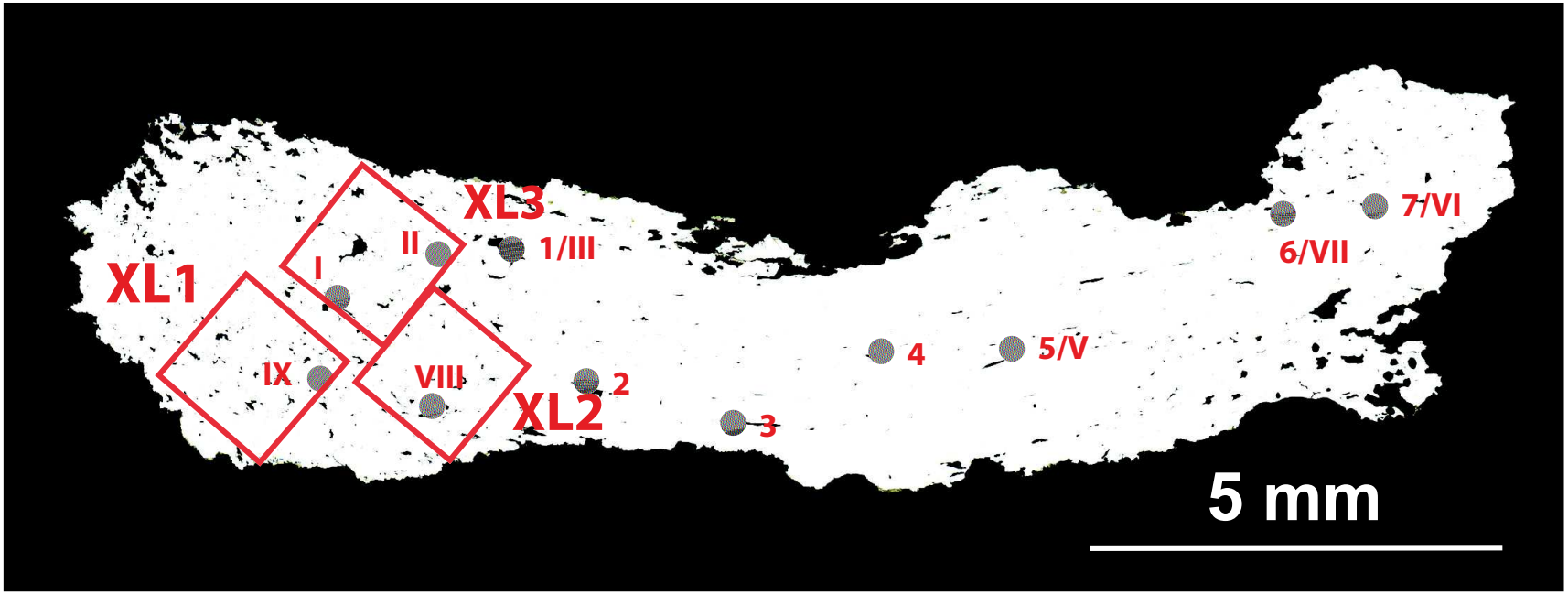
5



6

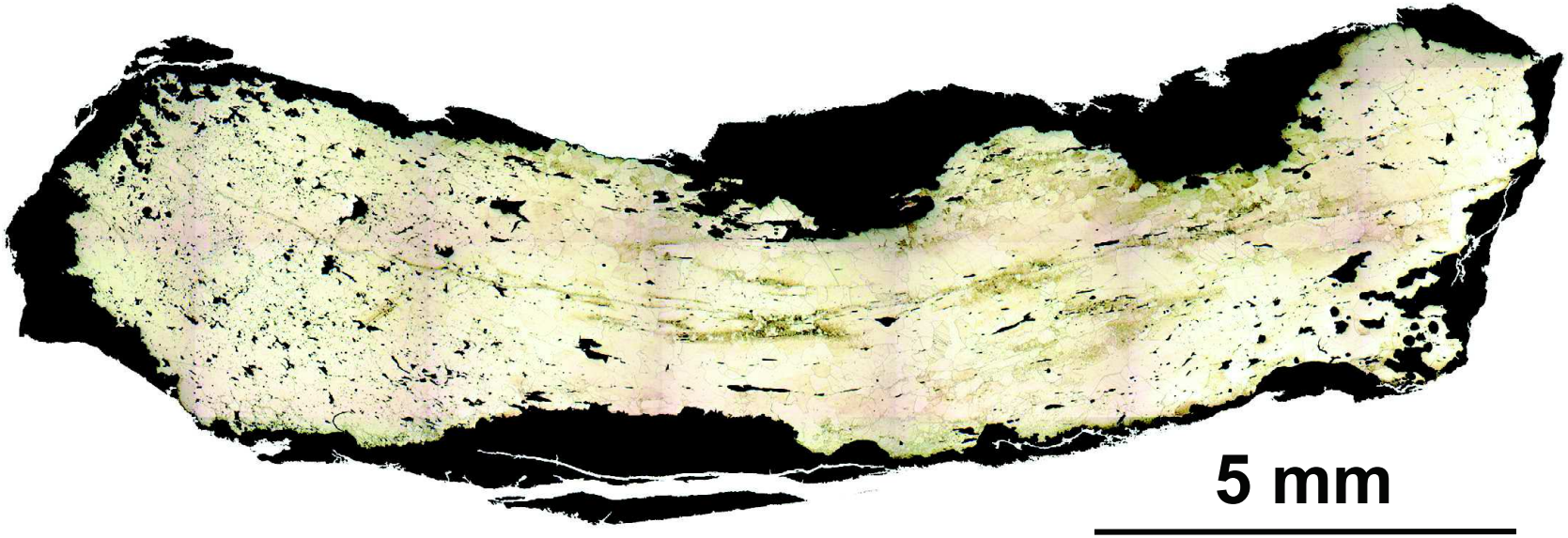
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



METZ - Tour de Mutte

MUT36E01

Catégorie : Objet

Masse : g
Longueur : mm
Largeur : 29 mm
Epaisseur : 9 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 4,5 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,026 %

Remarque(s) : Incomplet

Description morphologique :

Structure du métal :

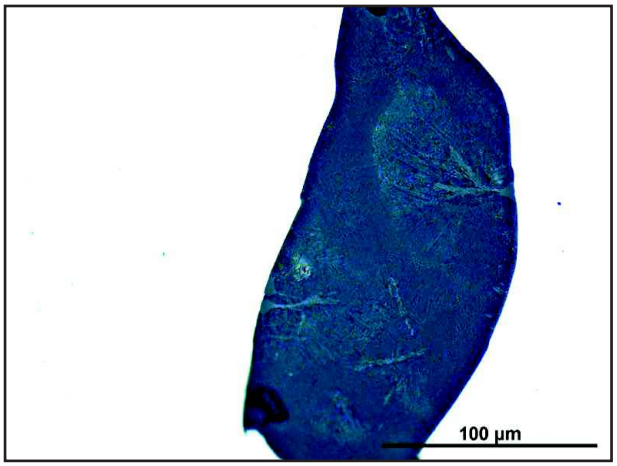
La section révèle que le métal est presque totalement ferritique (Cf. Section *infra*). La taille des grains, équiaxes, est variable. Les plus importants adoptent des dimensions millimétriques. Une bande ferritique présente des grains plus petits, dont les dimensions sont de l'ordre de la centaine de microns. Une bande légèrement plus carburée (hypoeutectoïde à 0,1 % C) parcourt longitudinalement la section. Les inclusions sont par ailleurs majoritairement présentes dans la partie centrale de la section.

Inclusions :

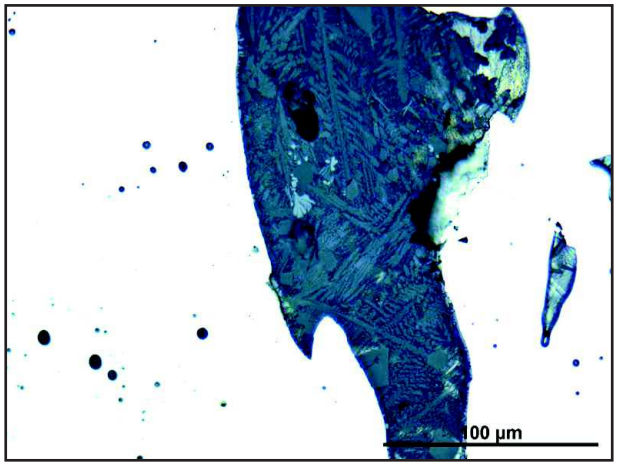
La propreté inclusionnaire du métal est médiocre. Les inclusions présentent des formes et des dimensions variées. Les inclusions fines et allongées sont rares. Des inclusions de grandes dimensions (plusieurs centaines de microns) sont par ailleurs observables.
Deux faciès minéralogiques dominent. Le premier se caractérise par une matrice finement cristallisée (Cliché **1**). Au sein de celle-ci se développent des lattes squelettiques de fayalite, des cristaux anguleux (hercynite?), ainsi que des dendrites de wüstite (**2** à **4**). Le second présente une matrice constituée par des lattes de fayalite, au sein de laquelle se développent des globules et dendrites de wüstite (**5**).

Conclusion partielle :

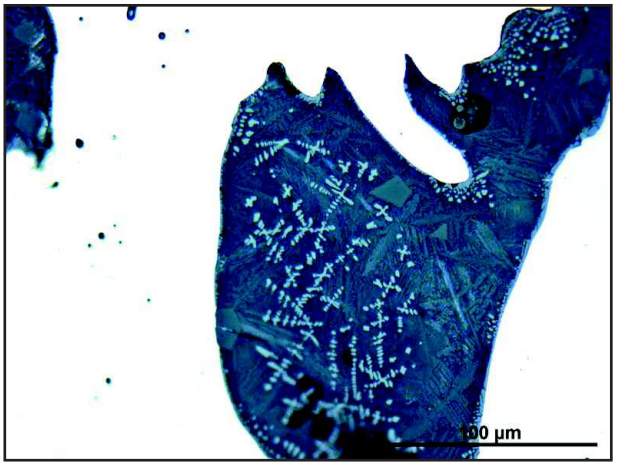
Il s'agit d'un élément de renfort architectual constitué exclusivement de fer doux provenant de la base (13è s.) de la tour de Mutte, cathédrale St Etienne de Metz.



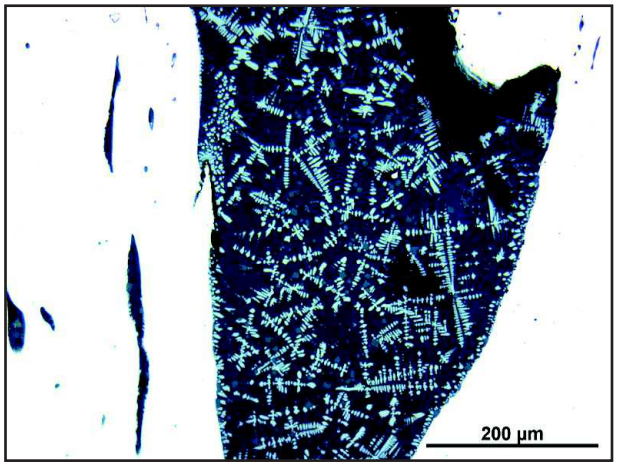
1



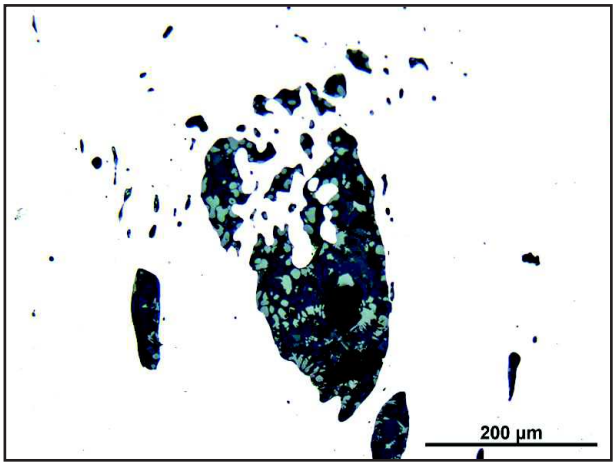
2



3



4



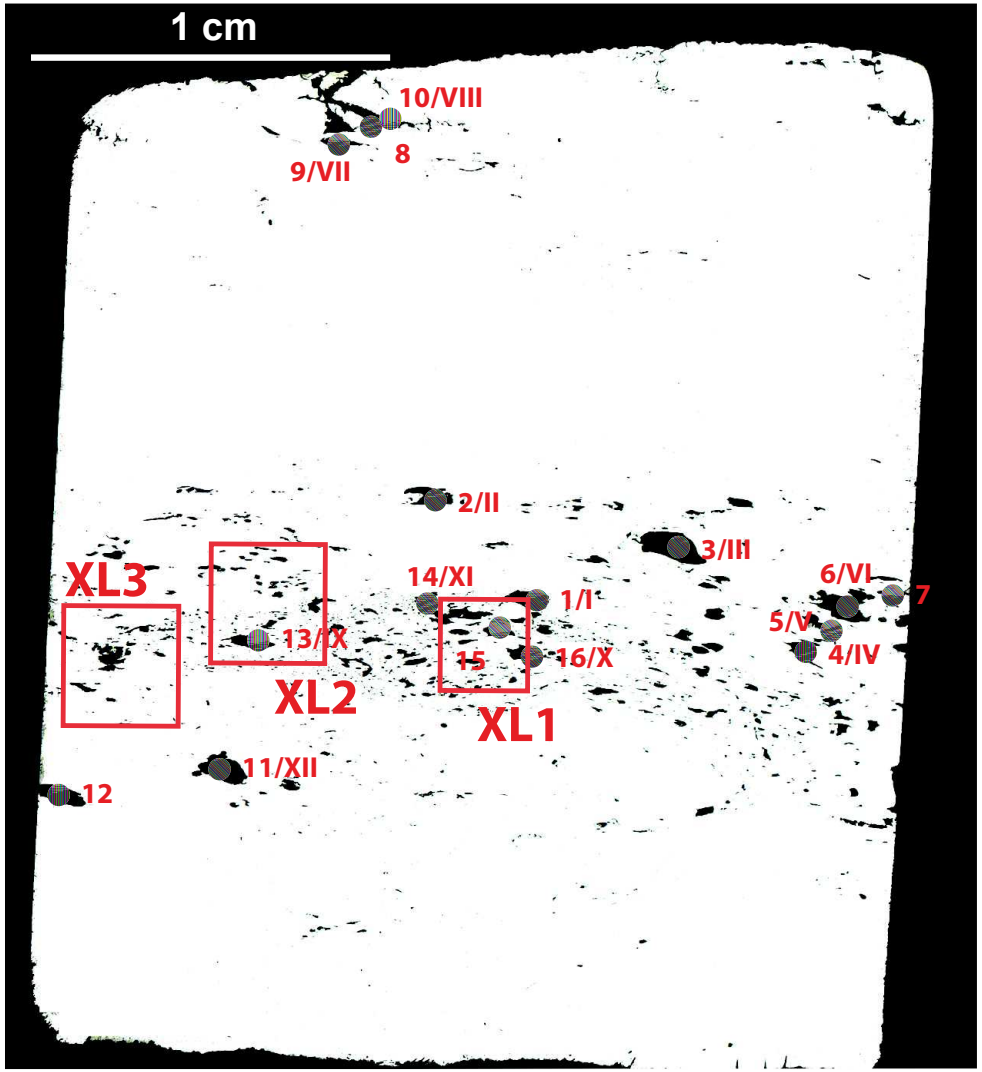
5

6

7

8

Attaque metallographique



Repérage des analyses chimiques

MUT36E02

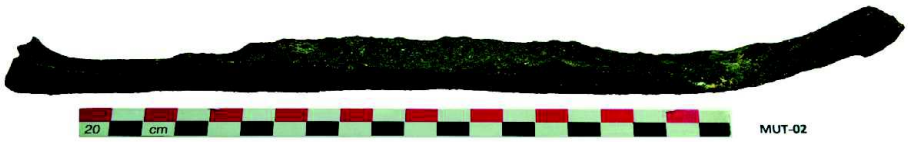
Catégorie : Objet

Masse : g
Longueur : mm
Largeur : mm
Epaisseur : mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,7 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,068 %

Remarque(s) : Incomplet. Analyses et métallographie sur deux coupes.



Description morphologique :

Crampon de scellement incomplet, les tenons étant brisés. L'épaisseur de la barre apparaît très varible, mais cela pourrait être dûe à l'altération du métal.

Structure du métal :

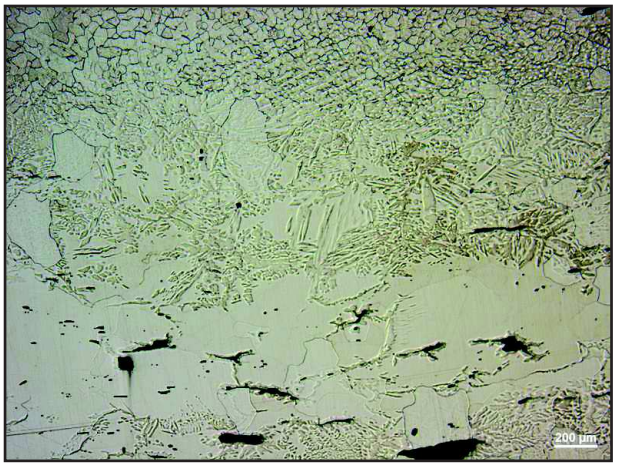
Le métal est compact. La barre est de section rectangulaire. Seules quelques fissures sont visibles. Trois d'entre elles forment par ailleurs un «Y».
La structure du métal est majoritairement ferritique. Une plage carburée est visible à proximité d'une des grandes surfaces (0,6 % C). Trois plages grossièrement parallèles et longitudinales au plan de déformation (allongement de la barre) sont visibles, adoptant une structure hypoeutectoïde faiblement carburée (0,1-02 % C). Des marbures sont visibles dans les zones ferritiques (Cliché **1**).

Inclusions :

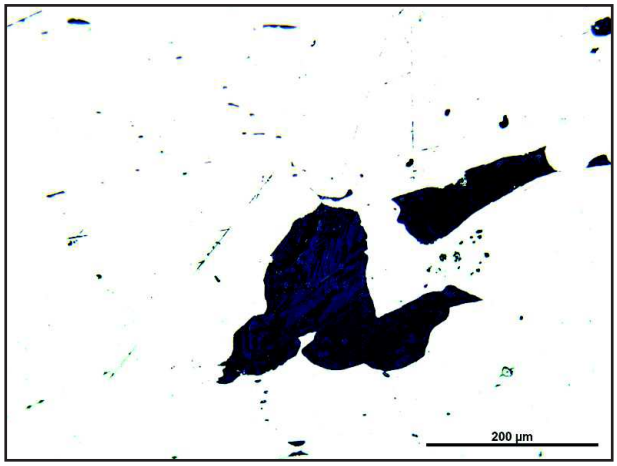
Les inclusions sont nombreuses, de tailles et de formes diverses. Les plus importantes présentent des dimensions de l'ordre de quelques centaines de microns. Elles sont généralement trapues, pouvant présenter des appendices (**2**) ou des ramifications (**3**), caractéristiques de la déformation de poches de scorie de réduction. Le métal comporte également de très nombreuses inclusions pulvérisées (**4**). Quelques inclusions fines et allongées sont localement visibles (**6**).
La matrice des inclusions est principalement constituée de lattes de fayalite (**2, 3, 4 et 7**), au sein desquelles se développent des cristaux anguleux (hercynite) (**5**), et de petits grains, ainsi que de la wüstite (occasionnellement) (**7**). Les inclusions pulvérisées sont généralement vitreuses (**3**).

Conclusion partielle :

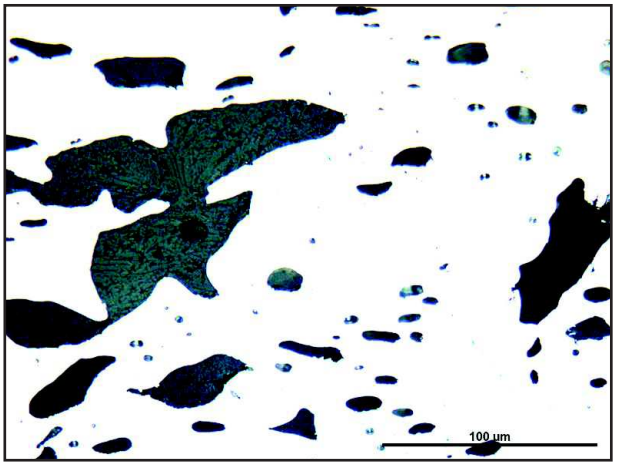
Il s'agit d'un élément de renfort architectual constitué majoritairement de fer doux provenant de la base (13è s.) de la tour de Mutte, cathédrale St Etienne de Metz.



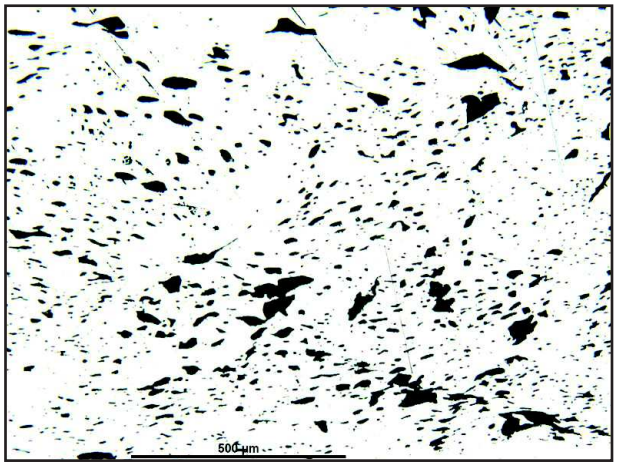
1



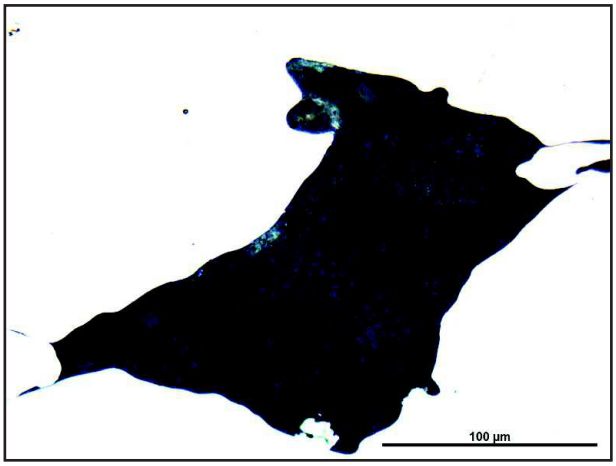
2



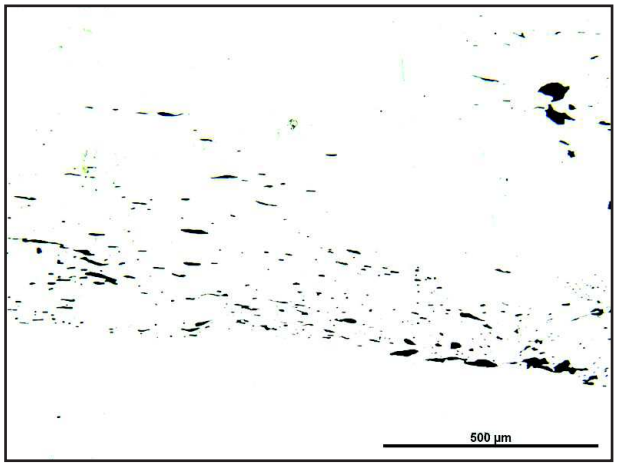
3



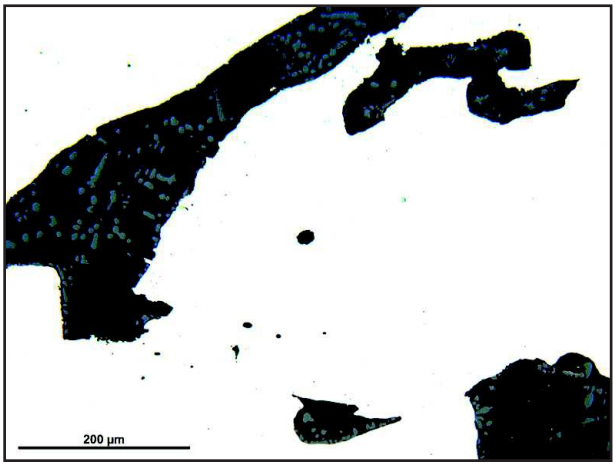
4



5

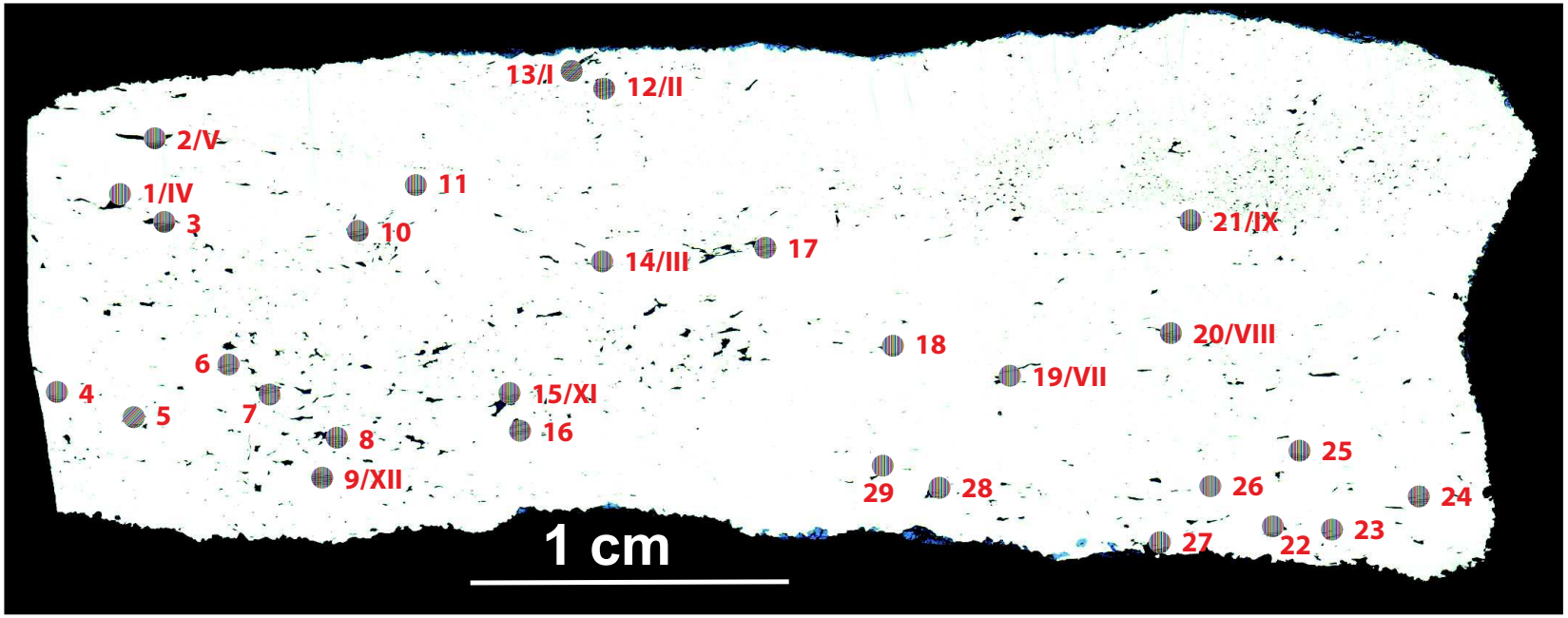


6



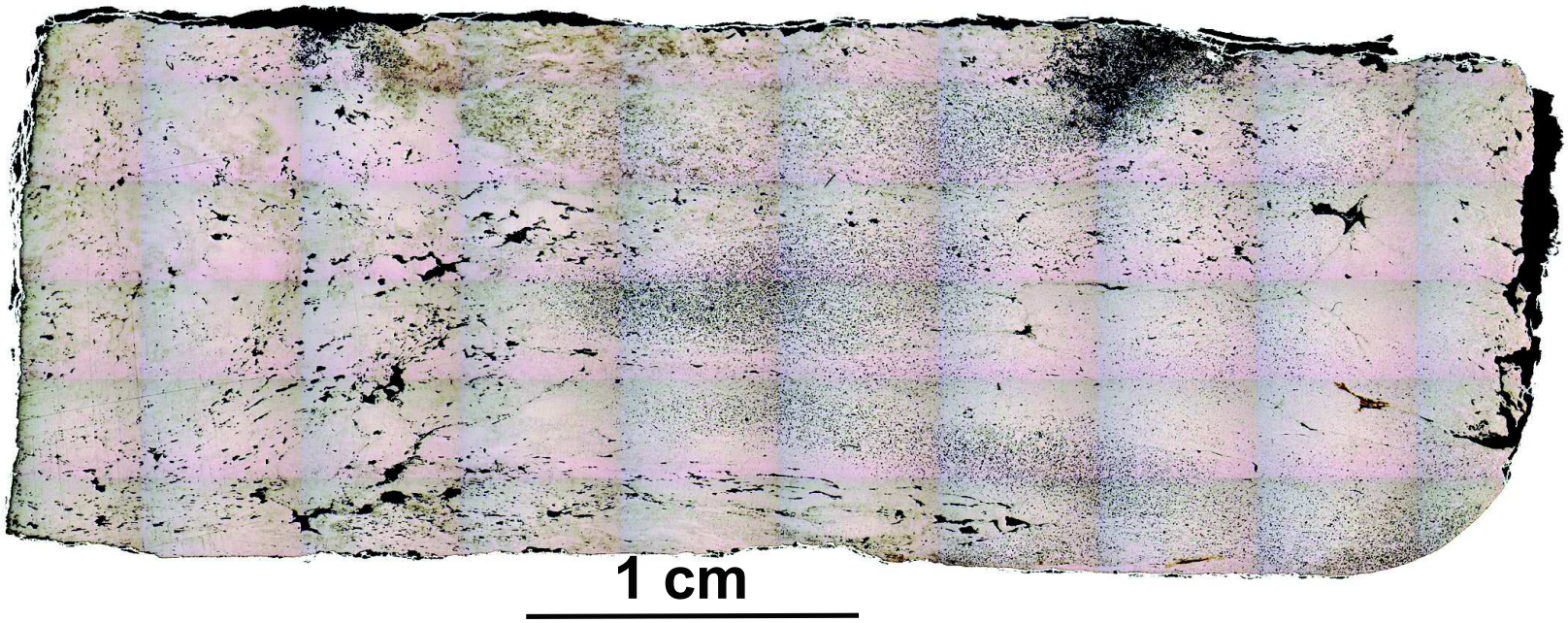
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT46E02

Catégorie : Objet

Masse : 1880 g
Longueur : 410 mm
Largeur : 25 mm
Epaisseur : 21 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,5 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,053 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Le crampon présente une section carrée. Les surfaces sont planes. Les tenons sont crantés.

Structure du métal :

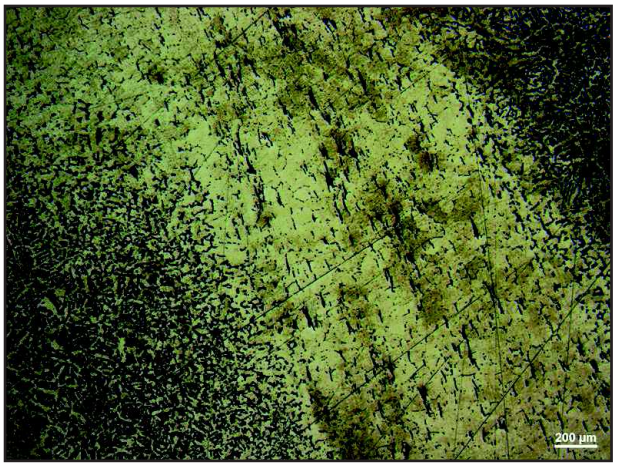
Le métal est compact, et ne comporte pas de fissures. La structure est majoritairement ferritique. Trois plages carburées, d'orientation parallèle, sont toutefois observables (0,4-0,5 % C) (Cliché **1**). Quelques plages hypoeutectoïdes (0,1-0,2 % C) sont présentes, à la fois à coeur et à proximité des surfaces (**2**).

Inclusions :

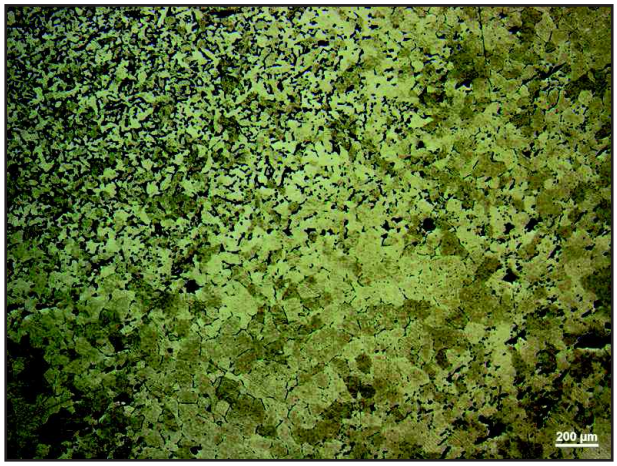
Le métal comporte un grand nombre d'inclusions, de tailles et de formes variées. Bien que certaines conservent un aspect trapu, la plupart apparaissent allongées. Des inclusions pulvérisées sont également observables.
Deux faciès dominent. Le premier est caractérisé par une matrice à fine cristallisation au sein de laquelle se développent de fines dendrites (**3**). Le second se distingue par la présence de gros cristaux anguleux aux angles émoussés (fayalite). Des globules de wüstite s'y sont développés (**4**).

Conclusion partielle :

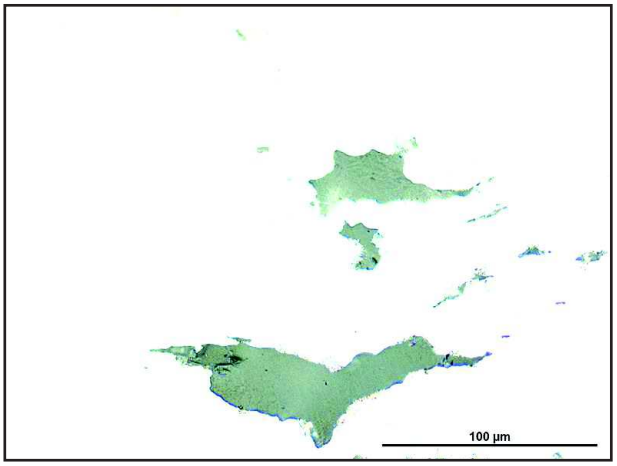
Agrafe disposée verticalement sur le massif de flanquement nord-est de la tour. Semble avoir été disposée lors d'une campagne de restauration de l'édifice.



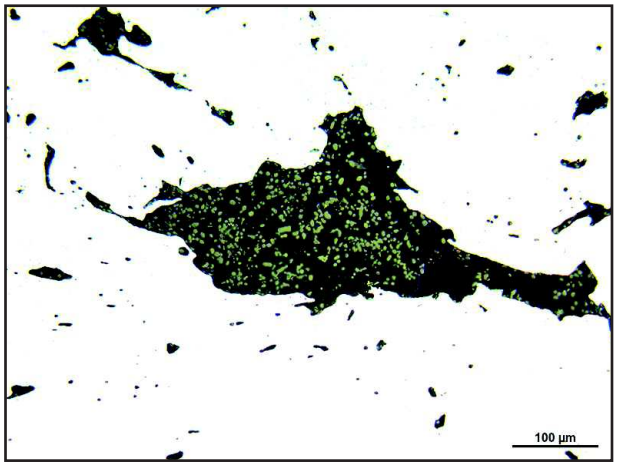
1



2



3



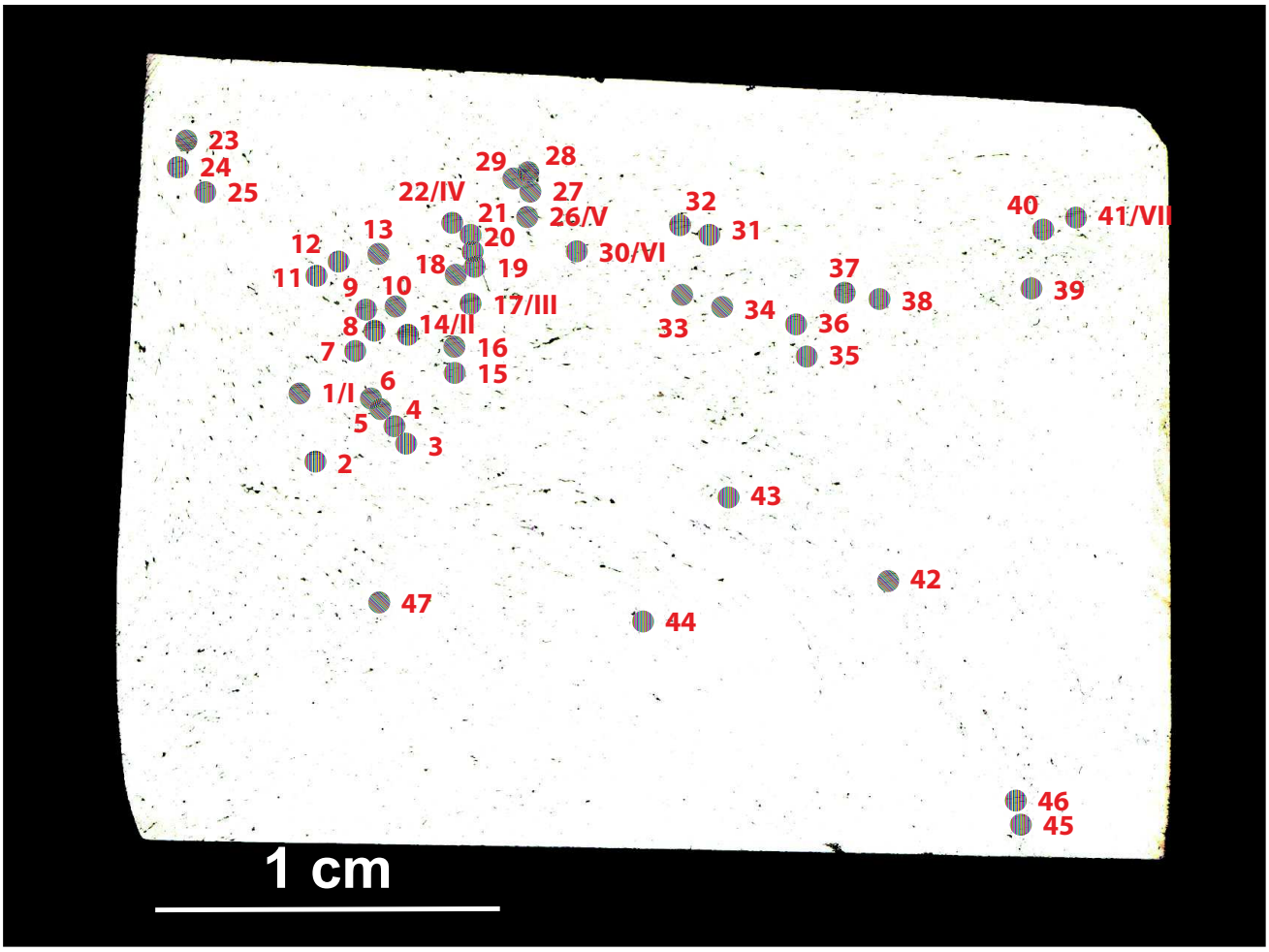
4

5

6

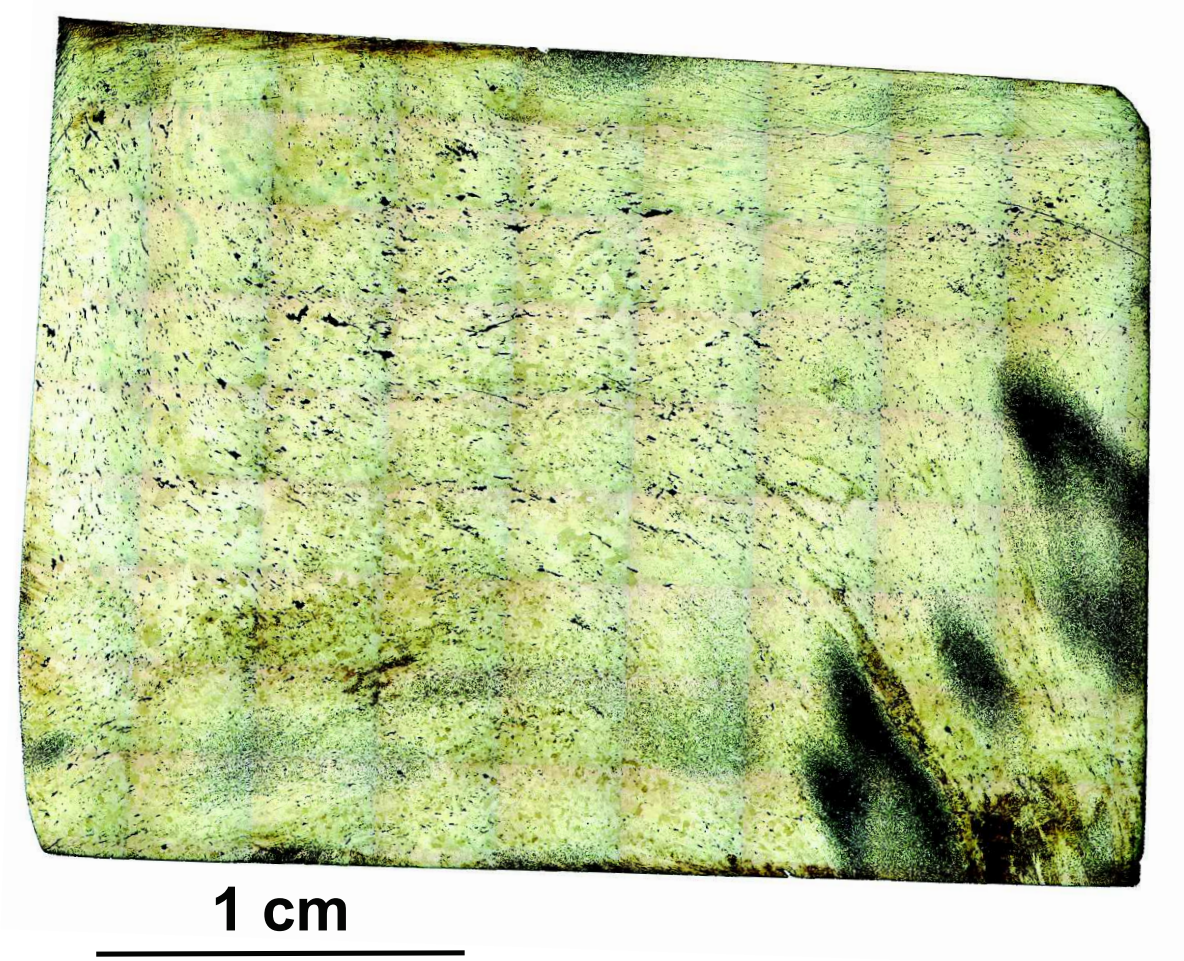
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



48S01v

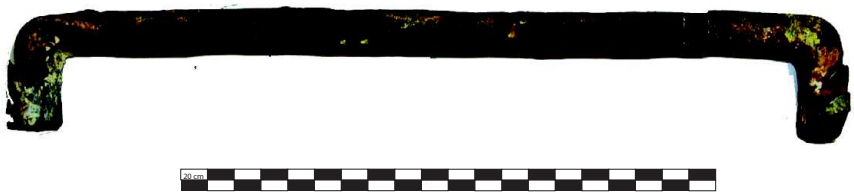
Catégorie : Objet

Masse : 860 g
Longueur : 335 mm
Largeur : 20 mm
Epaisseur : 15 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,4 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,042 %

Remarque(s) :



Description morphologique :

Le crampon présente une section carrée. Les surfaces sont planes. Les tenons sont crantés.

Structure du métal :

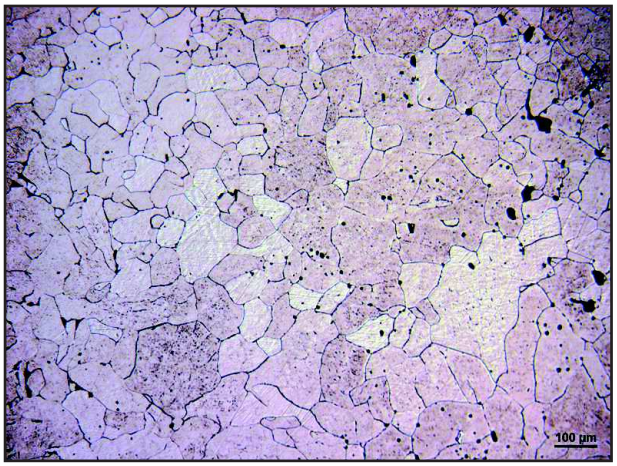
Le métal est compact, ne comporte aucune fissure. La structure est très majoritairement ferritique (Cliché **1**). Quelques plages ferrito-perlitique (0,1-0,2 % C) sont visibles sur la section (**2**). Elles sont localisées à coeur de l'échantillon. Des marbrures sont observables, réparties sur l'ensemble de la section, sauf dans les zones ferritiques à très gros grains (**3**).

Inclusions :

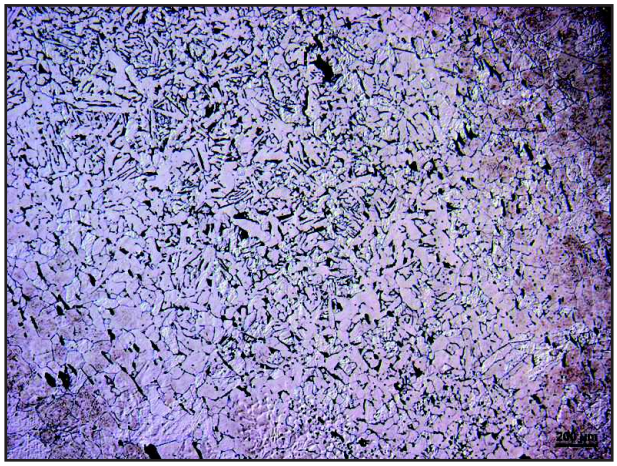
La propreté inclusionnaire du métal est relativement bonne. Les inclusions présentent des dimensions et formes variées. Certaines présente une forme irrégulière, avec appendices. D'autres sont fines et allongées. Enfin, des inclusions pulvérisées sont également observables, majoritairement dans les zones à gros grains de ferrite (**4**).
Deux faciès minéralogiques dominent. Le premier se caractérise par une matrice amorphe (**5**). Le second se distingue par une matrice à dominante fayalitique (lattes), dans laquelle se développe de la wüstite, essentiellement sous forme dendritique (**6**).

Conclusion partielle :

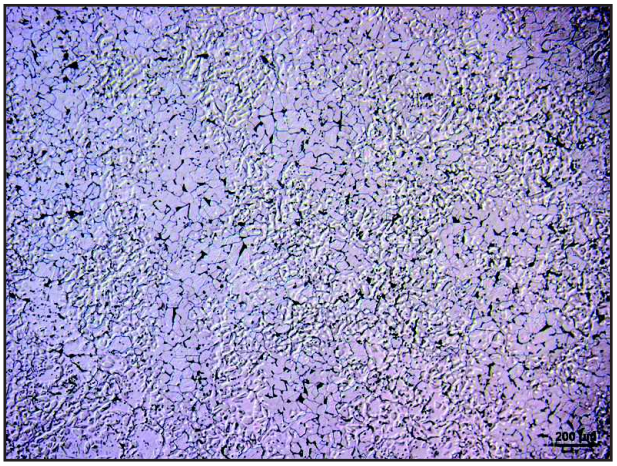
Agrafe disposée verticalement sur le massif de flanquement sud-est de la tour. Semble avoir été disposée lors d'une campagne de restauration de l'édifice.



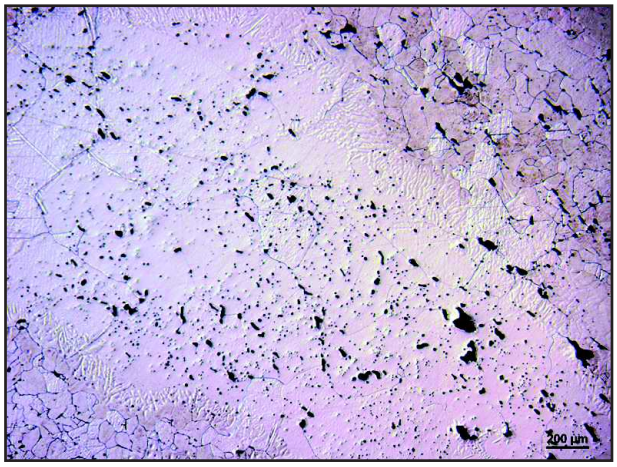
1



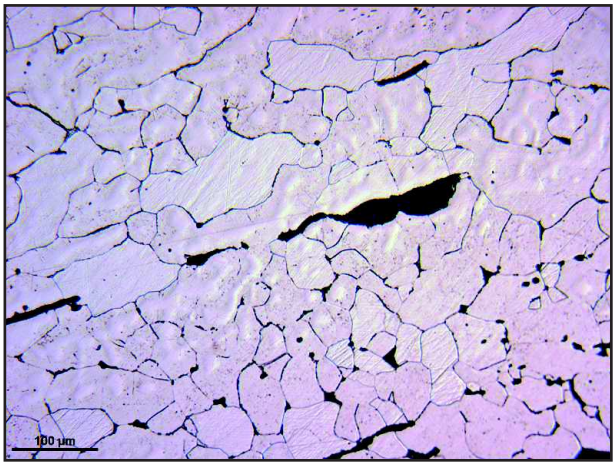
2



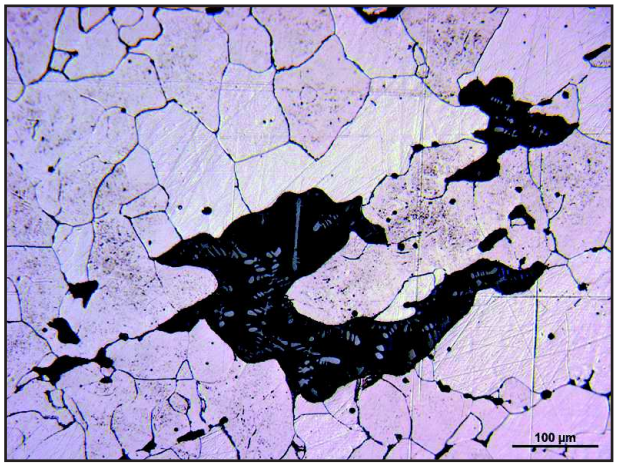
3



4



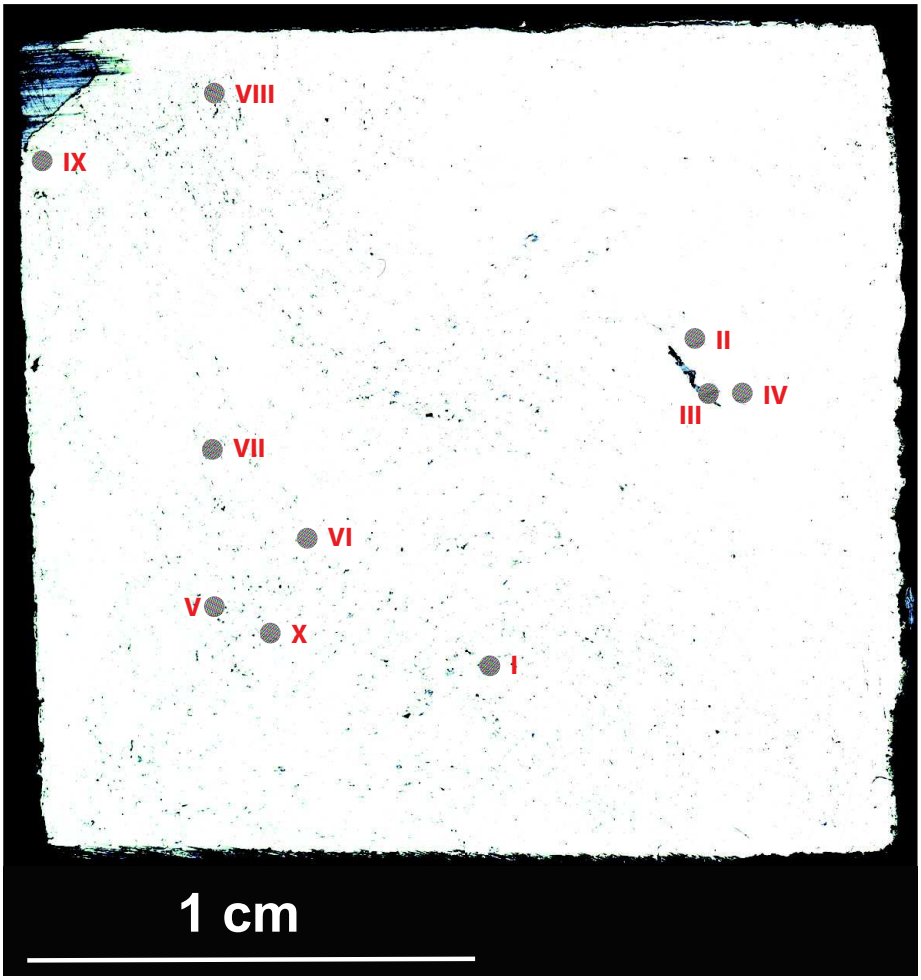
5



6

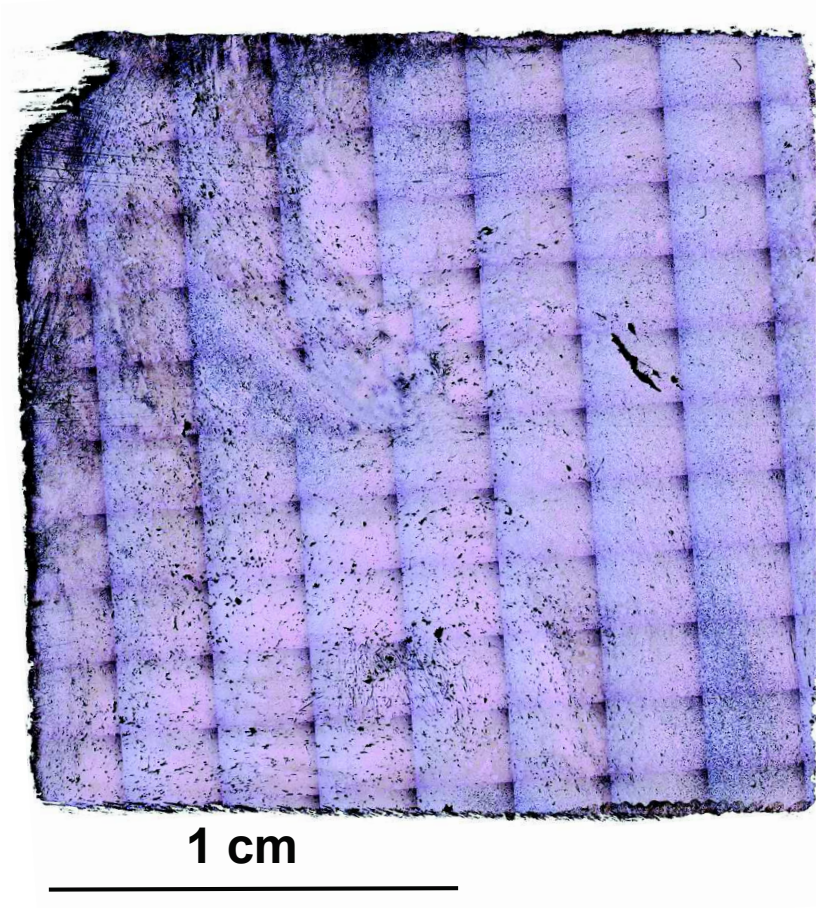
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT52E04v

Catégorie : Objet

Masse : 1650 g
Longueur : 385 mm
Largeur : 22 mm
Epaisseur : 20 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,1 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,046 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Le crampon présente une section carrée. Les arêtes sont arrondies. Les tenons sont crantés.

Structure du métal :

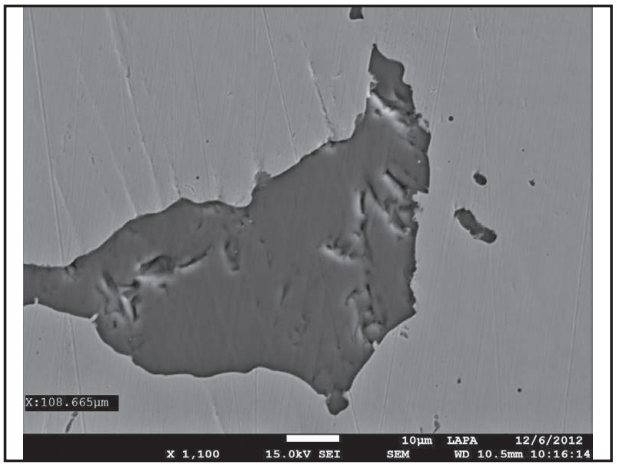
Le métal est compact et ne comporte pas de fissures. Les surfaces sont très ponctuellement altérées par un phénomène de corrosion. La structure est majoritairement ferritique. Deux plages carburées à 0,4-0,5 % C sont visibles. Quelques zones ferrito-perlitiques à 0,1-0,2 % C sont également observables (Cf. section *infra*).

Inclusions :

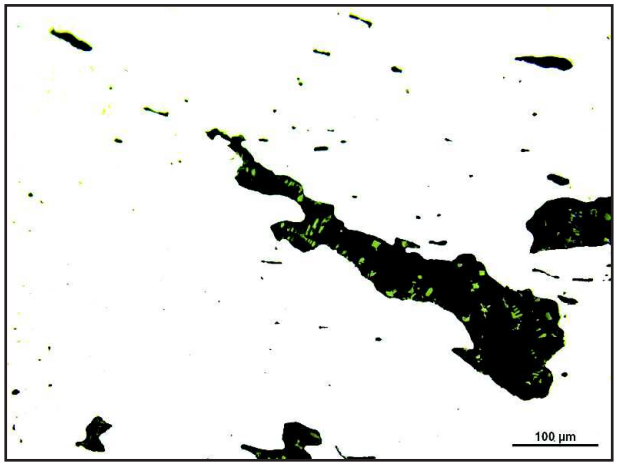
La propreté inclusionnaire du métal est relativement bonne. Les inclusions présentent des dimensions et formes variées. Certaines présente une forme irrégulière, avec appendices. D'autres sont fines et allongées. Enfin, des inclusions pulvérisées sont également observables. Une partie des inclusions semblent constituer grossièrement des alignements soulignant la déformation du métal.
Deux faciès minéralogiques dominent. Le premier se caractérise par une matrice amorphe (Cliché **1**). Le second se distingue par une matrice à dominante fayalitique (lattes squelettiques), dans laquelle se développe de la wüstite, essentiellement sous forme de globules et de dendrites (**2** et **3**).

Conclusion partielle :

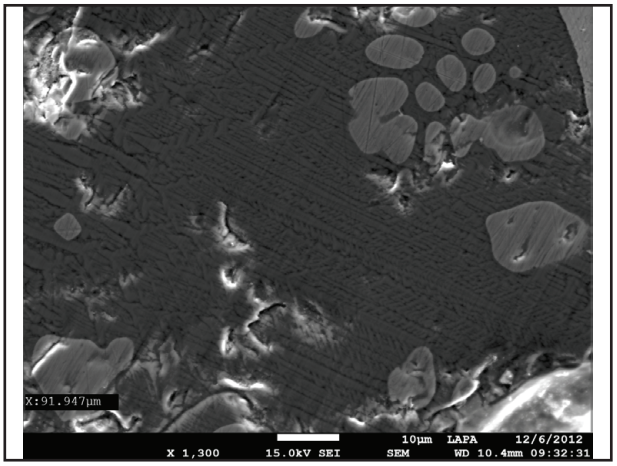
Agrafe disposée verticalement sur le massif de flanquement nord-est de la tour.


X:108.665µm
10µm LAPA 12/6/2012
X 1,100 15.0kV SEI SEM WD 10.5mm 10:16:14

1


100 µm

2


X:91.947µm
10µm LAPA 12/6/2012
X 1,300 15.0kV SEI SEM WD 10.4mm 09:32:31

3

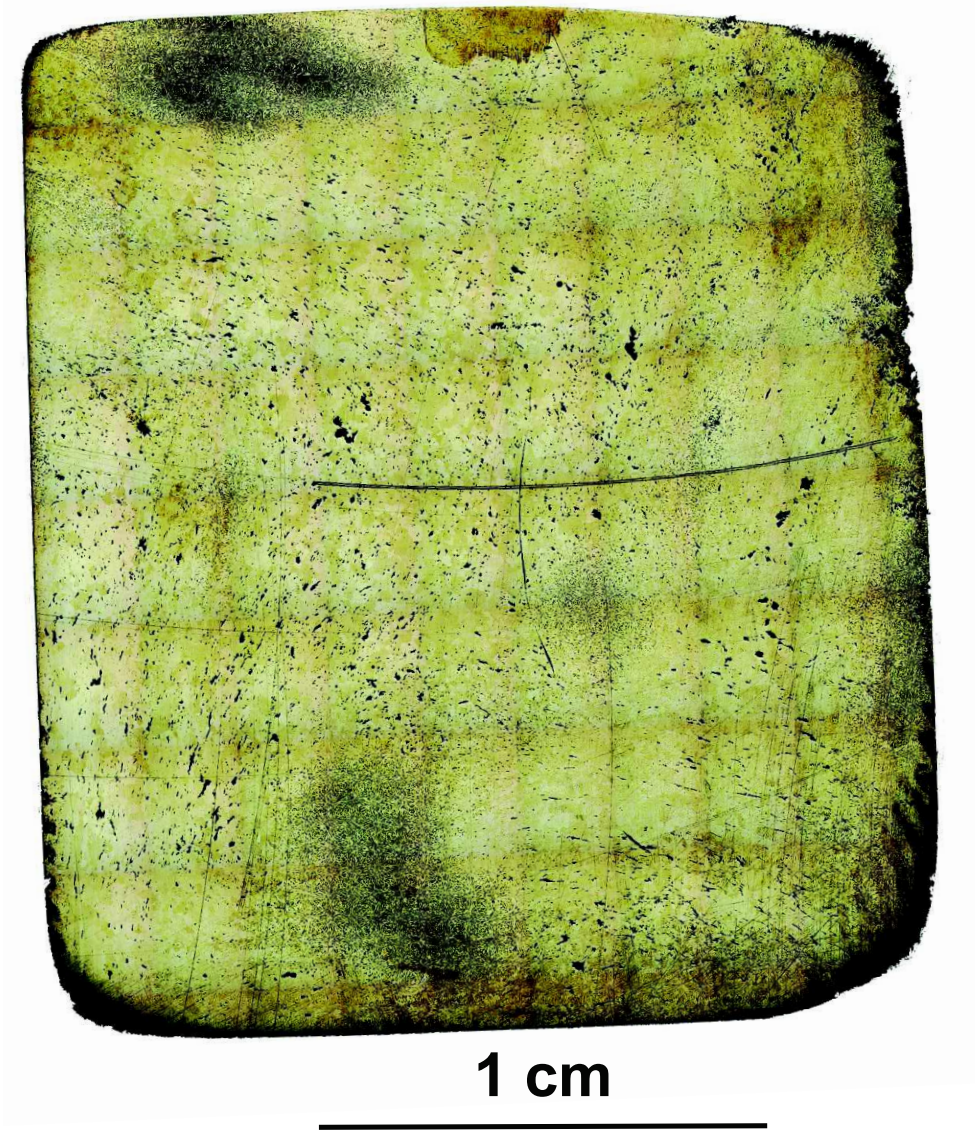
4

5

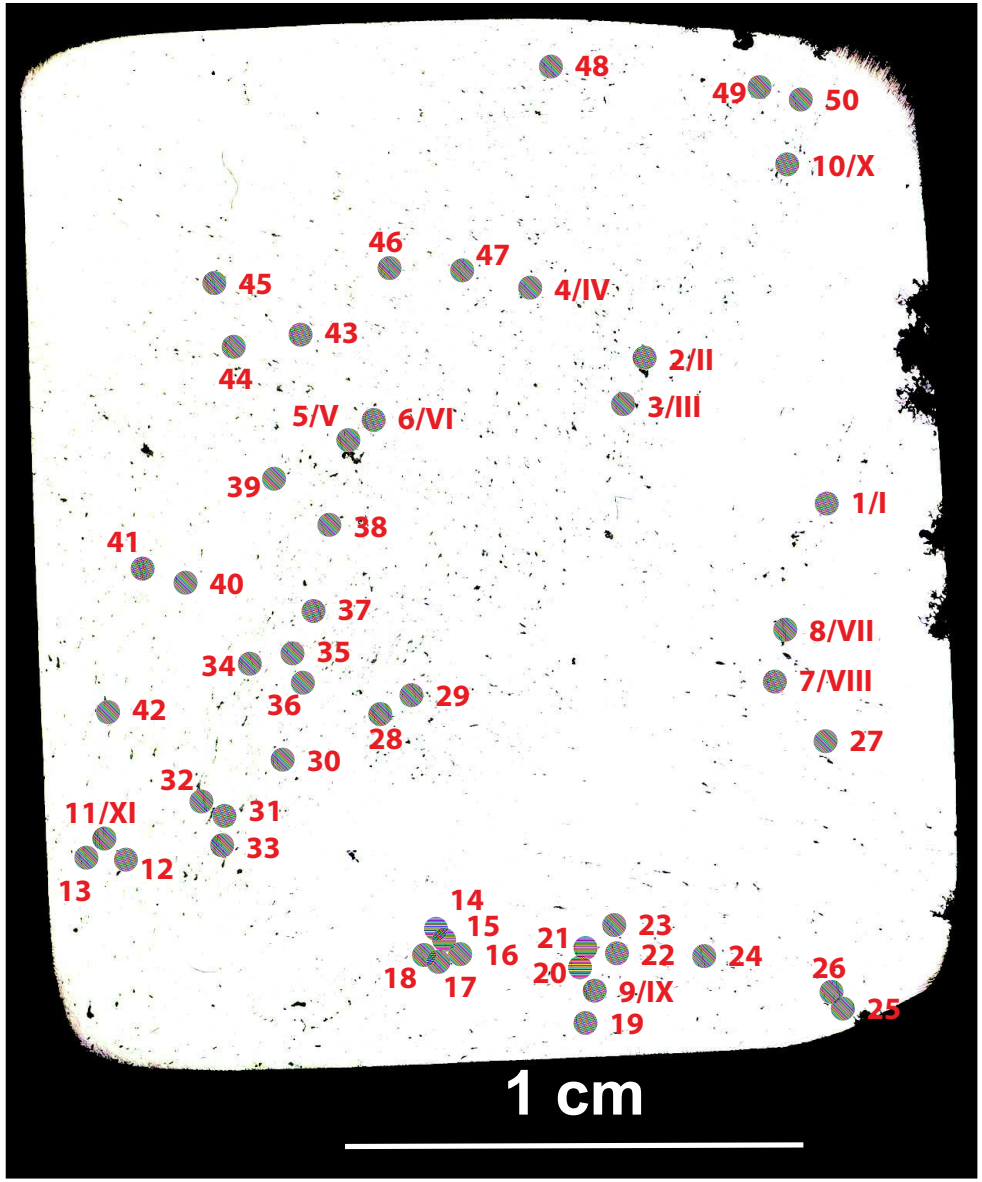
6

7

8



Attaque métallographique



Repérage des analyses chimiques

52E10v

Catégorie : Objet

Masse : 1460 g
Longueur : 340 mm
Largeur : 25 mm
Epaisseur : 18 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,1 %

Pourcentage moyen de carbone : 0.088 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon de section rectangulaire, au surfaces irrégulières. Les tenons présentent des crans sur leur face extérieure.

Structure du métal :

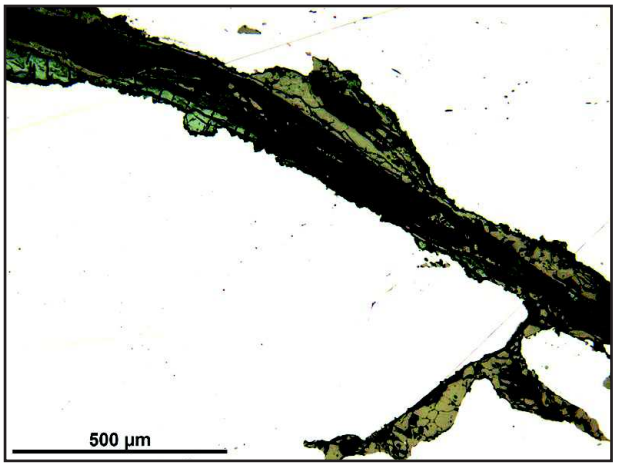
Le métal est compact. Une fissure débouchant sur l'une des surfaces est observable. Ses parois sont tapissées de produits de corrosion à chaud (Cliché **1**). La structure du métal est majoritairement ferritique, grains de taille (en général 20 à 30 µm). Des zones carburées sont présentes, formant globalement des bandes ou amas sinueux. La carburation dans ces zones varie de 0,1-0,2 % C jusqu'à l'eutectoide (**2**). Le schema de distribution de ces zones carburées est d'ailleurs souligné par les alignements d'inclusions. Des structures fantomes sont observables à proximité d'une fissure débouchante.La structure dans cette zone est ferrito-perlitique à 0.1-0.2%. Par ailleurs, on observe localement ces structures la bordure des zones ferritiques et ferrito-perlitiques.

Inclusions :

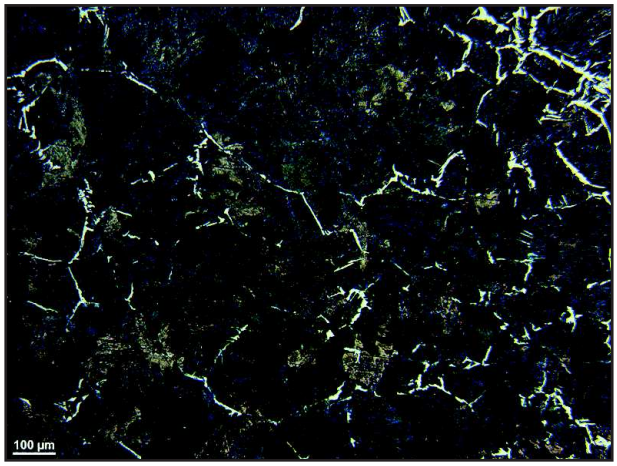
La propreté inclusionnaire du métal est relativement bonne. Les inclusions ont une forme variable, mais la majorité d'entre elles sont plutôt allongées et forment des alignements (**3**). Les inclusions plus trapues présentent des formes complexes, souvent ramifiées (**4**). Les inclusions sont présentes majoritairement dans les zones ferritiques.
Trois faciès minéralogiques sont observables. Le premier, dominant, se caractérise par une matrice composée de lattes de fayalite au sein de laquelle se développe de la wüstite sous forme de globules et de dendrites (**5**). Le second présente une matrice totalement amorphe, comportant parfois des aiguilles (**4** et **6**). Le troisième se distingue par une matrice dominée par de la wüstite/magnétite sous forme de gros globules (**7**).

Conclusion partielle :

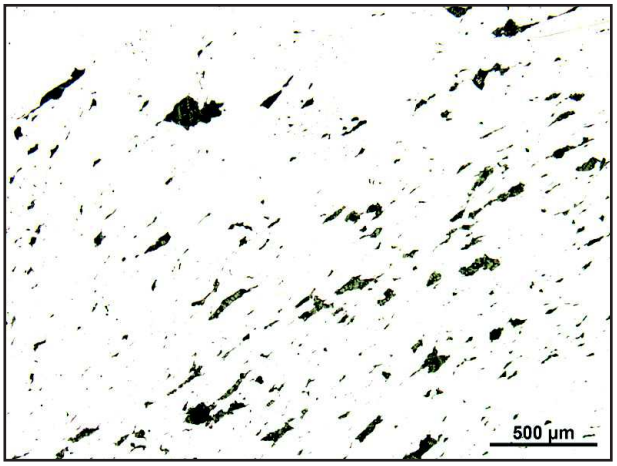
Agrafe disposée verticalement sur le massif de flanquement nord-est de la tour.


500 µm

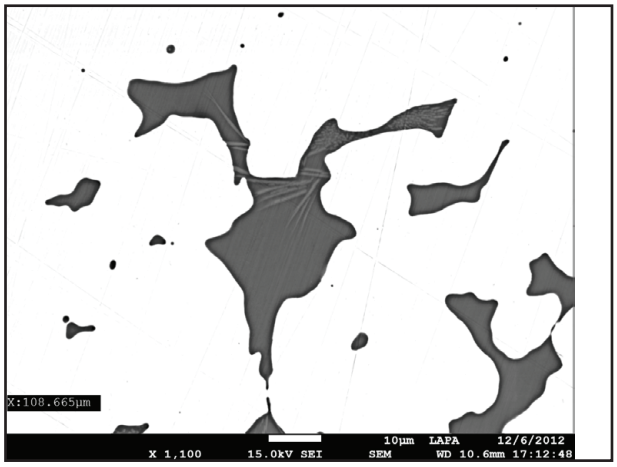
1


100 µm

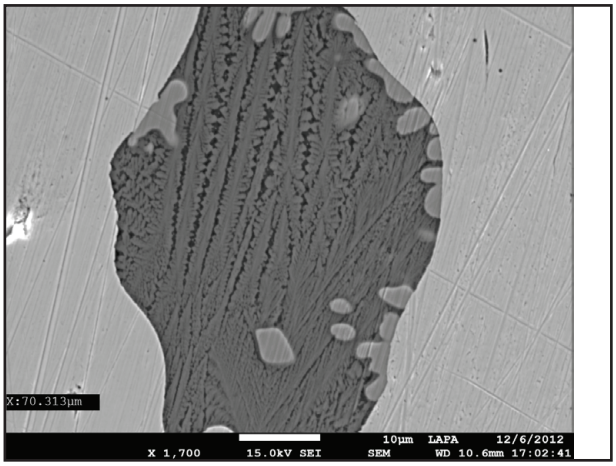
2


500 µm

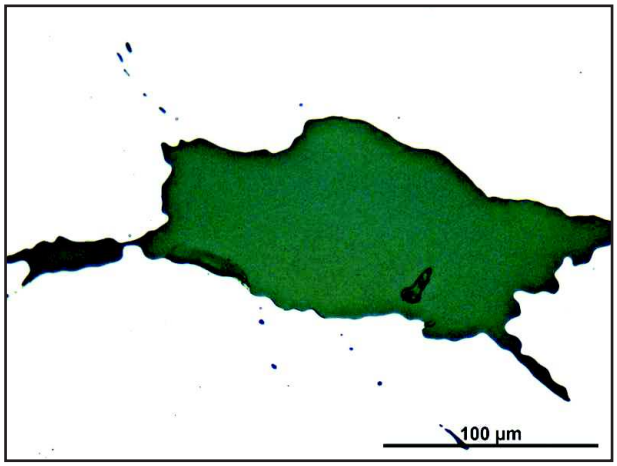
3


X:108.665µm
10µm LAPA 12/6/2012
X 1,100 15.0kV SEI SEM WD 10.6mm 17:12:48

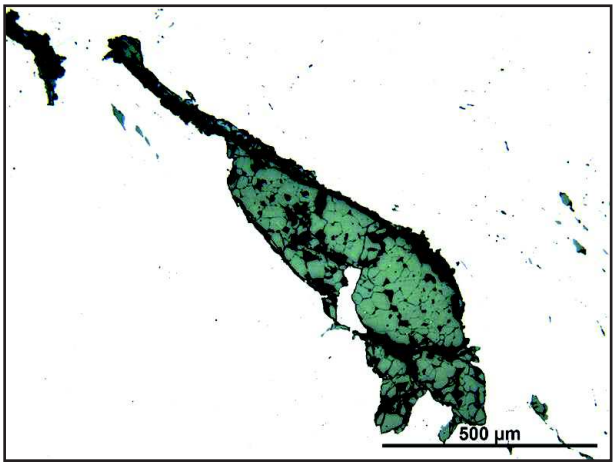
4


X:70.313µm
10µm LAPA 12/6/2012
X 1,700 15.0kV SEI SEM WD 10.6mm 17:02:41

5

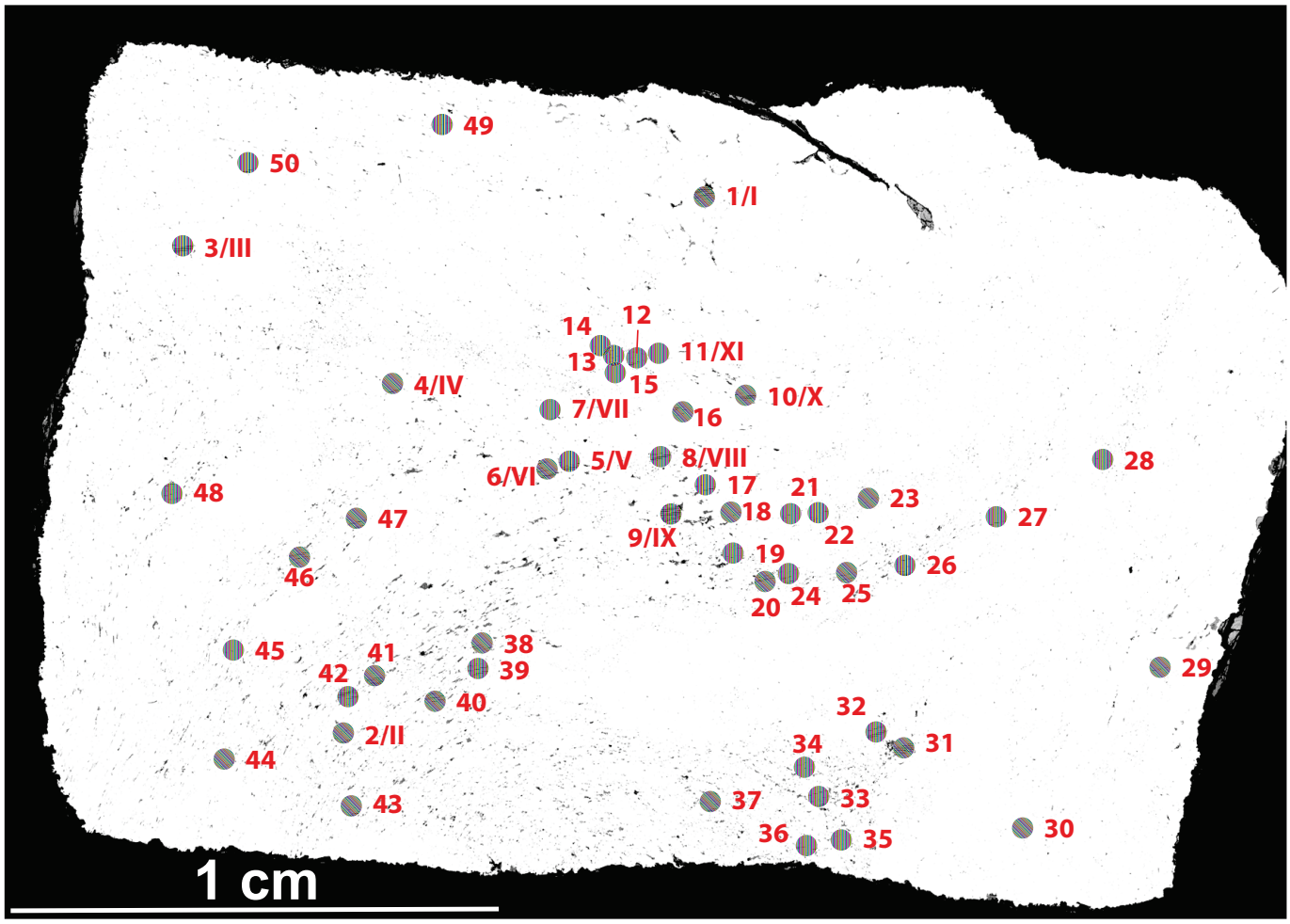

100 µm

6


500 µm

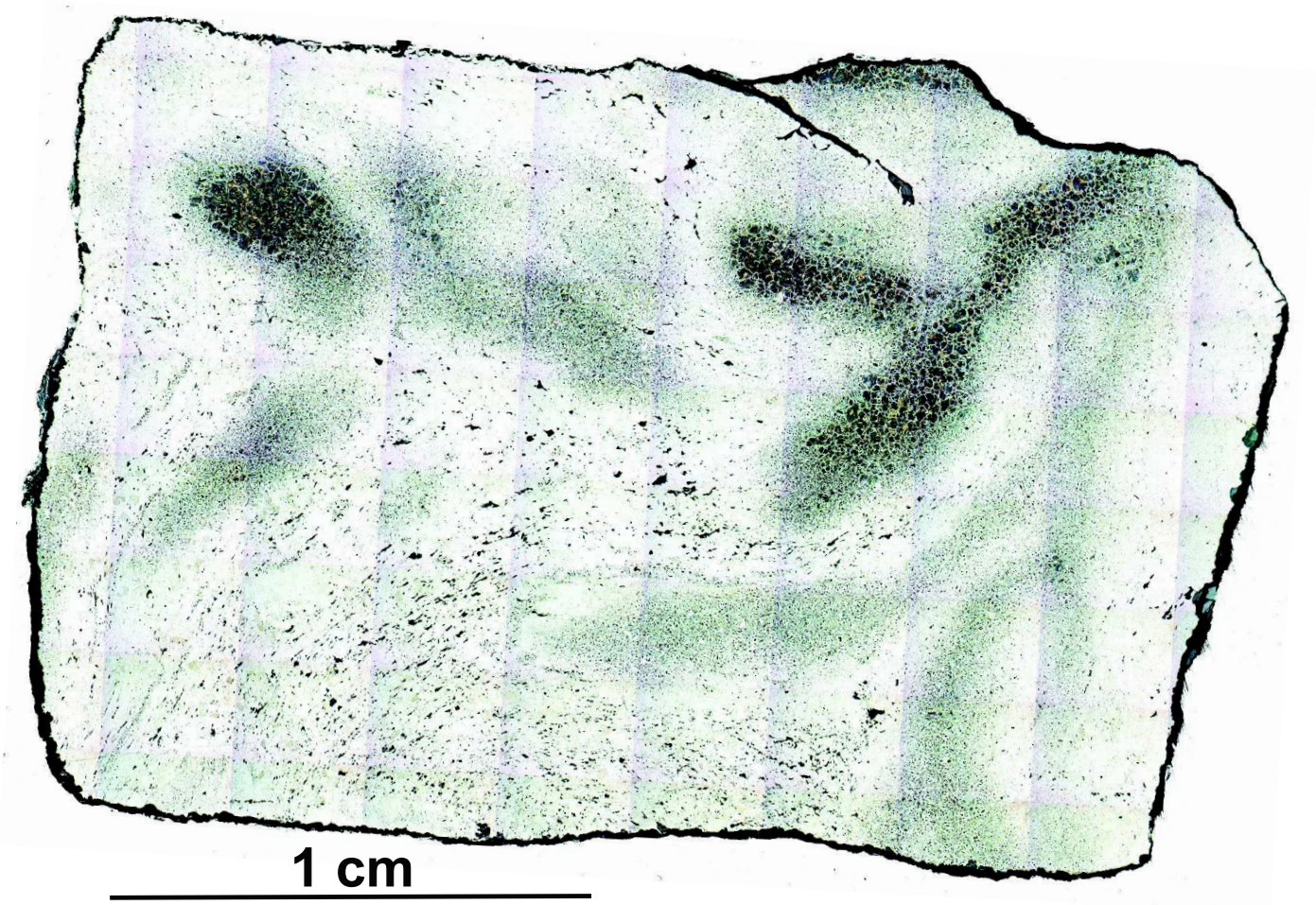
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT52N13

Catégorie : Objet

Masse : 650 g
Longueur : 270 mm
Largeur : 27 mm
Epaisseur : 10 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 6,1 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,02 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon de section grossièrement rectangulaire, aux surfaces irrégulières. L'une des faces transversale est de forme arrondie. Les tenons présentent un cran sur leurs faces extérieures et intérieures.

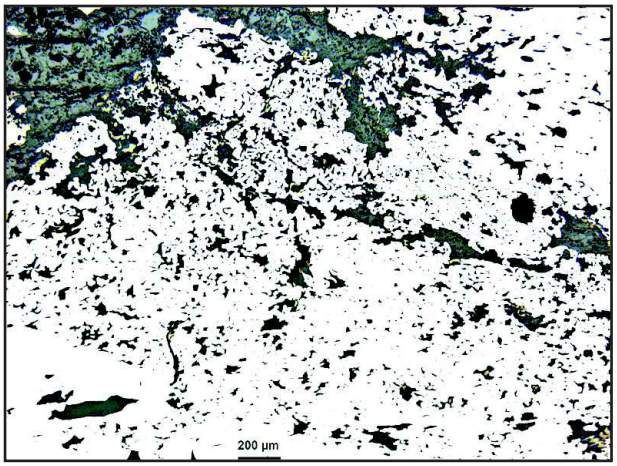
Structure du métal :

Le métal est relativement compact. Un quart de la surface de la section réalisée montre un réseau dense constituée par des porosités comblées par des produits d'oxydation à chaud ainsi que par de très petites inclusions.
La structure du métal est intégralement ferritique.

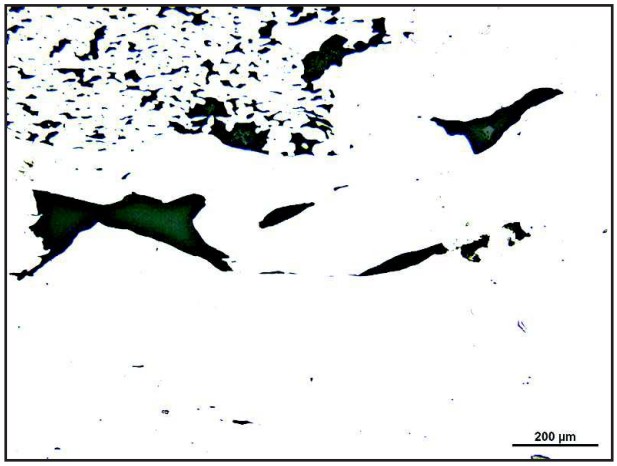
Inclusions :

La propreté inclusionnaire du métal est mauvaise. Il est possible de distinguer une partie constituée par le réseau dense formé par des produits de corrosion à chaud et de très petites inclusion du reste de la section (Cliché **1**). Leur organisation évoque un métal proche de l'état brut. La deuxième partie se caractérise par la présence de nombreuses inclusions également. La majorité de celles-ci présente une forme complexe, ramifiée ou à appendices, aux contours anguleux. Quelques inclusions plus trapues sont également visibles. De rares inclusions fines et allongées sont observables.
Deux faciès minéralogiques dominent. Le premier se caractérise par une matrice amorphe comportant occasionnellement des cristaux anguleux (hercynite) (**2**). Le second se distingue par une matrice à cristallisation fine, dans laquelle se développe de la wüstite, essentiellement sous forme de globules et de dendrites. Des cristaux anguleux d'hercynite y sont également visibles (**3**).

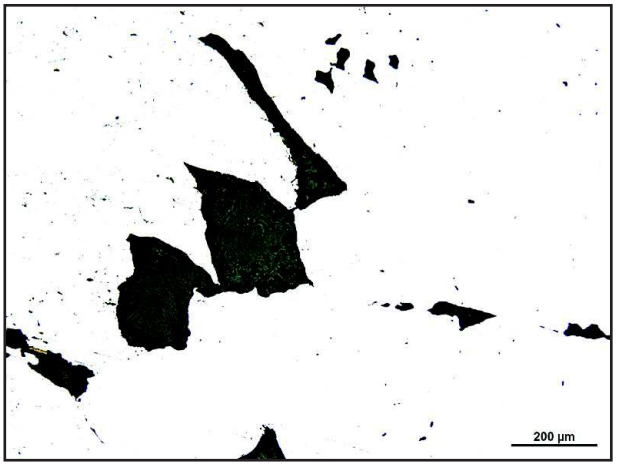
Conclusion partielle :



1



2



3

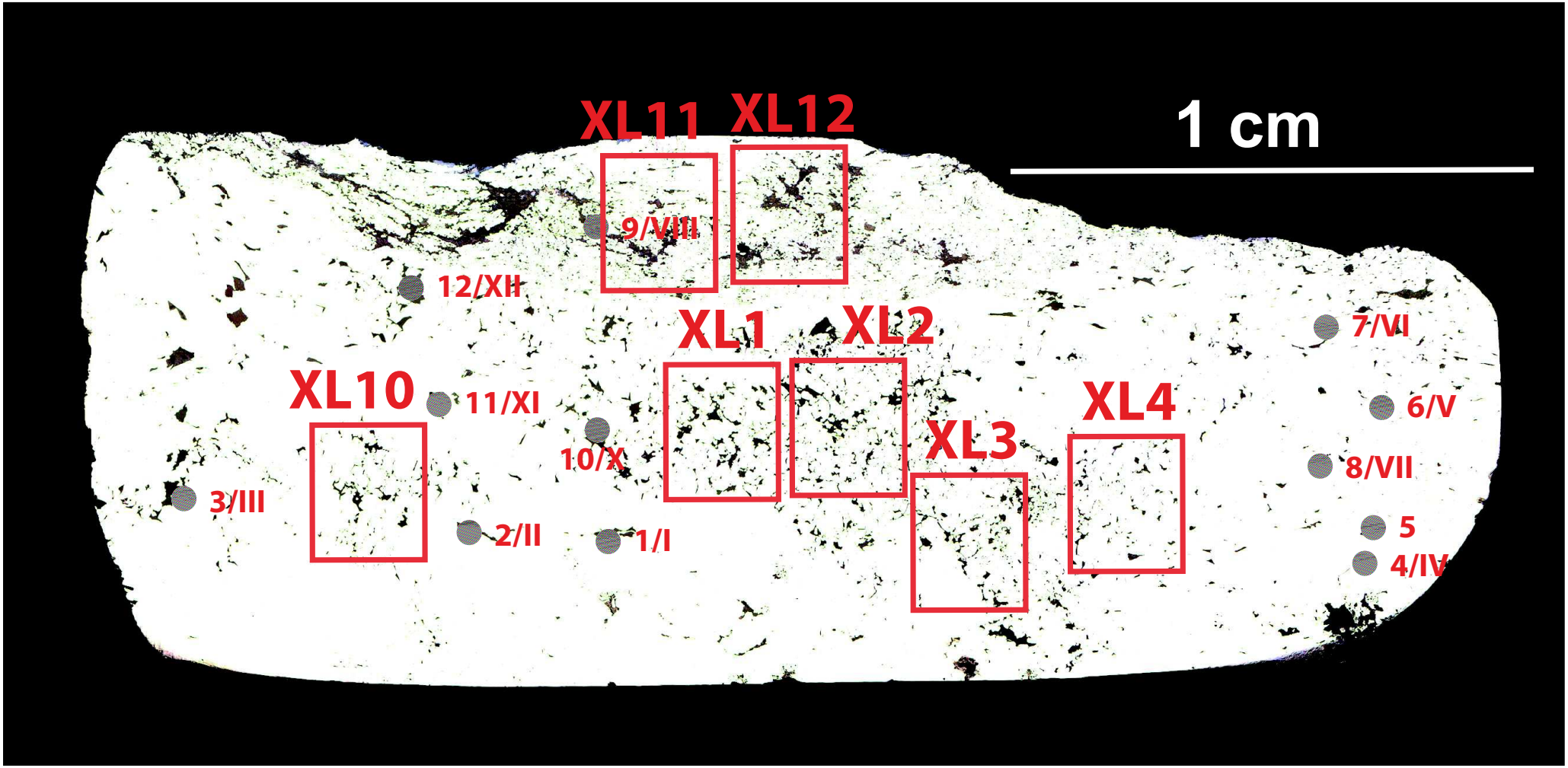
4

5

6

7

8



Repérage des analyses chimiques

MUT52N15

Catégorie : Objet

Masse : 1370 g
Longueur : 320 mm
Largeur : 30 mm
Epaisseur : 13 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,7 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,075 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon de section rectangulaire, aux surfaces régulières. Les arêtes sont anguleuses. Les tenons ne comportent pas de dispositif d'accroche.

Structure du métal :

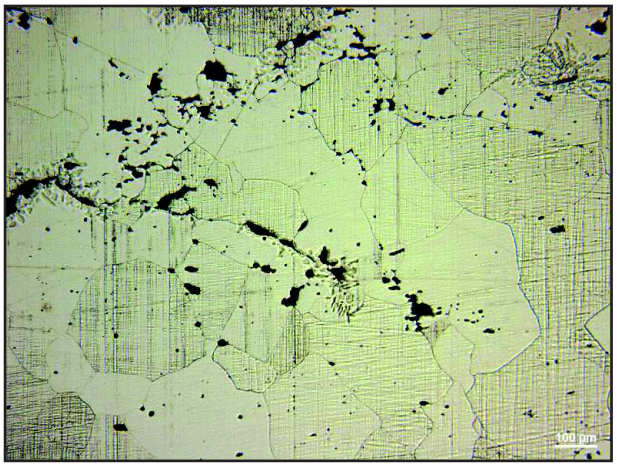
Le métal est compact, et comporte quelques fissures. Trois d'entre elles forment un «Y».
La structure est hétérogène, la partie droite de l'échantillon est composée de ferrite à gros grains (Cliché **1**), qui «épouse» la partie centrale. Cette dernière se compose en réalité de bandes plus ou moins carburées , ferrite- ferrito-perlitique a 0,1% - ferrite - ferrito-perlitique à 0,2 % - ferrite - ferrito-perlitique à 0,1 % - ferrite (**2**). Des marbrures sont visibles dans cette zone. La partie gauche est ferritique avec des grains de petites à moyennes dimensions. Une carburation plus importante, certainement accidentelle, est visible près de l'une des surfaces.

Inclusions :

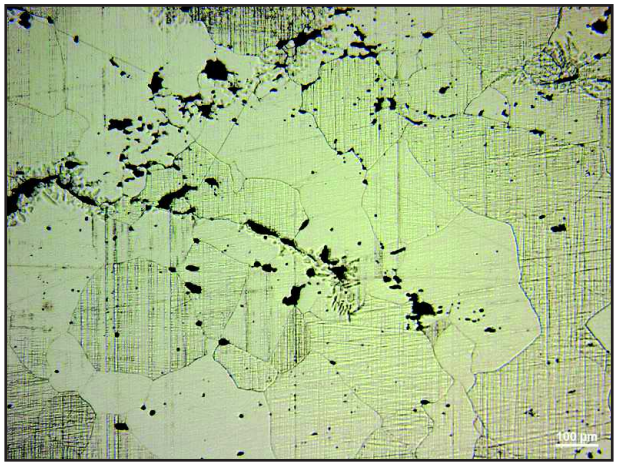
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne. Les inclusions présentent des formes variées. Les plus importantes sont irrégulières, ramifiées ou à appendices. Les inclusions s'organisent suivant les déformations du métal, formant des alignement plus ou moins rectilignes. Certains alignements constituent le pendant du «Y» formé par les fissures précitées (**3**). Les inclusions situées sur les lignes dans la partie gauche, ainsi que celles qui sont présentes dans la structure ferritique à petits grains présentent une matrice fayalitique et contiennent des globules de wustite (**4**). Celles qui sont présentes dans la partie droite et le centre sont matrice amorphe, dans laquelle se développent de fines dendrites de wüstite, des cristaux anguleux de hercynite et des cristaux sombre en grain de riz (apatites?) (**5** à **7**).

Conclusion partielle :

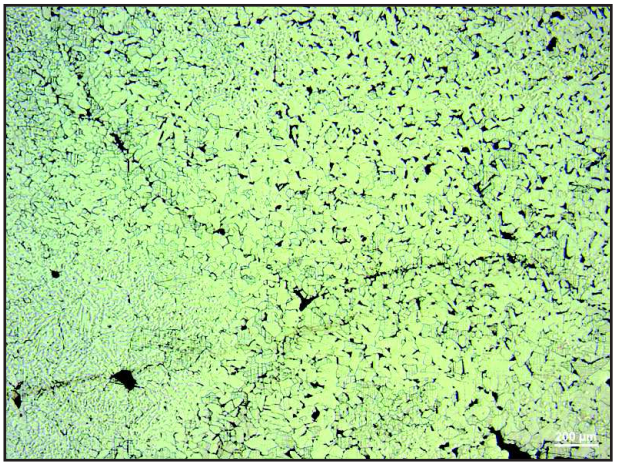
Le crampon, dont l'aspect de surface évoque une mise en forme par martelage, est disposé sur le gable de l'abat-son nord de la tour.



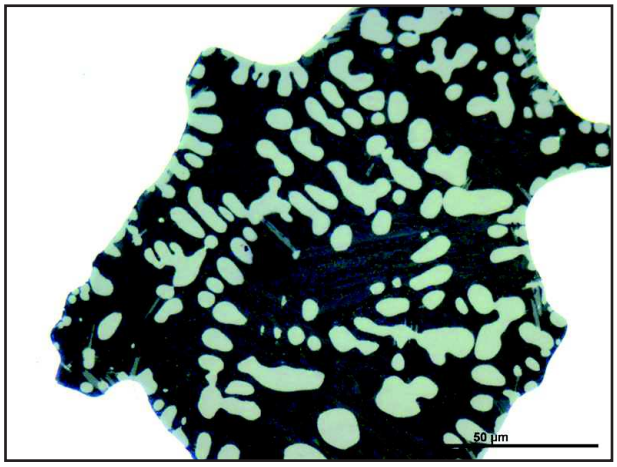
1



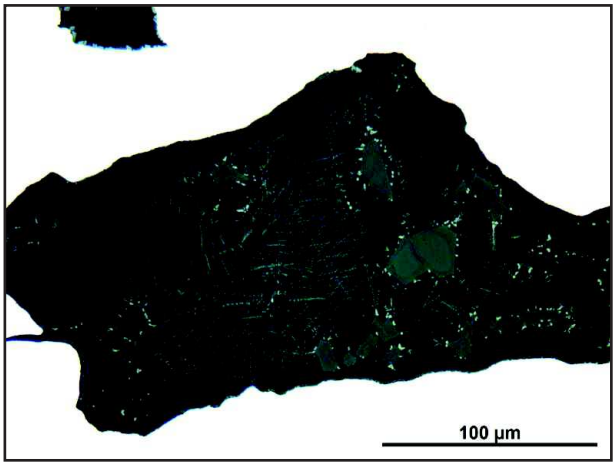
2



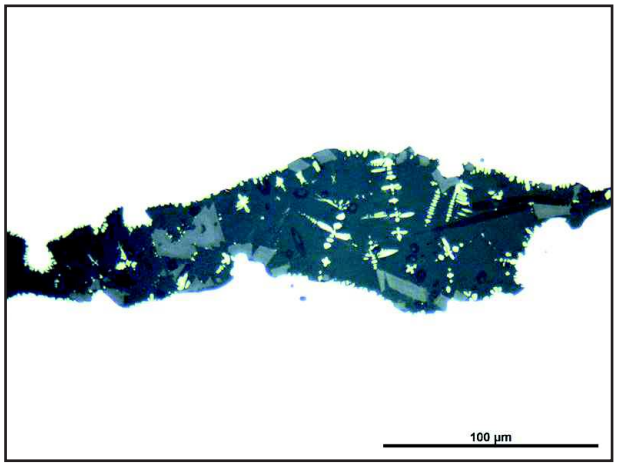
3



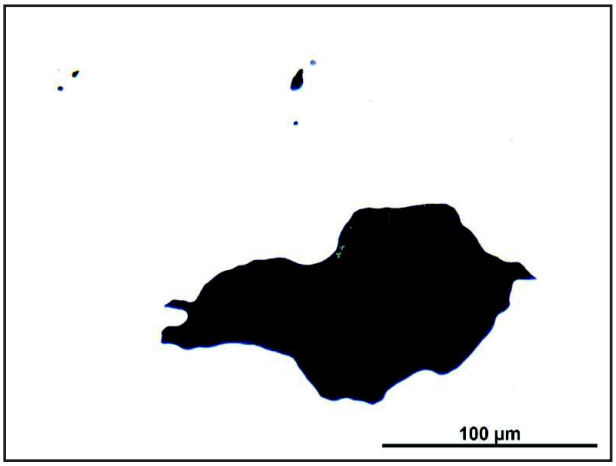
4



5

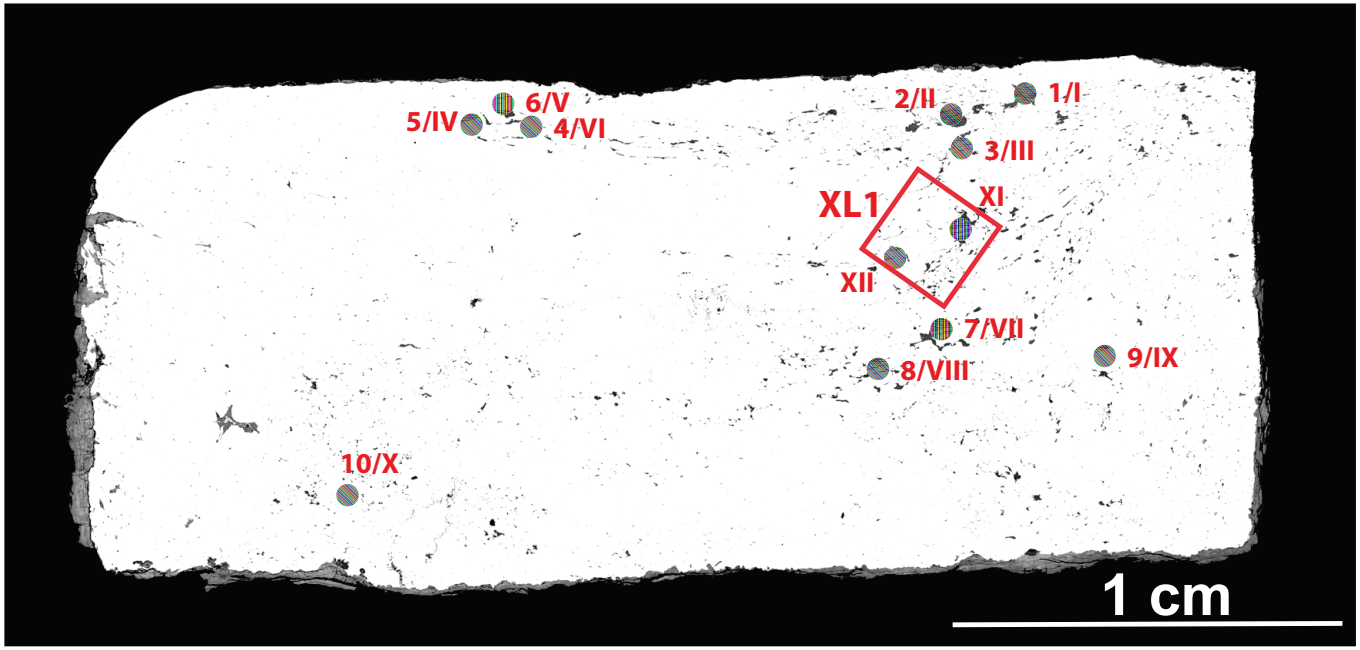


6



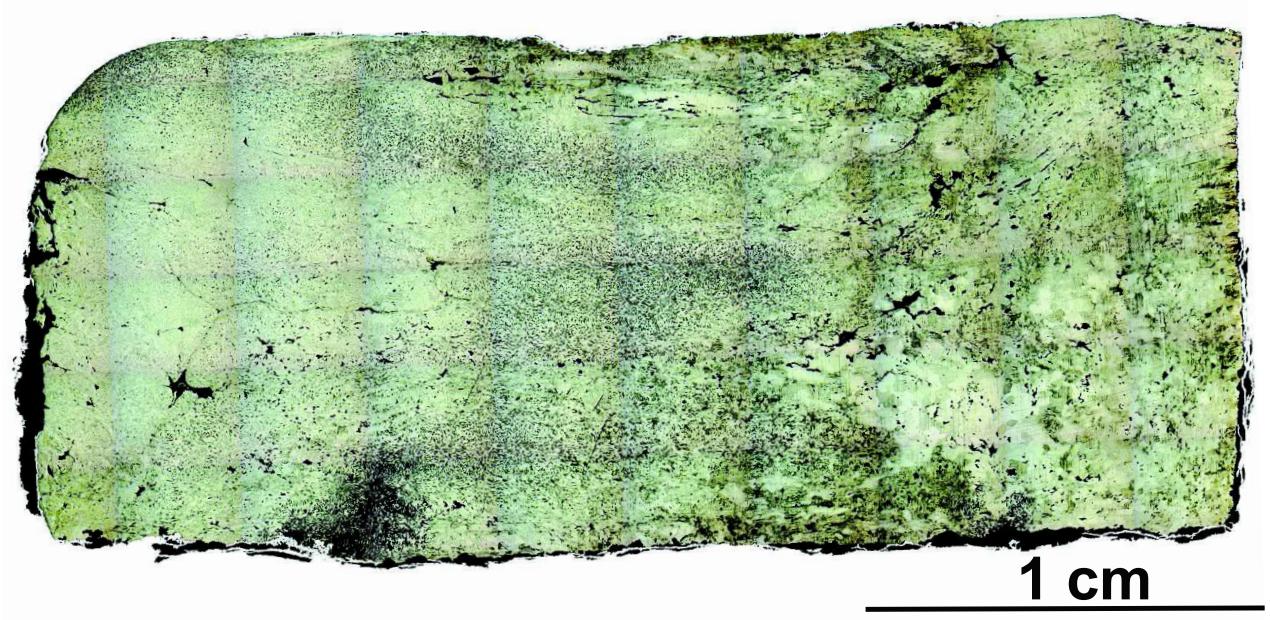
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT54AN

Catégorie : Objet

Masse : 1990 g
Longueur : 415 mm
Largeur : 33 mm
Epaisseur : 20 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 2,2 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,043 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon de section vaguement trapézoïdale, aux surfaces régulières. Les tenons présentent des crans (3) sur leurs faces externes et internes.

Structure du métal :

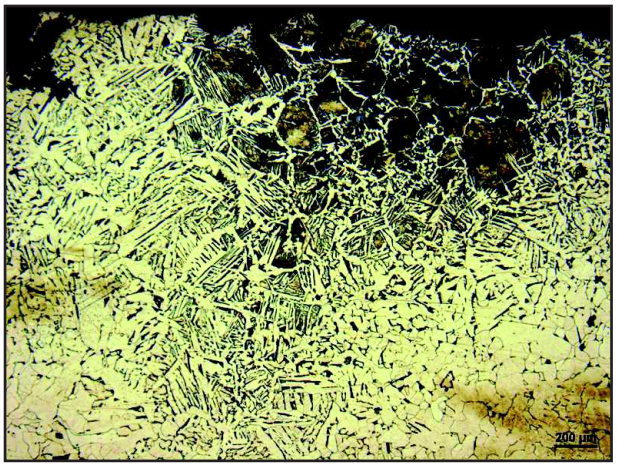
Le métal est compact. Il ne comporte pas de fissures. La structure est majoritairement ferritique. Une large plage ferrito-perlitique, à 0,1 - 0,3 % de C est observable dans un quart de la section. Deux zones fortement carburées, proche de l'eutectoïde, sont visibles à proximité de l'une des surfaces (Cliché **1**). Cette carburation est certainement accidentelle. Des marbrures sont localement visibles au sein des structures ferritiques (**2**).

Inclusions :

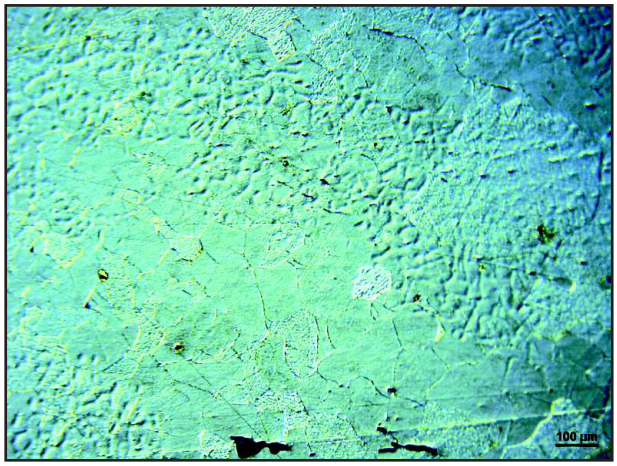
La propreté inclusionnaire du métal est médiocre. Les inclusions présentent des dimensions et formes variées. La plupart semblent toutefois avoir subi un allongement parallèle aux grandes surfaces. Les inclusions sont concentrées dans la partie centrale de la section, dans une zone ferritique située entre les plages carburées. Une partie sont fines, allongées, et forment des alignements.
Deux faciès minéralogiques dominent. Le premier se caractérise par une matrice amorphe (**3**). Le second par une matrice à cristallisation fine au sein de laquelle se développe de la wüstite sous forme de dendrites (**4**).

Conclusion partielle :

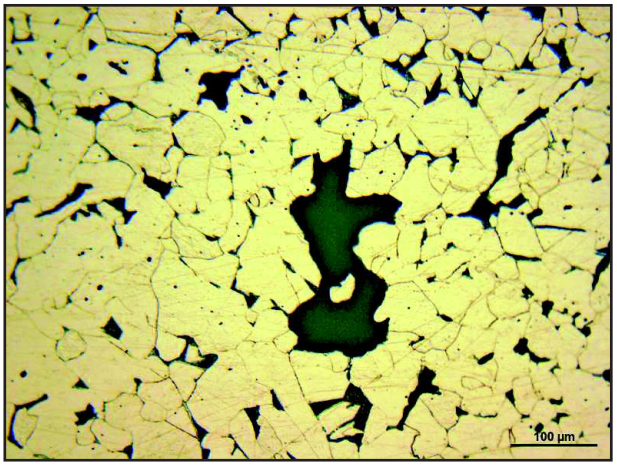
Le crampon est disposé sur la surface latérale d'un arc (nord-ouest) de la voûte de la salle des cloches.



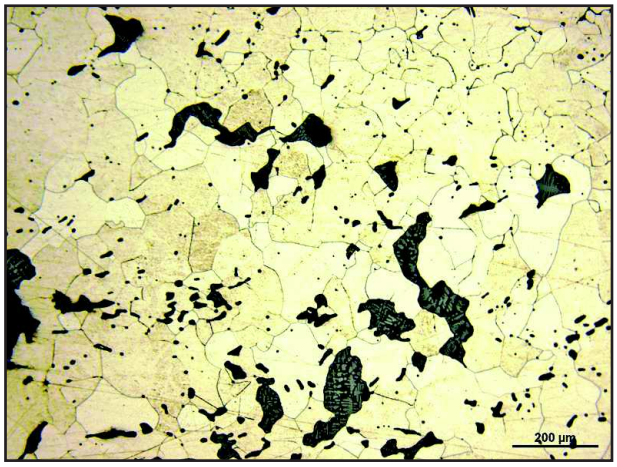
1



2



3



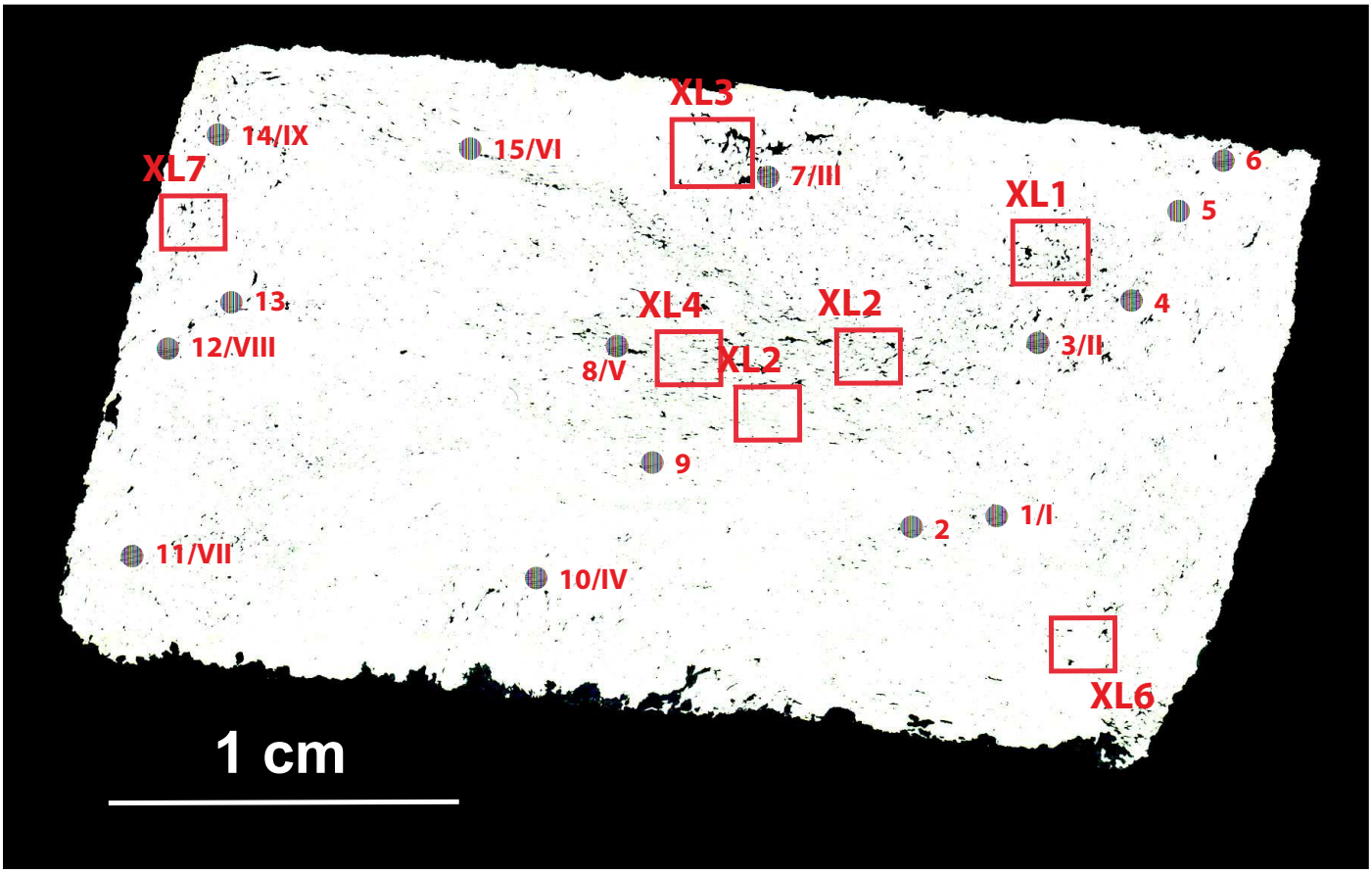
4

5

6

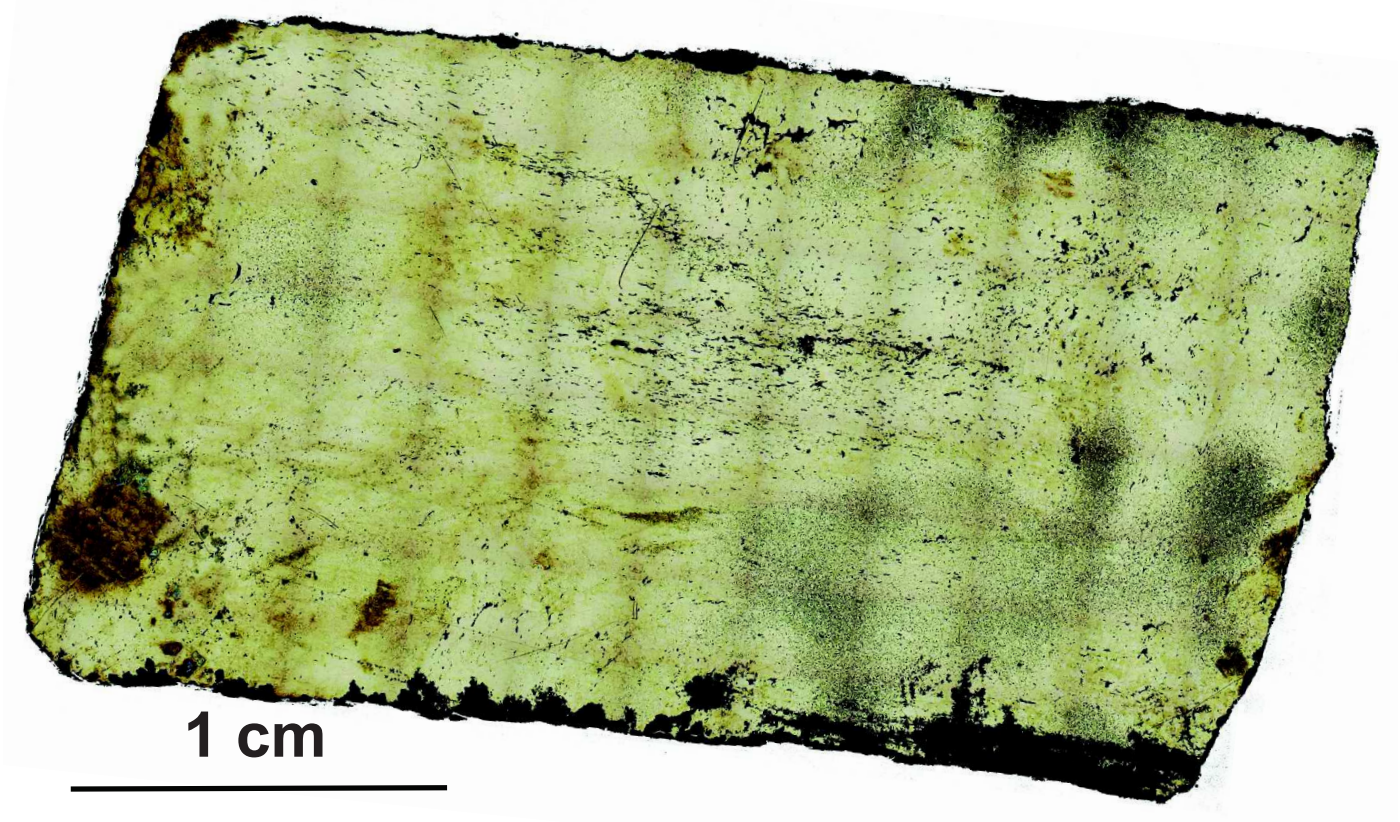
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT54AF

Catégorie : Objet

Masse : 1130 g
Longueur : 360 mm
Largeur : 20 mm
Epaisseur : 16 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 3,3 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,038 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Le crampon présente une section carrée, aux surfaces régulières. Les tenons sont crantés (3) sur leur face externe.

Structure du métal :

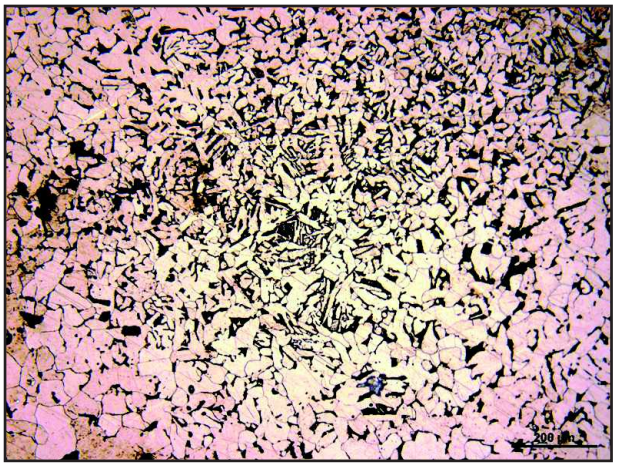
Le métal est compact, mais comporte plusieurs fissures. La plus importante, ramifiée, est sous-jacent à l'une des arêtes. Toutes les fissures sont débouchantes. La structure du métal est majoritairement ferritique. Trois plages carburées sont visibles. La première (0,1 à 0,5 % C), prenant naissance sur l'une des surfaces, est allongée presque parallèlement à cette dernière. La seconde, informe, se développe à partir de la surface opposée (Cliché **1**). La troisième forme un enroulement, par ailleurs souligné par l'organisation des inclusions environnantes. Des marbrures sont visibles dans les structures ferritiques (**2**).

Inclusions :

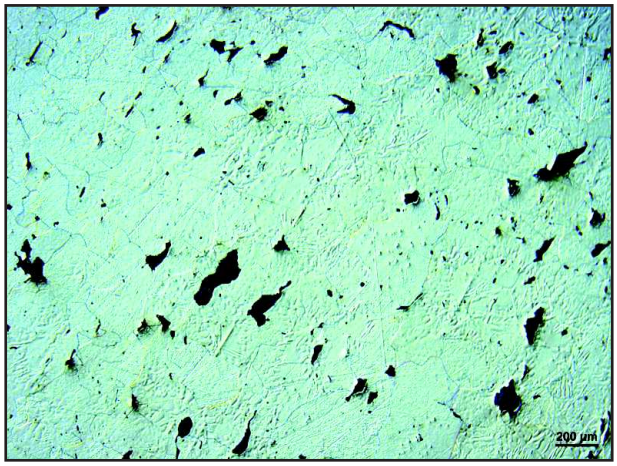
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne. Les inclusions sont majoritairement de forme allongée et une partie d'entre elles forment des alignements. Leur organisation souligne la déformation du métal. Un repli est vaguement perceptible. Le métal comporte par ailleurs de nombreuses inclusions pulvérisées.
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par la forte proportion de wüstite se développant au sein d'une matrice qu'il est difficile de distinguer (**3** et **4**). Les petites inclusions sphériques sont quant à elle vitreuses (**5**).

Conclusion partielle :

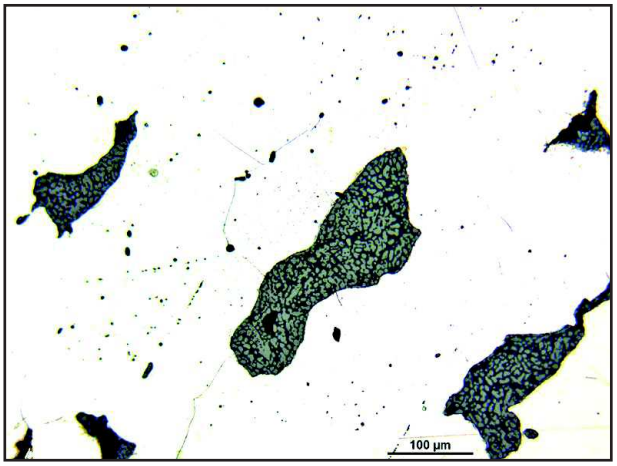
Le crampon est disposé sur l'intrados d'un arc (nord-ouest) de la voûte de la salle des cloches.



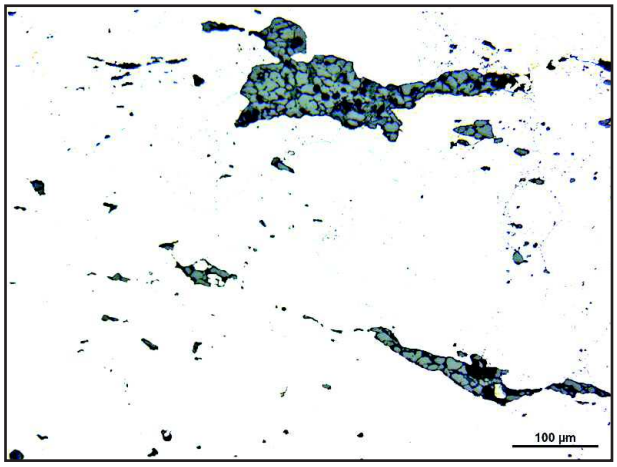
1



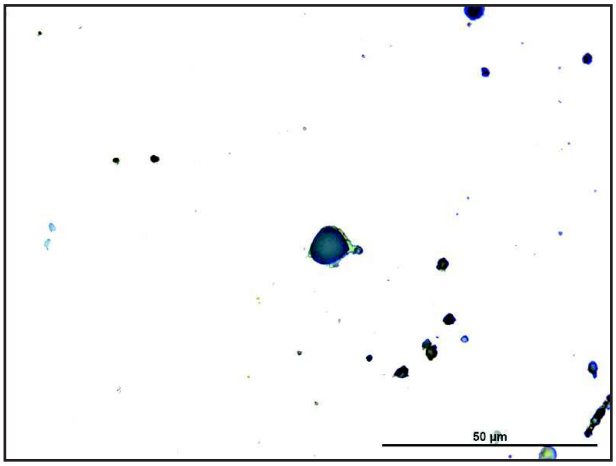
2



3



4

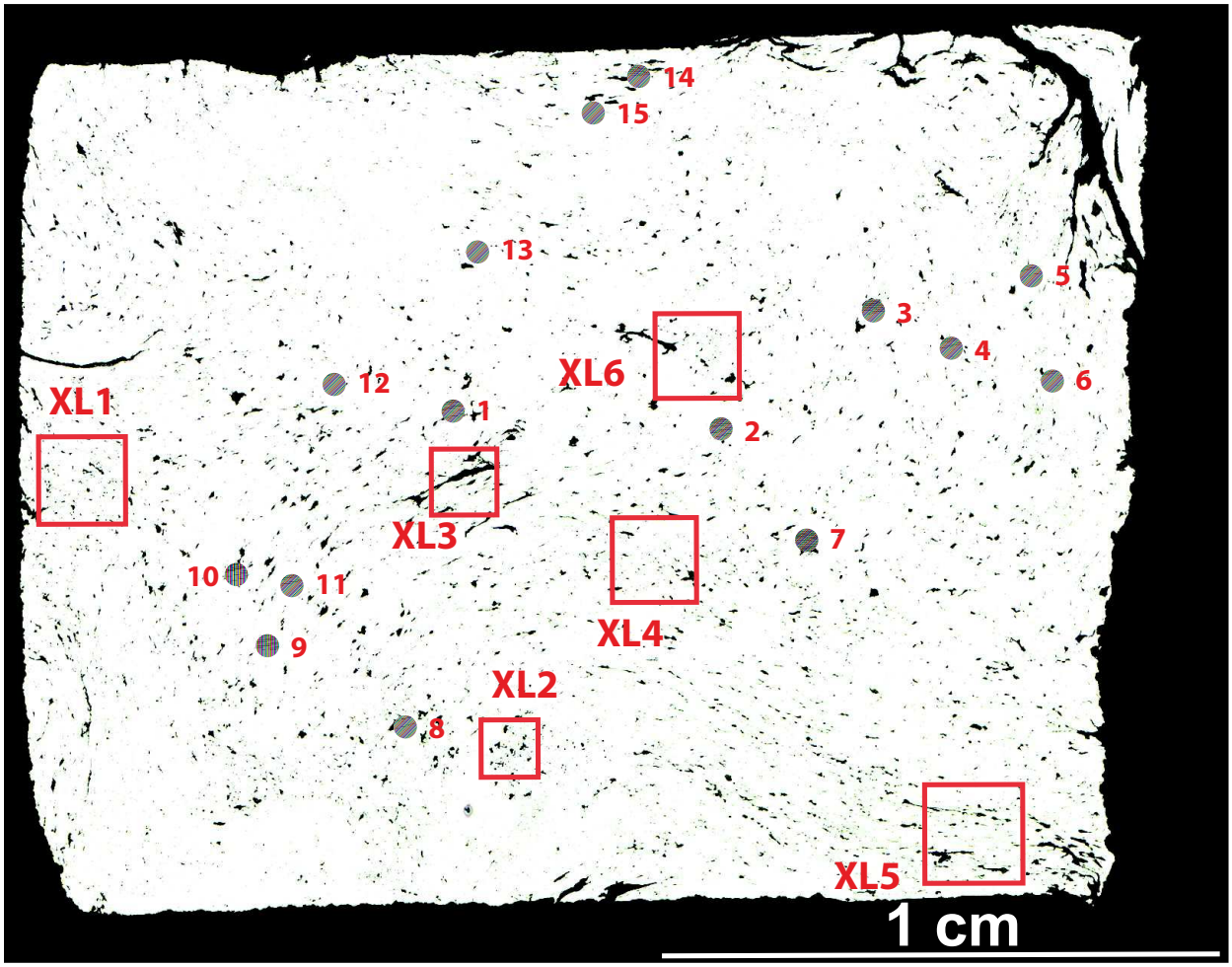


5

6

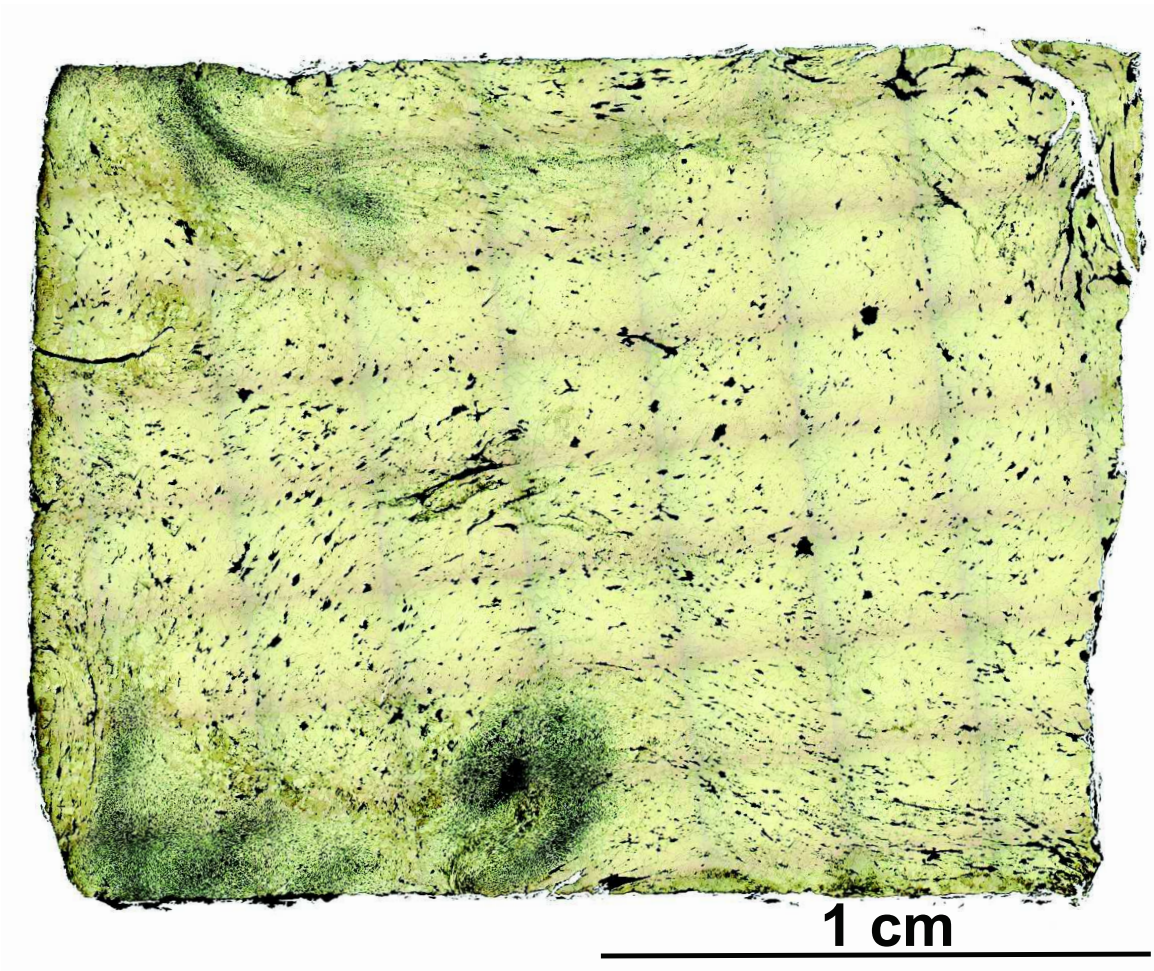
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT54BB

Catégorie :

Masse : 1850 g
Longueur : 375 mm
Largeur : 25 mm
Epaisseur : 20 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,7 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,055 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section rectangulaire, avec des arêtes anguleuses et des surfaces régulières. Les tenons comportent chacun trois crans sur leur face externe.

Structure du métal :

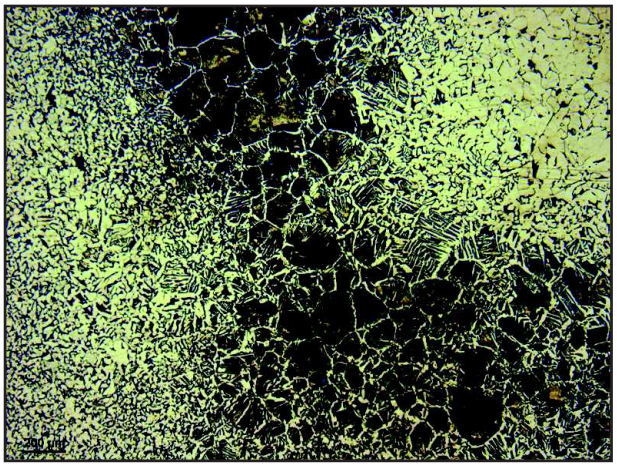
Le métal est compact, et ne comporte aucune fissure. La structure est très majoritairement ferritique. Plusieurs plages carburées, toutes allongées, sont visibles. Le taux de carbone varie de 0,1 à 0,6 % C (Clichés **1** et **2**). Ces plages carburées apparaissant comme des reliques de la mise en forme de l'objet, soulignant la déformation du métal. L'orientation de ces plages concorde par ailleurs avec celui des alignements d'inclusions.

Inclusions :

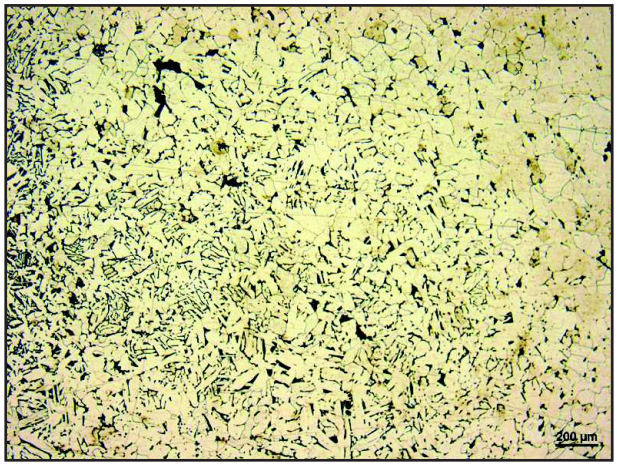
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne. Les formes des inclusions sont variées, certaines sont fines et allongées, tandis que d'autres sont plus trapues. De nombreuses inclusions pulvérisées sont également présentes dans le métal. La majorité forme des alignements qui semblent souligner la déformation du métal.
Deux faciès minéralogiques dominent. Une grande part des inclusions fines présentent une proportion importante de globules de wüstite (**3**) se développant au sein d'une matrice fayalitique. Les inclusions plus trapues présentent soit une matrice amorphe (**4**), soit cristallisée et comportant de la wüstite.

Conclusion partielle :

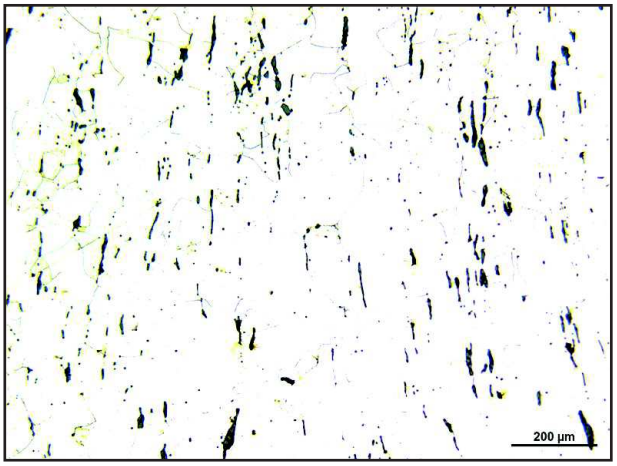
Le crampon est disposé sur l'intrados d'un arc composant un nervure de l'octogone de la voûte de la salle des cloches.



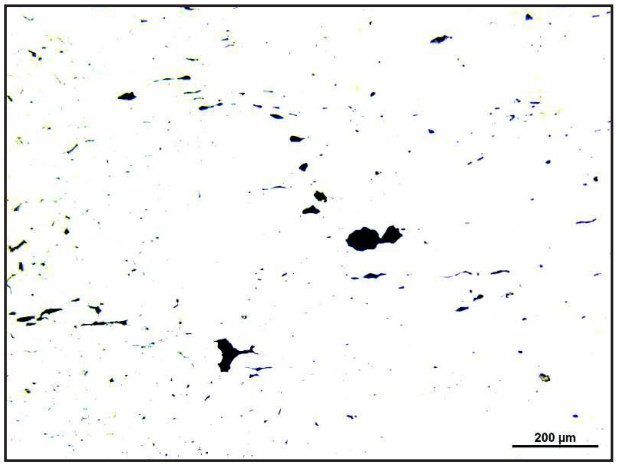
1



2



3



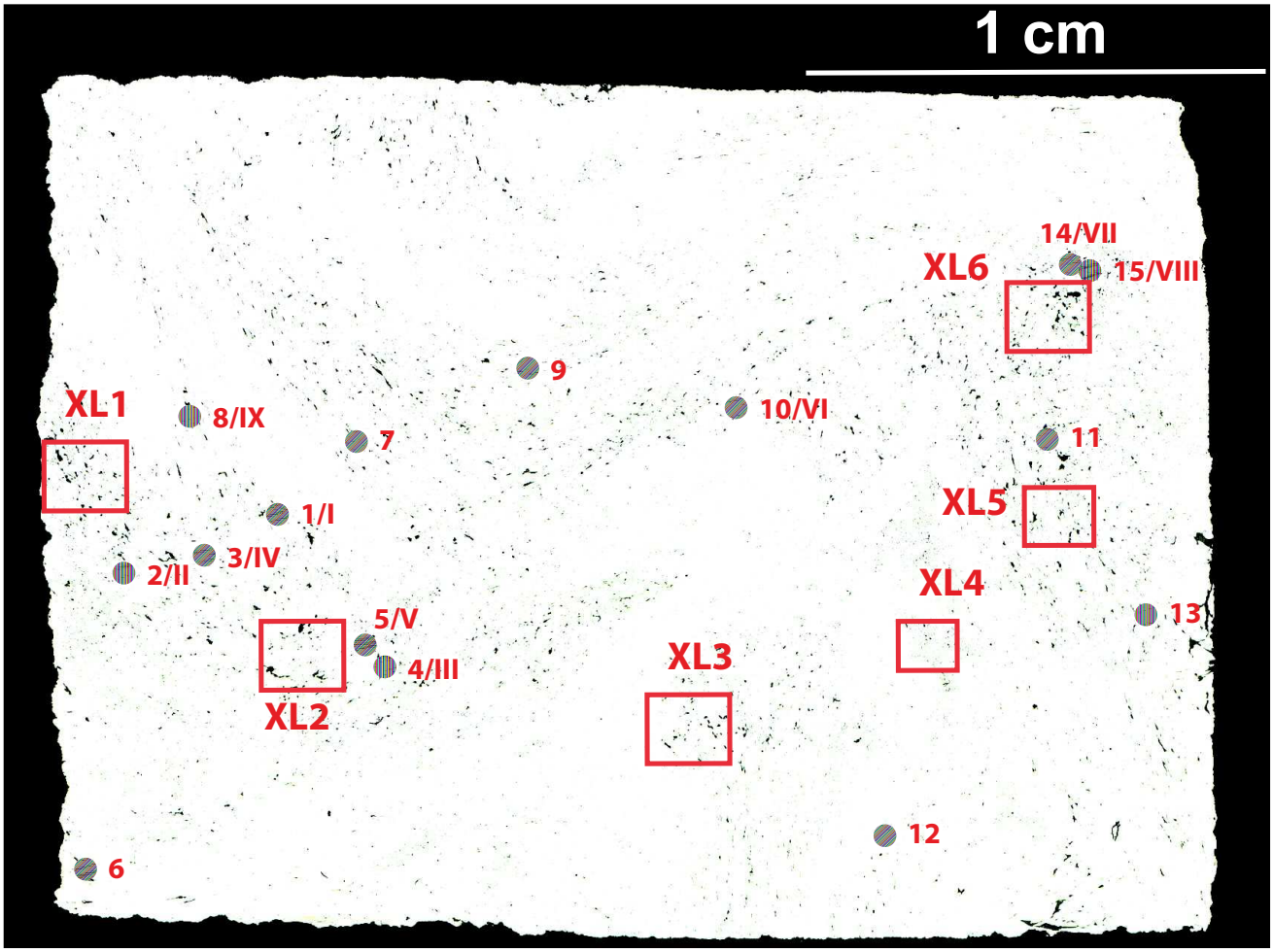
4

5

6

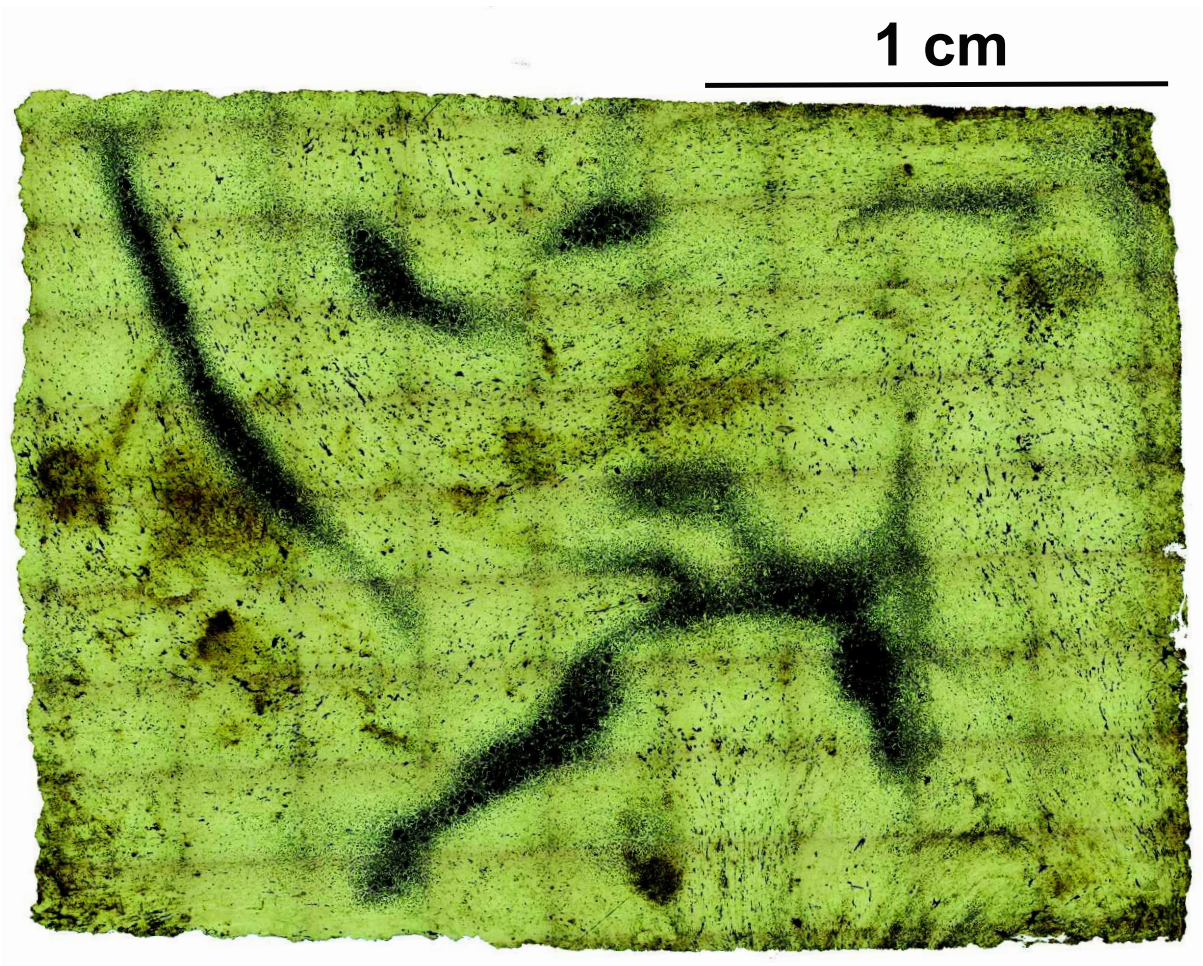
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT54BV

Catégorie : Objet

Masse : 805 g
Longueur : 230 mm
Largeur : 20 mm
Epaisseur : 17 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 4 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,037 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section carrée, avec des arêtes anguleuses et des surfaces régulières. Les tenons comportent chacun deux crans sur leur face externe.

Structure du métal :

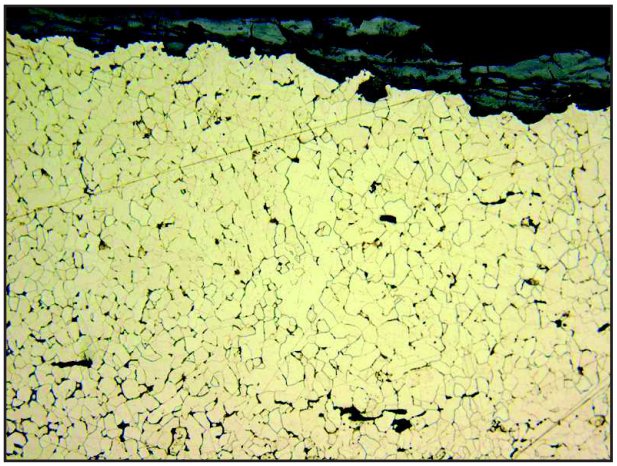
Le métal est compact, et ne comporte aucune fissure. La structure est très majoritairement ferritique (Cliché **1**). Les grains sont equiaxes et de dimensions variables. Les plus gros affectent des dimensions sub-millimétriques. Seules deux plages carburées ferrito-perltitiques (0,3 - 0,4 % C en moyenne), sous-jacentes aux surfaces, sont visibles (**2**). Elles sont certainement accidentelles.

Inclusions :

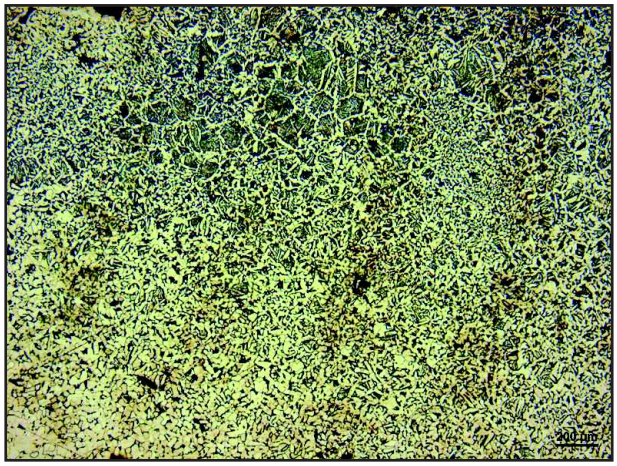
La propreté inclusionnaire du métal est mauvaise. Les inclusions sont réparties sur toute la section, mais majoritairement dans les structures ferritiques. Leurs tailles et formes sont variables. Les inclusions les plus grandes, ainsi que les moyennes, sont de forme trapue, irrégulière, aux contours anguleux. Les plus petites sont généralement plus fines et allongées. La plupart forment des alignements, soulignant les déformations du métal (Cf. section *infra*).
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice constituée de lattes de fayalite au sein de laquelle se développe de la wüstite (**3** et **4**). Quelques inclusions présentent par ailleurs une matrice vitreuse (**2**).

Conclusion partielle :

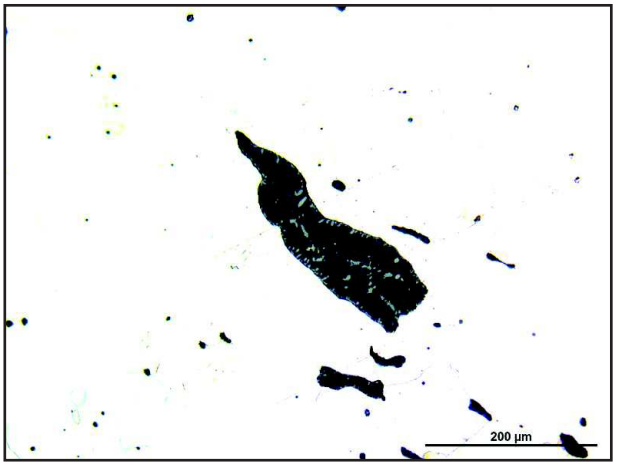
Le crampon est disposé sur la face latérale d'un linteau (nord-ouest) formant l'octogone de la voûte de la salle des cloches.



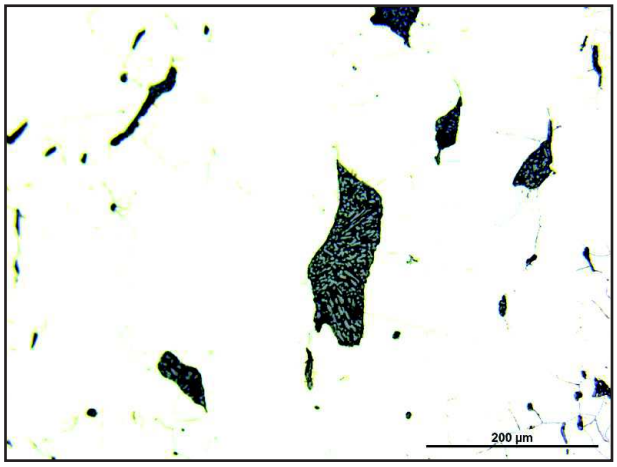
1



2



3



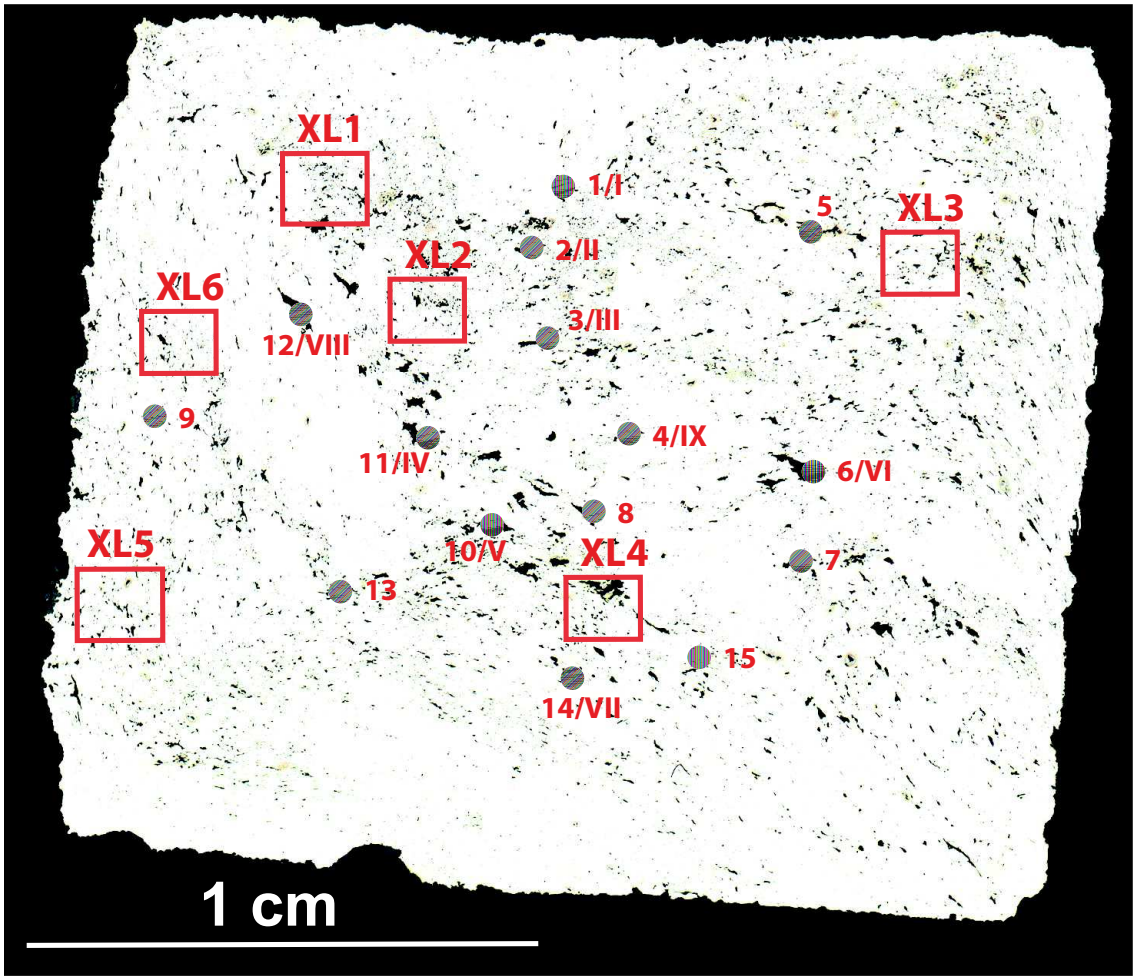
4

5

6

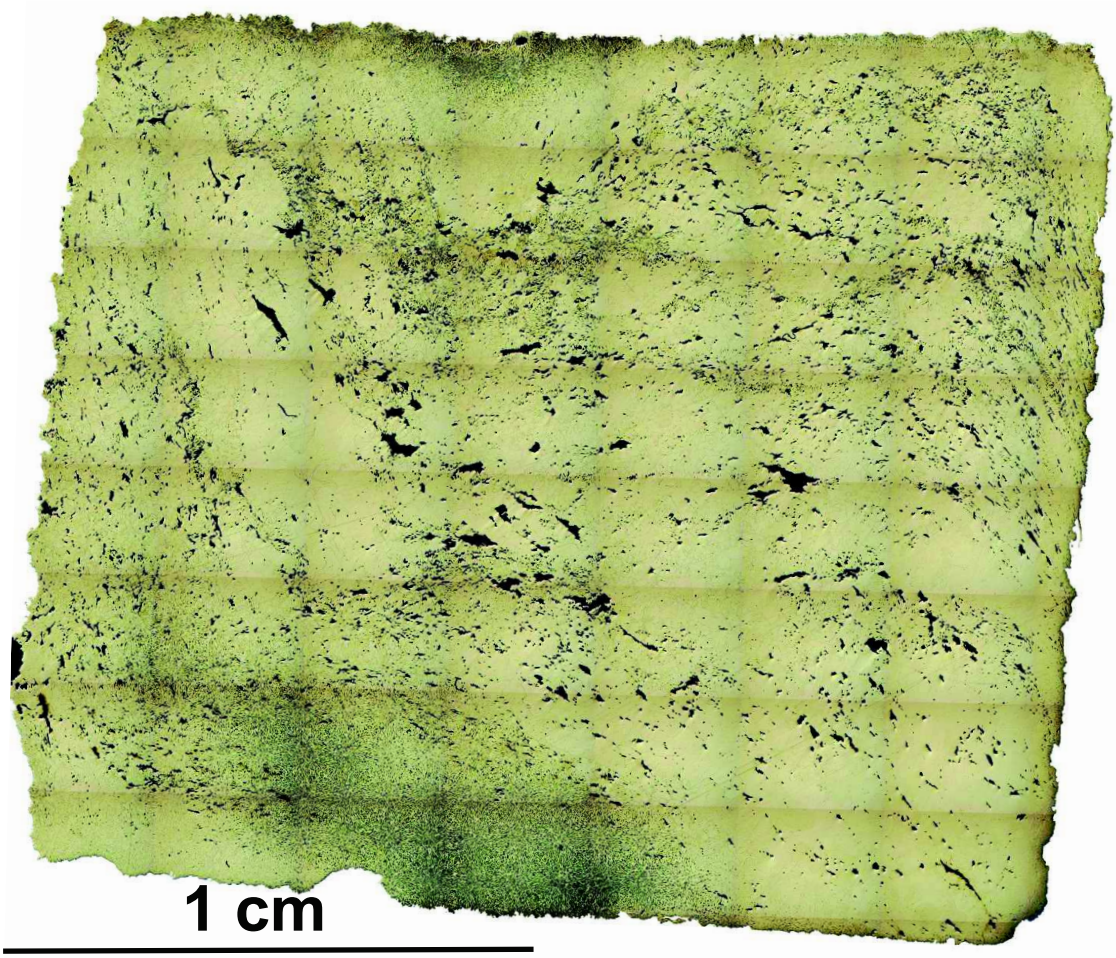
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT54CE

Catégorie : Objet

Masse : 1205 g
Longueur : 270 mm
Largeur : 22 mm
Epaisseur : 17 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,3 %

Pourcentage moyen de carbone : 0.047 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section carrée, avec des arêtes anguleuses et des surfaces régulières. Les tenons comportent chacun deux crans sur leur face externe.

Structure du métal :

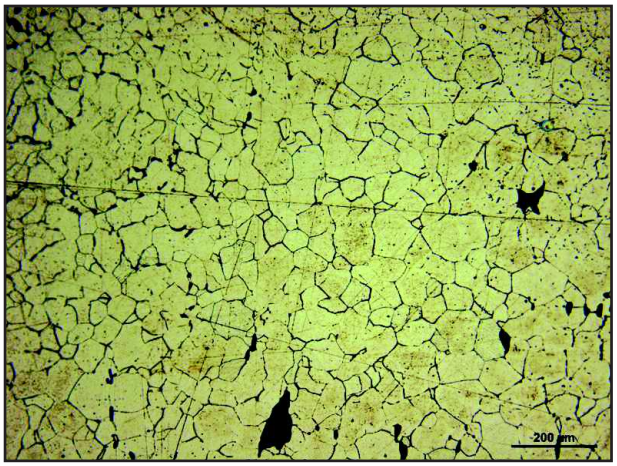
Le métal est compact. Il ne présente pas de fissures. La structure du métal est majoritairement ferritique (Cliché **1**). Les grains, équiaxes, sont de taille variable. Les plus grands grains présentent des dimensions de plusieurs centaines de microns. Environ un quart de la surface de la section présente une structure ferrito-perlitique , dont la teneur en carbone varie entre 0,1 et 0,4 % C (**2**).

Inclusions :

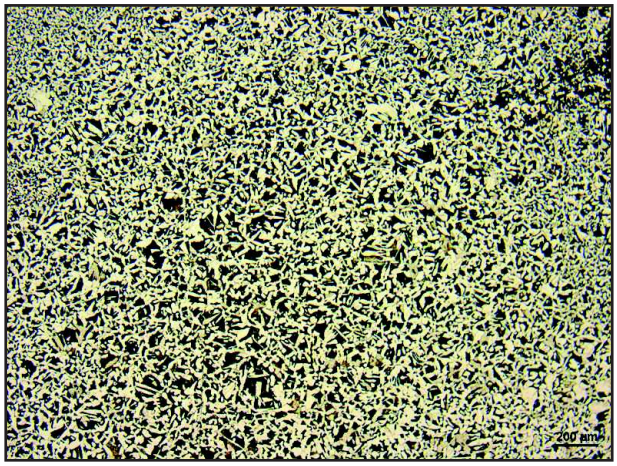
La propreté inclusionnaire du métal est bonne. Les inclusions sont de dimensions petites à moyennes. Seule une vingtaine d'inclusions situées dans un des angles de la section sont de taille plus importante. Les inclusions sont majoritairement situées dans les zones ferritiques.
Deux faciès pétrographiaques dominent. Le premier se caractérise par une matrice amorphe. Ces inclusions sont majoritairement situées dans les zones ferrito-perlitiques (**3**). Le second s'en distingue par une matrice finement cristallisée au sein de laquelle se développe de la wüstite sous forme de globules (**4** et **5**). Quelques inclusions présentent également de la fayalite cristallisée en lattes (**6**).

Conclusion partielle :

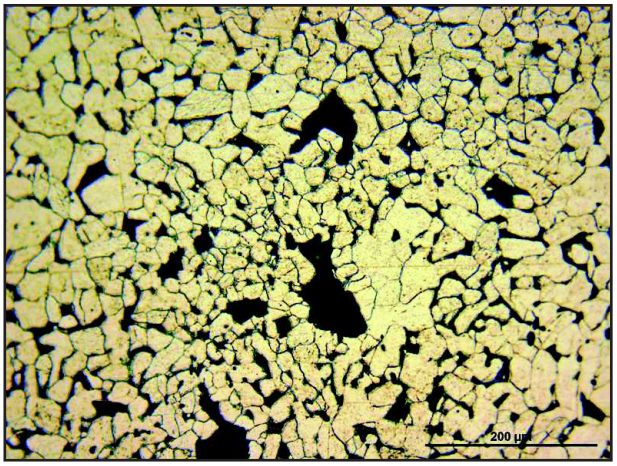
Le crampon est disposé sur la face latérale d'un linteau (sud-ouest) formant l'octogone de la voûte de la salle des cloches.



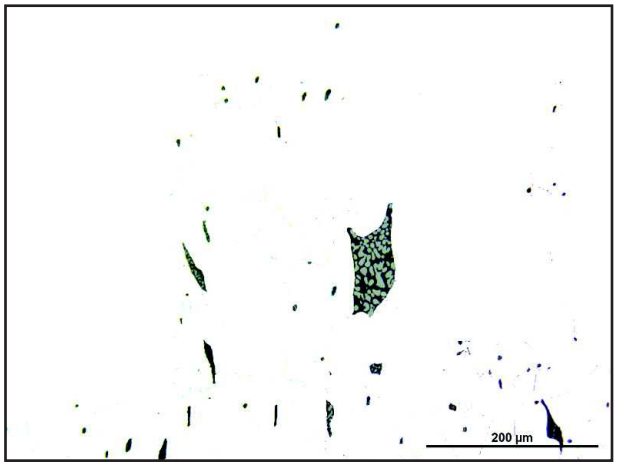
1



2

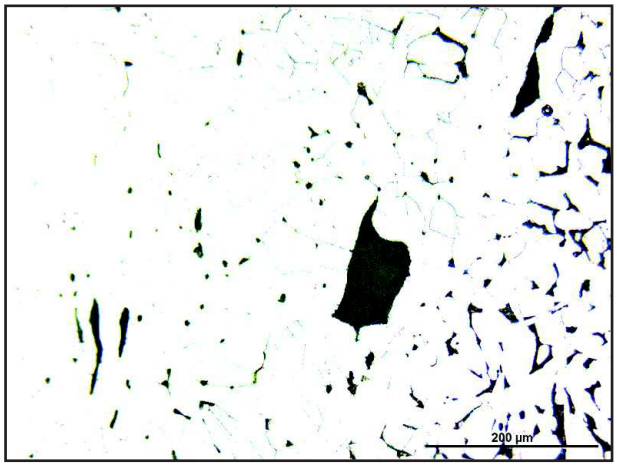


3



4

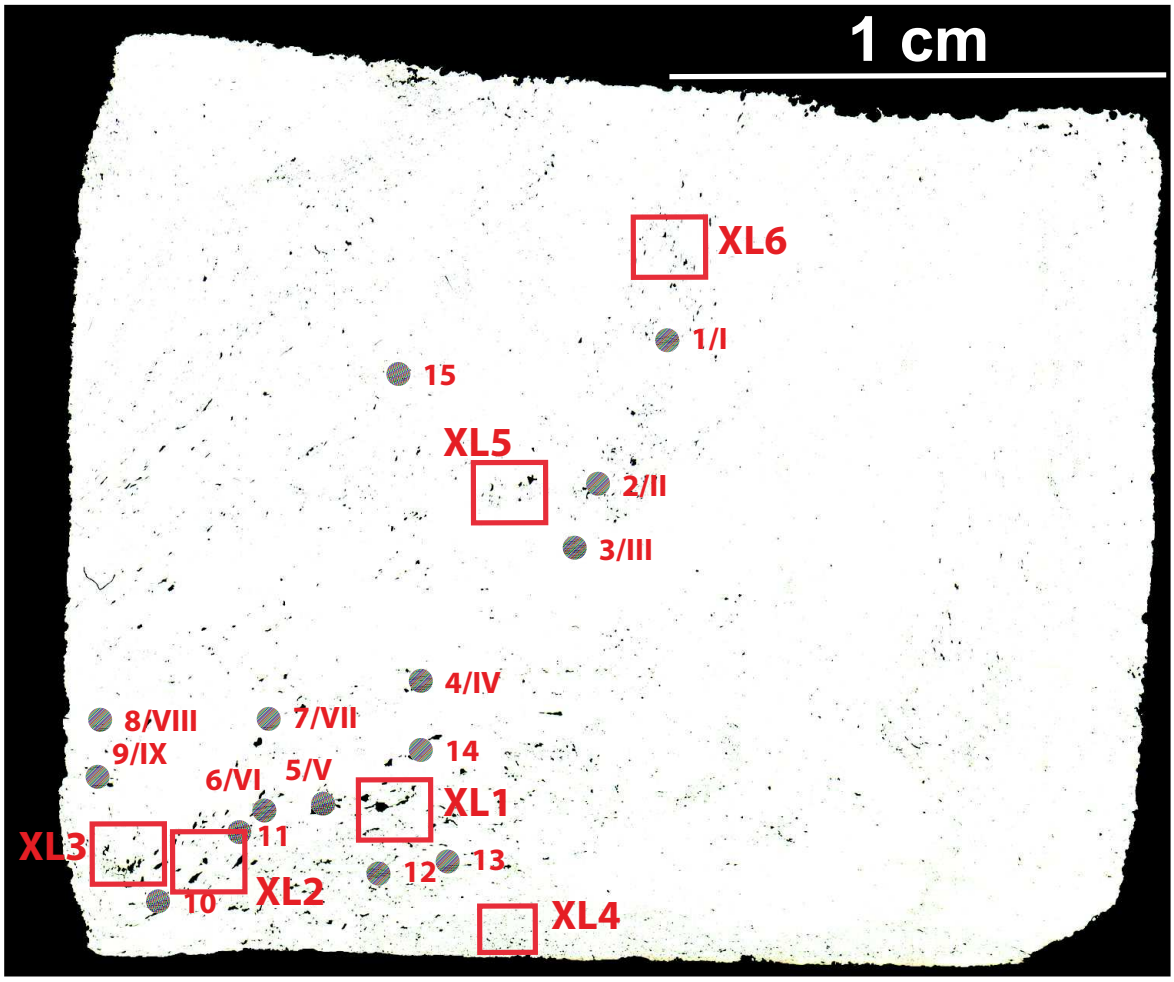
5



6

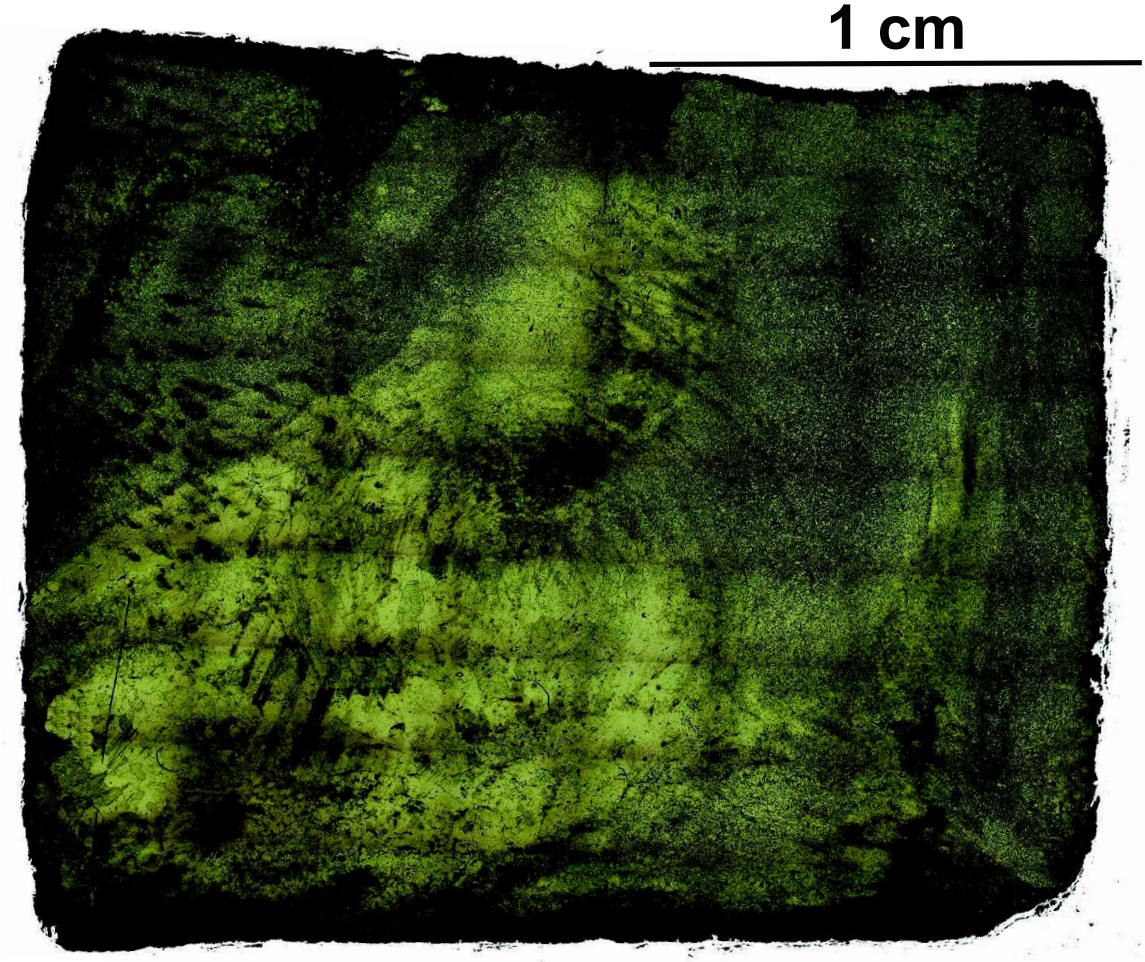
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT54S

Catégorie : Objet

Masse : 1460 g
Longueur : 310 mm
Largeur : 27 mm
Epaisseur : 25 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 2,4 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,068 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section carrée, avec des arêtes anguleuses et des surfaces régulières.

Structure du métal :

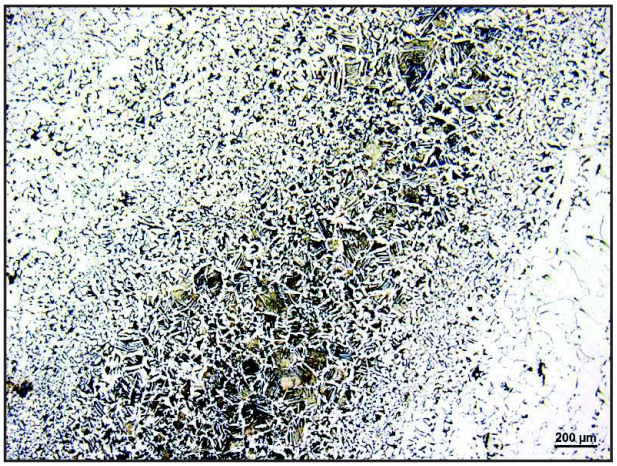
Le métal est compact. Il ne comporte pas de fissures. Le métal est très majoritairement ferritique. Les grains équiaxes, présentent des dimensions homogènes. Plusieurs plages carburées sont visibles, réparties sur l'ensemble de la section. La plupart sont allongées (Cliché **1**). Deux d'entre elles présentent une carburation allant jusqu'à l'eutectoïde. Les bordures de ces plages carburées sont localement soulignées par des inclusions contenant une forte proportion de wüstite (**2**).

Inclusions :

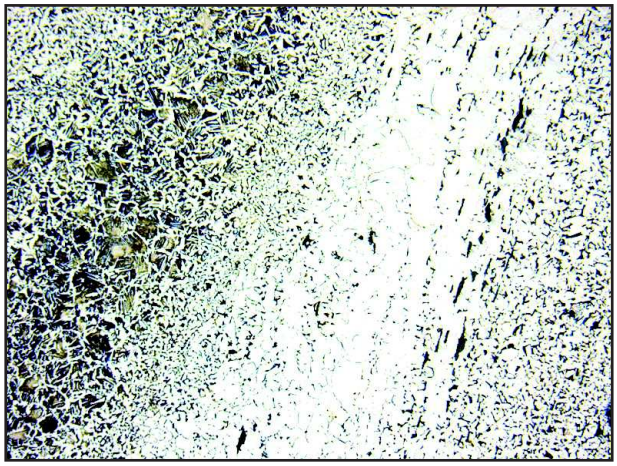
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne. Elles se répartissent de manière homogène sur l'ensemble de la section, majoritairement au sein des structures ferritiques. Les inclusions présentant les plus grandes dimensions sont majoritairement de forme trapue. D'autres inclusions sont fines et allognées, et forment des alignements, soulignant la déformation du métal.
Deux faciès minéralogiques dominent. Le premier se caractérise par une matrice amorphe (**3**). Le second s'en distingue par une matrice finement cristallisée, au sein de laquelle se développe de la wüstite sous forme de globules (**4**).

Conclusion partielle :

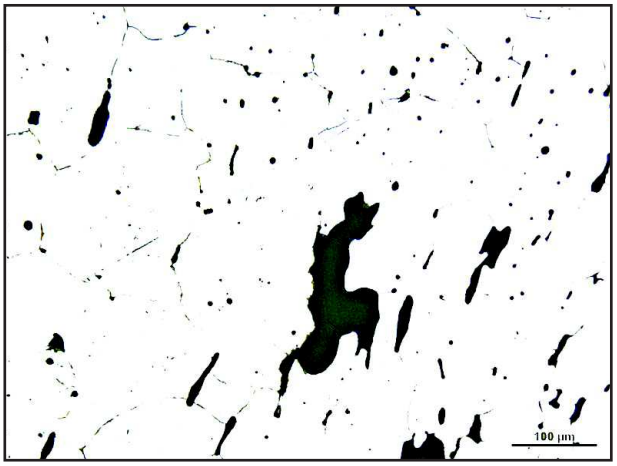
Le crampon est disposé sur l'intrados de la voûte formant la branche sud-est de la voûte de la salle des cloches.



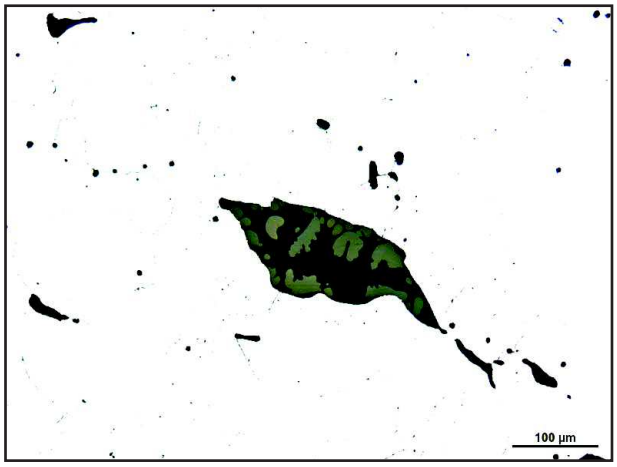
1



2



3



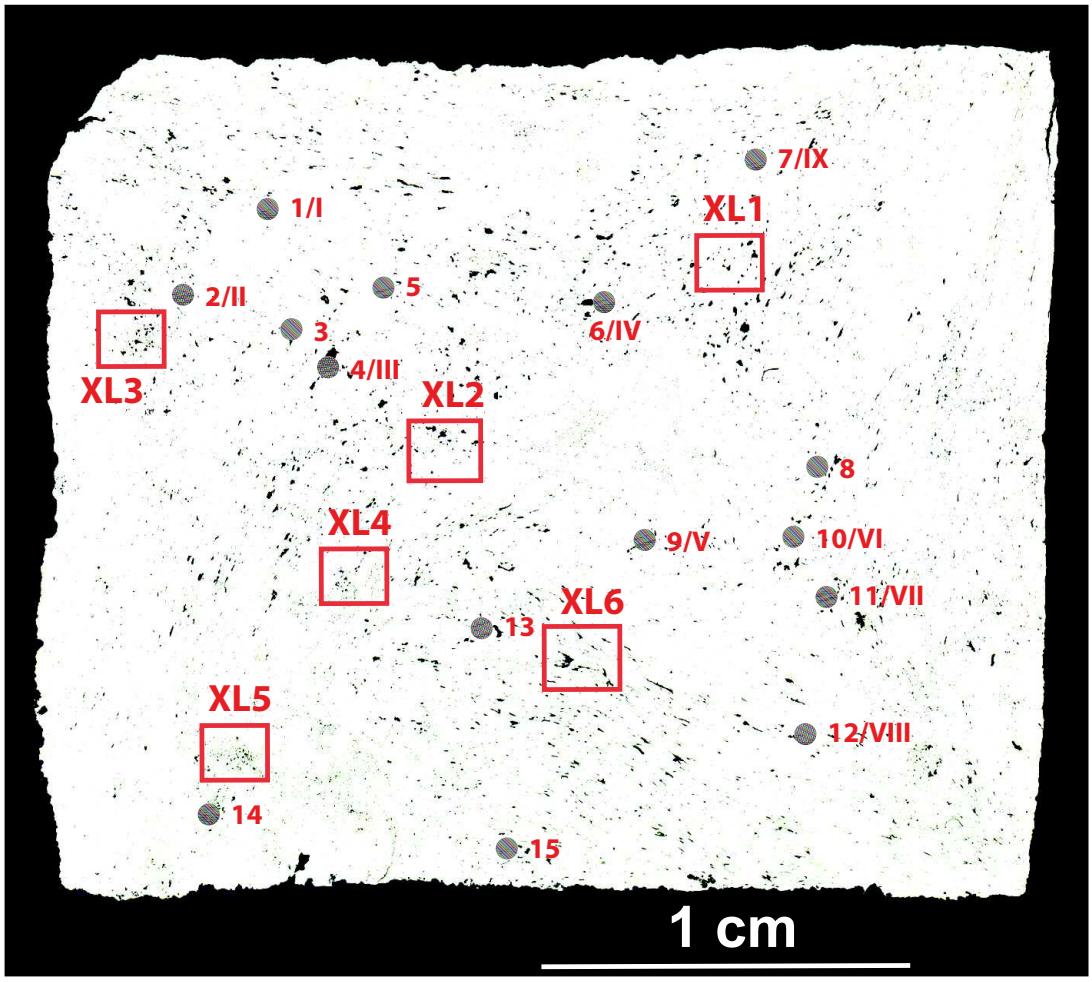
4

5

6

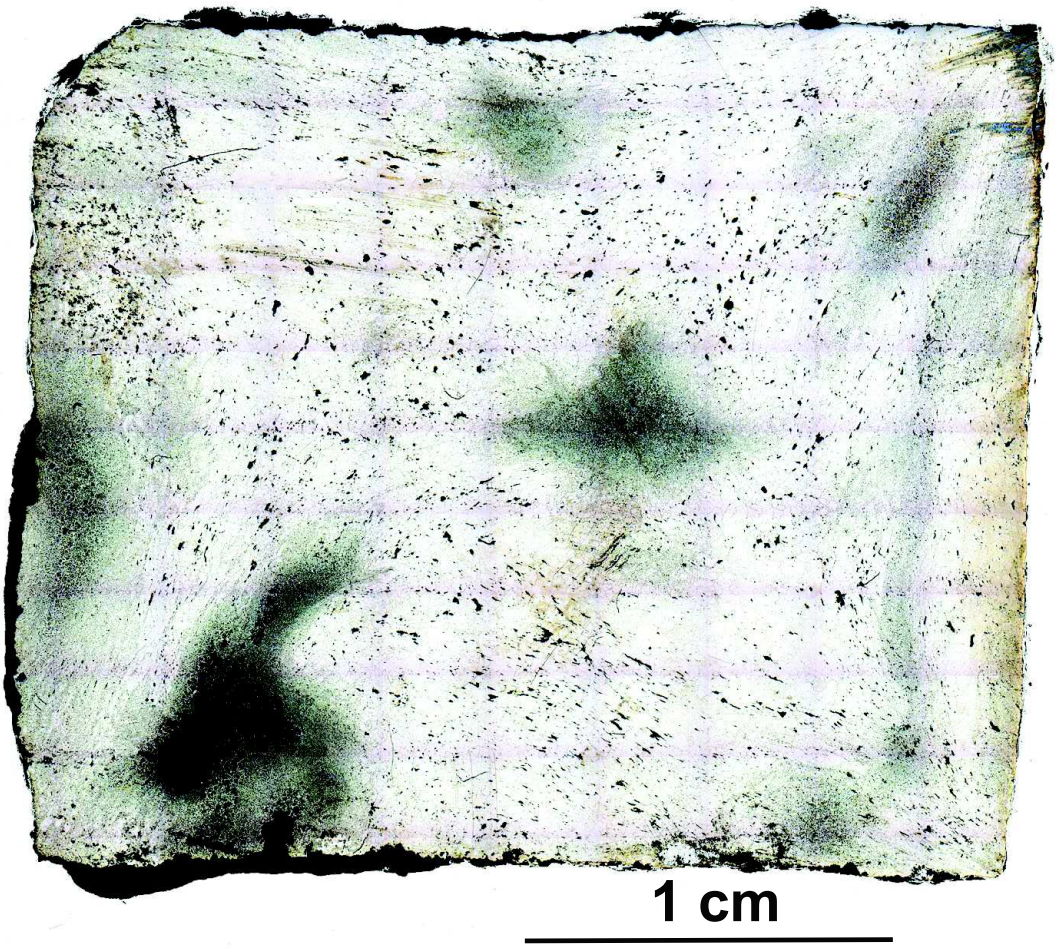
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT54E14

Catégorie : Objet

Masse : 1600 g
Longueur : 435 mm
Largeur : 35 mm
Epaisseur : 14 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,5 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,095 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section rectangulaire, avec des arêtes arrondies et des surfaces régulières. Les tenons présentent deux crans à la fois sur leur faces internes et externes. L'une des extrémités n'est pas recourbées pour former un tenon.

Structure du métal :

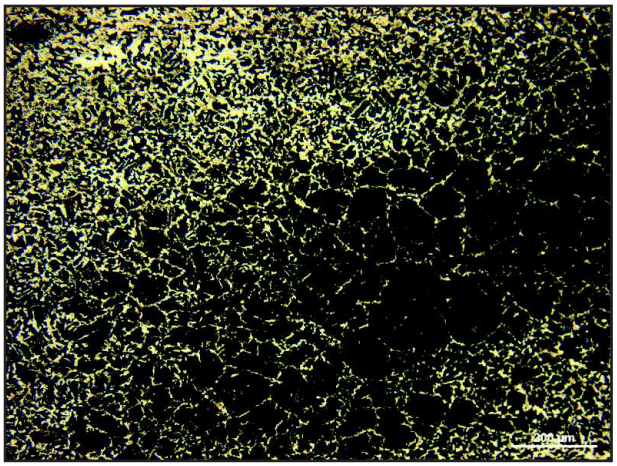
Le métal est compact, et comporte quelques fissures orientées vers le centre de la section. La structure est majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions homogènes. Plusieurs plages fortement carburées, jusqu'à l'eutectoïde, sont visibles (Cliché **1**). Elles se répartissent surtout en périphérie de la section. Les structures soulignent le travail de déformation du métal. Il semble avoir été replié sur lui-même, selon un schéma en «S». La plage carburée la plus importante est par ailleurs soulignée par la fissure la plus importante.

Inclusions :

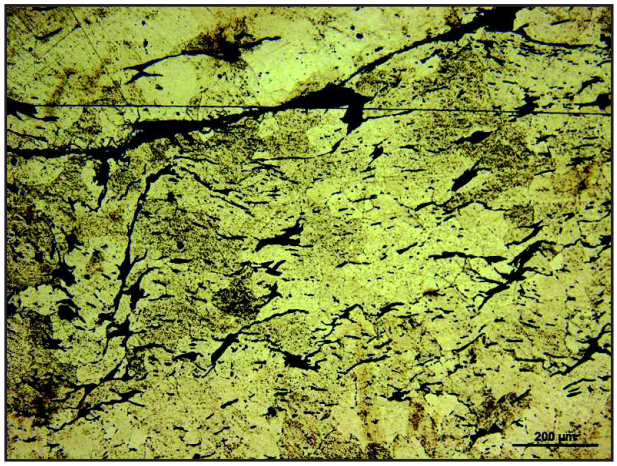
La propreté inclusionnaire du métal est relativement bonne. Les inclusions sont majoritairement fines et allongées (**2**). Certaines conservent toutefois une forme trapue. Elles forment des alignement soulignant la déformation du métal. Les inclusions les plus fines sont localisées au centre de la section.
Un seul faciès minéralogique est observable. Il se caractérise par une matrice finement cristallisée (**5**). Au sein de cette dernière peuvent se développer de fines lattes de fayalite, ainsi que des globules de wüstite (**3** et **4**).

Conclusion partielle :

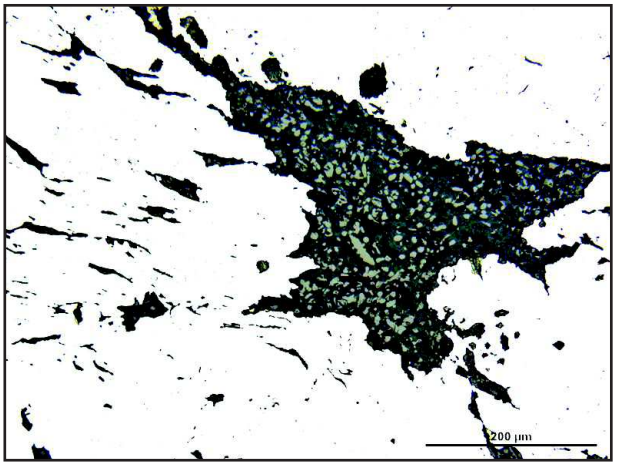
Le crampon est disposé sur le massif de flanquement nord-est de la tour.



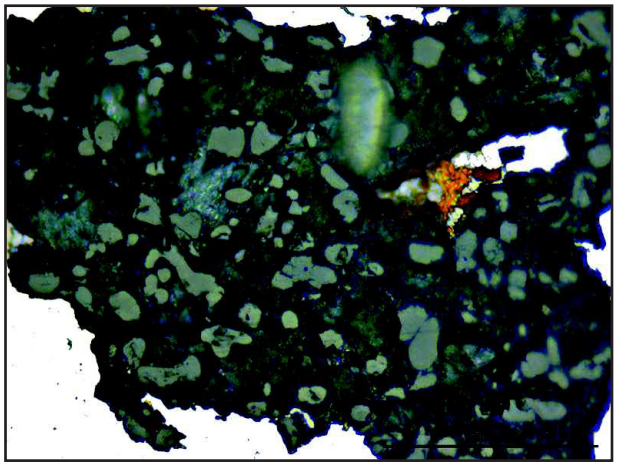
1



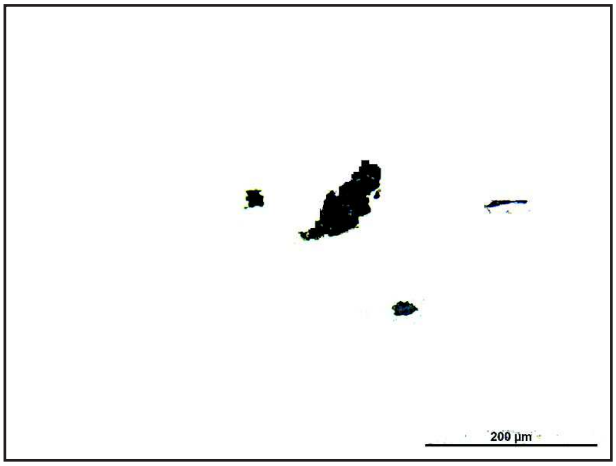
2



3



4

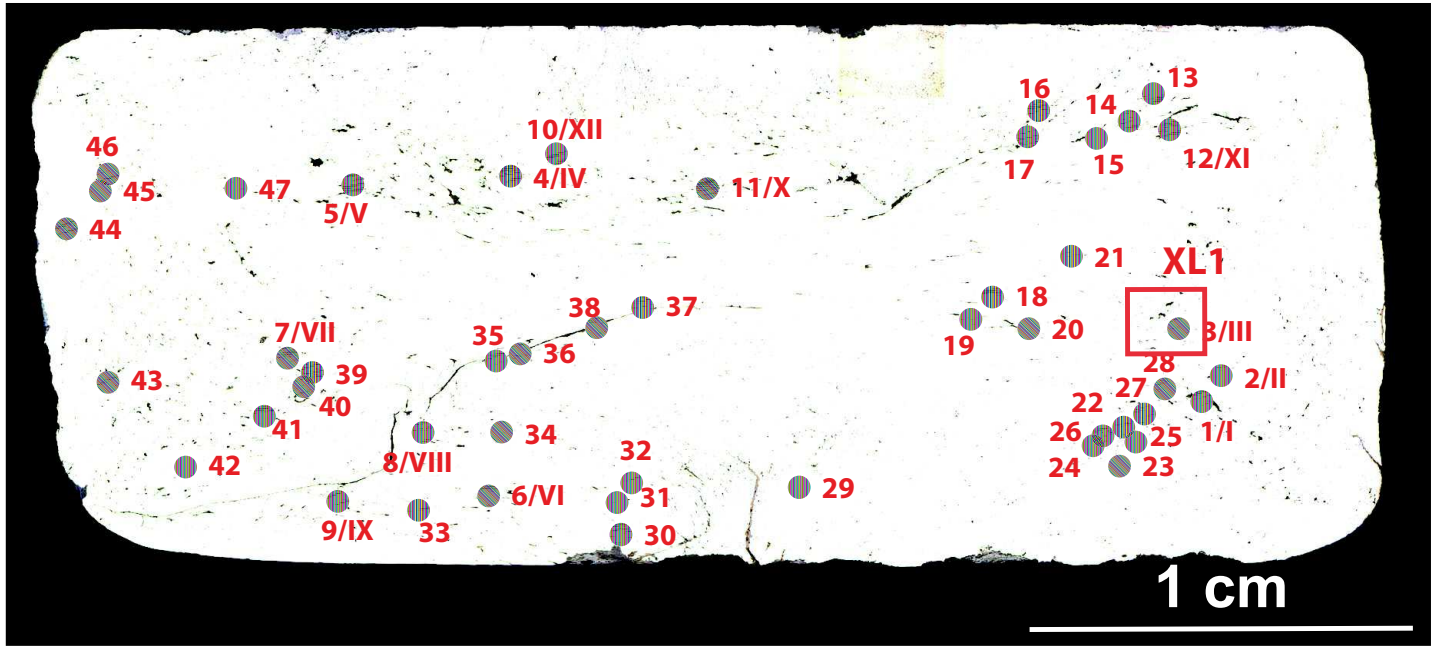


5

6

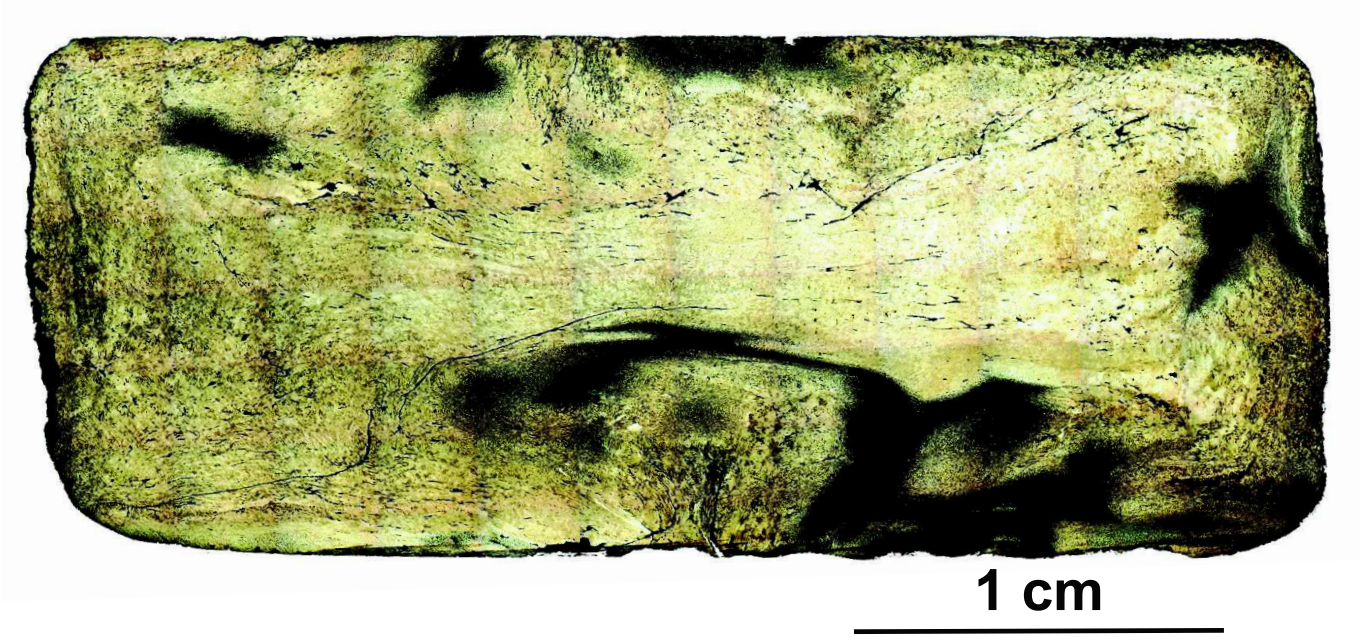
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT54E16

Catégorie : Objet

Masse : 1870 g
Longueur : 470 mm
Largeur : 26 mm
Epaisseur : 23 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 2,5 %

Pourcentage moyen de carbone : 0.064 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section carrée, avec des arêtes arrondies et des surfaces irrrégulières. Le tenon présente deux crans à la fois sur ses faces interne et externe. L'une des extrémités n'est pas recourbées pour former un tenon.

Structure du métal :

Le métal est compact. Il ne comporte aucune fissure. Quelques porosités aux formes irrégulières et aux contours arrondies sont observables. La structure est majoritairement ferritiques. Trois plages ferrito-perlitiques sont observables (Cliché **1**). Une ligne de soudure traverse la section. Elle est encadrée par une zone ferrito-perlitique à 0,3 % C (**2**).

Inclusions :

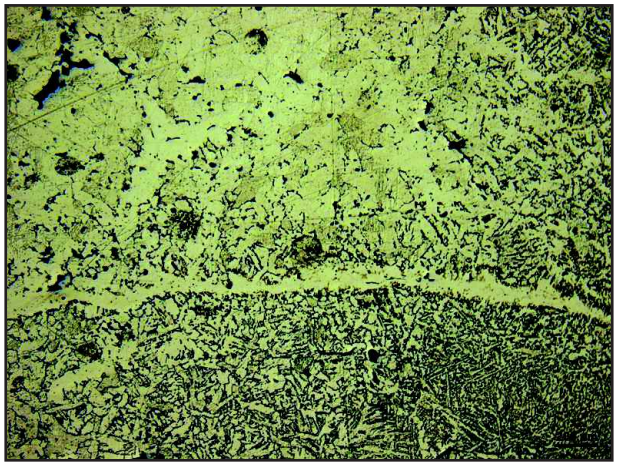
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne. Les inclusions sont réparties de manière hétérogène sur la section. Au-dessus de la ligne de soudure, les inclusions apparaissent plus fines, allongées et sont orientées, formant des alignements. De l'autre côté de la ligne, les inclusions sont plus trapues et ne sont pas orientées.
Dans cette partie, certaines inclusions, situées dans les zones carburées, présentent un faciès vitreux (**3**). D'autres sont constituées d'une matrice finement cristallisée au sein de laquelle se développent des dendrites de wüstite (**4**). Certaines enfin présentent une matrice cristallisée en lattes (fayalite), dans laquelle de la wüstite est visible sous forme de globules ou de dendrites (**5**).

Conclusion partielle :

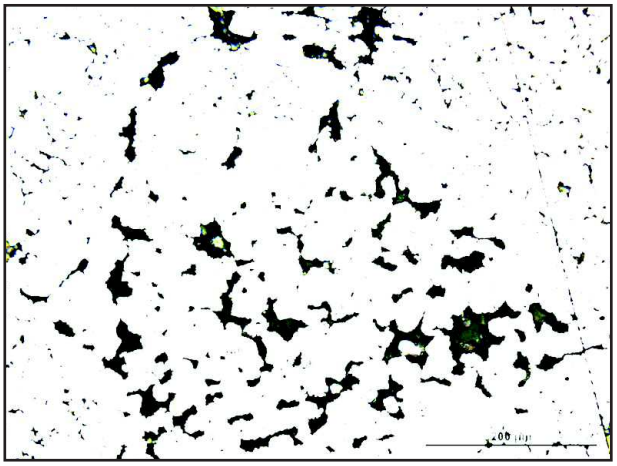
Le crampon est disposé sur le massif de flanquement nord-est de la tour.

200 µm

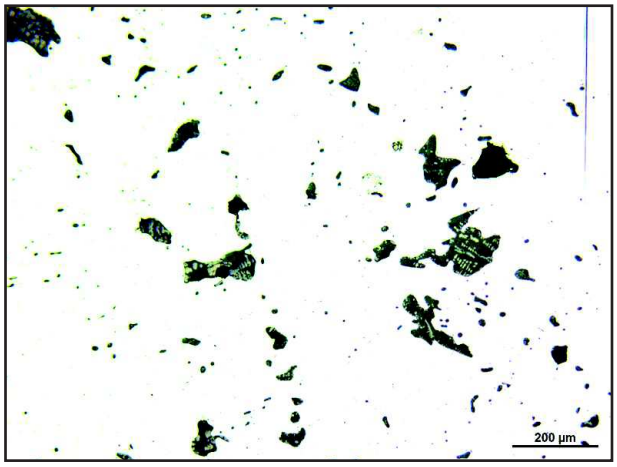
1



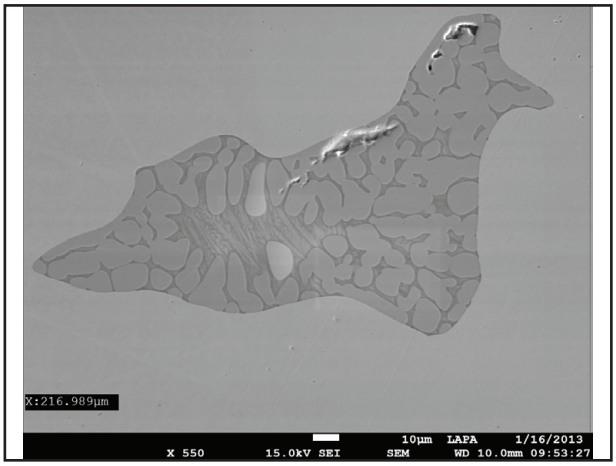
2



3


200 µm

4

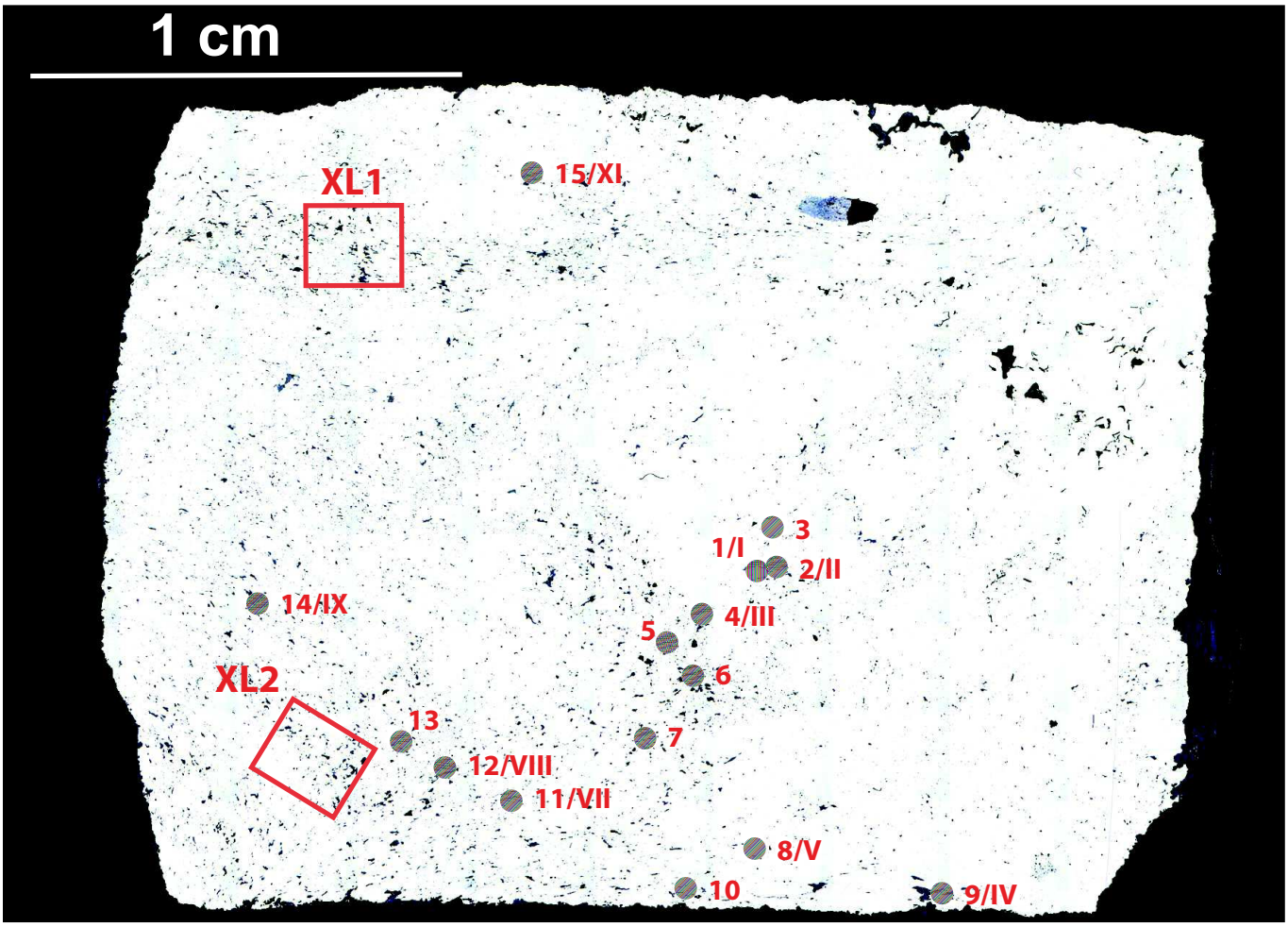

X:216.989µm
10µm LAPA 1/16/2013
X 550 15.0kV SEI SEM WD 10.0mm 09:53:27

5

6

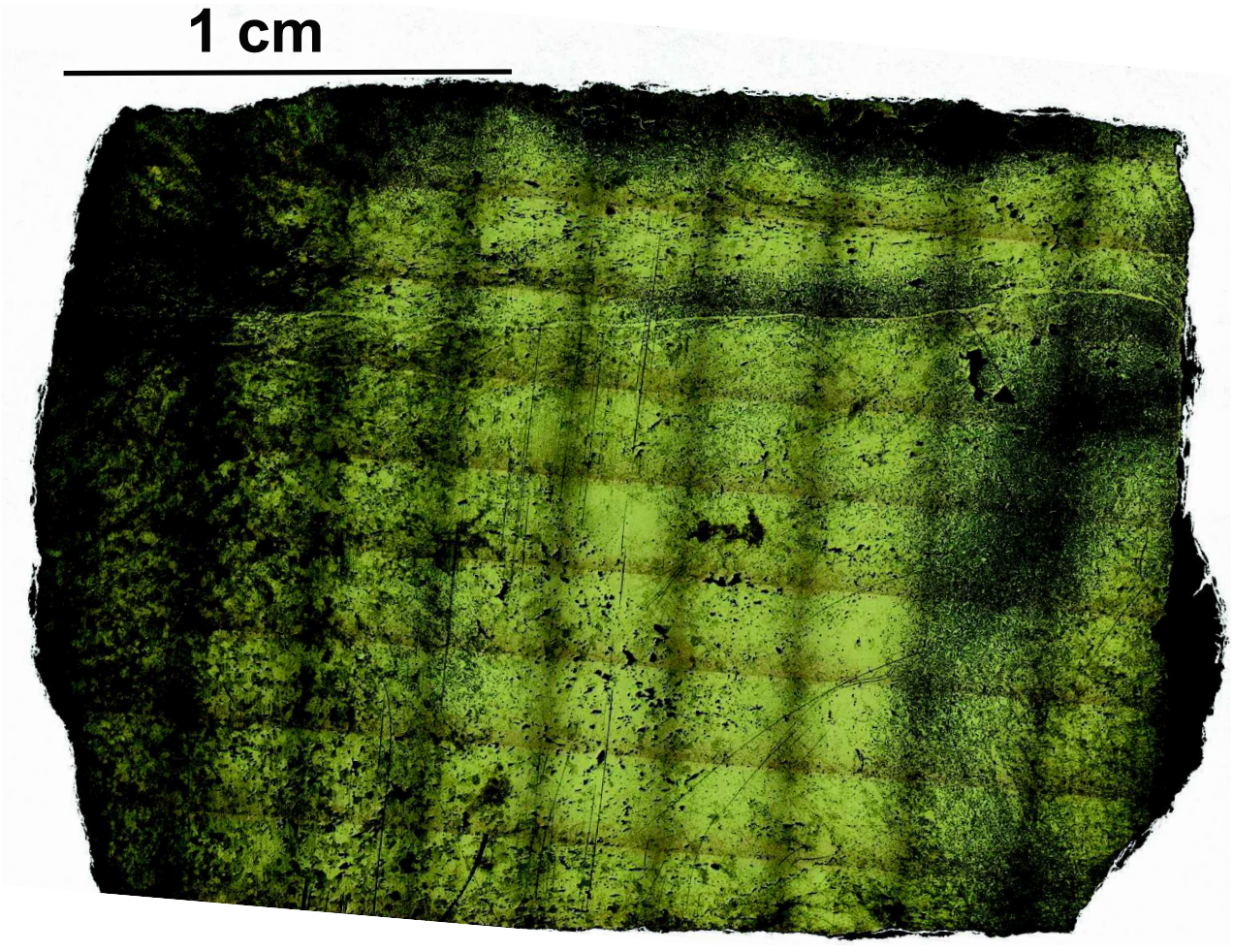
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT54N18

Catégorie : Objet

Masse : 1140 g
Longueur : 325 mm
Largeur : 30 mm
Epaisseur : 1.2 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 2,2 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,02 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section rectangulaire, avec des arêtes arrondies et des surfaces régulières. Les tenons présentent deux crans à la fois sur leurs faces internes et externes.

Structure du métal :

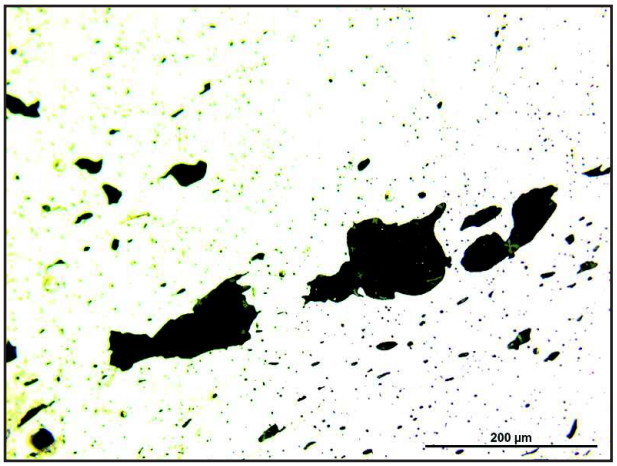
Le métal est compact, et ne comporte pas de fissures ni de porosités. La structure est intégralement ferritique. Les grains, équiaxes présentent des dimensions variables (de quelques dizaines à plus d'une centaine de microns). Les différences de taille de grains mettent en évidence une structure en bandes, soulignée par ailleurs par des alignements d'inclusions. Les bandes ne sont pas parallèles aux grandes surfaces, mais diagonales (Cf. section *infra*).

Inclusions :

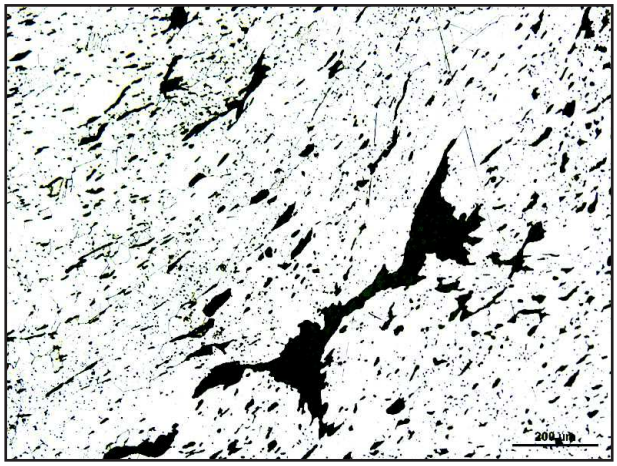
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne. Les tailles et formes des inclusions sont variables. Les inclusions allongées les plus importantes conservent une forme irrégulière, aux contours anguleux. Le métal comporte par ailleurs de très nombreuses inclusions pulvérisées, de forme circulaire présentant un diamètre de quelques microns (**1** à **3**).
Deux faciès minéralogiques dominent. Le premier se caractérise par une matrice fayalitique cristallisée en lattes (**1**). Celle-ci peut comporter des quantités variables de wüstite cristallisée en globules (**2**). Le second s'en distingue par une matrice fayalitique cristallisée en grains équiaxes au sein de laquelle se développent des bâtonnets de couleur gris clair (**3**).

Conclusion partielle :

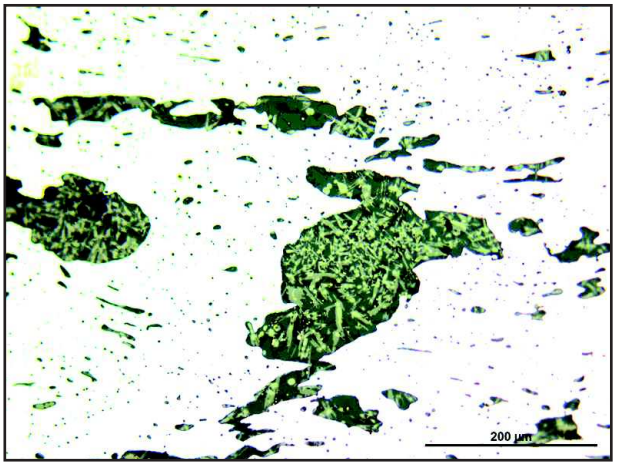
Le crampon est disposé sur le gable de l'abat-son nord de la tour.



1



2



3

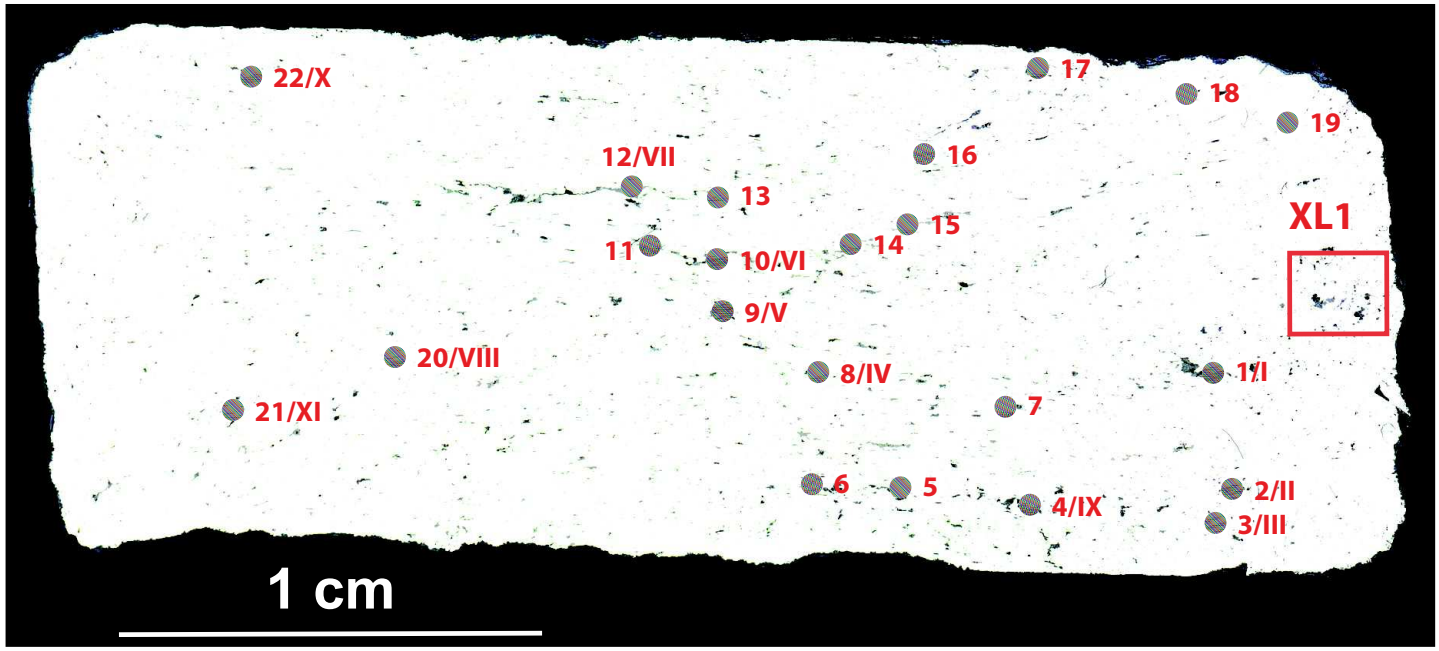
4

5

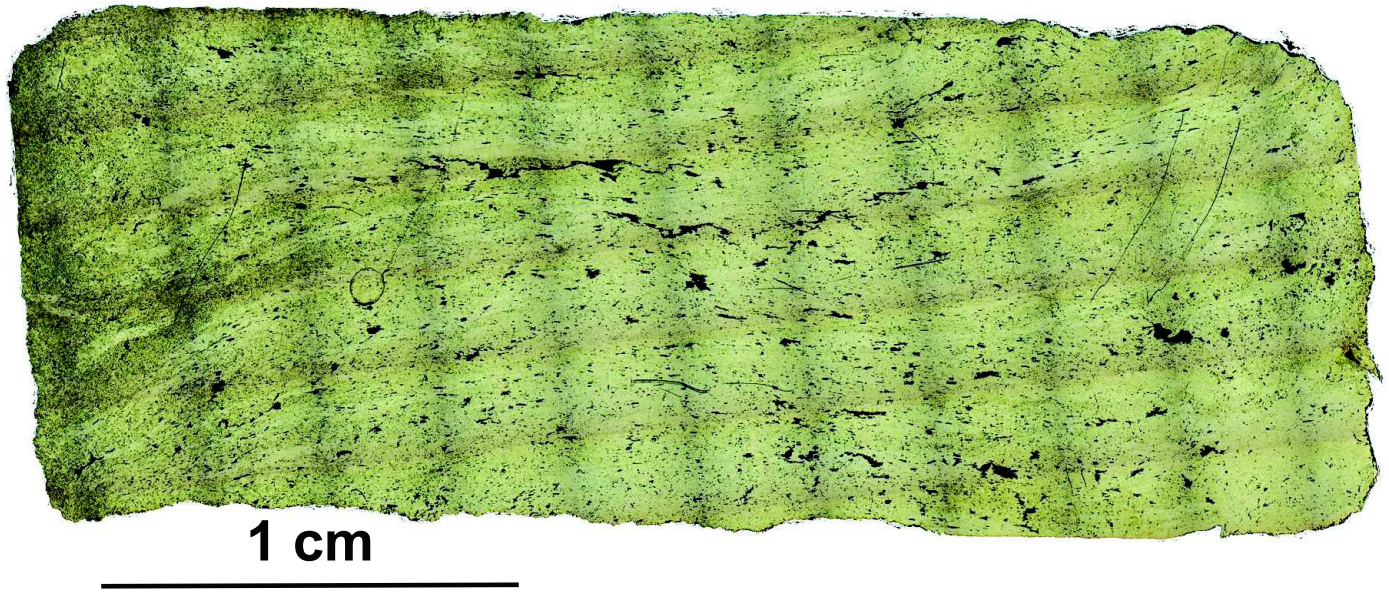
6

7

8



Repérage des analyses chimiques



MUT54N19

Catégorie : Objet

Masse : 1030 g
Longueur : 310 mm
Largeur : 31 mm
Epaisseur : 12 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit final

Propreté inclusionnaire : 3,5 %

Pourcentage moyen de carbone : 0.02 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section rectangulaire, avec des arêtes anguleuses et des surfaces régulières. Les tenons présentent deux crans à la fois sur leurs faces internes et externes.

Structure du métal :

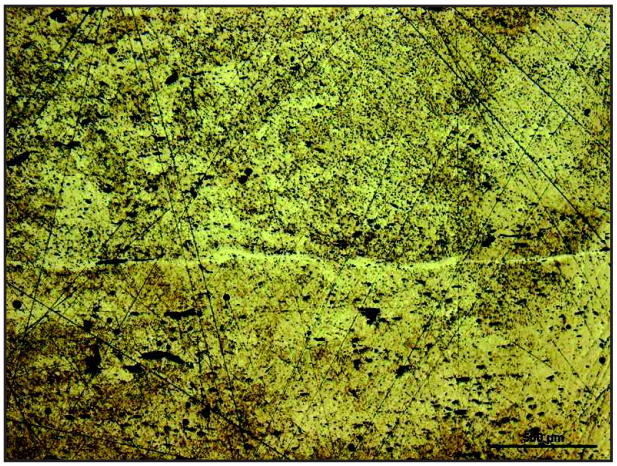
Le métal est compact, et ne comporte ni fissures ni porosités. La structure du métal est intégralement ferritique. Les grains, équiaxes présentent des dimensions variables (de quelques dizaines à plus d'une centaine de microns). Les différences de taille de grains mettent en évidence une structure en bandes. Celles-ci sont parallèles aux deux faces les plus importantes (Cf. section *infra*). Deux lignes de soudure sont par ailleurs visibles à l'interface entre certaines de ces bandes (Clichés **1** et **2**).

Inclusions :

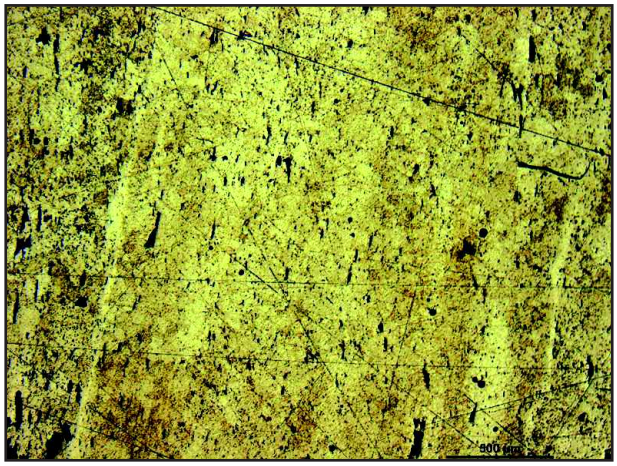
La propreté inclusionnaire du métal est médiocre. Les tailles et formes des inclusions sont variables. Les inclusions allongées les plus importantes conservent une forme irrégulière, aux contours anguleux. Le métal comporte par ailleurs de très nombreuses inclusions de petites dimensions, de forme fine et allongée. Les inclusions présentant les dimensions les plus importantes sont constituées presqu'exclusivement de produits de corrosion à chaud (wüstite/magnétite) (**3**). Hormis ces dernières, les inclusions présentent une matrice à dominante fayalitique, cristallisée en lattes, et comportant de la wüstite sous forme de globules ainsi que des cristaux en bâtonnets (**4** à **6**).

Conclusion partielle :

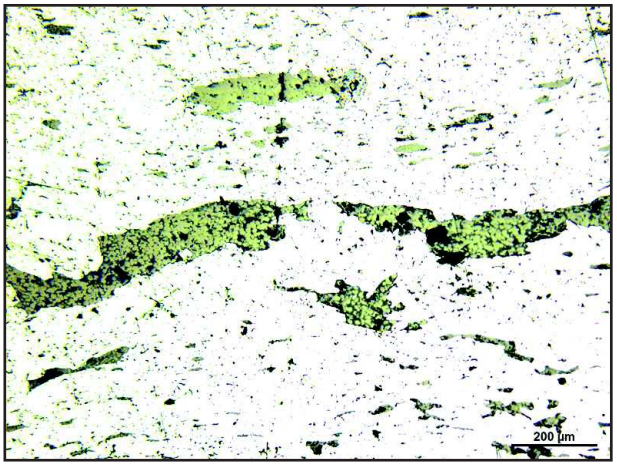
Le crampon est disposé sur le gable de l'abat-son nord de la tour.



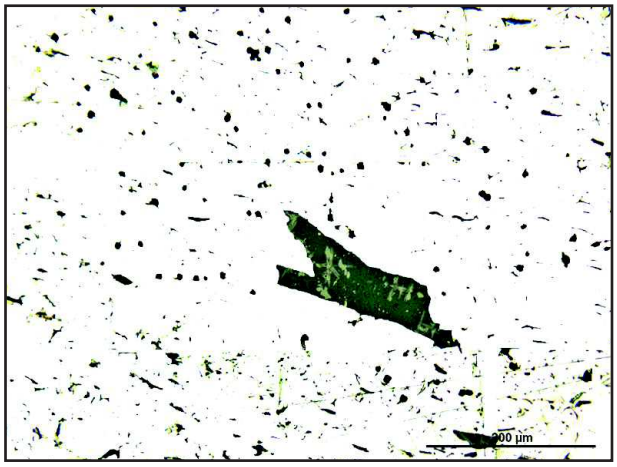
1



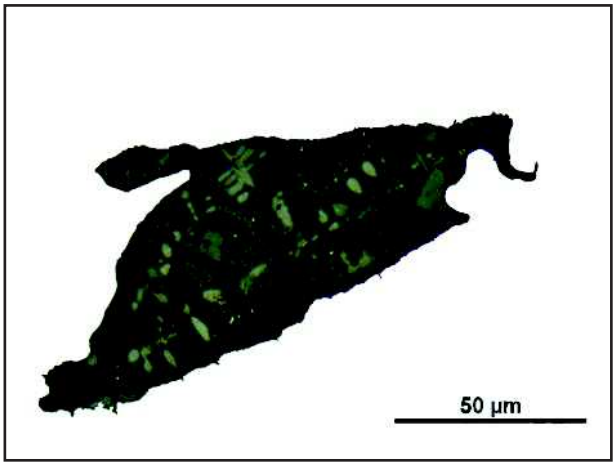
2


200 µm

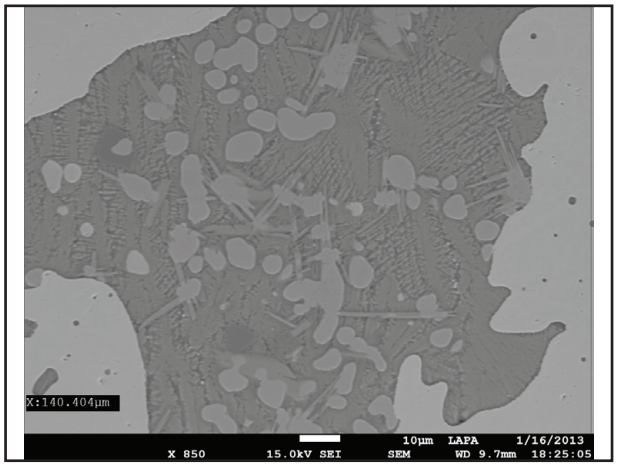
3


200 µm

4


50 µm

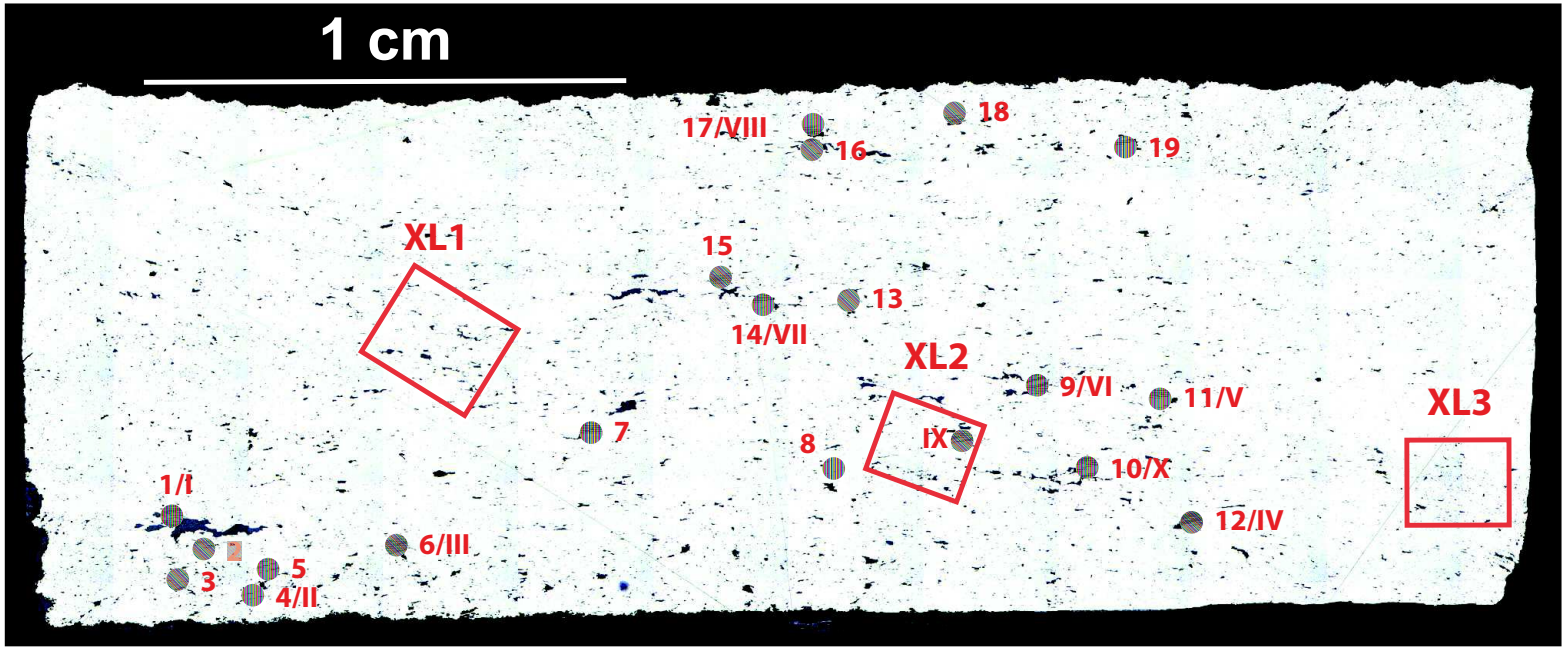
5


X:140.404µm
X 850 15.0kV SEI 10µm LAPA SEM 1/16/2013 WD 9.7mm 18:25:05

6

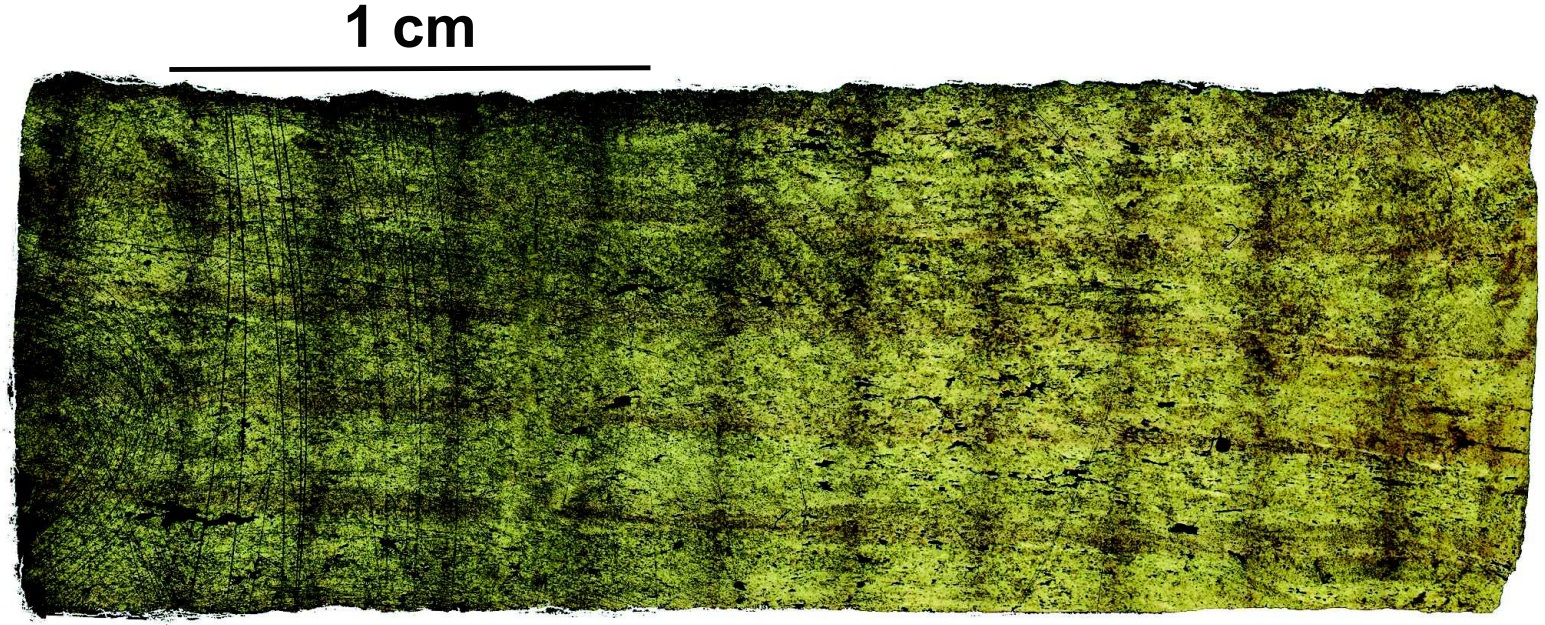
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT54N21

Catégorie : Objet

Masse : 1220 g
Longueur : 400 mm
Largeur : 27 mm
Epaisseur : 12 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 4,2 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,032 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section trapézoïdale, avec des arêtes anguleuses et des surfaces irrégulières. Les tenons présentent deux crans à la fois sur leurs faces internes et externes.

Structure du métal :

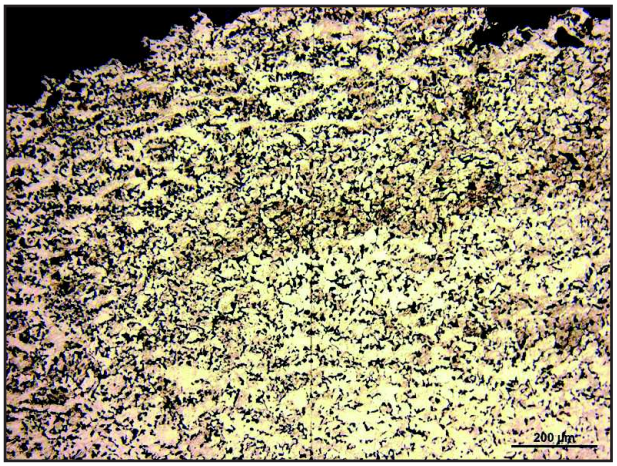
Le métal est compact, et ne comporte ni porosités ni fissures. La structure est très majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes présentent des dimensions variables (de quelques dizaines à plus d'une centaine de microns). Les différences de taille de grains mettent en évidence une structure en bandes, par ailleurs soulignée par des alignements d'inclusions. Les bandes convergent vers l'une des arêtes. Le métal sous-jacent aux deux grandes surfaces présente des plages ferrito-perlitiques (0,1-0,2 % C) (Cliché **1**).

Inclusions :

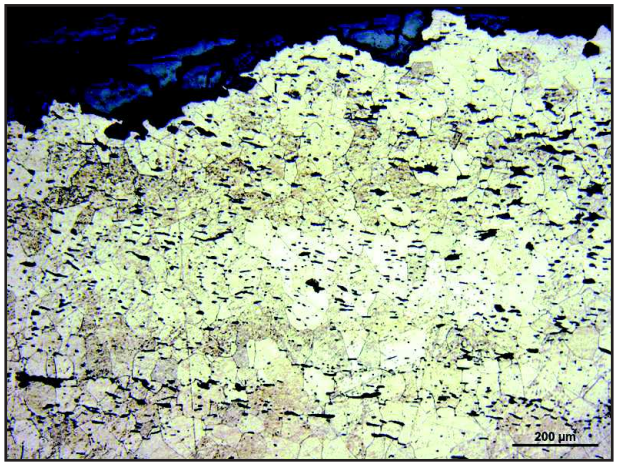
La propreté inclusionnaire du métal est médiocre. Les tailles et formes d'inclusions sont variables. Les plus importantes présentent une forme irrégulière, ramifiée ou à appendices. De nombreuses inclusions pulvérisées, circulaires et de petite taille, sont observables sur la section (**2**).
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice constituée de lattes et de pavés d'olivines (calciques ou fayalite), se développant au sein d'une cristallisation fine. De la wüstite est observable sous forme de dendrites ou de globules (**3** et **4**). Certaines inclusions sont exemptes de wüstite (**5**).

Conclusion partielle :

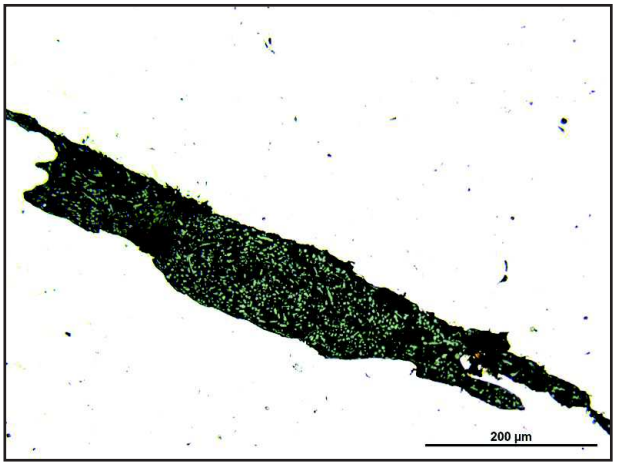
Le crampon est disposé sur le gable de l'abat-son nord de la tour.



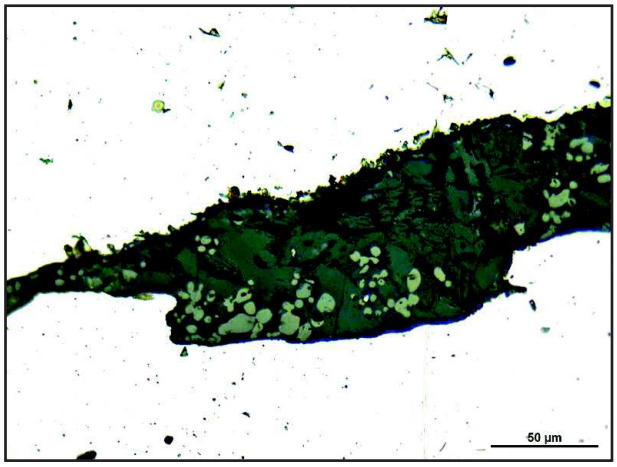
1



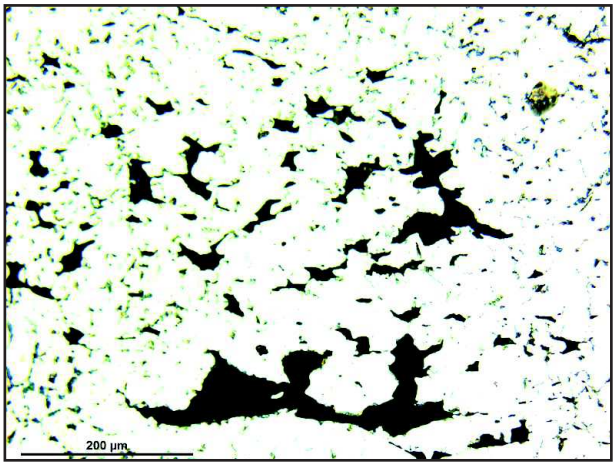
2



3



4

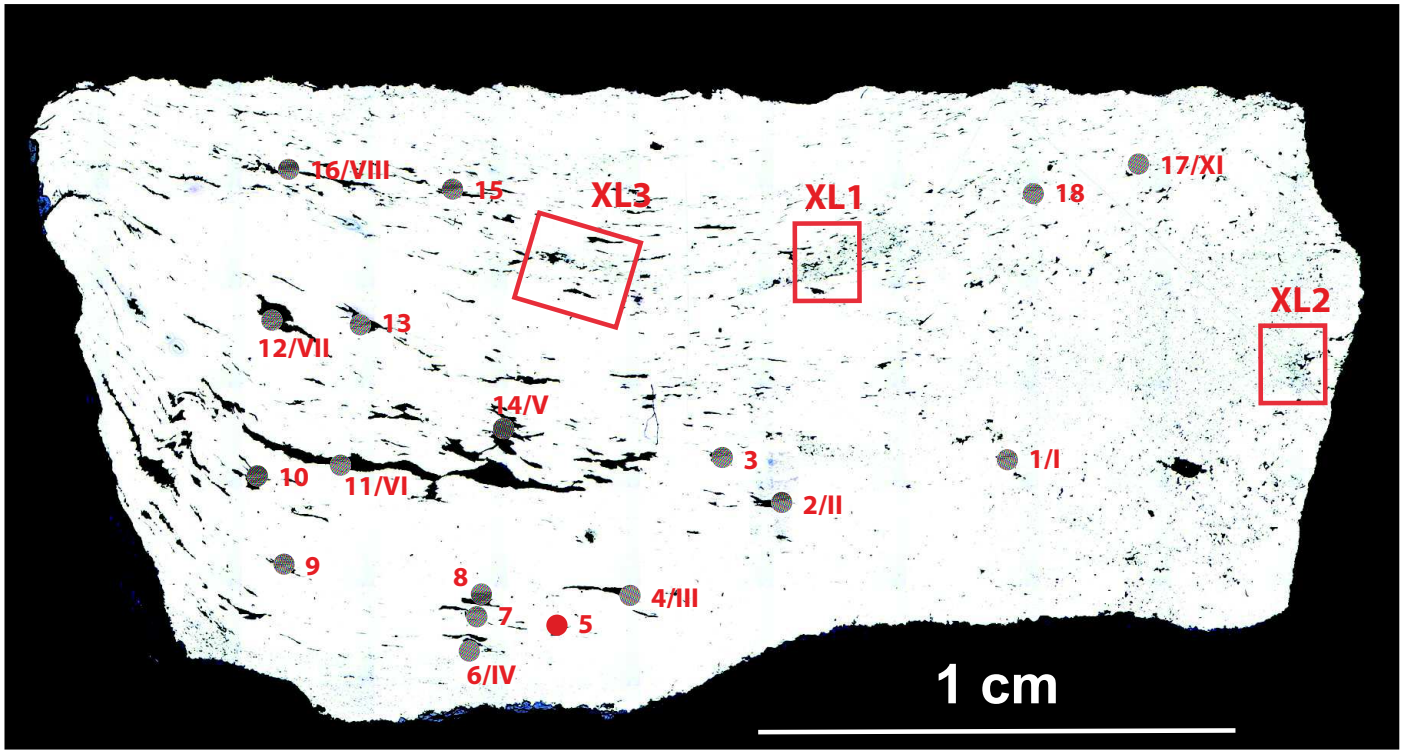


5

6

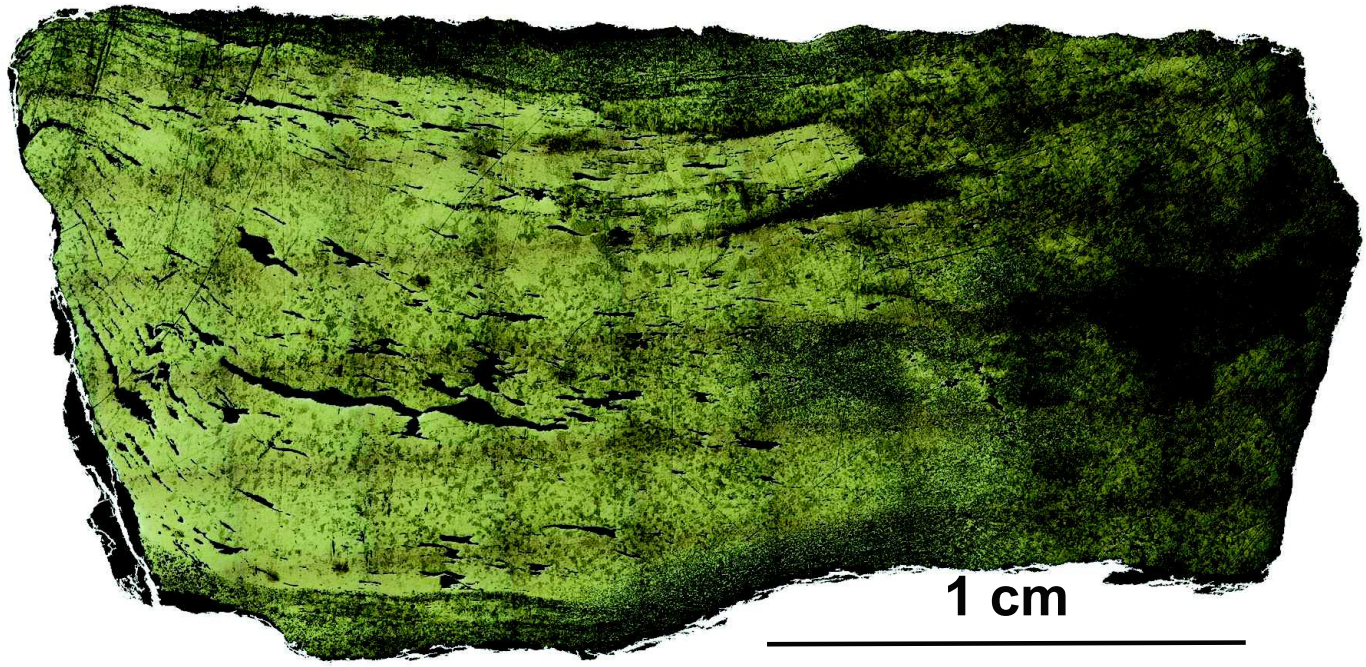
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT54N22

Catégorie : Objet

Masse : 1590 g
Longueur : 310 mm
Largeur : 30 mm
Epaisseur : 15 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 4,8%

Pourcentage moyen de carbone : 0,02 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section rectangulaire, avec des arêtes anguleuses et des surfaces irrégulières. Les tenons ont été torsadés.

Structure du métal :

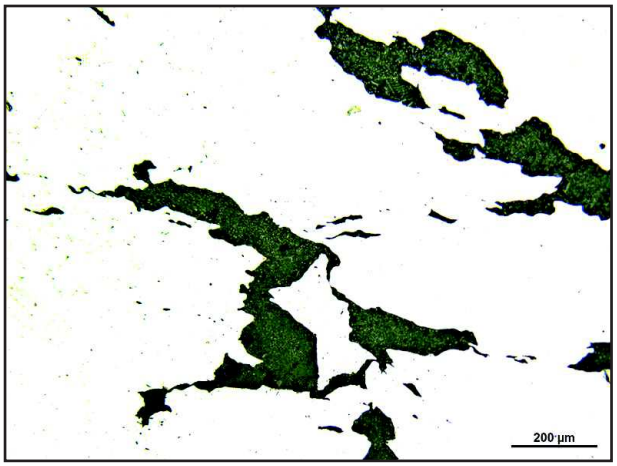
Le métal est compact, et ne comporte ni fissures ni porosités. La structure est exclusivement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions variables. Les plus gros grains présentent des dimensions millimétriques. Aucune structure en bandes n'est observable.

Inclusions :

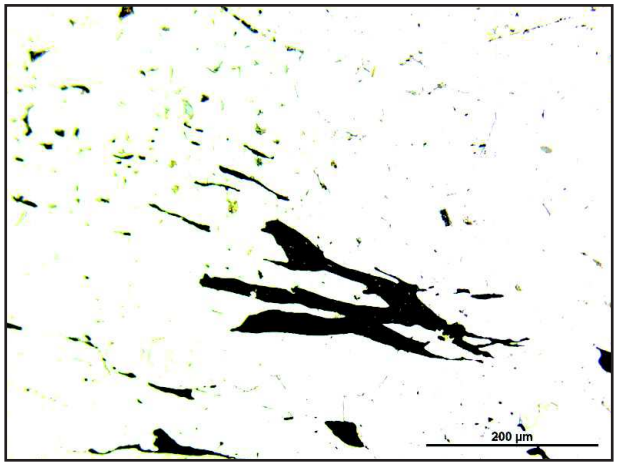
La propreté inclusionnaire du métal est mauvaise. Les inclusions présentent des formes et des dimensions variées. Les plus importantes sont de dimensions millimétriques. Elles montrent par ailleurs une forme irrégulière, plutôt trapue, avec appendices (Cliché **1**). Les petites inclusions présentent soit une forme irrégulière, ramifiée ou avec appendices (**2**), soit une morphologie fine et allongée. Elles ne semblent pas former d'alignements.
Deux faciès minéralogiques dominent. Le premier se caractérise par une matrice amorphe au sein de laquelle se développent de petits cristaux indéterminés (**3**). Le second s'en distingue par une matrice constituée de fines lattes de fayalite au sein de laquelle se développe de la wüstite sous forme de dendrites ou de globules (**4** et **5**). Plus rarement, des cristaux anguleux (hercynite) (**1**) et des cristaux sombre en grain de riz (**6**) sont visibles.

Conclusion partielle :

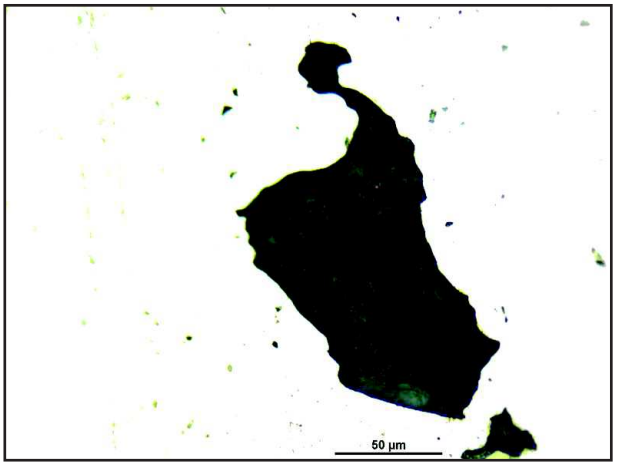
Le crampon est disposé sur le gable de l'abat-son nord de la tour. Le dispositif de fixation de cet individu le distingue des autres renforts métalliques disposés au sein de cet ensemble.


200 µm

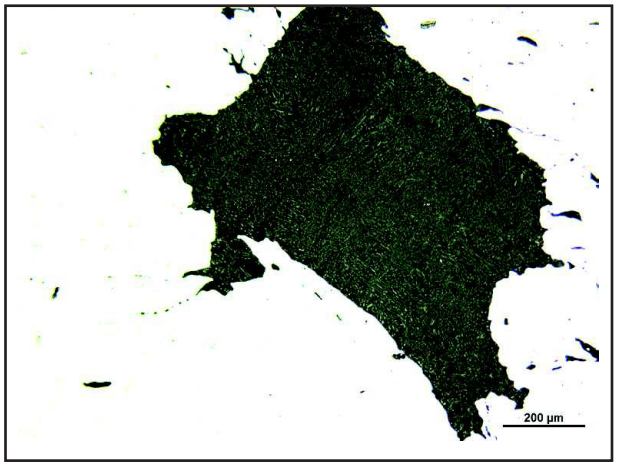
1


200 µm

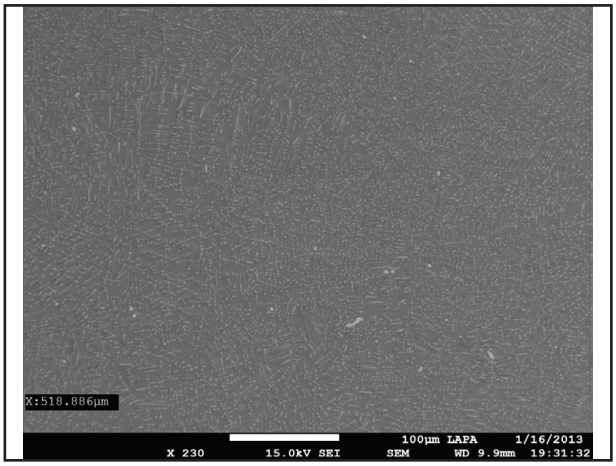
2


50 µm

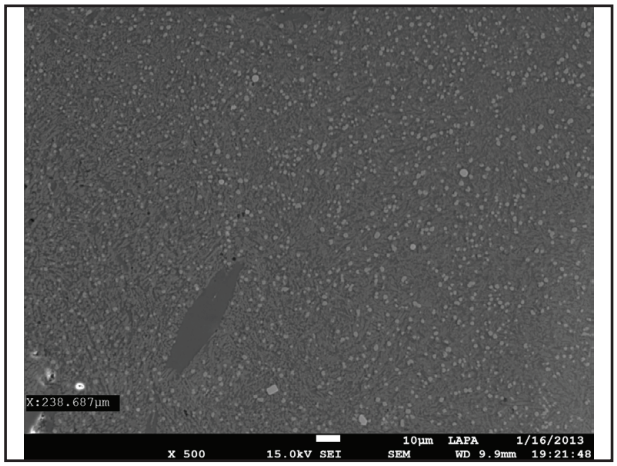
3


200 µm

4


X:518.886µm
100µm LAPA 1/16/2013
X 230 15.0kV SEI SEM WD 9.9mm 19:31:32

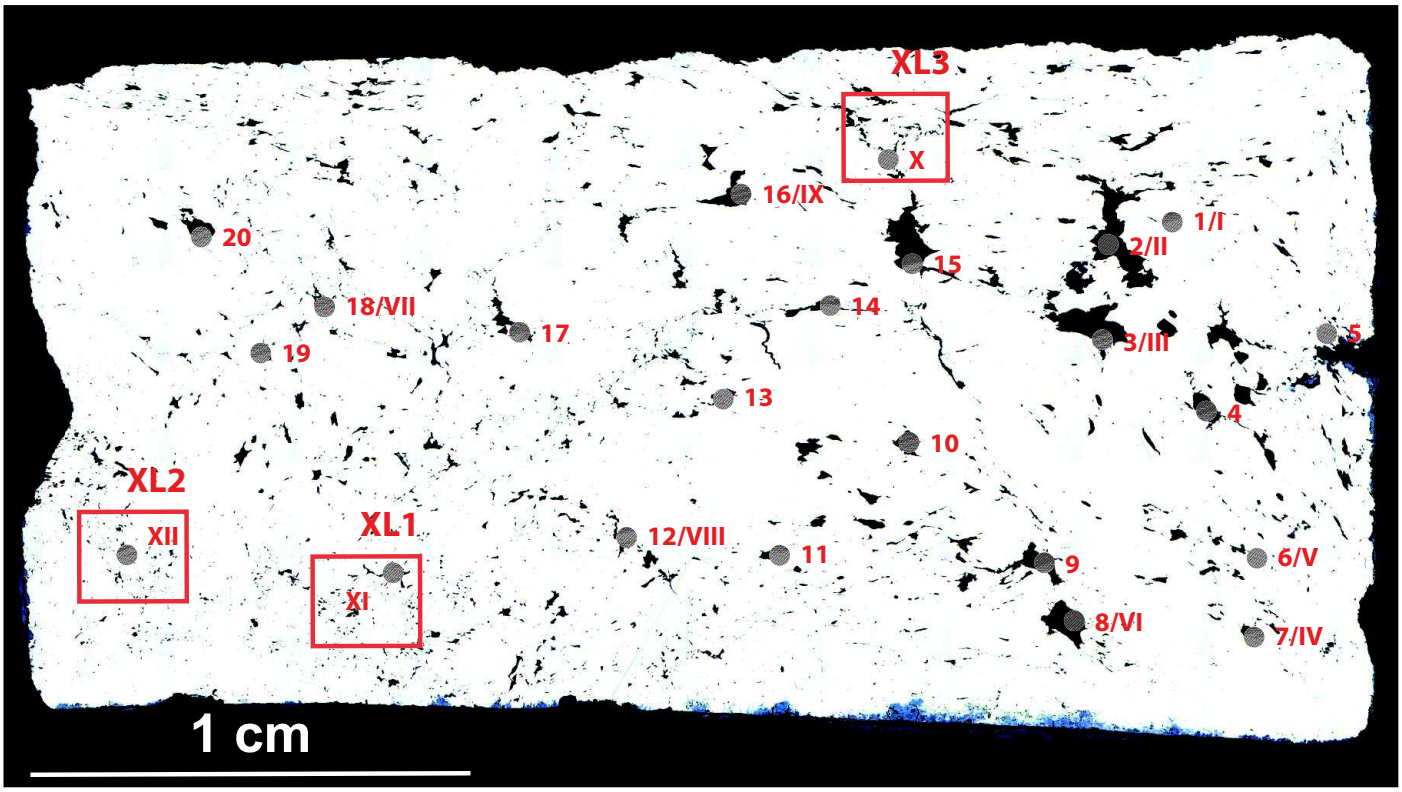
5


X:238.687µm
10µm LAPA 1/16/2013
X 500 15.0kV SEI SEM WD 9.9mm 19:21:48

6

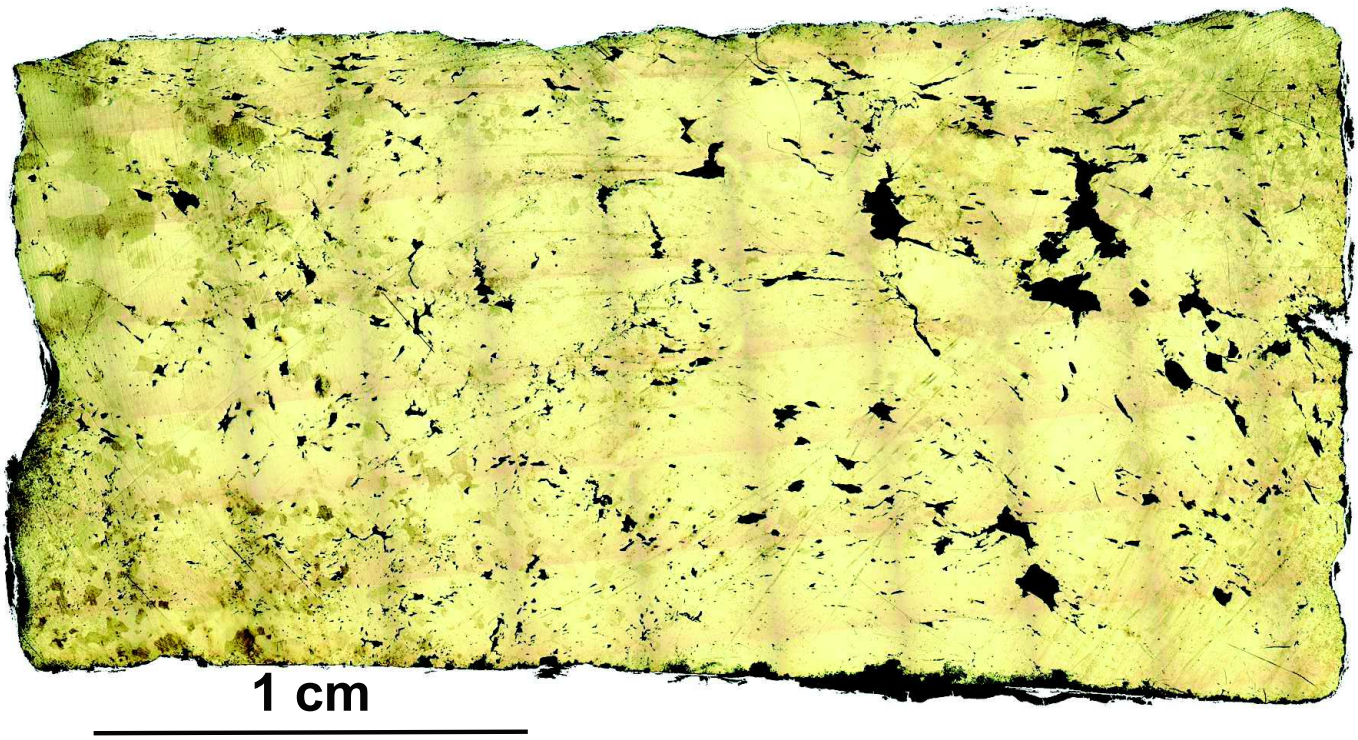
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT54N24

Catégorie : Objet

Masse : 1080 g
Longueur : 335 mm
Largeur : 31 mm
Epaisseur : 12 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 2,3 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,02 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section rectangulaire, avec des arêtes anguleuses et des surfaces régulières. Les tenons présentent deux crans à la fois sur leurs faces internes et externes.

Structure du métal :

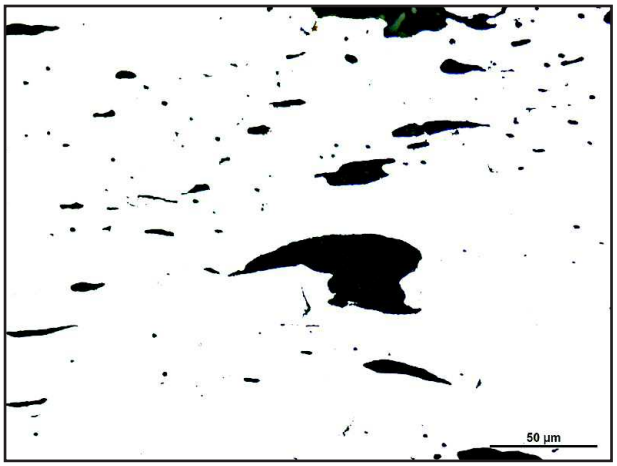
Le métal est compact, et ne comporte ni fissures ni porosités. La structure est exclusivement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions relativement homogènes (de 100 à quelques centaines de microns). Les légères différences de taille mettent en évidence une structure en bandes, organisées parallèlement aux surfaces les plus importantes et légèrement évasées vers les arêtes. Des alignements d'inclusions soulignent par ailleurs cette structure (Cf. section *infra*).

Inclusions :

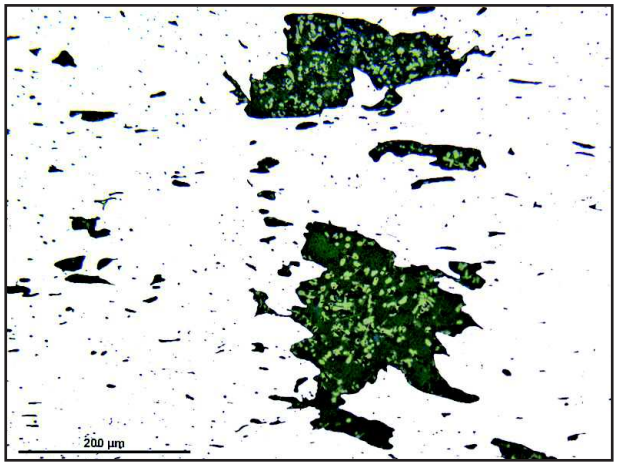
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne. Les inclusions, aux dimensions variables, sont très majoritairement allongées. La plupart forment des alignements. De nombreuses inclusions pulvérisées de forme circulaires sont également présentes dans le métal.
La faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice constituée de fines lattes de fayalite (Cliché **1**). S'y développent, dans la plupart des cas, de la wüstite sous forme de globules et de dendrites (**2** et **3**). Plus rarement des cristaux en bâtonnet sont observables. Une part non négligeable des inclusions sont par ailleurs majoritairement constituées de produits de corrosion à chaud (**4**). Ces inclusions forment des alignements.

Conclusion partielle :

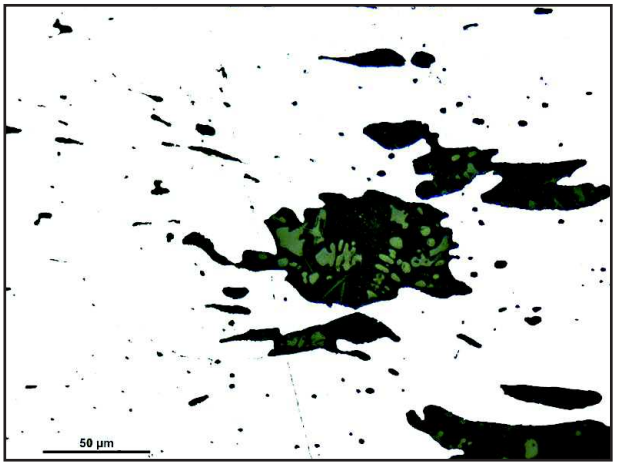
Le crampon est disposé sur le gable de l'abat-son nord de la tour. La structure en bandes, ainsi que les alignements d'inclusions riches en produits d'oxydation à chaud indiquent que le métal a été mis en forme par replis successifs.



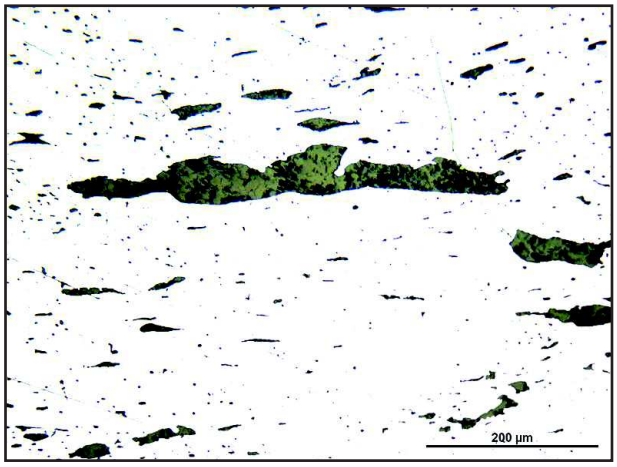
1



2



3



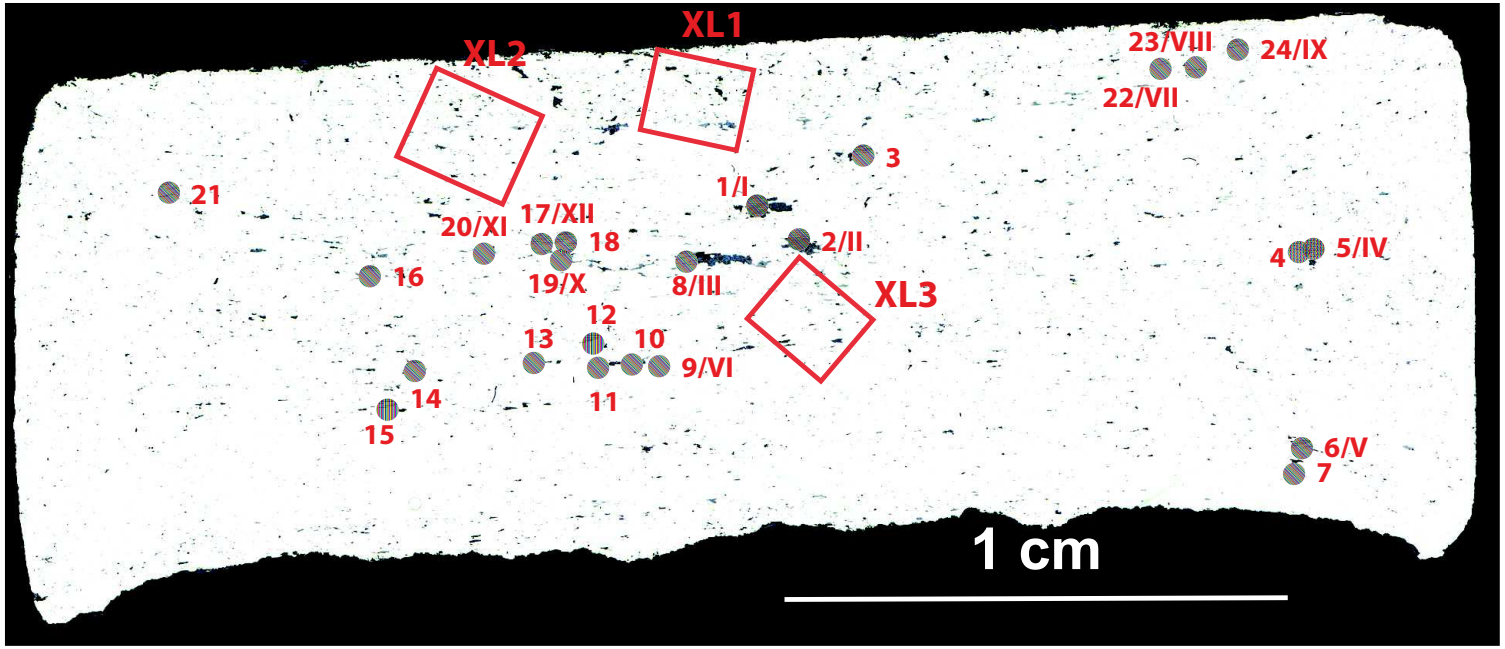
4

5

6

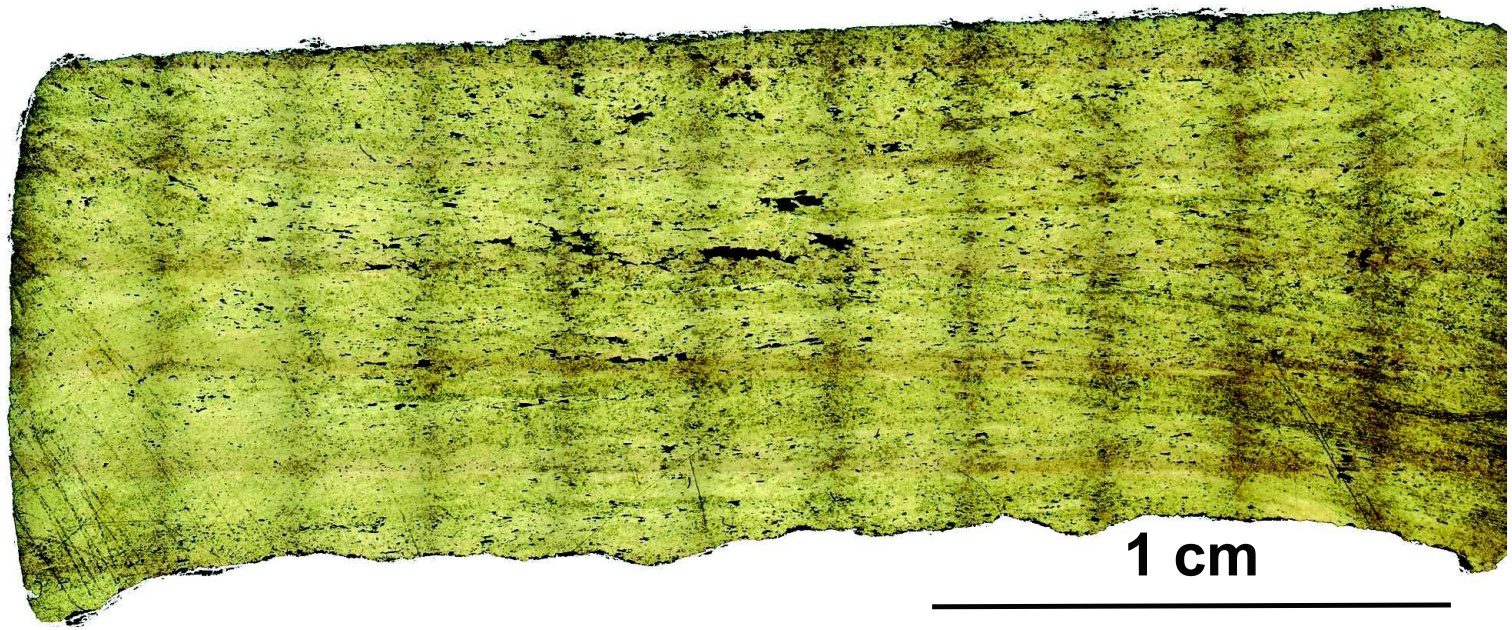
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT54N30v

Catégorie : Objet

Masse : 1120 g
Longueur : 260 mm
Largeur : 23 mm
Epaisseur : 19 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 2,9 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,033 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section carrée, avec des arêtes anguleuses et des surfaces régulières. Les tenons présentent trois crans sur leurs faces externes.

Structure du métal :

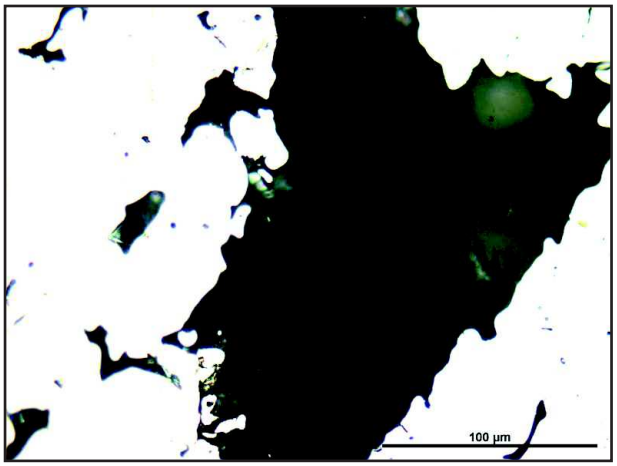
Le métal est compact, et ne comporte ni fissures ni porosités. La structure est très majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, montrent des dimensions variables. Les différences de taille ne mettent pas en évidence de structure particulière. Quelques plages carburées (ferrito-perlitique, entre 0,1 et 0,3 % C) sont visibles, à coeur et à proximité des surfaces.

Inclusions :

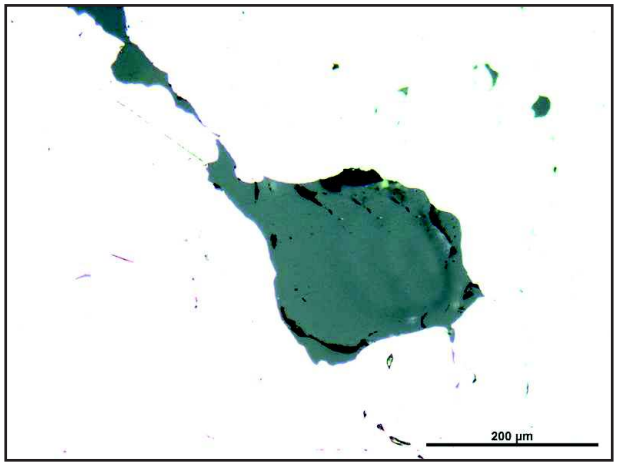
La propreté inclusionnaire du métal est médiocre. Les inclusions présentent des formes et tailles variées. Les plus importantes, visibles au centre de la section, sont fines et allongées. La répartition des inclusions au sein du métal est hétérogène. Une partie en forme de «V» comprend peu d'inclusions, et de taille importante. Le reste de la surface révèle de nombreuses inclusions de taille petite à moyenne.
Deux faciès minéralogiques dominent. Le premier se caractérise par une matrice vitreuse (Cliché **1**) ou amorphe (**2**). Le second, caractérisé par une matrice similaire (**3** et **4**), s'en distingue par la présence de dendrites de wüstite, ainsi que de cristaux anguleux d'hercynite (**5** et **6**).

Conclusion partielle :

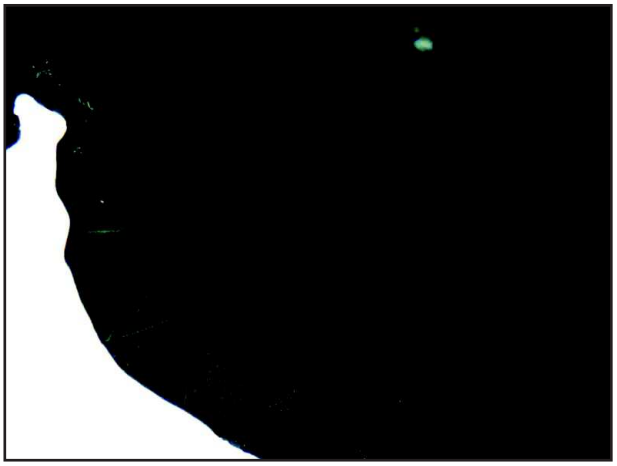
Le crampon est disposé sur le massif de flanquement nord-ouest de la tour.



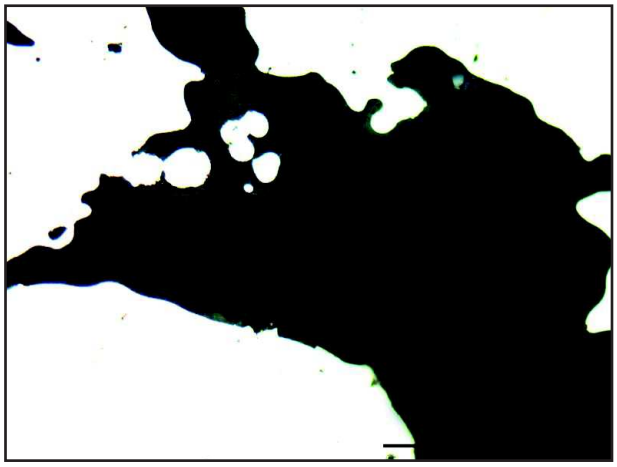
1



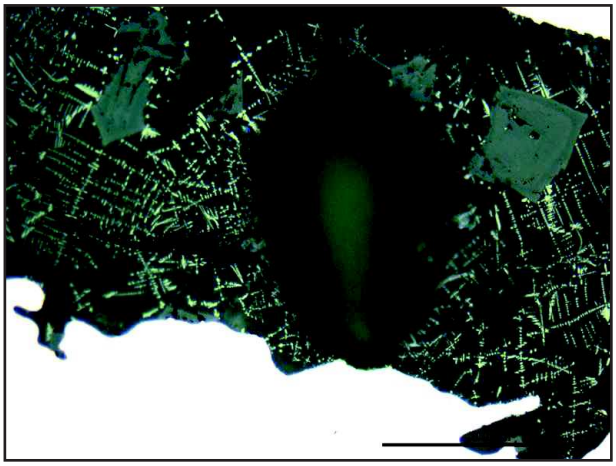
2



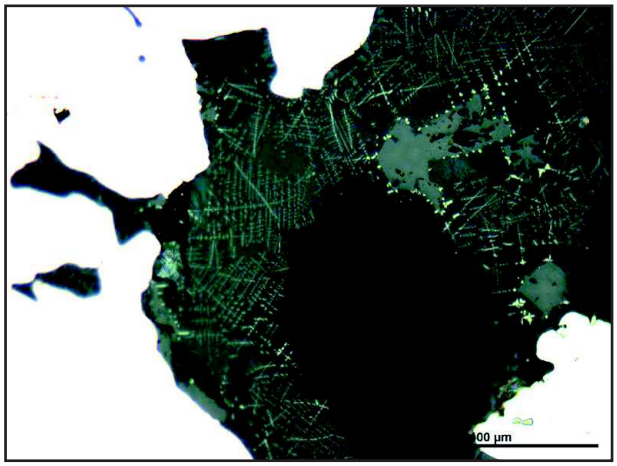
3



4



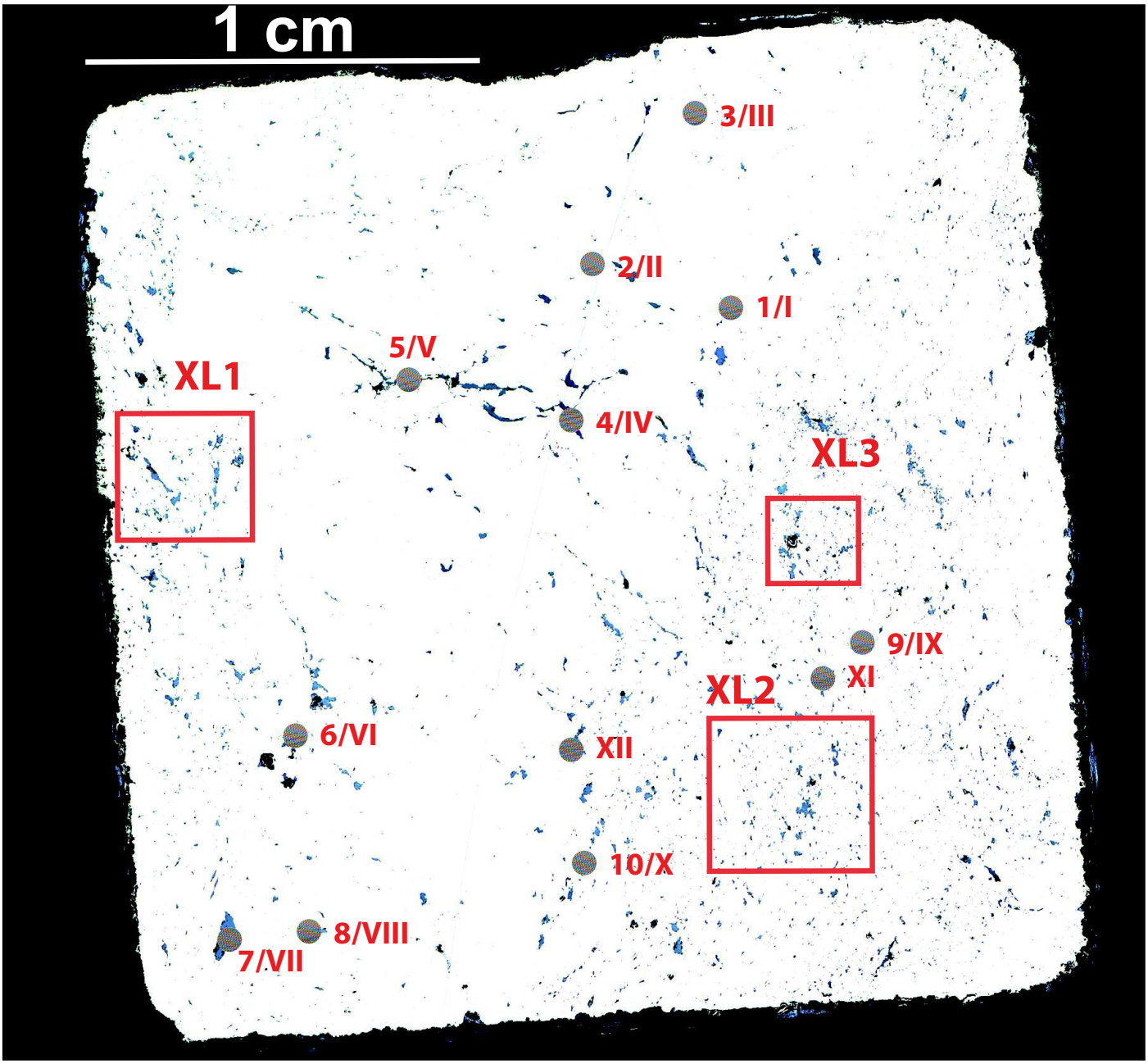
5



6

7

8



Repérage des analyses chimiques

MUT54N33

Catégorie : Objet

Masse : 1950 g
Longueur : 370 mm
Largeur : 27 mm
Epaisseur : 21 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 3,9 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,032 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section carrée, avec des arêtes anguleuses et des surfaces régulières. Les tenons présentent trois crans sur leurs faces internes et externes.

Structure du métal :

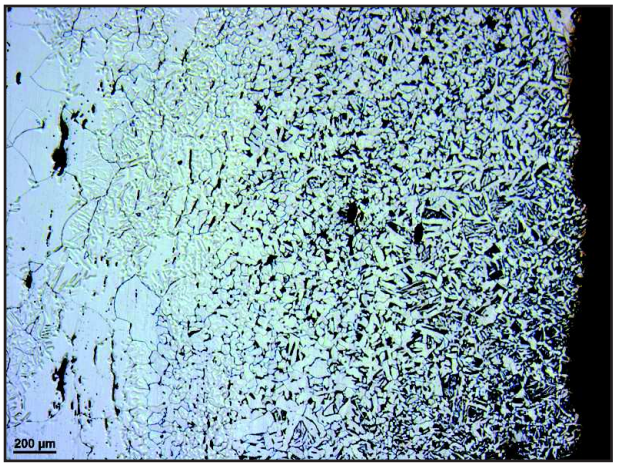
Le métal est compact, mais comporte plusieurs fissures, partiellement comblées par de la scorie, se développant sur plusieurs millimètres. La structure est majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, sont de taille homogène. Quelques plages ferrito-perlitiques (0,2 - 0,3 % C) sont visibles en bordure de la section (Cliché **1**). Des marbrures sont visibles au sein des structures ferritiques (**2**).

Inclusions :

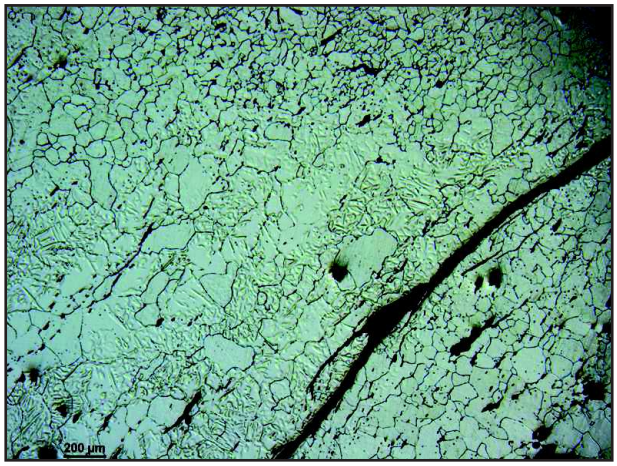
La propreté inclusionnaire du métal est mauvaise. Les inclusions, réparties sur l'ensemble de la section, présentent des formes et tailles variées. Quatre inclusions fines et allongées prennent naissance au centre de la section. Les autres, de taille petite à moyenne, sont plutôt de forme trapue. Elles ne forment pas d'alignements, mais leur organisation évoque toutefois une déformation du métal, par enroulement, ou en «S».
La majorité des inclusions présentent une matrice fayalitique, cristallisée en lattes (**3** et **4**). Elle comporte de la wüstite, cristallisée en globules ou en dendrites (**5**). D'autres présentent une matrice amorphe ou finement cristallisée (**6**). Les inclusions plurimillimétriques fines et allongées montrent quant à elle une matrice amorphe contenant des globules sombres indéterminés (**7** et **8**).

Conclusion partielle :

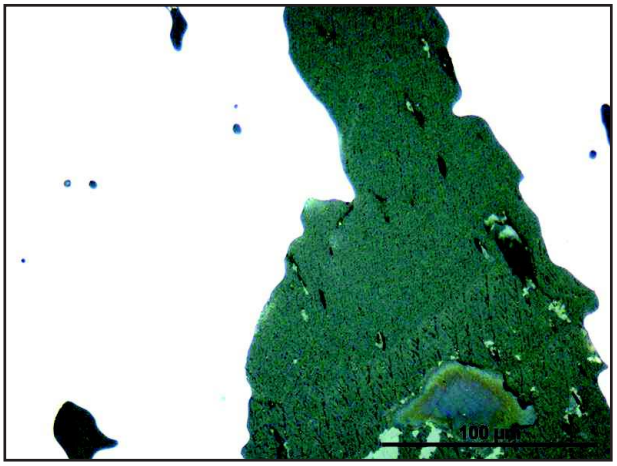
Le crampon est disposé sur le massif de flanquement nord-ouest de la tour. Les inclusions pourraient être liées à des replis du métal sur lui-même. Toutefois, leur faciès minéralogique (absence d'oxydes de fer type wüstite ou magnétite) semble infirmer cette hypothèse.



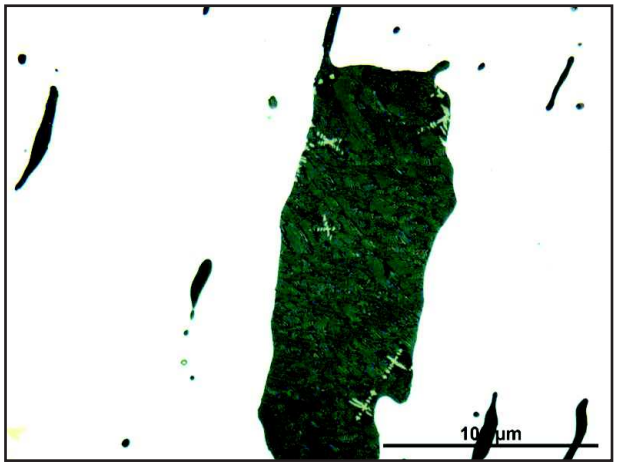
1



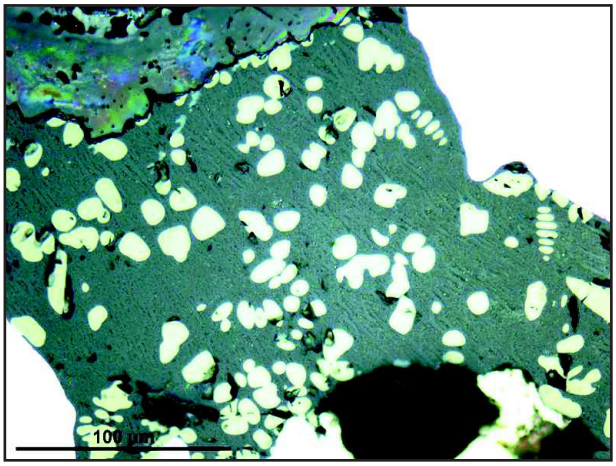
2



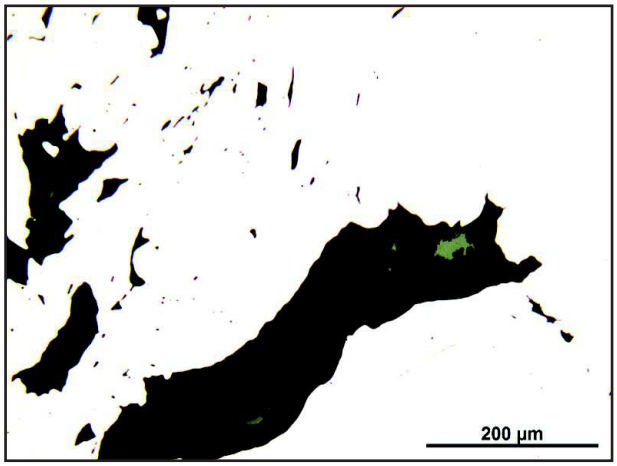
3



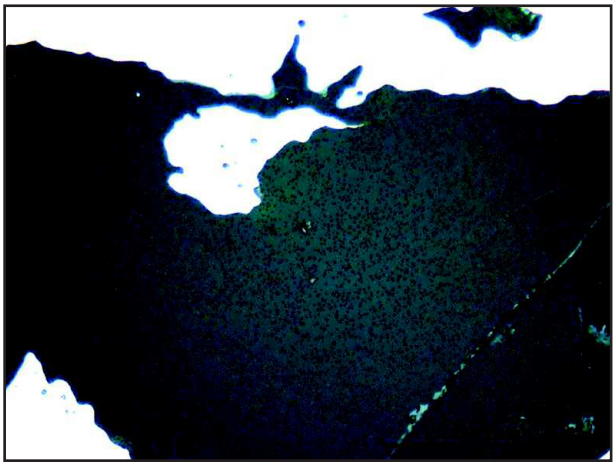
4



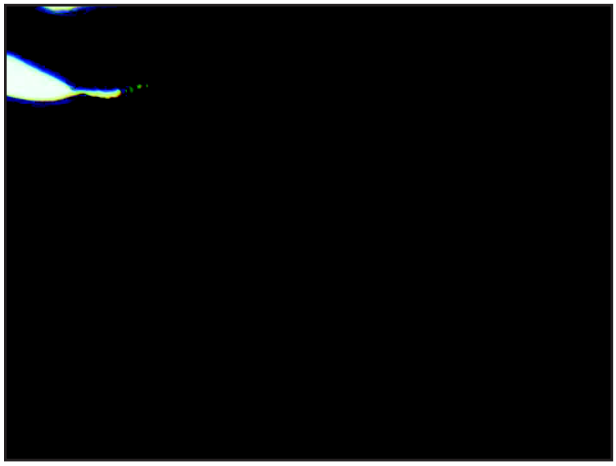
5



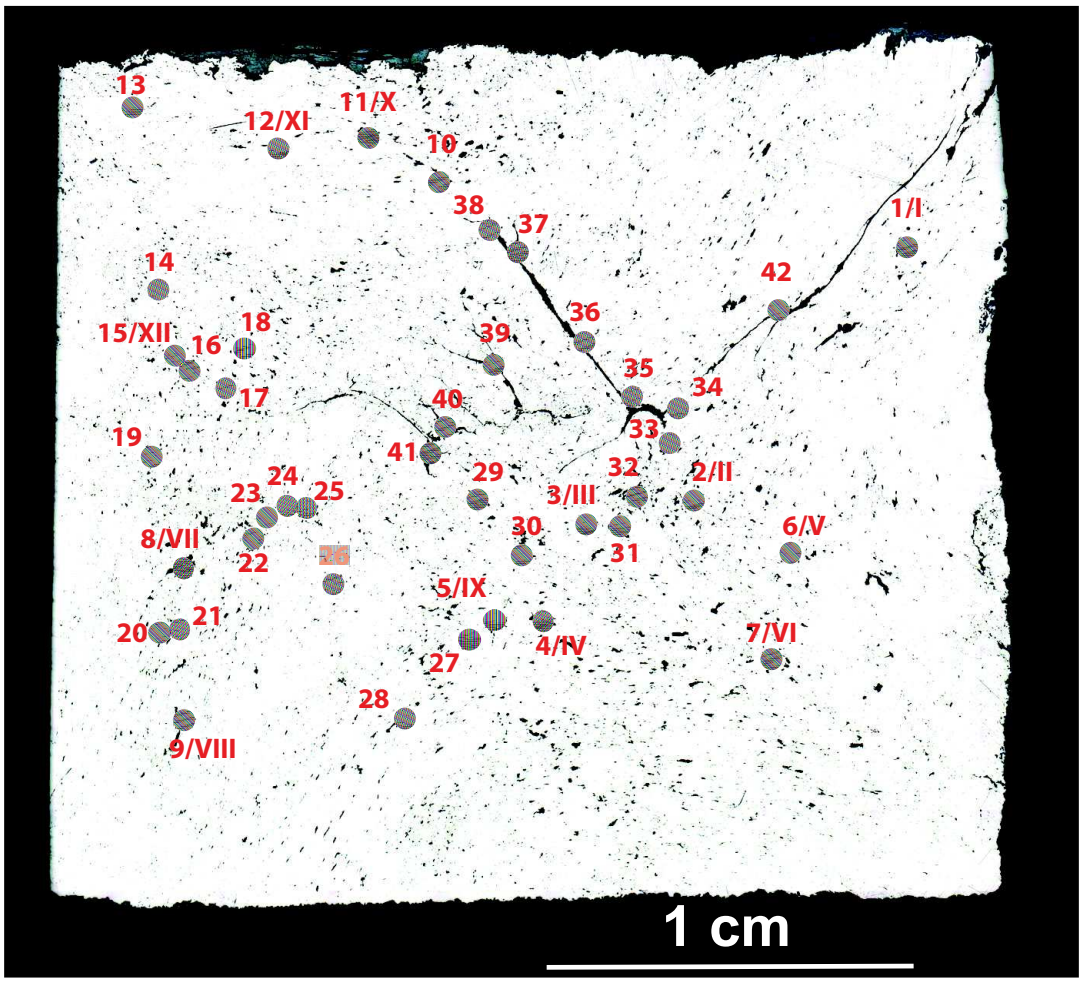
6



7

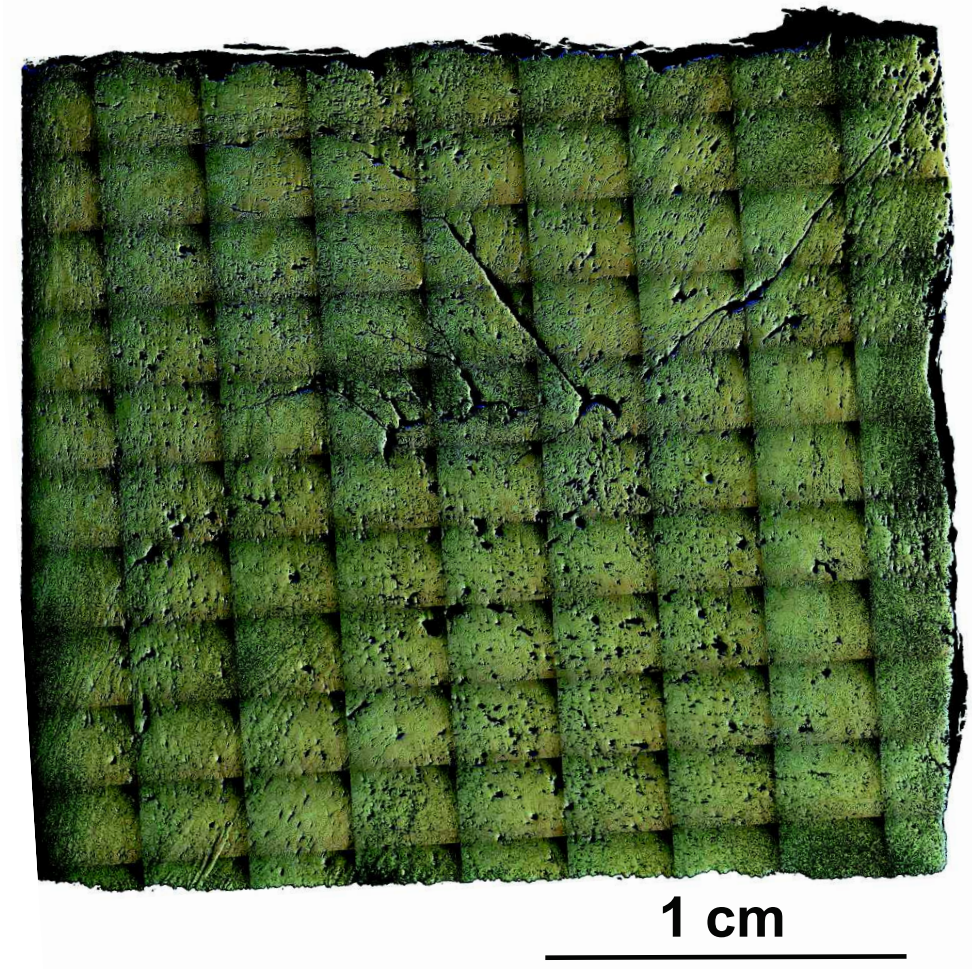


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT54S10

Catégorie : Objet

Masse : 1930 g
Longueur : 330 mm
Largeur : 27 mm
Epaisseur : 24 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,9 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,023 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section carrée, avec des arêtes anguleuses et des surfaces régulières. Les tenons ne présentent aucun dispositif d'accroche. Le corps du crampon est arqué.

Structure du métal :

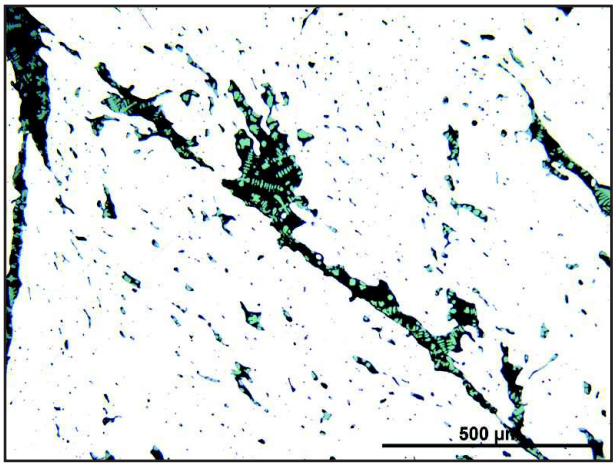
Le métal est compact, et ne comporte ni porosités ni fissures. Le métal est très majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions homogènes. Seule une plage ferrito-perlitique (0,2 % C) est visible, près du centre de la section. Des marbrures sont visibles sur l'ensemble de la section.

Inclusions :

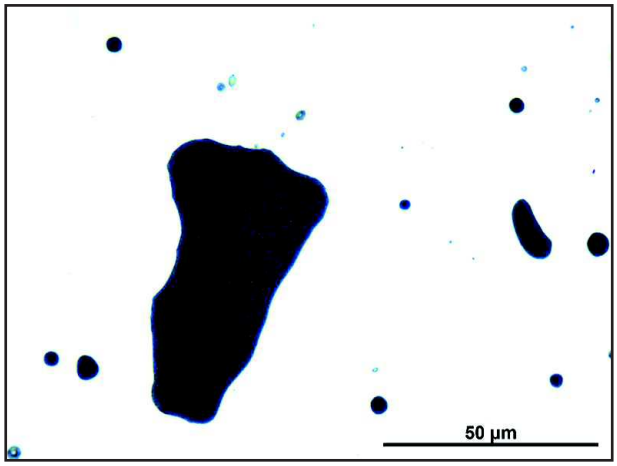
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne. Les inclusions présentent des formes et tailles variées. La plupart apparaissent toutefois allongées (Cliché **1**). Leur orientation révèle plusieurs ensembles formant des parcours sinueux. Ils suggèrent un repli du métal sur lui-même selon un schéma en «S».
Deux faciès minéralogiques dominent. Le premier se caractérise par une matrice finement cristallisée (**2**). Le second s'en distingue par une matrice fayalitique cristallisée en lattes au sein de laquelle se développe de la wüstite sous forme de dendrites (**3** à **5**). Localement, de petits cristaux en bâtonnets sont observables (**6**).

Conclusion partielle :

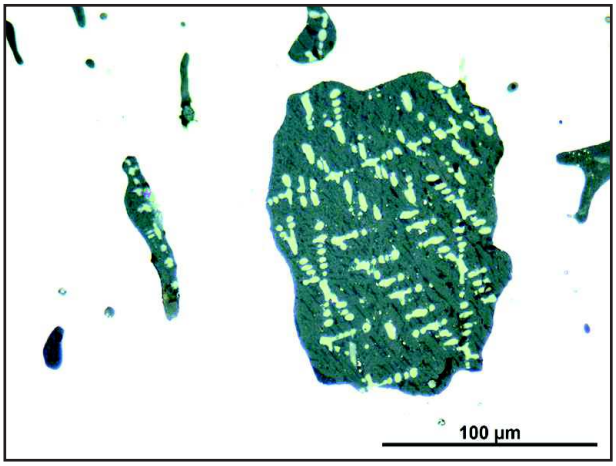
Le crampon est disposé sur un oculus d'une des grandes baies de la façade sud de la tour. L'absence de dispositif de fixation pour les tenons le distingue du reste des renforts.



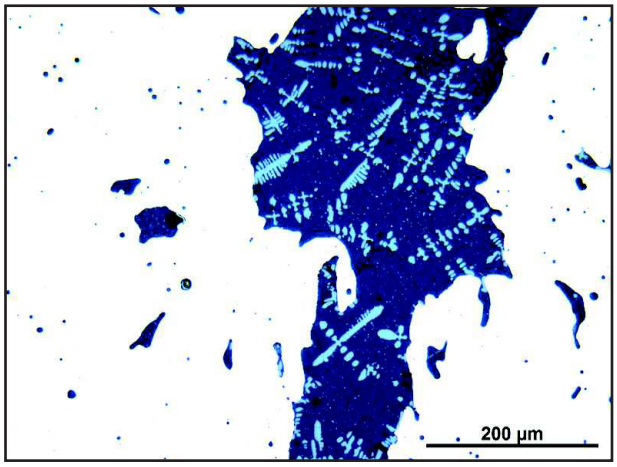
1



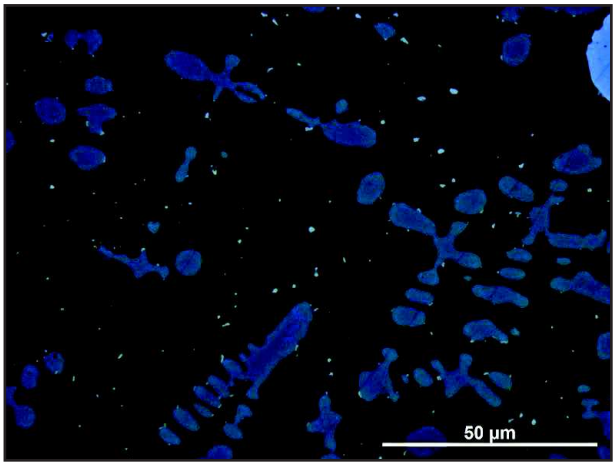
2



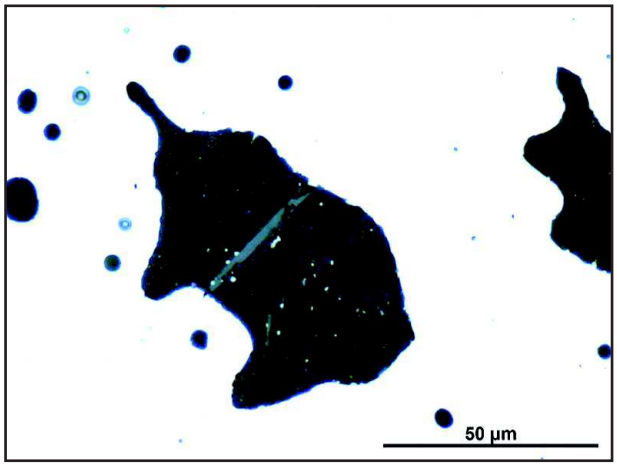
3



4



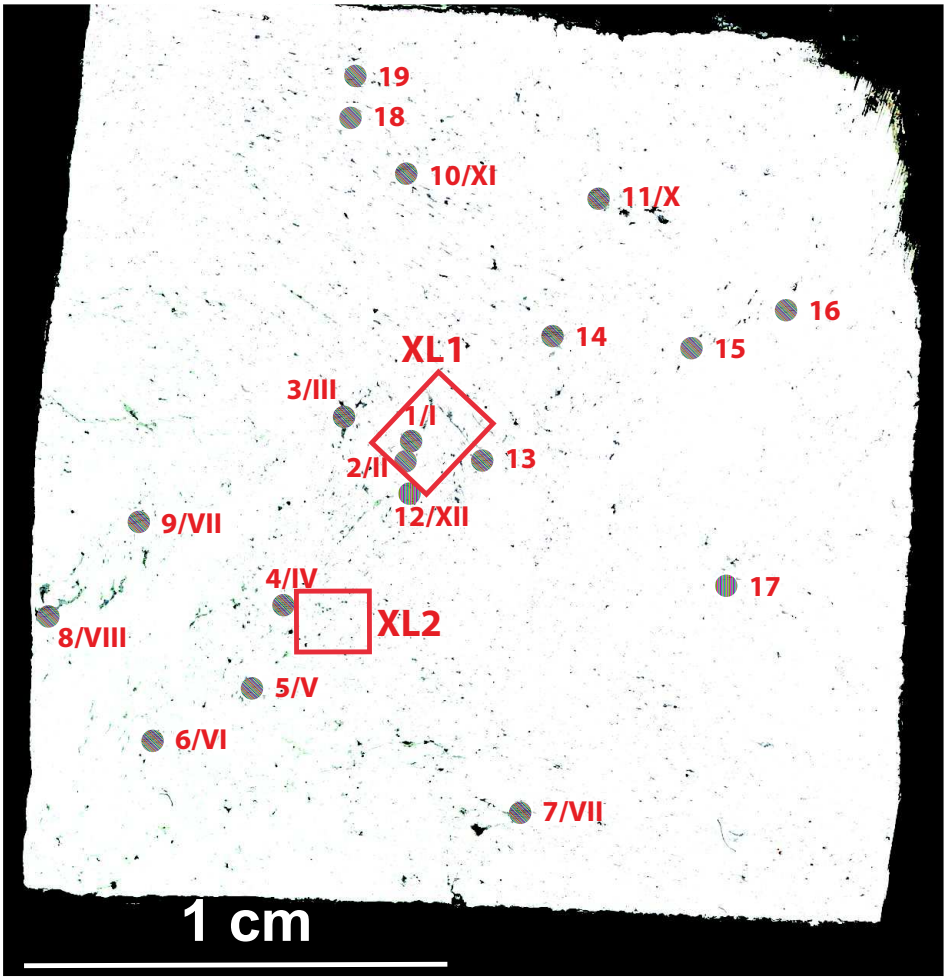
5



6

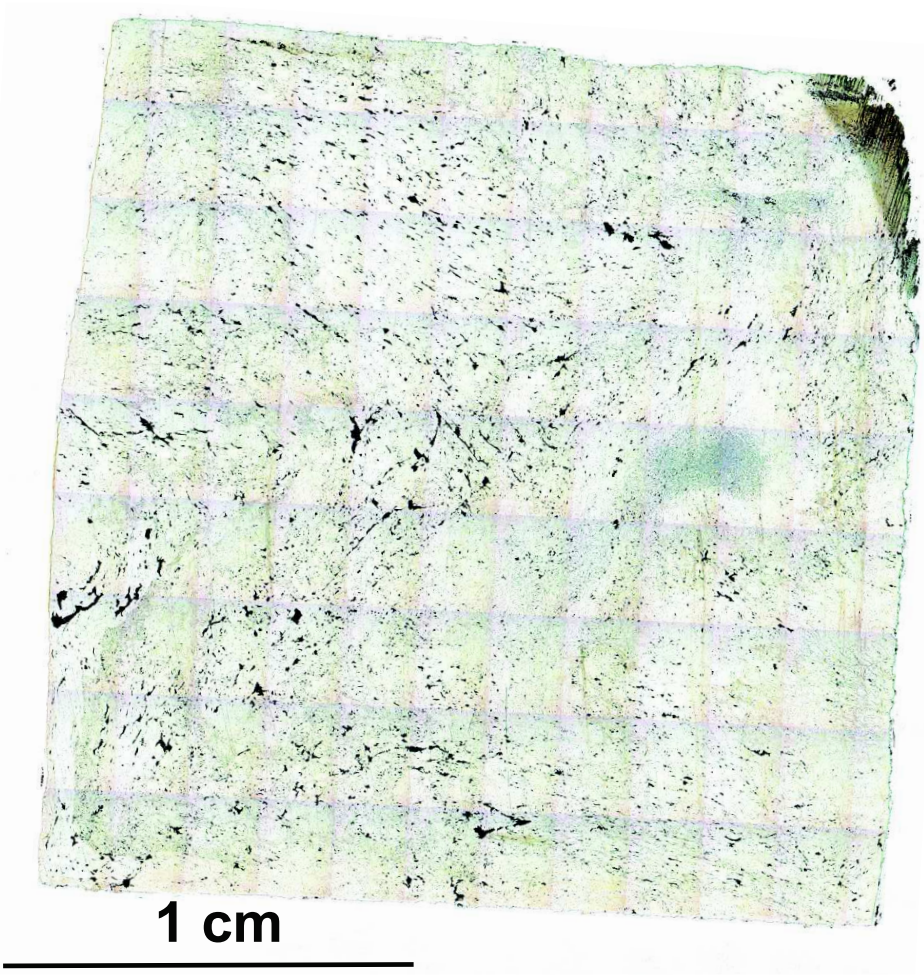
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT54W04

Catégorie : Objet

Masse : 1520 g
Longueur : 290 mm
Largeur : 39 mm
Epaisseur : 16 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 4,3 %
Pourcentage moyen de carbone : 0,067 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section rectangulaire, avec des arêtes arrondies et des surfaces irrégulières. Les tenons présentent trois crans sur leurs faces internes et externes.

Structure du métal :

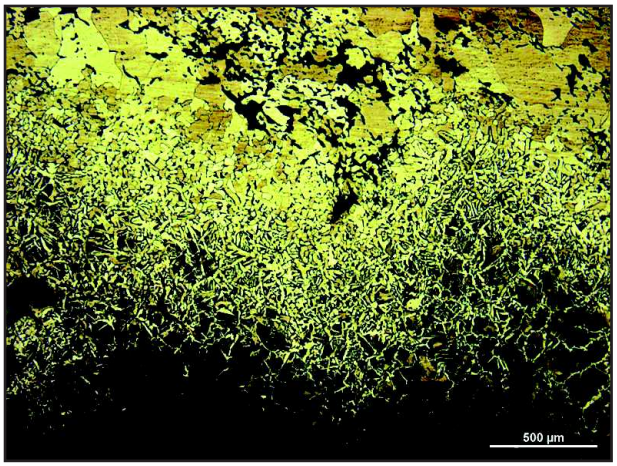
Le métal est compact, mais comporte quelques fissures débouchant sur les surfaces. La structure est majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions homogènes. Plusieurs plages fortement carburées, dont la structure est eutectoïde, sont visibles à proximité des surfaces (Clichés **1** et **2**).

Inclusions :

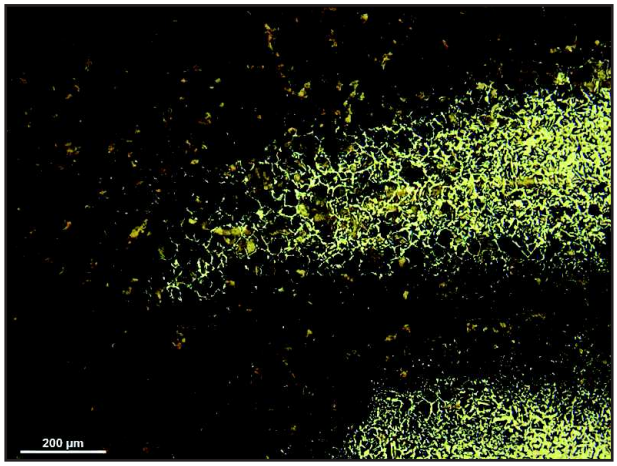
La propreté inclusionnaire du métal est mauvaise. Les inclusions présentent des formes et tailles variées. La plupart, parmi les plus importantes, apparaissent toutefois allongées. Les autres sont trapues, et dotées d'appendices. La majorité des inclusions forment des alignements soulignant le travail de déformation du métal. Celui-ci semble avoir été replié sur lui même, selon un schéma en «S».
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique cristallisée en lattes au sein de laquelle se développe de la wüstite sous forme de dendrites (**3** et **4**). Certaines inclusions présentent toutefois une matrice finement cristallisée **(5)**.

Conclusion partielle :

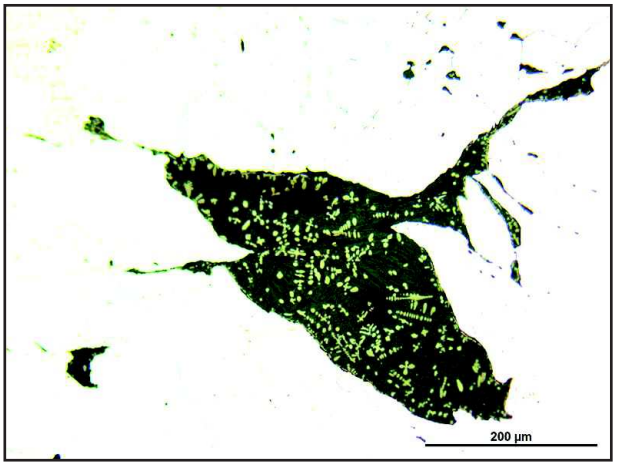
Le crampon est disposé sur le massif de flanquement nord-ouest de la tour.



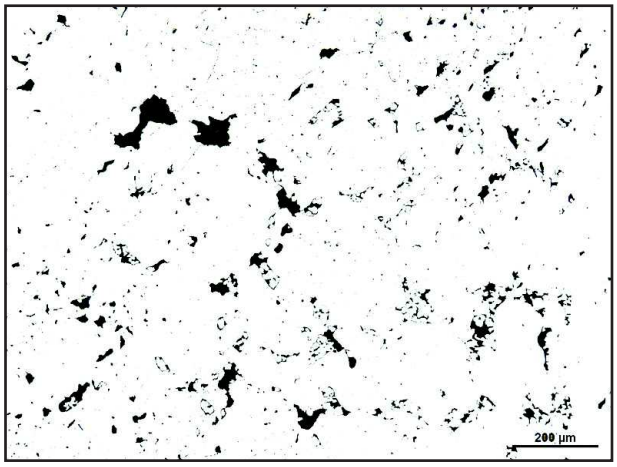
1



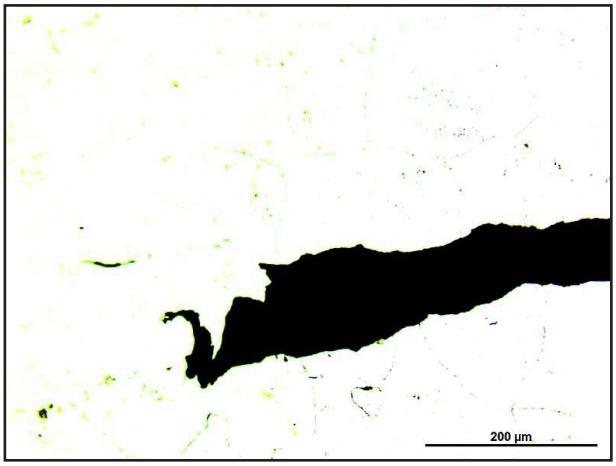
2



3



4

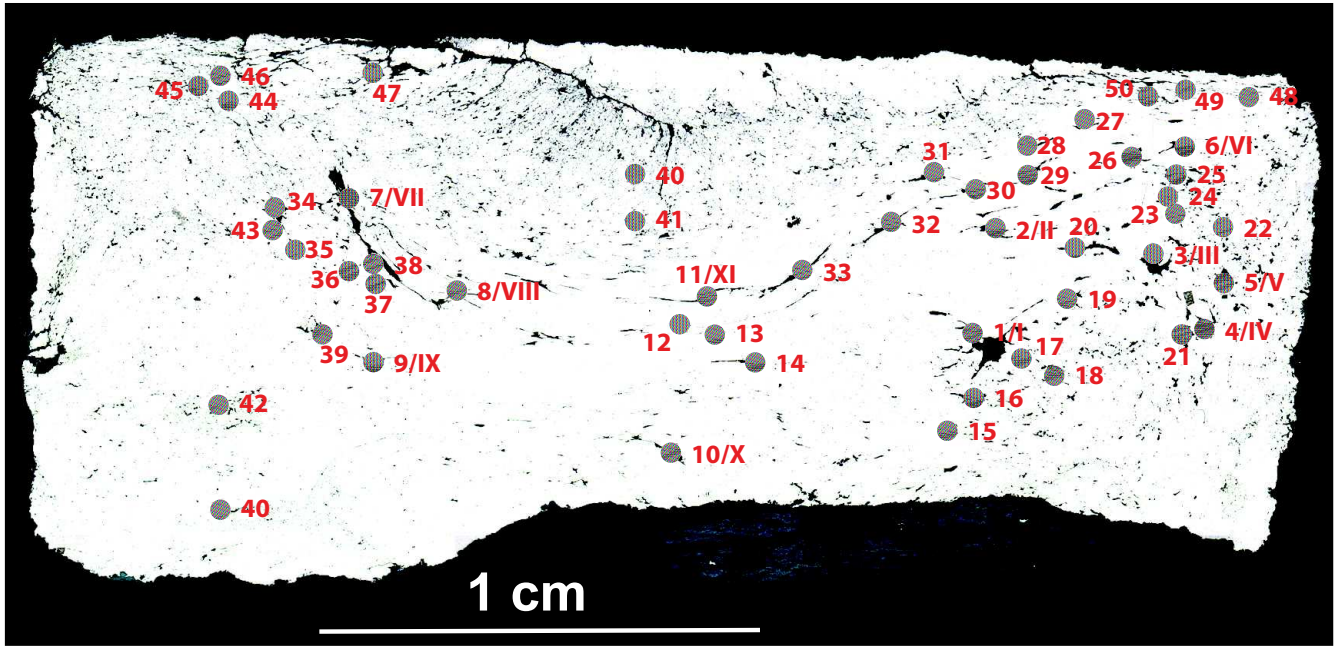


5

6

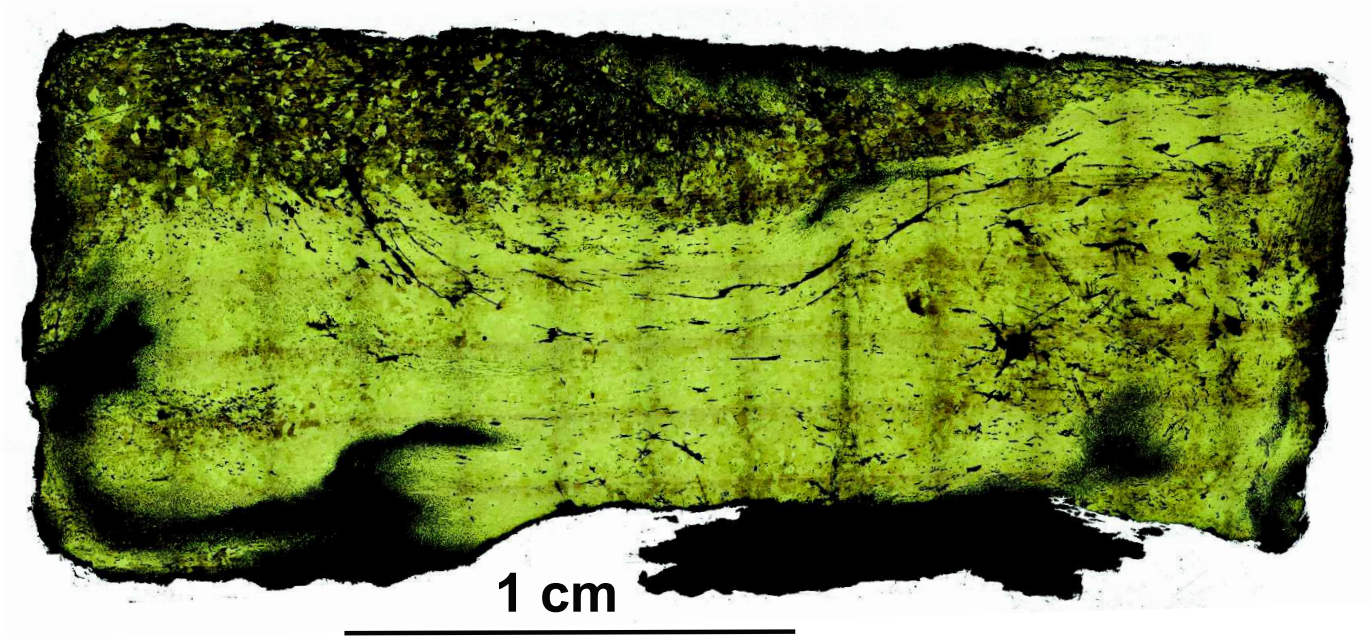
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT54W16

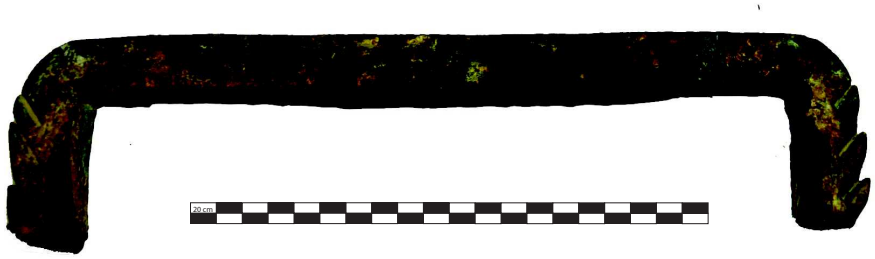
Catégorie : Objet

Masse : 1770 g
Longueur : 340 mm
Largeur : 25 mm
Epaisseur : 22 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 2 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,042 %

Remarque(s) :



Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section carrée, avec des arêtes anguleuses et des surfaces irrégulières. Les tenons disposent chacun de trois crans réalisés sur leurs faces externes.

Structure du métal :

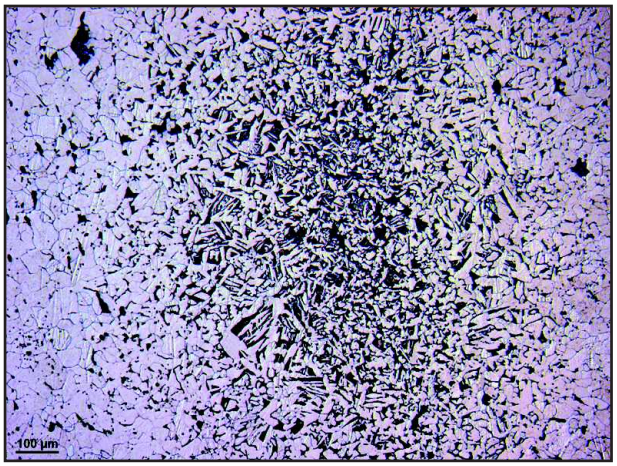
Le métal est compact, et ne comporte ni porosités ni fissures. Le métal est très majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions variant entre quelques dizaines et quelques centaines de microns. Quelques plages ferrito-perlitiques sont observables, en périphérie de la section (de 0,1 à 0,3 % C) (Cliché **1**). Des marbrures sont visibles dans les structures ferritiques (**1** à **3**).

Inclusions :

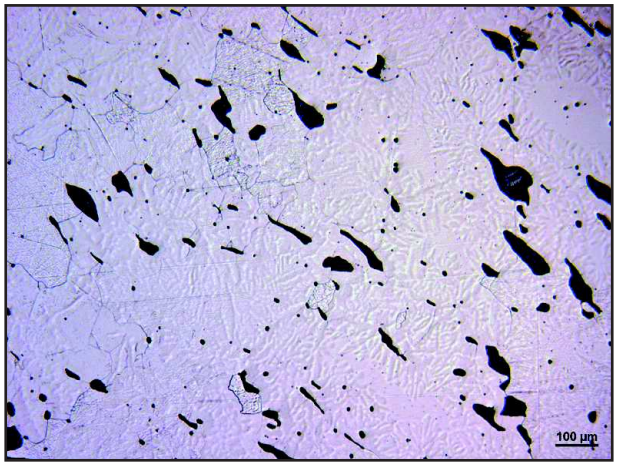
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne. Les inclusions présentent des tailles et des formes diverses. Les plus importantes mesurent quelques centaines de microns. Ces dernières sont plutôt trapues, de forme irrégulière. Certaines inclusions forment des alignements soulignant le travail de déformation du métal. De nombreuses inclusions pulvérisées de forme circulaire sont également visibles (**2** et **3**).
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique cristallisée en lattes (**2** et **3**), au sein de laquelle se développe de la wüstite sous forme de dendrites et globules (**4**), ainsi que des cristaux anguleux (**5**). Les zones carburées comportent des inclusions à matrice vitreuse ou amorphe (**6**).

Conclusion partielle :

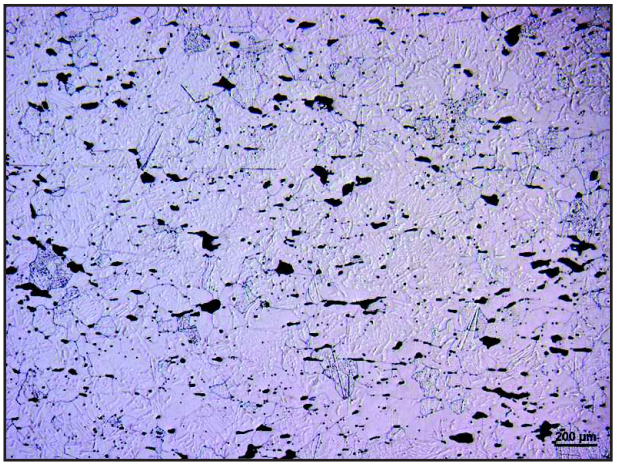
Le crampon est disposé sur le gable de l'abat-son ouest de la tour.


100 µm

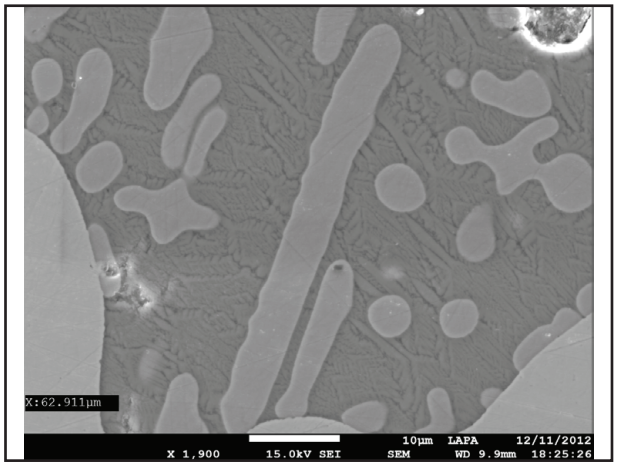
1


100 µm

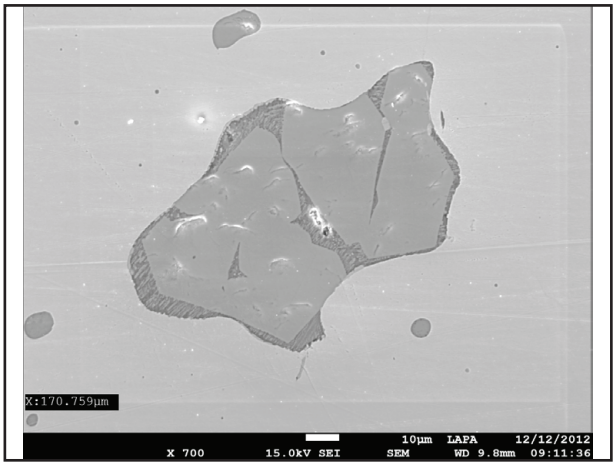
2


200 µm

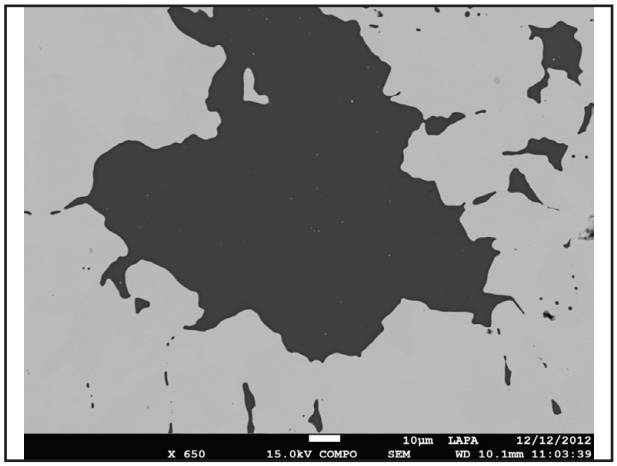
3


X:62.911µm
X 1,900 15.0kV SEI 10µm LAPA SEM 12/11/2012 WD 9.9mm 18:25:26

4


X:170.759µm
X 700 15.0kV SEI 10µm LAPA SEM 12/12/2012 WD 9.8mm 09:11:36

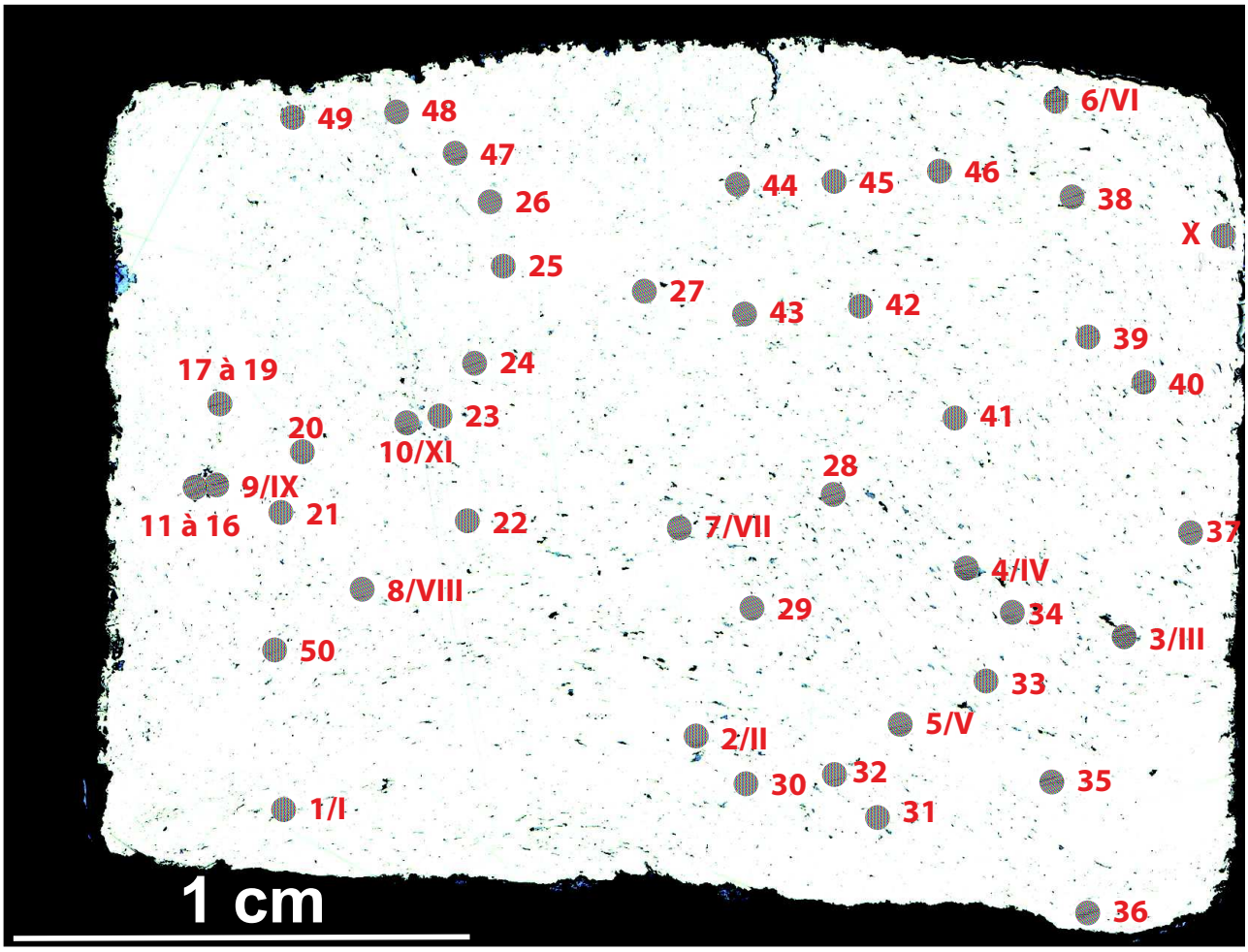
5


X 650 15.0kV COMPO 10µm LAPA SEM 12/12/2012 WD 10.1mm 11:03:39

6

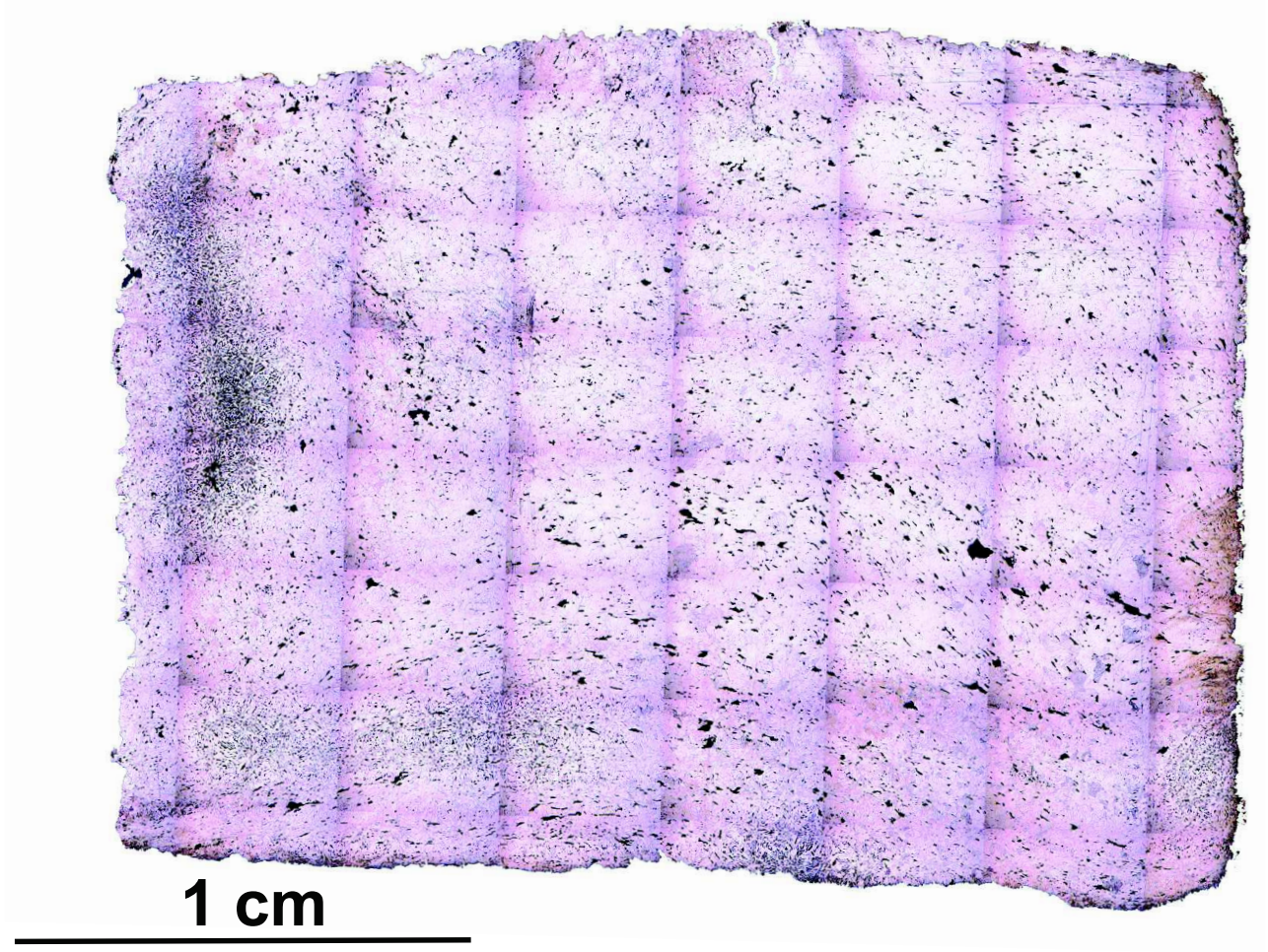
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT56E03

Catégorie : Objet

Masse : 1030 g
Longueur : 330 mm
Largeur : 20 mm
Epaisseur : 19 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 7,7 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,037 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section carrée, avec des arêtes anguleuses et des surfaces irrégulières. Les tenons disposent chacun de trois crans réalisés sur leurs faces externes.

Structure du métal :

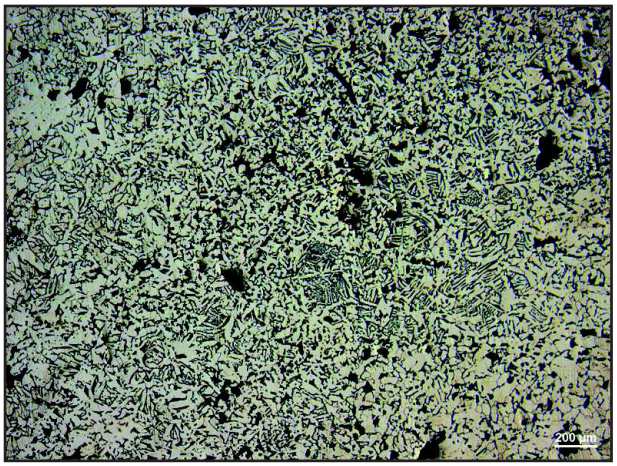
Le métal est compact, et ne comporte ni fissures ni porosités. Localement, la corrosion affecte le métal sous la forme de piqûres. La structure du métal est très majoritairement ferritique. La taille des grains, équiaxes, varie de quelques dizaines à quelques centaines de microns. Seule une plage ferrito-perlitique (0,2 % C) est visible (Cliché **1**).

Inclusions :

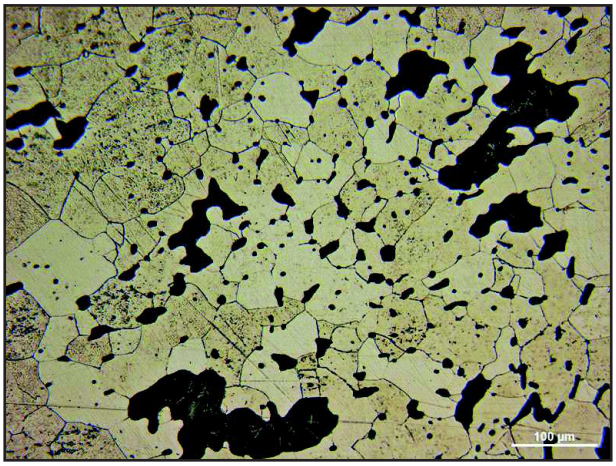
La propreté inclusionnaire du métal est mauvaise. Les inclusions présentent des tailles diverses. Les plus importantes présentent des dimensions millimétriques. La très grande majorité des inclusions sont de forme trapue aux contours anguleux ou arrondis (**2**), parfois complexe avec appendices. Les inclusions pulvérisées, de forme circulaire, sont très nombreuses (**3**). Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice finement cristallisée au sein de laquelle se développent de la wüstite sous forme de dendrites, des cristaux anguleux (hercynite) (**4**), ainsi que de petits cristaux (spinelles?) (**5**).

Conclusion partielle :

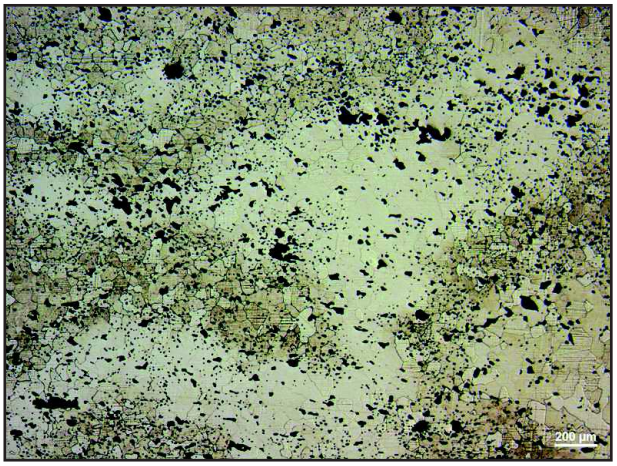
Le crampon est disposé sur le massif de flanquement nord-est de la tour.



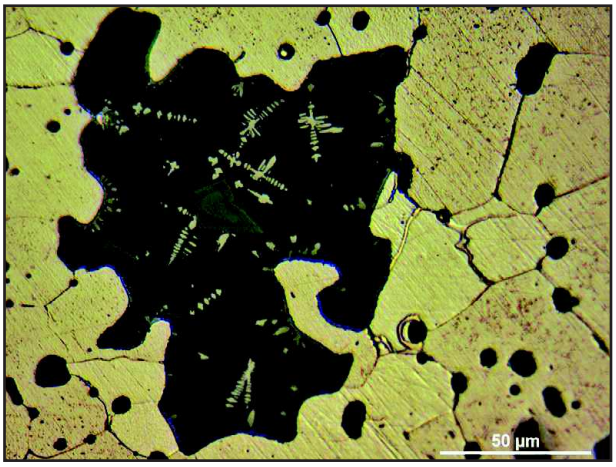
1



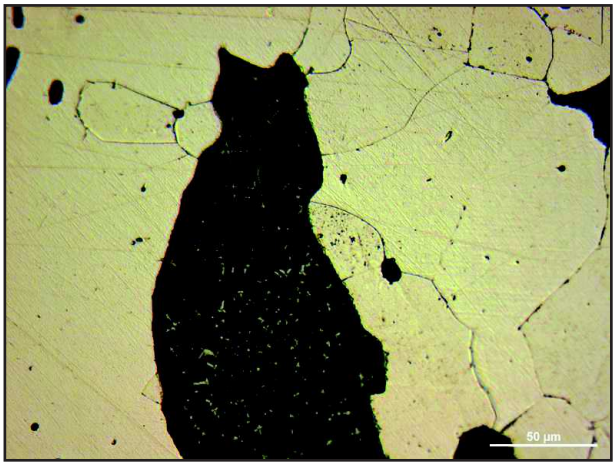
2



3



4

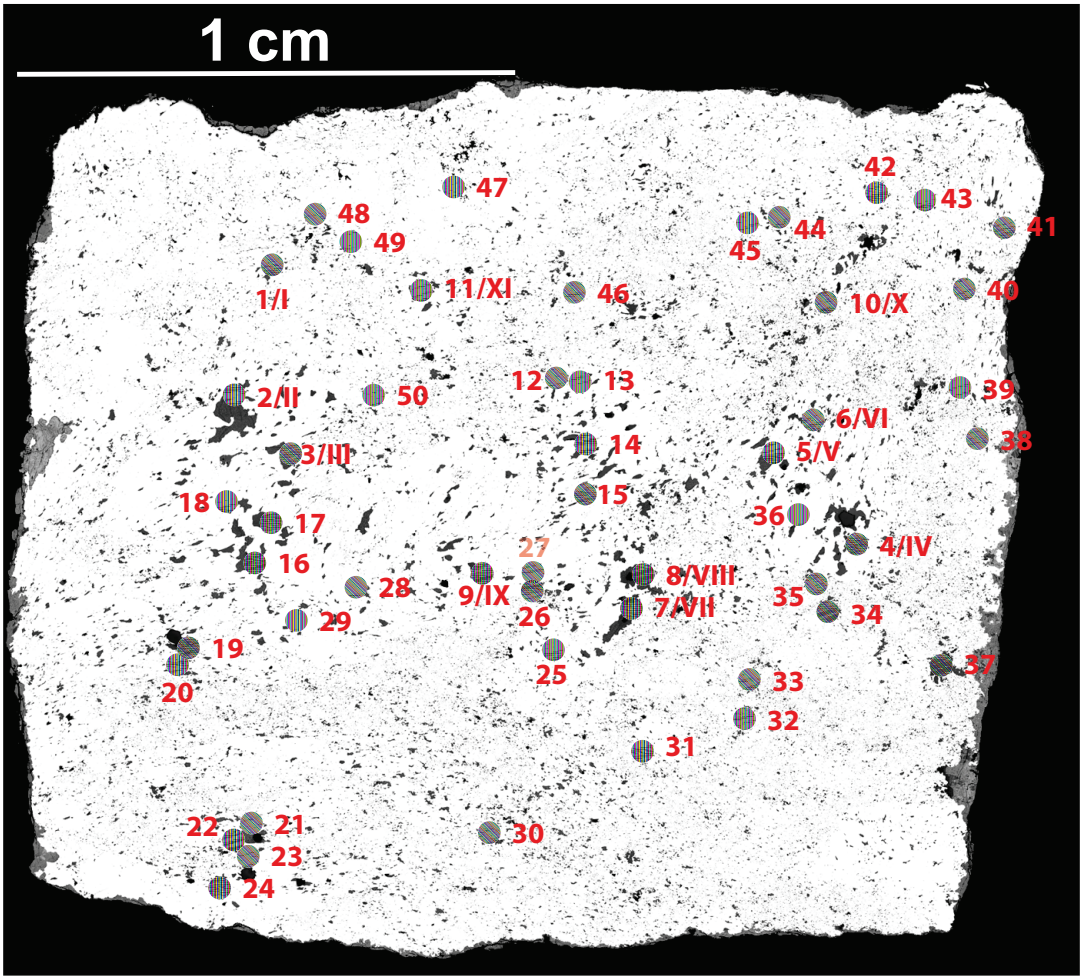


5

6

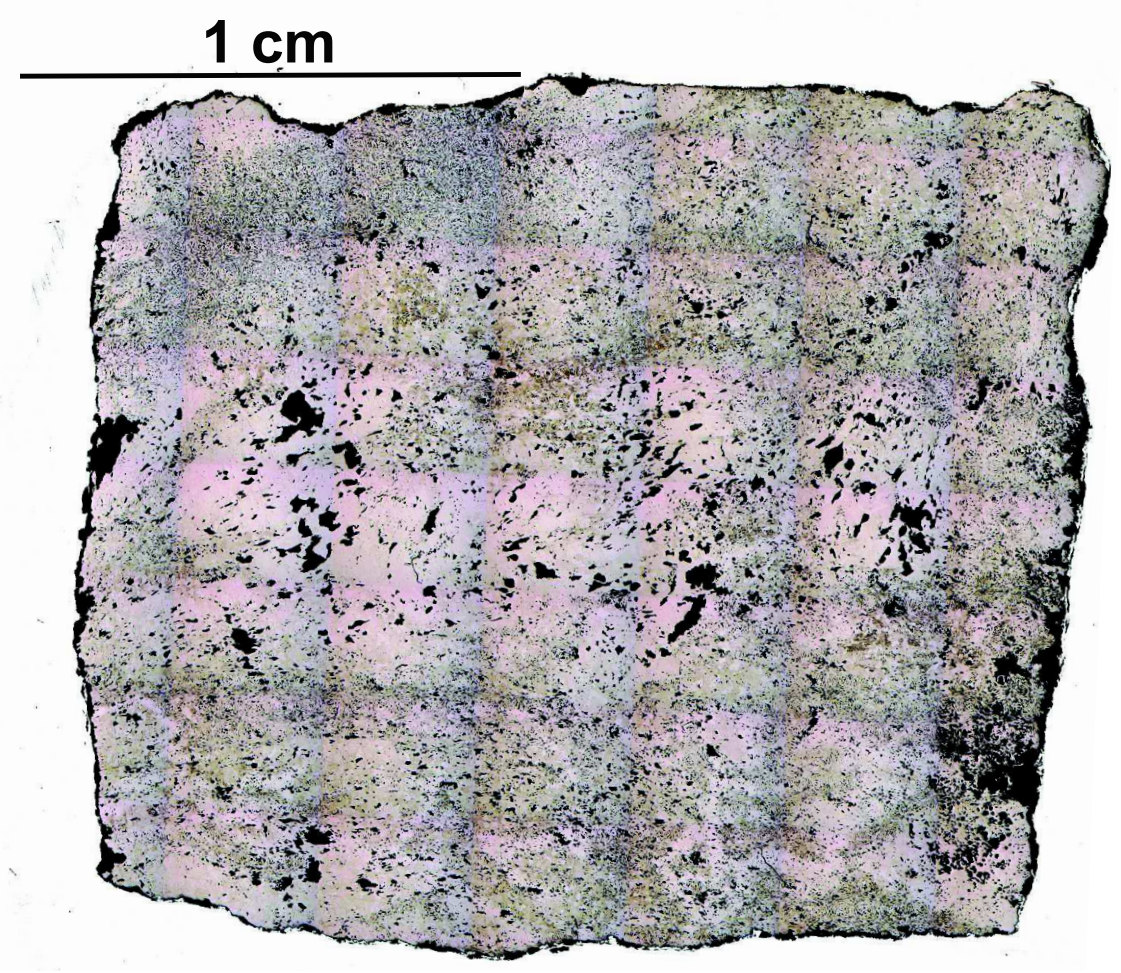
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT56E09

Catégorie : Objet

Masse : 1480 g
Longueur : 380 mm
Largeur : 24 mm
Epaisseur : 18 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,089 %
Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section carrée, avec des arêtes anguleuses et des surfaces régulières. Les tenons disposent chacun de trois crans réalisés sur leurs faces internes et externes.

Structure du métal :

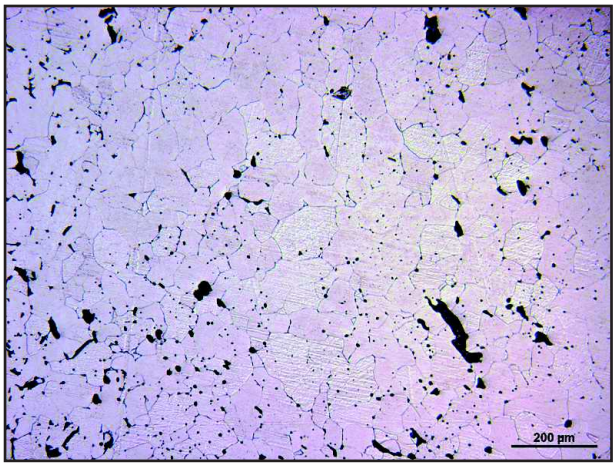
Le métal est compact, et ne comporte ni porosités ni fissures. La structure est majoritairement ferritique (Cliché **1**). Les grains, équiaxes, présentent des tailles variables. Plusieurs plages carburées sont visibles. La teneur en carbone y varie de 0,1 à 0,7% C (**2**). Elles sont réparties tant à coeur qu'en bordure de la section. Les deux plages les plus carburées composent une courbe en forme de «S» (Cf. section *infra*), par ailleurs soulignée par des alignements d'inclusions. Des marbrures sont observables au sein des structures ferritiques (**1**).

Inclusions :

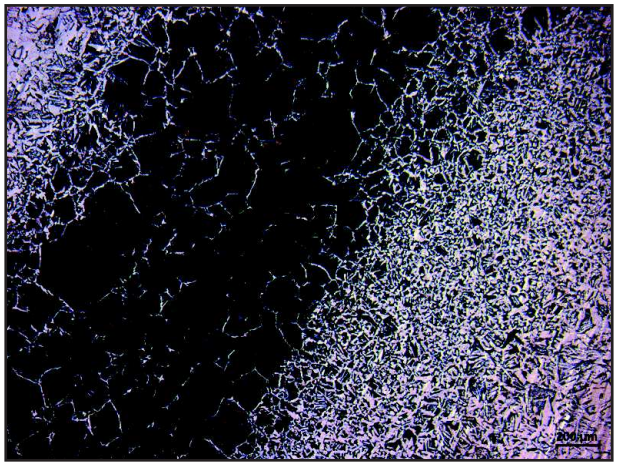
La propreté inclusionnaire du métal est bonne. Les formes sont variables. Certaines inclusions sont trapues, avec appendices, tandis que d'autres sont fines et allongées. La plupart forment des alignements, soulignant le travail de déformation du métal évoqué précédemment.
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique au sein de laquelle se développe de la wüstite sous forme de globules et dendrites (**1** et **3**). Quelques inclusions, au sein ou à proximité des zones carburées, présentent une matrice vitreuse ou amorphe (**3**).

Conclusion partielle :

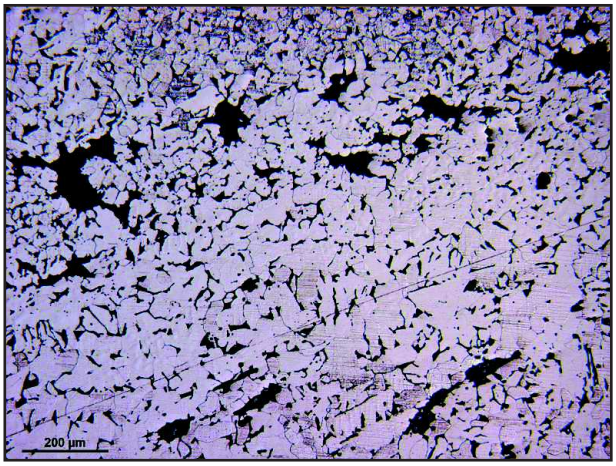
Le crampon est disposé sur le massif de flanquement nord-est de la tour.



1



2



3

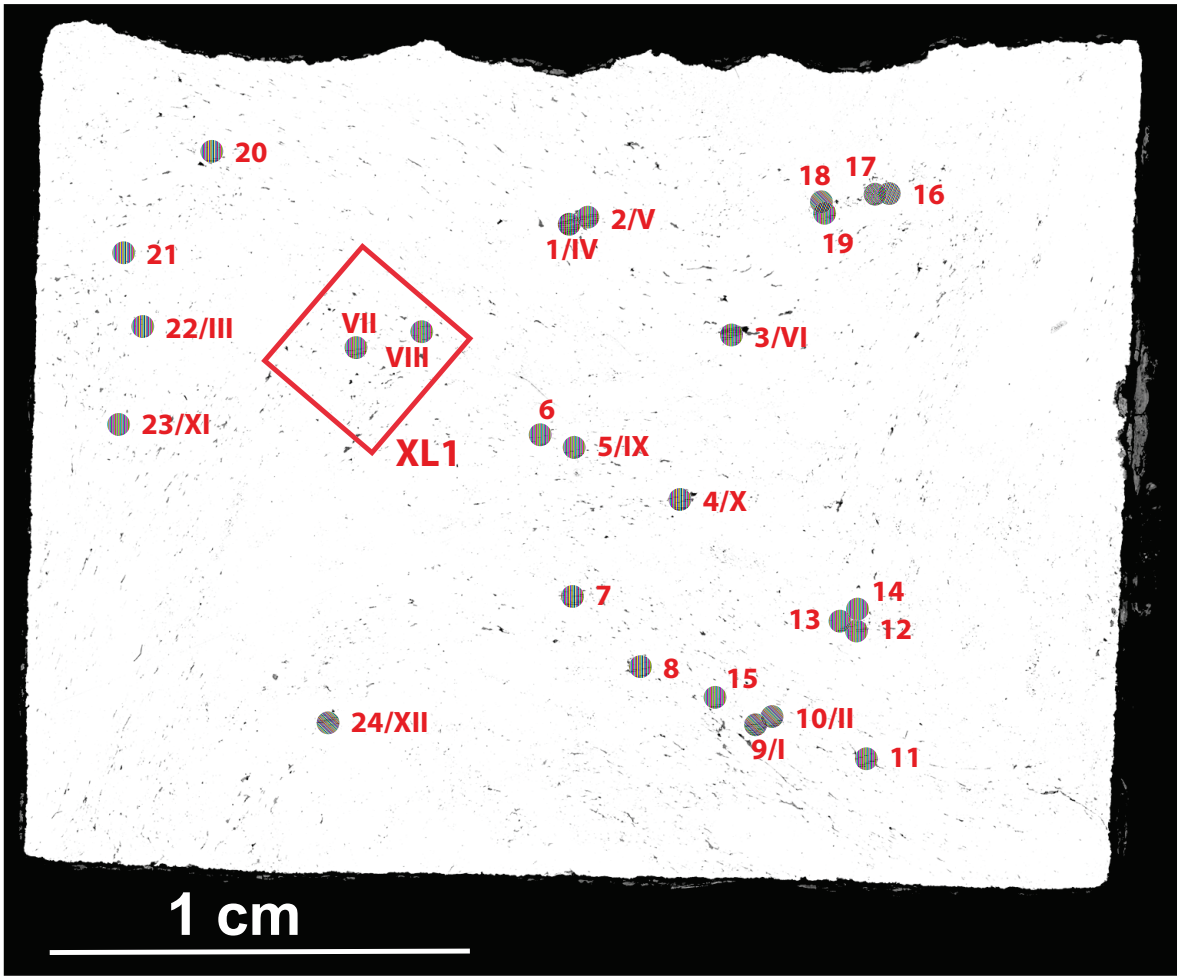
4

5

6

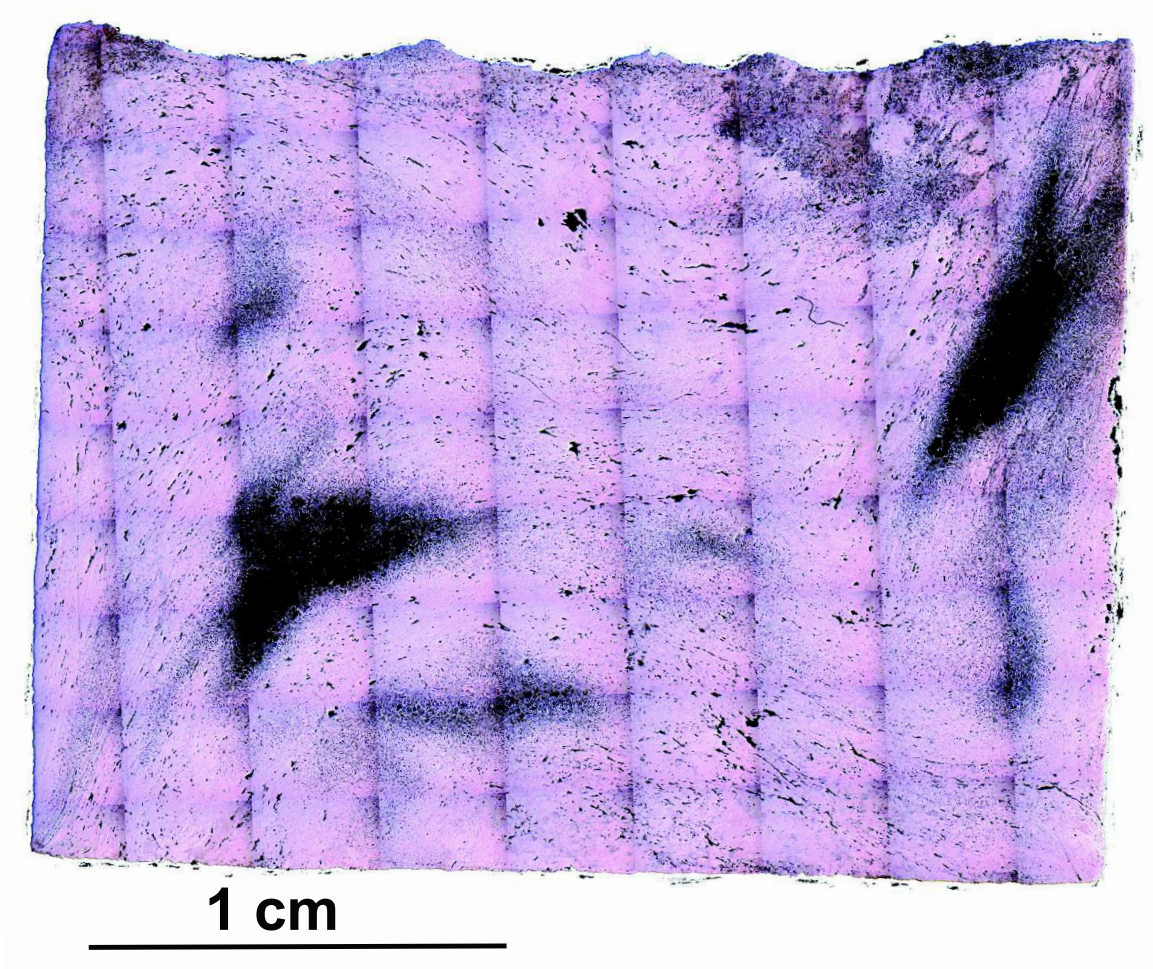
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT56E12

Catégorie : Objet

Masse : 700 g
Longueur : 240 mm
Largeur : 18 mm
Epaisseur : 15 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,4 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,030 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section carrée, avec des arêtes anguleuses et des surfaces régulières. Les tenons disposent chacun de trois crans réalisés sur leurs faces externes.

Structure du métal :

Le métal est compact, et ne comporte pas de porosités. Une fissure est visible, prenant naissance à l'un des angles. La structure du métal est très majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions variables. Il est possible de distinguer une alternance de bandes de gros et de petits grains. Quelques plages ferrito-perlitiques, peu carburées, sont visibles sur la section (Cliché **1**). Des marbrures sont par ailleurs observables au sein des structures ferritiques (**2**).

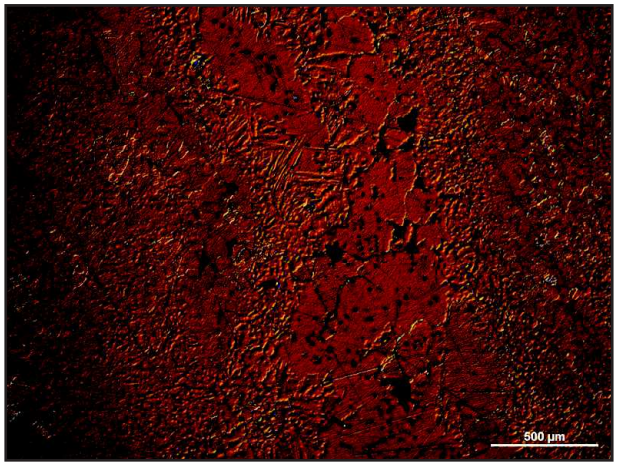
Inclusions :

La propreté inclusionnaire du métal est bonne. Les inclusions présentent des tailles et des formes diverses. Les plus importantes, trapues, présentent des formes irrégulières, ramifiées ou à appendices. Les inclusions de taille moyenne à petites apparaissent plutôt fines et allongées. Leur répartition au sein du métal est hétérogène, le centre de la section ainsi que l'un des angles apparaissent dénués d'inclusions (Cf. section *infra*).
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique cristallisée en fines lattes, au sein de laquelle se développent de fines dendrites de wüstite ainsi que de petits cristaux anguleux (hercynite) (**3**). Quelques inclusions monophasées sont localement visibles (**4** et **5**).

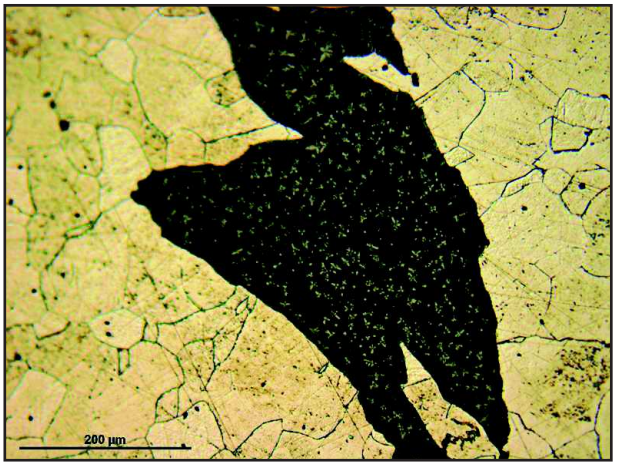
Conclusion partielle :

Le crampon est disposé sur la façade est, sous l'entablement formant la base de la terrasse de la tour.

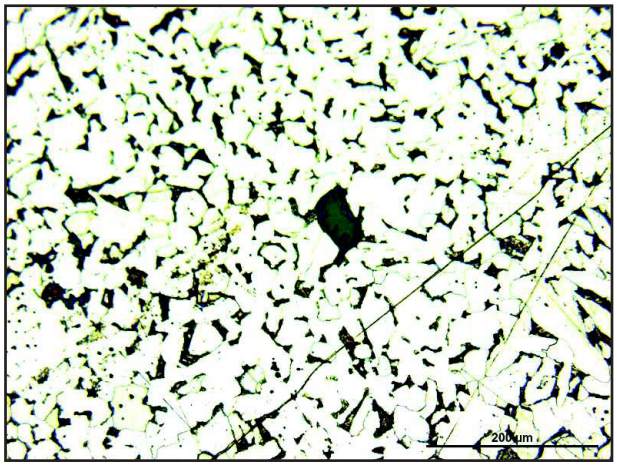
1



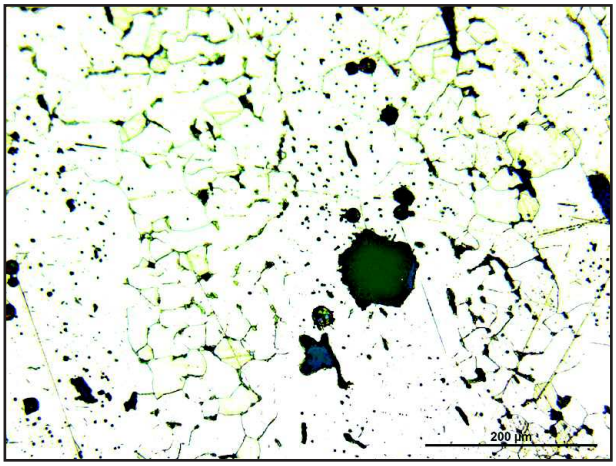
2



3



4

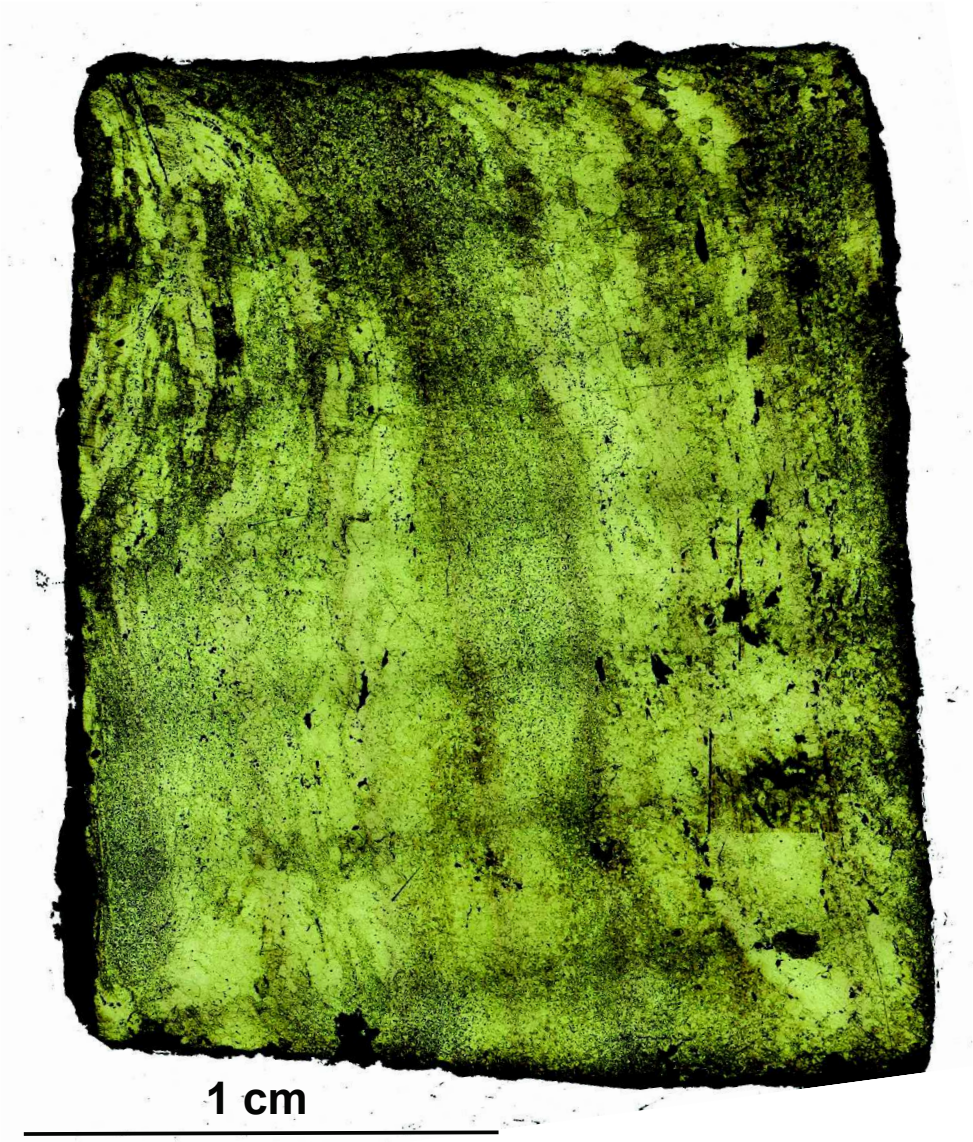


5

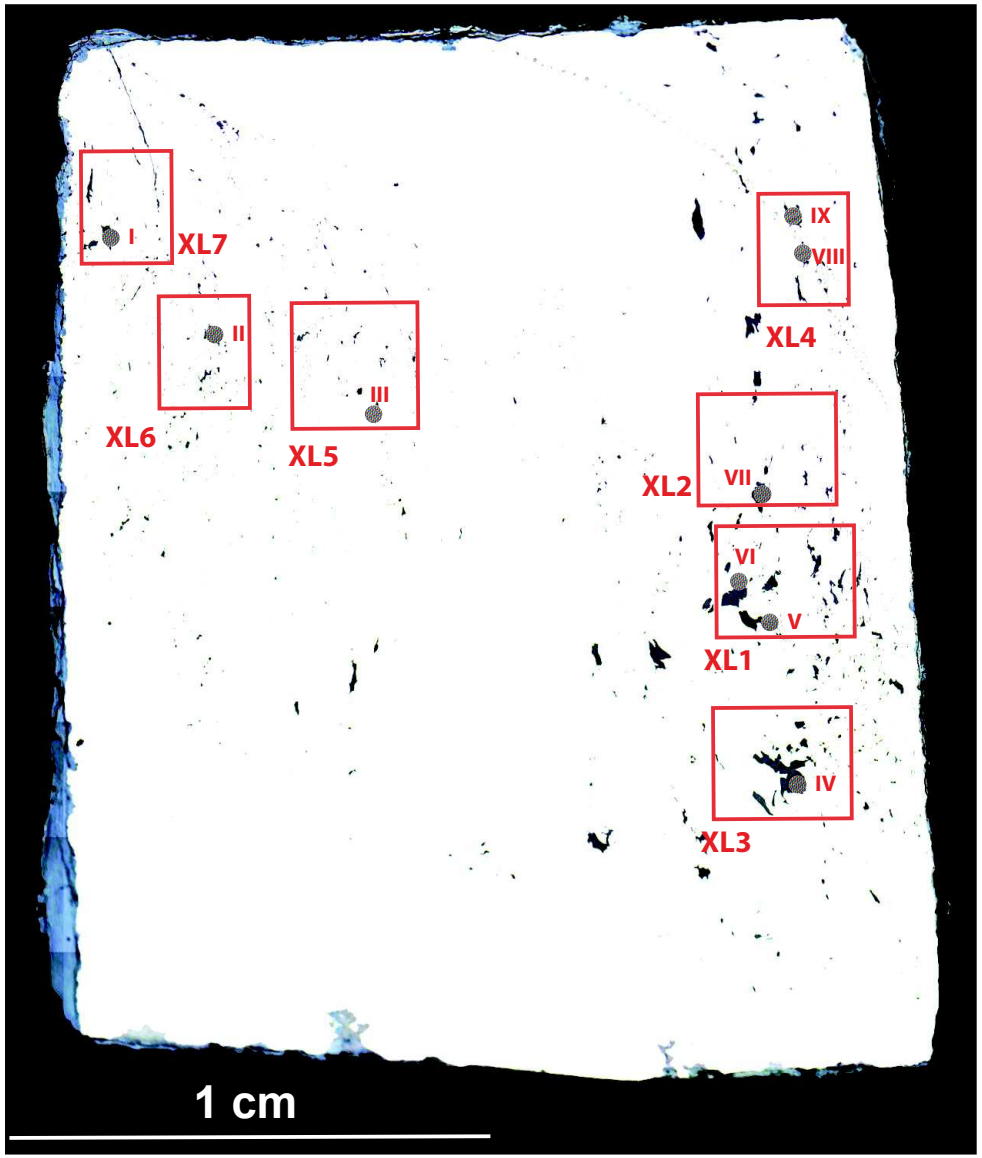
6

7

8



Attaque métallographique



Repérage des analyses chimiques

MUT56E13

Catégorie : Objet

Masse : 860 g
Longueur : 270 mm
Largeur : 18 mm
Epaisseur : 19 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,7 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,071 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section carrée, avec des arêtes anguleuses et des surfaces irrégulières. Les tenons disposent chacun de trois crans réalisés sur leurs faces externes.

Structure du métal :

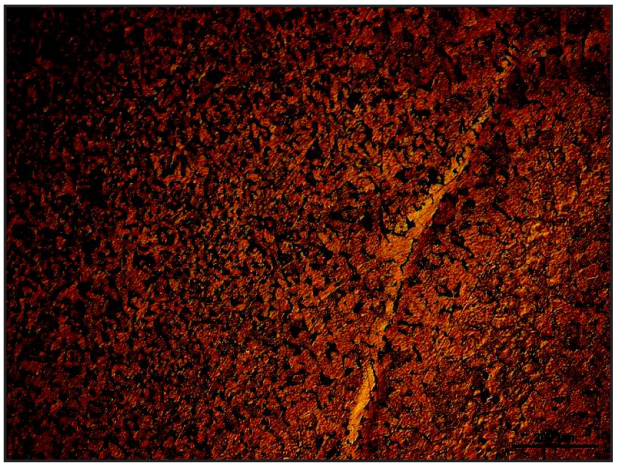
Le métal est compact, et ne comporte pas de porosités ni de fissures. La corrosion affecte le métal en périphérie. La structure est majoritairement ferritique. Il est possible de distinguer deux zones situées de part et d'autre d'une ligne de soudure (Cliché **1**). La première est composée presqu'exclusivement de ferrite à gros grains. La second comporte la très grande majorité des plages carburées (**2**). La structure est dans ce cas ferrito-perlitique, dont la teneur en carbone varie de 0,1 à 0,5 %.

Inclusions :

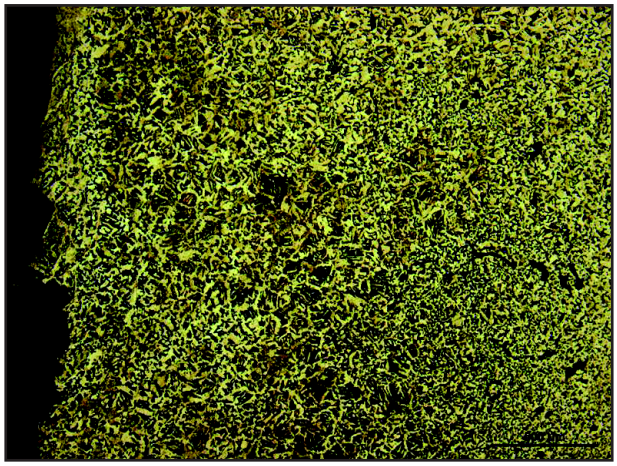
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne. Il est également possible deux distinguer les deux parties précitées. La première comprend la majorité des inclusions, dont les plus importantes en taille. Leur orientation semble souligner le travail de déformation du métal. La seconde comprend des inclusions de dimensions plus réduites, de forme trapue ou allongée.
La faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique cristallisée en lattes au sein de laquelle se développent des dendrites de wüstite et des cristaux anguleux (hercynite) (**3** et **4**). Localement, des groupes d'inclusions, formées presqu'exclusivement par ces seuls cristaux, sont visibles (**5**). Des inclusions à matrice vitreuse sont localisées dans les zones carburées (**6**).

Conclusion partielle :

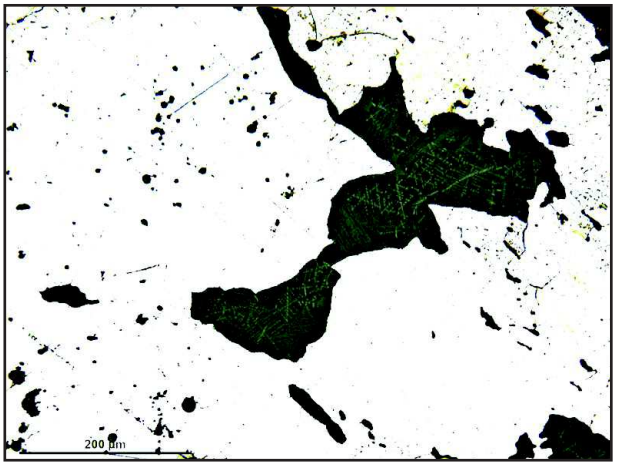
Le crampon est disposé sur la façade est, sous l'entablement formant la base de la terrasse de la tour.



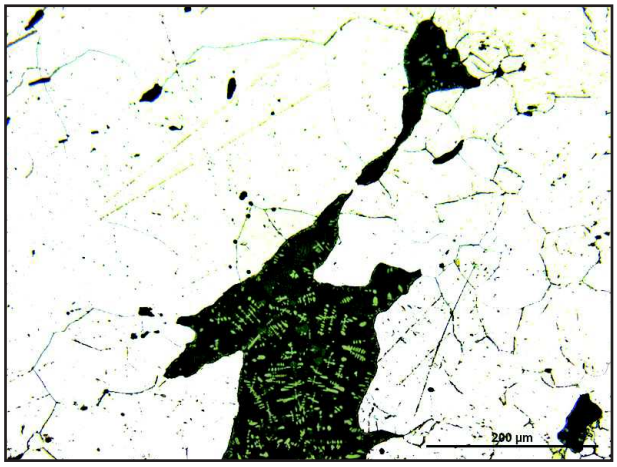
1



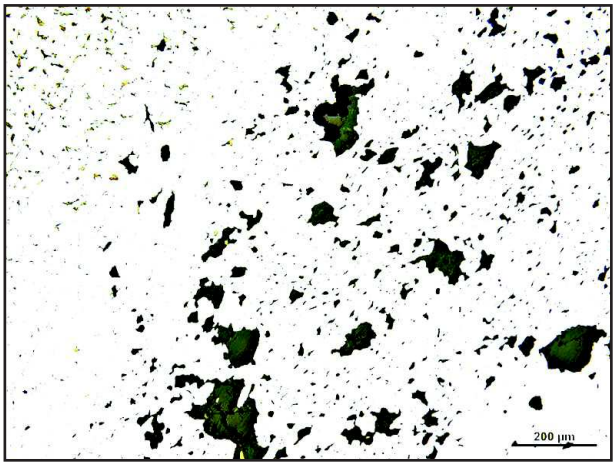
2



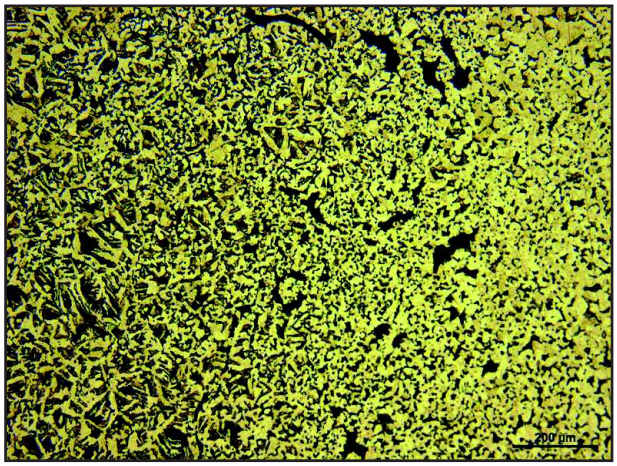
3



4



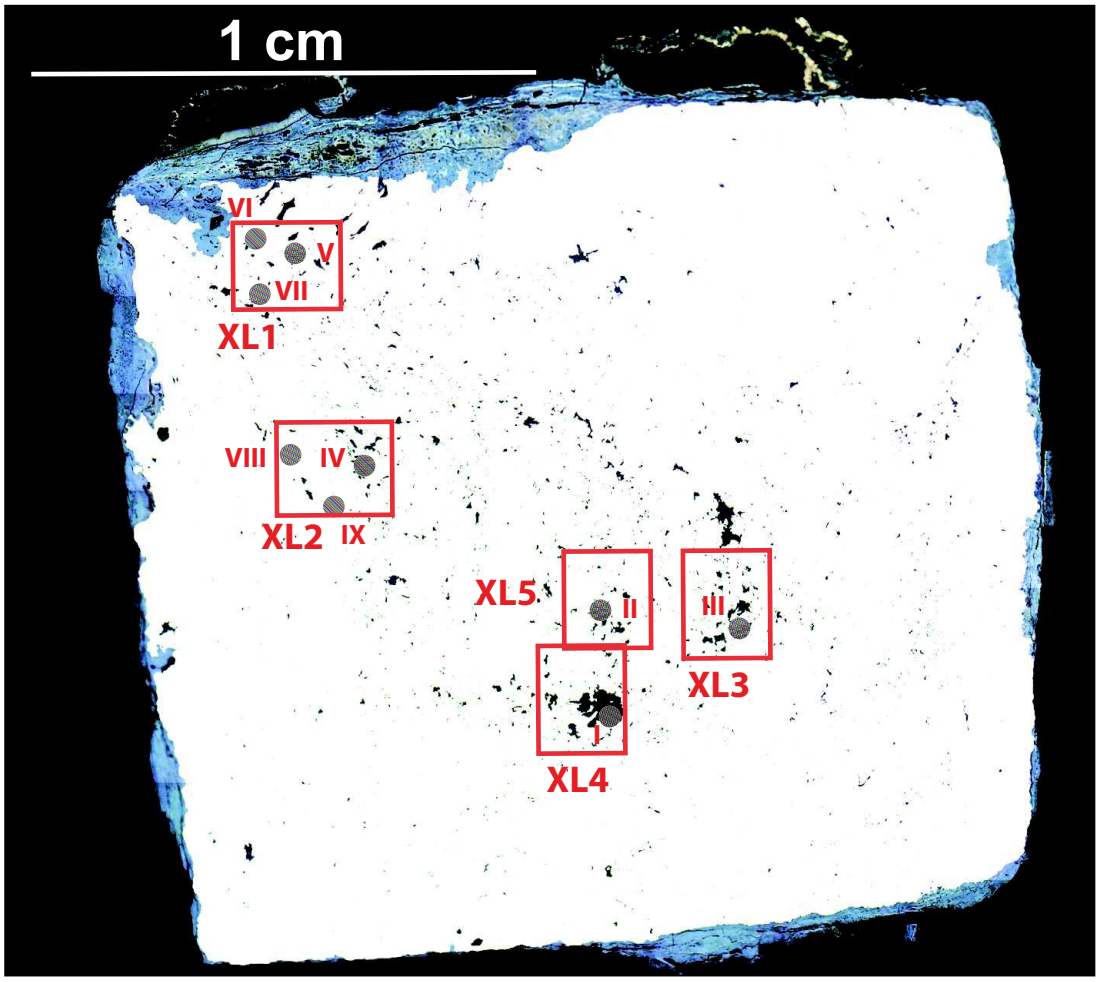
5



6

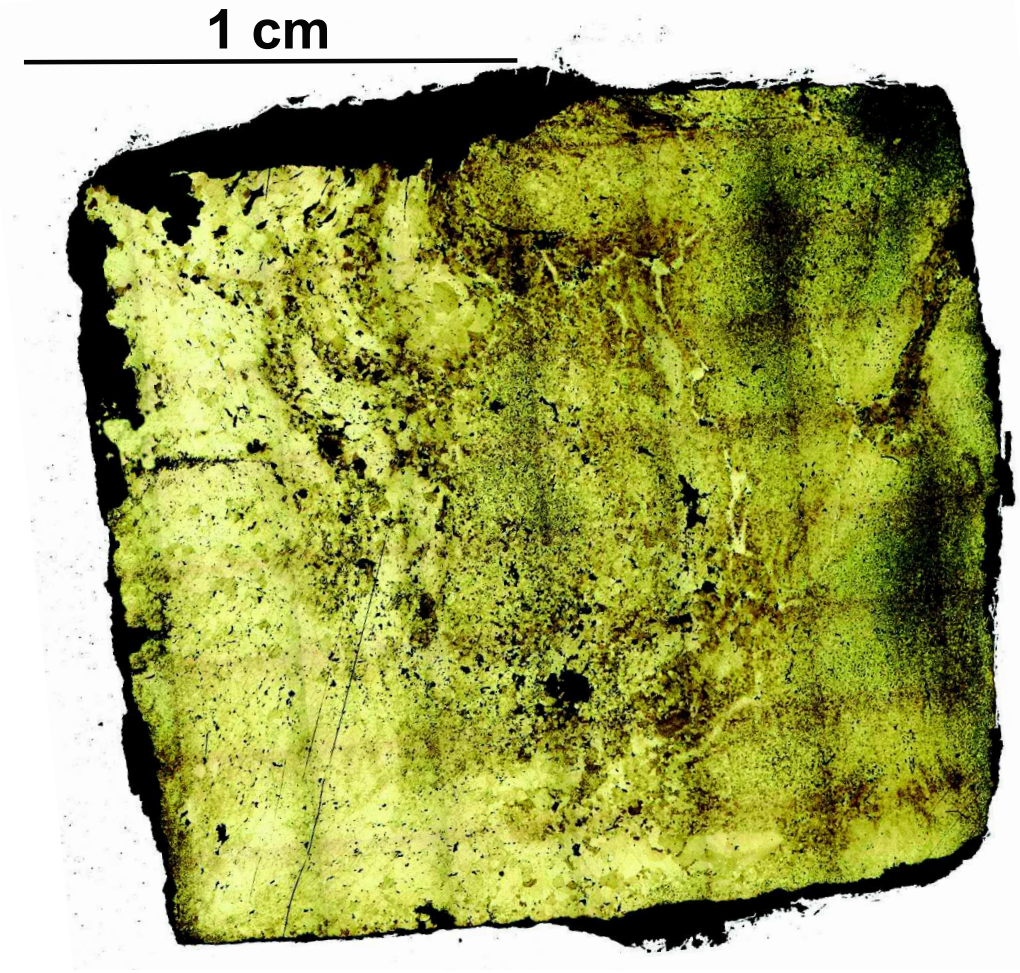
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT56E17

Catégorie : Objet

Masse : 2420 g
Longueur : 440 mm
Largeur : 26 mm
Epaisseur : 22 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,038 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section carrée, avec des arêtes anguleuses et des surfaces régulières. Les tenons disposent chacun de trois crans réalisés sur leurs faces externes.

Structure du métal :

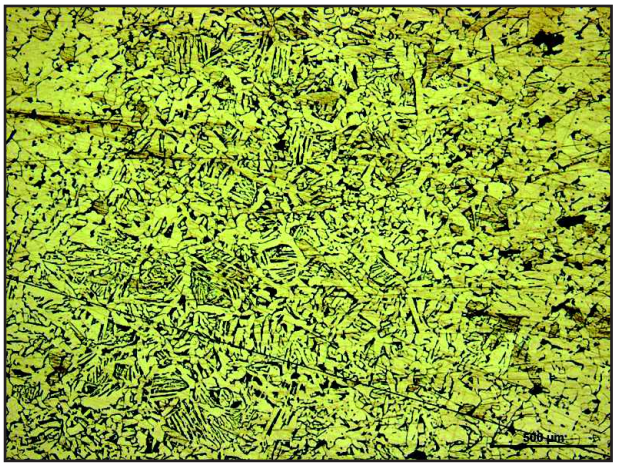
Le métal est compact, et ne comporte ni porosités ni fissures. La structure est majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions homogènes. Quelques plages carburées, ferrito-perlitiques, sont observables sur la section (0,1 à 0,3 % C) (Cliché **1**). Une petite zone apparaît plus fortement carburée, à 0,6 % C.

Inclusions :

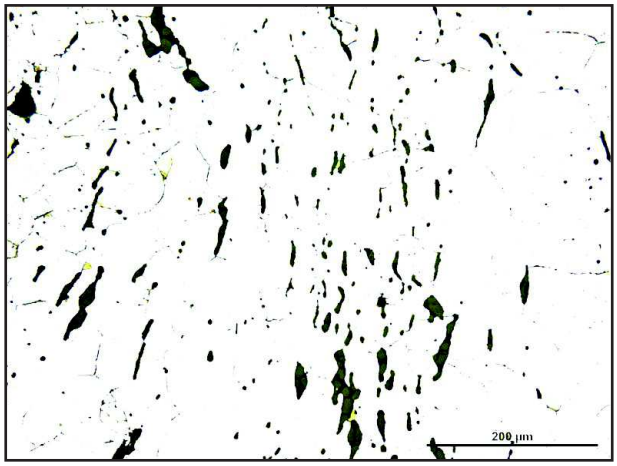
La propreté inclusionnaire du métal est bonne. Les inclusions sont réparties de manière hétérogène au sein du métal. La plupart sont fines et allongées (**2**). Elles montrent toutes des dimensions petites à moyennes. La plupart montrent une orientation préférentielle et forment des alignements, soulignant le travail de déformation du métal (**2** et **3**).
Le faciès minéralogique majoritaire se caractérise par une matrice à fine cristallisation au sein de laquelle se développe de la wüstite sous forme de globules (**4** et **5**). Au sein des plages carburées, les inclusions présentent une matrice vitreuse ou amorphe (**6**).

Conclusion partielle :

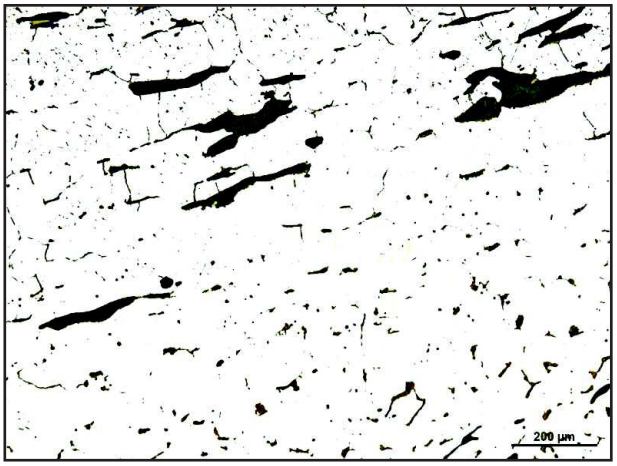
Le crampon est disposé sur le gable de l'abat-son est de la tour.



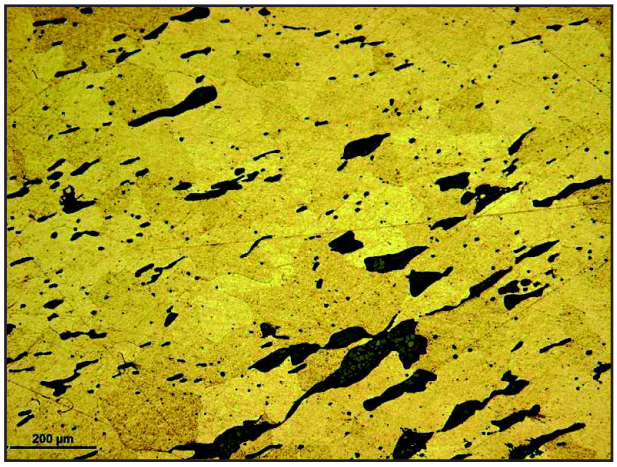
1



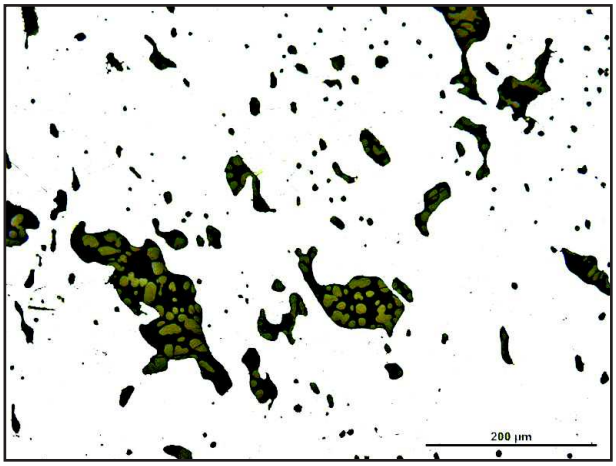
2



3



4

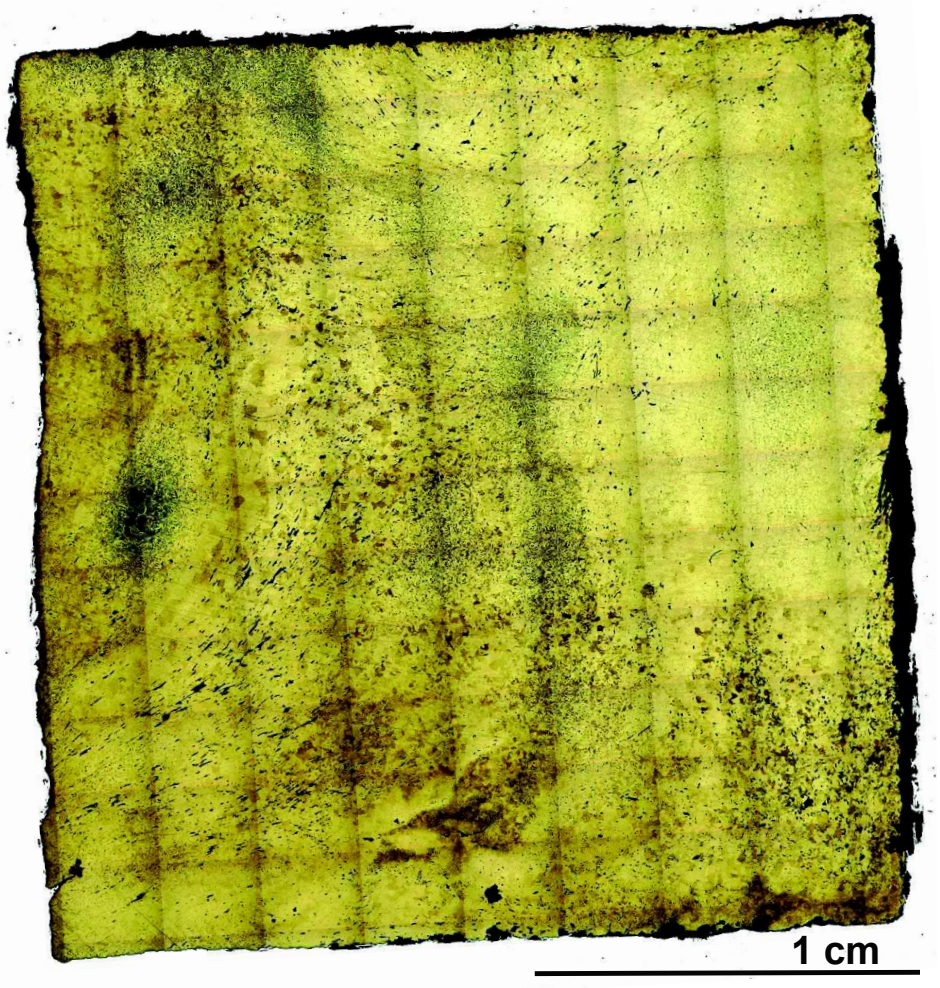


5

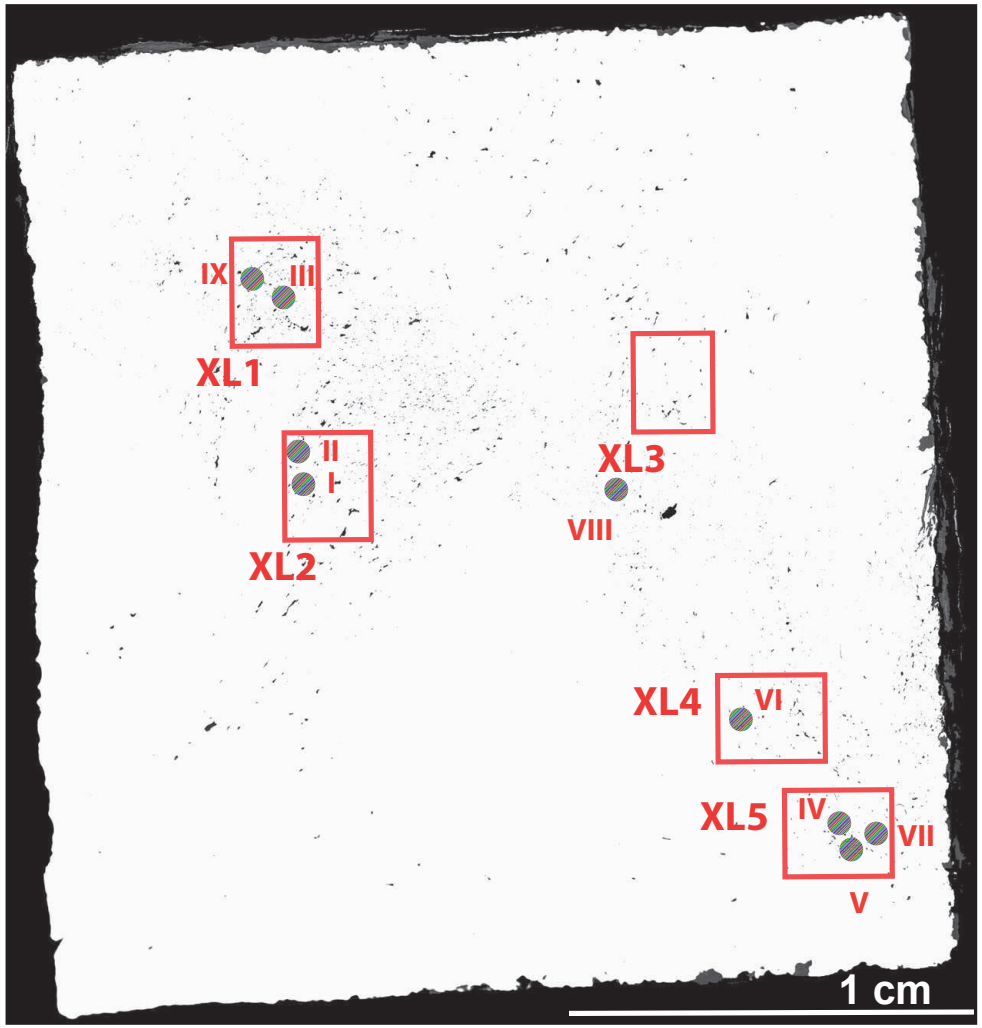
6

7

8



Attaque métallographique



Repérage des analyses chimiques

MUT56E18

Catégorie : Objet

Masse : 3340 g
Longueur : 530 mm
Largeur : 34 mm
Epaisseur : 22 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 0,5 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,191 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section rectangulaire, avec des arêtes anguleuses et des surfaces régulières. Les tenons disposent chacun de trois crans réalisés sur leurs faces externes.

Structure du métal :

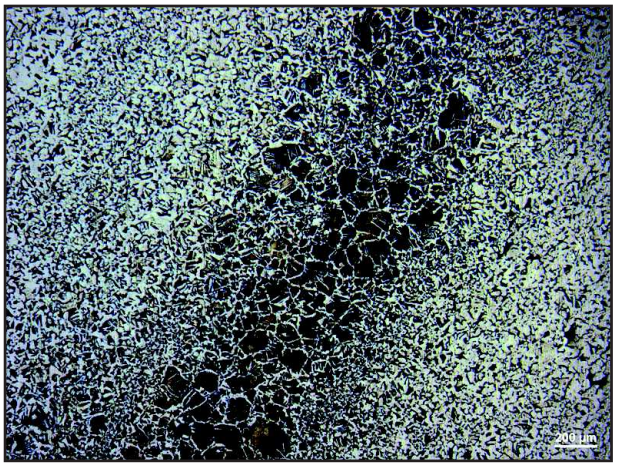
Le métal est compact, et ne comporte ni porosités ni fissures. 45% de la surface présente une structure ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions homogènes. 45% de la surface présente une structure ferrito-perlitique, dont la teneur en carbone varie entre 0,1 et 0,5 % de C. Un dixième de la surface enfin est occupé par des plages fortement carburées (de 0,6 % C à l'eutectoïde) (Cliché **1**). La répartition de ces plages ne semble par organisée. Très localement, il est toutefois possible d'observer une alternance de bandes plus ou moins carburées (**2**).

Inclusions :

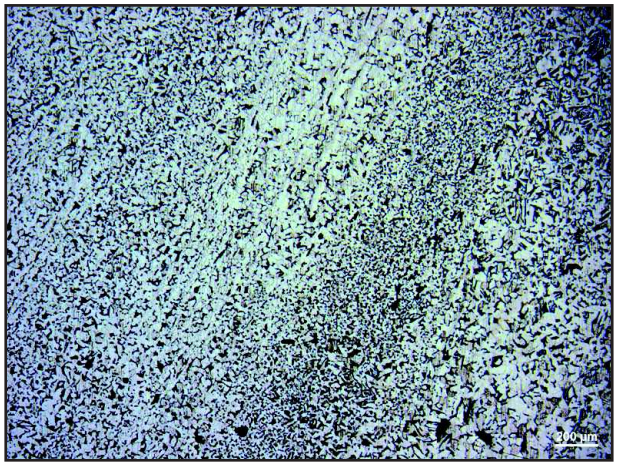
La propreté inclusionnaire du métal est excellente. Les inclusions sont de dimensions réduites. La plupart sont fines. Leur répartition au sein du métal est hétérogène. Elles sont très majoritairement situées dans les structures ferritiques.
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique cristallisée en fines lattes (**3** et **4**). La plupart comportent également de la wüstite, sous la forme de globules (**5**).

Conclusion partielle :

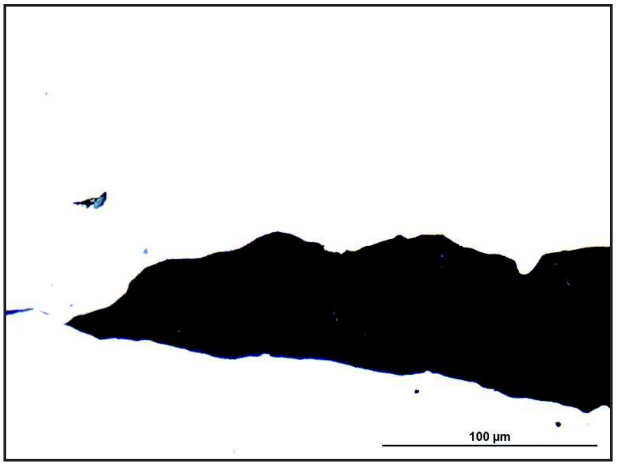
Le crampon est disposé sur le gable de l'abat-son est de la tour.



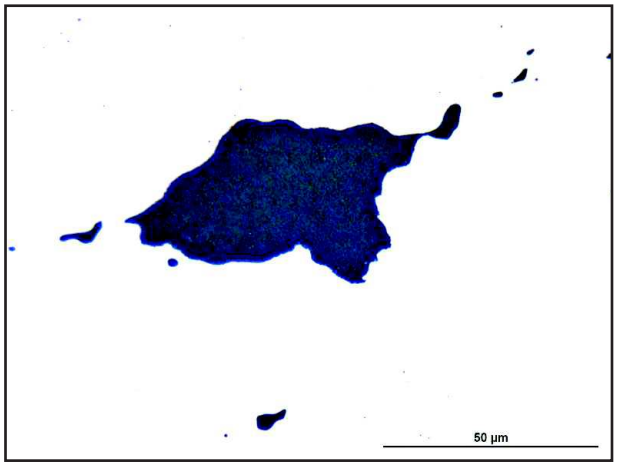
1



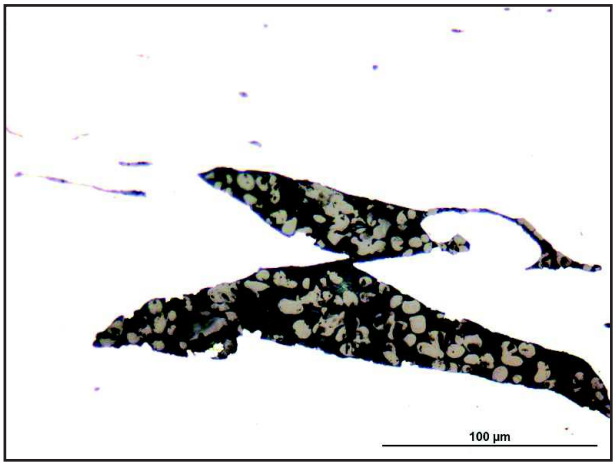
2



3



4

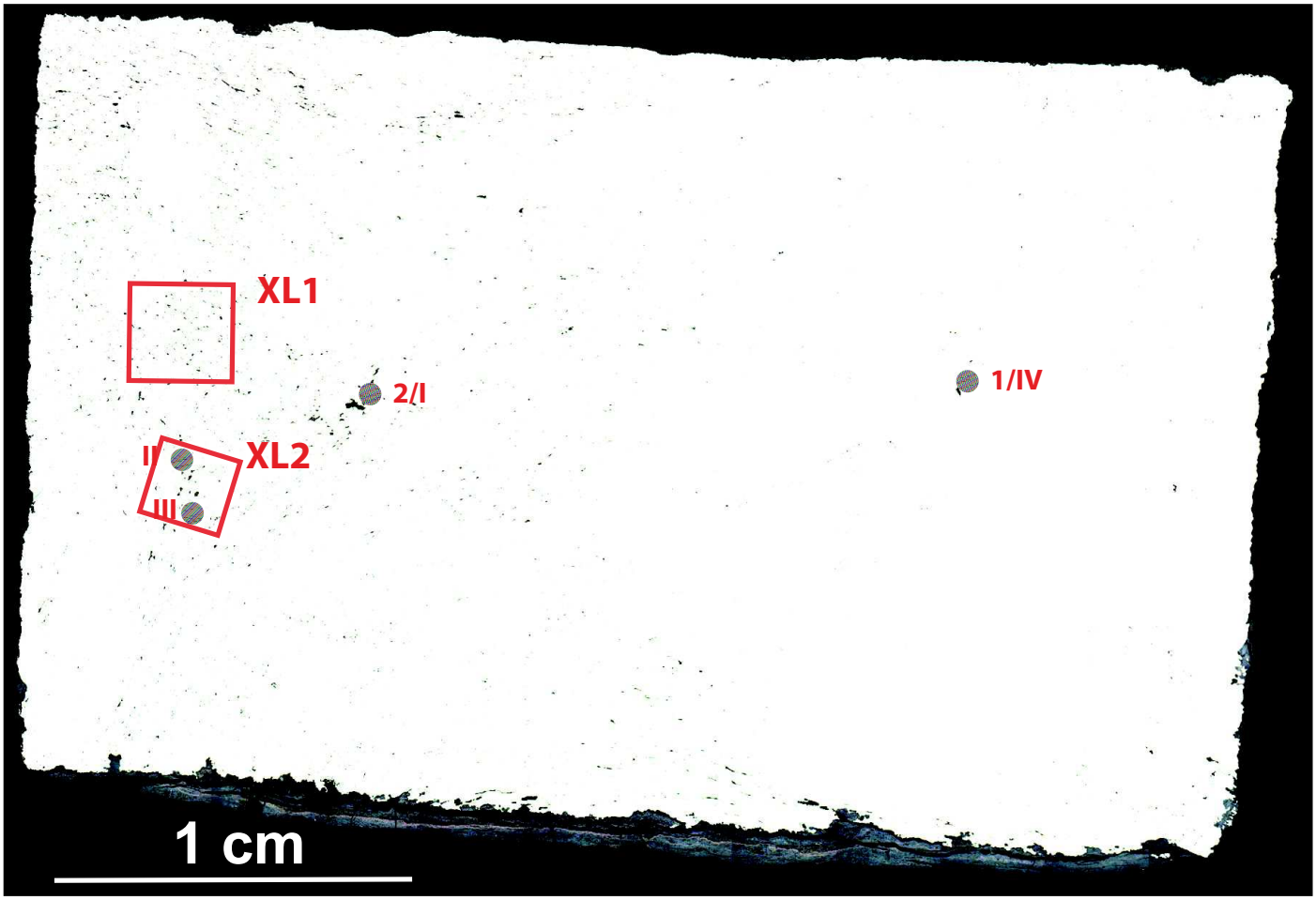


5

6

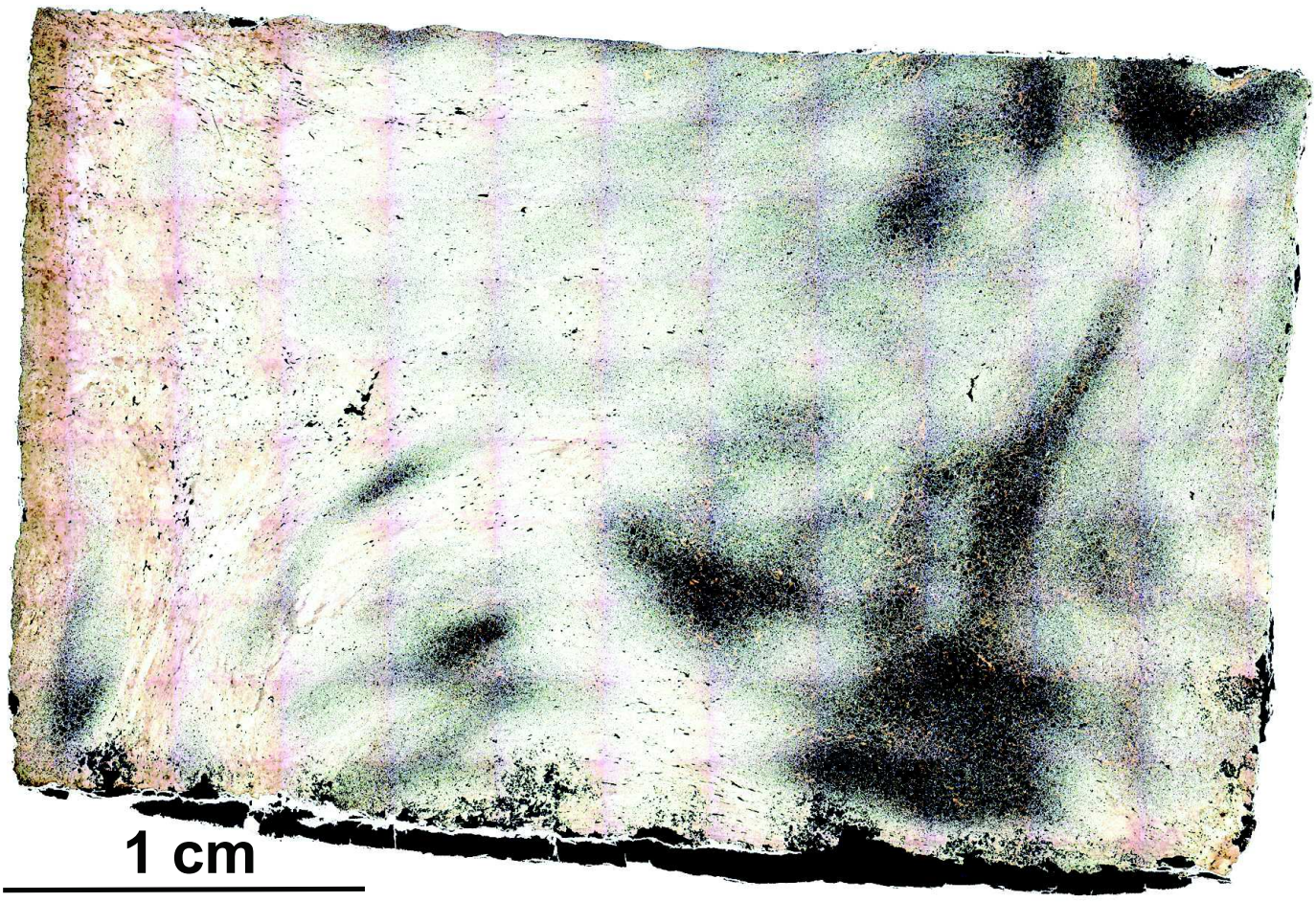
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT56E23

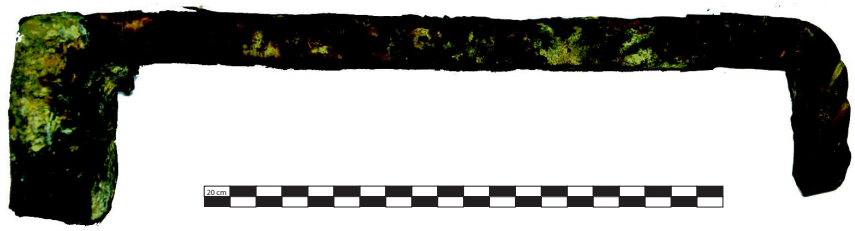
Catégorie : Objet

Masse : 1390 g
Longueur : 315 mm
Largeur : 18 mm
Epaisseur : 18 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit final

Propreté inclusionnaire : 1,9 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,037 %

Remarque(s) :



Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section carrée, avec des arêtes anguleuses et des surfaces irrégulières. Les tenons disposent chacun de trois crans réalisés sur leurs faces externes.

Structure du métal :

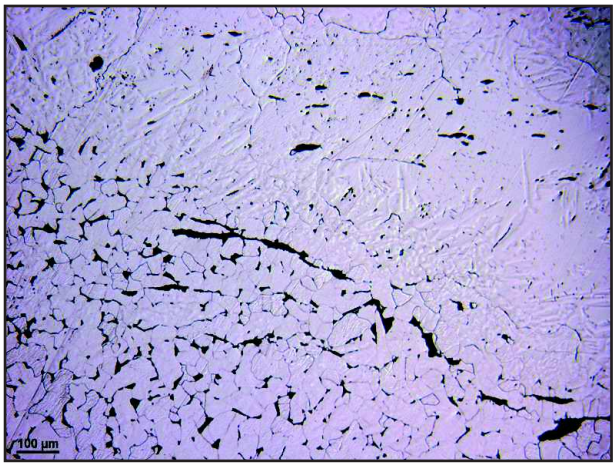
Le métal est compact, et ne comporte pas de fissures. Une porosité est visible au centre de la section. La structure du métal est majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions variables. Les différences de taille des grains mettent en évidence une structure en bandes (Cliché **1**). Quelques plages ferrito-perlitiques, faiblement carburées (de 0,1 à 0,3 % C), sont également observables. Une soudure en biseau est visible sur la section (Cf. section *infra* ; Clichés **1** à **3**). Des marbures sont visibles au sein des structures ferritiques.

Inclusions :

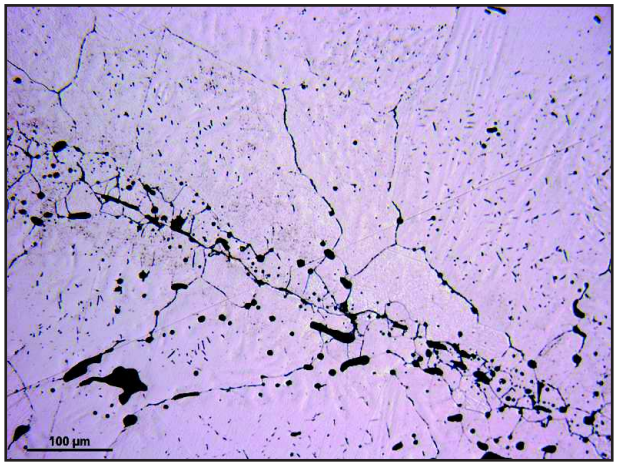
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne. Les inclusions présentent des tailles et des formes diverses. Les plus importantes, trapues, présentent des formes irrégulières, à appendices. Les inclusions de taille moyenne à petite apparaissent plutôt fines et allongées. La majorité des inclusions forment des ensembles et alignements soulignant le travail de déformation du métal.
Deux faciès minéralogiques dominent. Le premier se caractérise par une matrice amorphe (**4**). Les inclusions peuvent contenir des cristaux aux contours arrondis, de fins cristaux en bâtonnets (**5**), ou de petits cristaux circulaires (**6**). Ces inclusions sont présentes majoritairement au sein des zones carburées. Le second faciès s'en distingue par une matrice fayalitique comportant de la wüstite.

Conclusion partielle :

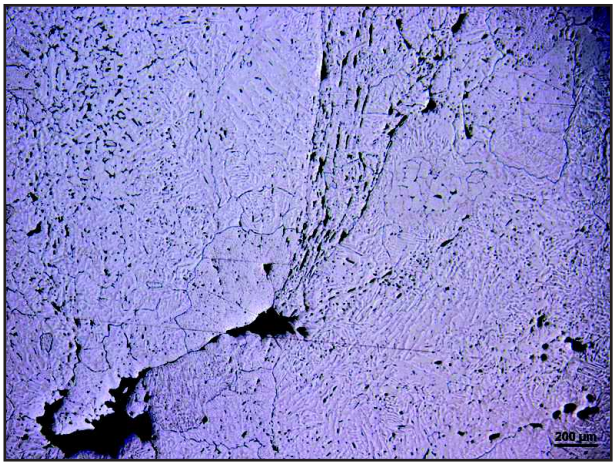
Le crampon est disposé sur la façade est, sous l'entablement formant la base de la terrasse de la tour.


100 µm

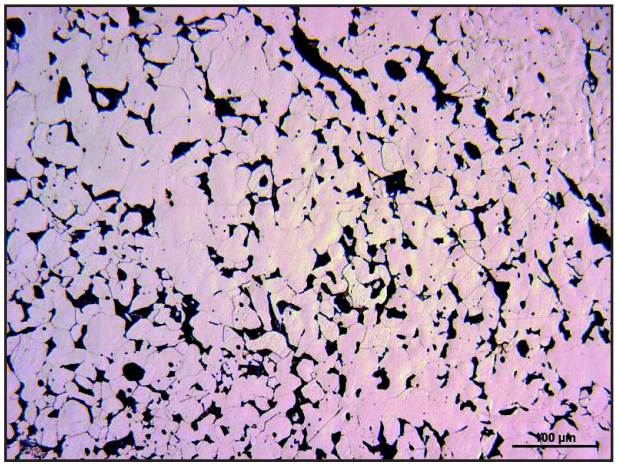
1


100 µm

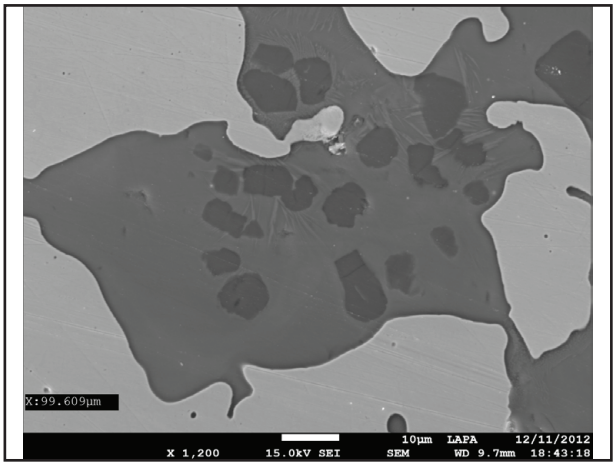
2


200 µm

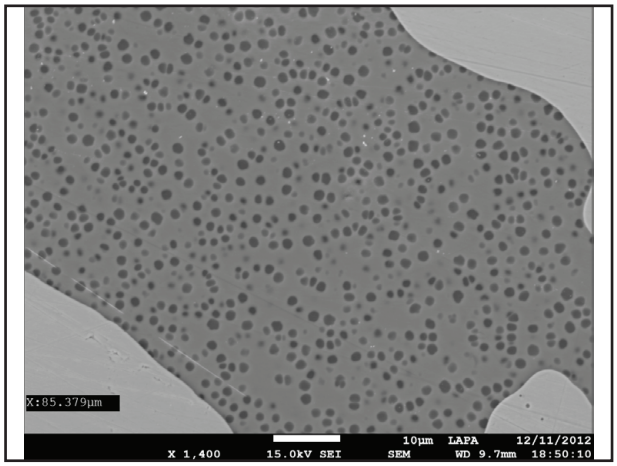
3


100 µm

4


X:99.609µm
X 1,200 15.0kV SEI 10µm LAPA 12/11/2012
SEM WD 9.7mm 18:43:18

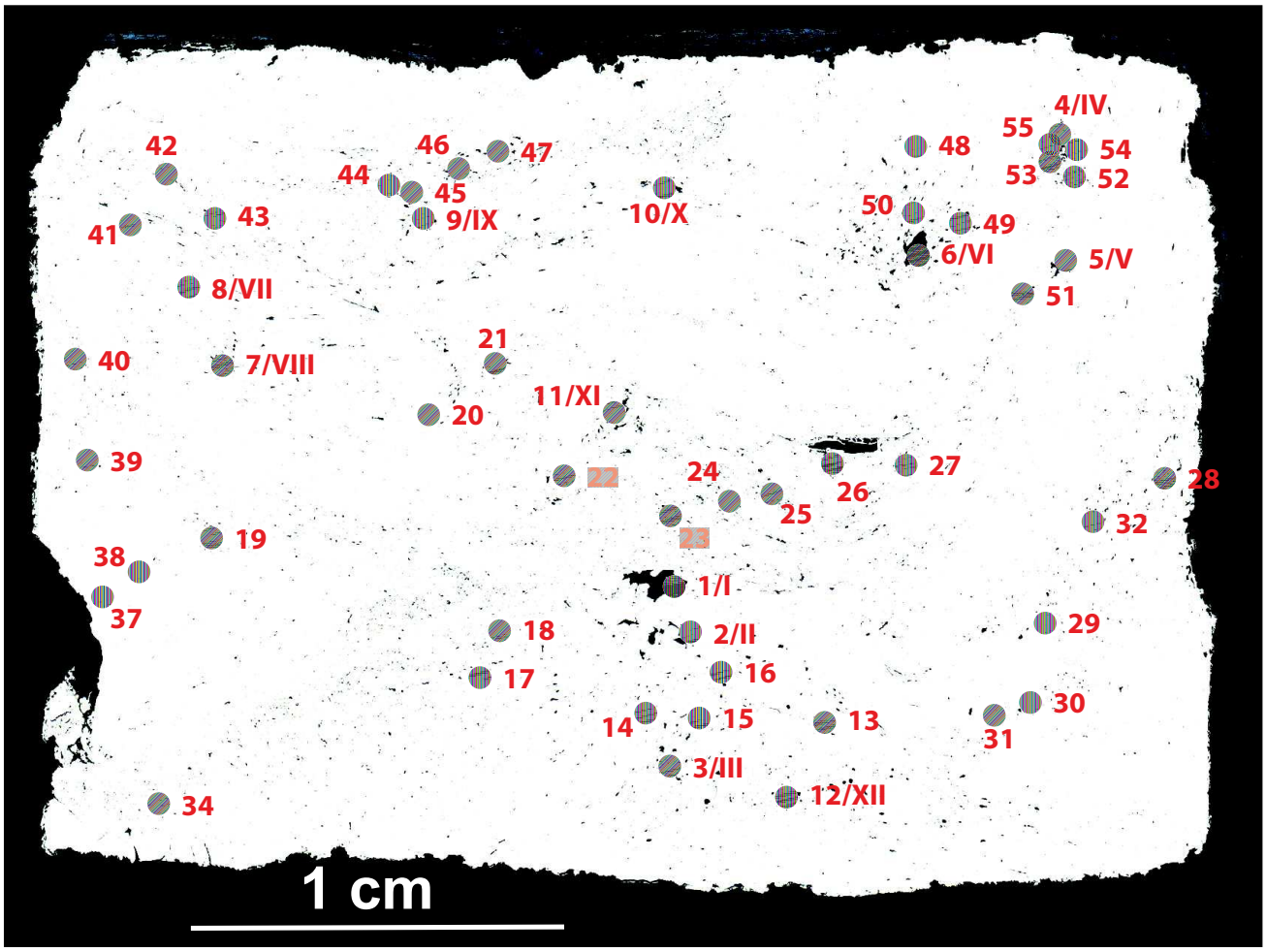
5


X:85.379µm
X 1,400 15.0kV SEI 10µm LAPA 12/11/2012
SEM WD 9.7mm 18:50:10

6

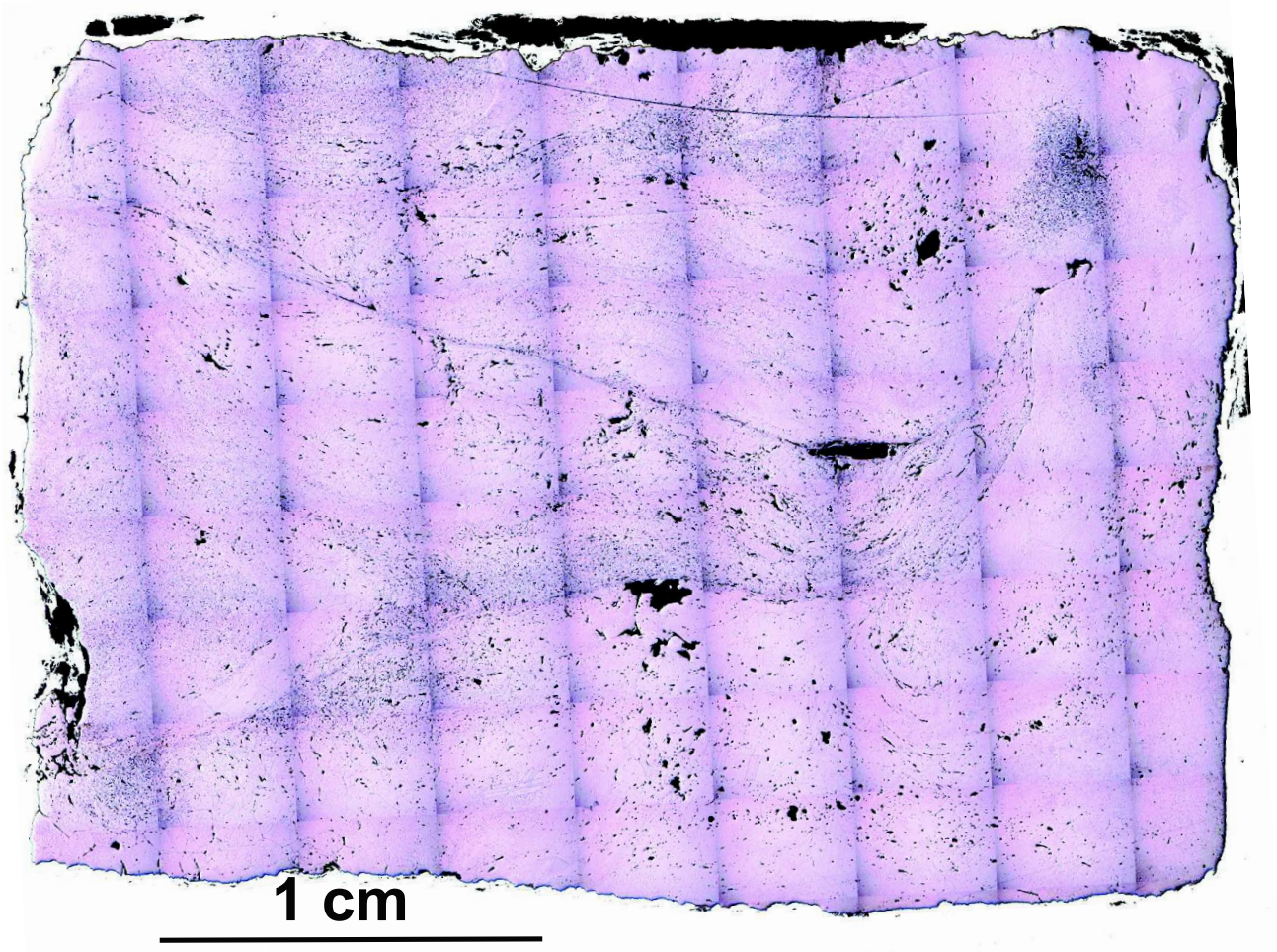
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT56N10

Catégorie : Objet

Masse : 1070 g
Longueur : 310 mm
Largeur : 30 mm
Epaisseur : 12 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit final

Propreté inclusionnaire : 3,6 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,02 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section rectangulaire, avec des arêtes anguleuses et des surfaces régulières. Les tenons disposent chacun de deux crans réalisés sur leurs faces internes et externes.

Structure du métal :

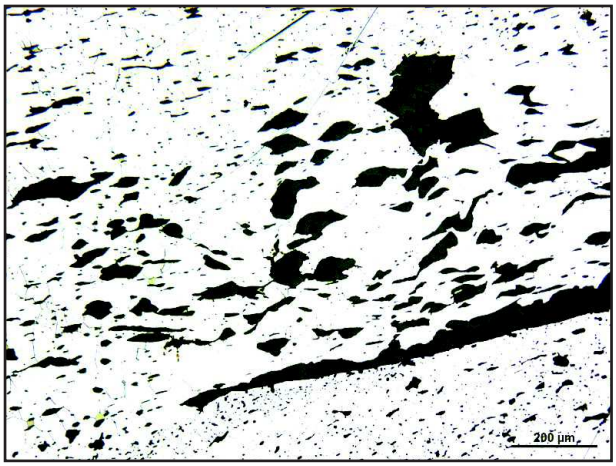
Le métal est compact, et ne comporte pas de porosités. Quelques fissures, débouchant sur les surfaces et comblées par des produits de corrosion (Cliché **1**), sont observables. La structure est totalement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des tailles variables. Les différences de dimensions mettent en évidence une structure en bandes (Cf. section *infra*).

Inclusions :

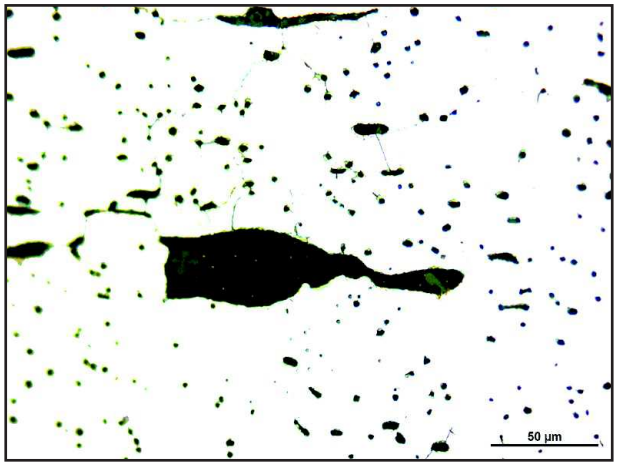
La propreté inclusionnaire du métal est médiocre. Les inclusions présentent des tailles et des formes diverses. Les plus importantes sont visibles au centre de la section. La majorité des inclusions présentent une orientation préférentielle, parallèle aux grandes surfaces, et forment des alignements. De nombreuses inclusions pulvérisées, de forme circulaire, sont également visibles (**2**).
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique, cristallisée en fines lattes (**3**). Dans la majorité des cas, de la wüstite se développe, sous forme de globules (**4**) ou de dendrites (**5**).

Conclusion partielle :

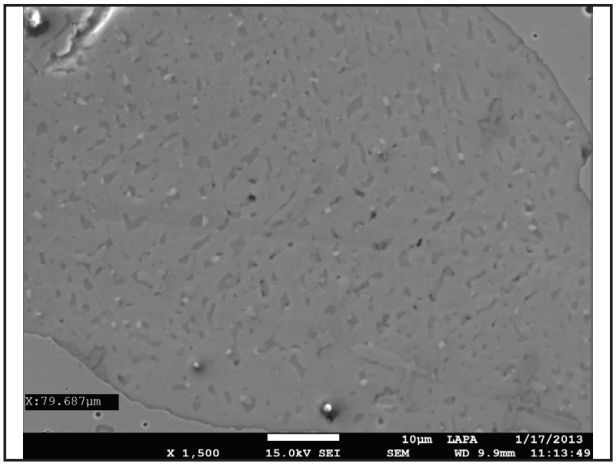
Le crampon est disposé sur le gable de l'abat-son nord de la tour.


200 µm

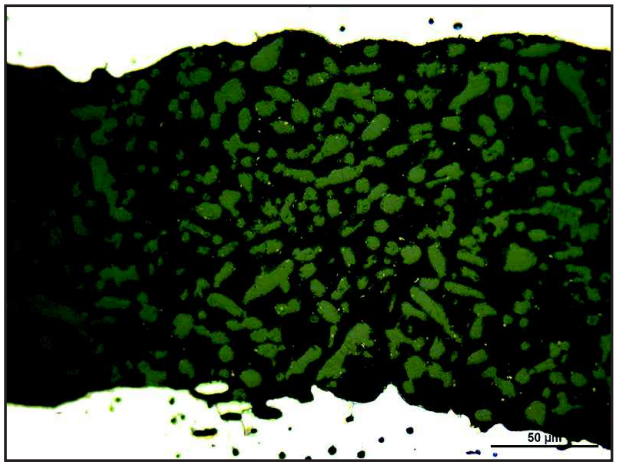
1


50 µm

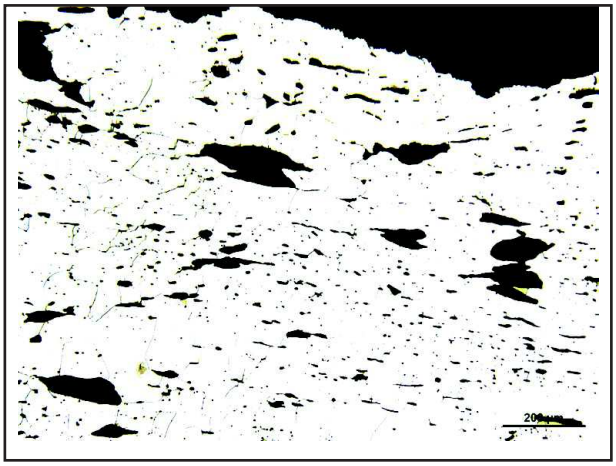
2


X:79.687µm
X 1,500 15.0kV SEI 10µm LAPA 1/17/2013
SEM WD 9.9mm 11:13:49

3


50 µm

4

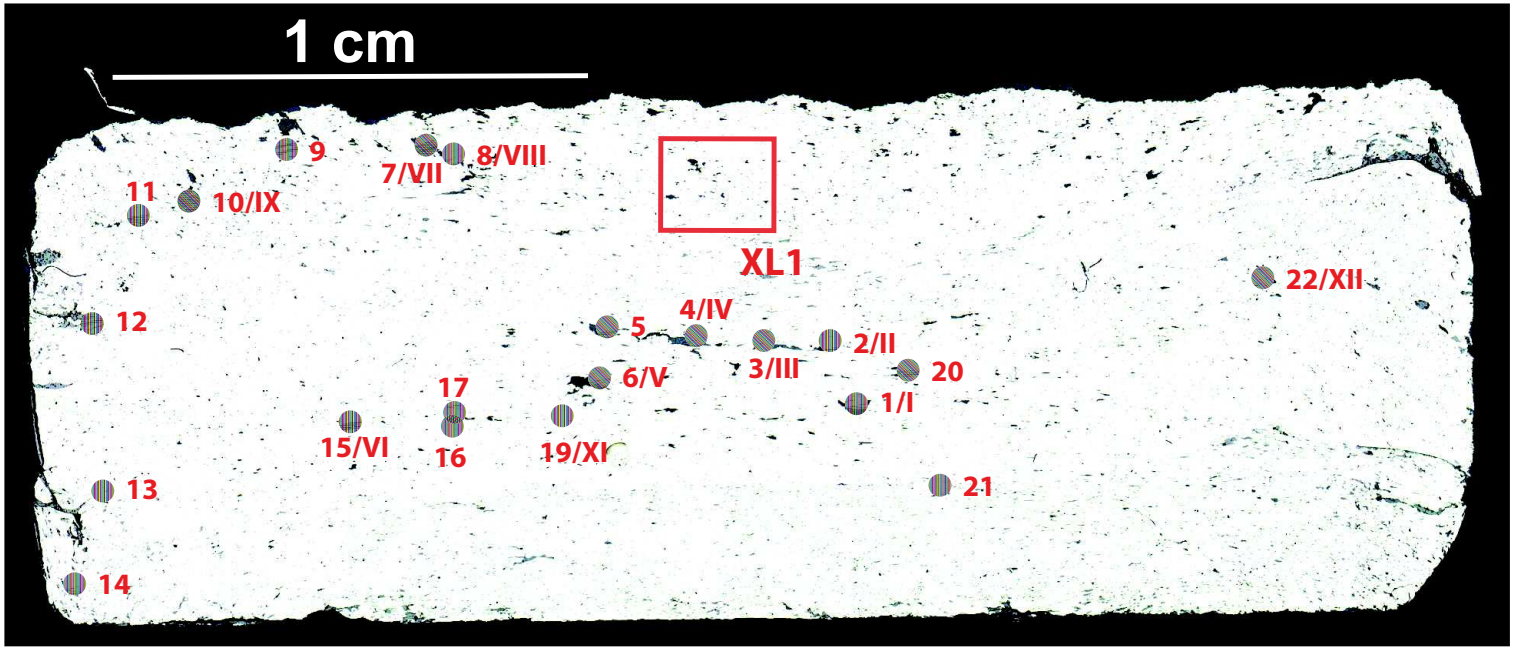


5

6

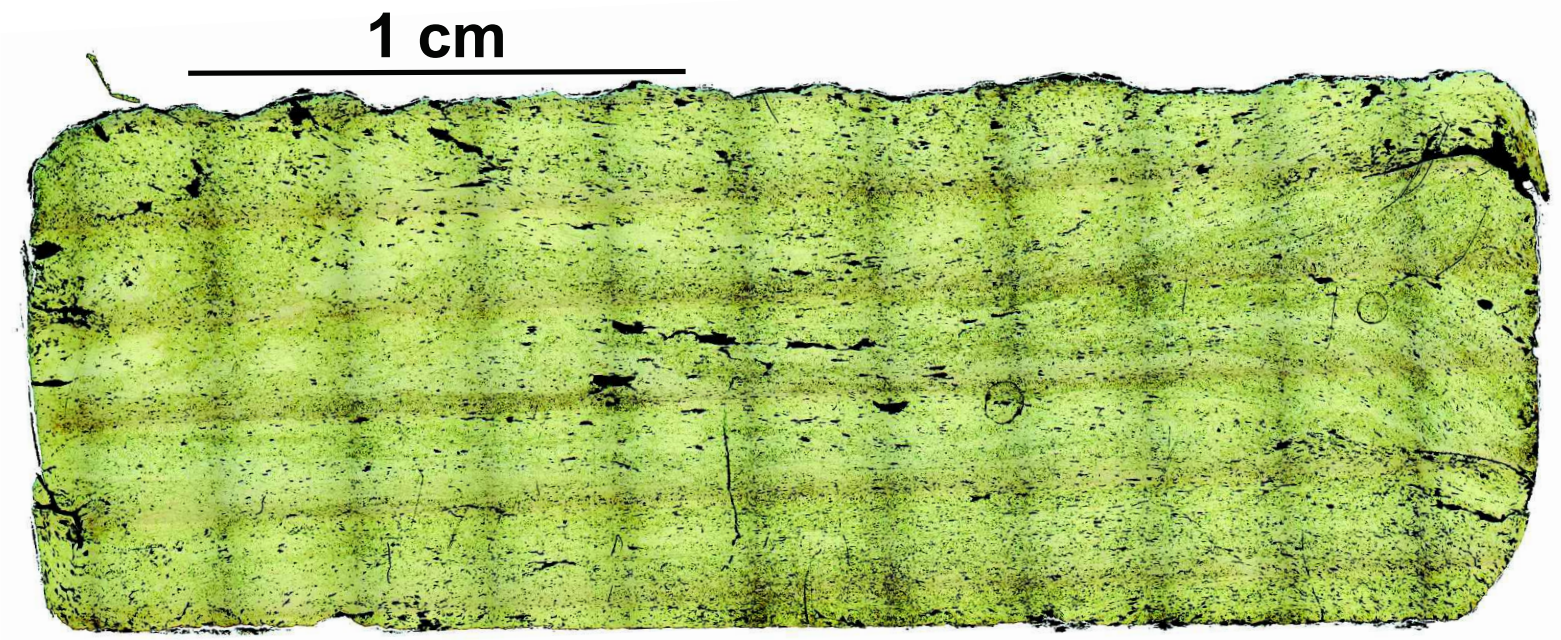
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT56N11

Catégorie : Objet

Masse : 1120 g
Longueur : 310 mm
Largeur : 31 mm
Epaisseur : 11 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 4,3 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,02 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section rectangulaire, avec des arêtes anguleuses et des surfaces régulières. Les tenons disposent chacun de deux crans réalisés sur leurs faces internes et externes.

Structure du métal :

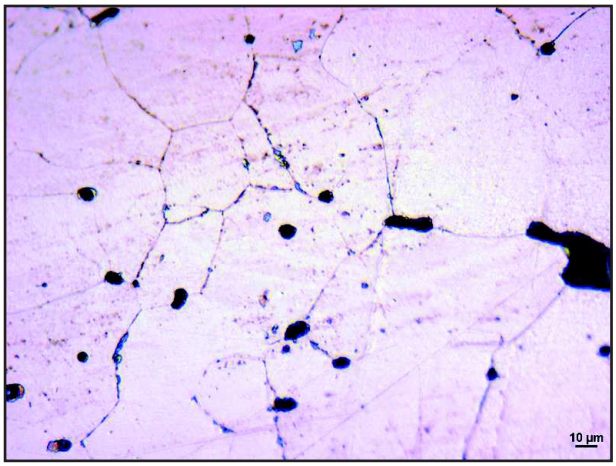
Le métal est compact, et ne comporte ni porosités ni fissures. La structure est exclusivement ferritique. La taille des grains , équiaxes, varie de quelques dizaines à quelques centaines de microns. Des marbures sont localement visibles (Cf. section *infra ;* **3**).

Inclusions :

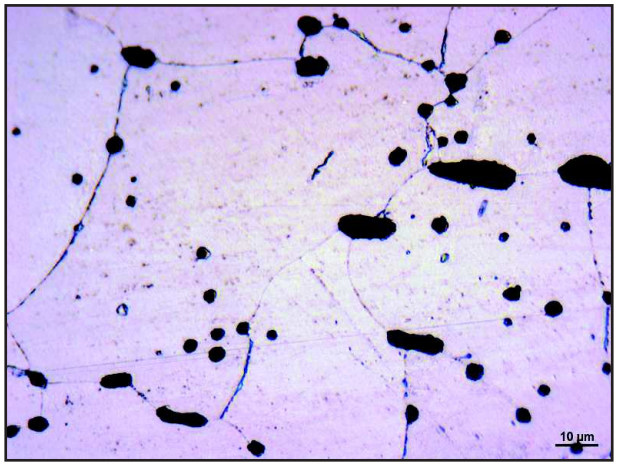
La propreté inclusionnaire du métal est mauvaise. La taille et la forme des inclusions sont variables. Les plus importantes sont trapues, de forme irrégulière avec appendices, et des contours anguleux. Une inclusion plurimillimétrique est visible sur la section. Le métal comporte également de très nombreuses inclusions pulvérisées, de taille micrométrique (Clichés **1** et **2**).
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique cristallisée en fines lattes (**3**) au sein de laquelle se développent des dendrites et des globules de wüstite ainsi que, plus localement, de fins cristaux en bâtonnets (**4**).

Conclusion partielle :

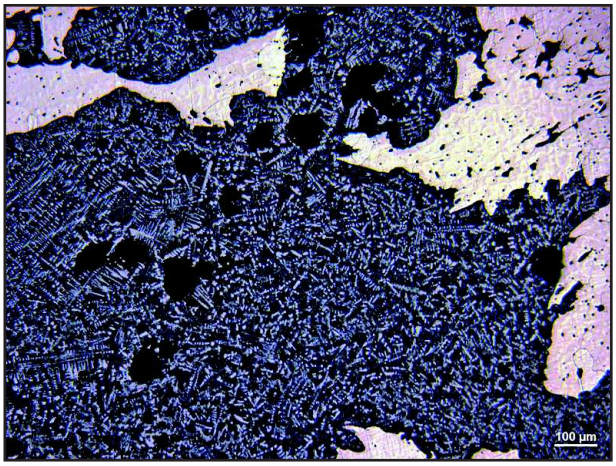
Le crampon est disposé sur le gable de l'abat-son nord de la tour. L'aspect de surface du crampon suggère qu'il a été mis en forme par laminage.



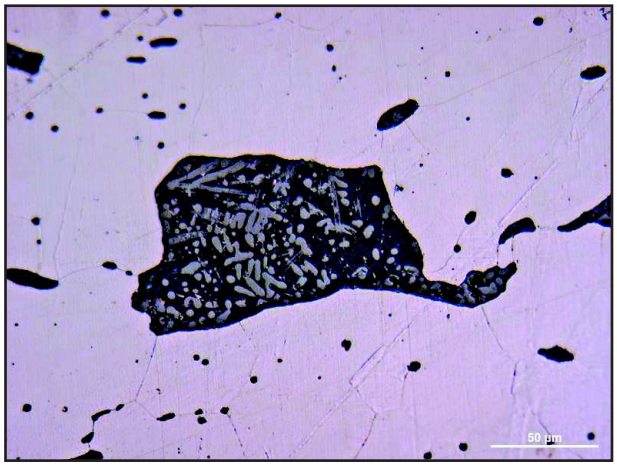
1



2



3



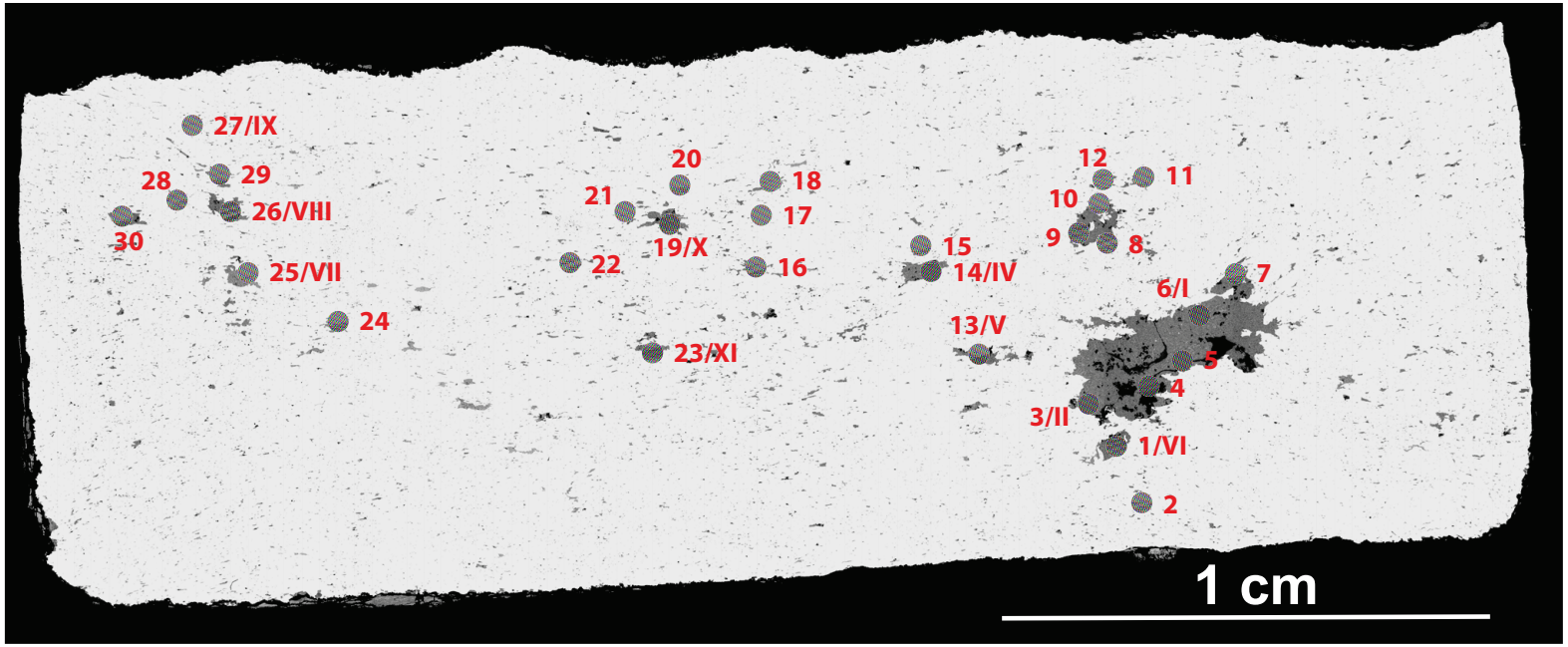
4

5

6

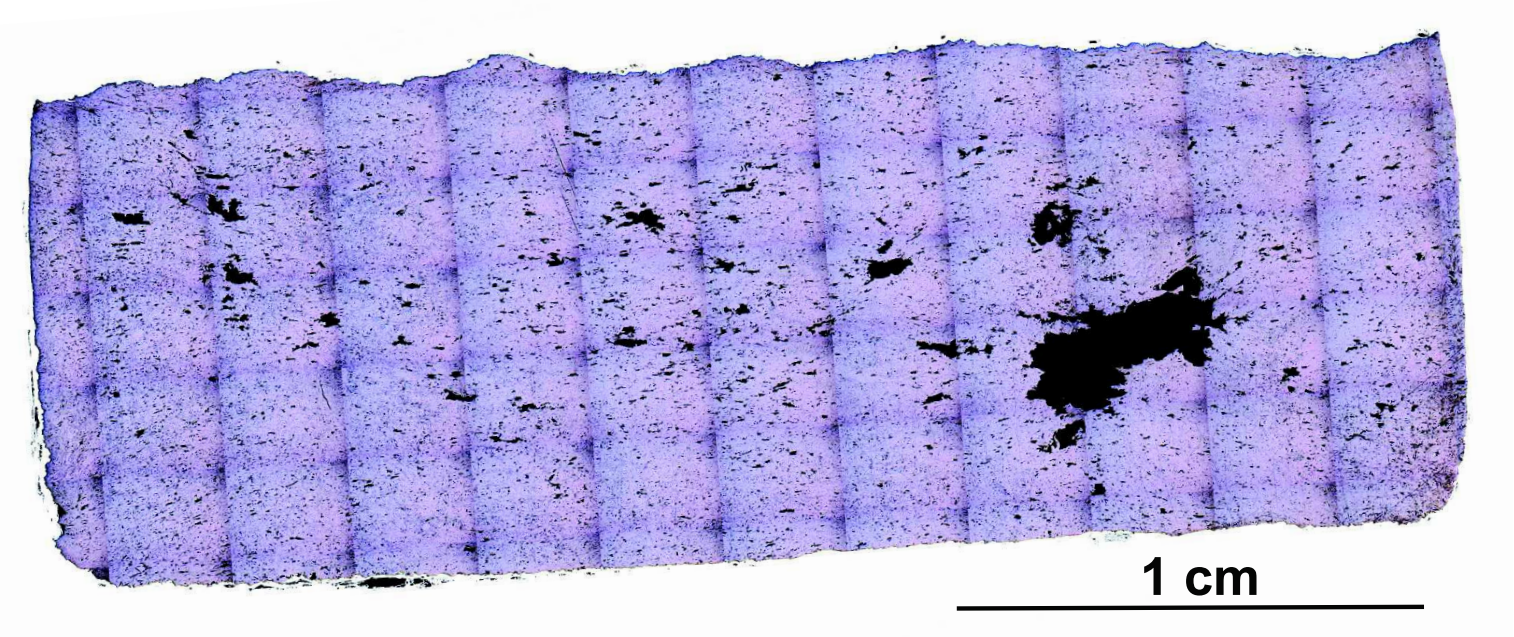
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT56N32v

Catégorie : Objet

Masse : 2400 g
Longueur : 420 mm
Largeur : 32 mm
Epaisseur : 19 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,2 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,105 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section rectangulaire, avec des arêtes anguleuses et des surfaces régulières. Les tenons disposent chacun de trois crans réalisés sur leurs faces externes.

Structure du métal :

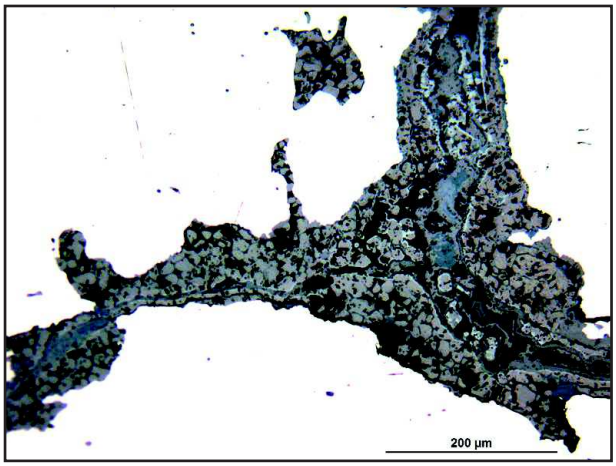
Le métal est compact. Il comporte quelques fissures débouchant sur les surfaces, comblées par des produits de corrosion à chaud (wüstite/magnétite) (Cliché **1)**. La section peut être séparée en deux parties en fonction d'un axe diagonal. La première présente une structure exclusivement ferritique. La seconde est composée de plages hypoeutectoïdes (de 0,1 à 0,6 % C) (**2)**. Les plages les plus carburées présentent une forme irrégulière. Des marbrures sont visibles au sein des structures ferritiques (**3)**.

Inclusions :

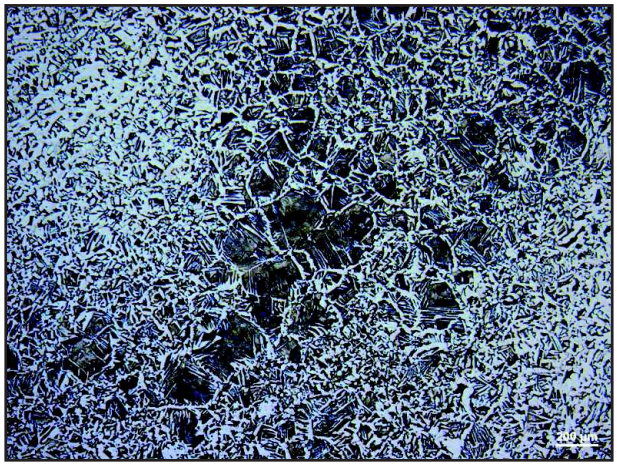
La propreté inclusionnaire du métal est bonne. Les inclusions sont majoritairement fines et allongées, mis à part les plus importantes, qui présentent une forme irrégulière et plus trapue. La plupart des inclusions sont orientées et forment des alignements soulignant le travail de déformation du métal (Cf. section *infra* ; **3)**. Leur répartition est hétérogène ; la plupart sont situées dans la partie ferritique du métal. Seules de rares inclusions, de petites dimensions de surcroît, sont visibles dans la partie carburée.
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique sous forme de lattes (**4)**, comportant ou non de la wüstite sous forme de fines dendrites (**5)** ou de globules (**6)**.

Conclusion partielle :

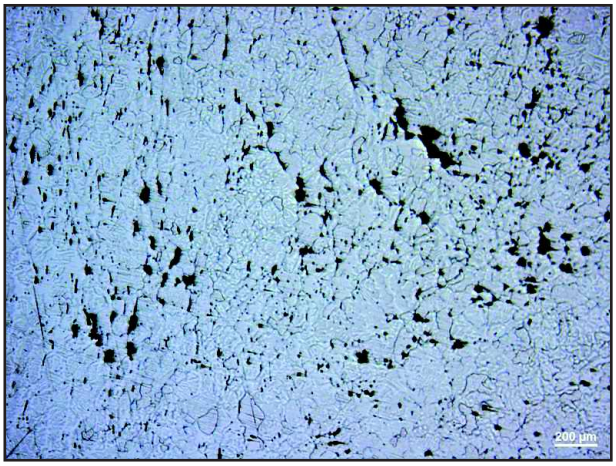
Le crampon est disposé sur le massif de flanquement nord-ouest de la tour.



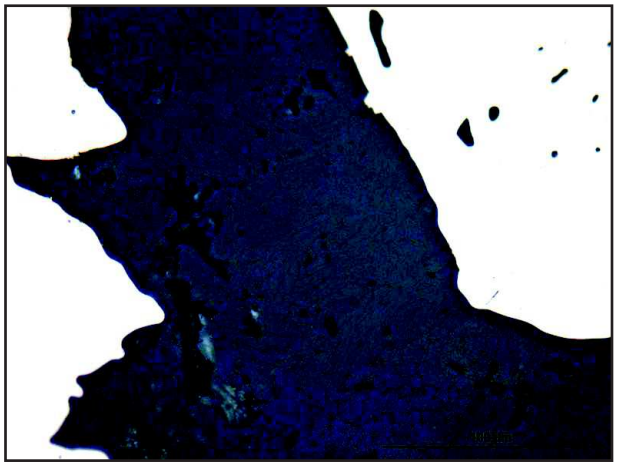
1



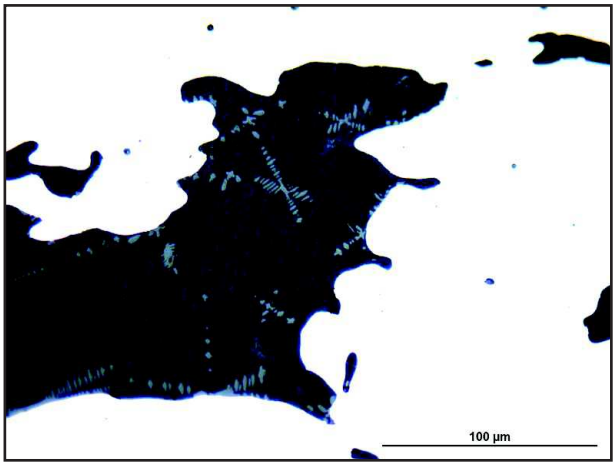
2



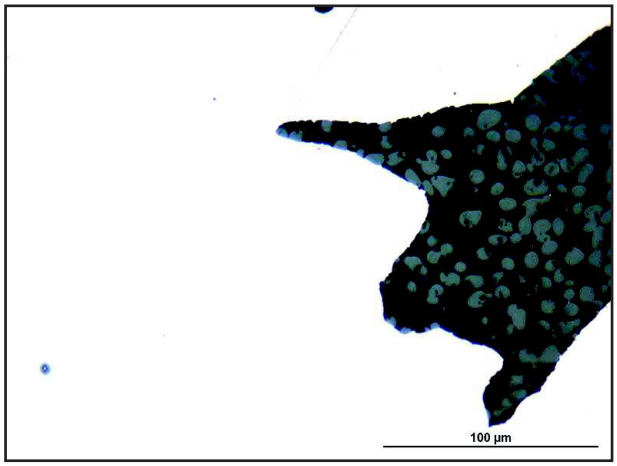
3



4



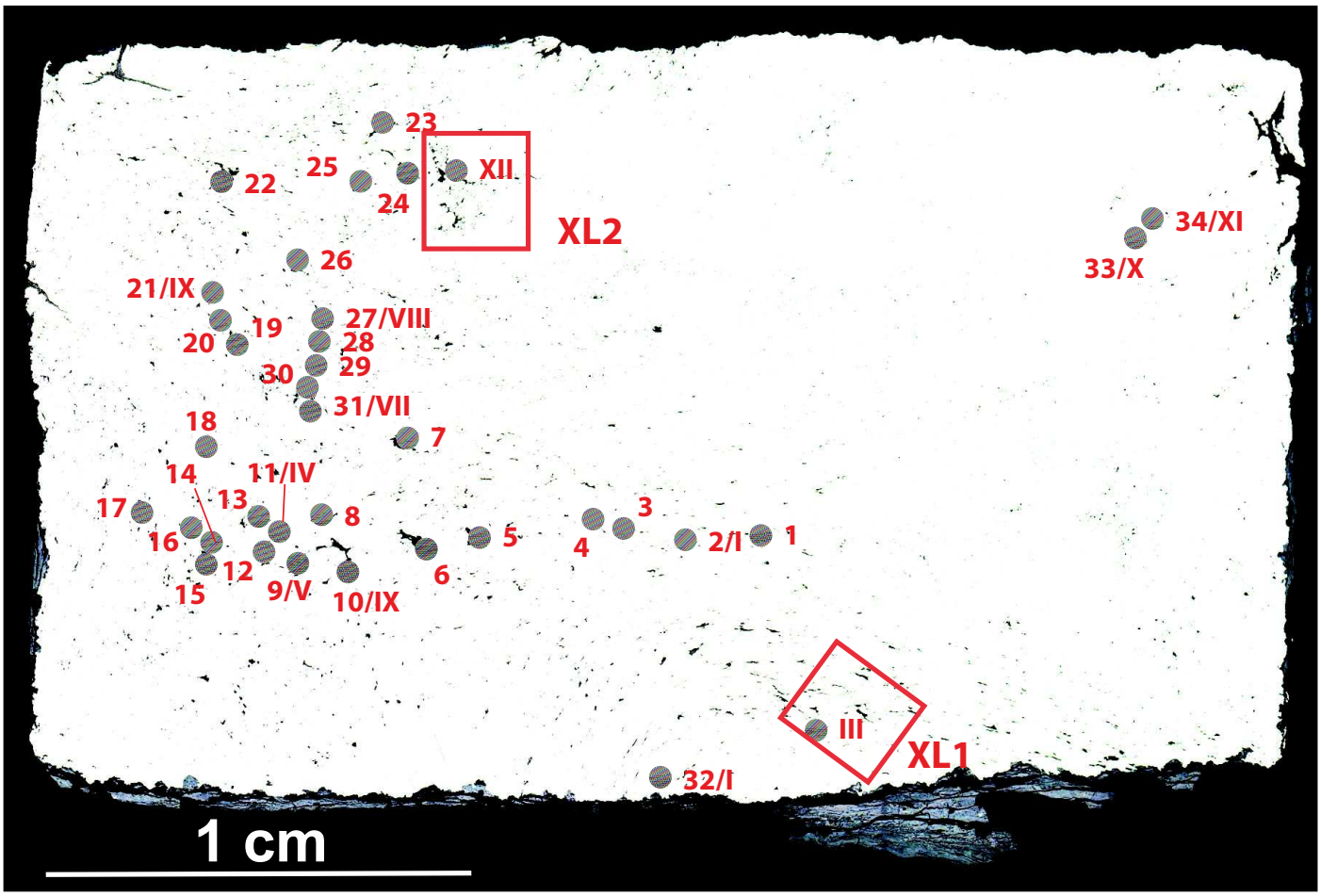
5



6

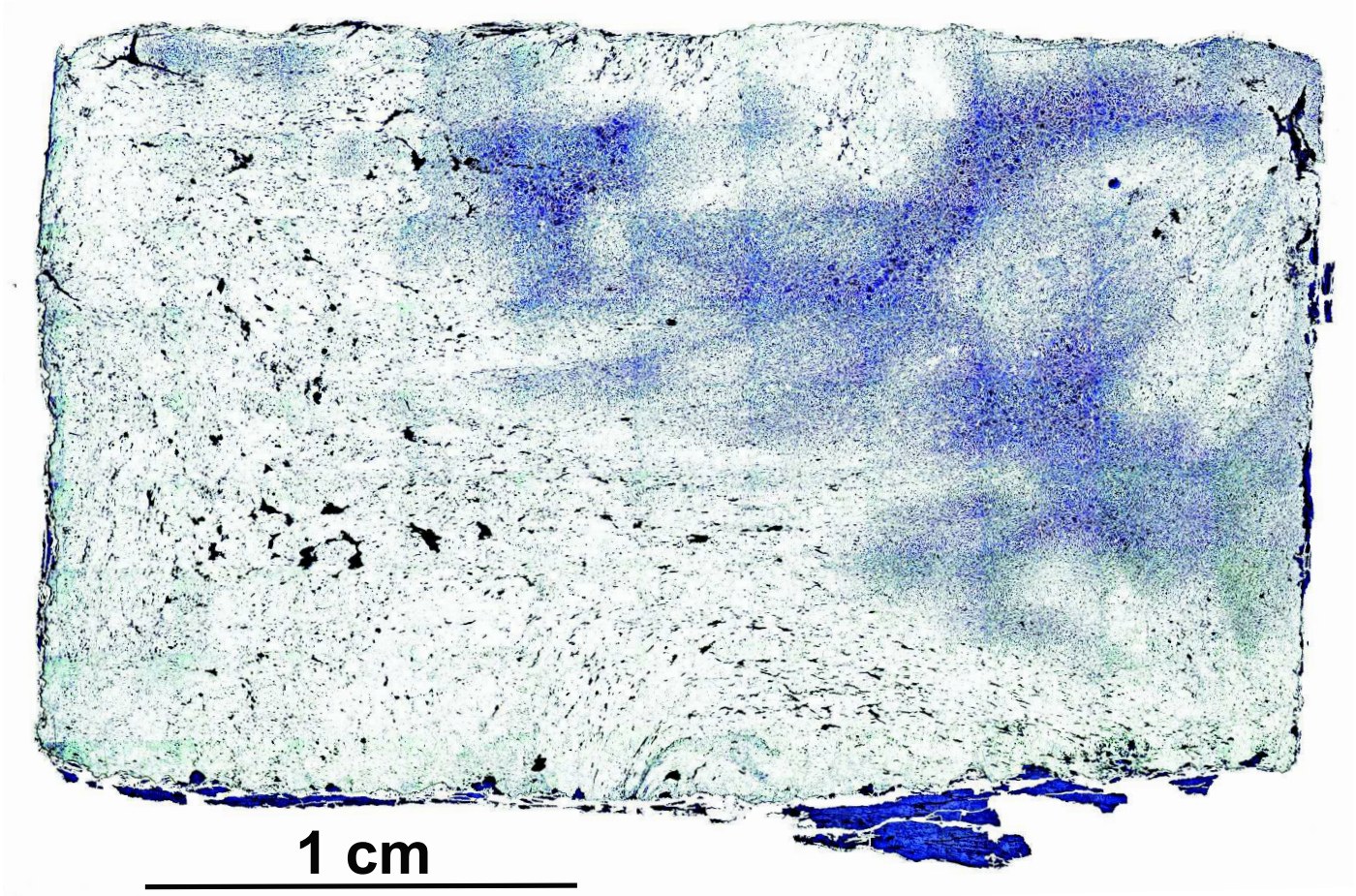
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT56S02

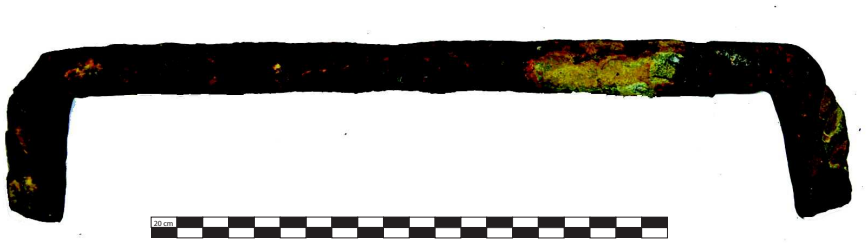
Catégorie : Objet

Masse : 1040 g
Longueur : 330 mm
Largeur : 20 mm
Epaisseur : 19 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 2,3 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,039 %

Remarque(s) :



Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section carrée, avec des arêtes anguleuses et des surfaces irrégulières. Les tenons disposent chacun de trois crans réalisés sur leurs faces externes.

Structure du métal :

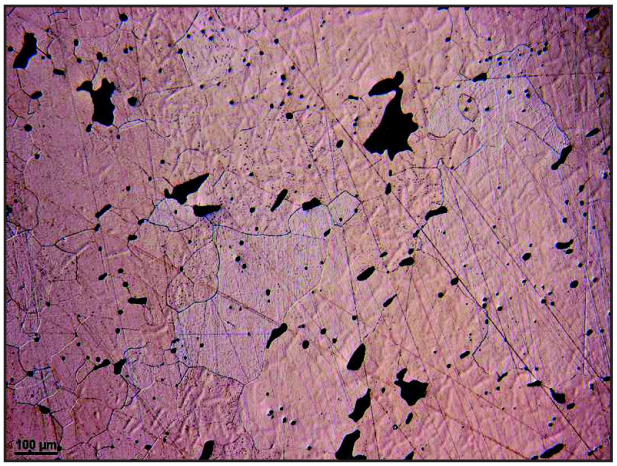
Le métal est compact, et ne comporte ni porosités ni fissures. La structure est très majoritairement ferritique (Cliché **1**). Les grains, équiaxes, présentent des dimensions très variables de quelques dizaines à plusieurs centaines de microns. Une plage ferrito-perlitique, dont la teneur en carbone varie entre 0,1 et 0,3 % C, est observable. Des marbrures sont observables au sein des structures ferritiques (**2**).

Inclusions :

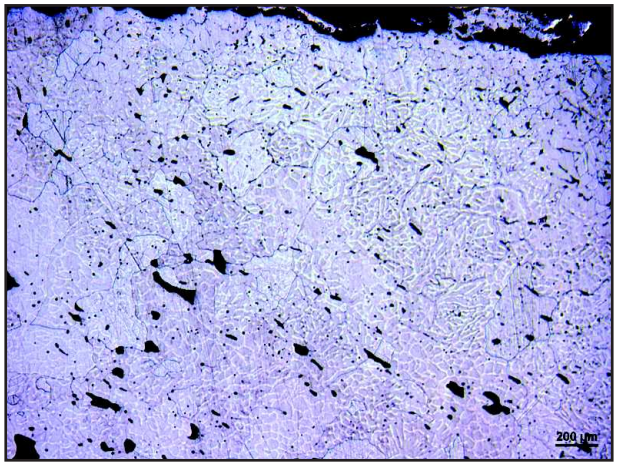
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne. Les dimensions des inclusions sont variables. La plupart présentent une forme trapue, irrégulière. Les inclusions les plus petites montrent une forme plutôt fine et allongée. La plupart de ces dernières présentent une orientation soulignant le travail de déformation du métal.
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique cristallisée en lattes (**3**), au sein de laquelle peut se développer de la wüstite, sous la forme de fines dendrites (**4**) ou de globules (**5**). Les inclusions situées dans les structures carburées sont dénuées de wüstite, et présentent tantôt une matrice fayalitique, tantôt une matrice amorphe (**6**).

Conclusion partielle :

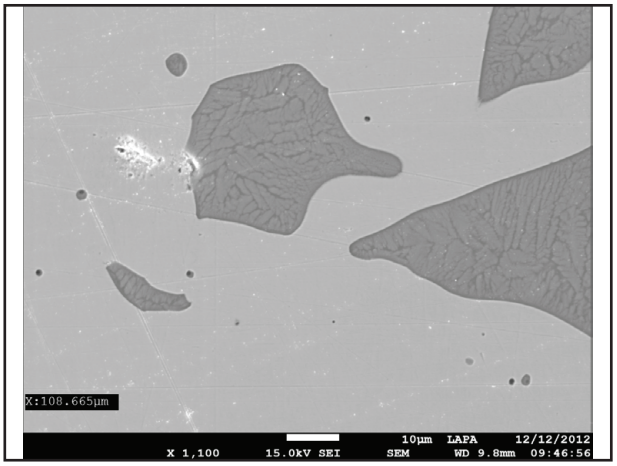
Le crampon est disposé sur la façade sud, au-dessus du gable de l'abat-son et sous l'entablement formant la base de la terrasse de la tour.


100 µm

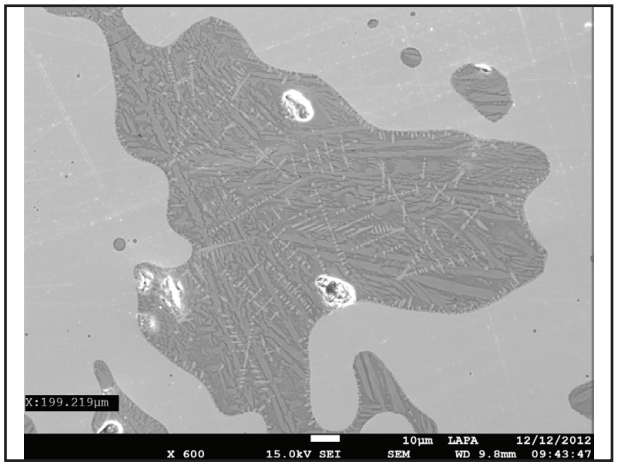
1


200 µm

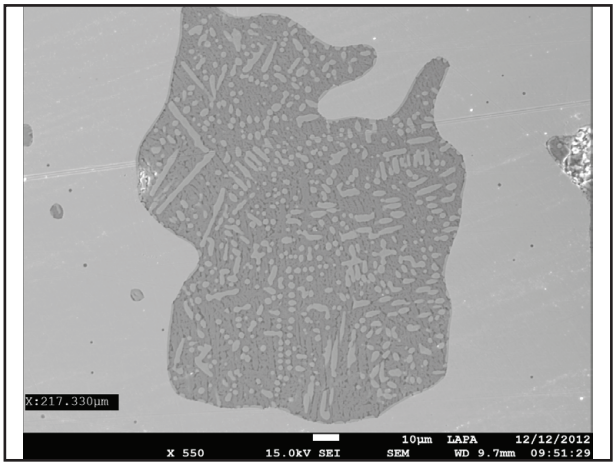
2


X:108.665µm
10µm LAPA 12/12/2012
X 1,100 15.0kV SEI SEM WD 9.8mm 09:46:56

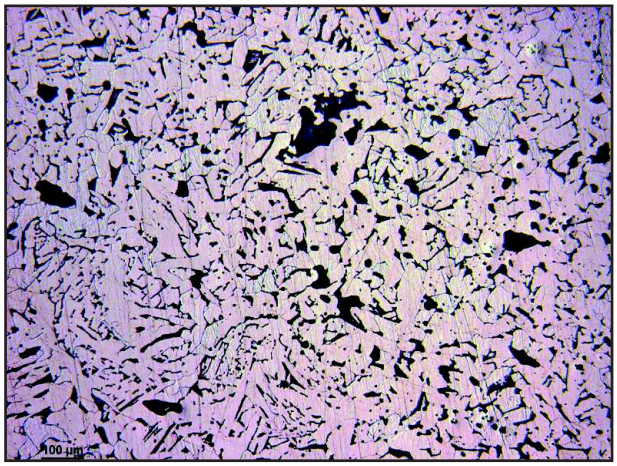
3


X:199.219µm
10µm LAPA 12/12/2012
X 600 15.0kV SEI SEM WD 9.8mm 09:43:47

4


X:217.330µm
10µm LAPA 12/12/2012
X 550 15.0kV SEI SEM WD 9.7mm 09:51:29

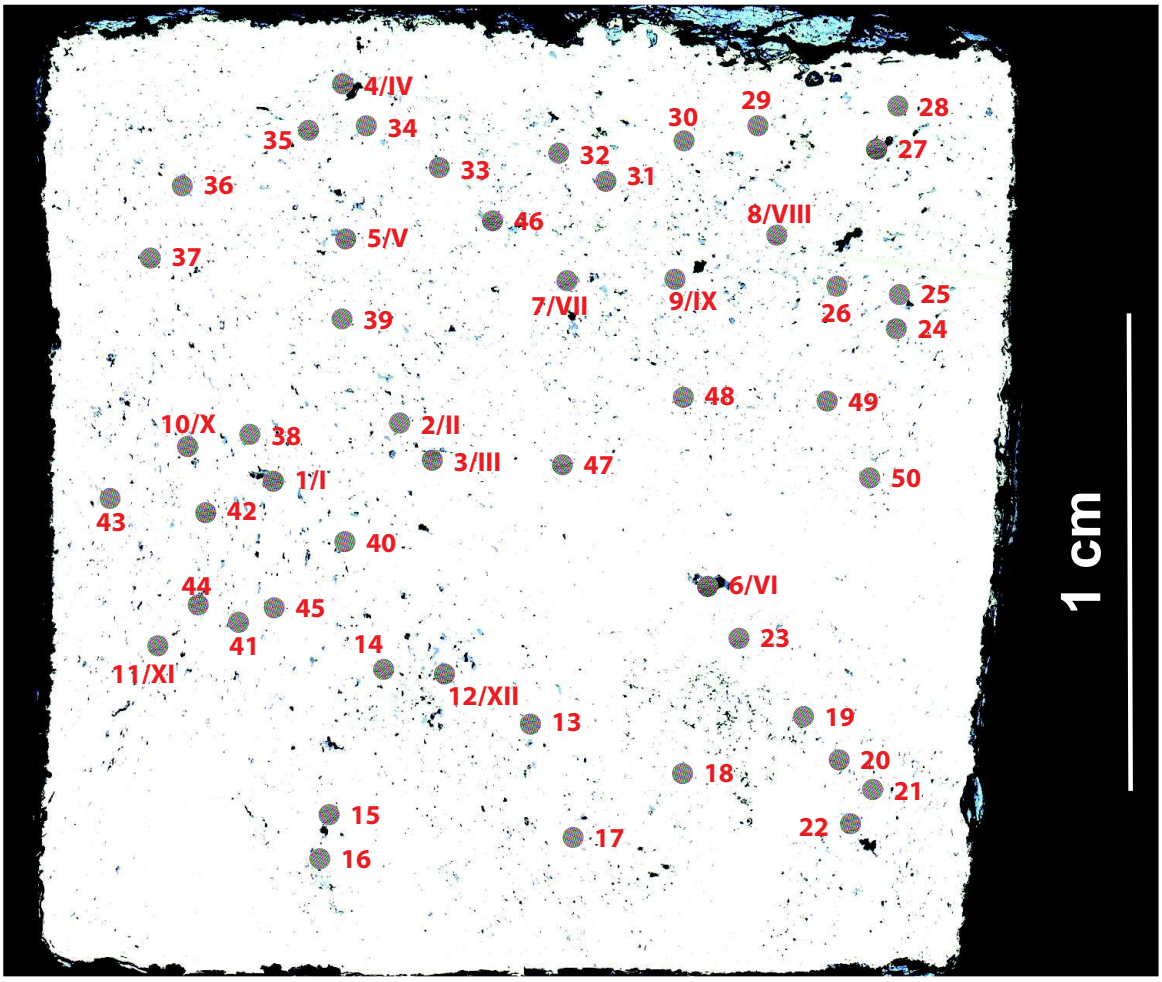
5


100 µm

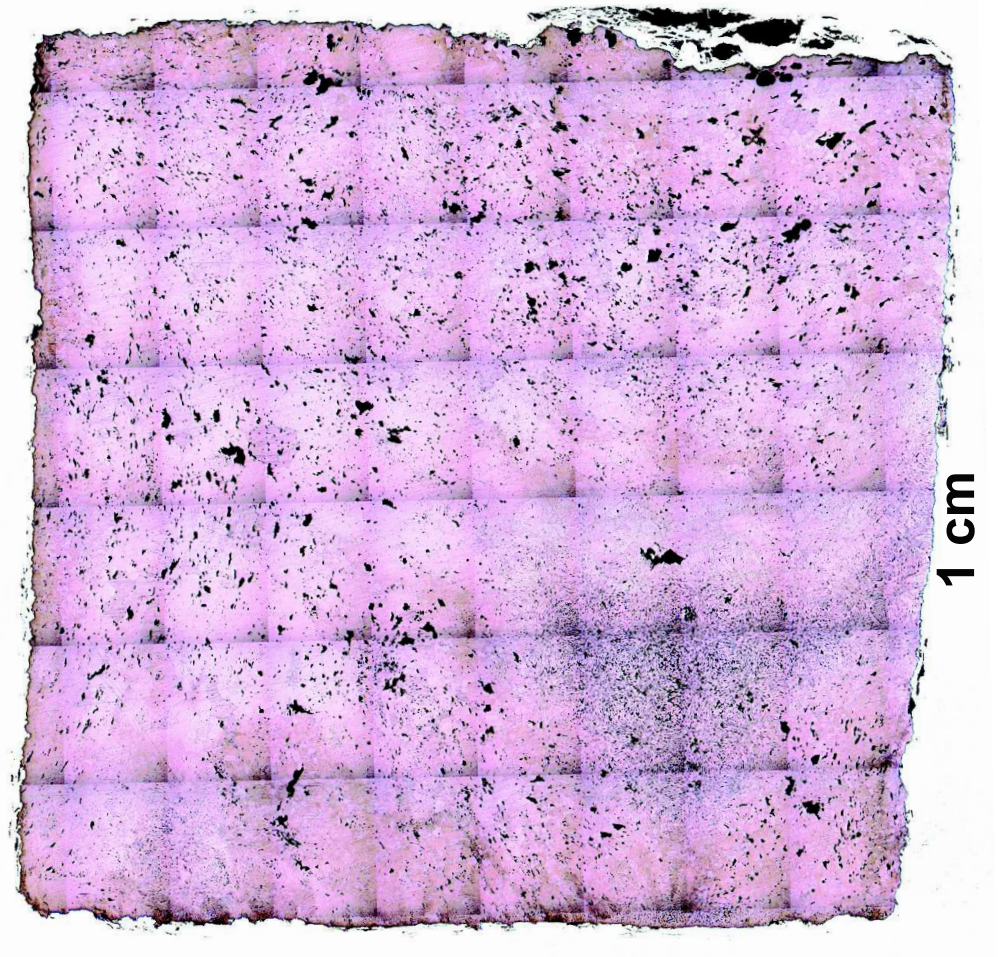
6

7

8



Repérage des analyses chimiques



Attaque métallographique

MUT56S05v

Catégorie : Objet

Masse : 1880 g
Longueur : 380 mm
Largeur : 26 mm
Epaisseur : 21 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit final

Propreté inclusionnaire : 2,1 %
Pourcentage moyen de carbone : 0,041 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section carrée, avec des arêtes anguleuses et des surfaces irrégulières. Les tenons disposent chacun de trois crans réalisés sur leurs faces externes.

Structure du métal :

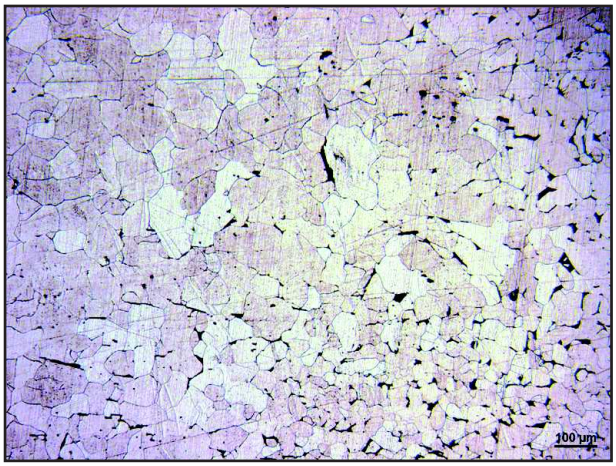
Le métal est compact, et ne comporte ni fissures ni porosités. La structure est très majoritairement ferritique (Cliché **1**). La taille des grains, équiaxes, varie de quelques dizaines à quelques centaines de microns. Les grains de taille importante sont majoritairement situés au centre de la section. Quelques plages hypoeutectoïdes sont visibles à proximité des surfaces. La teneur en carbone y varie de 0,1 à 0,6-0,7 % (**2**).

Inclusions :

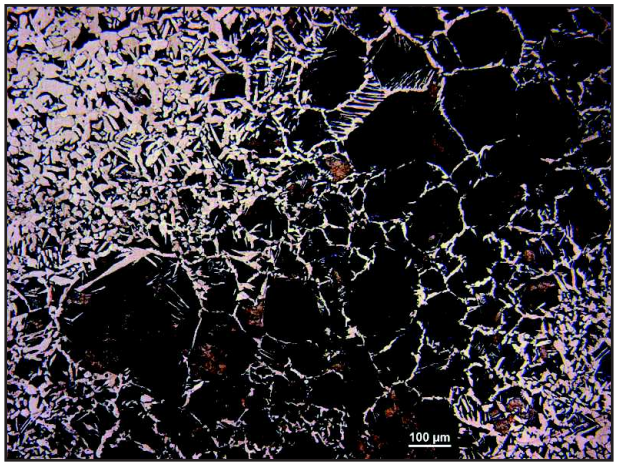
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne. Les inclusions présentent des dimensions petites (de l'ordre de la dizaine de microns) à moyennes (de l'ordre de la centaine de microns). Les plus importantes présentent des formes irrégulières, ramidiées ou à appendices, tandis que les petites sont fines et allongées. Une partie des inclusions montrent une orientation préférentielle, soulignant le travail de déformation du métal.
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique cristallisée en lattes au sein de laquelle des globules et dendrites de wüstite sont présents (**3**). Les inclusions situées dans les zones carburées présentent préférentiellement une matrice finement cristallisée (**4**).

Conclusion partielle :

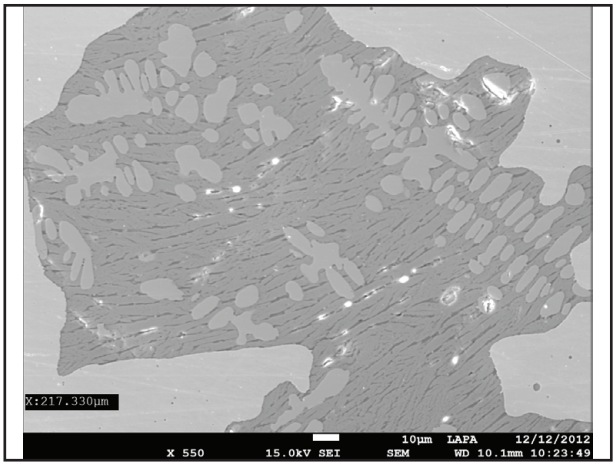
Le crampon est disposé sur la façade sud de la tour, derrière le gable de l'abat-son.


100 µm

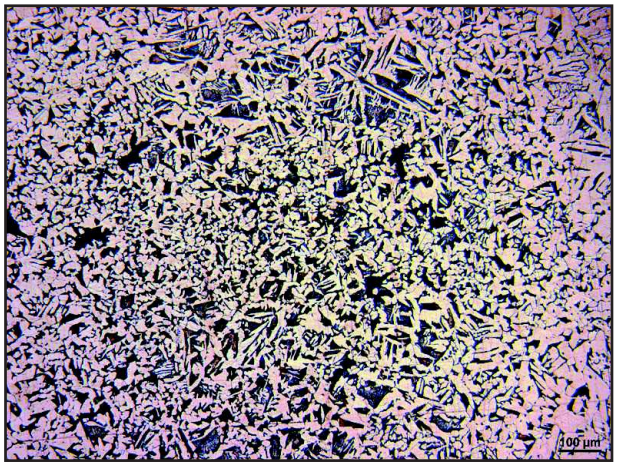
1


100 µm

2


X:217.330µm
X 550 15.0kV SEI
10µm LAPA SEM
12/12/2012 WD 10.1mm 10:23:49

3


100 µm

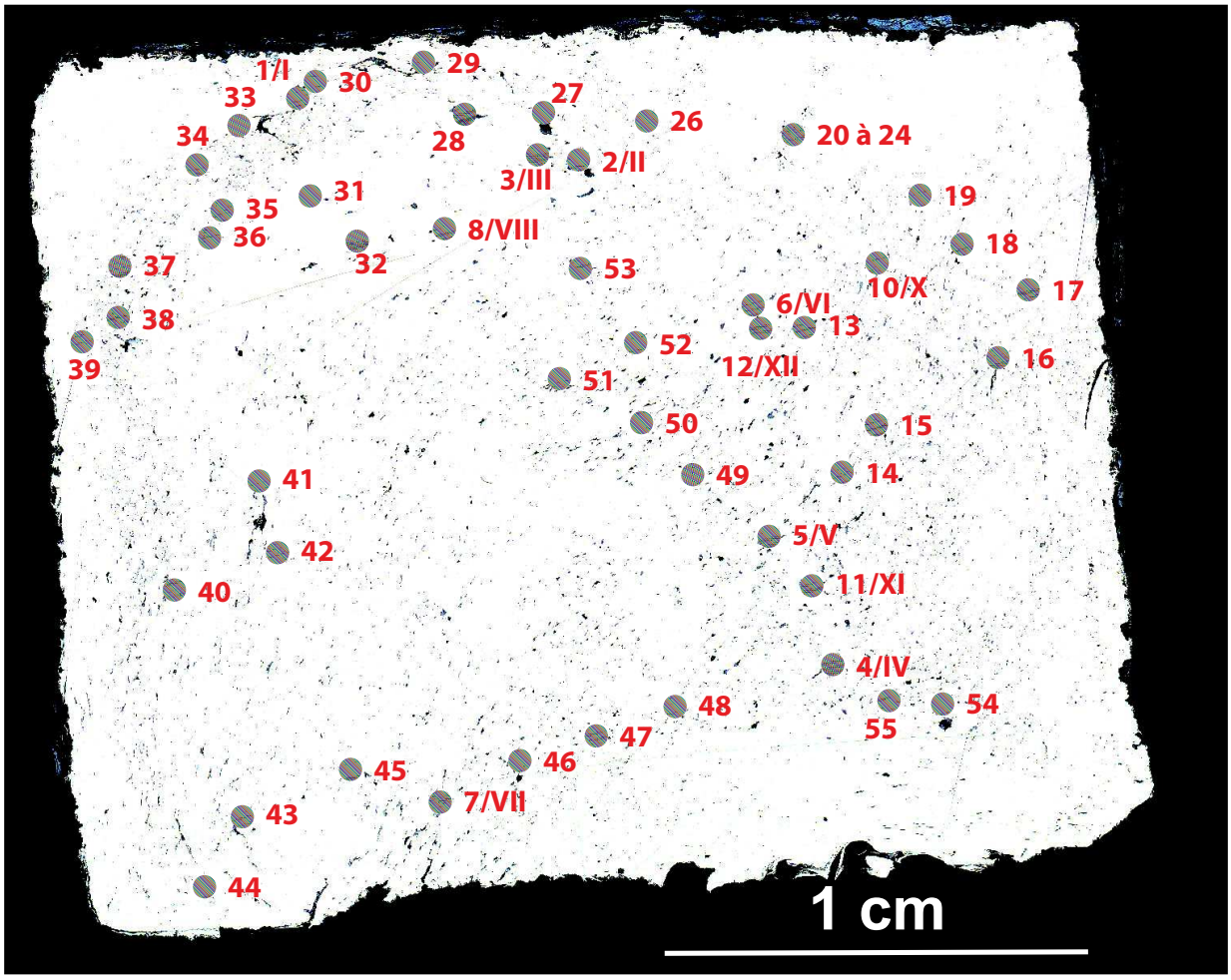
4

5

6

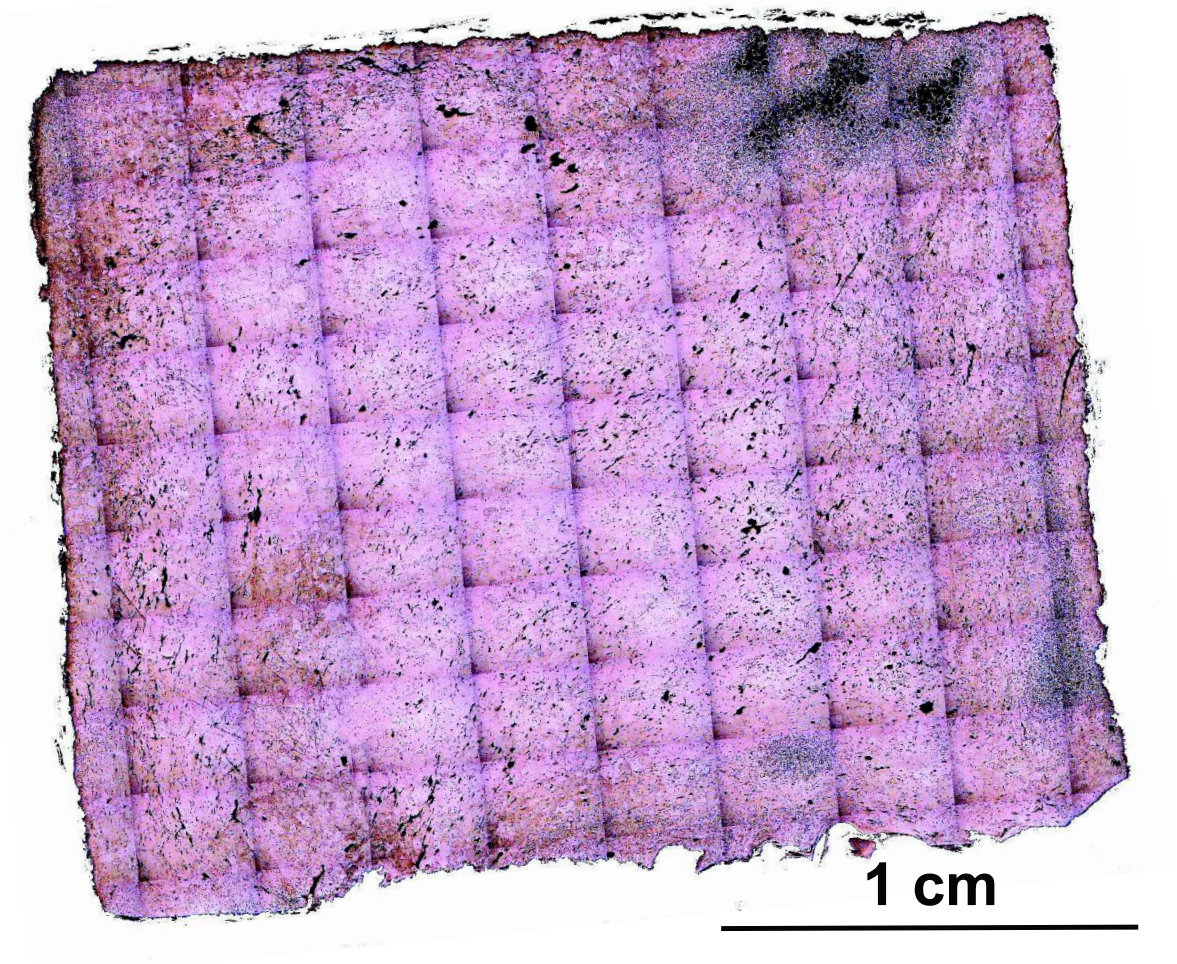
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT58E09

Catégorie : Objet

Masse : 1900 g
Longueur : 325 mm
Largeur : 19 mm
Epaisseur : 20 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 2,4 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,056 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section carrée, avec des arêtes anguleuses et des surfaces irrégulières.

Structure du métal :

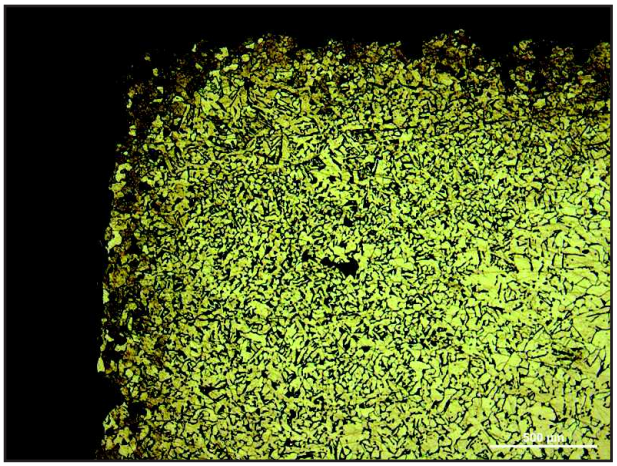
Le métal est compact, et ne comporte ni fissures ni porosités. La structure est majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des tailles très variées. Les plus importants montrent des dimensions millimétriques. Plusieurs plages carburées, dont la teneur en carbone varie entre 0,1 et 0,4 % de C (Clichés **1** et **2**), sont visibles sur la section. Des marbrures sont observables au sein des structures ferritiques (**3**).

Inclusions :

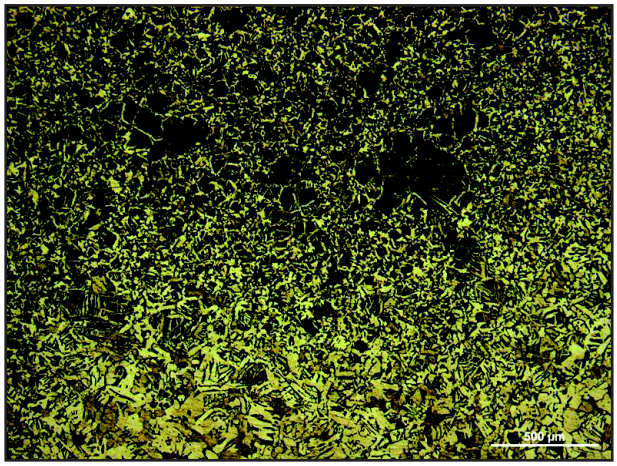
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne. La majorité présentent des dimensions moyennes (de l'ordre de la centaine de microns), une forme allongée et irrégulière. Elles sont généralement orientées et forment des alignements soulignant le travail de déformation du métal.
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique cristallisée en lattes (**4**). De la wüstite, en globules ou dendrites, se développe généralement au sein de cette matrice (**5**). Des inclusions vitreuses sont observables au sein des structures carburées (**6**).

Conclusion partielle :

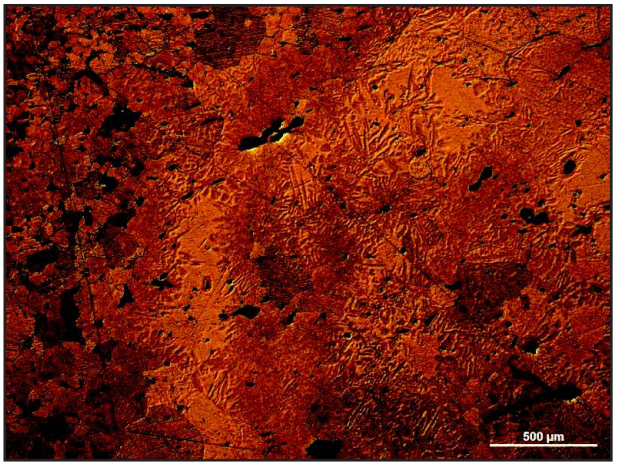
Le crampon est disposé sous la frise de l'entablement formant la base de la terrasse de la tour, sur la façade est.



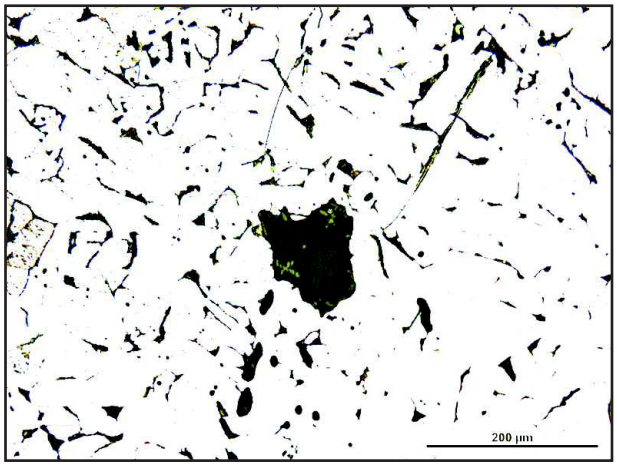
1



2

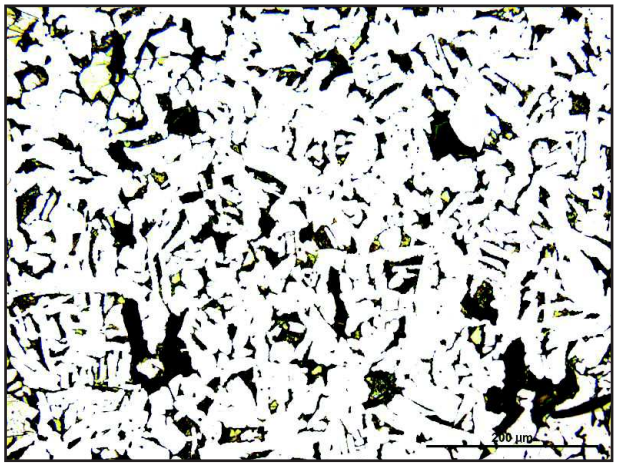


3



4

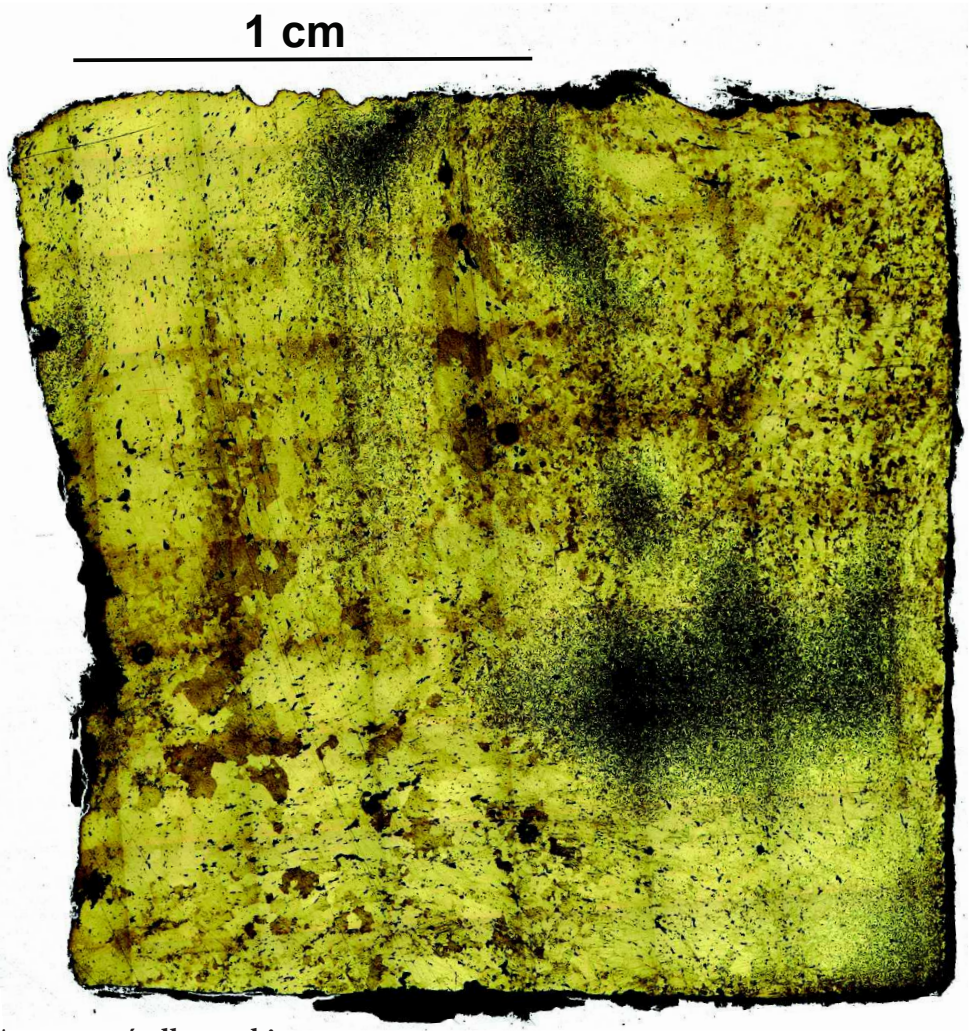
5



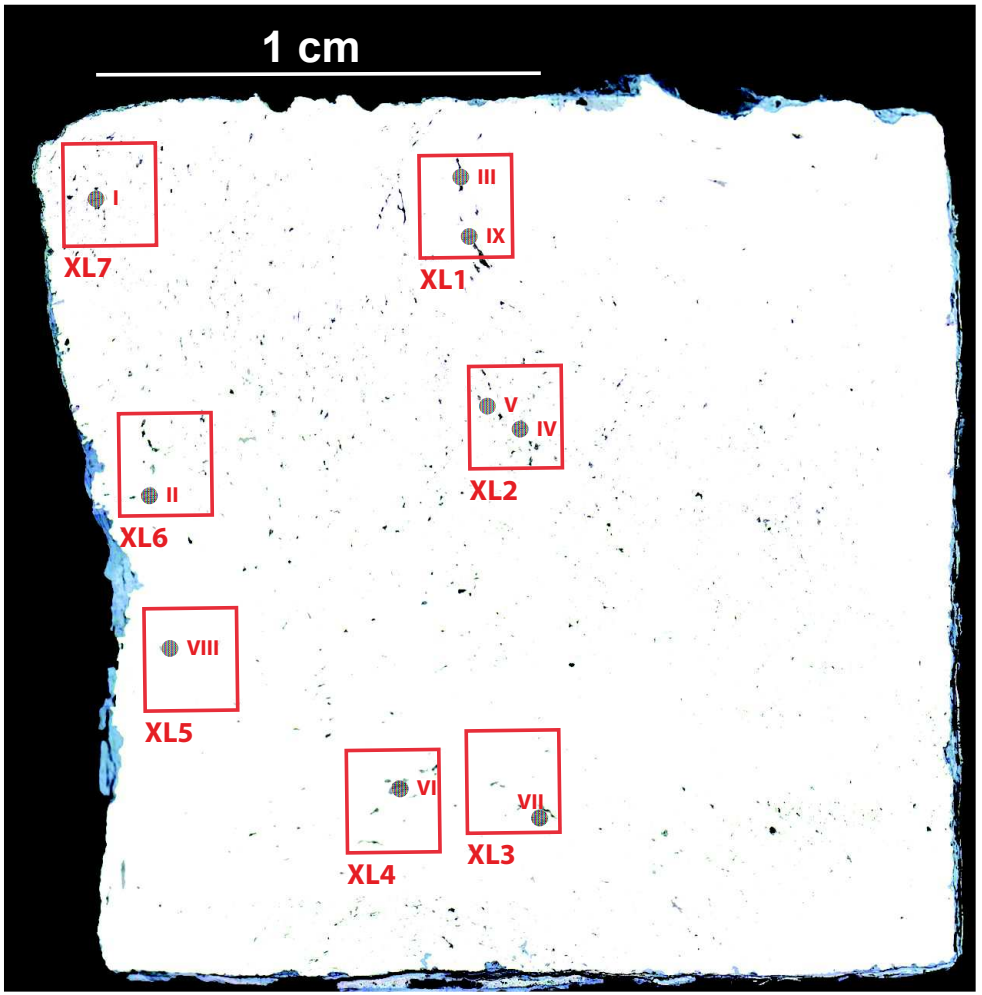
6

7

8



Attaque métallographique



Repérage des analyses chimiques

MUT58E10

Catégorie : Objet

Masse : 1860 g
Longueur : 305 mm
Largeur : 22 mm
Epaisseur : 22 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 2,4 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,021 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section carrée, avec des arêtes anguleuses et des surfaces irrégulières.

Structure du métal :

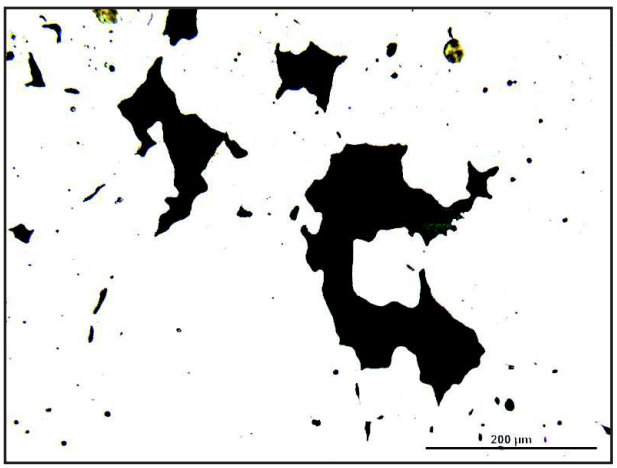
Le métal est compact, et ne comporte ni fissures ni porosités. La structure est exclusivement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent deux modules. Des grains de taille moyenne (de l'ordre de la centaine de microns) occupent une partie de la section, tandis que le reste présente une structure à gros grains (de l'ordre du millimètre). Des marbrures sont localement observables.

Inclusions :

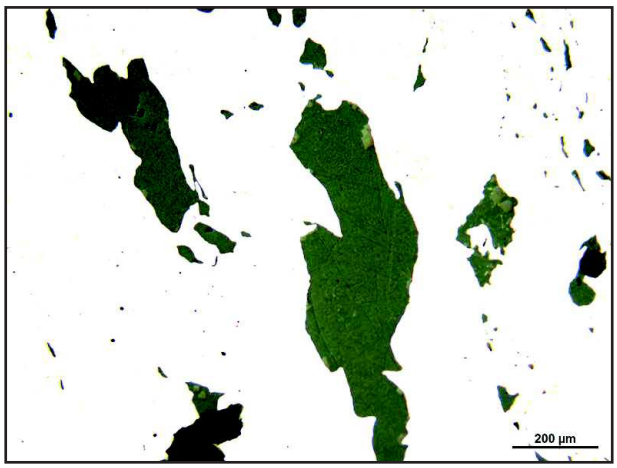
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne. Les inclusions présentent des dimensions petites (de l'ordre de la dizaine de microns) à moyennes (de l'ordre de la centaine de microns). Les inclusions présentent pour la plupart des formes irrégulières, ramidiées ou à appendices et à contours anguleux (Cliché **1**). Certaines sont plus fines et allongées, formant par ailleurs des alignements soulignant le travail de déformation du métal.
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique, cristallisée en lattes (**2**). Au sein de cette dernière se développent généralement des cristaux anguleux (hercynite) (**3**). Plus localement, on observe de la wüstite, sous forme de dendrites (**4**), ainsi que des cristaux en «grain de riz» (apatites ?) (**5**).

Conclusion partielle :

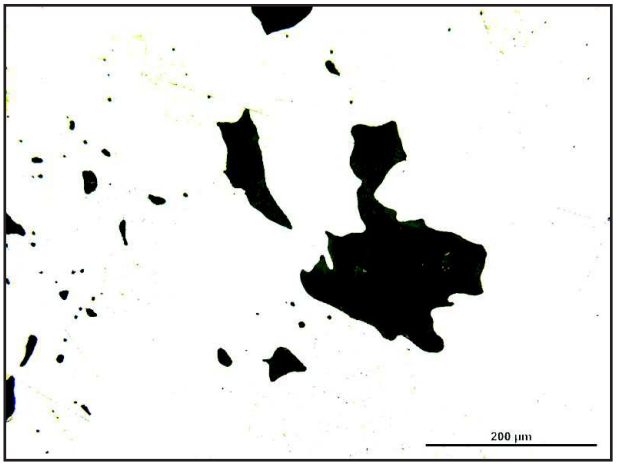
Le crampon est disposé sous la frise de l'entablement formant la base de la terrasse de la tour, sur la façade est.



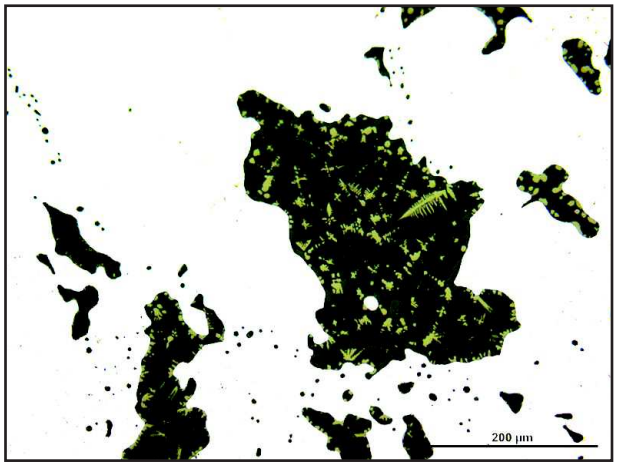
1



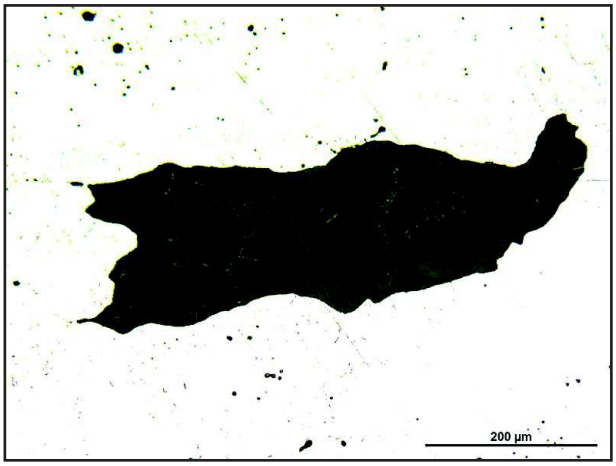
2



3



4

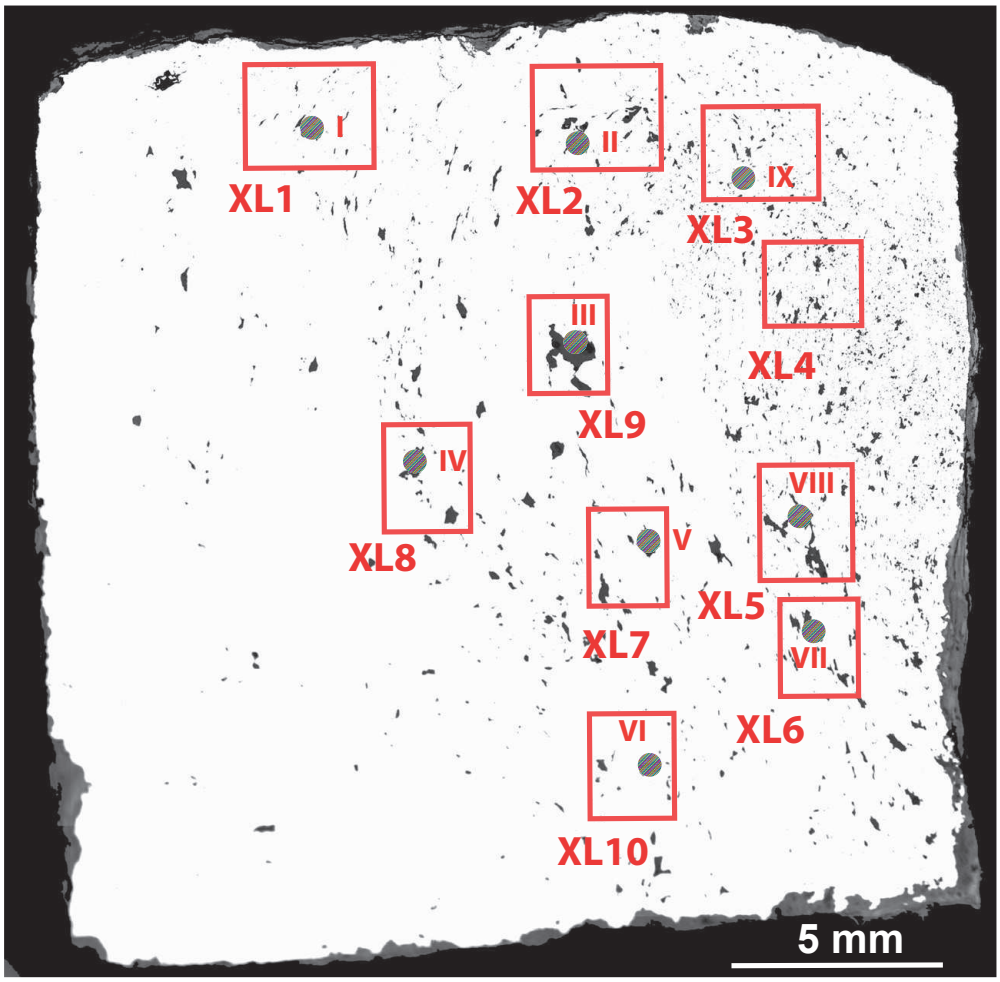


5

6

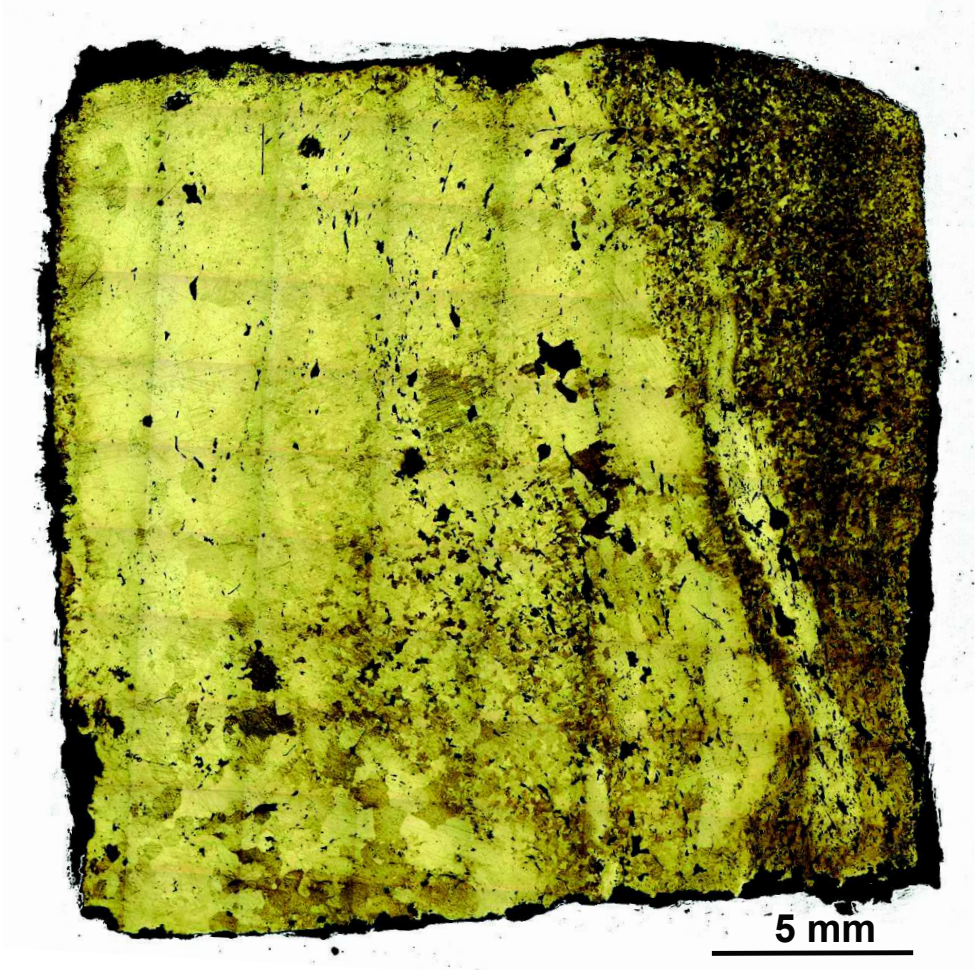
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT58N01

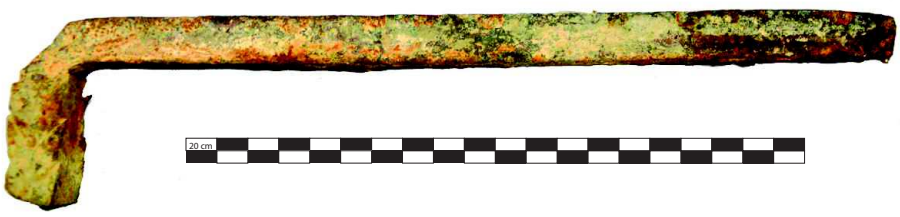
Catégorie :

Masse : 1620 g
Longueur : 385 mm
Largeur : 27 mm
Epaisseur : 20 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,9 %

Pourcentage moyen de carbone : 0.022 %

Remarque(s) :



Description morphologique :

Crampon dont la barre est de section carrée, avec des arêtes arrondies et des surfaces irrégulières. L'un des tenons est brisé. Le tenon conservé dispose de trois crans réalisés sur ses faces interne et externe.

Structure du métal :

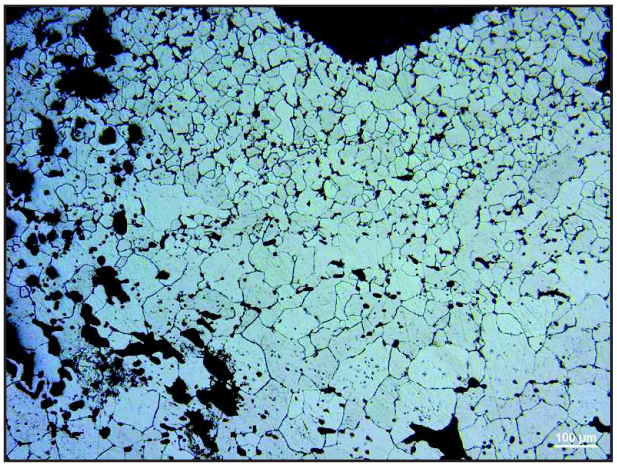
Le métal est compact, et ne comporte ni porosités ni fissures. La structure est majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions homogènes. Des grains de taille légèrement plus réduite sont présents en bordure de la section (Cliché **1**). De rares plages ferrito-perlitique (0,1 à 0,2 % C) sont observables en contact avec les surfaces.

Inclusions :

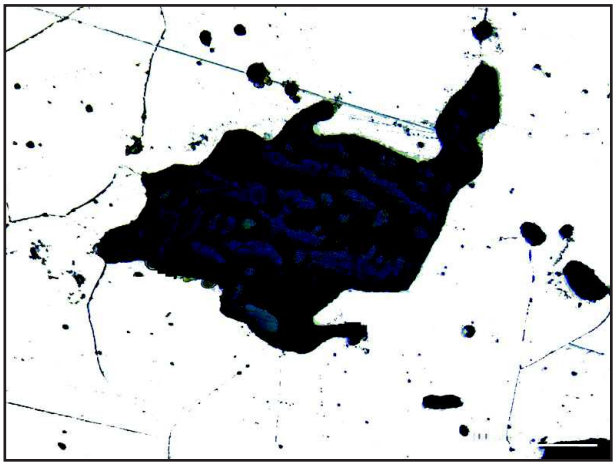
La propreté inclusionnaire du métal est maoyenne. Les inclusions, majoritairement de forme allongée, présentent des dimensions variant entre quelques microns et quelques centaines de micromètres. La plupart forment dse alignements soulignant le travail de déformation du métal. De nombreuses inclusions pulvérisées, de forme circulaire et de dimensions micrométriques, son observables.
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique cristallisée en lattes au sein de laquelle se développent des globules et dendrites de wüstite (**2** et **3**). Certaines inclusions paraissent par ailleurs constituées essentiellement de wüstite.

Conclusion partielle :

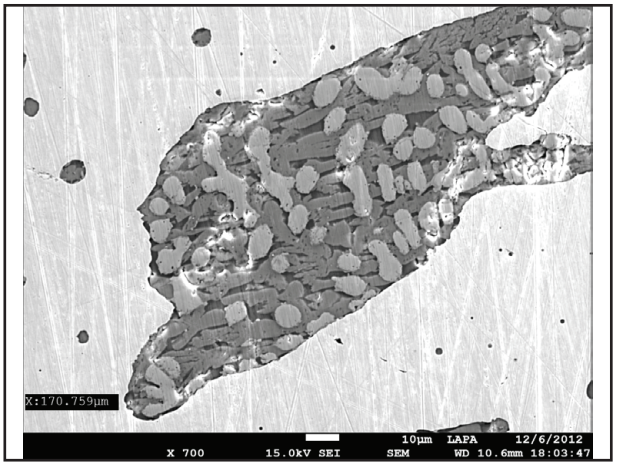
Le crampon est disposé sur le massif de flanquement nord-est de la tour.


100 µm

1



2


X:170.759µm
X 700
15.0kV SEI
10µm LAPA
SEM
12/6/2012
WD 10.6mm 18:03:47

3

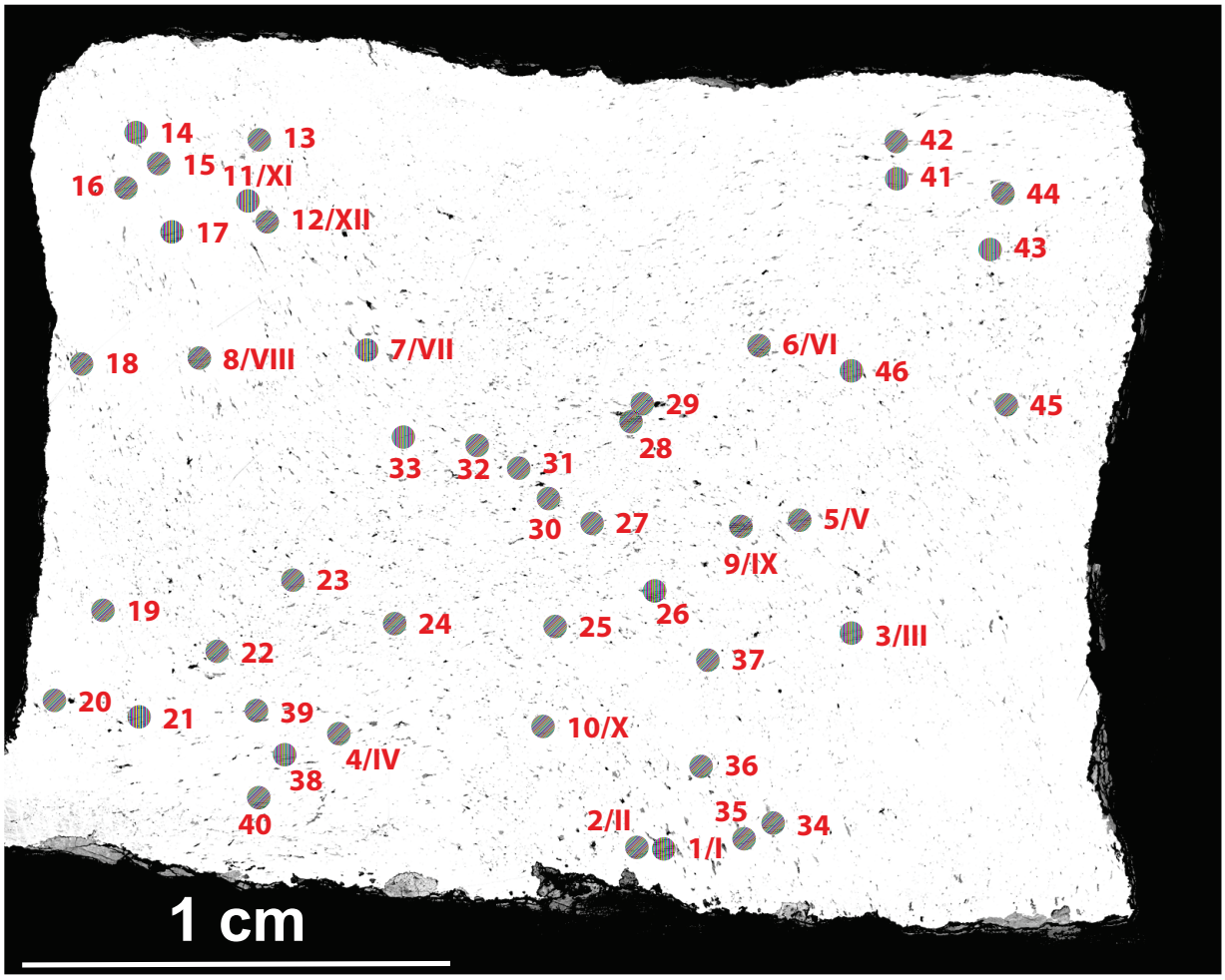
4

5

6

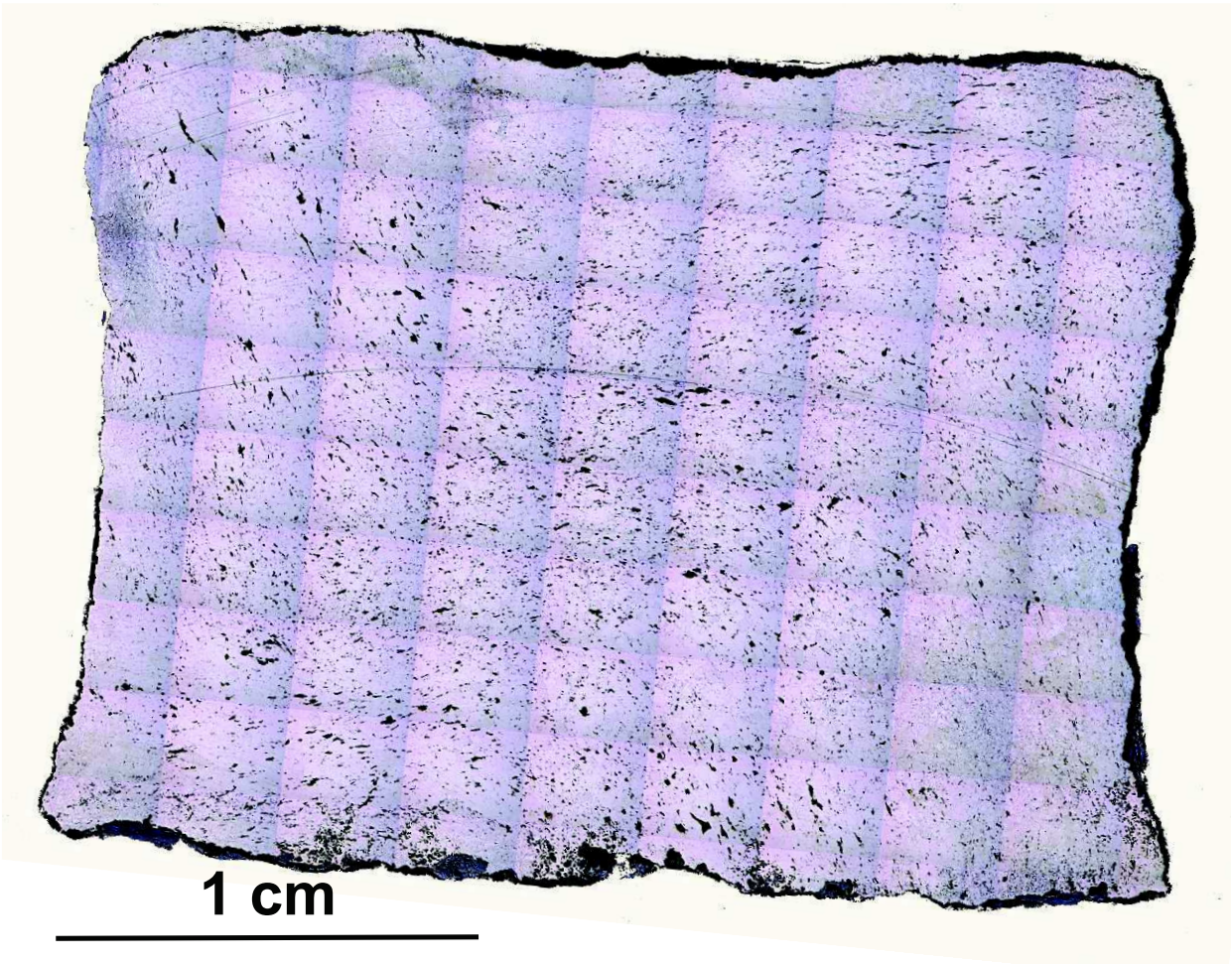
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



MUT62SW01

Catégorie : Objet

Masse : 234 g
Longueur : 78 mm
Largeur : 24 mm
Epaisseur : 20 mm
Etape de la chaîne opératoire :

Propreté inclusionnaire : 2,7 %
Pourcentage moyen de carbone : 0,038 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Fragment de tirant, de section carrée, aux angles arrondis et aux surfaces irrégulières. Des crans semblent avoir été réalisés sur l'une de ses faces.

Structure du métal :

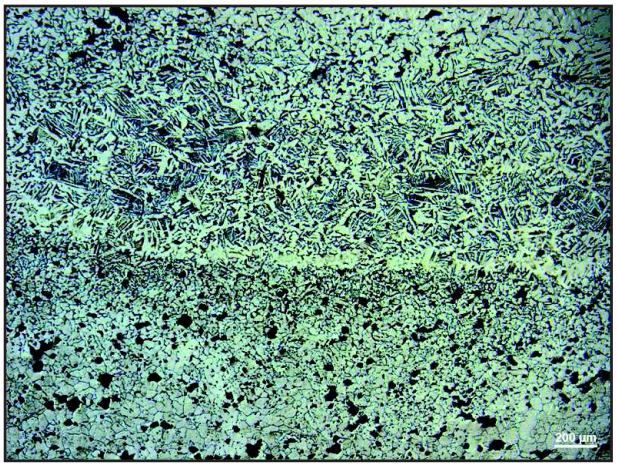
Le métal est compact, et ne comporte ni porosités ni fissures. Deux échancrures, correspondant aux crans réalisés sur l'un des faces, sont visibles sur la section. La structure est majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions variables (de quelques dizaines à plusieurs centaines de microns). Les différentes dimensions semblent mettre en évidence une structure en bandes. Une ligne de soudure est visible au centre de l'échantillon. Celle-ci est par ailleurs soulignée par une carburation du métal (Clichés **1** et **2**). Une légère carburation du métal est par ailleurs observable localement en bordure. Des marbrures sont visibles dans les structures ferritiques (**3**).

Inclusions :

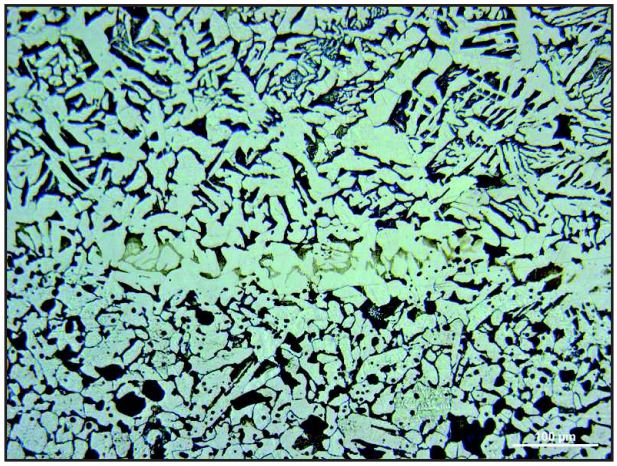
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne à médiocre. Les dimensions et les formes des inclusions sont variables. La plupart présentent une morphologie irrégulière, trapue ou allongée selon les cas. La majorité des inclusions forment des alignements soulignant le travail de déformation du métal. Leur répartition est très hétérogène ; certaines zones sont pratiquement exemptes d'inclusions, tandis que d'autres en contiennent en grandes quantités. De nombreuses inclusions pulvérisées, de forme circulaire, sont par ailleurs observables.
Le faciès minéralogique dominant se caractérise part une matrice amorphe comprenant de grandes quantités de cristaux anguleux (hercynite) (**4**). Ces cristaux forment par ailleurs des inclusions monophasées (**5** et **6**). Les inclusions localisées sur la ligne de soudure contiennent des quantités importantes de wüstite sous forme de globules (**7** et **8**).

Conclusion partielle :

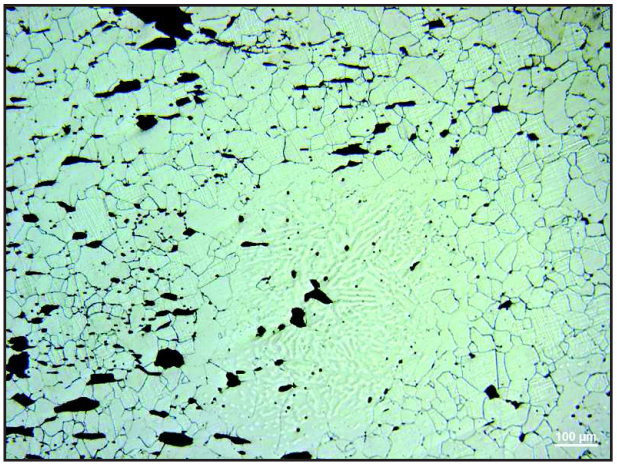
Le fragment de tirant était disposé sur l'un des pinacles localisés dans l'angle sud-ouest de la terrasse de la tour.



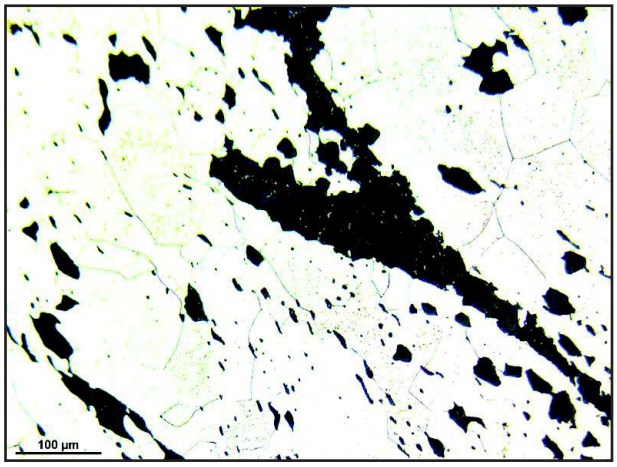
1



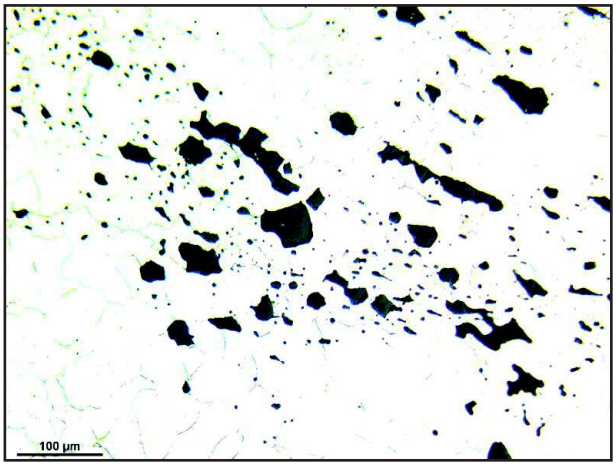
2



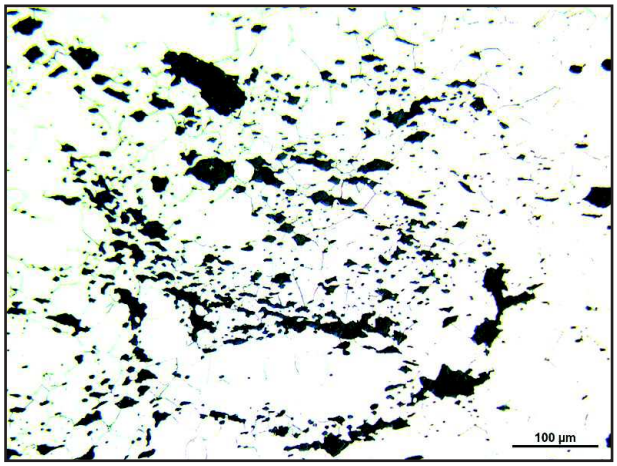
3



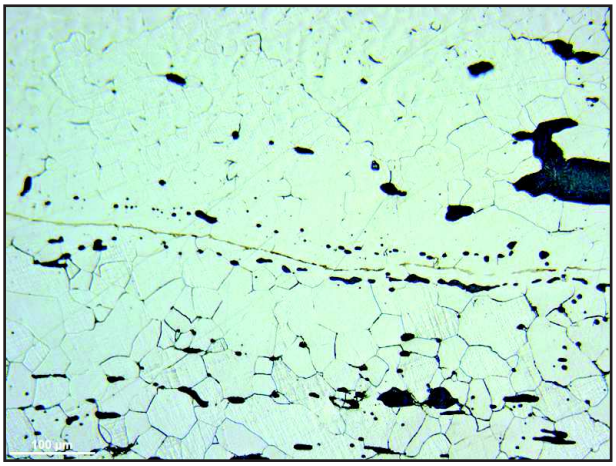
4



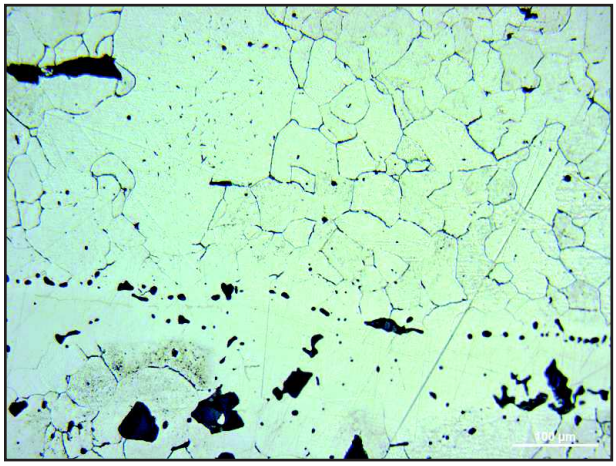
5



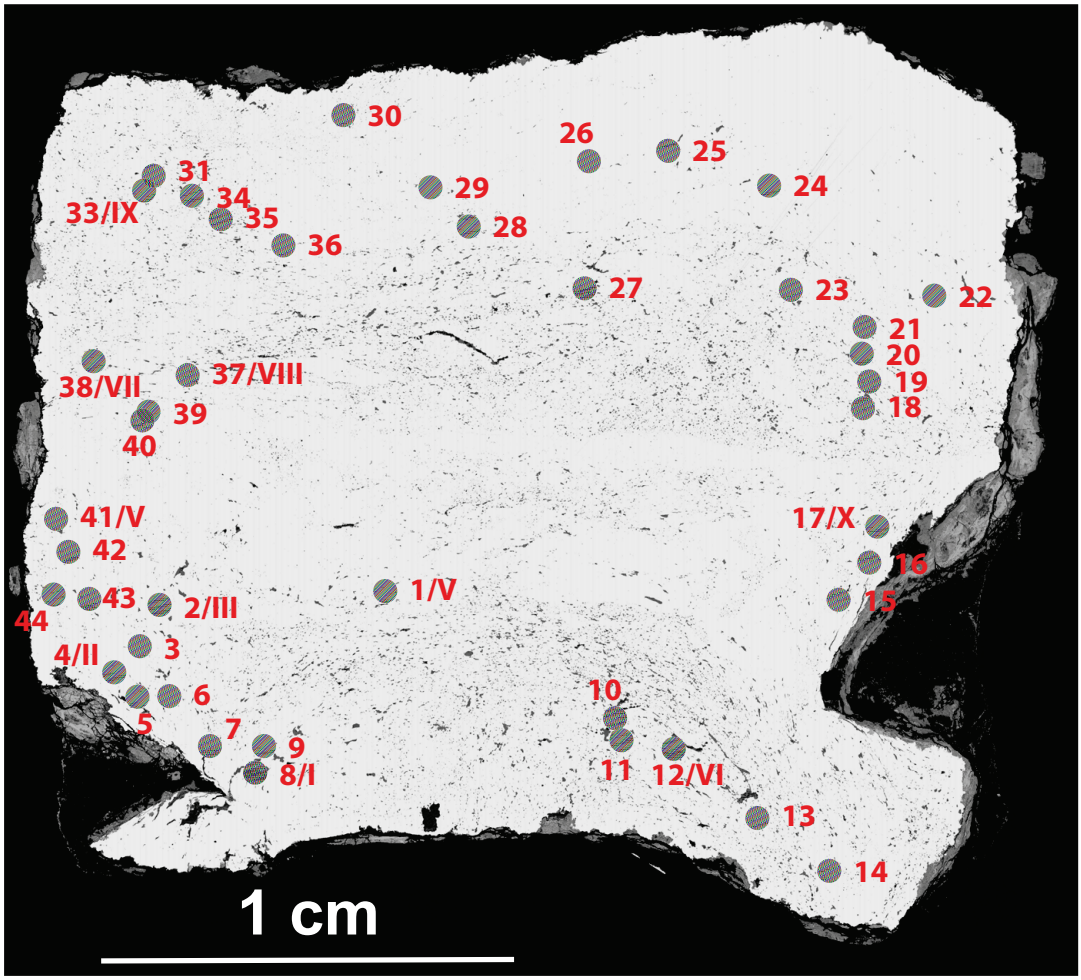
6



7

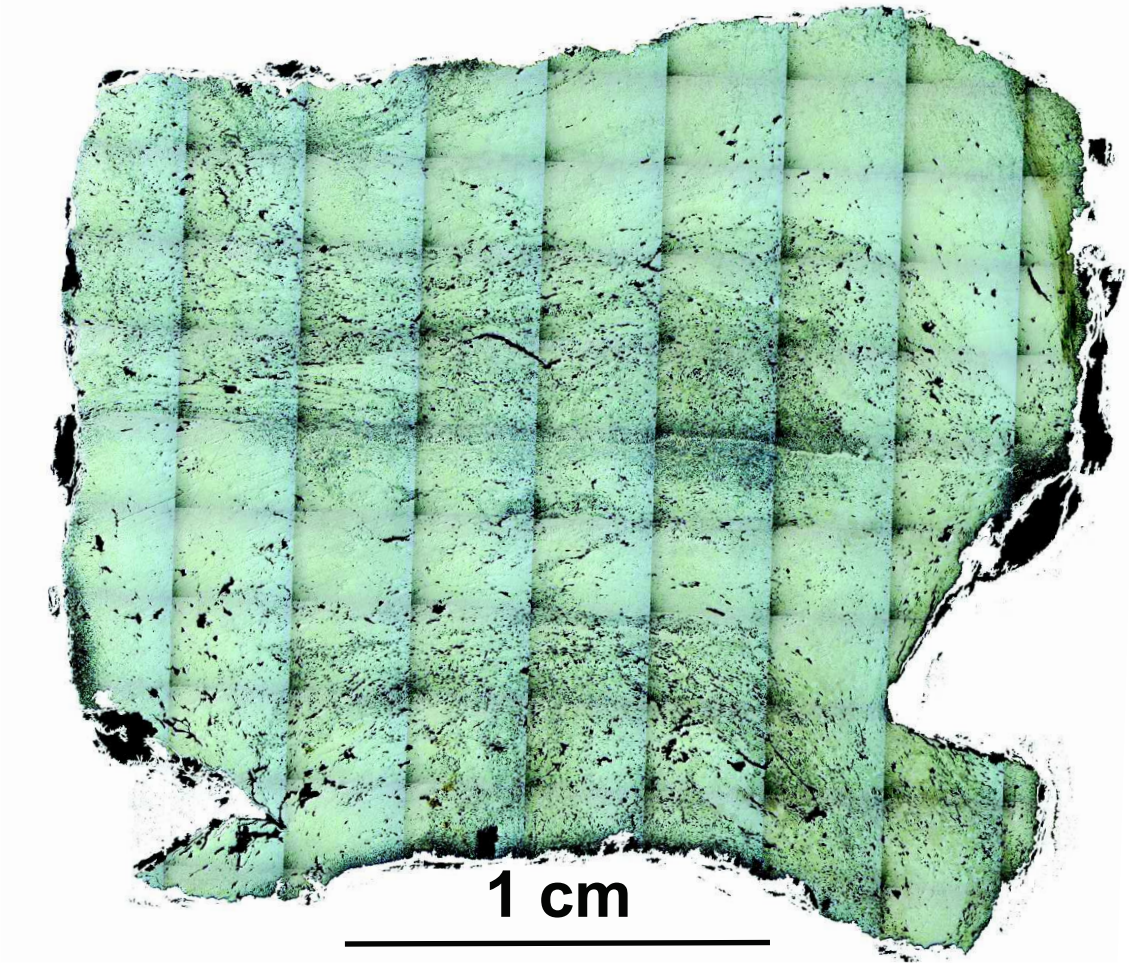


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



DIEULOUARD - Le Vieux Pont

100A1

Catégorie : Objet

Masse : 145 g
Longueur : 111 mm (cons.)
Largeur : 39 mm
Epaisseur : 9 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,8 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,027 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Le crampon est incomplet ; il ne subsiste q'une extrémité du corps avec un tenon. Les faces latérales présenent plusieurs traces de martelage, vraisemblablement en vue d'ajuster le renfort à son logement. Le tenon semble avoir été formé par repli du métal sur lui-même, suite à une découpe partielle de la barre pour former l'épaulement.

Structure du métal :

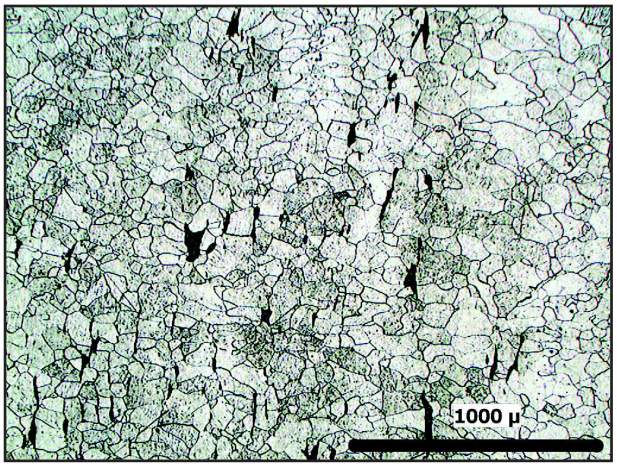
Le métal est compact, et ne comporte ni fissures ni porosités. La corrosion affecte le métal localement. La structure est majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions variables (Cliché **1**). Quelques plages ferriot-perlitiques sont observables, toutes localisées en bordure de la section. La teneur en carbone varie de 0,1 à 0,5 % C (**2**). Quelques marbrures sont observables au sein des structures ferritiques.

Inclusions :

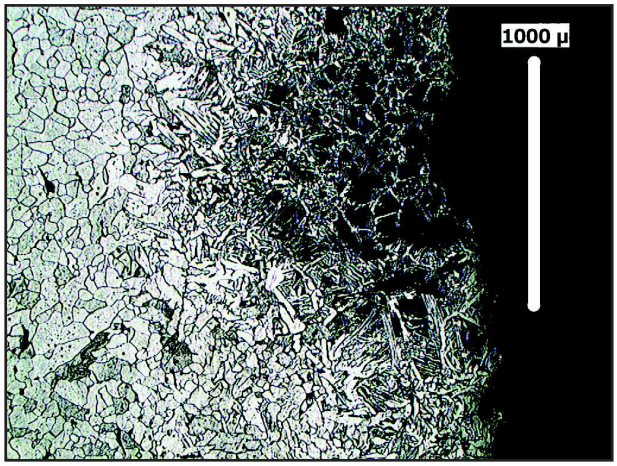
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne. Les dimensions et formes des inclusions sont variables. La plupart présentent toutefois un caractère allongé. Les plus importantes montrent une forme plus irrégulière, avec appendices (**3**). Une partie des inclusions forment des alignements, parallèles aux grandes surfaces (**4**). Les inclusions sont réparties de manière hétérogène. Elles sont plus nombreuses dans l'une des moitiés de la section.
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice cristallisée en lattes au sein de laquelle se développe de la wüstite sous forme de dendrites ou de globules (**5**).

Conclusion partielle :

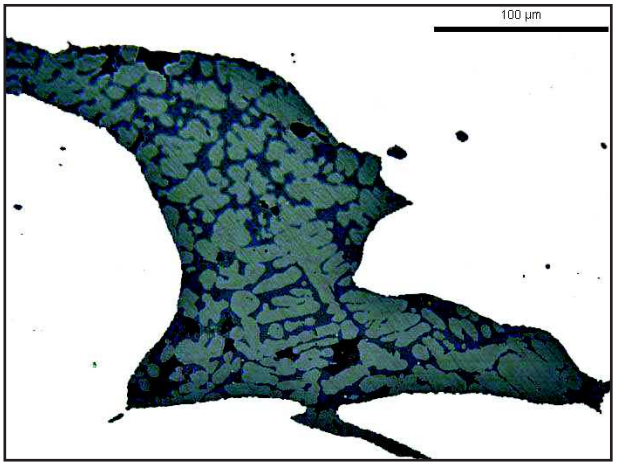
Dans l'ensemble, la déformation des inclusions indique un travail orienté d'écrasement et allongement de la matière. Sur la section transversale, les inclusions ne semblent pas souligner un repli de matière sur les bords du crampon mais plutôt un écrasement.



1

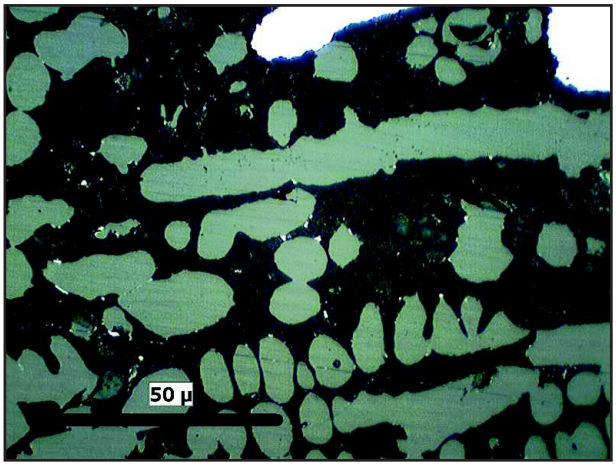


2



3

4

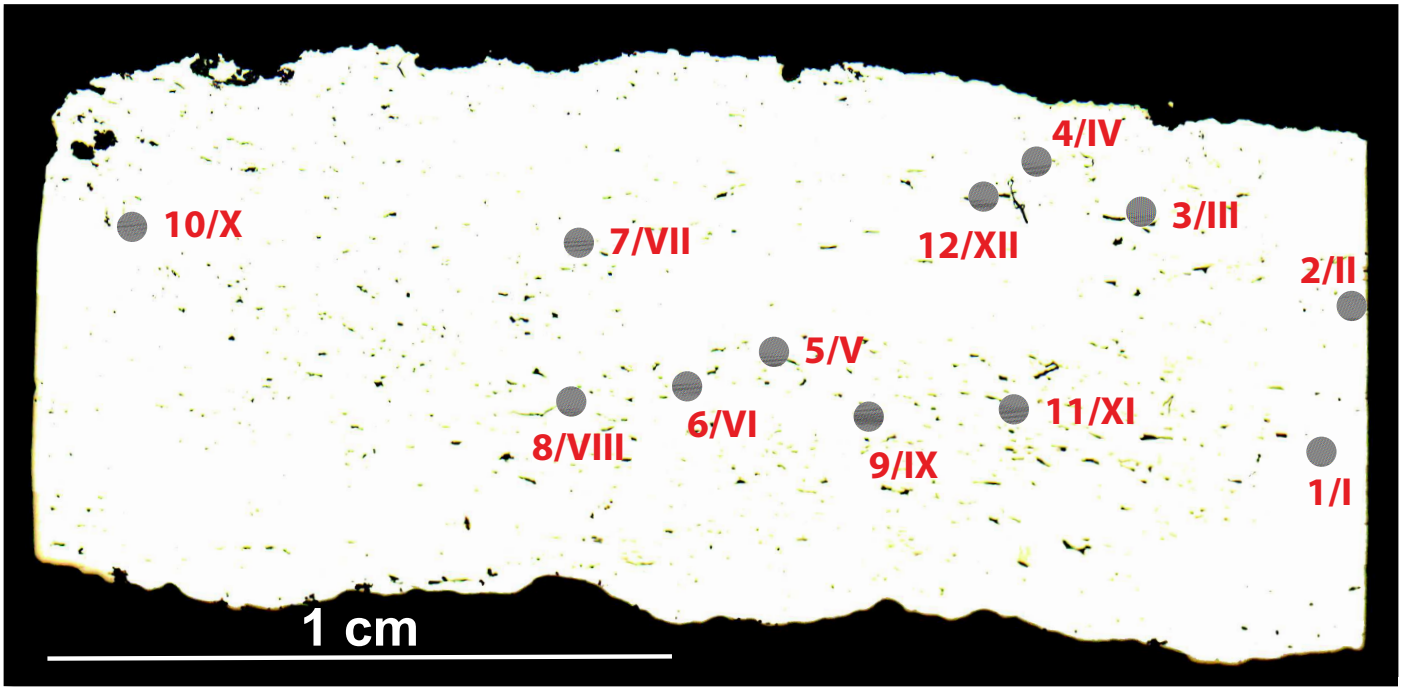


5

6

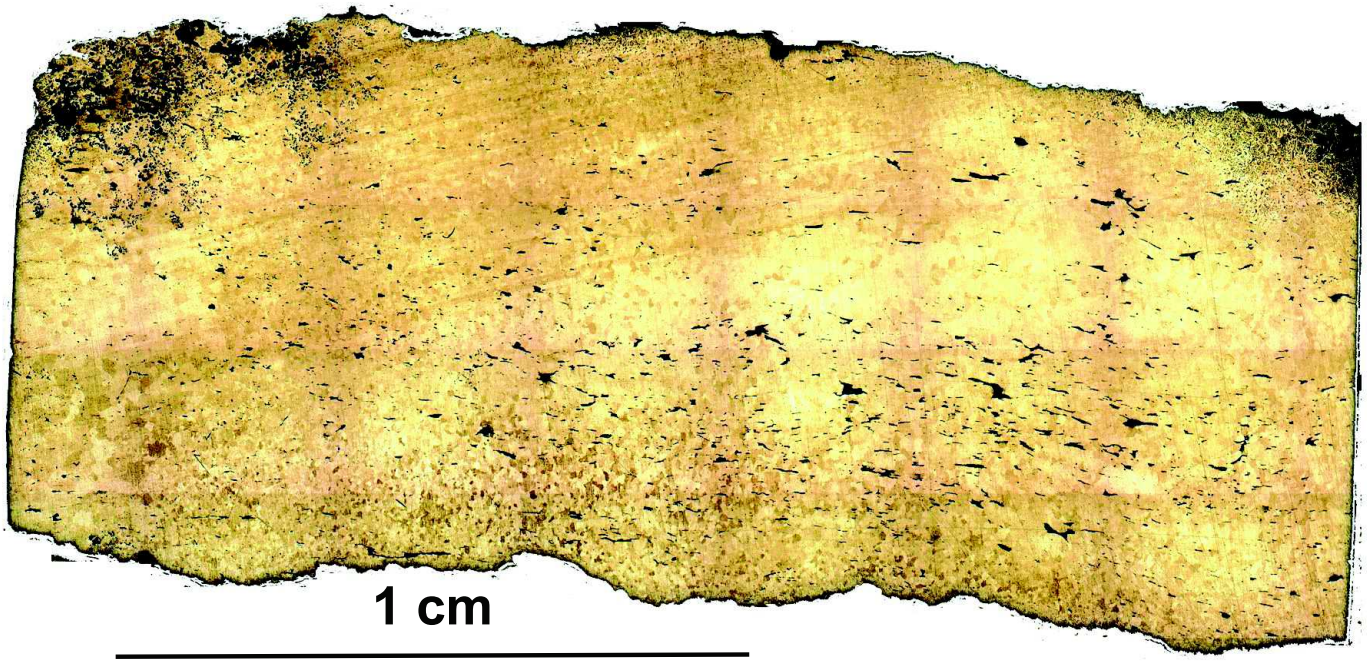
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



251A1

Catégorie : Objet

Masse : 412 g
Longueur : 250 mm
Largeur : de 32 à 40 mm
Epaisseur : 8 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 0,93 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,027 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Le crampon est complet. L'extrémité d'une barre recouvrant une autre est nettement visible sur l'une des grandes surfaces. Sur la face interne, une soudure transversale est visible au tiers de la longueur du fer plat. Le métal a subi un martelage sur ses tranches, vraisemblablement pour ajuster le renfort à son logement.

Structure du métal :

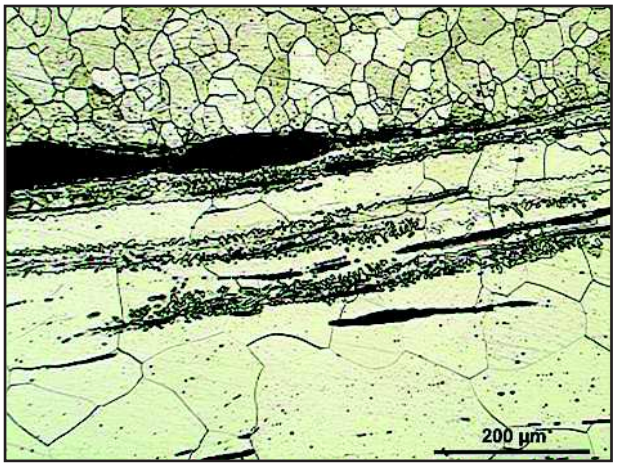
Le métal est compact, il ne comporte ni porosités ni fissures. La section présente une soudure longitudinale, matérialisée notamment par une épaisse inclusion. La structure est très majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, distinguent les deux barres par leurs dimensions (de l'ordre de la centaine de microns pour la partie inférieure ; de quelques dizaines de microns pour la partie supérieure) (Cliché **1**). La partie inférieure présente une plage ferrito-perlitique faiblement carburée (0,1 % C) (**2**). Des marbrures sont visibles localement (**2**).

Inclusions :

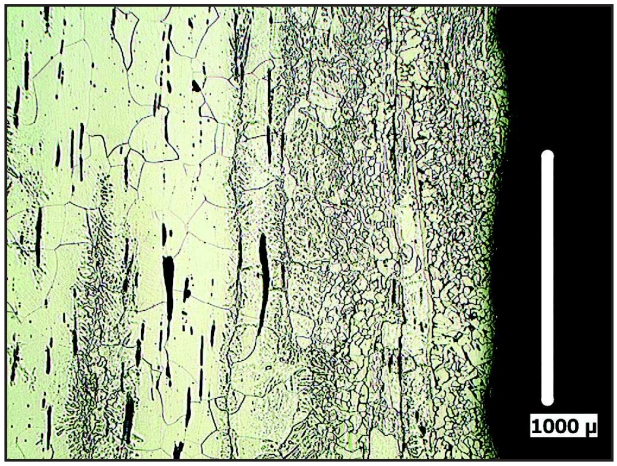
Les deux barres se distinguent nettement par leur propreté inclusionnaire (0,11 % pour la partie supérieure ; 1,35 % pour la partie inférieure), ainsi que par la morphologie des inclusions. Elles sont fines et allongées au sein de la partie supérieure, trapues et irrégulières dans la partie inférieure (Cf. sections *infra*).
Dans la partie supérieure, les inclusions présentent une matrice amorphe (**3**). Dans la partie inférieure, deux faciès minéralogiques dominent. Le premier se caractérise par une matrice finement cristallisée, comprenant localement des cristaux de spinelle en bâtonnets (**4**), ainsi que de la wüstite sous forme de dendrites ou globules. Le second s'en distingue par une matrice cristallisée en lattes comprenant de la wüstite, ainsi que de petits cristaux (spinelles?) (**5** et **6**). La ligne de soudure est composée de wüstite et magnétite (**7** et **8**).

Conclusion partielle :

La crampon est composé de deux barres aux caractéristiques différentes (propreté inclusionnaire et taille des grains). Les inclusions, alignées, soulignent le travail de déformation du métal (allongement de la barre).

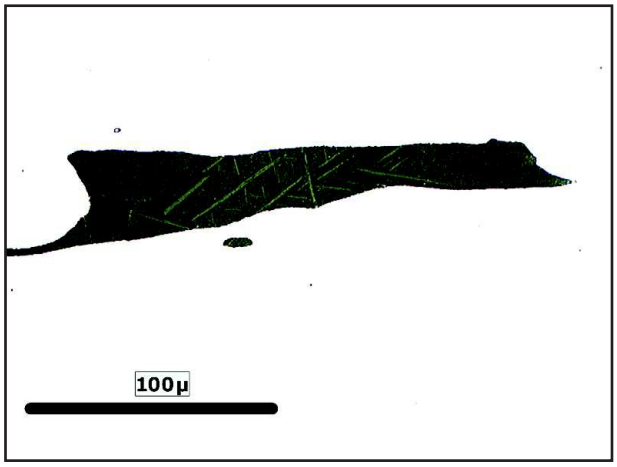


1

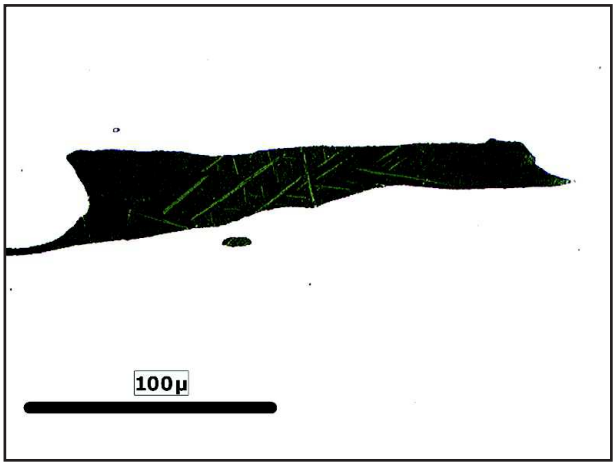


2

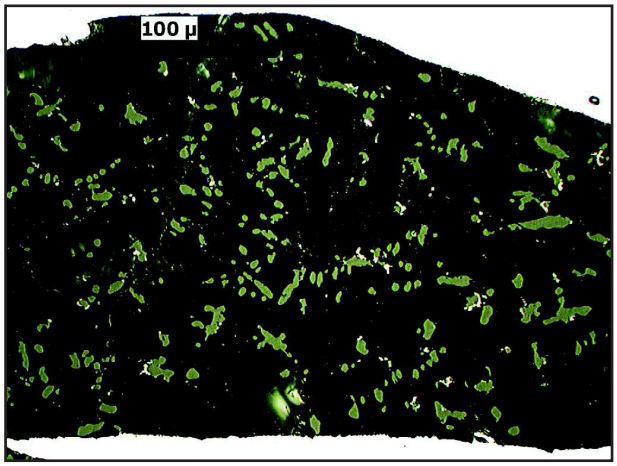
3



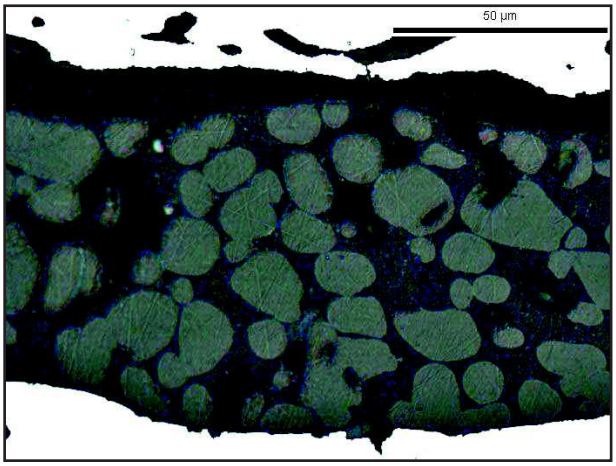
4



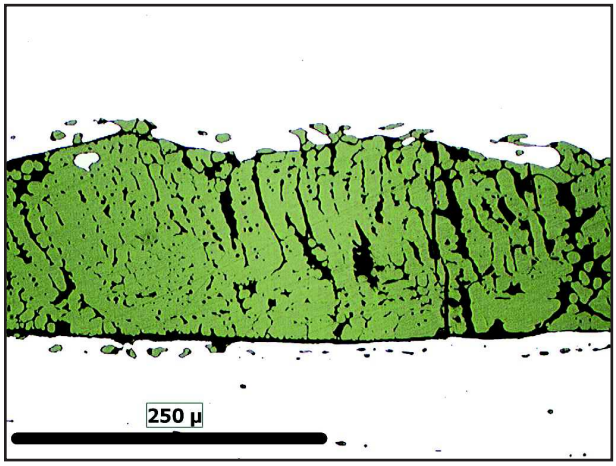
5



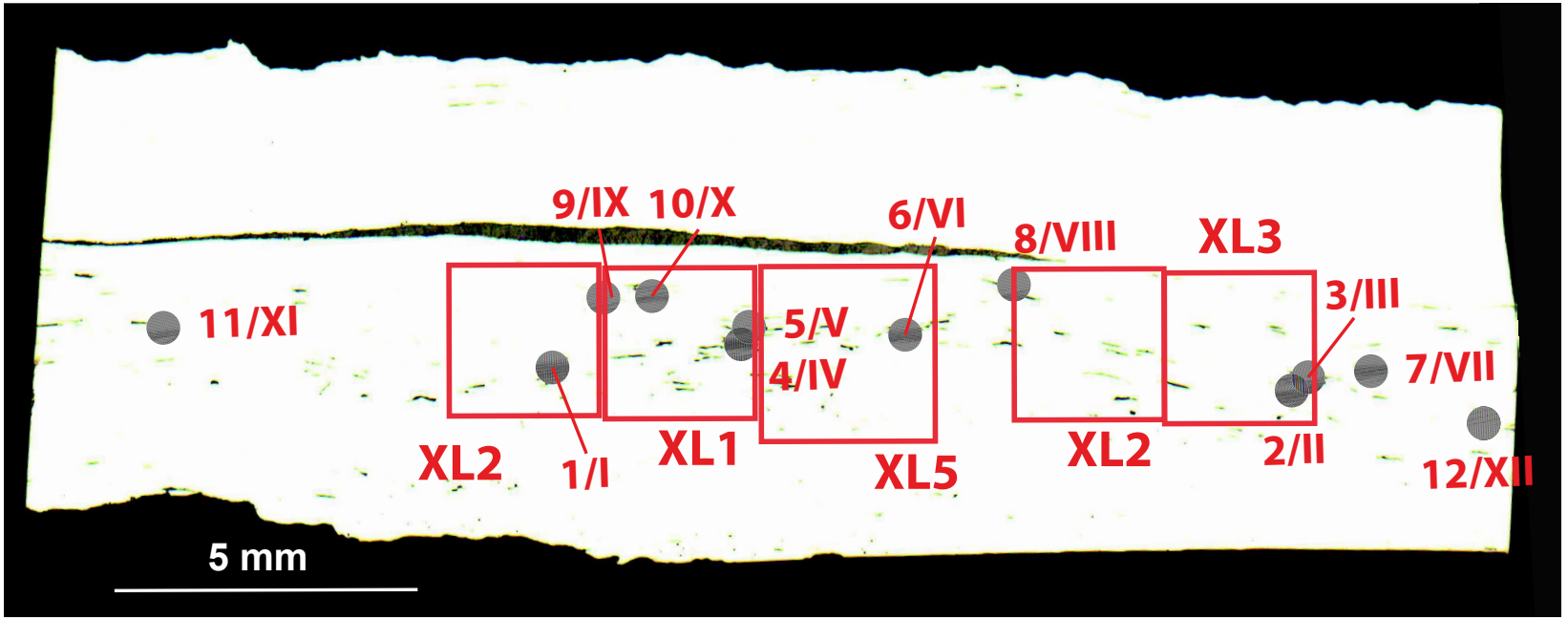
6



7

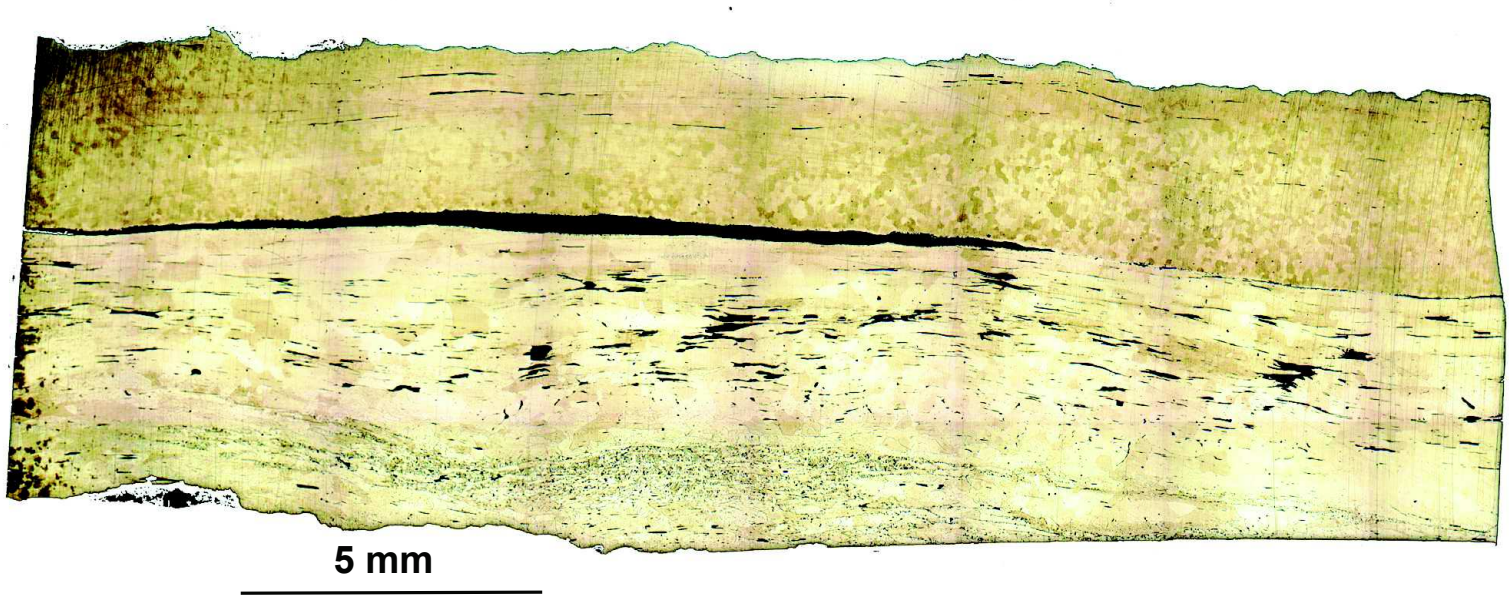


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



256A1

Catégorie : Objet

Masse : 201 g
Longueur : 175 mm (cons.)
Largeur : de 31 à 36 mm
Epaisseur : 6 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 0,95 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,101 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Le crampon est incomplet ; il ne subsiste qu'une partie du corps avec un tenon déformé, presque à l'horizontale. Les faces latérales présenent plusieurs traces de martelage, vraisemblablement en vue d'ajuster le renfort à son logement. Le tenon a été formé par repli du métal sur lui-même selon un schéma en «S».

Structure du métal :

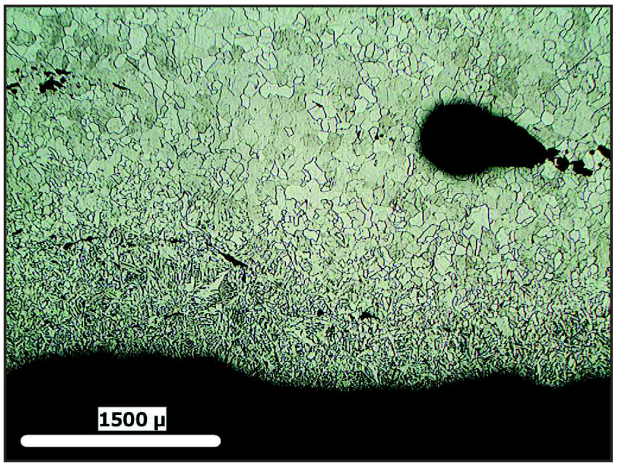
Le métal est compact, et ne comporte ni fissures ni porosités. La structure est majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions relativement homogènes. Le métal présente une carburation superficielle, qui se présente sous la forme de plages ferrito-perlitiques en périphérie de la section (Cliché **1**). Une importante plage plus carburée (de 0,3 à 0,7 % C) souligne un repli du métal sur l'une des tranches. (Cf. sections *infra* ; **2**). Des marbrures sont localement visibles au sein des structures ferritiques.

Inclusions :

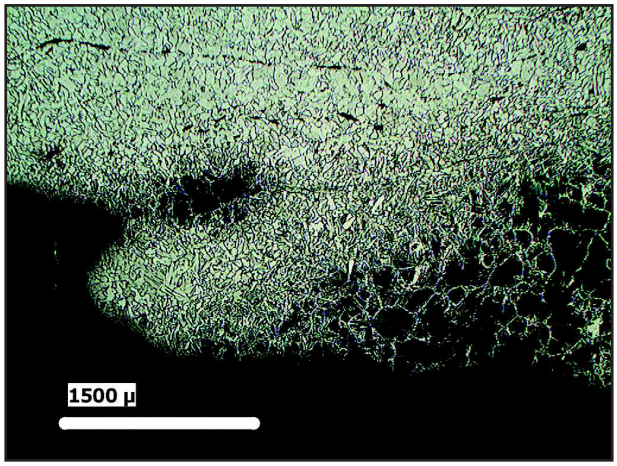
La propreté inclusionnaire du métal est bonne. Celui-ic est plus propre du côté du repli. Les dimensions et formes des inclusions sont variables. Plusieurs inclusions de grandes dimensions (plusieurs centaines de microns), et trapues, sont observables dans la partie opposée au repli. Les inclusions de plus faibles dimensions sont globalement fines et allongées. La majorité forment des alignements, soulignant la déformation du métal, notamment le repli.
Une partie des inclusions présentent une matrice vitreuse et sont dénuées de wüstite (**3**). Le faciès minéralogique dominant se caractérise quant à lui par une matrice finement cristallisée au sein de laquelle se développe de la wüstite sous forme de dendrites ou de globules (**4** et **5**). Quelques inclusions à matrice en lattes sont visibles (**6**).

Conclusion partielle :

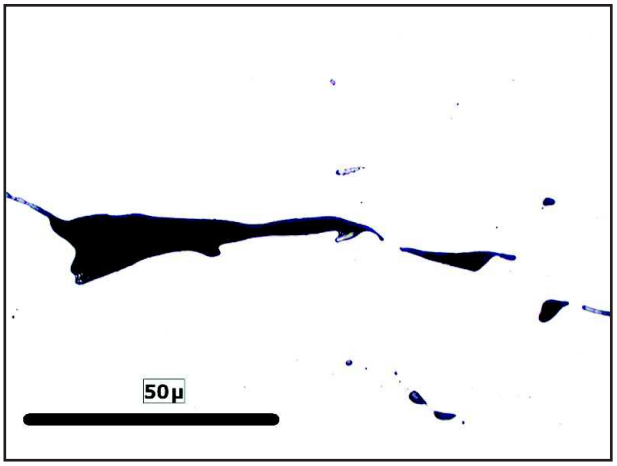
Le corps du crampon a été formé par écrasement et allongement du métal. Une des tranches présente un repli du métal longitudinal.



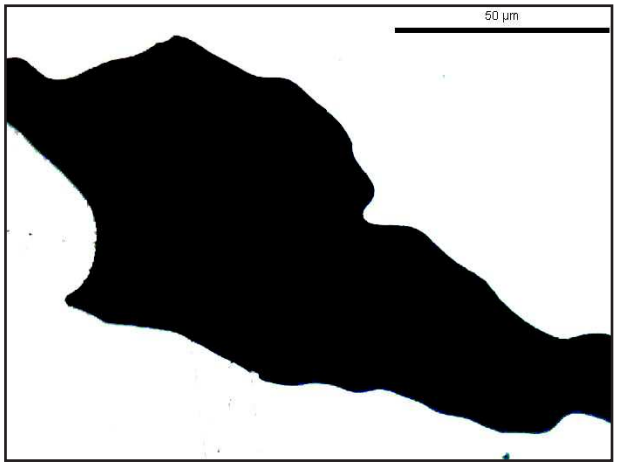
1



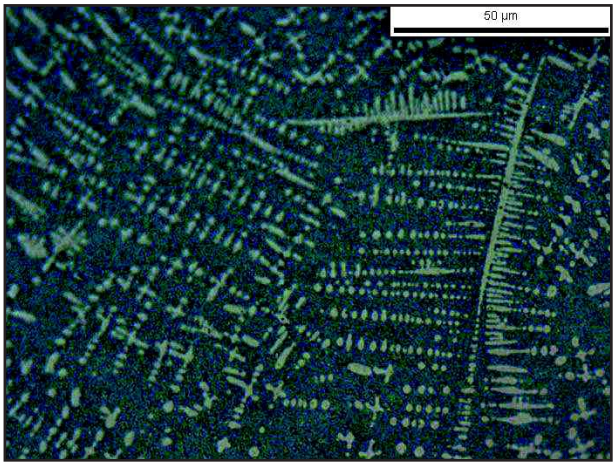
2



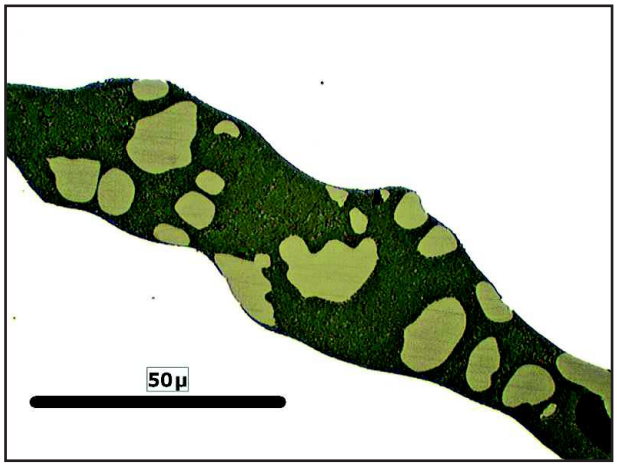
3



4



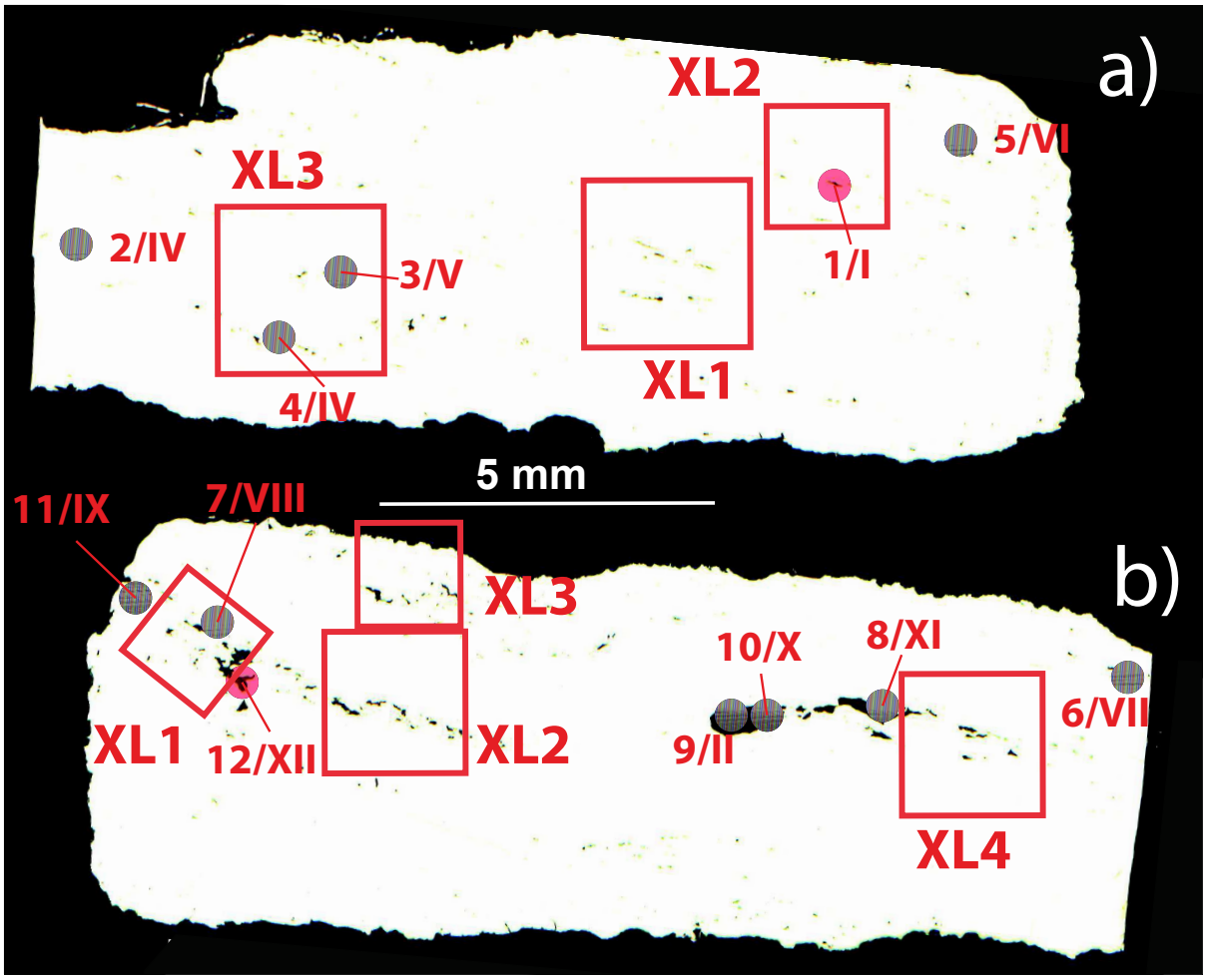
5



6

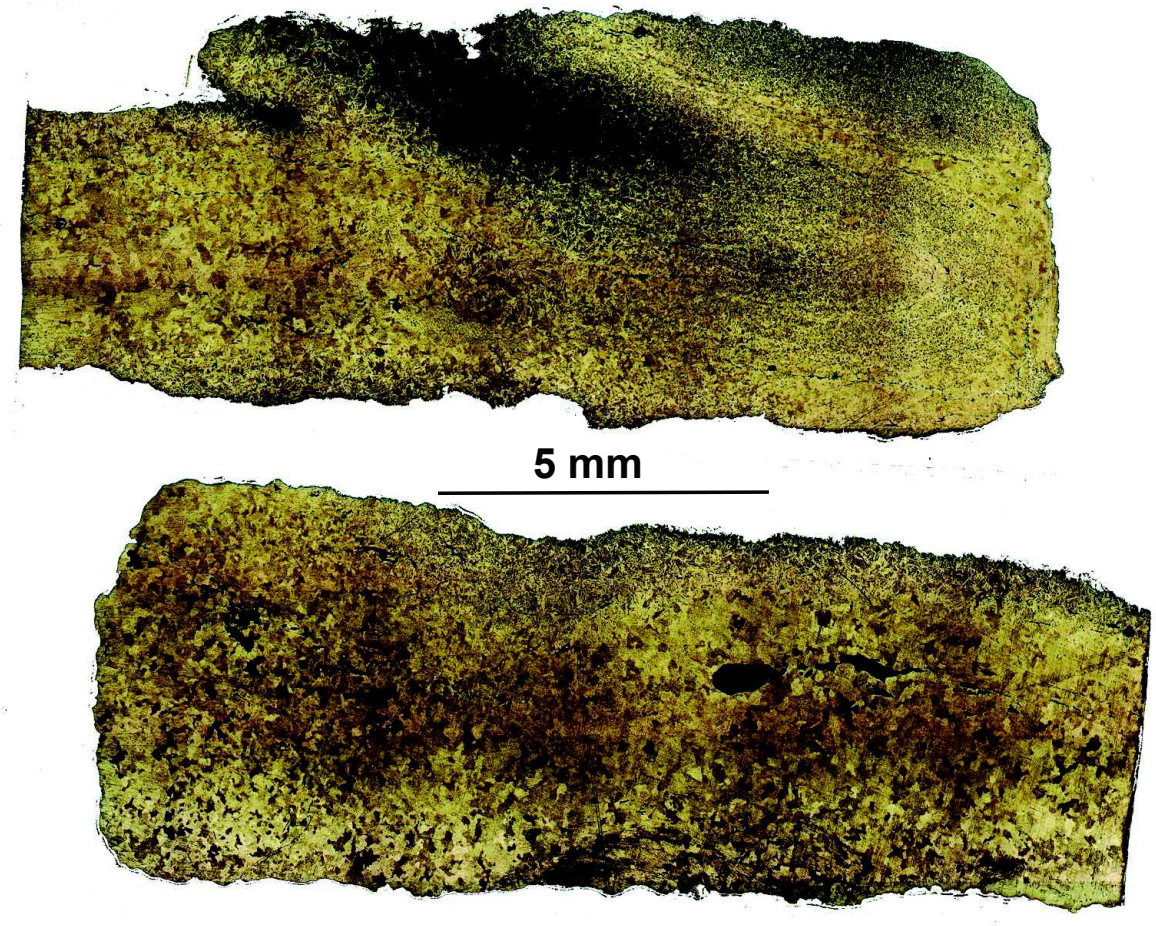
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



272A1

Catégorie : Objet

Masse : 160 g
Longueur : 161 mm (Cons.)
Largeur : de 30 à 32 mm
Epaisseur : 6 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,53 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,02 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Le crampon est incomplet ; il ne subsiste qu'une partie du corps avec un tenon légèrement déformé vers l'extérieur. Les arêtes sont irrégulières, traduisant un martelage destiné à adapter les dimensions du fer plat au logement du renfort.

Structure du métal :

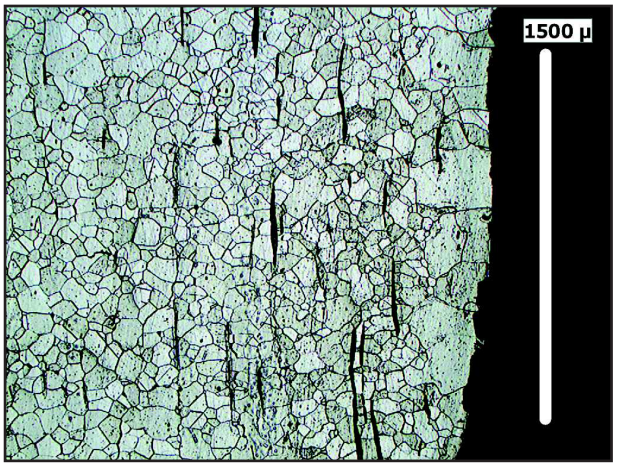
Le métal est compact, et ne comporte ni fissures ni porosités. La structure est exclusivement ferritique (Cliché **1**). Les grains, équiaxes, présentent des dimensions relativement homogènes. Des marbrures sont localement visibles sur la section (**2**).

Inclusions :

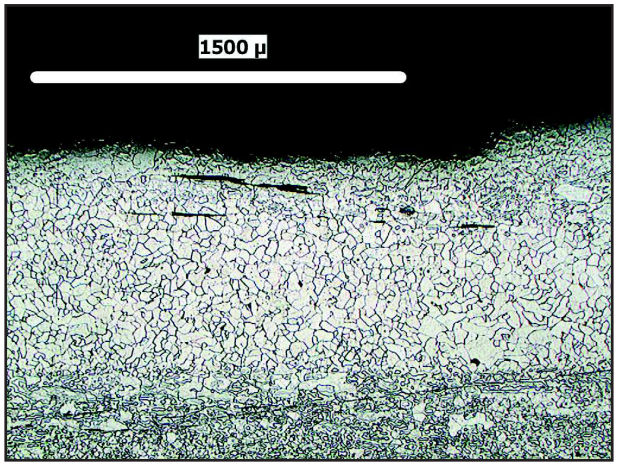
La propreté inclusionnaire du métal est relativement bonne. Les inclusions présentent des dimensions variées, mais présentent toutes un caractère allongé. Les inclusions forment des alignements (**1**), soulignant le travail de déformation du métal.
Trois faciès minéralogiques sont observables. Le premier, rare, se caractérise par une matrice vitreuse (**3**). Le second s'en distingue par une matrice finement cristallisée (**4**) ou cristallisée en petites lattes, pouvant contenir de la wüstite sous forme de globules ou dendrites, ainsi que des cristaux en aiguilles (spinelles?) (**5**). Le dernier présente une matrice cristallisée en lattes (olivines calciques ?), contenant également de la wüstite en globules ou dendrites (**6**), ainsi que des cristaux en aiguilles (**7**).

Conclusion partielle :

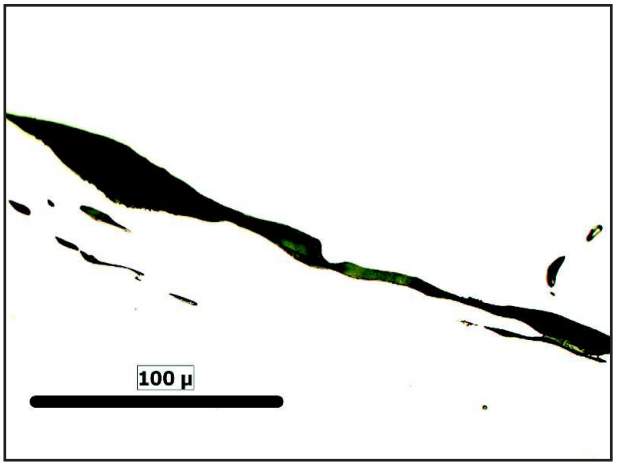
Le corps du crampon a été formé par écrasement et allongement du métal, comme cela est souligné par les alignements d'inclusions fines et allongées.



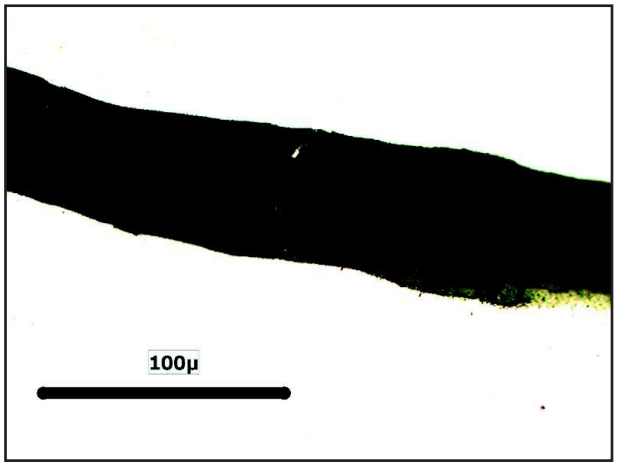
1



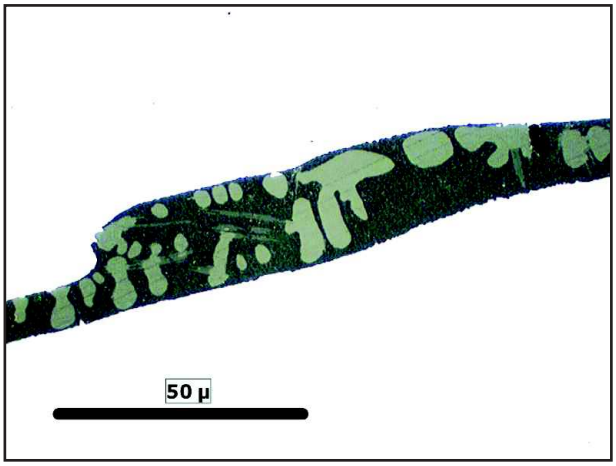
2



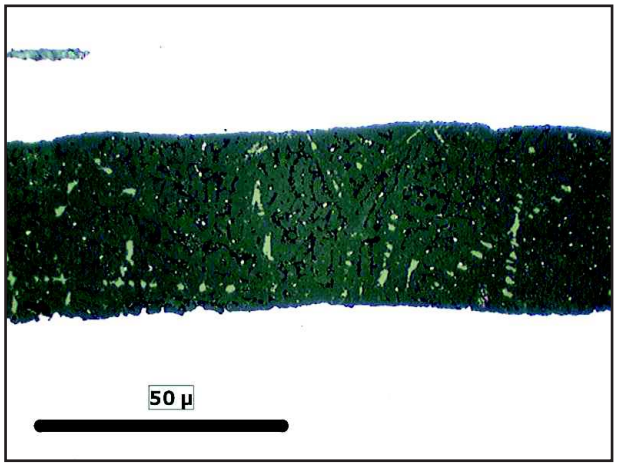
3



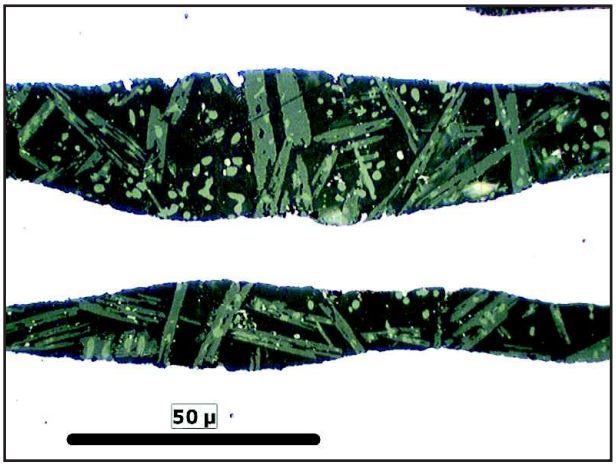
4



5

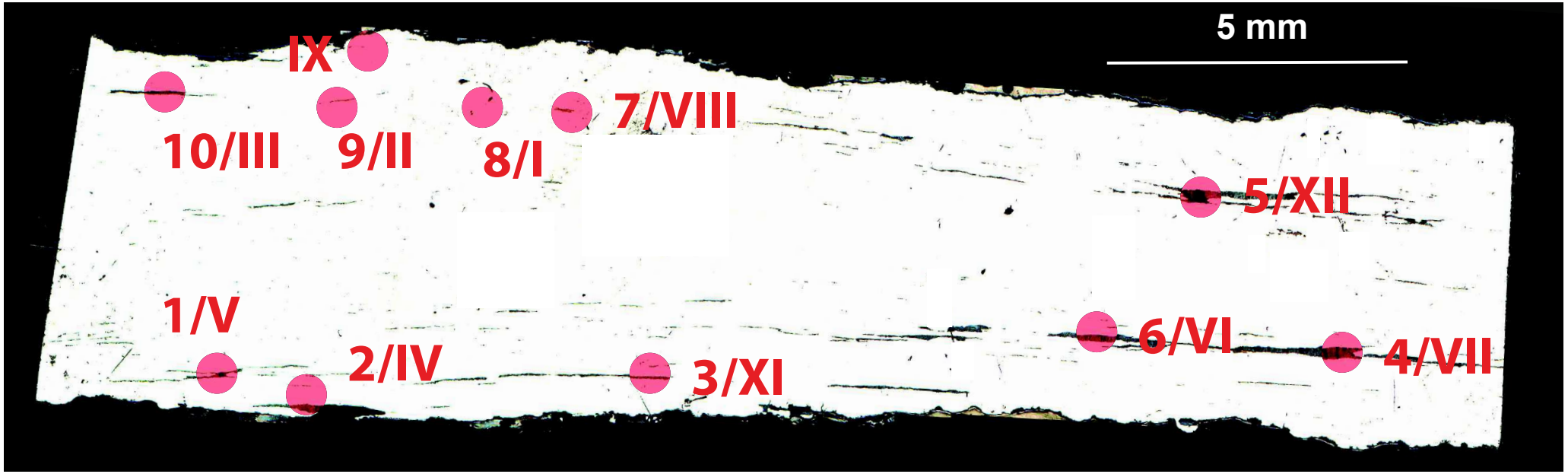


6



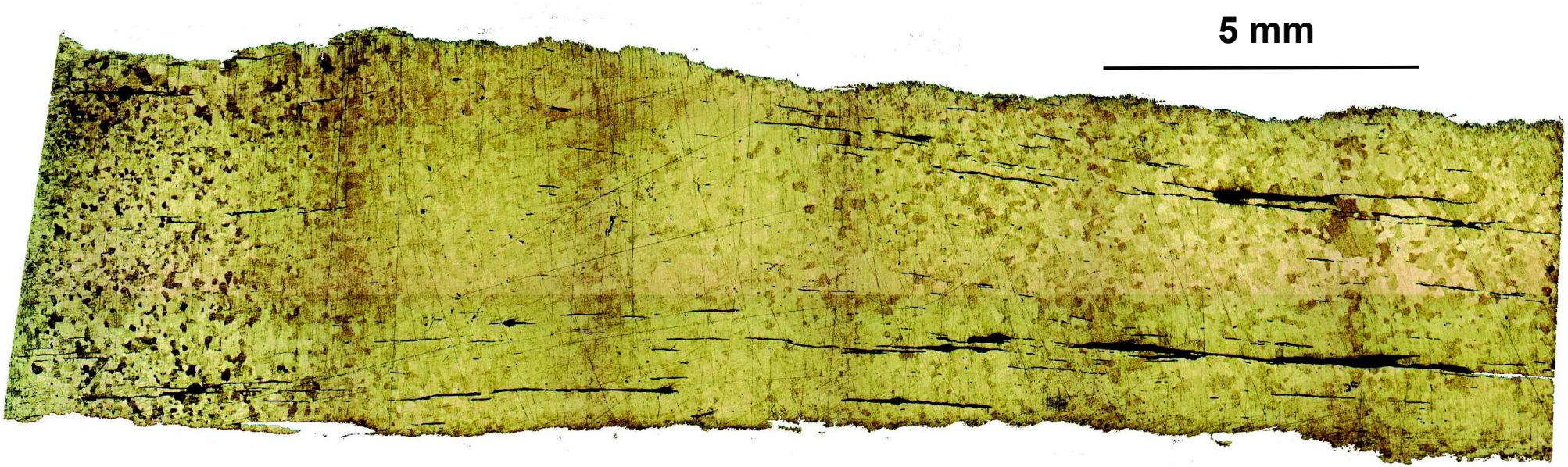
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



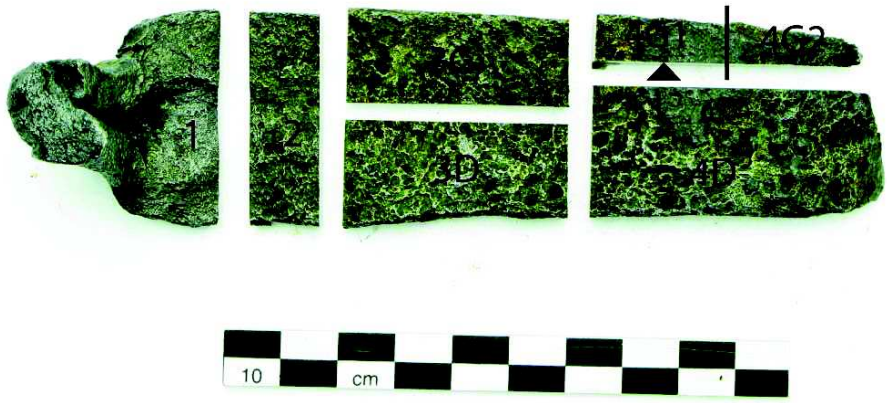
411A1

Catégorie : Objet

Masse : 235 g
Longueur : 146 mm (cons.)
Largeur : de 30 à 38 mm
Epaisseur : 8 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 0,91 %
Pourcentage moyen de carbone : 0,036 %

Remarque(s) :



Description morphologique :

Le crampon est incomplet ; il ne subsiste qu'une partie du corps avec un tenon. Les arêtes sont irrégulières, traduisant un martelage destiné à adapter les dimensions du fer plat au logement du renfort. Le tenon a été mis en forme par enroulement du métal sur lui-même.

Structure du métal :

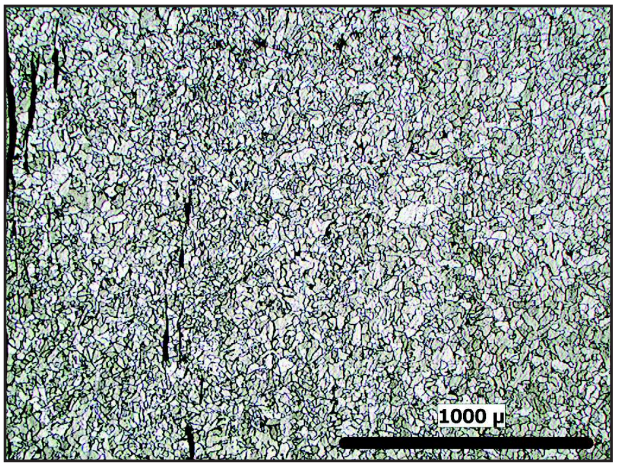
Le métal est compact, et ne comporte ni fissures ni porosités. La structure est majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions relativement homogènes (Cliché **1**). Une bande de métal de structure ferrito-perlitique est visible sur l'axe longitudinal de la section. Quelques marbrures sont très localement visibles (**2**).

Inclusions :

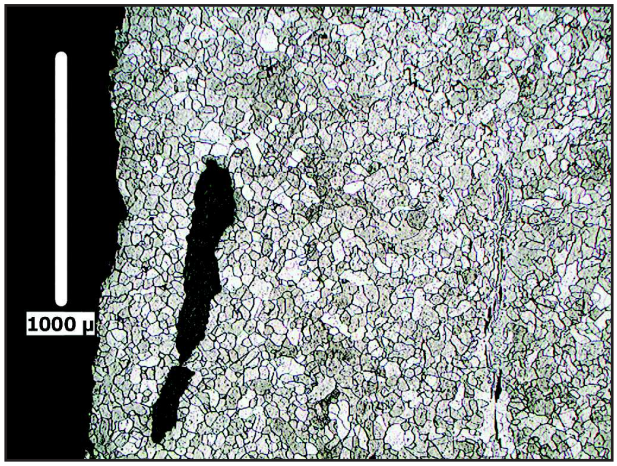
La propreté inclusionnaire du métal est bonne. Les dimensions des inclusions sont variables, mais elles présentent toutes une forme allongée. Elles sont toutes orientées parallèlement aux grandes surfaces et la plupart forment des alignements.
Deux faciès minéralogiques sont observables. Le premier, se caractérise par une matrice vitreuse (**3** et **4**).Le second s'en distingue par une matrice finement cristallisée (**5**) ou cristallisée en petites lattes, pouvant contenir de la wüstite sous forme de globules ou dendrites (**6**), ainsi que des cristaux en aiguilles (spinelles?) (**7**).

Conclusion partielle :

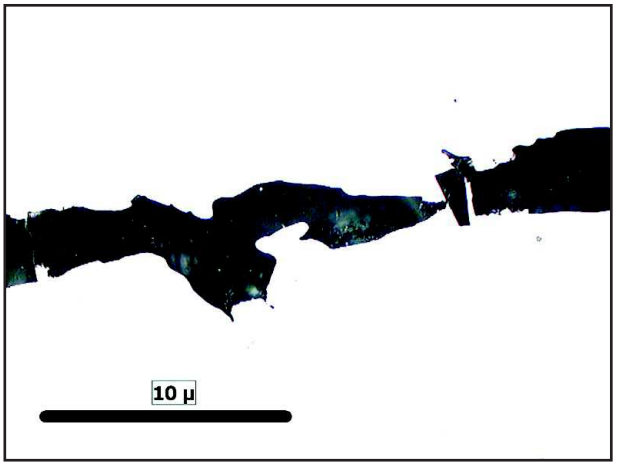
Le corps du crampon a été formé par écrasement et allongement du métal, comme cela est souligné par les alignements d'inclusions fines et allongées, ainsi que l'alternance de bandes de métal plus ou moins carburées.



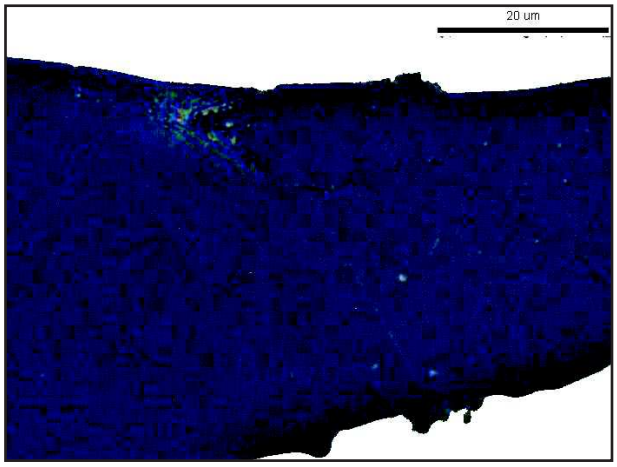
1



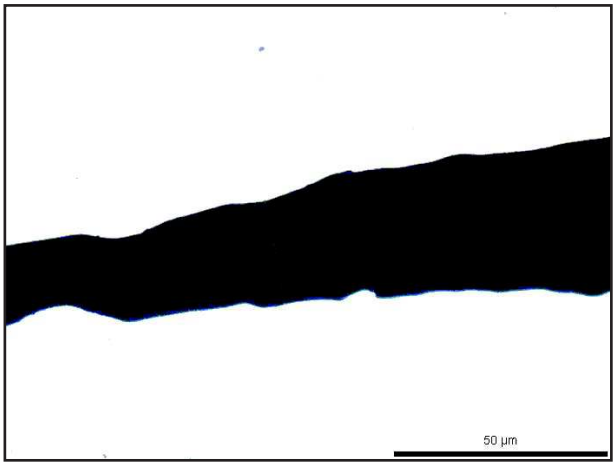
2



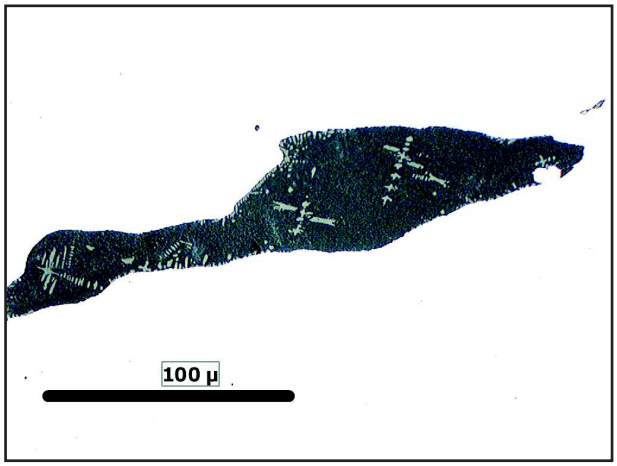
3



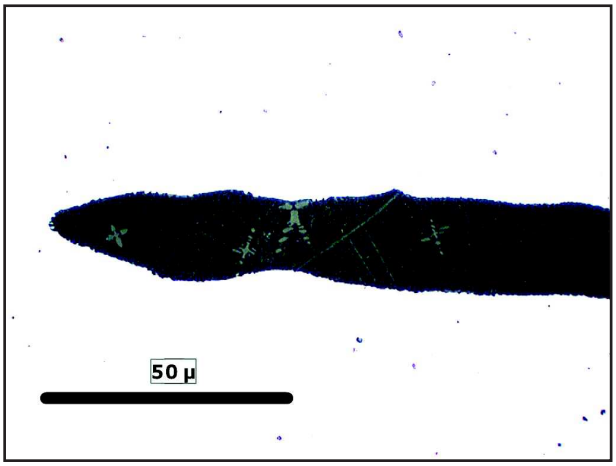
4



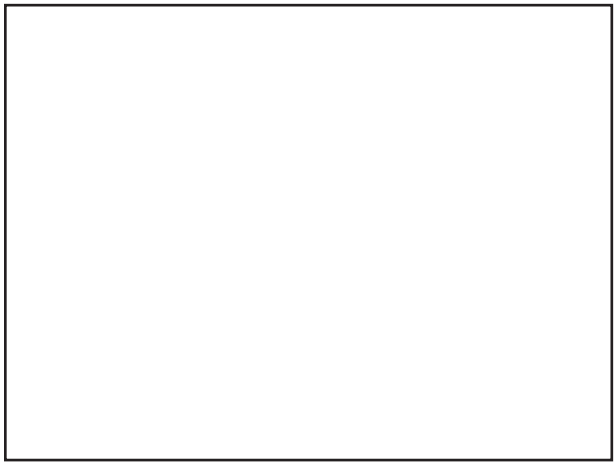
5



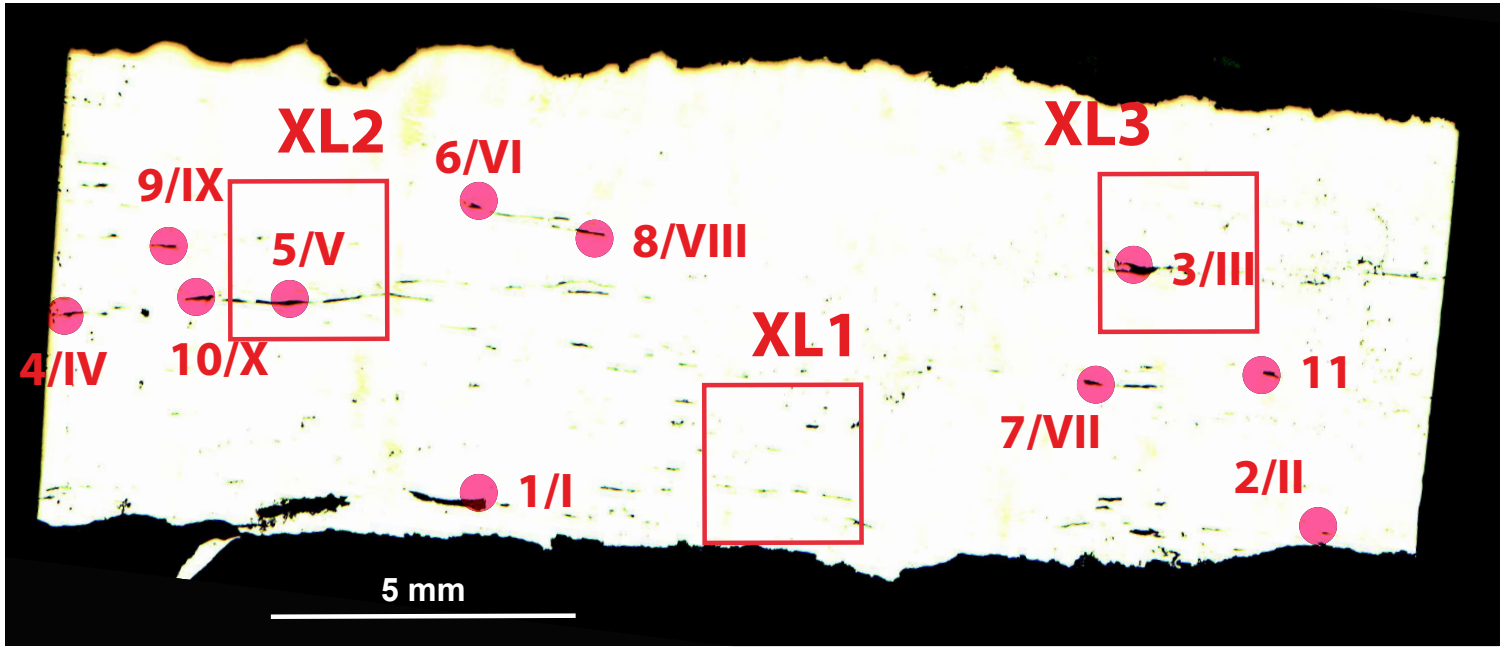
6



7

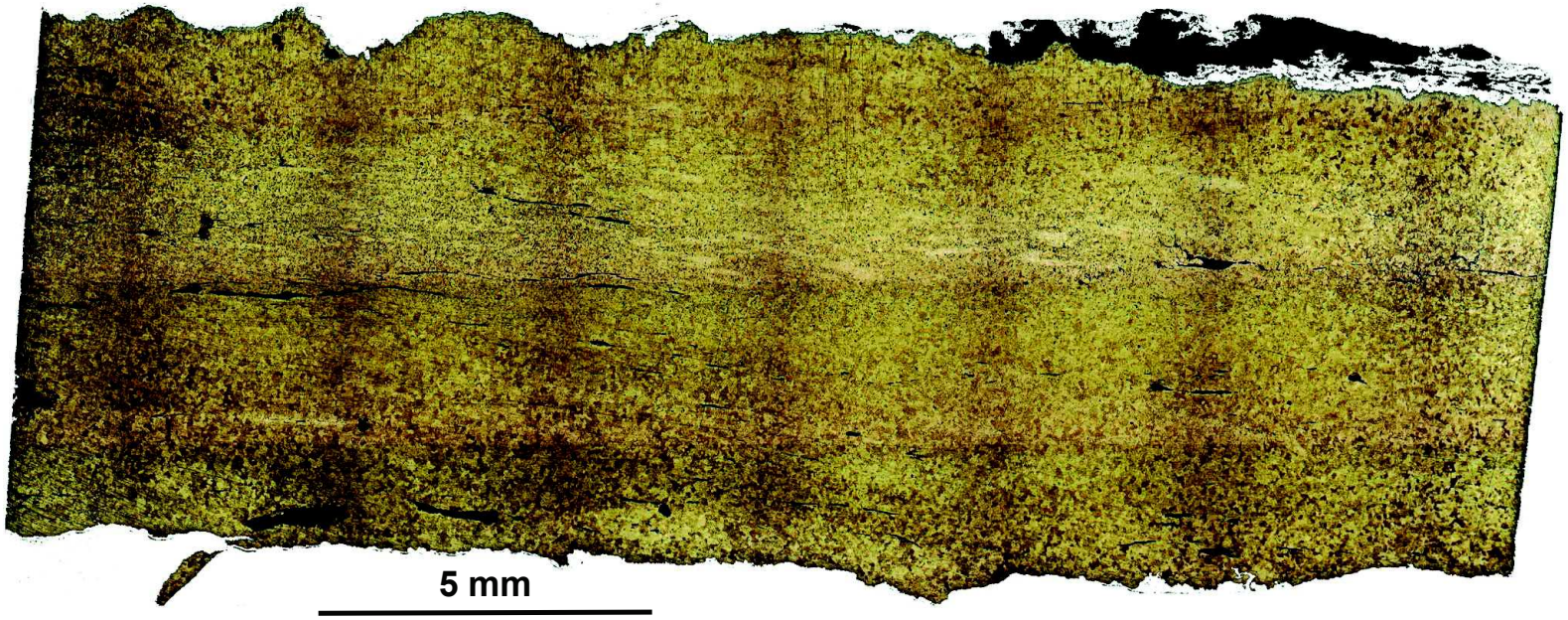


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



489A1

Catégorie : Objet

Masse : 445 g
Longueur : 225 mm
Largeur : de 31 à 35 mm
Epaisseur : 8 mm
Etape de la chaîne opératoire :

Propreté inclusionnaire : 3,82 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,063 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Le crampon est complet. Le métal a subi un martelage sur ses tranches, vraisemblablement pour ajuster le renfort à son logement. L'un des tenons a été mis en forme par écrasement du métal selon un schéma en «S» ; l'autre semble avoir été formé par enroulement.

Structure du métal :

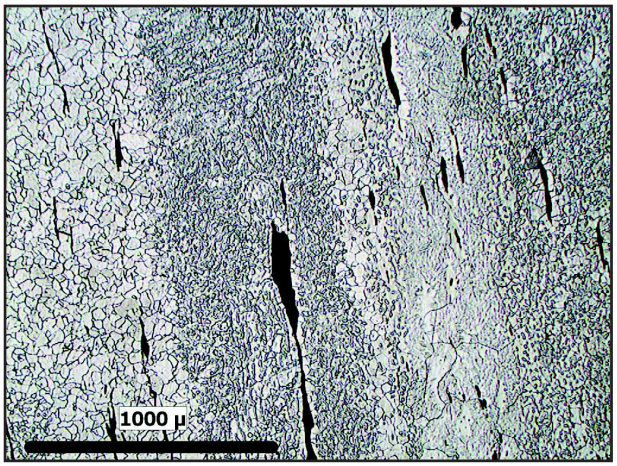
Le métal est compact, et ne comporte ni fissures ni porosités. La structure est majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions variables. Les différences de taille des grains mettent en évidence une structure en bande. Cette structure est par ailleurs soulignée par l'alternance de bandes présentant des marbrures et de bandes qui en sont exemptes (Cliché **1**). Une large plage ferrito-perlitique est observable le long de l'une des grandes surfaces.

Inclusions :

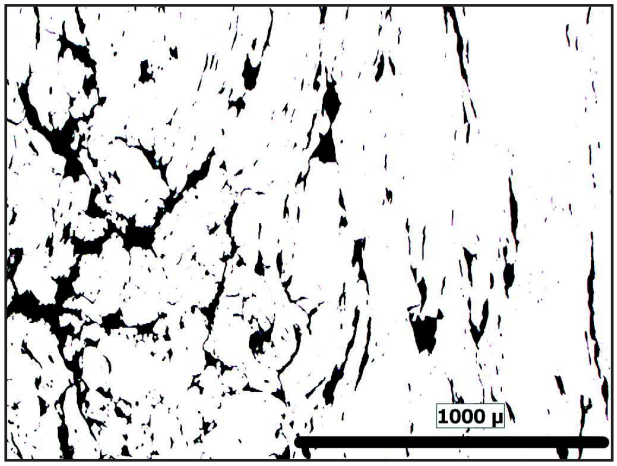
La propreté inclusionnaire du métal est mauvaise. Les dimensions et formes des inclusions sont variables. Au sein de la partie ferritique, la très grande majorité des inclusions sont allongées, tandis qu'elles présentent une forme irrégulière, ramifiée, dans la partie carburée et sa périphérie (**2** et **3**). Les inclusions de la partie ferritique sont orientées parallèlement aux grandes surfaces, et forment des alignements.
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice finement cristallisée, au sein de laquelle se développent des cristaux en aiguilles (spinelles ?), des cristaux trapus aux angles arrondis, ainsi que des globules et dendrites de wüstite (**4** à **6**).

Conclusion partielle :

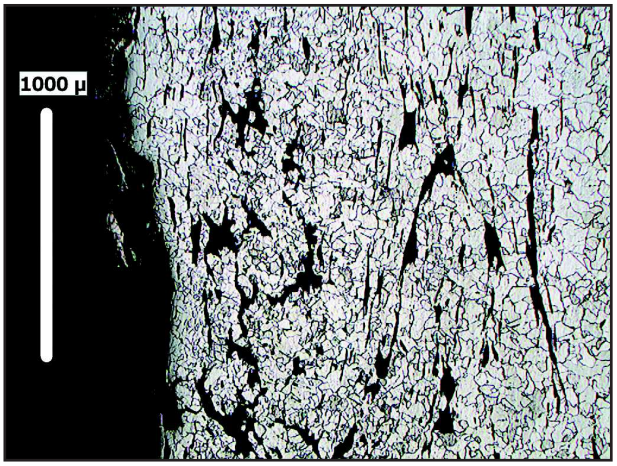
L'organisation, en bandes, du métal, ainsi que l'orientation des inclusions de la partie ferritique, montrent que le métal a subi un écrasement en vue de l'allonger. La présence d'une zone de mauvaise propreté inclusionnaire, au sein de laquelle les inclusions présentent des formes irréuglières, suggèrent que le métal travaillé n'a pas subi d'épuration poussée, et est donc encore relativement proche de l'état brut.



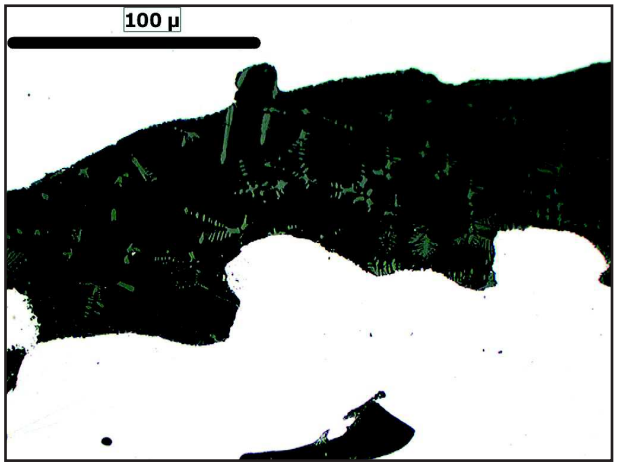
1



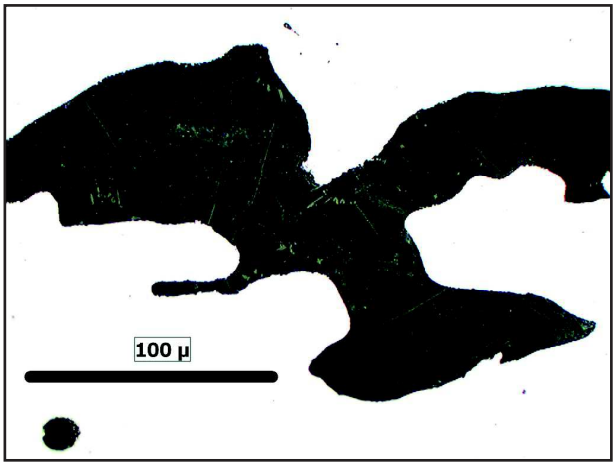
2



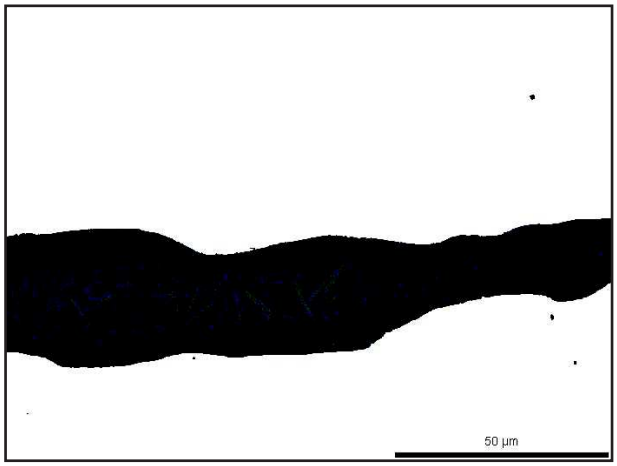
3



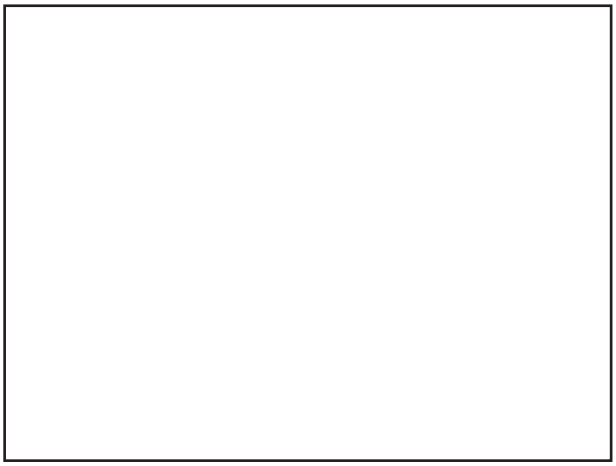
4



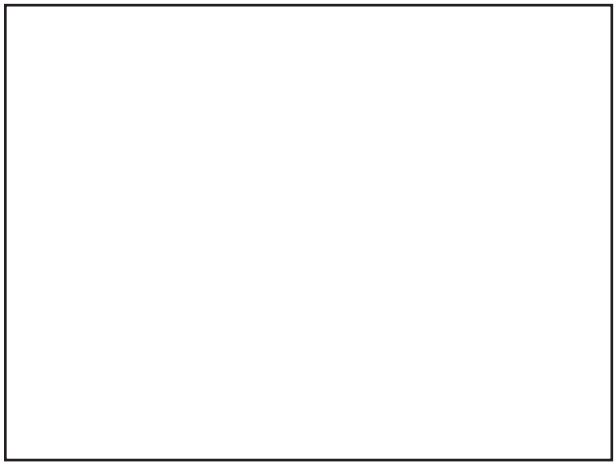
5



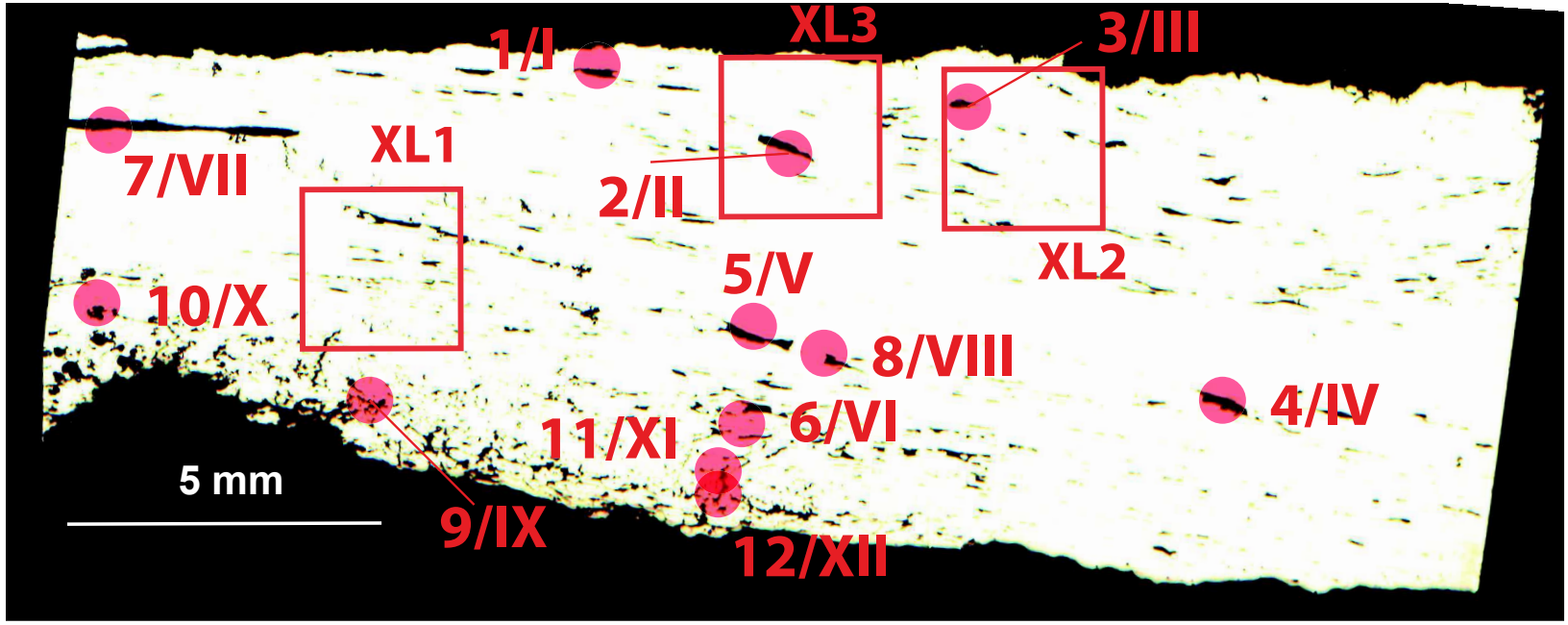
6



7

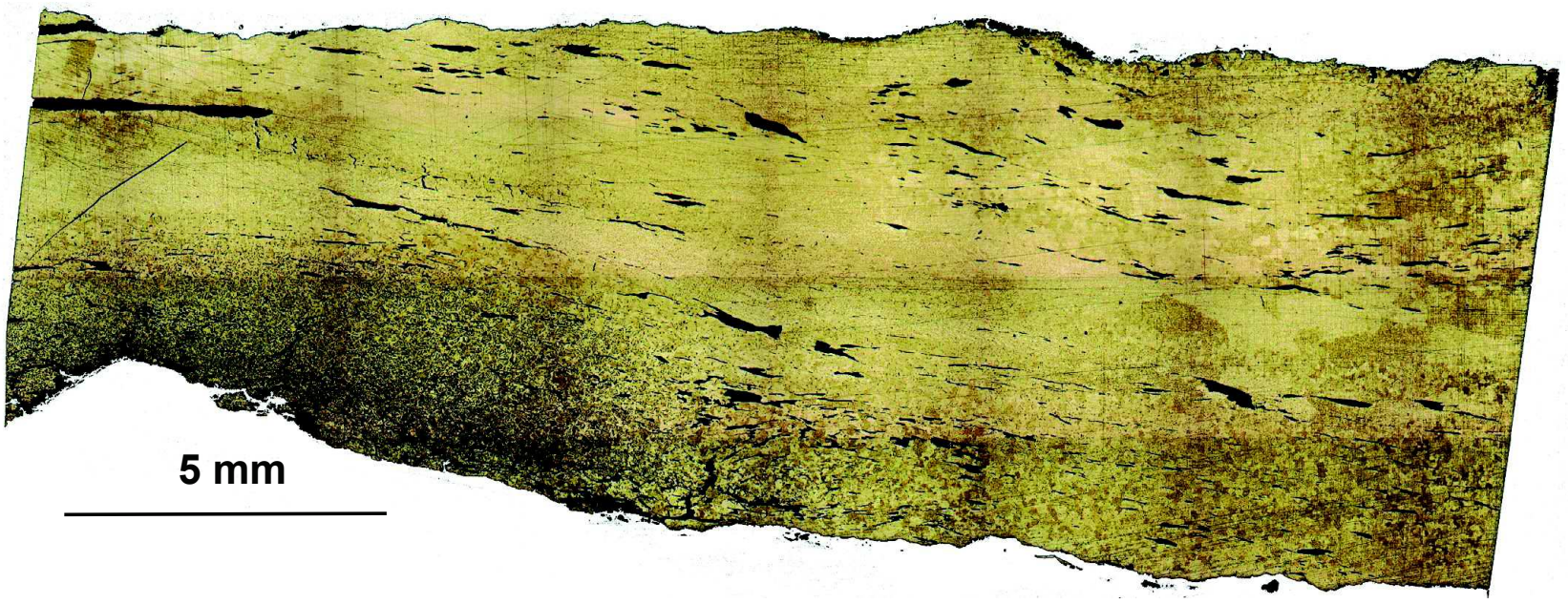


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



510A1 3D1

Catégorie : Objet

Masse : g
Longueur : 82 mm (cons.)
Largeur : 37 mm
Epaisseur : 8 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 2,35 %
Pourcentage moyen de carbone : 0,362 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Le crampon est incomplet ; il ne subsiste qu'une partie du corps avec un tenon. Les arêtes sont irrégulières, traduisant un martelage destiné à adapter les dimensions du fer plat au logement du renfort.

Structure du métal :

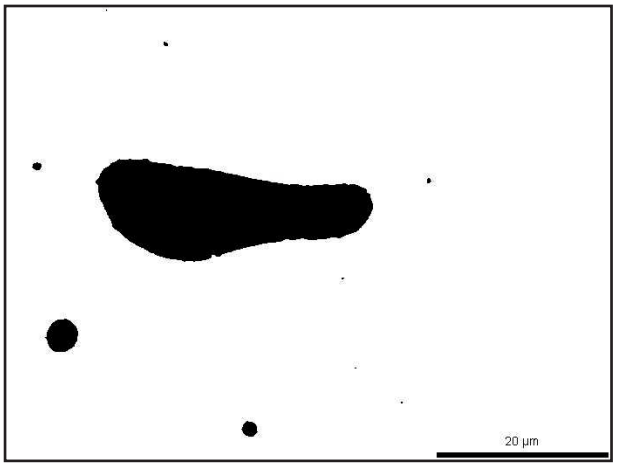
Le métal est compact, et ne comporte ni fissures ni porosités. L'ensemble du métal est carburé. Le corps du crampon est constitué d'une succession de bandes plus ou moins aciérées (variant entre 0,1 % et 0,6 % C). Une plage eutectoïde est visible en périphérie de la section. Les grains de ferrite forment une structure en widmannstätten dans les plages hypoeutectoïdes (Cf. Section *infra*).

Inclusions :

La propreté inclusionnaire du métal est moyenne. Les dimensions et formes des inclusions sont variables. Les plus importantes présentent une forme irrégulière, avec appendices. Les inclusions de dimensions moindres, bien que de forme irrégulière également, sont globalement plus allongées et orientées parallèlement aux grandes surfaces. Les inclusions se concentrent dans les zones les moins carburées.
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice vitreuse (Clichés **1** à **3**). De rares inclusions à cristallisation fines, comprenant des dendrites de wüstite, sont également observables (**4**).

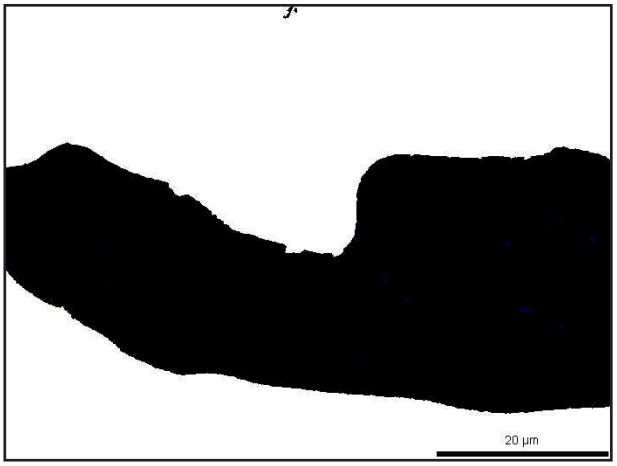
Conclusion partielle :

L'organisation, en bandes, du métal, ainsi que l'orientation des inclusions, montrent que le métal a subi un écrasement en vue de l'allonger. La présence d'une zone de mauvaise propreté inclusionnaire, au sein de laquelle les inclusions présentent des formes irréuglières, suggèrent que le métal travaillé n'a pas subi d'épuration poussée, et est donc encore relativement proche de l'état brut.



1

2



3

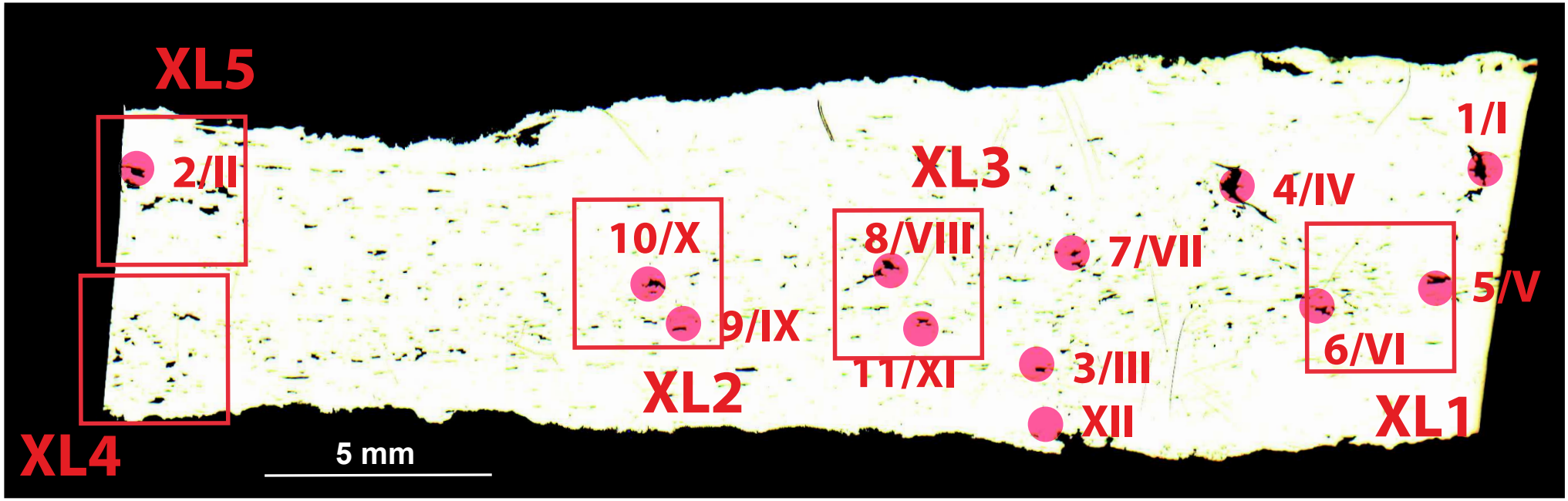
4

5

6

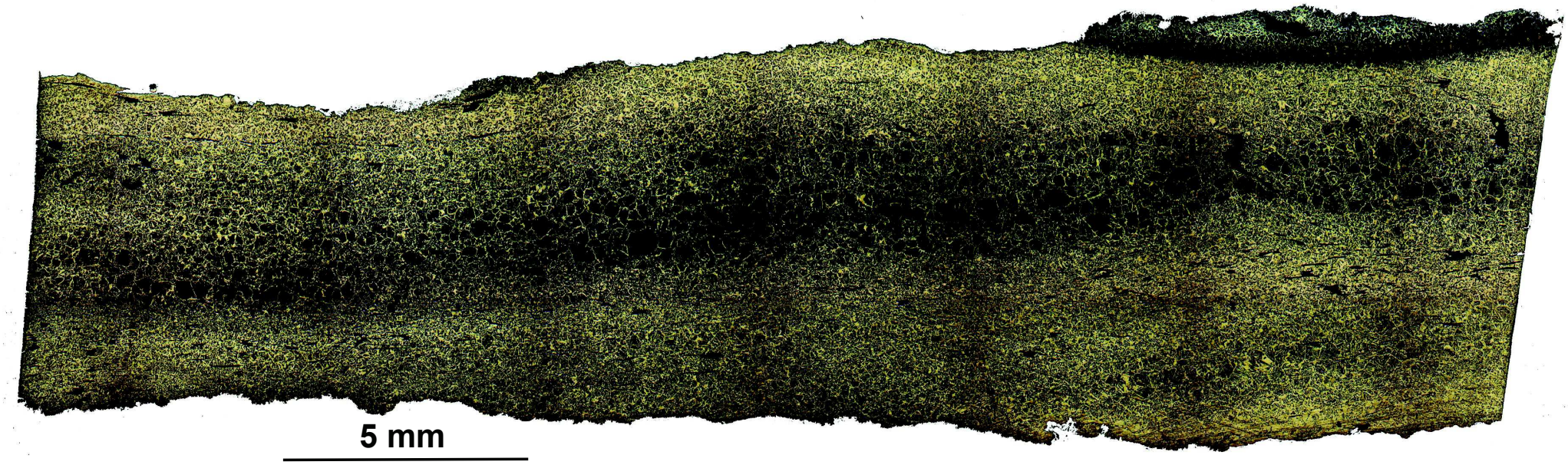
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



510A1 3D2

Catégorie : Objet

Masse : g
Longueur : 82 mm (cons.)
Largeur : 37 mm
Epaisseur : 8 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 4,60 %
Pourcentage moyen de carbone : 0,194 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Le crampon est incomplet ; il ne subsiste qu'une partie du corps avec un tenon. Les arêtes sont irrégulières, traduisant un martelage destiné à adapter les dimensions du fer plat au logement du renfort.

Structure du métal :

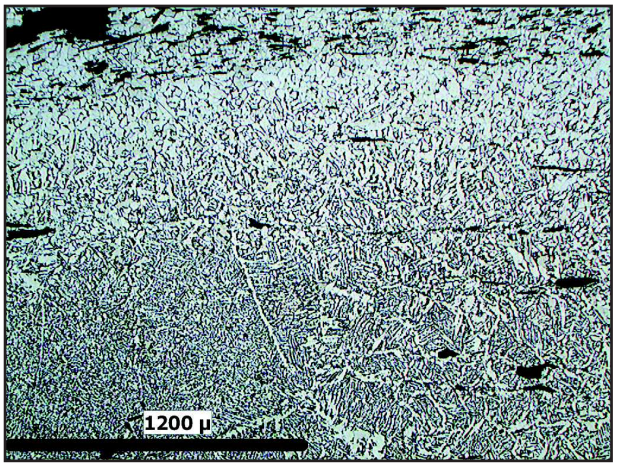
Le métal est compact, et ne comporte ni fissures ni porosités. La moitié de la surface est ferritique ;l'autre est aciérée. Le corps du crampon est constitué d'une succession de bandes plus ou moins aciérées (variant entre 0,1 % et 0,5 % C) (Clichés **1** et **2**). Une petite plage eutectoïde est visible en périphérie de la section. Les grains de ferrite forment une structure en widmannstätten dans les plages hypoeutectoïdes (Cf. Section *infra*).

Inclusions :

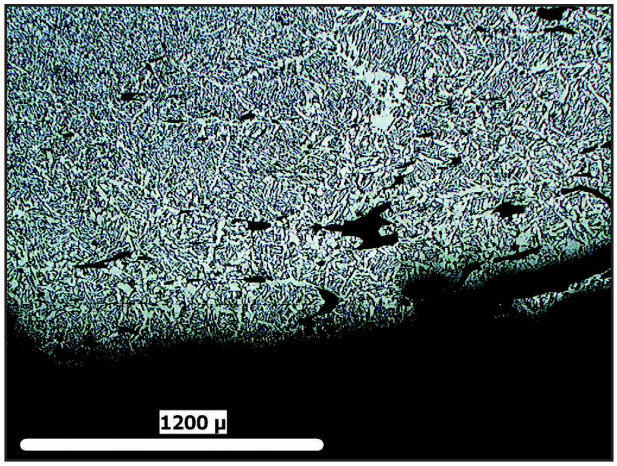
La propreté inclusionnaire du métal est mauvaise. Les dimensions et formes des inclusions sont variables. Les plus importantes présentent une forme irrégulière, avec appendices. Les inclusions de dimensions moindres, bien que de forme irrégulière également, sont globalement plus allongées et orientées parallèlement aux grandes surfaces. Les inclusions se concentrent dans la zone ferritique, où elle montrent une forme irrégulière, ramifiée ou à appendices (**3**).
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice composée de gros gristaux, d'aspect vitreux (**4** et **5**). Au sein de la partie ferritique riches en inclusions, quelques unes présentent une cristallisation fine, comprenant de petits cristaux en dendrites ou chevrons (olivines calciques ?) (**6** et **7**).

Conclusion partielle :

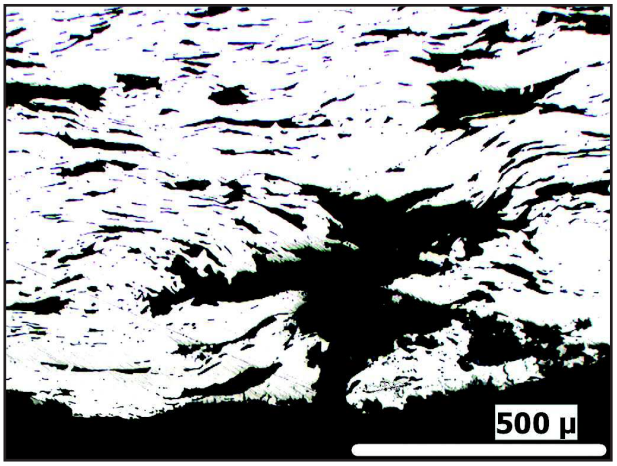
L'organisation, en bandes, du métal, ainsi que l'orientation des inclusions, montrent que le métal a subi un écrasement en vue de l'allonger. La présence d'une zone de mauvaise propreté inclusionnaire, au sein de laquelle les inclusions présentent des formes irréuglières, suggèrent que le métal travaillé n'a pas subi d'épuration poussée, et est donc encore relativement proche de l'état brut.



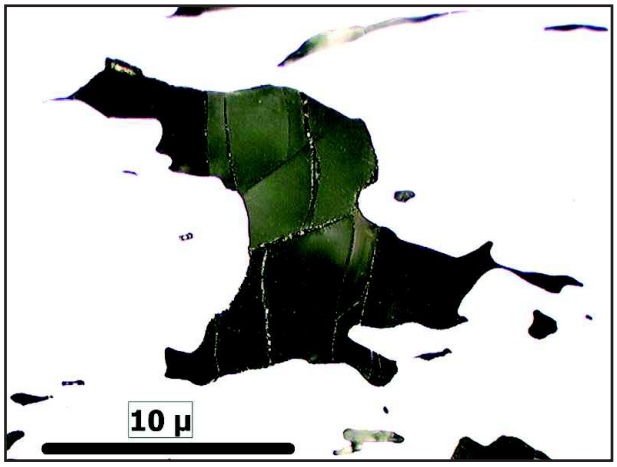
1



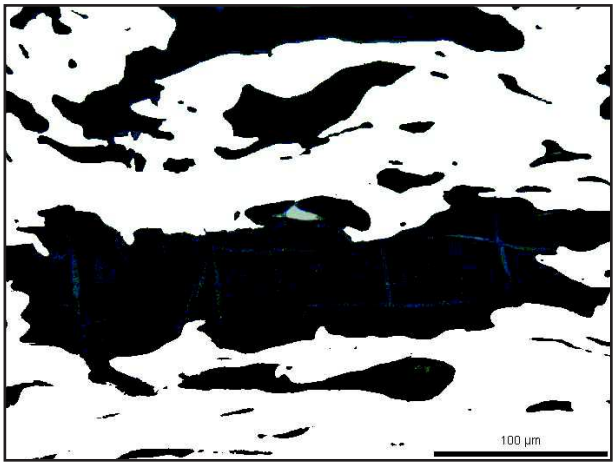
2



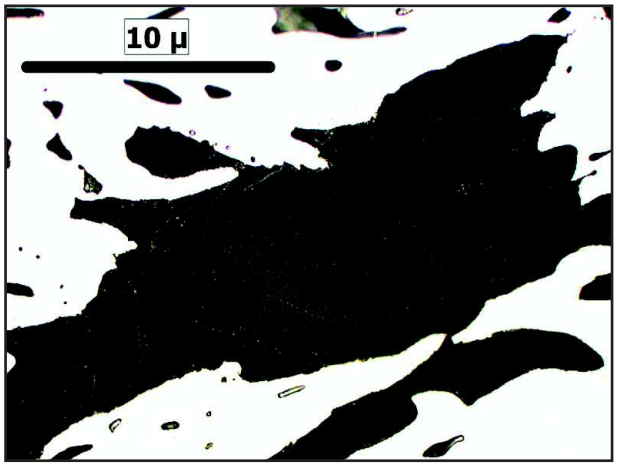
3



4



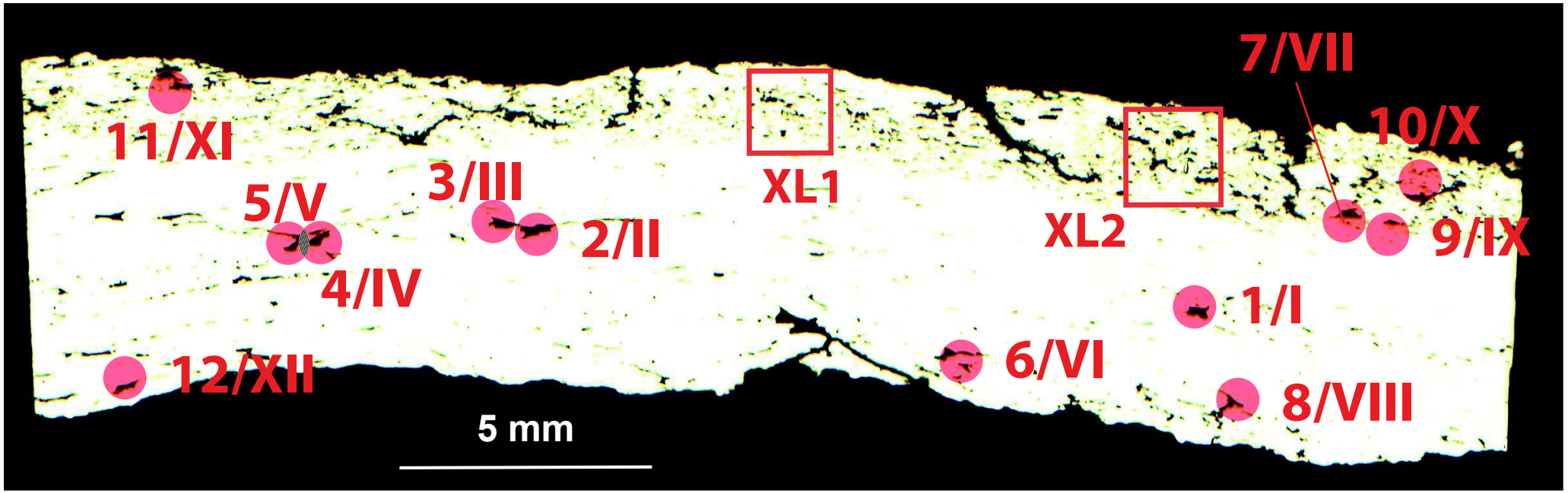
5



6

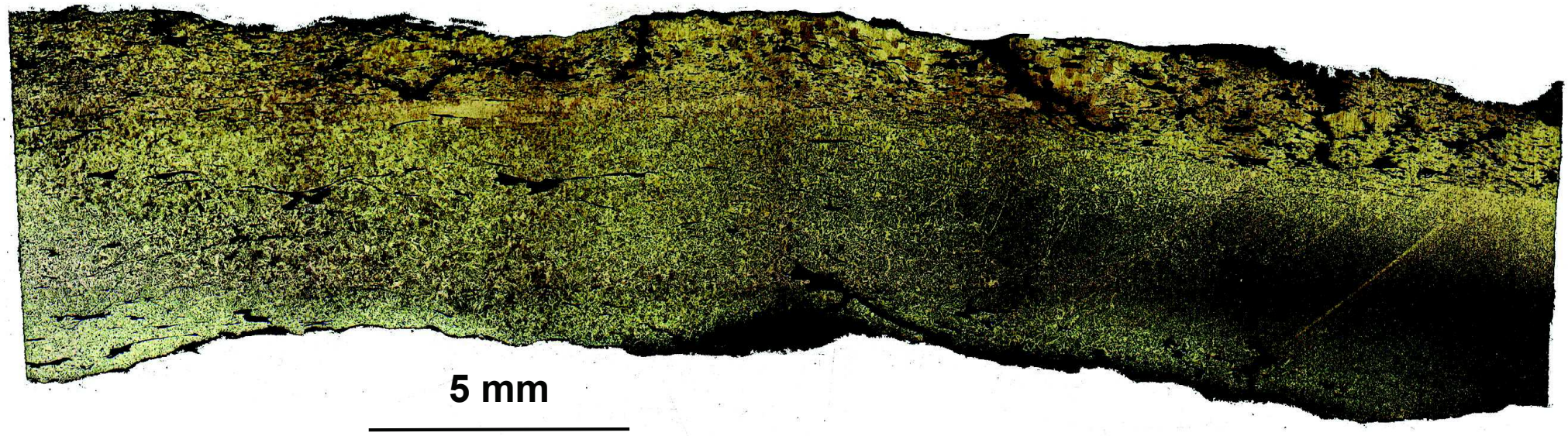
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



1052A1

Catégorie :

Masse : 426 g
Longueur : 224 mm
Largeur : de 29 à 37 mm
Epaisseur : 8 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 2,3 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,076 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Le crampon est complet. Le corps du crampon est déformé, présentant un angle à 90 ° près de l'un des tenons. Les épaulements des tenons sont également déformés ; ceux-ci sont presque à l'horizontale. Ils semblent avoir été formés par repli du métal sur lui-même.

Structure du métal :

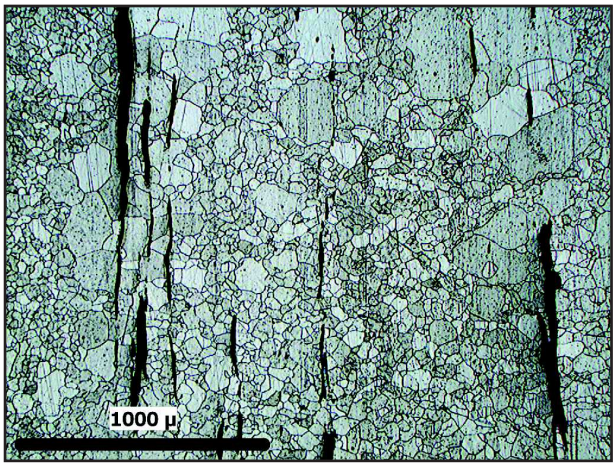
Le métal est compact, et ne comporte pas de porosités. Quelques fissures sont visibles sur la section débouchant sur les grandes surfaces. Une grande partie du métal présente une structure ferritique, composée de grains équiaxes dont les dimensions, variables, mettent en évidence une structure en bandes (Cliché **1**). Une large bande ferrito-perlitique est visible, dont la teneur en carbone varie de 0,1 à 0,5 % C (Cf. section *infra* ; **2**).

Inclusions :

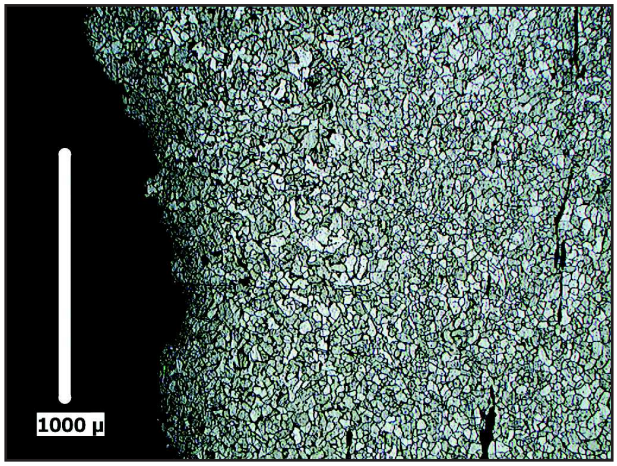
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne. Les dimensions des inclusions sont variables. La plus importante présente des dimensions millimétriques. Les inclusions sont, pour la très grande majorité, de forme allongée, et plus ou moins fines. La plupart forment des alignements au sein des bandes ferritiques (**1**).
Deux faciès minéralogiques dominent. Le premier se caractérise par une matrice vitreuse (**3**) ou finement cristallisée, au sein de laquelle se développent localement des cristaux anguleux (**4**). Le second s'en distingue par une matrice comportant de nombreuses lattes (olivines calciques ?) ainsi que de la wüstite sous forme de dendrites et globules (**5** et **6**).

Conclusion partielle :

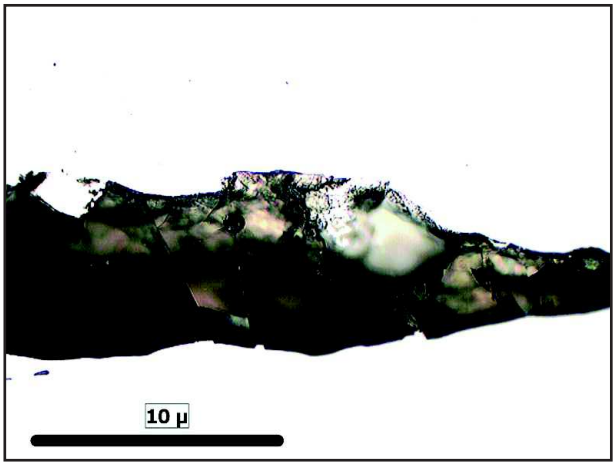
L'organisation, en bandes, du métal, ainsi que l'orientation des inclusions, montrent que le métal a subi un écrasement en vue de l'allonger.



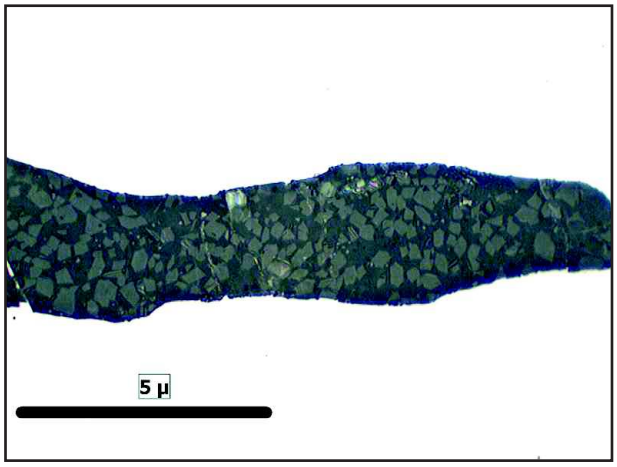
1



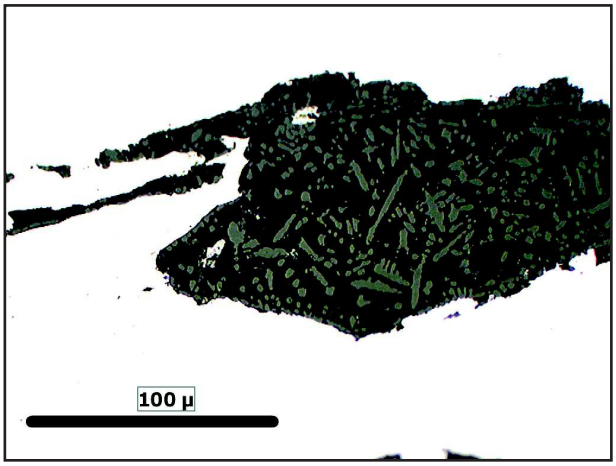
2



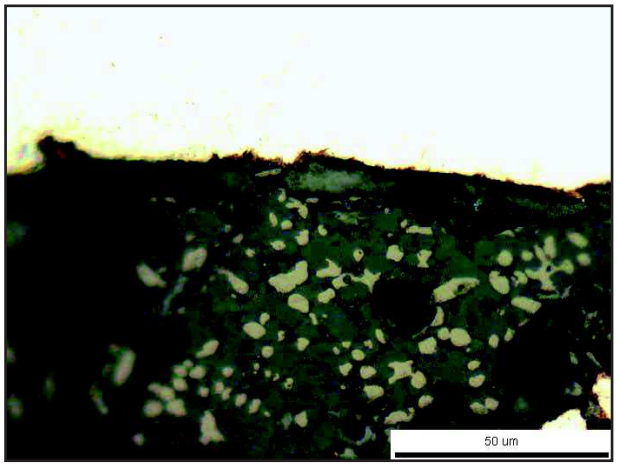
3



4



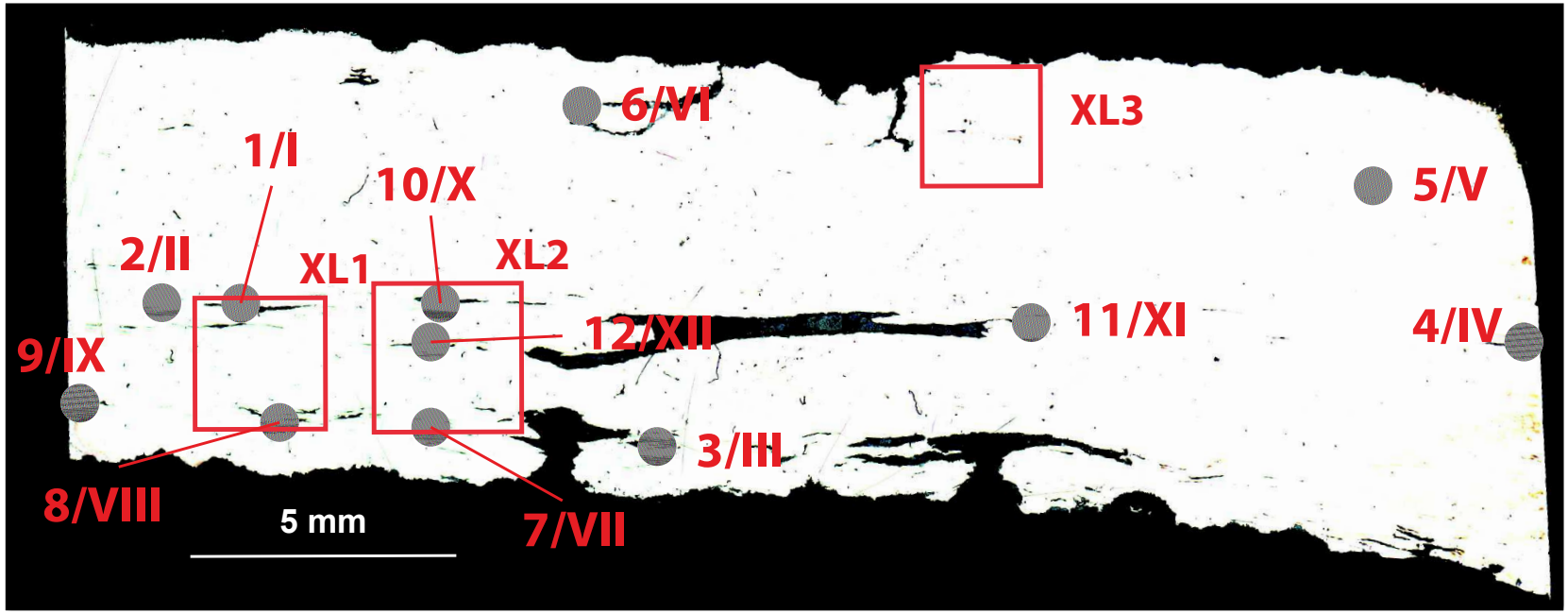
5



6

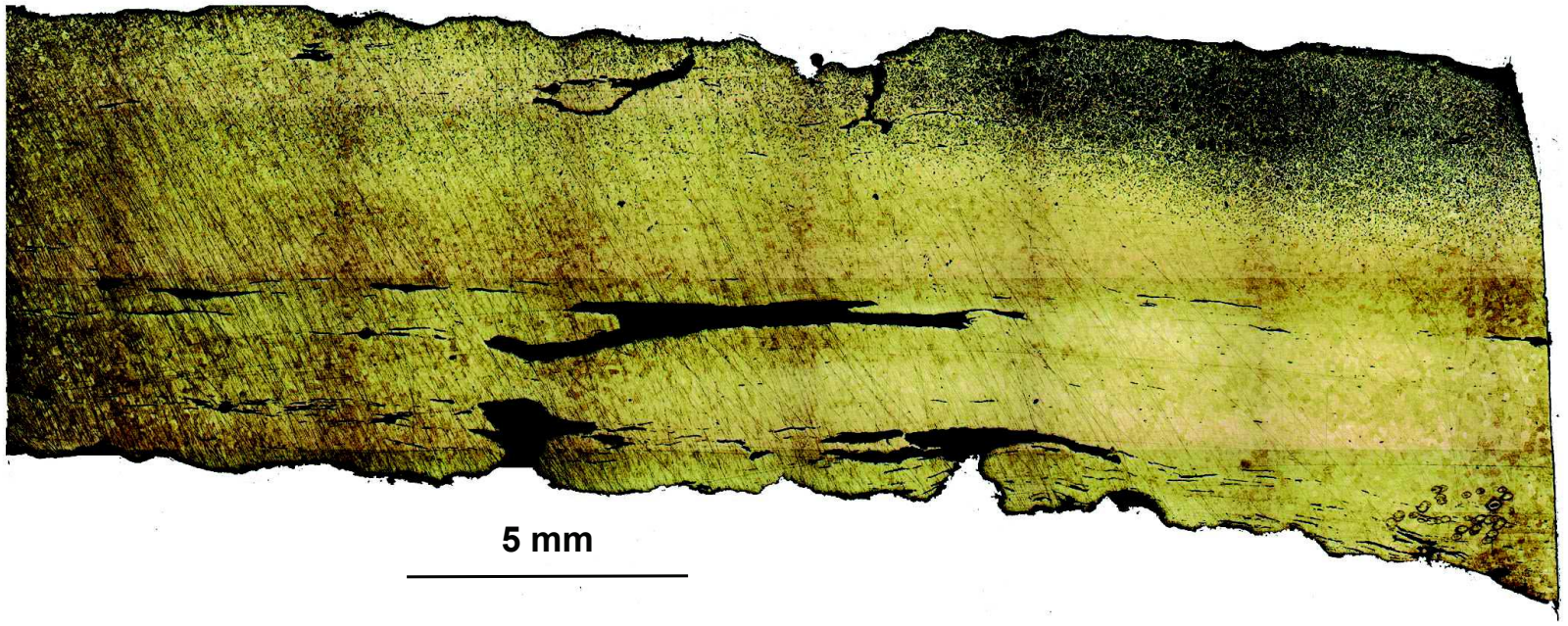
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



1167A1

Catégorie :

Masse : 214 g
Longueur : 270 mm (cons.)
Largeur : de 28 à 34 mm
Epaisseur : 8 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 2,33 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,024 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Le crampon est incomplet ; il ne subsiste qu'une partie du corps avec un tenon. Les arêtes sont irrégulières, traduisant un martelage destiné à adapter les dimensions du fer plat au logement du renfort.

Structure du métal :

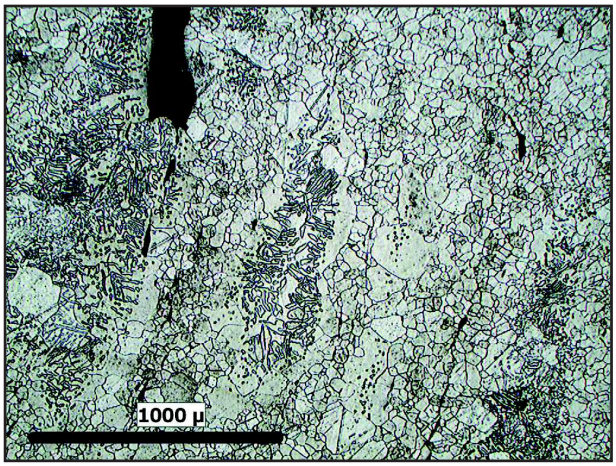
Le métal est compact, et ne comporte pas de porosités. Quelques fissures sont visibles sur la section débouchant sur les grandes surfaces. Le métal est presqu'exclusivement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions variables, mais les différences de dimensions ne mettent pas en évidence une structure en bandes. Des marbrures sont localement visibles (Cliché **1**).

Inclusions :

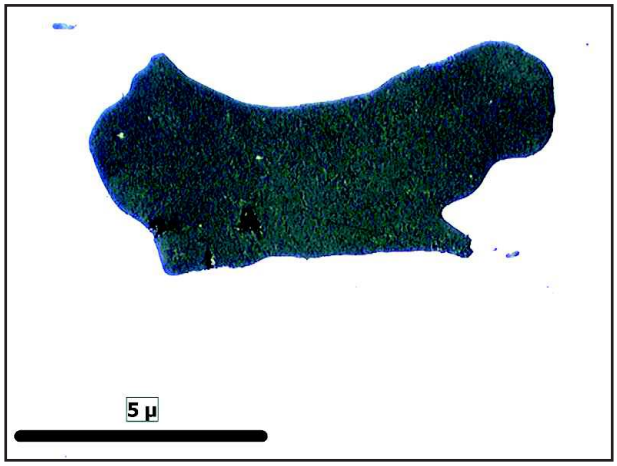
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne. Les dimensions et formes des inclusions sont variables. Plusieurs inclusions de grandes dimensions (plusieurs centaines de microns) sont observables. Elle sont majoritairement de forme trapue. Les inclusions de dimensions moindres présentent une forme allongée. Leur répartition dans le métal est hétérogène. Elles forment généralement des alignements parallèles aux grandes surfaces.
Deux faciès minéralogiques dominent. Le premier se caractérise par une matrice à cristallisation fine (**2**). Le second s'en distingue par une matrice cristallisée en fines lattes, au sein de laquelle se développe de la wüstite sous forme de globules et dendrites. Des cristaux anguleux, ainsi que de fines aiguilles (spinelles?), sont également visibles (**3** et **4**).

Conclusion partielle :

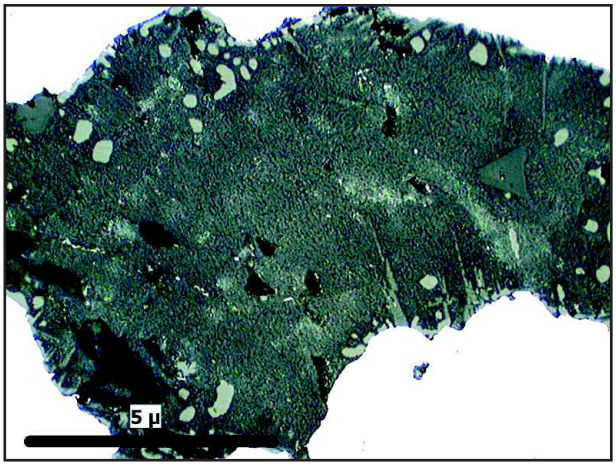
L'orientation des inclusions, formant des alignements, montre que le métal a subi un écrasement en vue de l'allonger.



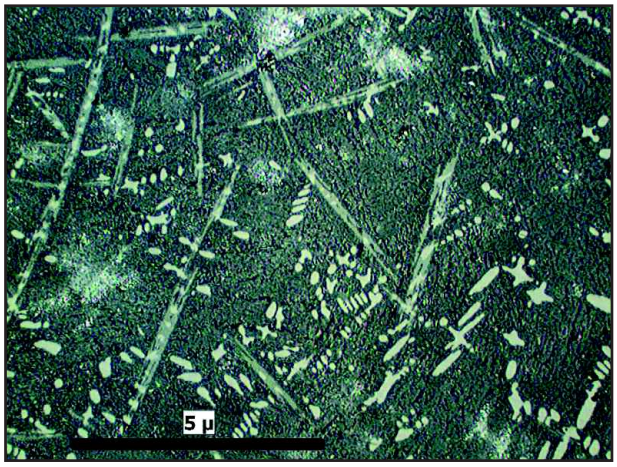
1



2



3



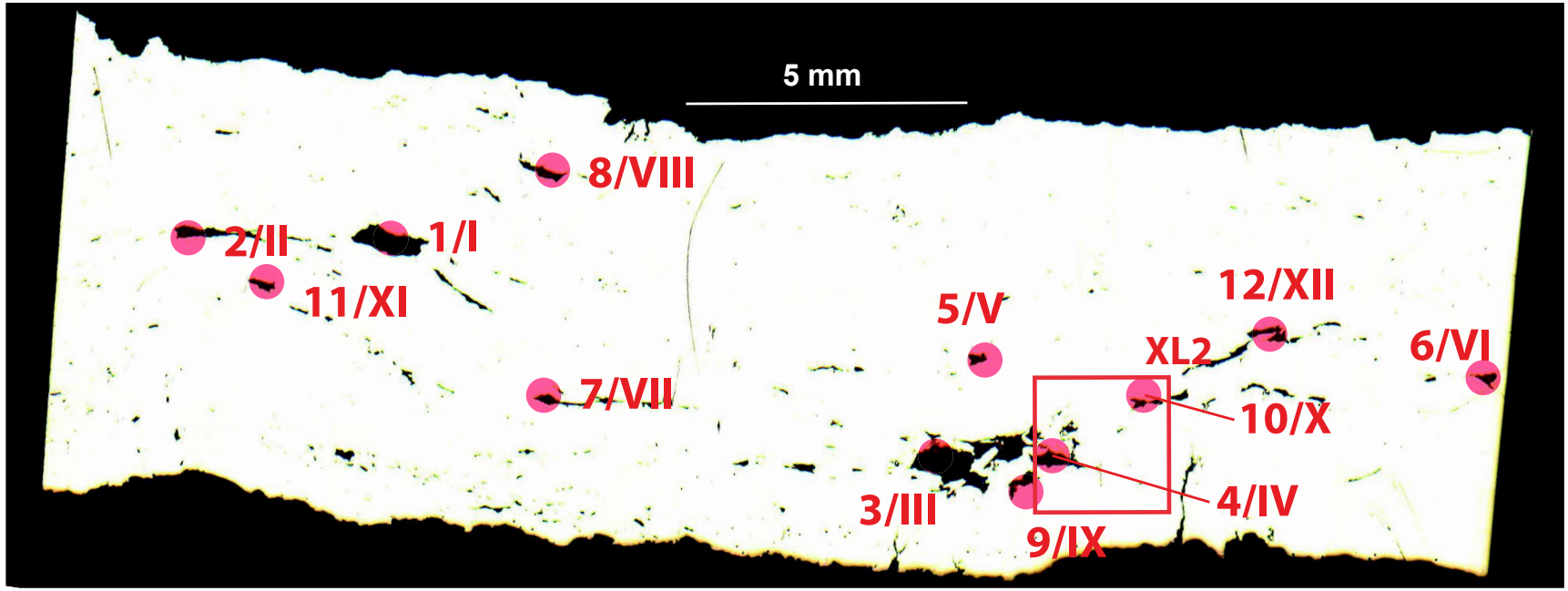
4

5

6

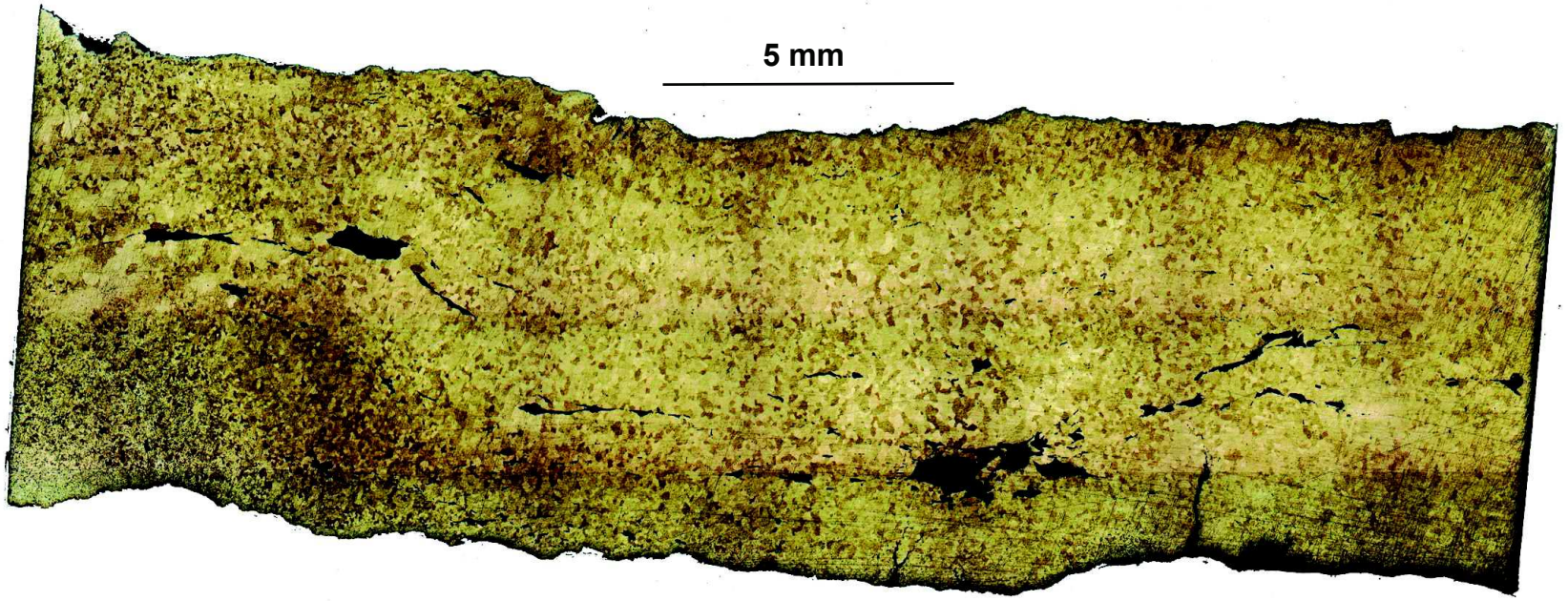
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



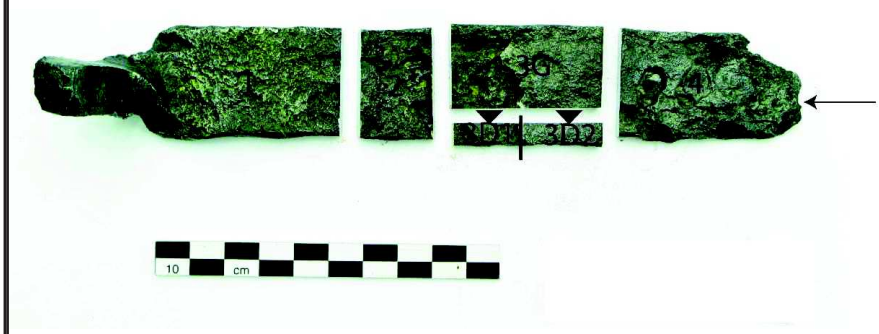
1219A2 3D1

Catégorie : Objet

Masse : g
Longueur : 196 mm (cons.)
Largeur : de 31 à 33 mm
Epaisseur : 8 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,80 %
Pourcentage moyen de carbone : 0,043 %

Remarque(s) :



Description morphologique :

Le crampon est incomplet ; il ne subsiste qu'une partie du corps avec un tenon. Les arêtes sont irrégulières, traduisant un martelage destiné à adapter les dimensions du fer plat au logement du renfort. Des traces d'outils (tranche?) sont visibles au niveau de l'épaulement du tenon.

Structure du métal :

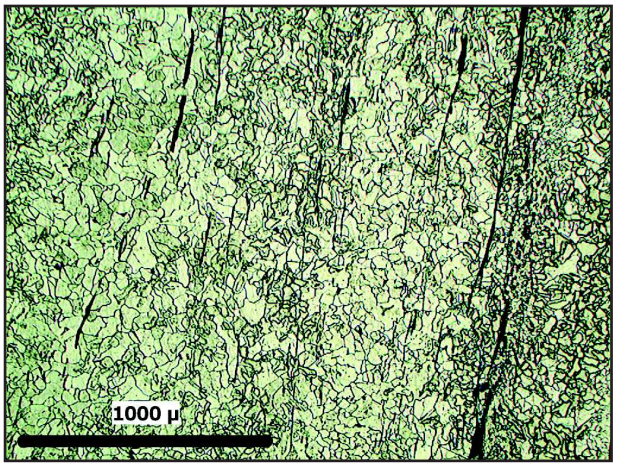
Le métal est compact, et ne comporte pas de porosités. Quelques fissures sont visibles sur la section débouchant sur les grandes surfaces. Le métal est presqu'exclusivement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions variables, mais les différences de dimensions ne mettent pas en évidence une structure en bandes. Une bande légèrement carburée, ferrito-perlitique à 0,1 % C occupe l'axe longitudinal de la section. Des marbrures sont localement visibles (Cliché **1**).

Inclusions :

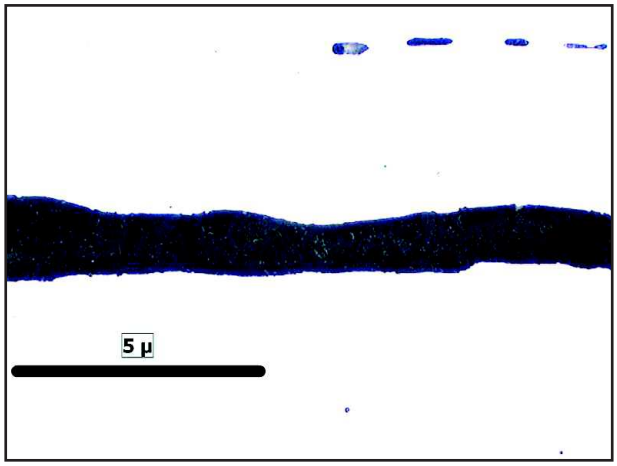
La propreté inclusionnaire du métal est relativement bonne. De dimensions variables, les inclusions adoptent toutefois pour la plupart une forme fine et allongée (**1**). Elles sont orientées parallèlement aux grandes surfaces et forment des alignements.
Le faciès minéralogique dominant présente une matrice amorphe ou finement cristallisée, mais comprenant une cristallisation sous-jacente en lattes (**2** à **4**). Celle-ci peut voir se développer de la wüstite sous forme de globules ou de dendrites (**5**). Des aiguilles (spinelles?) sont localement visibles (**6**).

Conclusion partielle :

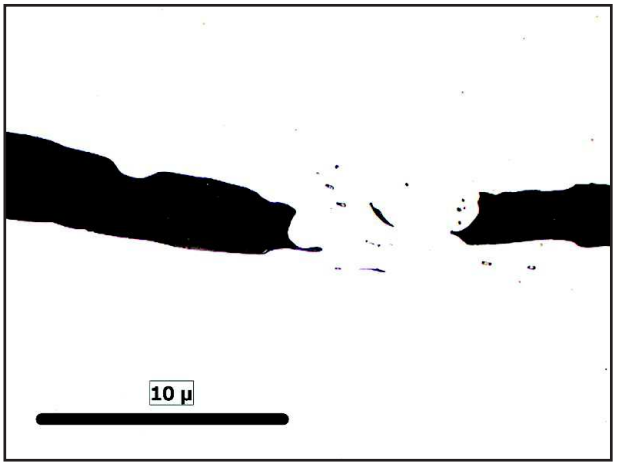
L'orientation des inclusions, formant des alignements, montre que le métal a subi un écrasement en vue de l'allonger. Le renfort est constitué de deux barres de métal soudées l'une à l'autre pour former le corps du crampon.



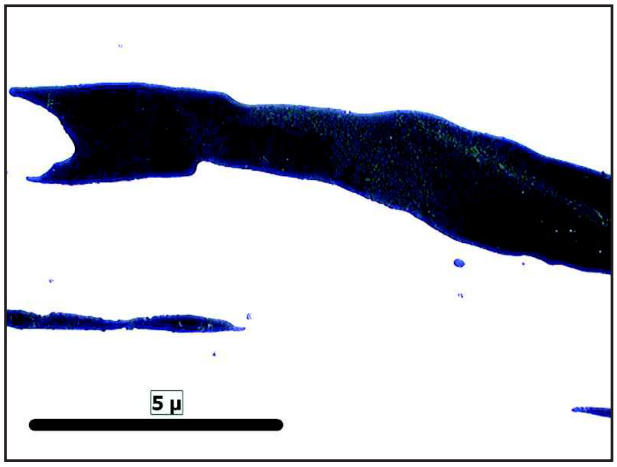
1



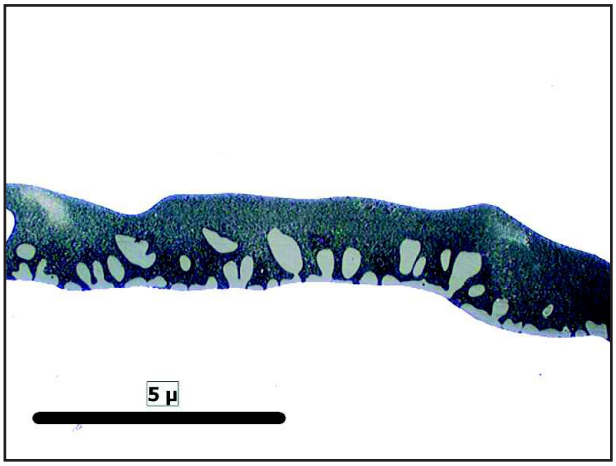
2



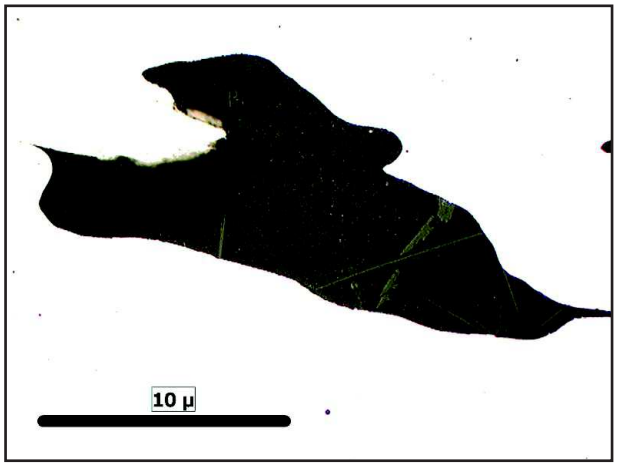
3



4



5



6

7

8

Attaque métallographique

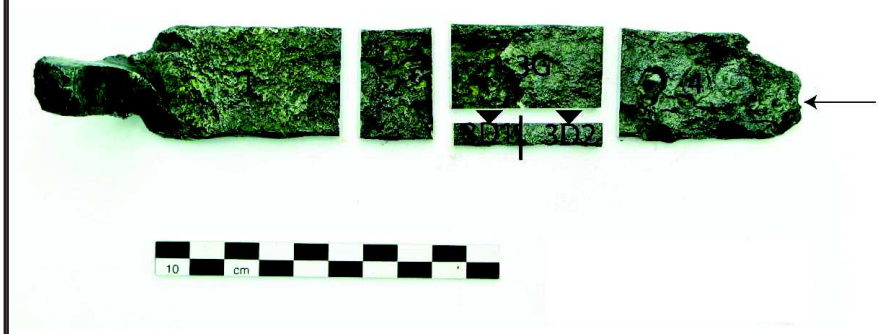
1219A2 3D2

Catégorie : Objet

Masse : g
Longueur : 196 mm (cons.)
Largeur : de 31 à 33 mm
Epaisseur : 8 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 1,80 %
Pourcentage moyen de carbone : 0,045 %

Remarque(s) :



Description morphologique :

Le crampon est incomplet ; il ne subsiste qu'une partie du corps avec un tenon. Les arêtes sont irrégulières, traduisant un martelage destiné à adapter les dimensions du fer plat au logement du renfort. Des traces d'outils (tranche?) sont visibles au niveau de l'épaulement du tenon.

Structure du métal :

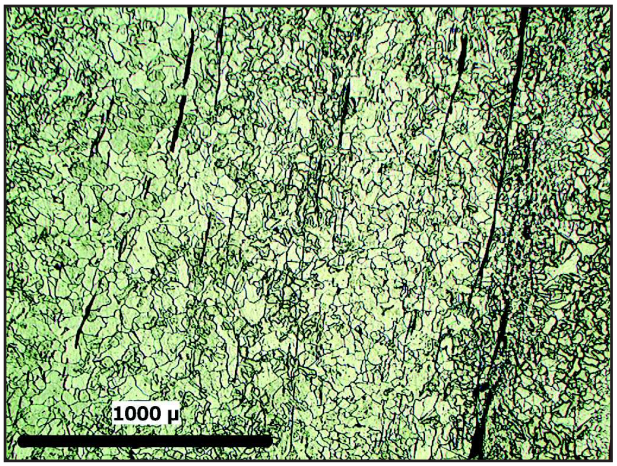
Le métal est compact, et ne comporte pas de porosités. Quelques fissures sont visibles sur la section débouchant sur les grandes surfaces. Le métal est presqu'exclusivement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions variables, mais les différences de dimensions ne mettent pas en évidence une structure en bandes. Une bande légèrement carburée, ferrito-perlitique à 0,1 % C occupe l'axe longitudinal de la section. Des marbrures sont localement visibles (Cliché **1**). Une soudure traverse la section longitudinalement. Elle est matérialisée par une ligne d'inclusions sur la moitié de la longueur. Sur l'autre, la soudure est ratée ; le métal ne s'est pas soudé, et la fissure est bordée par deux liserés de wüstite/magnétite. La corrosion affecte le métal aux abords de cette fissure (**7**).

Inclusions :

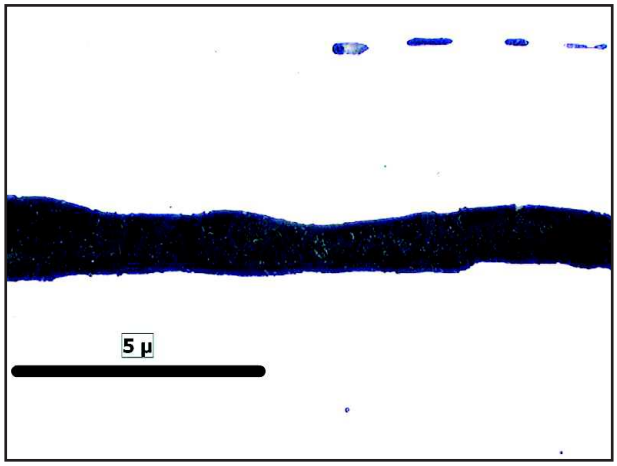
La propreté inclusionnaire du métal est relativement bonne. De dimensions variables, les inclusions adoptent toutefois pour la plupart une forme fine et allongée (**1**). Elles sont orientées parallèlement aux grandes surfaces et forment des alignements.
Le faciès minéralogique dominant présente une matrice amorphe ou finement cristallisée, mais comprenant une cristallisation sous-jacente en lattes (**2** à **4**). Celle-ci peut voir se développer de la wüstite sous forme de globules ou de dendrites (**5**). Des aiguilles (spinelles?) sont localement visibles (**6**).

Conclusion partielle :

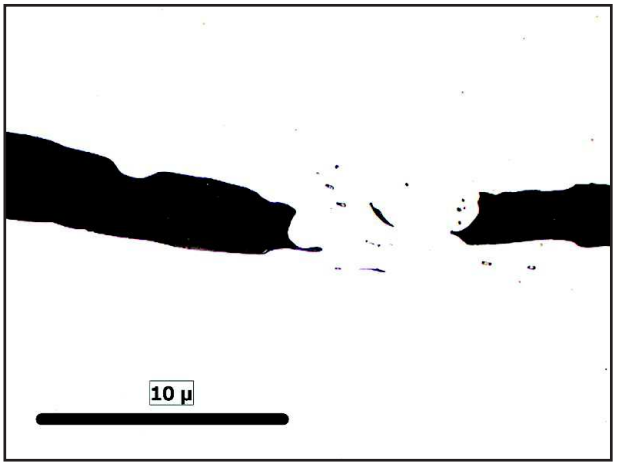
L'orientation des inclusions, formant des alignements, montre que le métal a subi un écrasement en vue de l'allonger. Le renfort est constitué de deux barres de métal soudées l'une à l'autre pour former le corps du crampon.



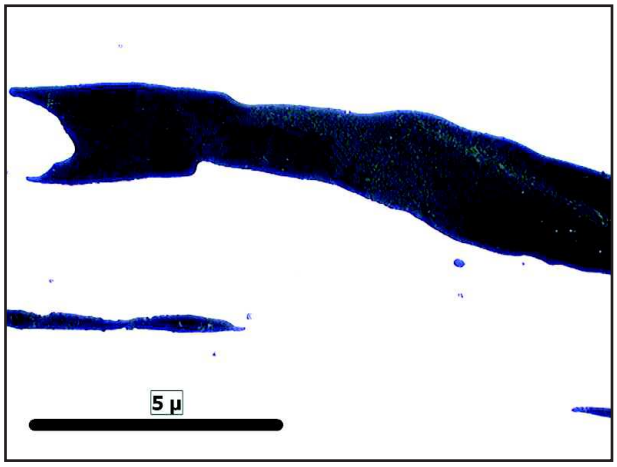
1



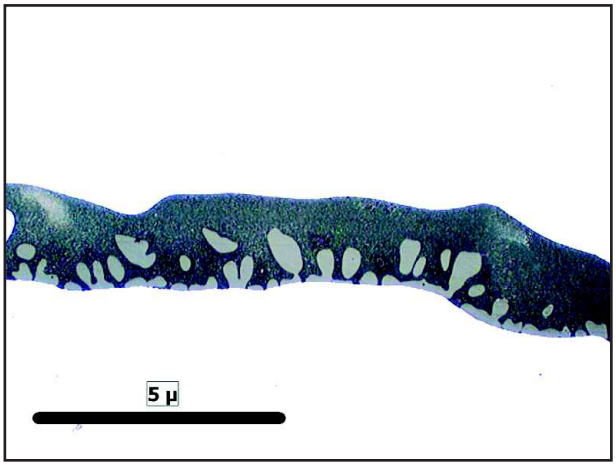
2



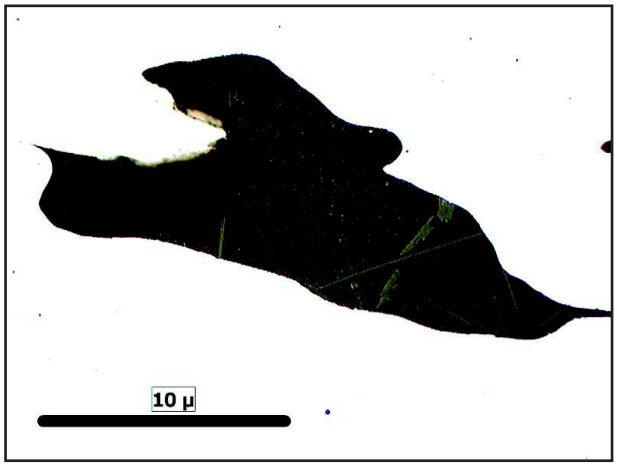
3



4



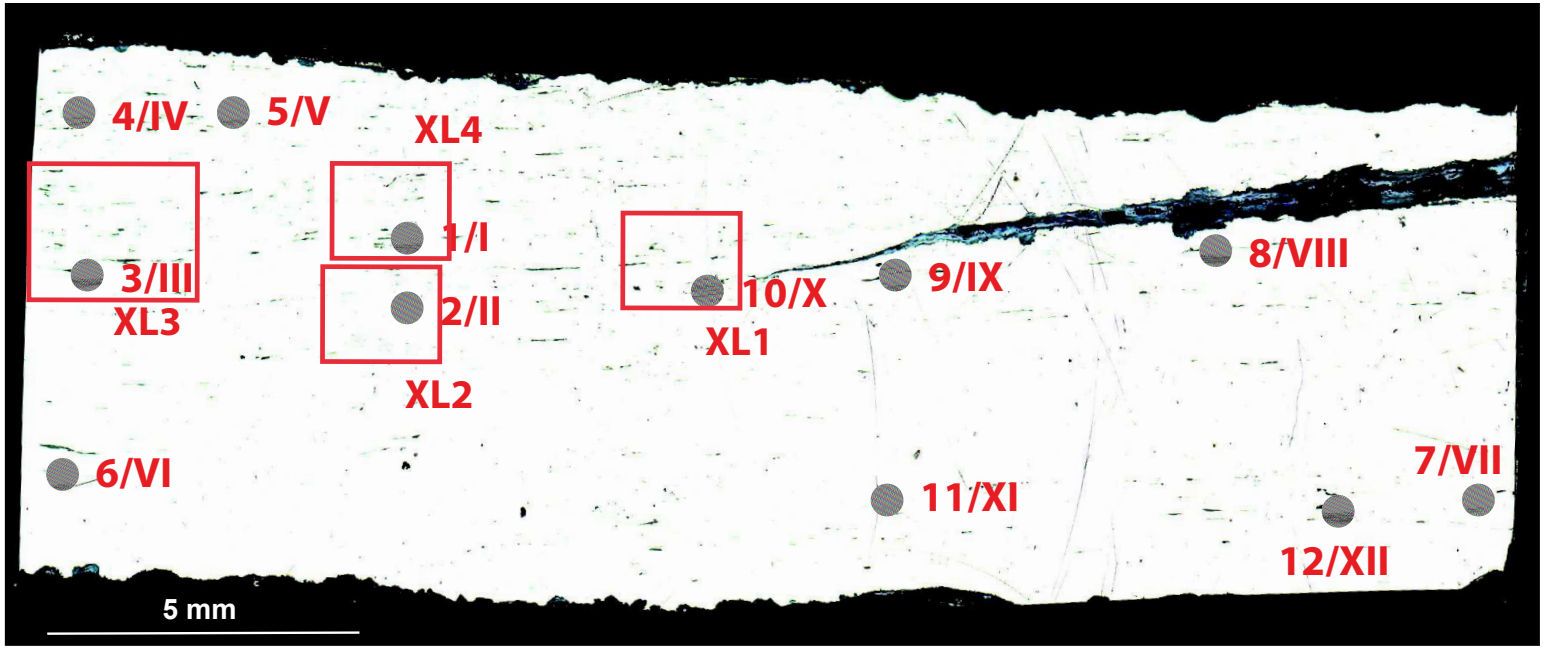
5



6

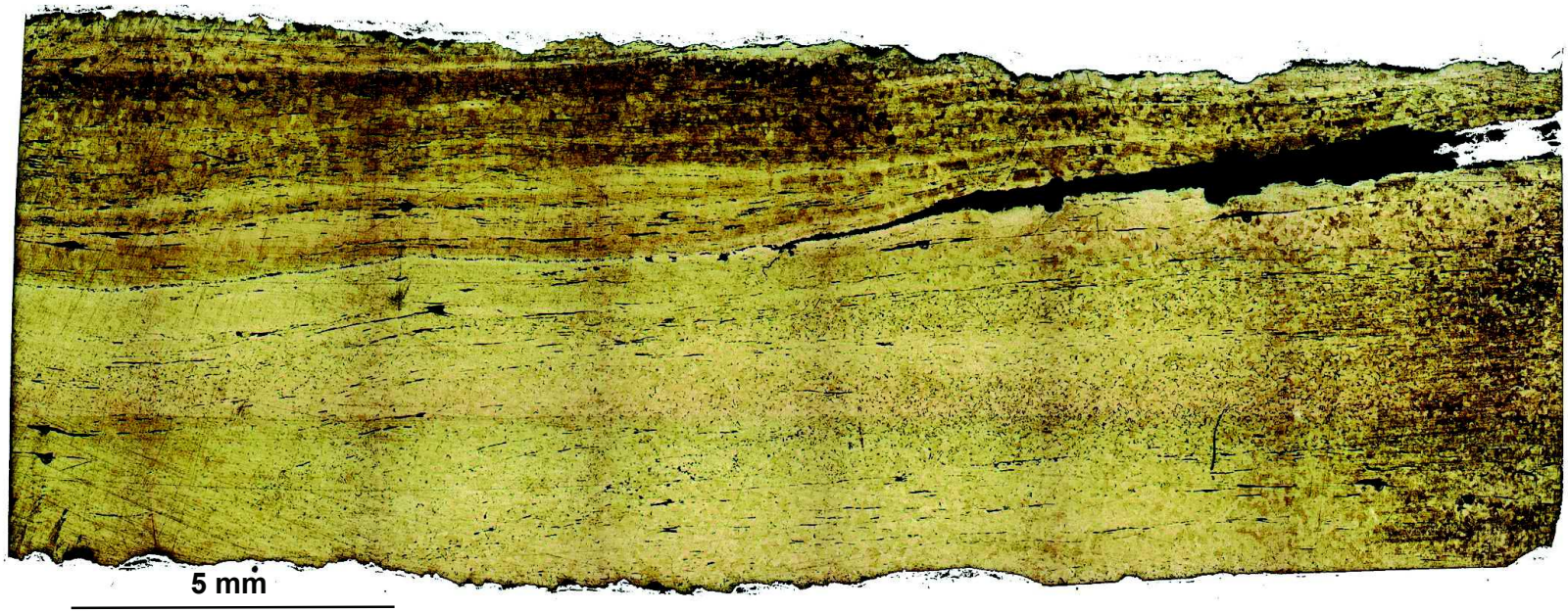
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



HSA3

Catégorie :

Masse : 297 g
Longueur : 235 mm (cons.)
Largeur : de 30 à 36 mm
Epaisseur : 8 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 3,32 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,022 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Le crampon est incomplet ; il ne subsiste qu'une partie du corps avec un tenon. Les arêtes sont irrégulières, traduisant un martelage destiné à adapter les dimensions du fer plat au logement du renfort.

Structure du métal :

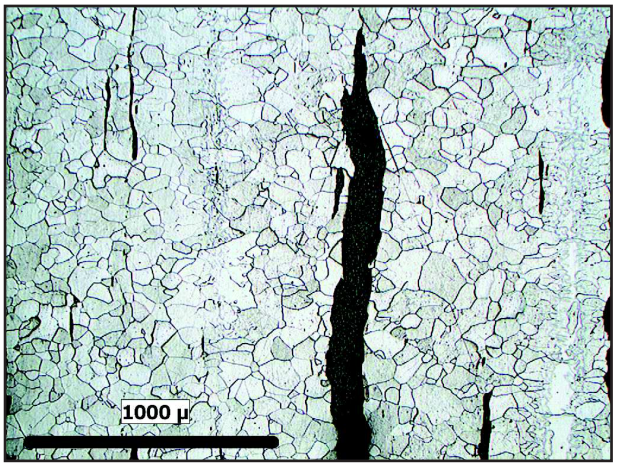
Le métal est compact, et ne comporte pas de porosités. Le métal est presqu'exclusivement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions homogènes. De petites plages légèrement carburées (0,1 % C), sont visibles en périphérie de la section. Des marbrures sont observables très localement au sein du métal. Elles forment des lignes parallèles aux grandes surfaces (Cliché **1**).

Inclusions :

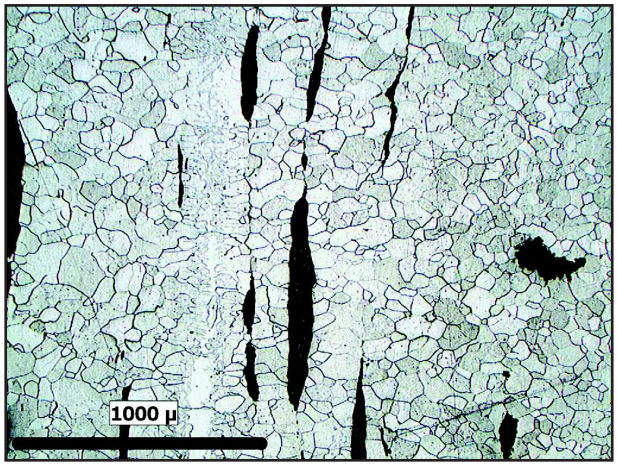
La propreté inclusionnaire du métal est mauvaise. Les dimensions des inclusions sont variables, mais elles présentent pour la plupart une forme allongée. Elles sont orientées parallèlement aux grandes surfaces et forment des alignements soulignant le travail de déformation du métal (**2**).
Toutes les inclusions observées présentent le même faciès minéralogique. Il se caractérise par une matrice dominée par une cristallisation en fines lattes au sein de laquelle se développe de la wüstite, sous forme de globules ou de dendrites (**3** et **4**). Plus rarement, de fines aiguilles (spinelles ?) sont également observables (5).

Conclusion partielle :

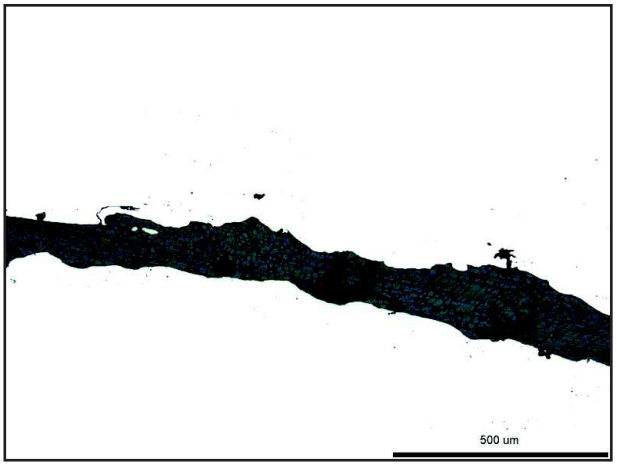
L'orientation des inclusions, formant des alignements, montre que le métal a subi un écrasement en vue de l'allonger.



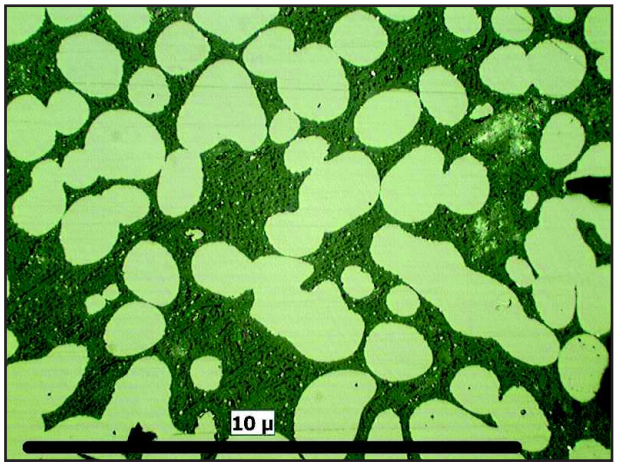
1



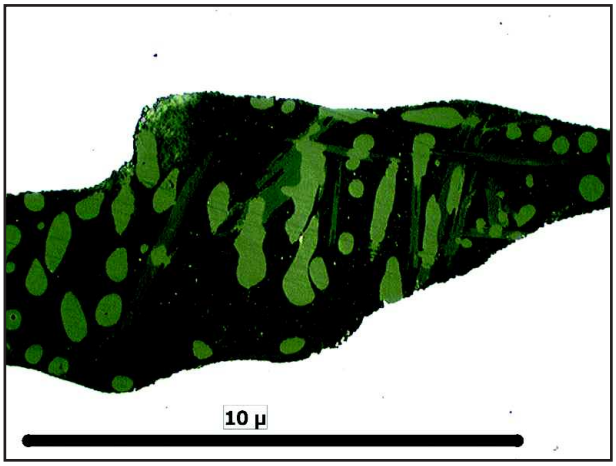
2



3



4

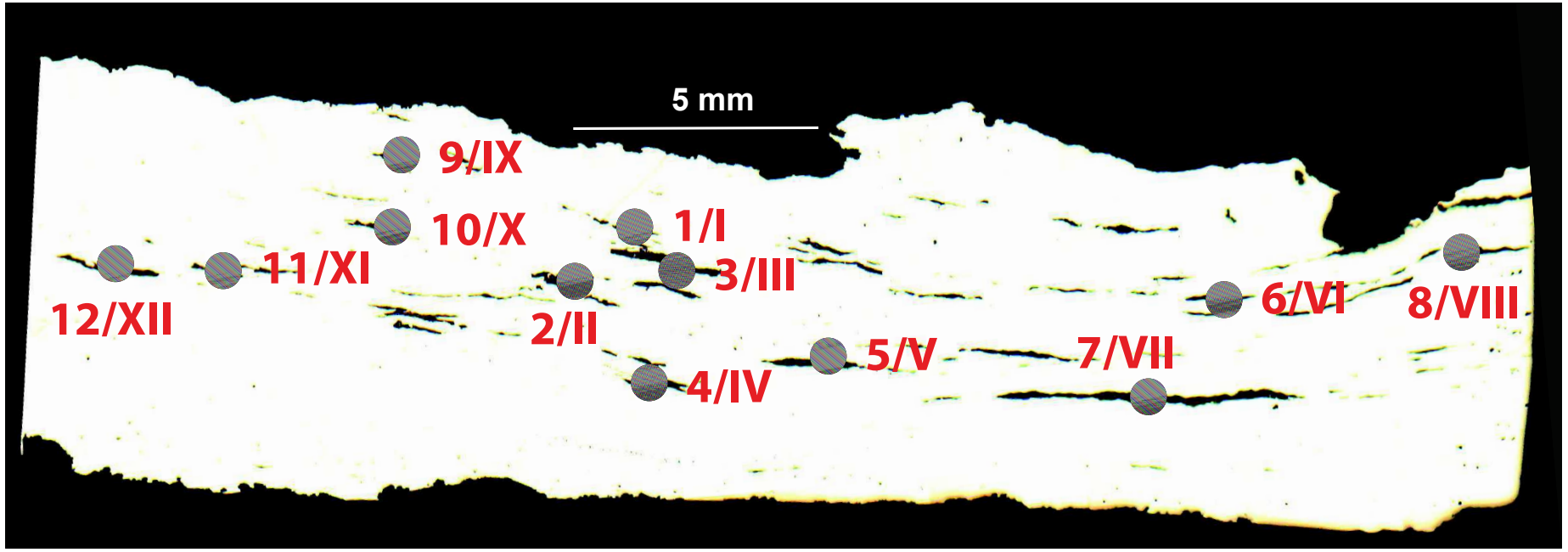


5

6

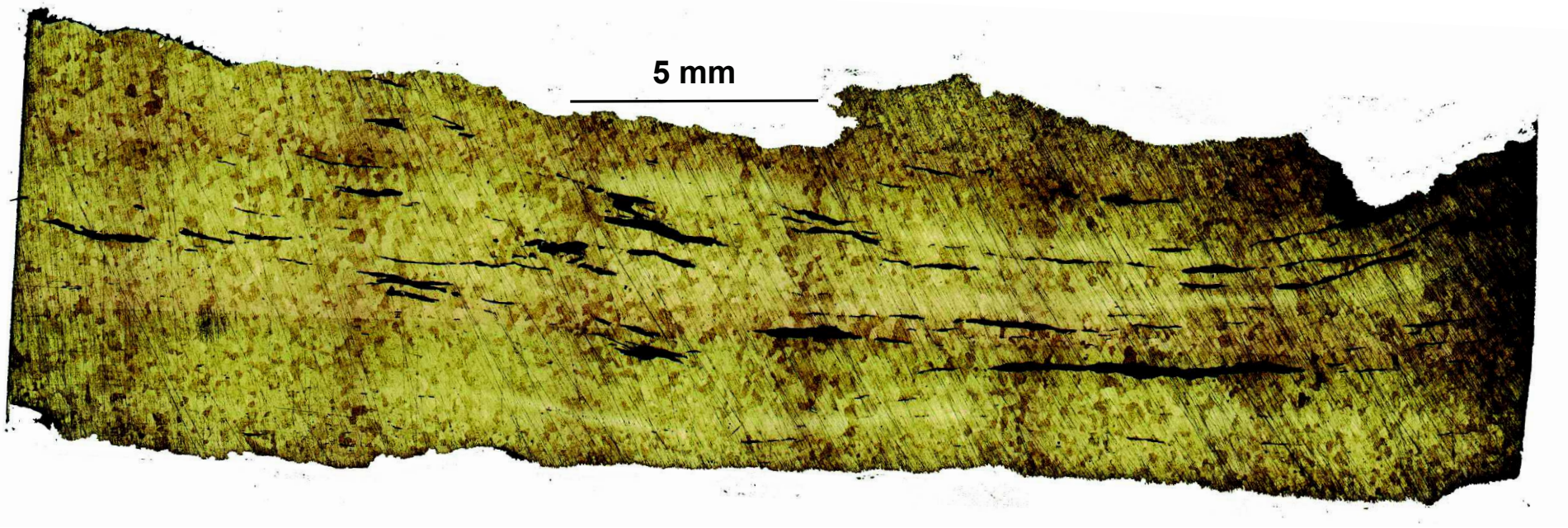
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



GONDREVILLE - Forêt Communale (parcelle 14)

GOND6-F21

Catégorie : Fer informe

Masse : 39 g
Longueur : 30 mm
Largeur : 25 mm
Epaisseur : 23 mm
Etape de la chaîne opératoire : Indéterminé

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : 0,33 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Morceau de métal en forme de rognon, globalement cubique, aux surfaces arrondies mamelonnées de petits reliefs lobés encadrant des cavités millimétriques.

Structure du métal :

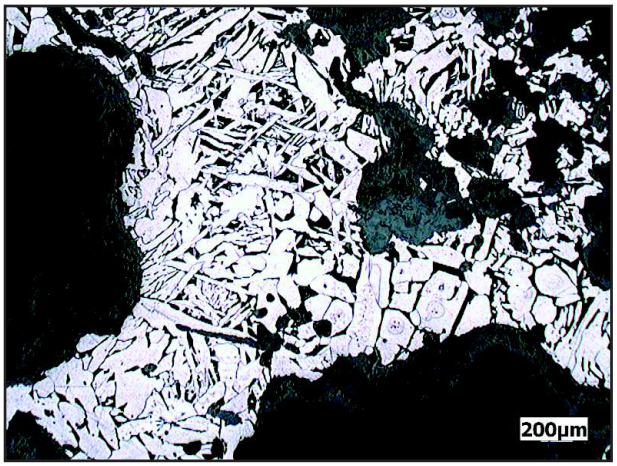
Le métal est compact, mais comporte de nombreuses porosités, dont les plus importantes sont de dimensions millimétriques. Les porosités présentes à proximité des surfaces ne montrent pas de déformation. La corrosion affecte le métal, se développant à partir des surfaces et des porosités.
Le métal présente une structure majoritairement hypoeutectoïde. Le centre du fragment est plus carburé, avec un pourcentage de carbone variant entre 0,4 et 0,7 %. Le métal en périphérie est majoritairement ferrito-perlitique (0,2-0,3 % C), la ferrite est cristallisée en structure de widmannstätten (Cliché **1**). Des eutectiques phosphoreux sont visibles dans les plages les plus carburées (**2** et **3**).

Inclusions :

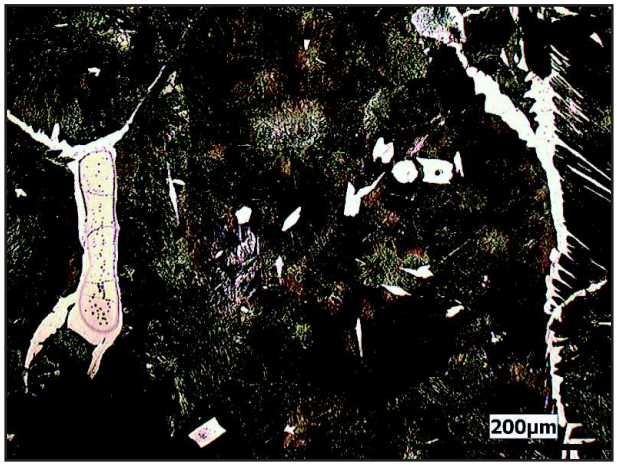
Les inclusions de scories sont relativement peu nombreuses sur la section. La plupart de la scorie observable forment un remplissage partiel des porosités.
Deux faciès minéralogiques dominent. Le premier se caractérise par une matrice vitreuse ou finement cristallisée, contenant un semis dont les éléments sont de forme circulaire et de couleur sombre (démixtion ?) (**4**). Le second s'en distingue par une matrice fayalitique cristallisée en lattes (**5**) au sein de laquelle se développe de la wüstite sous forme de globules et de dendrites (**6** à **8**).

Conclusion partielle :

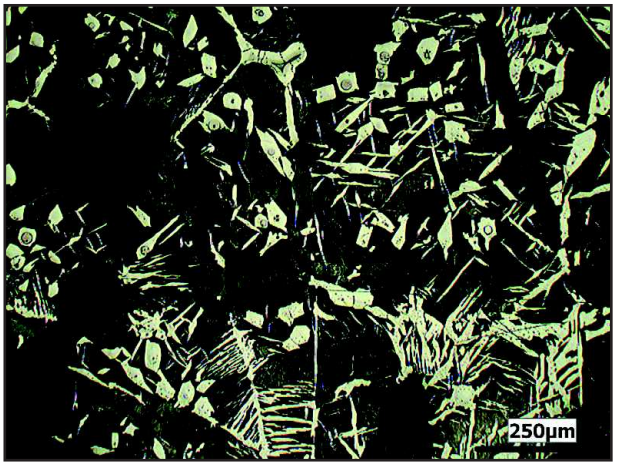
L'aspect général, ainsi que le taux important de porosité du métal suggèrent qu'il s'agit là d'un fragment de métal informe, relativement carburé. Il s'agit probablement d'un déchet issu de la réduction de minerai de fer, mais la possibilité qu'il soit issu d'une phase postérieure de la chaîne opératoire (recyclage) n'est pas à exclure.



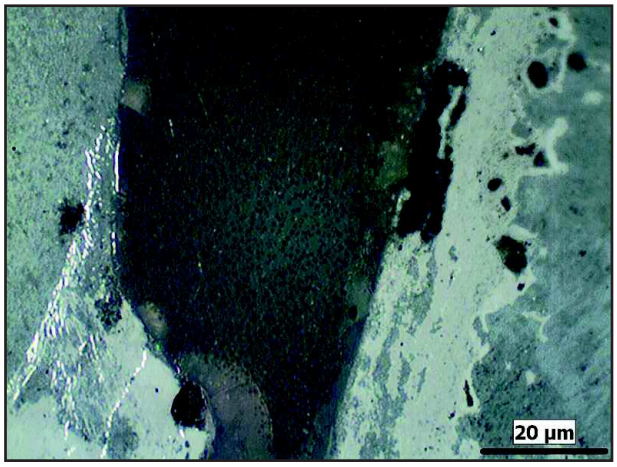
1



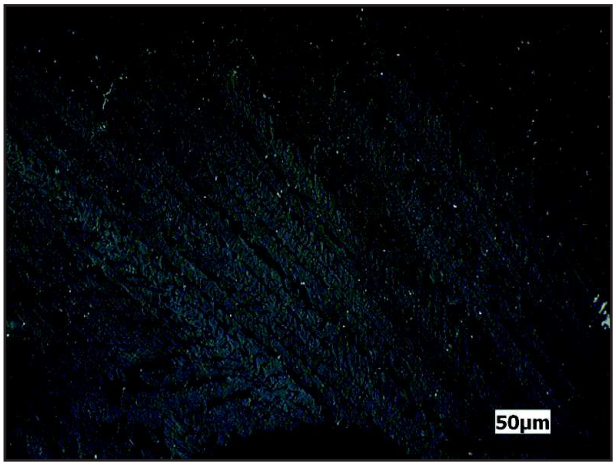
2



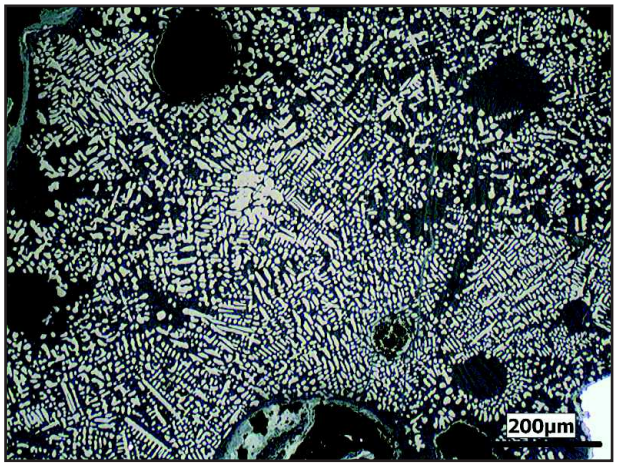
3



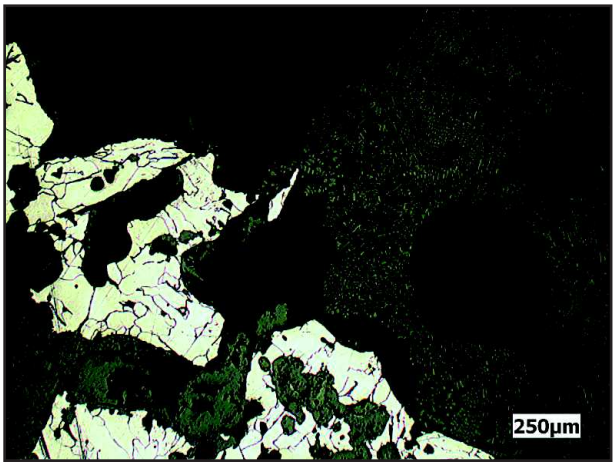
4



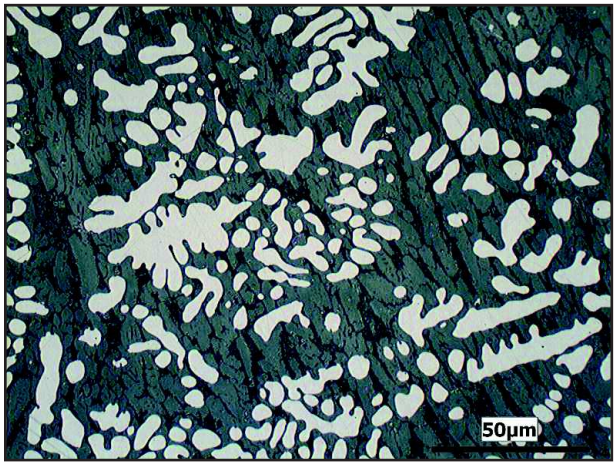
5



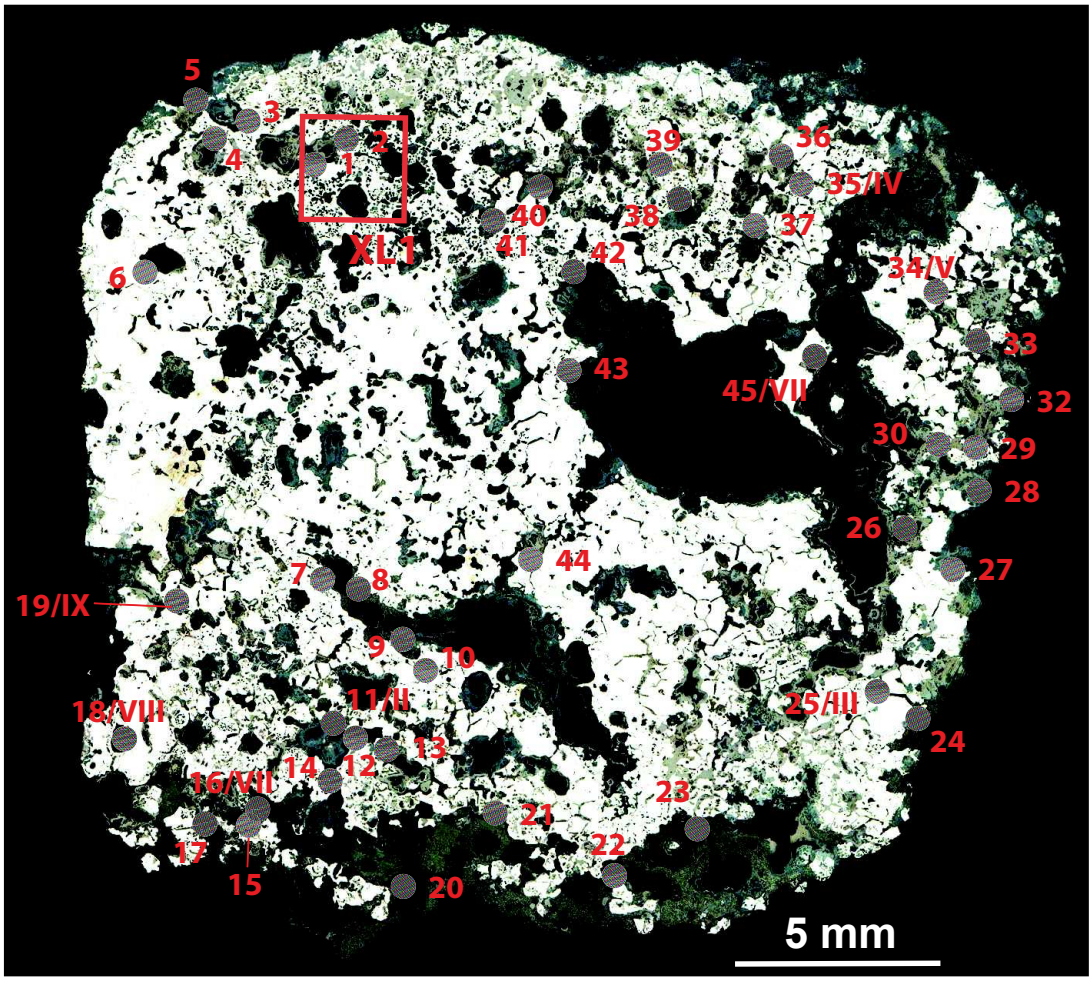
6



7

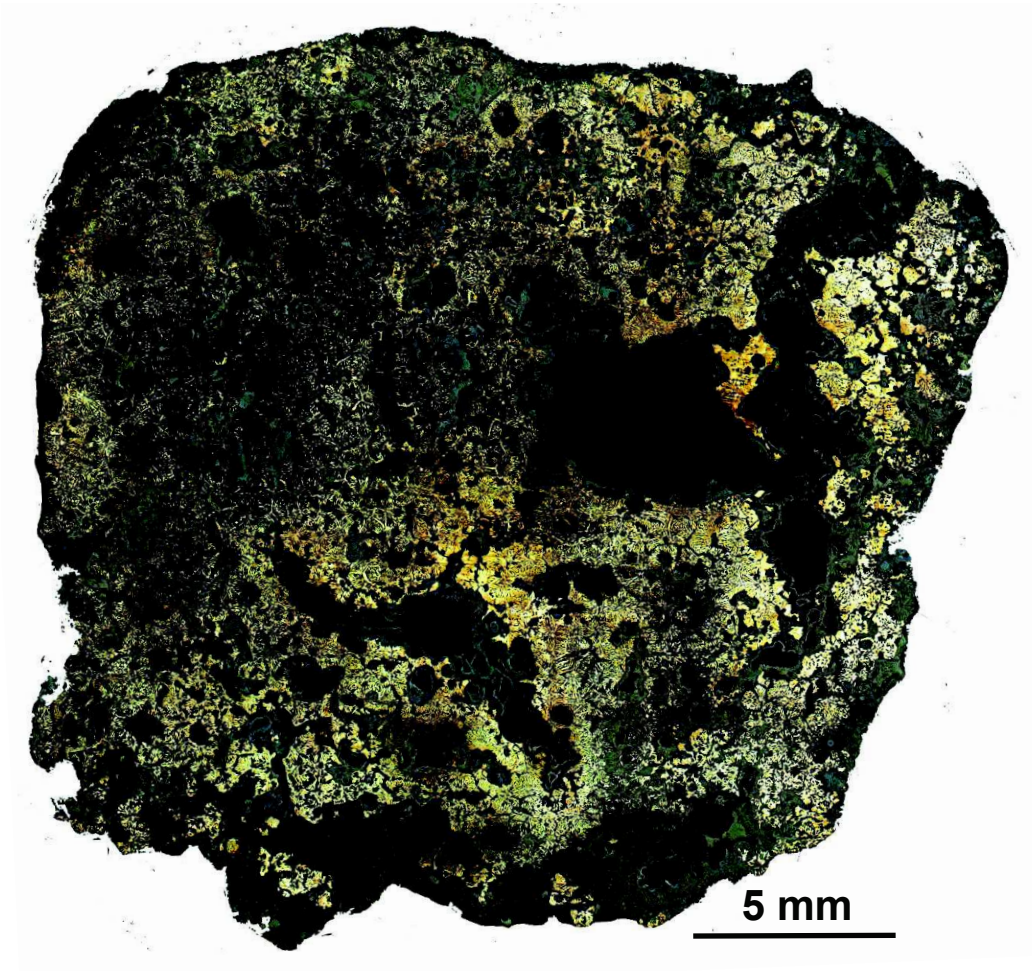


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



GOND6-F01

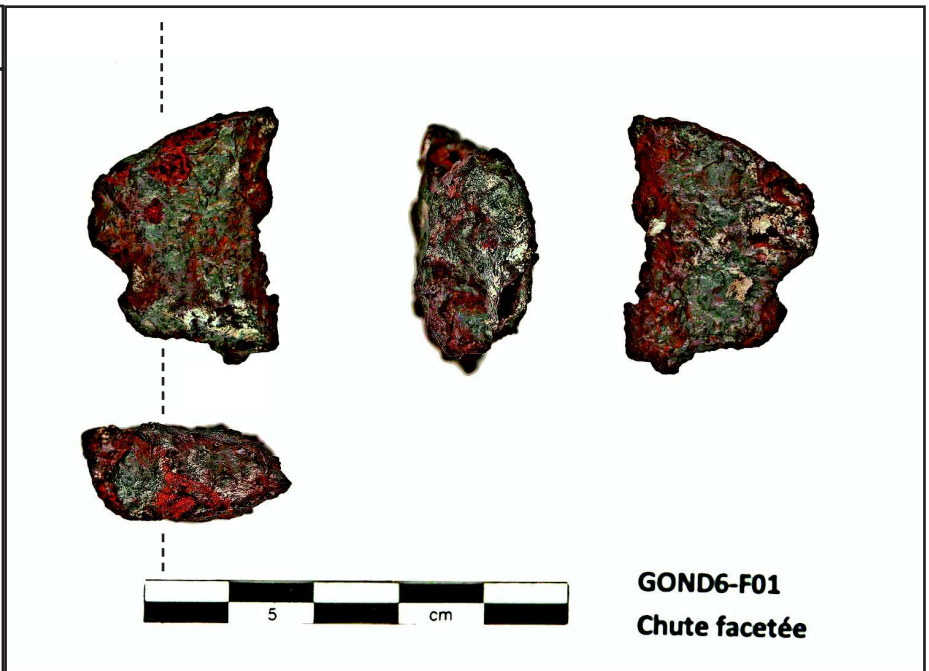
Catégorie : Chute facettée

Masse : 20,1 g
Longueur : 29,5 mm
Largeur : 25,5 mm
Epaisseur : 11 mm
Etape de la chaîne opératoire : Epuration/Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 6,2 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,02 %

Remarque(s) :



Description morphologique :

Morceau de fer de forme grossièrement trapézoïdale, possédant deux grandes faces longitudinales parallèles et d'aspect plan. Une des faces latérales est aussi d'aspect plan, les trois autres présentant un faciès plus irrégulier et mamelonné.

Structure du métal :

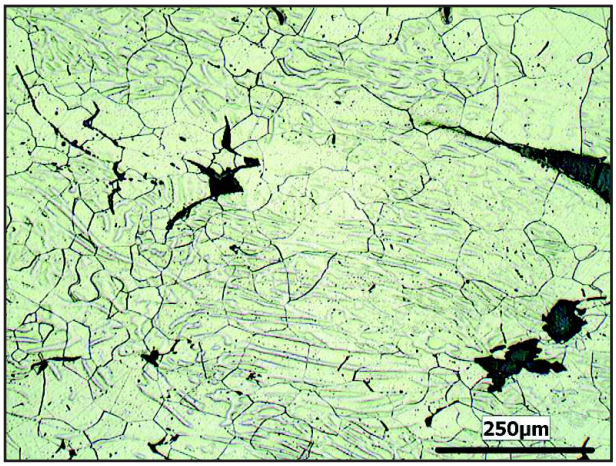
Le métal est relativement compact, mais la section présente de nombreuses fissures et quelques porosités. Certaines des fissures sont partiellement comblées de scories. Il s'agirait plutôt de cavités en cours de résorption. Ces dernières sont orientées parallèlement aux grandes surfaces.
La structure est exclusivement ferritique, dont les grains sont de taille variable, de la dizaine à quelques centaines de microns. La présence de phosphore (ou d'autres hétérogénéités chimiques) se manifeste par des marbrures au sein des grains de ferrite. Elles sont visibles sur une moitié de la surface polie (Clichés **1** et **2**).

Inclusions :

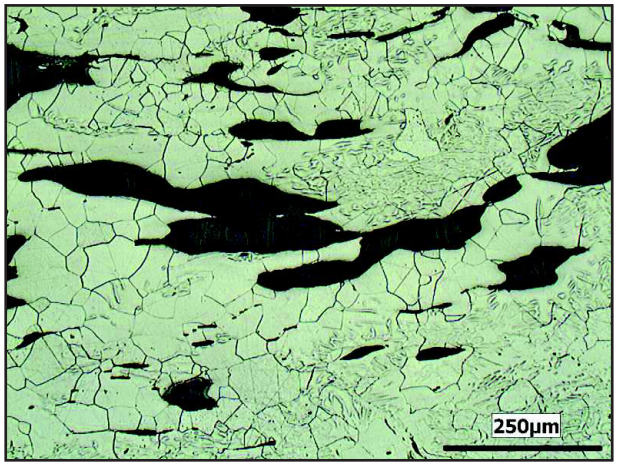
La propreté inclusionnaire du métal est très mauvaise. Les inclusions présentent des formes et tailles diverses. La plupart des inclusions présentent des tailles moyennes, de quelques dizaines à quelques centaines de microns. Elles sont plus ou moins allongées, mais sont globalement orientées parallèlement aux grandes surfaces. Bon nombre d'inclusions sont fracturées (**2**).
Les fissures précitées sont comblées par des produits d'oxydation à chaud (**3**). Deux faciès pétrograghiques dominent par ailleurs pour les inclusions. Le premier se caractérise par une cristallisation très fine (**4**), au sein de laquelle se détache un semis gris foncé (**5**). Le second s'en distingue par une cristallisation en lattes d'épaisseur variable (**6** et **7**), avec ou sans wüstite sous forme de dendrites (**8**).

Conclusion partielle :

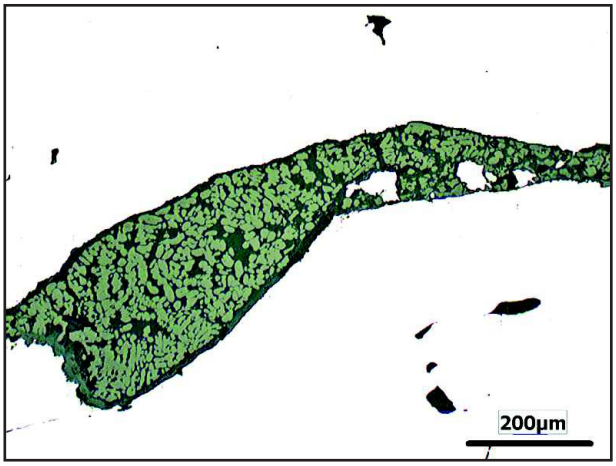
Les surfaces planes parallèles et l'orientation préférentielle des inclusions indiquent un travail de mise en forme par écrasement. Le prolongement de porosités par des interstices semble souligner l'écrasement incomplet d'ouvertures à l'origine plus larges. Le métal, au vu de la quantité importante d'inclusions peu déformées, ne semble pas avoir fait l'objet d'un travail très poussé. Evoque une chute de fer en cours de compactage.



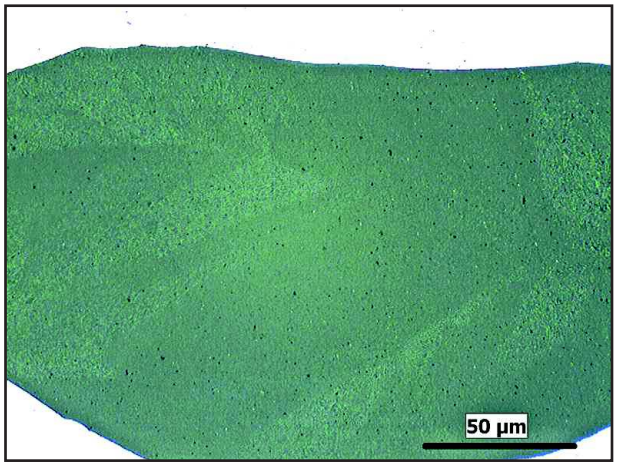
1



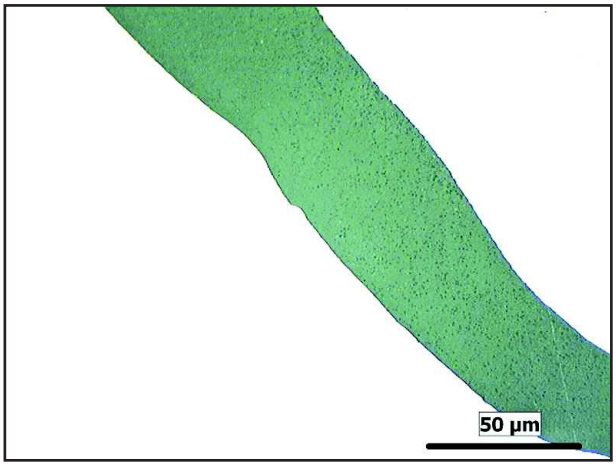
2



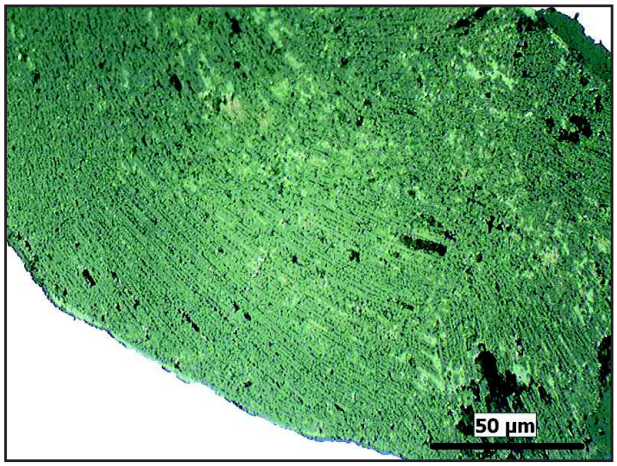
3



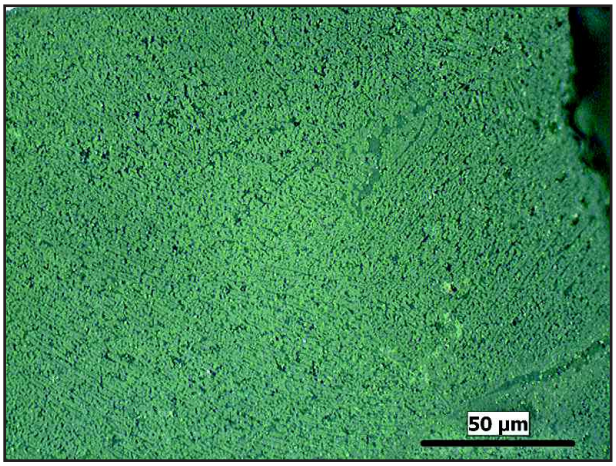
4



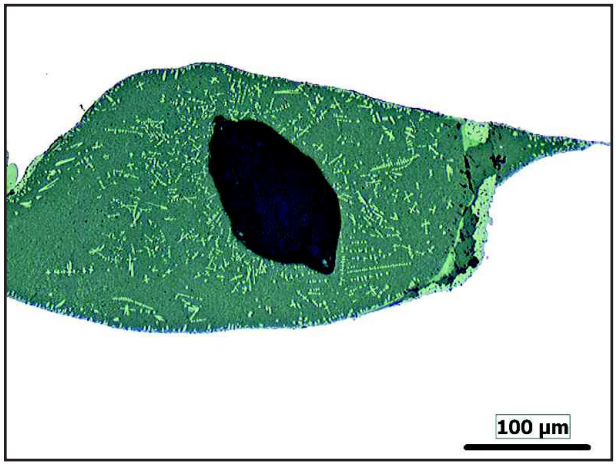
5



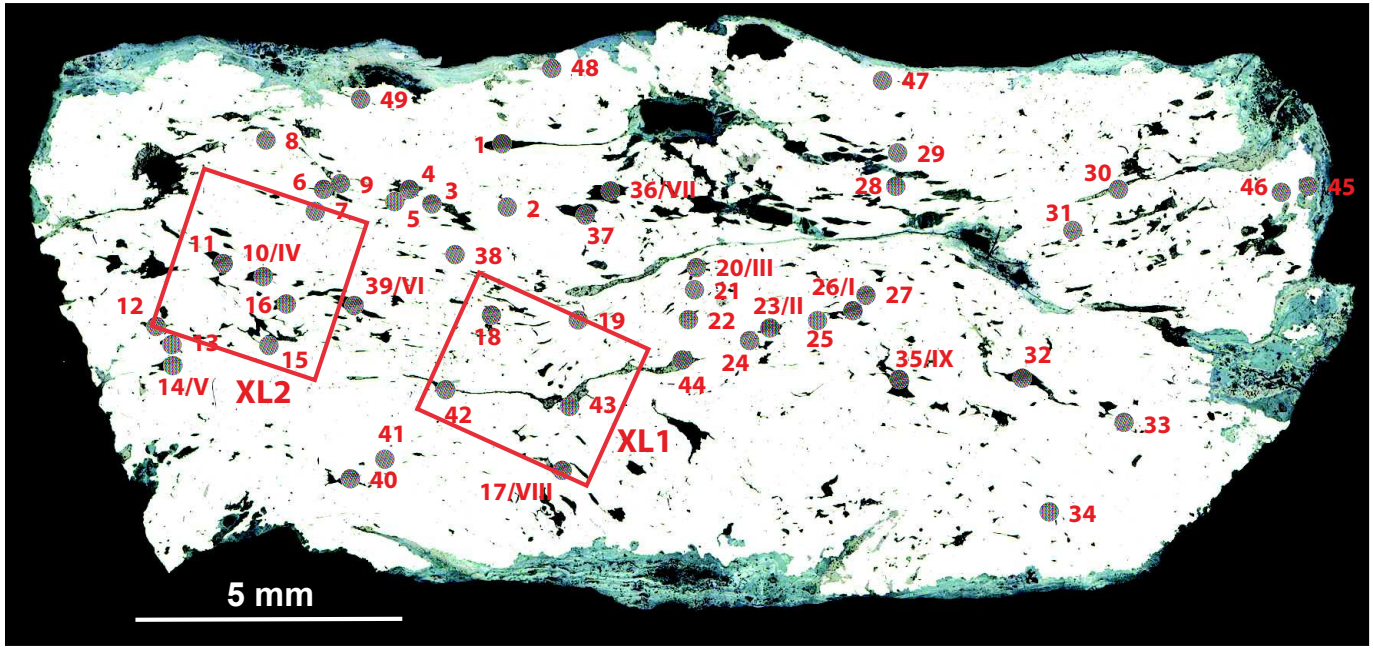
6



7

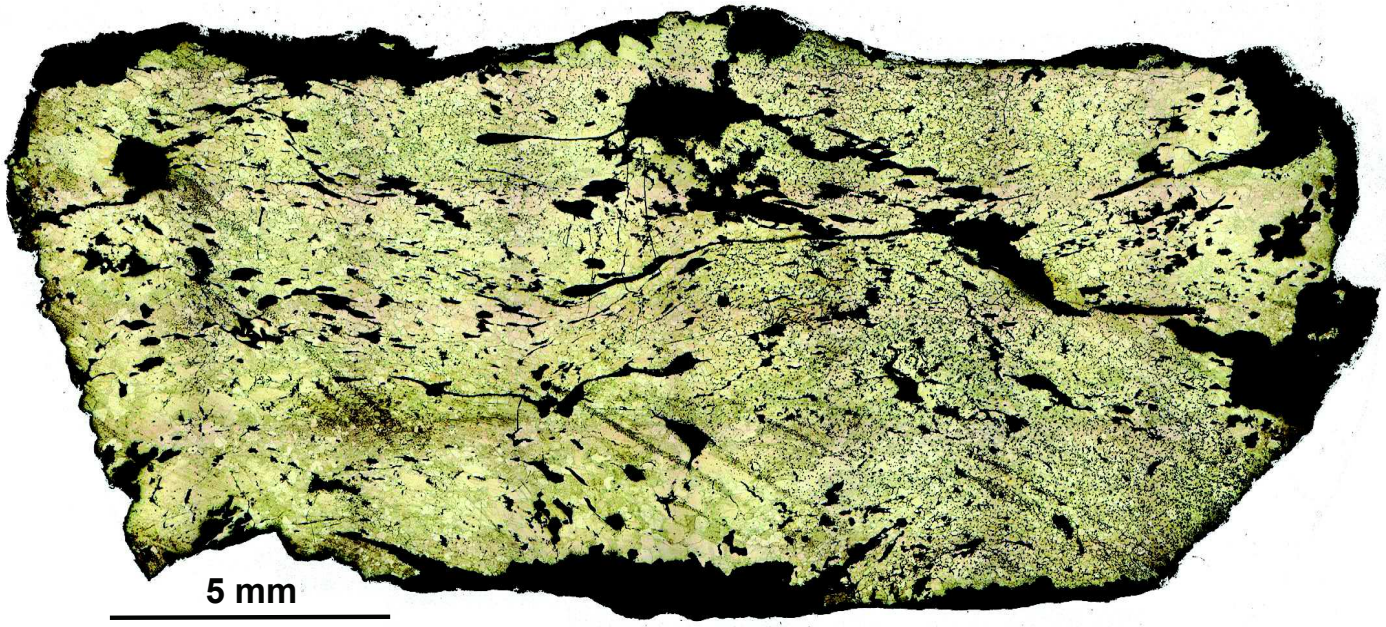


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



GOND6-19

Catégorie : Chute facettée

Masse : 32 g
Longueur : 30 mm
Largeur : 26 mm
Epaisseur : 18 mm
Etape de la chaîne opératoire : Epuration/Mise en forme

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : 0,02 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

morceau de fer en forme de rognon possédant une surface courbe convexe d'aspect lisse, et une surface plane mais à petits reliefs lobés et cavités; les contours sont irréguliers; un côté affiné, l'autre épais.

Structure du métal :

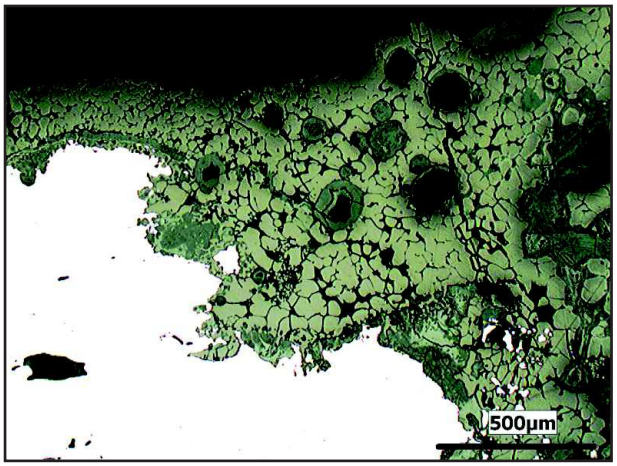
La section montre une zone peu compacte occupant une moitié de la surface de l'échantillon, composée notamment de cavités débouchantes prolongées par des interstices. Des produits d'oxydation à chaud tapissent les cavités et comblent les interstices (Clichés **1** et **2**). Ces éléments donnent au métal un aspect parcellaire. L'orientation, presque longitudinale, des inclusions, des oxydes ainsi que des cavités fait penser à un fragment ayant subi un écrasement. On note, en périphérie de la section, la présence d'un liseré intermittent d'oxydes gris clair (**3**).
La structure est exclusivement ferritique, dont les grains sont de taille variable, allant de la dizaine à quelques centaines de microns. Des marbrures sont visibles au sein des grains de ferrite.

Inclusions :

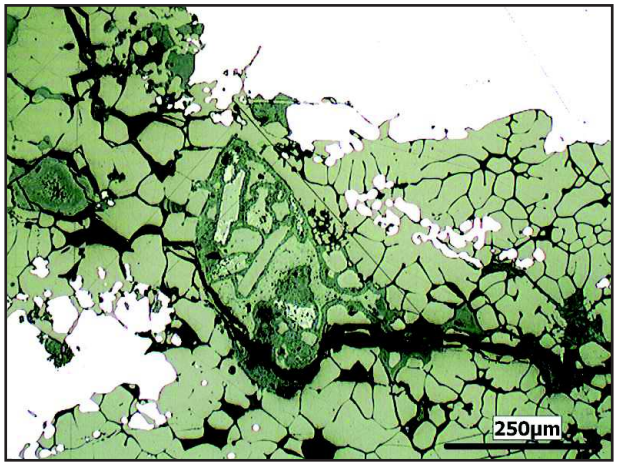
La section présente peu d'inclusions. Elles sont réparties de manière hétérogène, concentrées dans certaines parties du métal. Elles forment localement des groupes d'inclusions de forme irrégulière et aux contours arrondis, certainement des reliques de la réduction du minerai.
Les produits d'oxydation à chaud présentent soit une forme de pavés (**6**), soit une forme de dendrites grosses à moyennes (**5**). Entre ces éléments apparaissent des plages finement cristallisées. Les inclusions de dimensions moindres contiennent de la wüstite sous forme de dendrites, avec une matrice finement cristallisée non résoluble, ou vitreuse, ou en fines lattes (**7** et **8**).

Conclusion partielle :

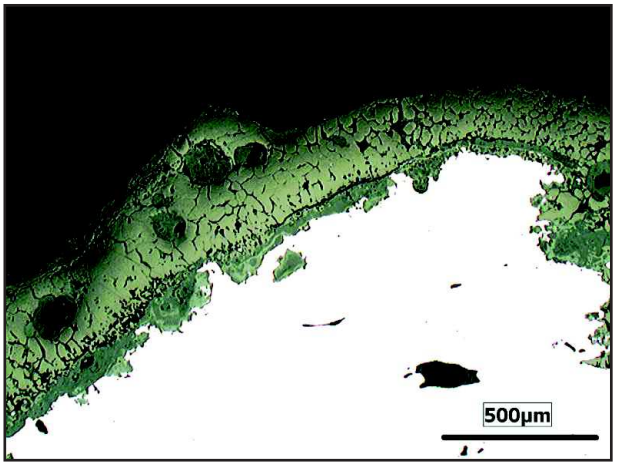
Les caractéristiques morphologiques du fragment de métal, ainsi que les observations micrographiques, suggèrent qu'il s'agit d'un morceau de métal issu des premières phases de travail de mise en forme du métal.



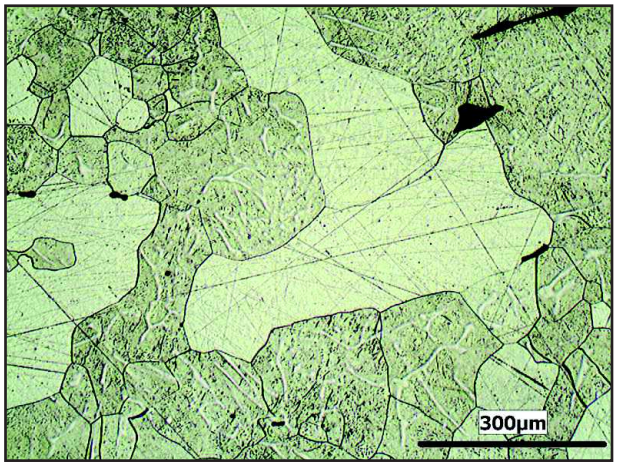
1



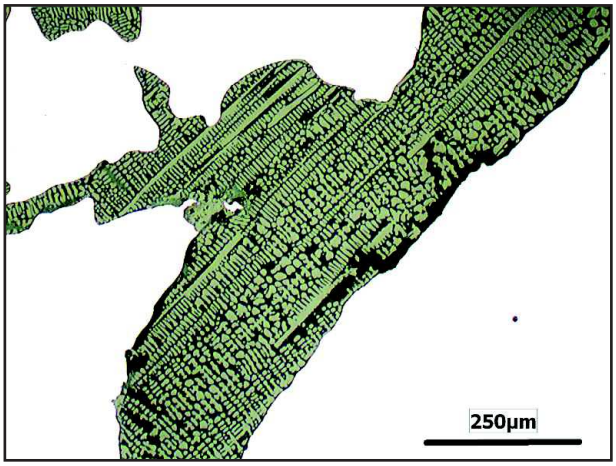
2



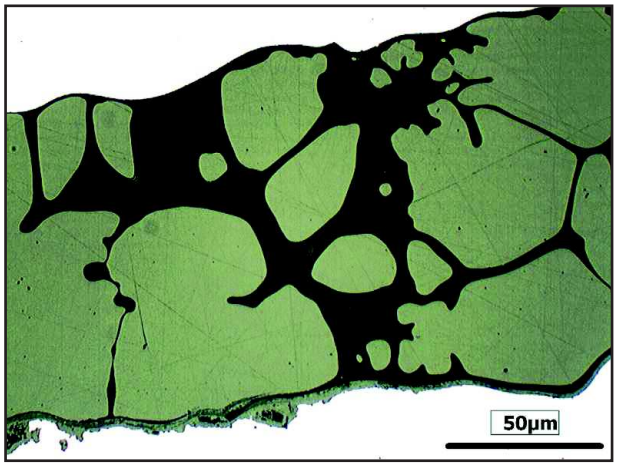
3



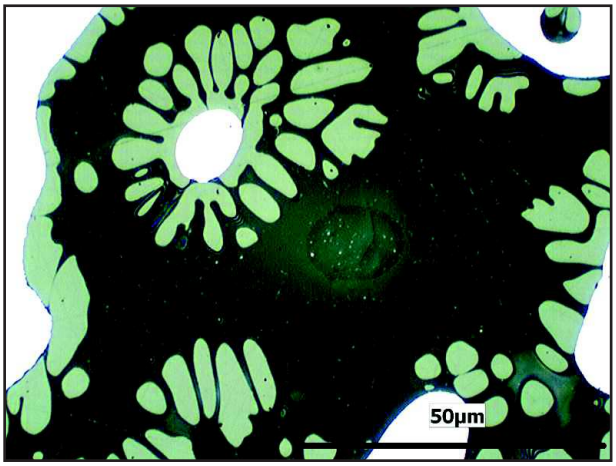
4



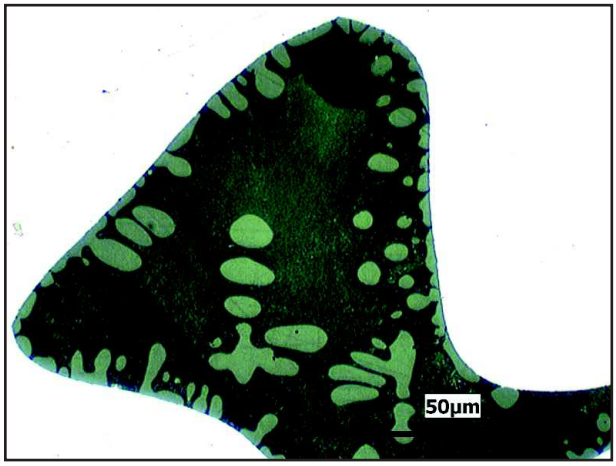
5



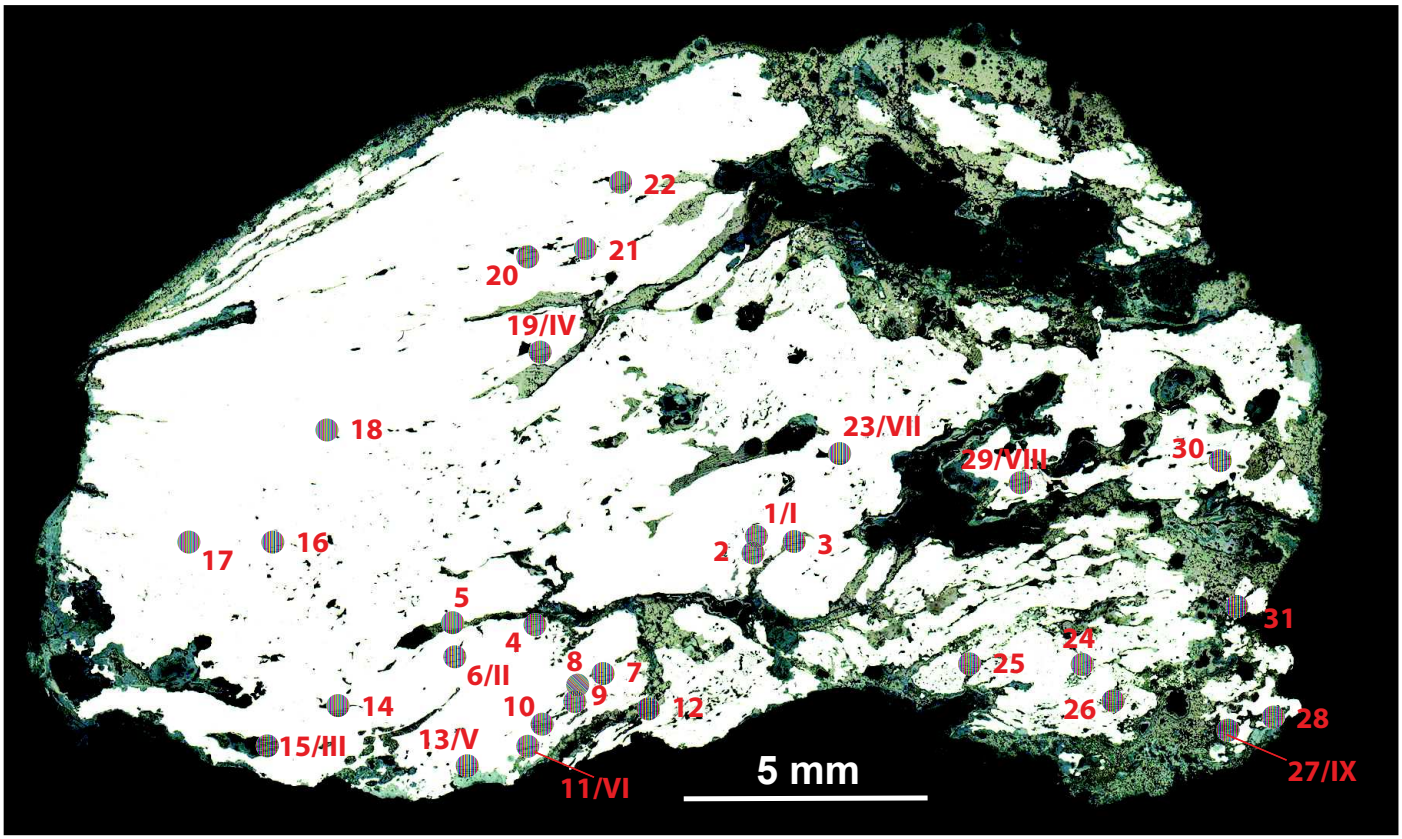
6



7

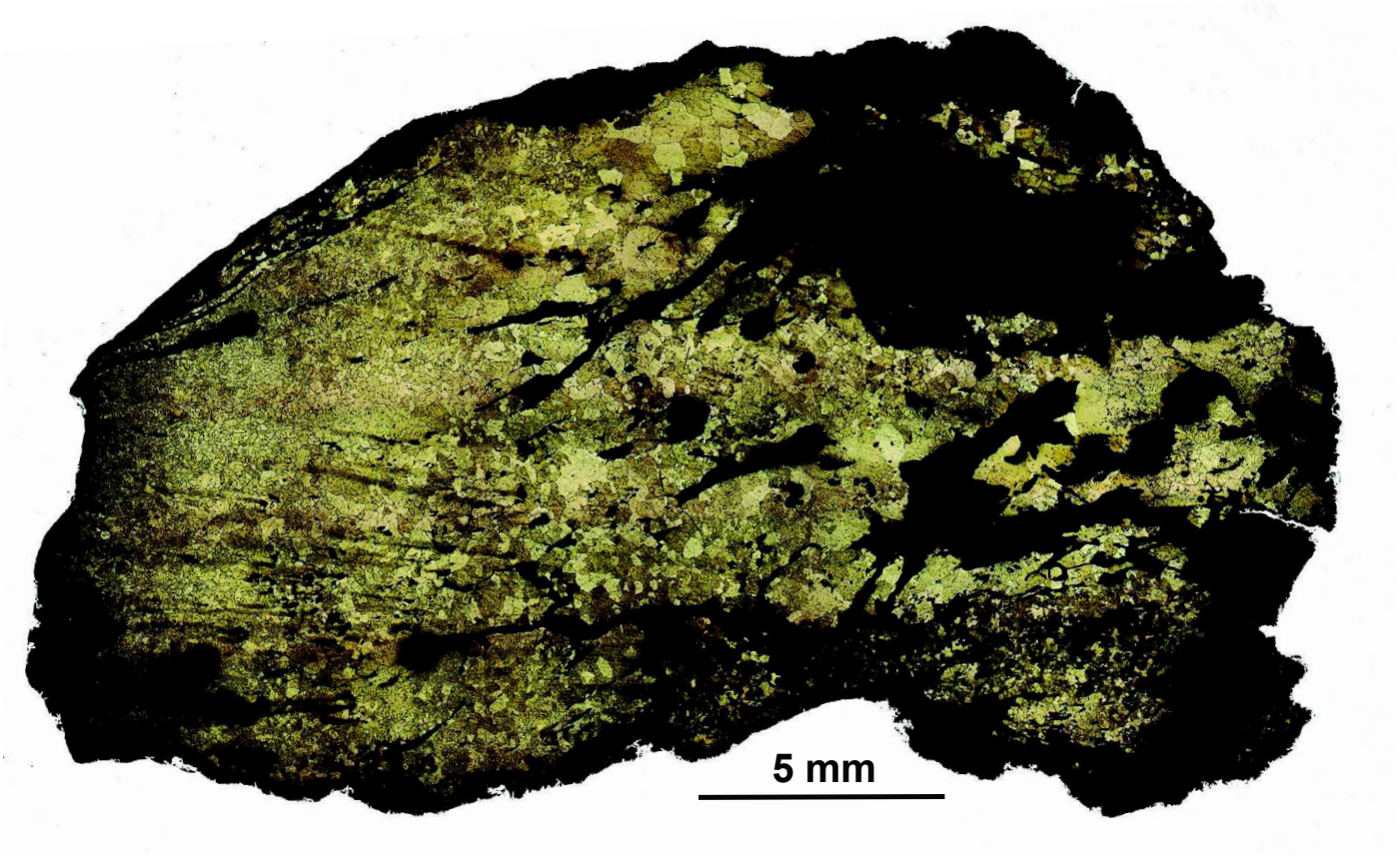


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



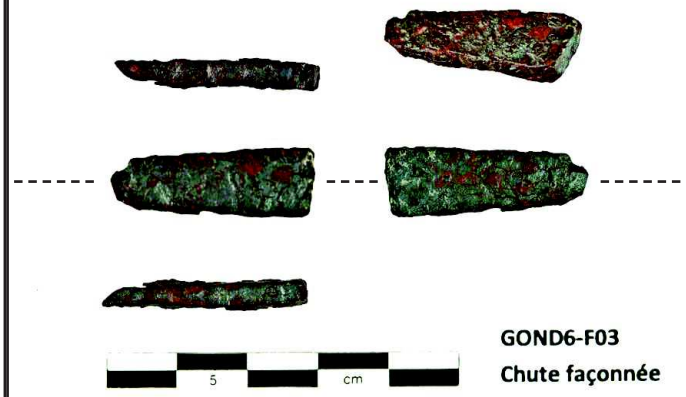
GOND6-F03

Catégorie : Chute façonnée

Masse : 5 g
Longueur : 30 mm
Largeur : de 8 à 10 mm
Epaisseur : 5 mm
Etape de la chaîne opératoire : Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 1,42 %
Pourcentage moyen de carbone : 0,032 %

Remarque(s) :



Description morphologique :

morceau de fer plat aux faces planes très régulières, dont la forme générale s'affine d'une extrémité à l'autre; l'extrémité la plus large est droite et régulière ; l'extrémité la pus fine présente un léger biseau pouvant correspondre à une trace de torsion ou de coupe.

Structure du métal :

Le métal est compact, et ne comporte ni porosités ni fissures. La structure est très majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des tailles variables, de quelques dizaines à quelques centaines de microns. Les différences de taille mettent localement en évidence un structure en bandes longitudinales. Cette structure est par ailleurs soulignée par la présence de bandes ferrito-perlitiques (0,1 % C). Des lignes de soudure longitudinales sont également visibles sur la section (Cf. section *infra*).

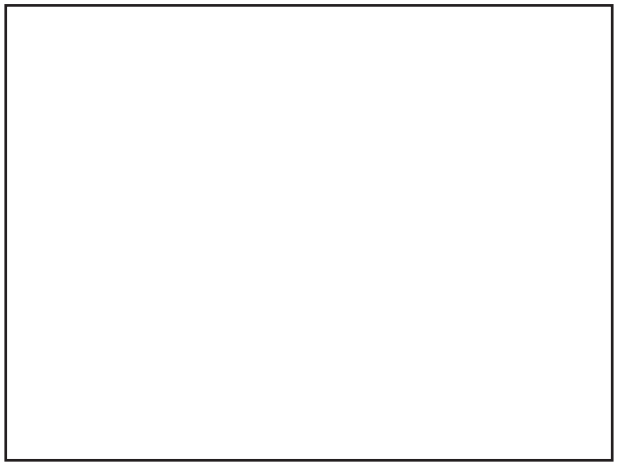
Inclusions :

La propreté inclusionnaire du métal est bonne. Les inclusions présentent toutes une forme fine et allongée. Elles sont toutes orientées parallèlement aux grandes surfaces et forment des alignements.
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique cristallisée en fines lattes au sein de laquelle de la wüstite se développe sous forme de globules et de dendrites.

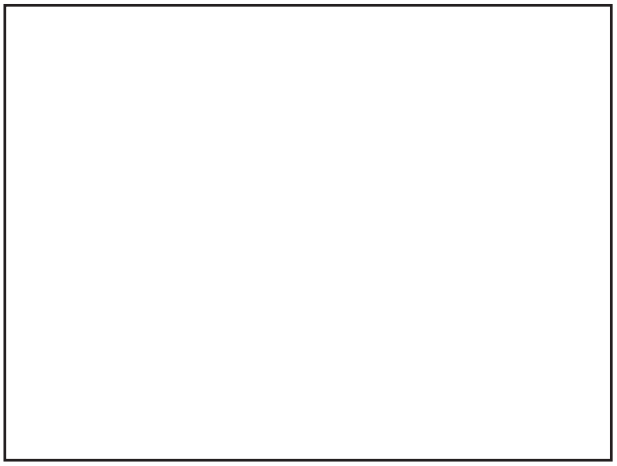
Conclusion partielle :

Il s'agit d'une chute liée au façonnage du métal, et plus particulièrement d'une chute-bande. La structure en bandes, la présence de soudure, ainsi que la forme des inclusions suggèrent qu'il s'agit là d'un métal élaboré.

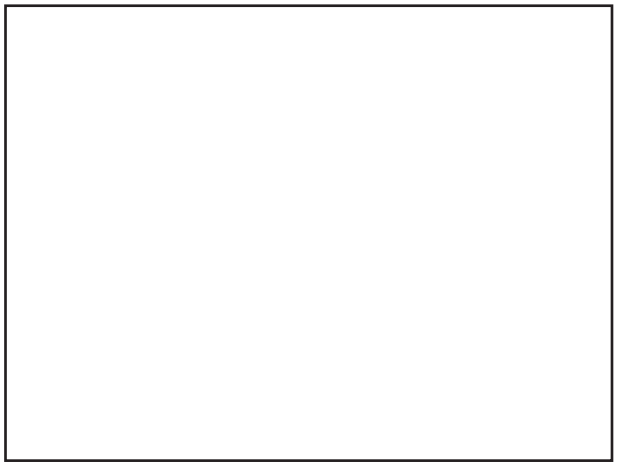
1



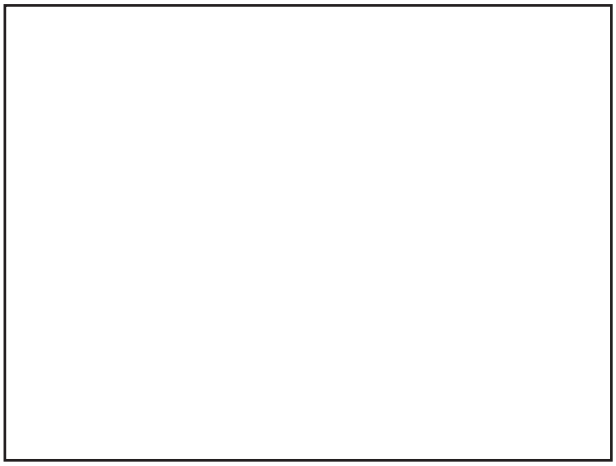
2



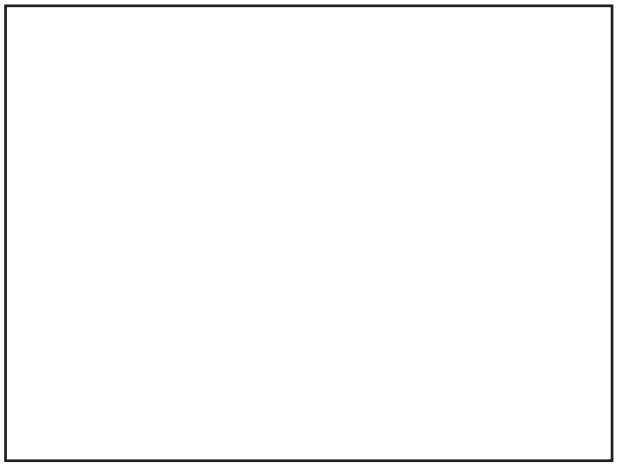
3



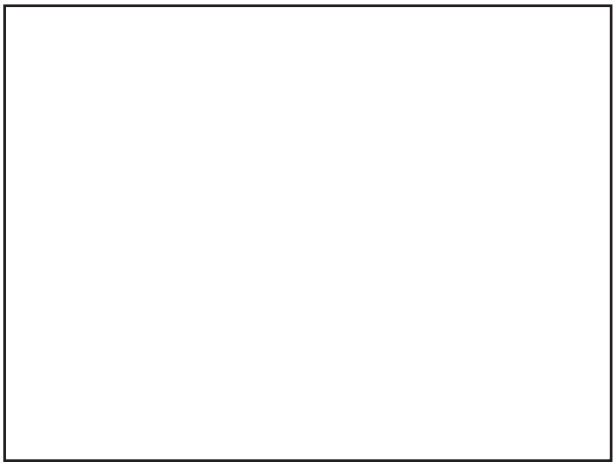
4



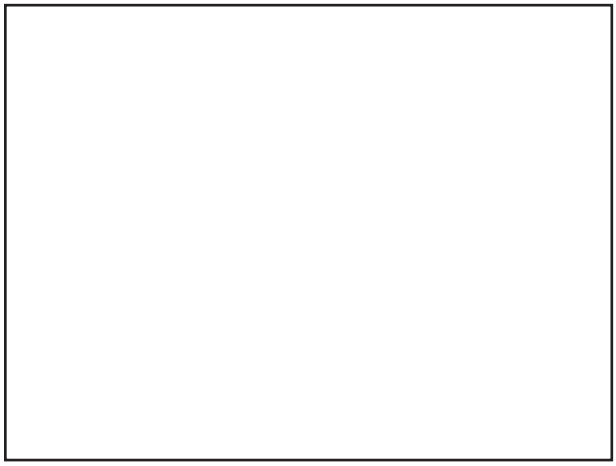
5



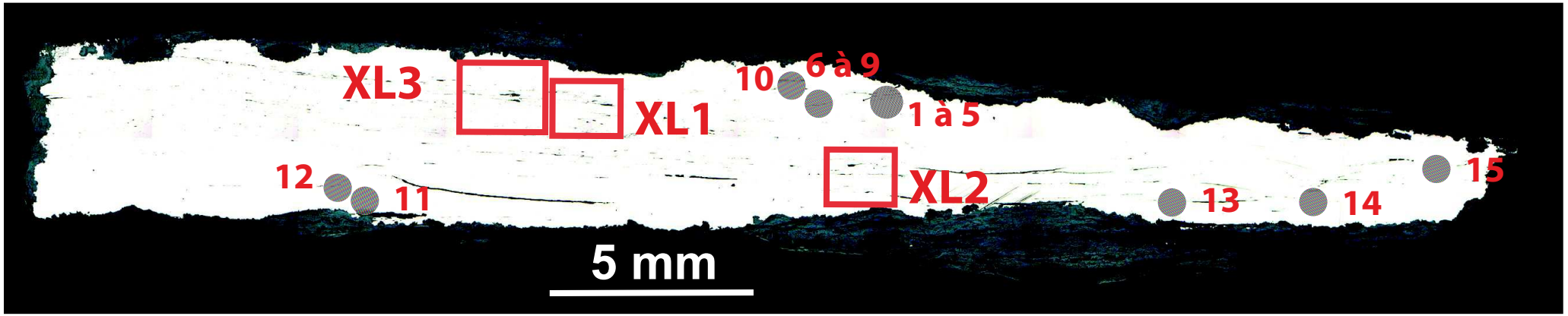
6



7

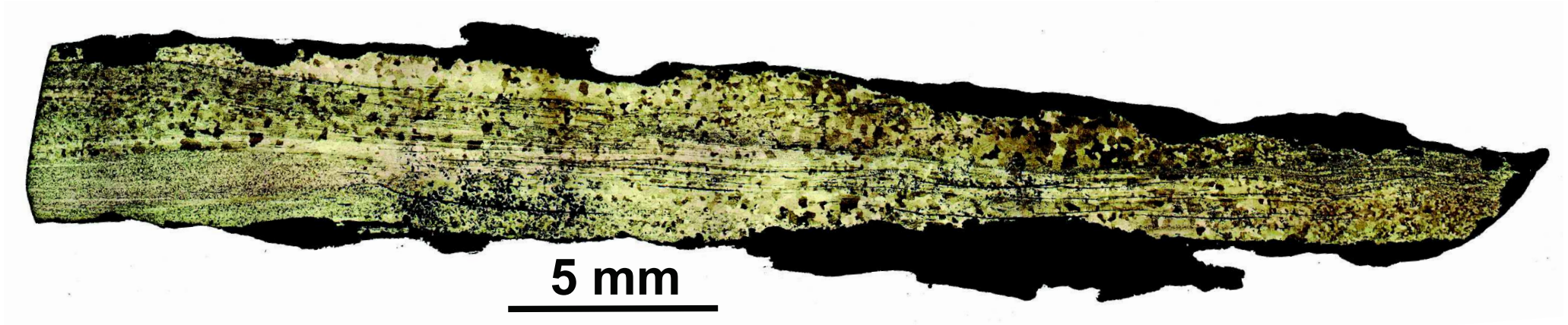


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



GOND6-F10

Catégorie : Chute façonnée

Masse : 3,4 g
Longueur : 55 mm
Largeur : 4 mm
Epaisseur : 4 mm
Etape de la chaîne opératoire : Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 1,14 %
Pourcentage moyen de carbone : 0,028 %

Remarque(s) : la chute n'a pas fait l'objet de caractérisation chimique

Description morphologique :

Tige de fer à la morphologie très régulière, de section quadrangulaire, avec une extrémité effilée en pointe et une extrémité aplatie et pincée.

Structure du métal :

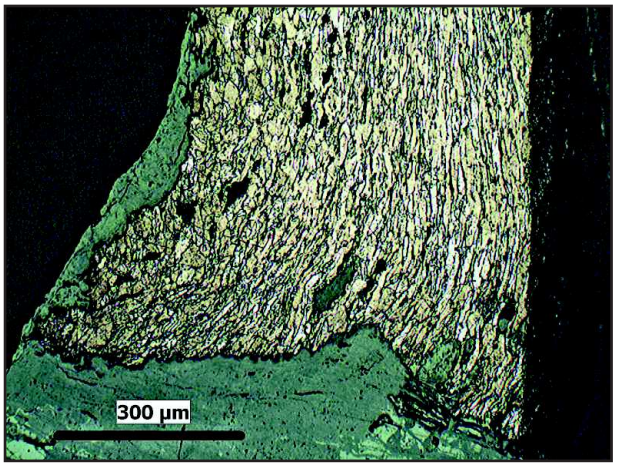
Le métal est compact, et ne comporte ni porosités ni fissures. La structure est très majoritairement ferritique. Les grains sont équiaxes sur la majeure partie de la section, mais apparaissent déformés dans la partie effilée (Cliché **1**). Une bande ferrito-perlitique (0,1 % C) est visible le long d'une des grandes surfaces. Les grains de ferrite, de taille variable, mettent en évidence une structure en bandes (**2**).

Inclusions :

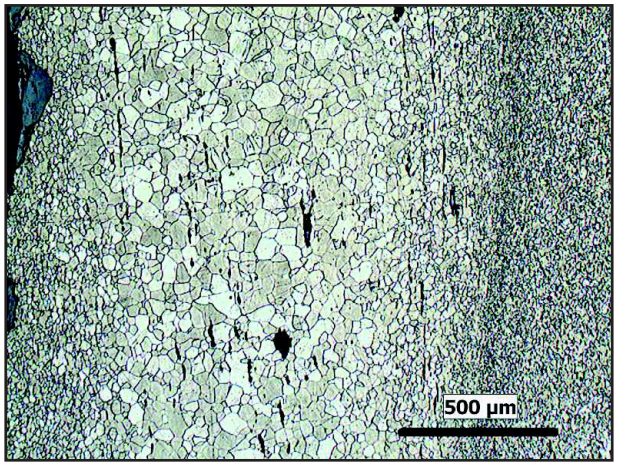
La propreté inclusionnaire du métal est bonne. Les inclusions, de taille variable, présentent toute une forme fine et allongée. Elles sont toutes orientées parallèlement aux surfaces et forment des alignements (**3**). La plupart des inclusions sont fracturées en segments (**4**).
Deux faciès pétrograghiques dominent. Le premier se caractérise matrice vitreuse (**5**). Le second s'en distingue par une cristallisation en lattes d'épaisseur variable (**6**), avec ou sans wüstite sous forme de dendrites (**7**).

Conclusion partielle :

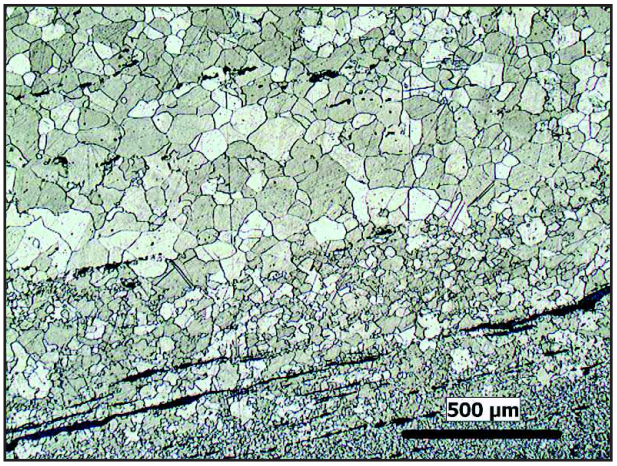
La forme régulière de la section, la régularité des surfaces, ainsi que les observations micrographiques, suggèrent qu'il s'agit d'une chute-tige, chutée au cours d'une phase de mise en forme d'un objet. Le métal paraît avoir subi un travail relativement poussé.



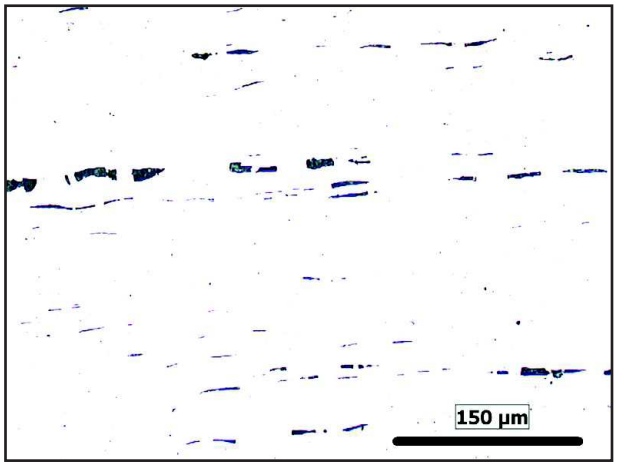
1



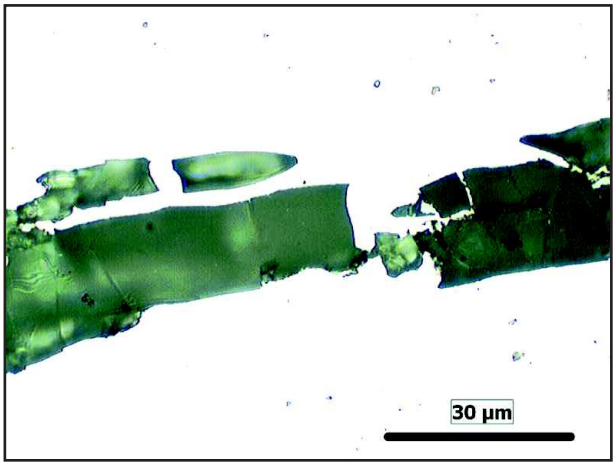
2



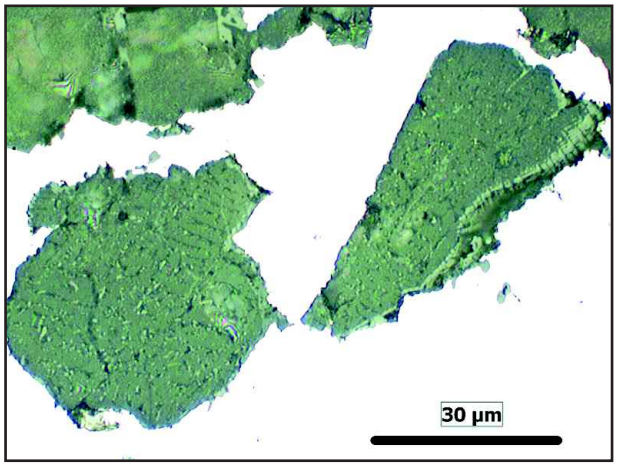
3



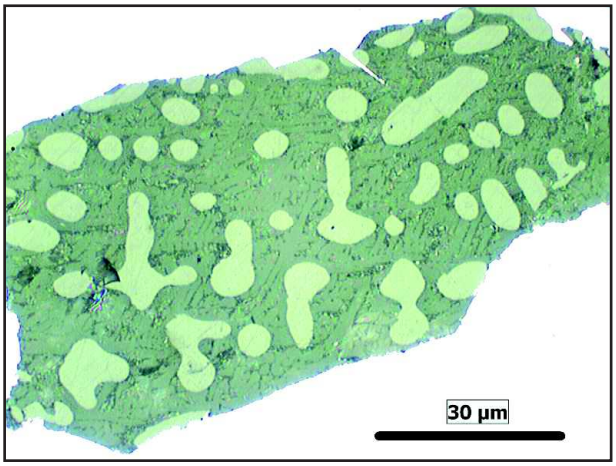
4



5

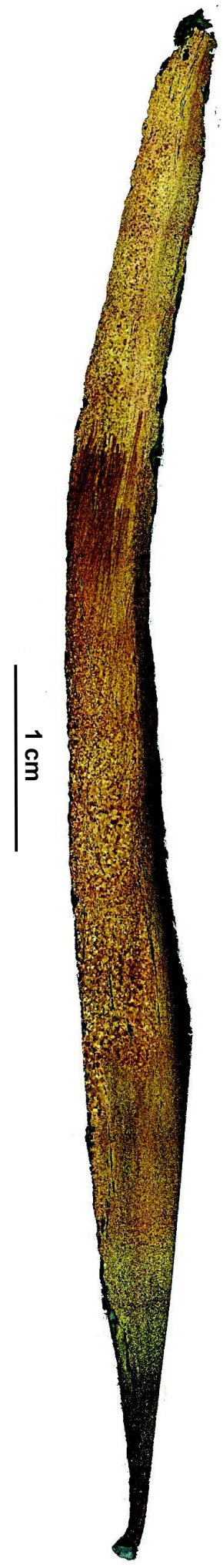


6



7

8



Attaque métallographique

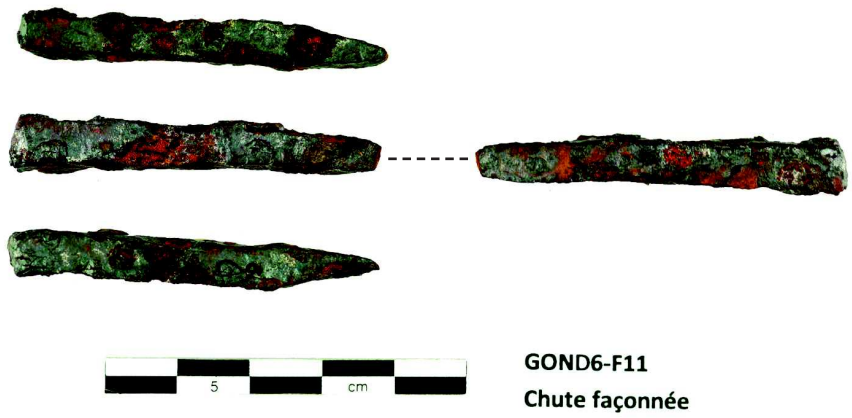
GOND6-F11

Catégorie : Chute façonnée

Masse : 9 g
Longueur : 50 mm
Largeur : 8 mm
Epaisseur : 7 mm
Etape de la chaîne opératoire : Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 4,28 %
Pourcentage moyen de carbone : 0,027 %

Remarque(s) :



Description morphologique :

tige de fer droite, de section quadrangulaire, en apparence cassée d'un côté et s'affinant progressivement en biseau à l'autre extrémité.

Structure du métal :

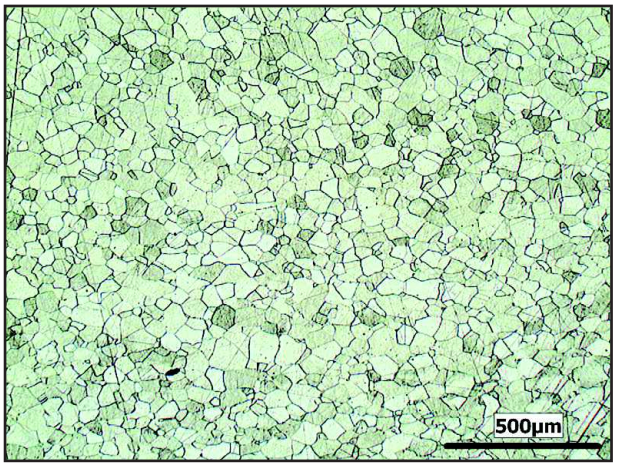
La section longitudinale révèle un métal compact, ne comportant pas de porosités. Quelques fissures sont visibles dans l'extrémité fine de la chute. Le métal est majoritairement de structure ferritique, à l'exception de quelques zones, présentes de manière anecdotique, qui montre une structure hypereutectoïde (perlite + aiguilles de cémentite, C >0,8%). La taille des grains de ferrite varie selon l'axe longitudinal. Les grains sont de petites ou de moyennes dimensions vers l'extrémité la plus large de la tige (Cliché **1**). Les grains présentent des déformations dans la région de la pointe de la tige, due à un écrouissage. Certains grains de ferrite présentent des macles (**2**).

Inclusions :

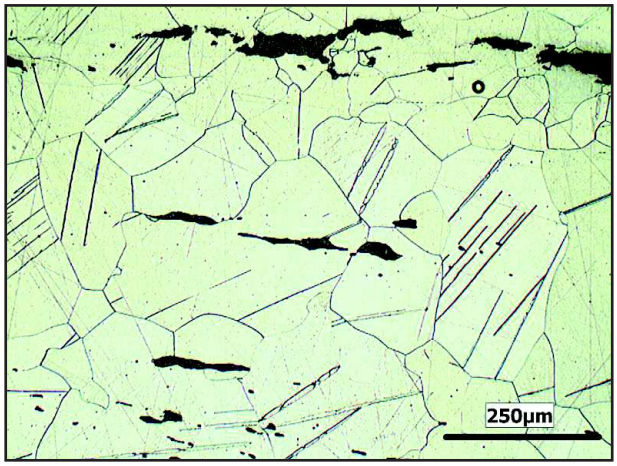
La propreté inclusionnaire du métal est mauvaise. De taille très variable, les inclusions présentent néanmoins pour la plupart une forme allongée, plus ou moins fine. Orientées parallèlement aux grandes surfaces, elle forment des alignements (**3**). Les inclusions sont toutes fracturées. Elles le sont selon deux schémas : des fissures orientées perpendiculairement à l'axe longitudinal, et une fracturation formant des fragments polygonaux, dont le module évoque parfois des grains.
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice finement cristallisée, ou cristallisée en petites lattes, au sein de laquelle de la wüstite se développe sous forme de dendrites et de globules (**4**).

Conclusion partielle :

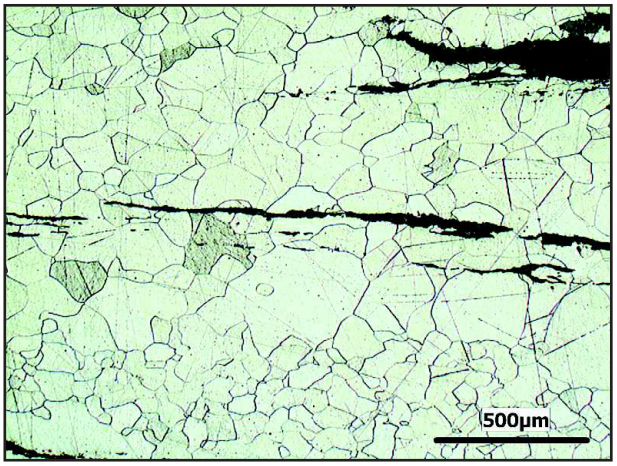
Le fragment de métal s'avère être une chute issue d'une tige. Elle a subi localement une carburation superficielle accidentelle. Le caractère écroui des grains de ferrite de l'extrémité pourrait être lié à la découpe de la tige.



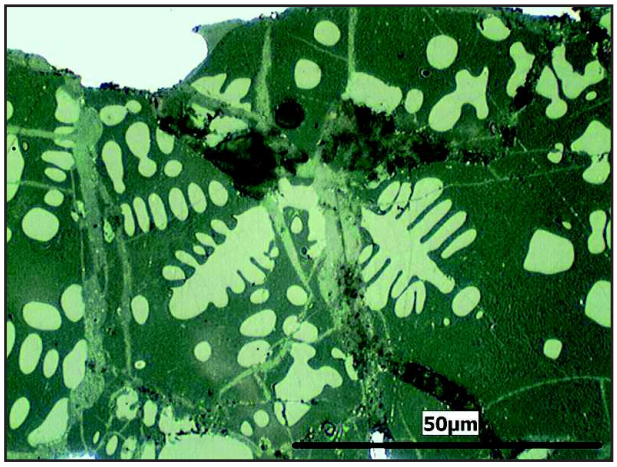
1



2



3



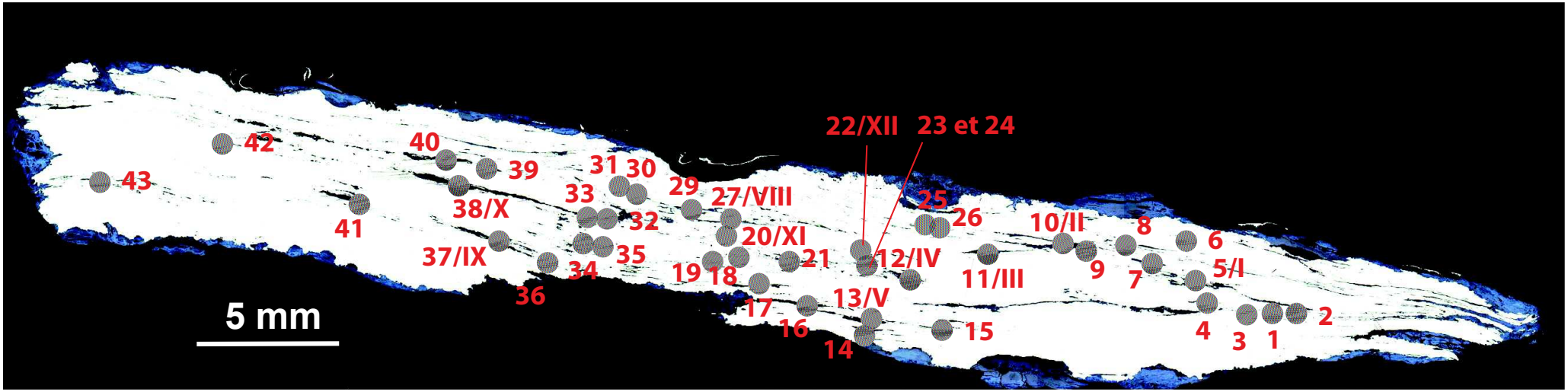
4

5

6

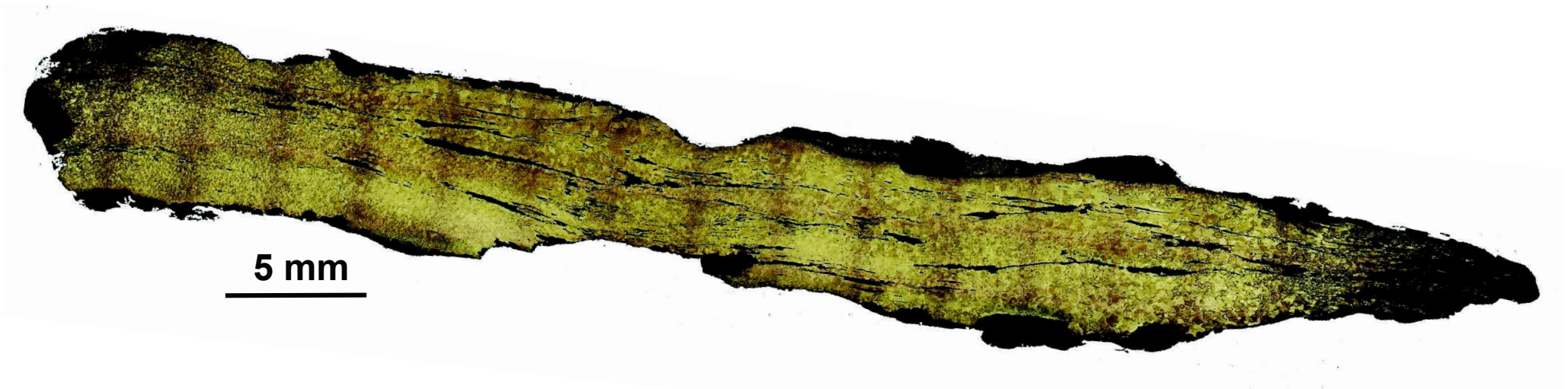
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



GOND6-F12

Catégorie : Chute façonnée

Masse : 11,5 g
Longueur : 78 mm
Largeur : 7 mm
Epaisseur : 6 mm
Etape de la chaîne opératoire : Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 1,09 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,02 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Il s'agit d'une tige de fer de section quadrangulaire, cassée à une extrémité et s'affinant en point mousse à l'autre extrémité. La tige présente une forme arquée. Sur la face convexe, la surface présente un arrachement sous forme d'une proéminence redressée à angle droit (hauteur 8 mm).

Structure du métal :

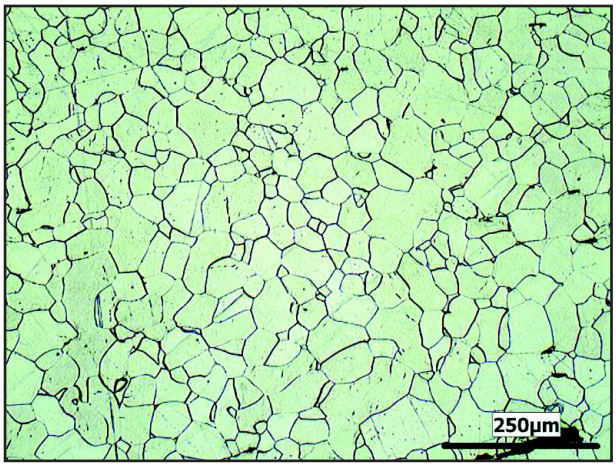
Le métal est compact, et ne comporte ni porosités ni fissures. La structure du métal est intégralement ferritique (Cliché **1**). Les grains présentent des tailles très variables. Au sein de la tige, elles mettent en évidence un structure en bandes. Au niveau de la jonction entre la tige et la proéminence, elles suggèrent non pas un arrachement mais un repli du métal sur lui-même (**2**). Localement, et majoritairement aux extrémités, les grains de ferrite sont écrouis. Des marbrures sont localement visibles au sein de la ferrite.

Inclusions :

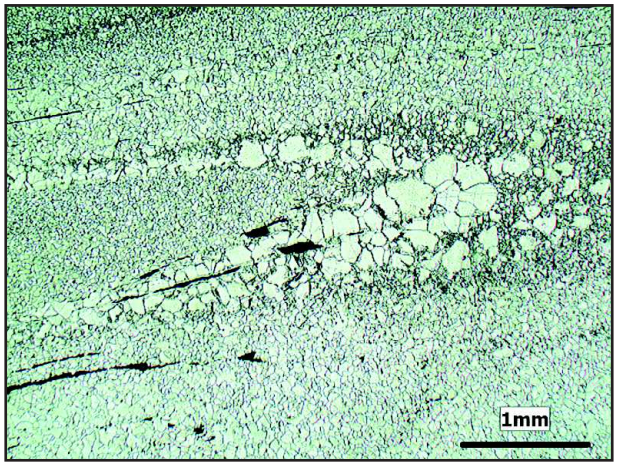
La propreté inclusionnaire du métal est bonne. De taille très variable, les inclusions présentent néanmoins pour la plupart une forme allongée, plus ou moins fine. Orientées parallèlement aux grandes surfaces, elle forment des alignements. Des inclusions pulvérisées sont visibles en plusieurs endroits de la section (**3**). Elles sont pour la plupart composées uniquement de wüstite/magnétite.
Deux faciès minéralogiques dominent. Le premier se caractérise par une matrice finement cristallisée (**4** et **5**). Le second s'en distingue par une matrice cristallisée en lattes (**6** et **7**), ou en gros cristaux polygonaux et anguleux (**8**). De la wüstite, sous forme de dendrites ou de globules, est généralement observable au sein de ces inclusions.

Conclusion partielle :

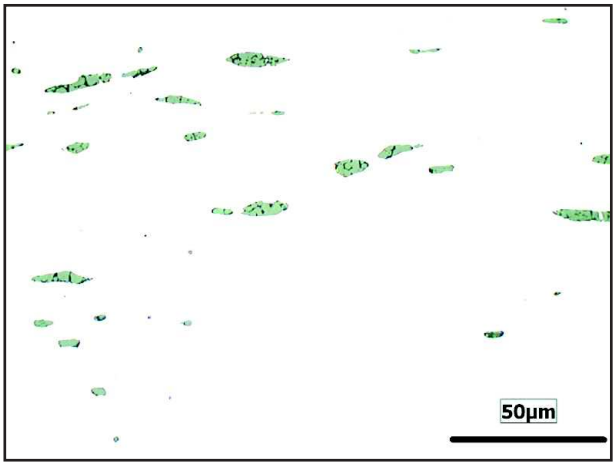
Le fragment de métal est une chute-tige. La proéminence observée pourrait être due plus à un repli raté du métal qu'à un arrachement. La chute de cette tige pourrait être en relation avec ce repli raté.



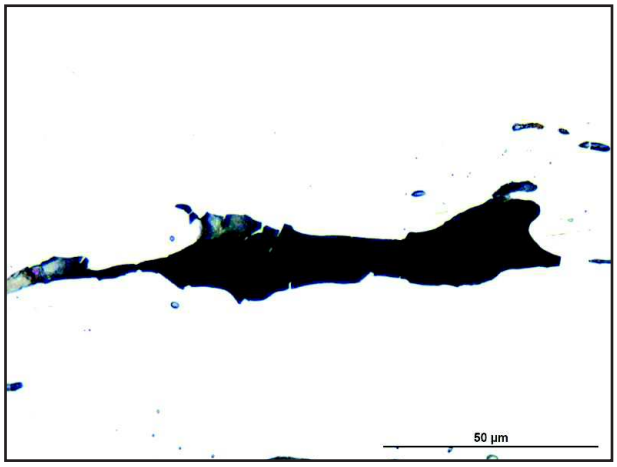
1



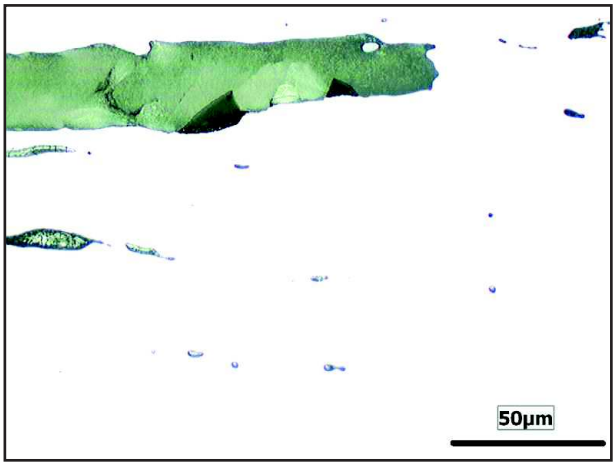
2



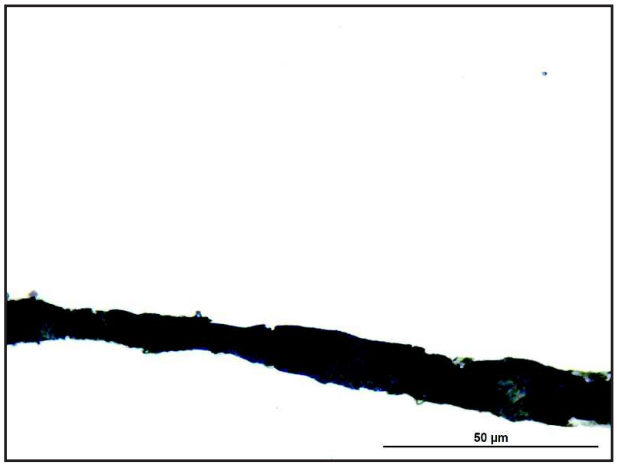
3



4

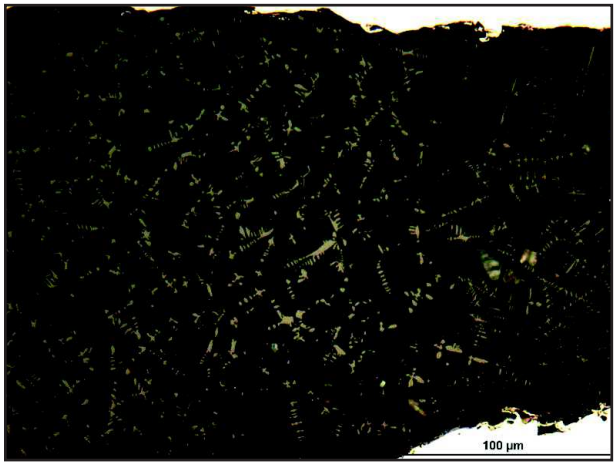


5

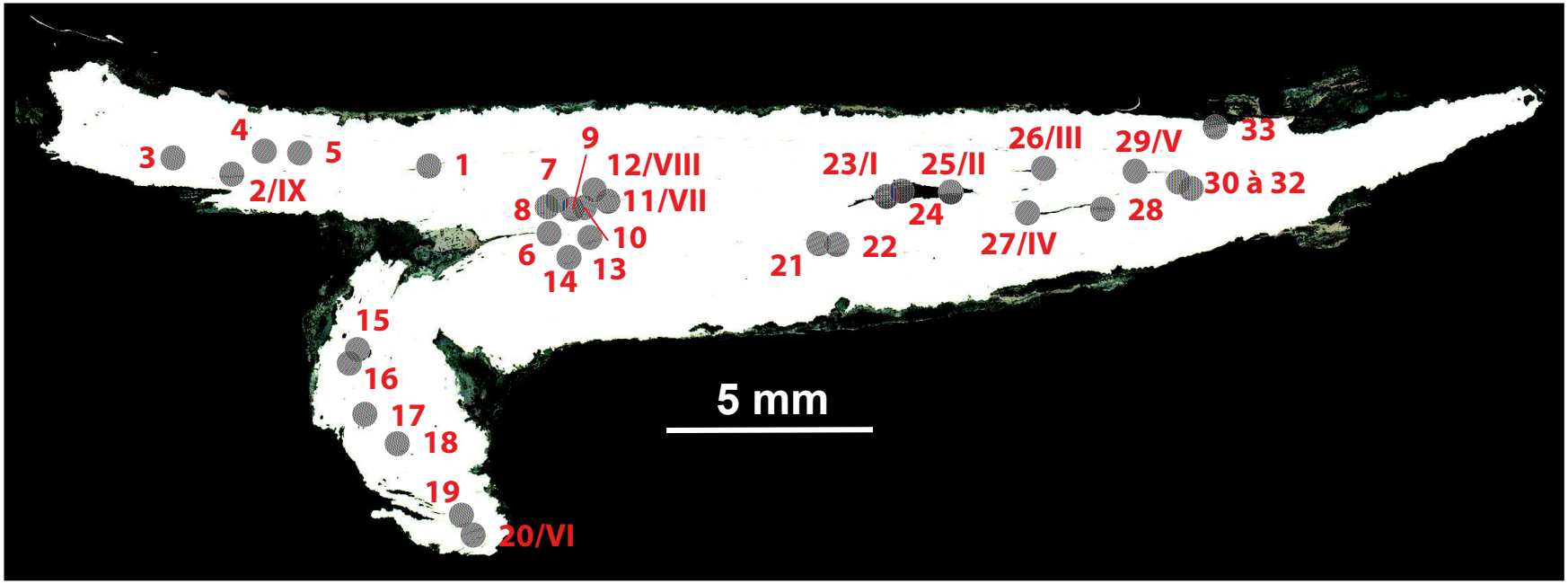


6

7

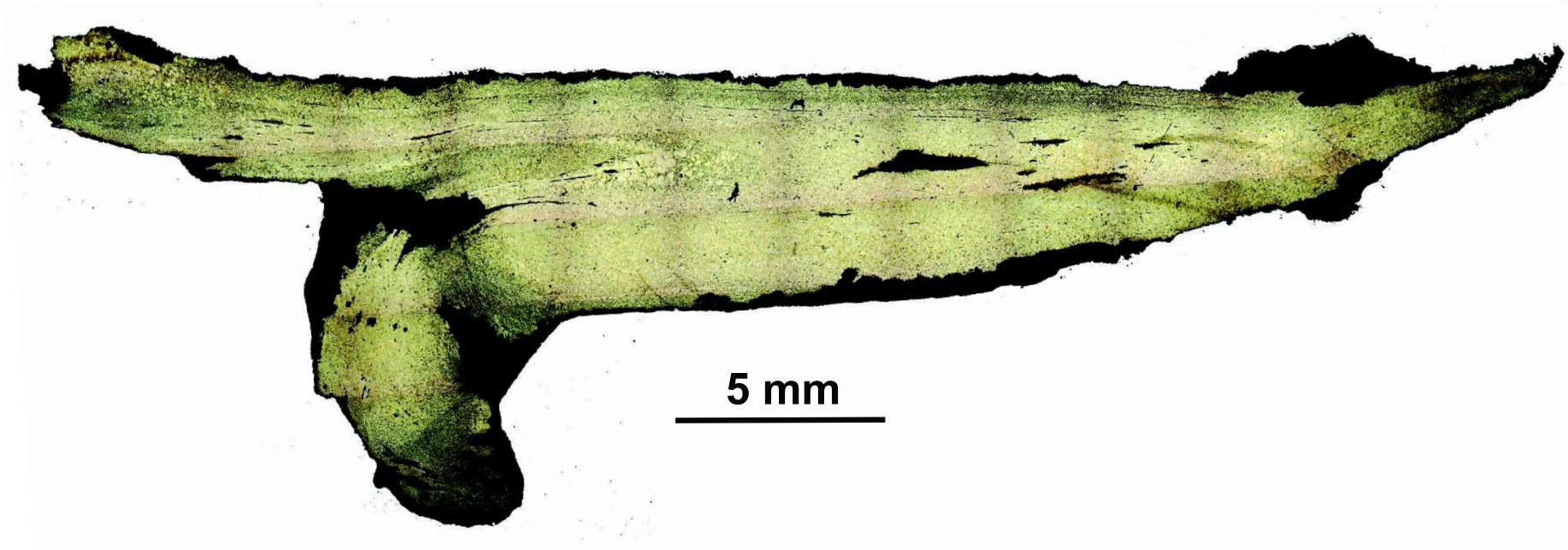


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



GOND6-F15

Catégorie : Chute façonnée

Masse : 7,3 g
Longueur : 40 mm
Largeur : 8 mm
Epaisseur : 8 mm
Etape de la chaîne opératoire : Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 1,78 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,02 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Il s'agit d'une tige de fer à la morphologie très régulière, de section quadrangulaire, avec une extrémité terminée brusquement en pointe. L'autre extrémité se termine par un biseau sur une face et une tranche franche légèrement empâtée sur les côtés latéraux, ce qui constitue un indice en faveur d'une découpe.

Structure du métal :

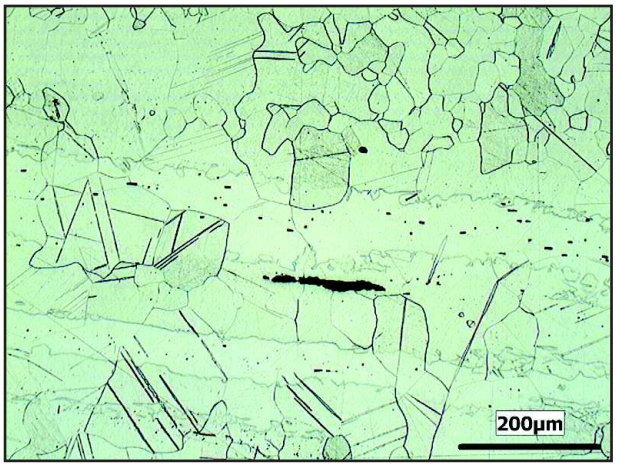
Le métal est compact, et ne comporte ni porosités ni fissures. La structure du métal est intégralement ferritique. La taille des grains varie de quelques dizaines à quelques centaines de microns. Des marbures sont observables au sein de la structure (Cliché **1**). L'examen métallographique révèle une structure en bandes. Certains grains de ferrite montrent des macles (**2**).

Inclusions :

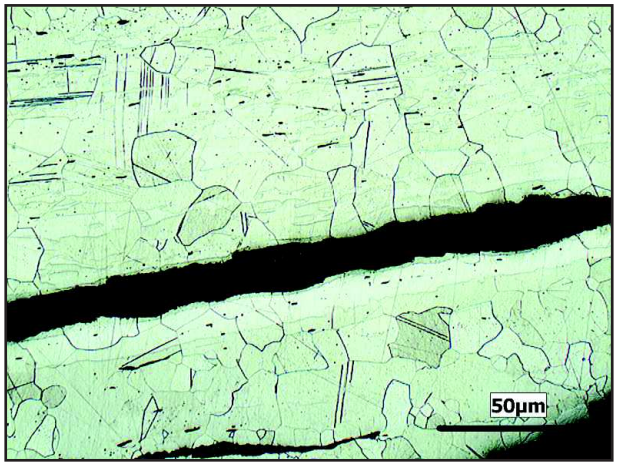
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne. De dimensions variables, les inclusions présentent toutes une forme allongée, plus ou moins affinée (**3**). Orientées parallèlement aux grandes surfaces, elle forment des alignements. Des inclusions pulvérisées, de forme circulaire, sont également observables.
Les inclusions allongées assez épaisses montrent toutes la même cristallisation, souvent organisée en lattes (**4**) et contenant dans la majorité des cas de la wüstite (**5**). On observe quelques inclusions montrant une cristallisation de spinelles en bâton (**5**). Quelques autres inclusions enfin montrent des cristaux anguleux, ainsi que des globules de wustite autour desquels peuvent se développer des bâtons de spinelle (**7**). Quelques rares inclusions présentent une matrice vitreuse (**8**).

Conclusion partielle :

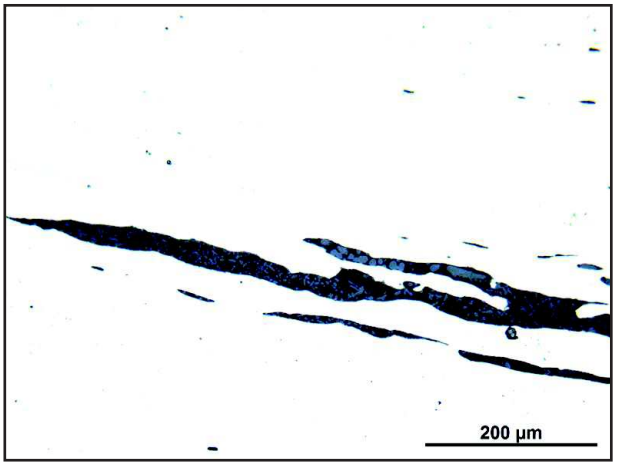
Le fragment métallique est une chute-tige. La forme et l'orientation des inclusions, ainsi que la structure du métal en bnades, soulignent le travail de déformation (allongement) de ce dernier. Le métal apparaît relativement élaboré.



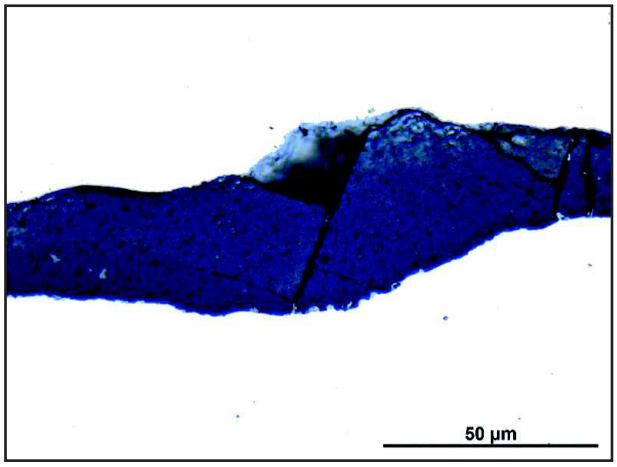
1



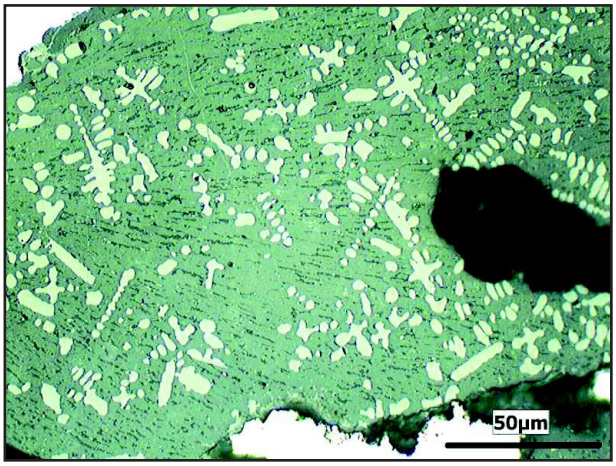
2



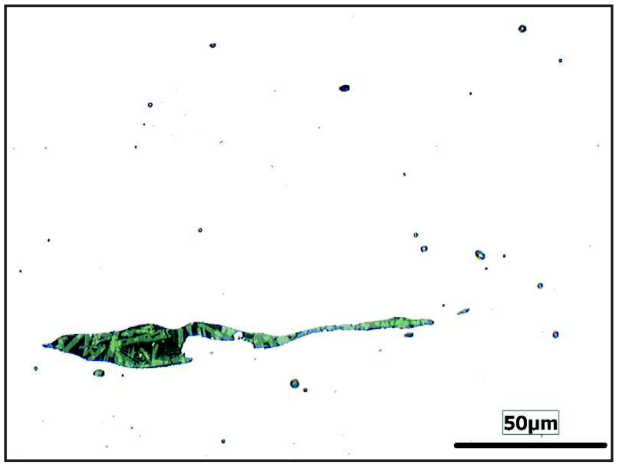
3



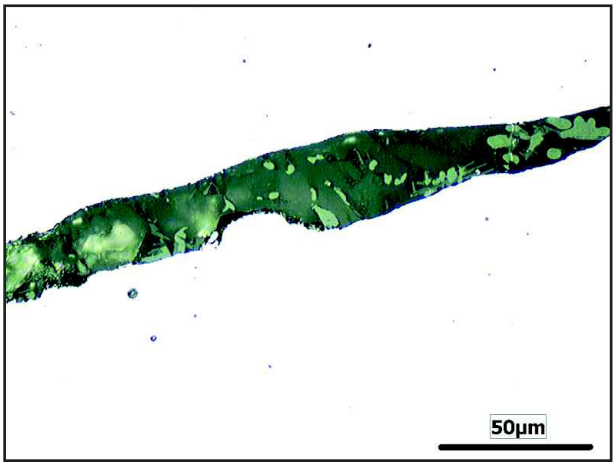
4



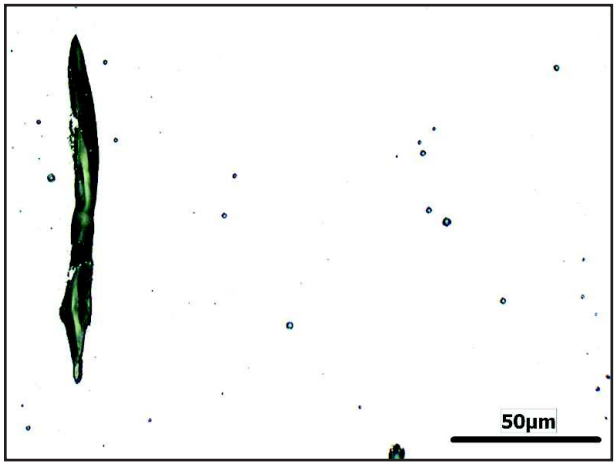
5



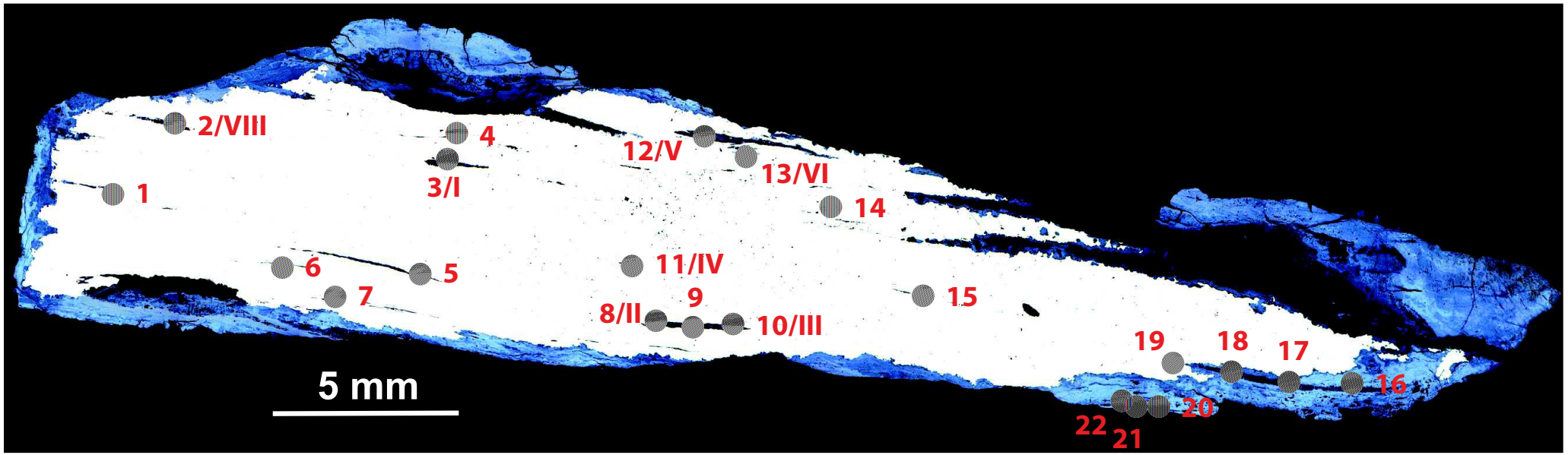
6



7

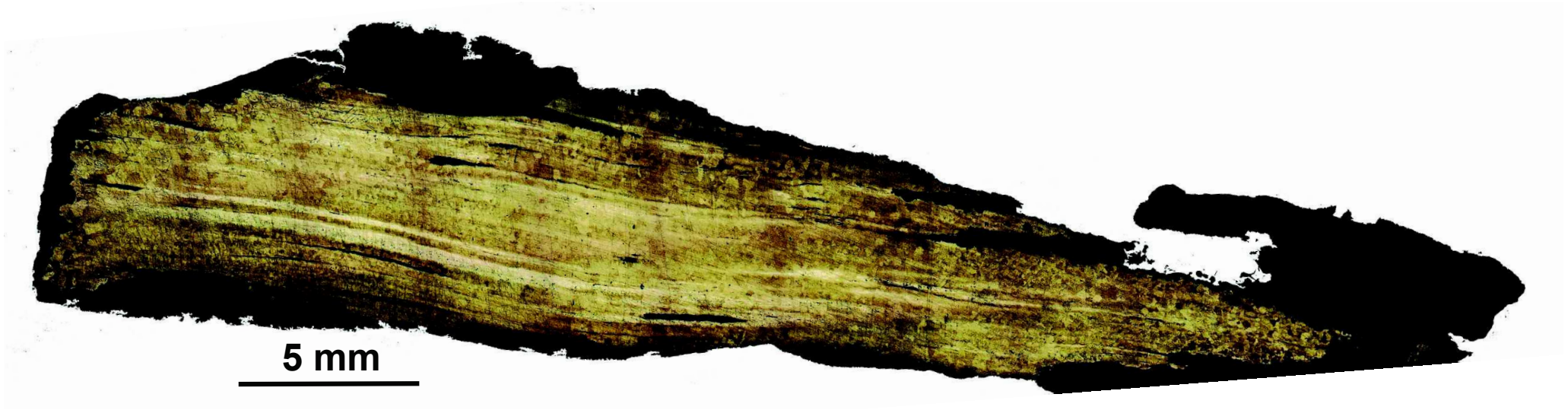


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



GOND6-F22

Catégorie : Chute façonnée

Masse : 17,2 g
Longueur : 41 mm
Largeur : 11 mm
Epaisseur : 9 mm
Etape de la chaîne opératoire : Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 1,43 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,107 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Il s'agit d'un fragment de barreau de section quadrangulaire à surfaces rectilignes et régulières, dont une demi-longueur est réduite de moitié en épaisseur (Longueur 41mm, section partie épaisse 11x9mm, section partie affinée 2,5 x 5). L'extrémité la plus épaisse semble brisée. L'autre extrémité est aplatie.

Structure du métal :

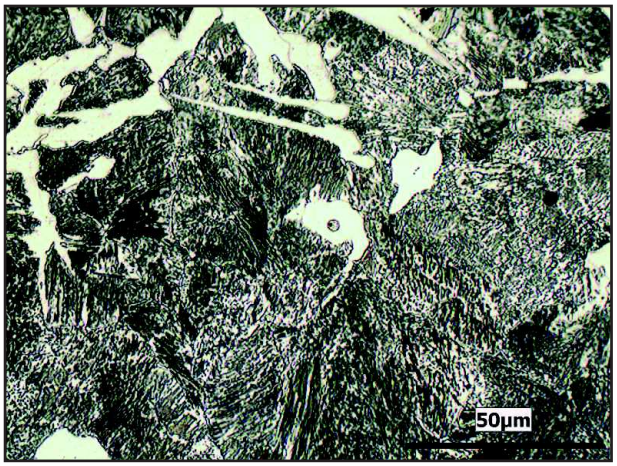
Le métal est compact. Une porosité est visible au sein de la partie la plus longue, située sur son axe longitudinal. Une fissure est visible à l'extrémité de la barre, sur le même axe.
Les deux parties sont distinctes du point de vue de la structure. La première est presque exclusivement ferritique. La seconde est carburée ; la structure va de l'hypoeutectoïde à l'eutectoïde (Cliché **1**). Les différences de carburation, ainsi que les alignements d'inclusions, marquent une structure en bandes. La barre la plus longue présente clairement les indices d'un repli du métal sur lui-même (**2** et **3**). La plus courte semble elle aussi avoir été formée par replis (au moins trois). Les deux parties semblent avoir été soudées l'une à l'autre.

Inclusions :

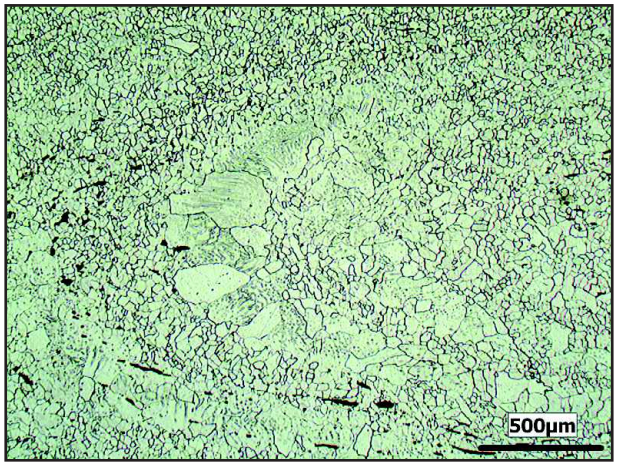
La propreté inclusionnaire du métal est relativement bonne. Les inclusions présentes dans la barre longue sont toutes fines et allongées, et forment des alignements (**4**). Celles de la partie carburée adoptent une forme plus irrégulière.
Les deux barres se distinguent également par le faciès minéralogique des inclusions. Celles de la partie la plus longue sont cristallisées, comportant soit une matrice cristallisée en lattes (**5**), soit une matrice composée de cristaux polygonaux (**6**). Elles peuvent comporter de la wüstite (globules ou dendrites), ou des spinelles en bâtonnets. Certaines inclusions sont par ailleurs composées presqu'exclusivement de produits d'oxydation à chaud (**7**). Les inclusions de la partie carburée présentent quant à elles une matrice amorphe ou finement cristallisée (**8**).

Conclusion partielle :

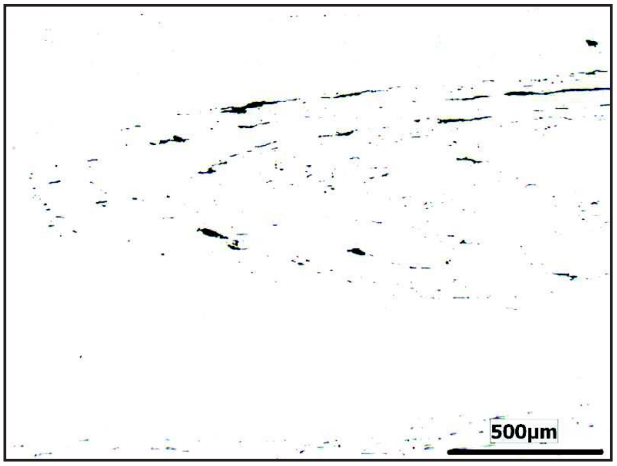
L'aspect global de la chute, ainsi que les observations micrographiques, montrent qu'il s'agit d'un métal élaboré. La soudure d'une barre présentant une structure carburée en bandes sur une âme ferritique suggère la mise en forme d'un produit particulier, nécessitant une structure mixte fer doux - acier.



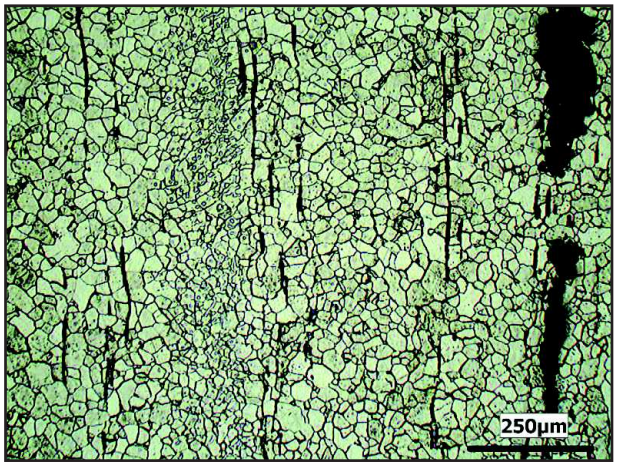
1



2

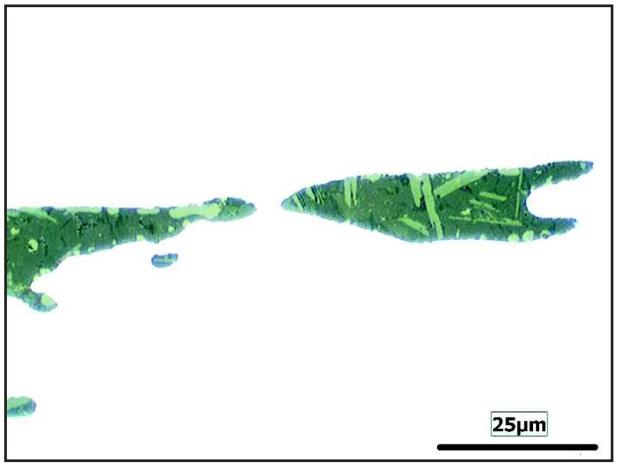


3

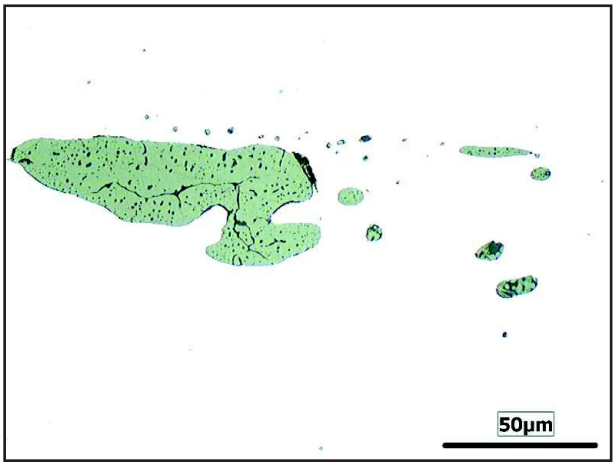


4

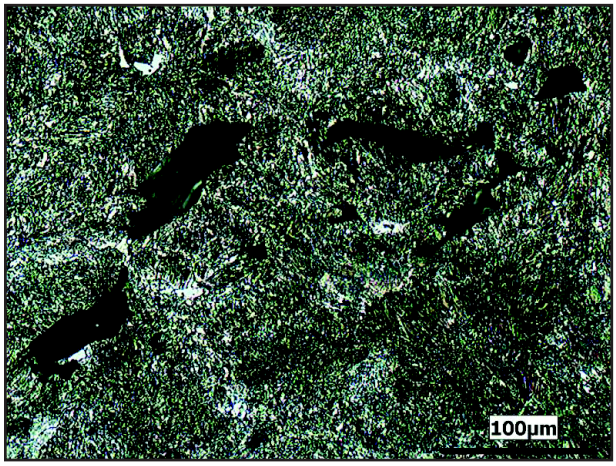
5



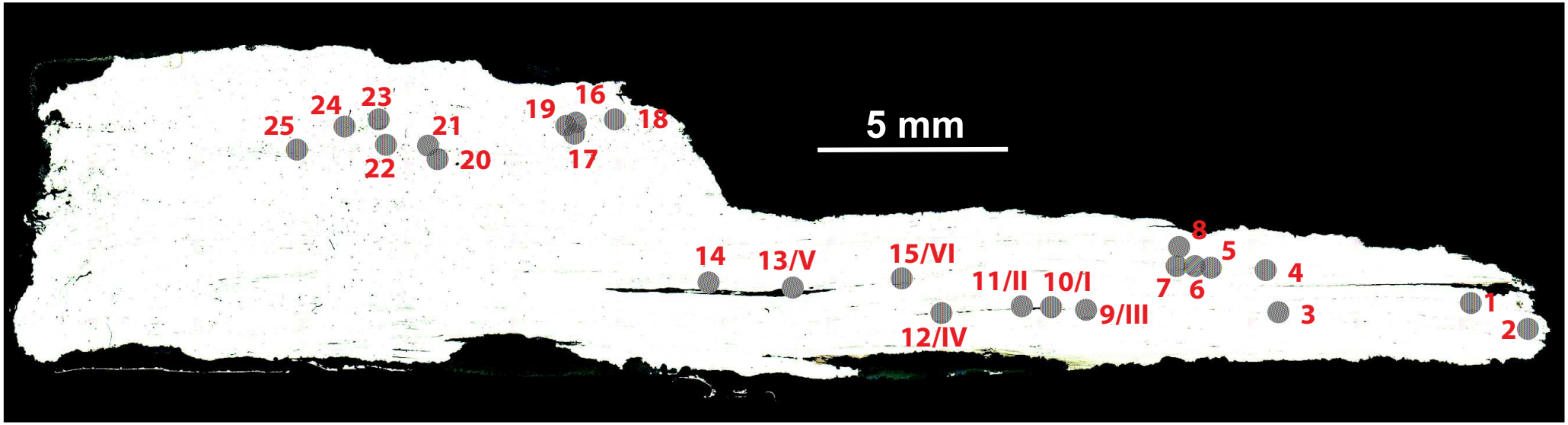
6



7

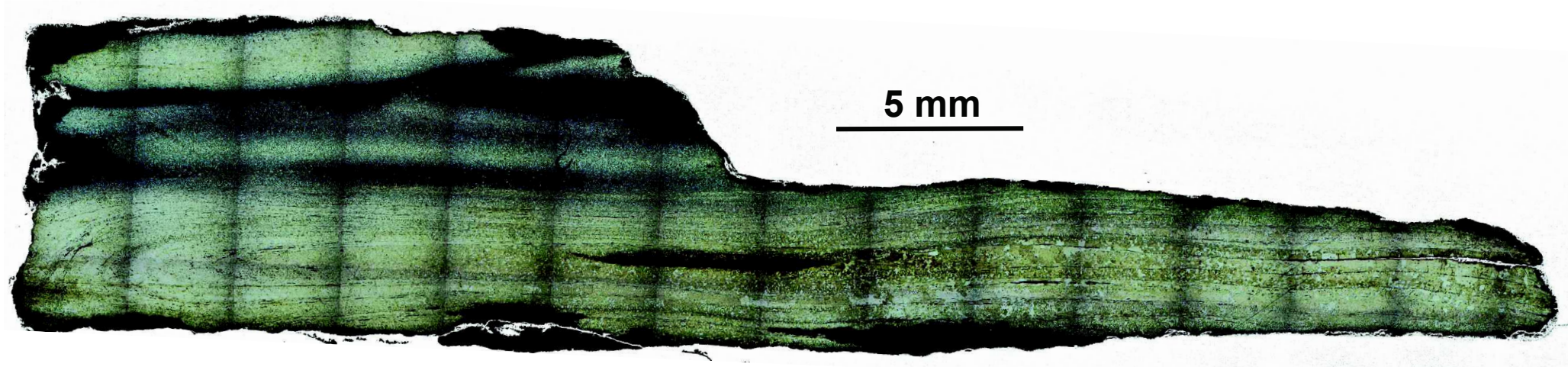


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



GOND6-F23

Catégorie : Chute façonnée

Masse : 16 g
Longueur : 52 mm
Largeur : 17 mm
Epaisseur : 6 mm
Etape de la chaîne opératoire : Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 2,27 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,039 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Il s'agit d'un morceau de fer en forme de bande de section rectangulaire aplatie, aux faces parallèles et rectilignes, et cassé aux deux extrémités.

Structure du métal :

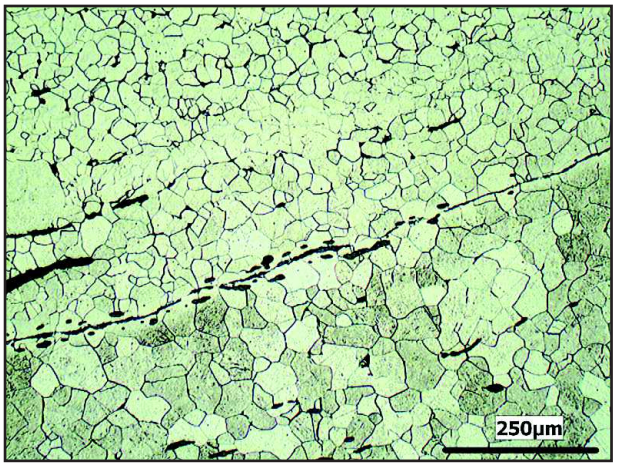
Le métal est compact, mais est fortement affecté par la corrosion. Celle-ci se développe à partir des surfaces, ainsi que par certains alignements d'inclusions. La structure est majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions variables. Les différences de tailles mettent en évidence une structure en bandes (Cliché **1**). Une bande ferrito-perlitique (0,1 - 0,2 % C) est également visible (**2**). Au moins deux lignes de soudure sont observables par ailleurs. Des marbrures sont localement présentes au sein des structures ferritiques (**3**).

Inclusions :

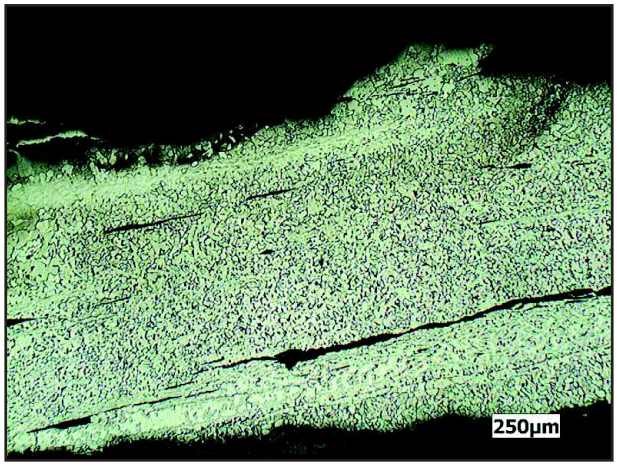
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne. De dimensions variables, les inclusions sont pour la plupart allongées, et plus ou moins fines. Elles son orientées parallèlement aux grandes surfaces et forment des alignements (**4**).
Deux faciès minéralogiques dominent. Le premier se caractérise par une matrice finement cristallisée comportant des grains aux contours arrondis et de couleur sombre (quartz ?) (**5**). Ces inclusions forment principalement un alignement. Les inclusions présentant le second faciès comportent une matrice vitreuse brisée, comportant de la wüstite sous forme de dendrites (**6**) ou en complexe myrmékitique (**7**). Enfin, plus rarement, quelques inclusions vitreuses contenant des globules sombres sont observables (**8**).

Conclusion partielle :

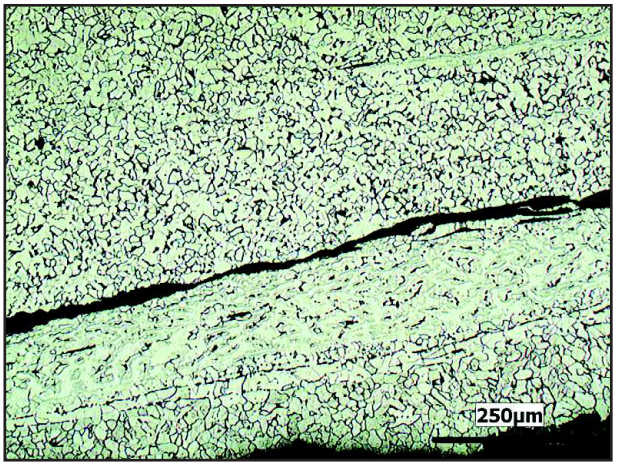
Le métal est fortement affecté par la corrosion ce qui empêche de rendre compte des états de surface. La microstructure révèle toutefois qu'il s'agit d'un métal relativement ouvragé, présentant une structure en bandes, et ayant subi au moins deux replis sur lui-même.



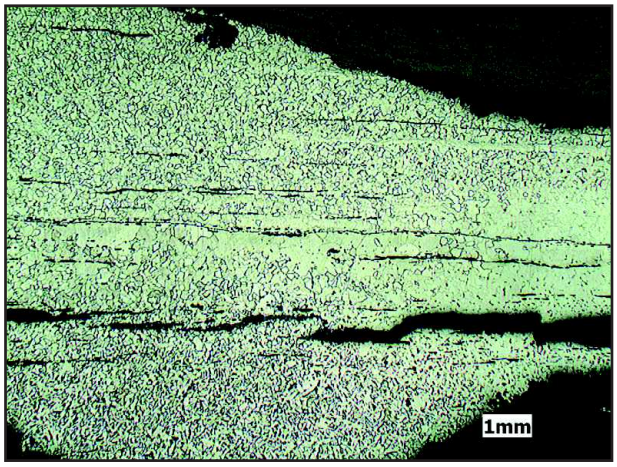
1



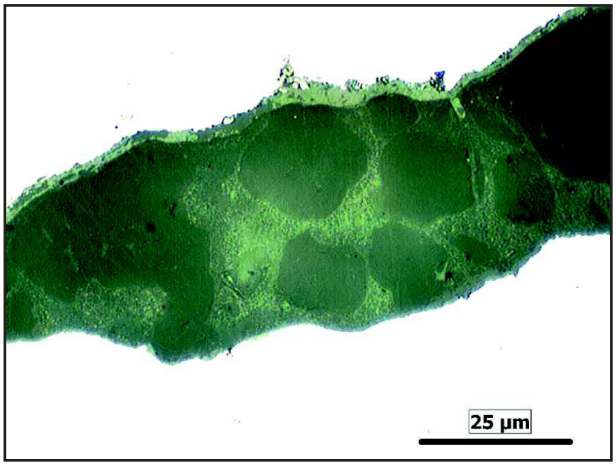
2



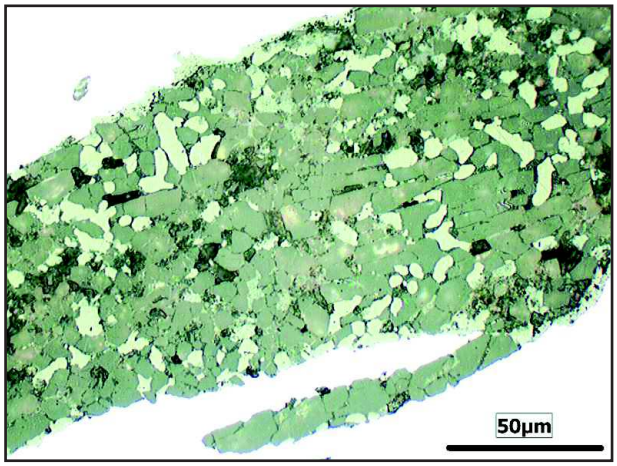
3



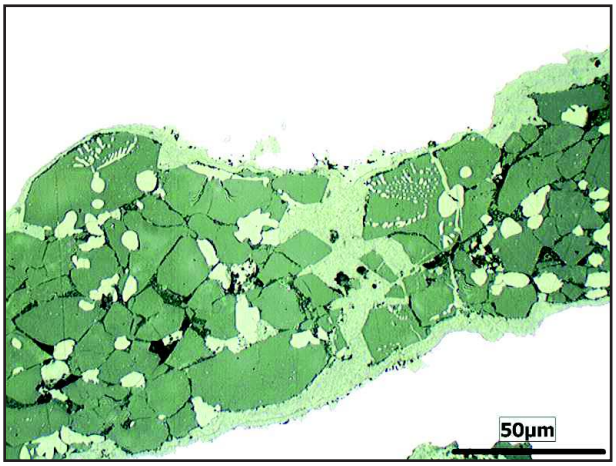
4



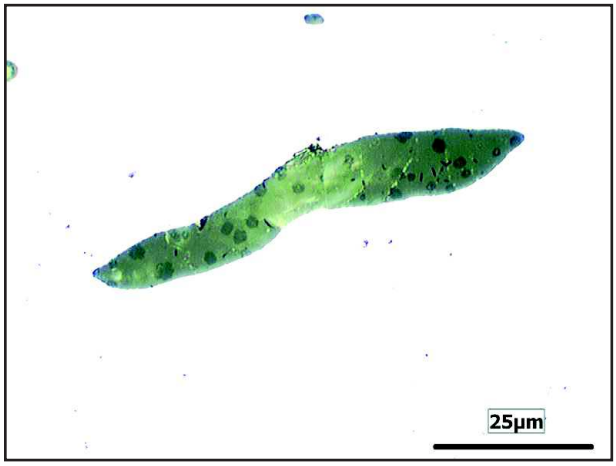
5



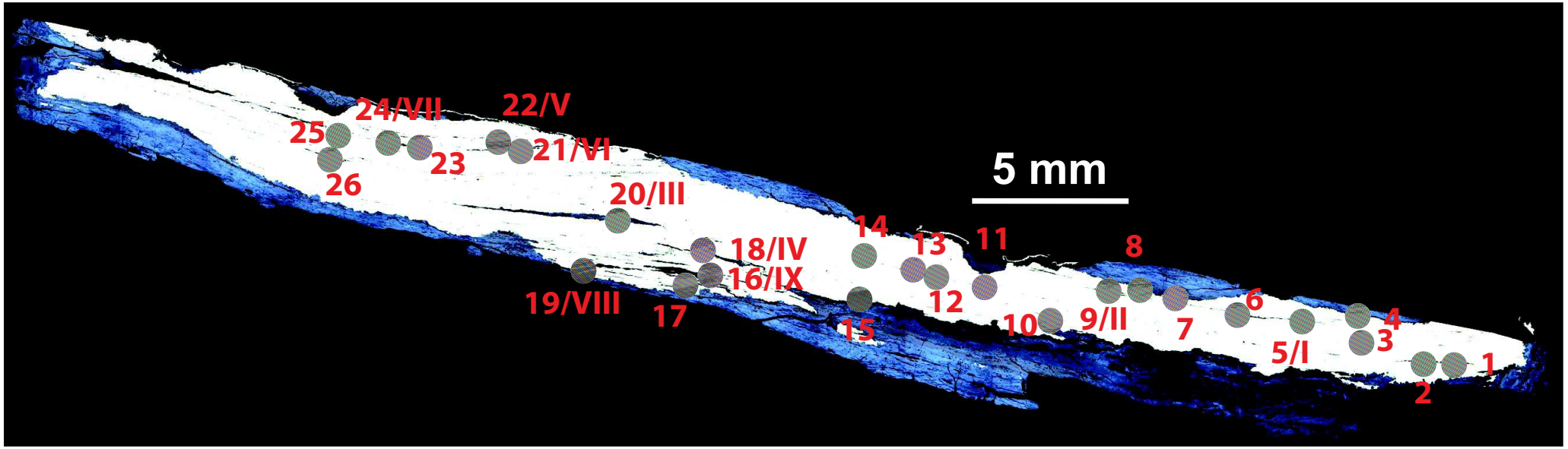
6



7



8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique

ANR CIPIA

Colmar

Catégorie : Lingot bipyramidé

Masse : 6450 g
Longueur : 258 mm
Largeur : 90 mm
Epaisseur : 90 mm
Etape de la chaîne opératoire : Epuration/Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 19,05 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,021 %

Remarque(s) : Etude S. Bauvais, M. Berranger

Description morphologique :

Il s'agit d'un exemplaire massif, aux extrémités resserrées sur elles-mêmes et non étirées. L'objet apparaît incomplètement compacté (pl. 158). Les faces principales ont été intensément martelées, jusqu'à l'obtention de surfaces planes. Cette opération n'a néanmoins pas permis la disparition d'une grosse cavité de plusieurs millimètres de profondeur visible sur l'une des faces. Certains replis incomplets du métal sont également visibles localement. Les parties finales des extrémités sont brutes de compactage, et ne paraissent pas avoir été martelées directement. (D'après Berranger 2009)

Structure du métal :

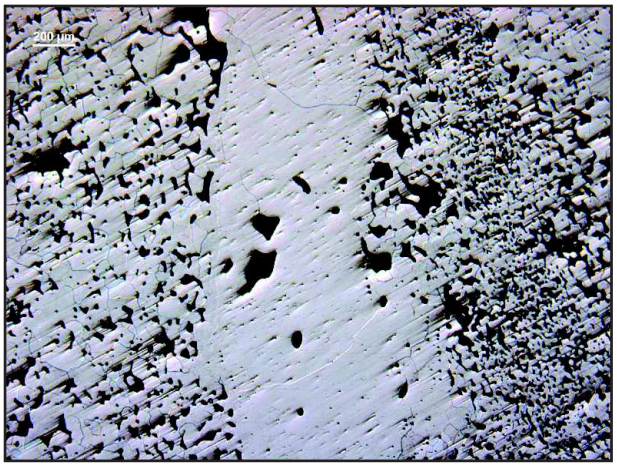
Le métal est relativement compact, mais comporte de nombreuses porosités de dimensions sub-millimétriques à millimétriques, ainsi que des fissures alignées à proximité de l'une des surfaces. La corrosion affecte le métal, se développant à partir des surfaces ainsi que des porosités.
La structure du métal est majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions variant de quelques dizaines à quelques centaines de micromètres, formant des plages à taille de grains homogènes (Clichés **1** et **2**). Quelques plages ferrito-perlitiques à 0,1-02 % C sont visibles (**3**), formant des bandes orientées dans l'axe longitudinal du semi-produit. Le métal est plus carburé autour des fissures (0,4-0,5 % C) (**4**).

Inclusions :

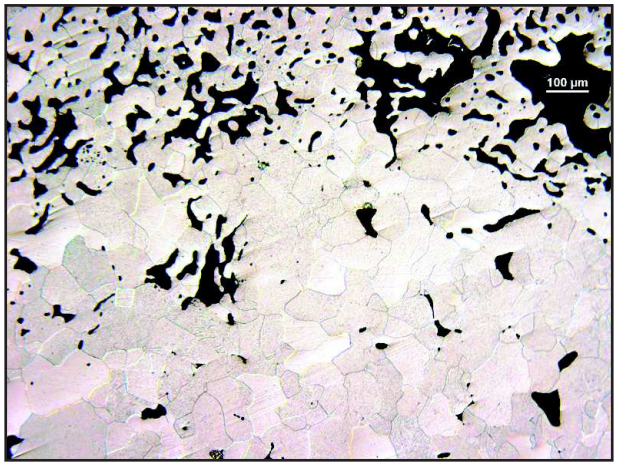
La propreté inclusionnaire du métal est très mauvaise. Les inclusions présentent des formes irrégulières aux contours arrondis, et des dimensions variables. Quelques-unes seulement sont allongées. Elles se répartissent de manière hétérogène dans le métal. De très nombreuses inclusions de petite taille et de forme irrégulières constituent des reliques de la réduction du minerai (**5**). Les plages de scorie plus importantes comportent des globules et filaments de métal non agglomérés (**6**).
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique cristallisée en lattes au sein de laquelle se développe de la wüstite sous forme de dendrites ou globules (**7**). Localement, de large plages comportant une proportion importante de produits d'oxydation à chaud (wüstite/magnétite) sont visibles (**8**).

Conclusion partielle :

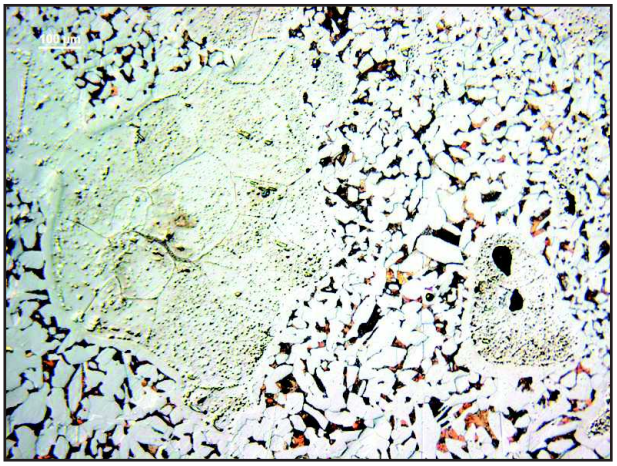
Le métal présente une propreté inclusionnaire mauvaise. Les porosités et inclusions sont peu déformées. Cette partie (centrale) du lingot a subi un travail de mise en forme relativement sommaire. La morphologie des inclusions confirme par ailleurs qu'il s'agit de métal brut issu de la réduction de minerai. Le métal présente une structure ferritique relativement homogène et dominante.



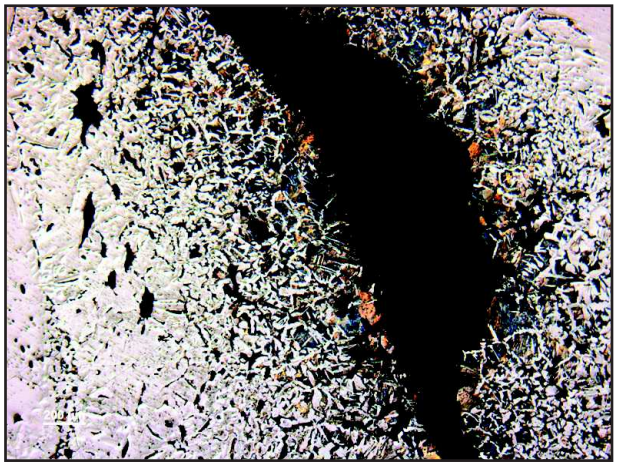
1



2

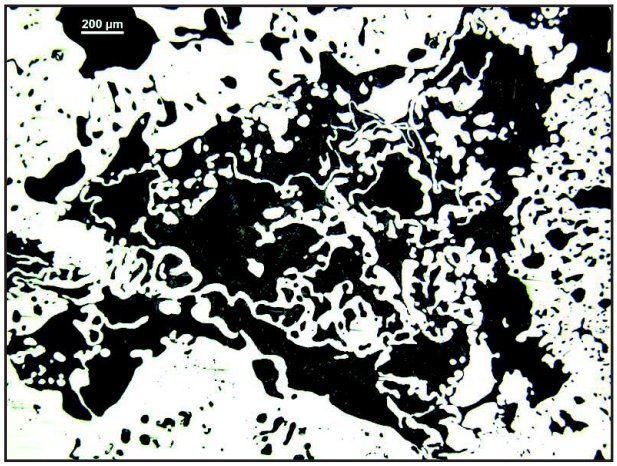


3

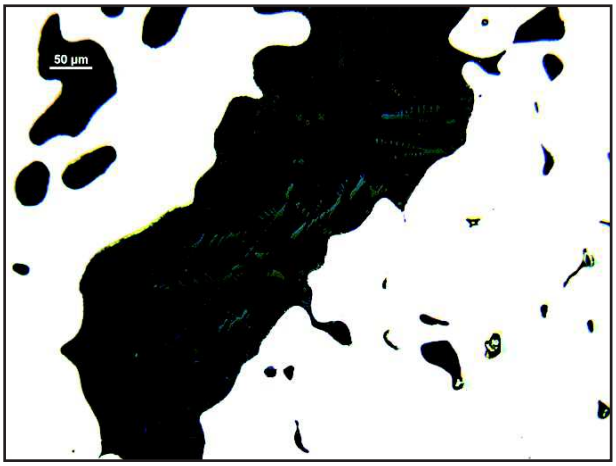


4

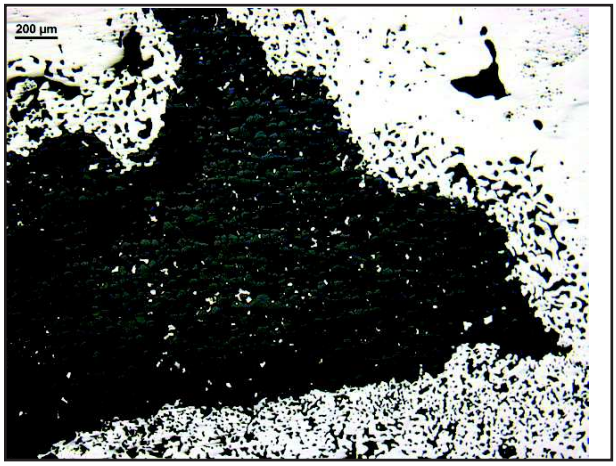
5



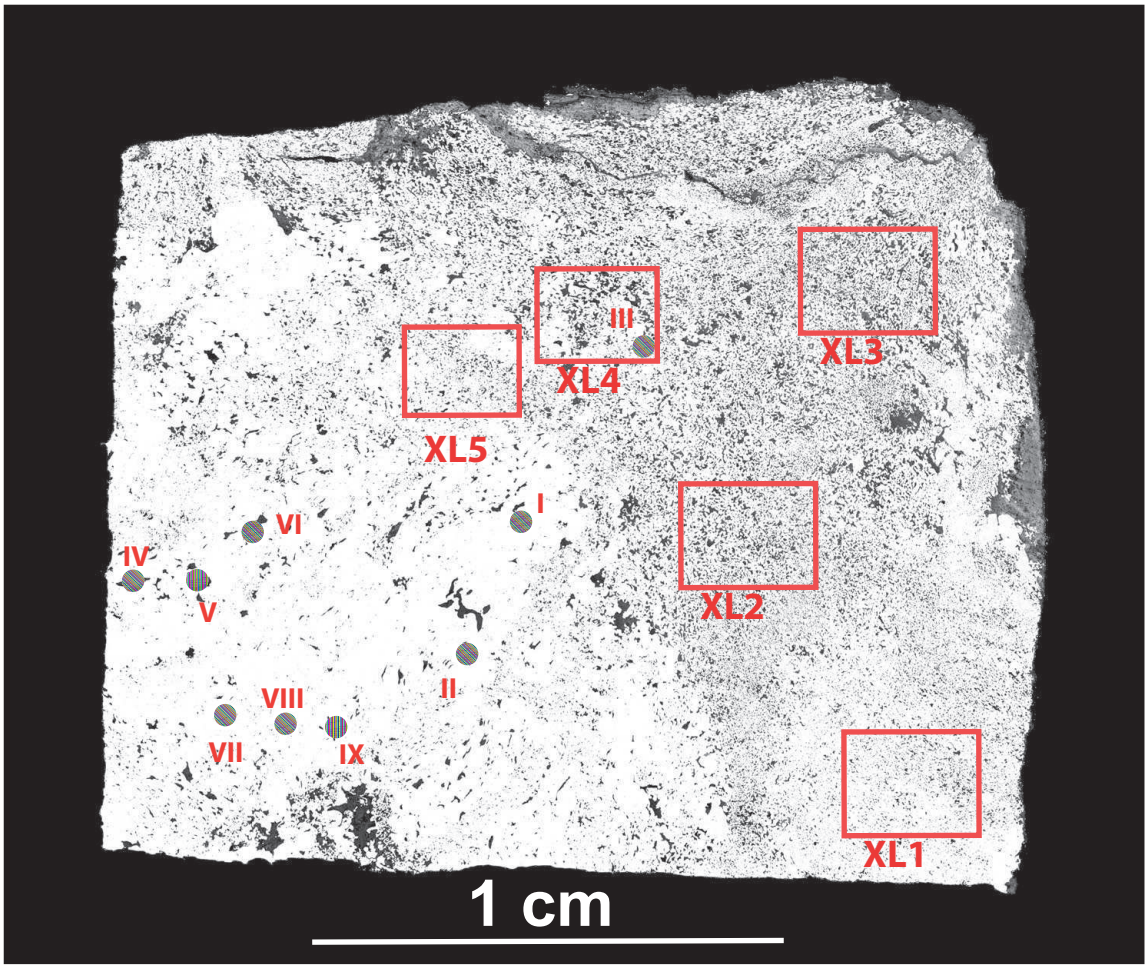
6



7

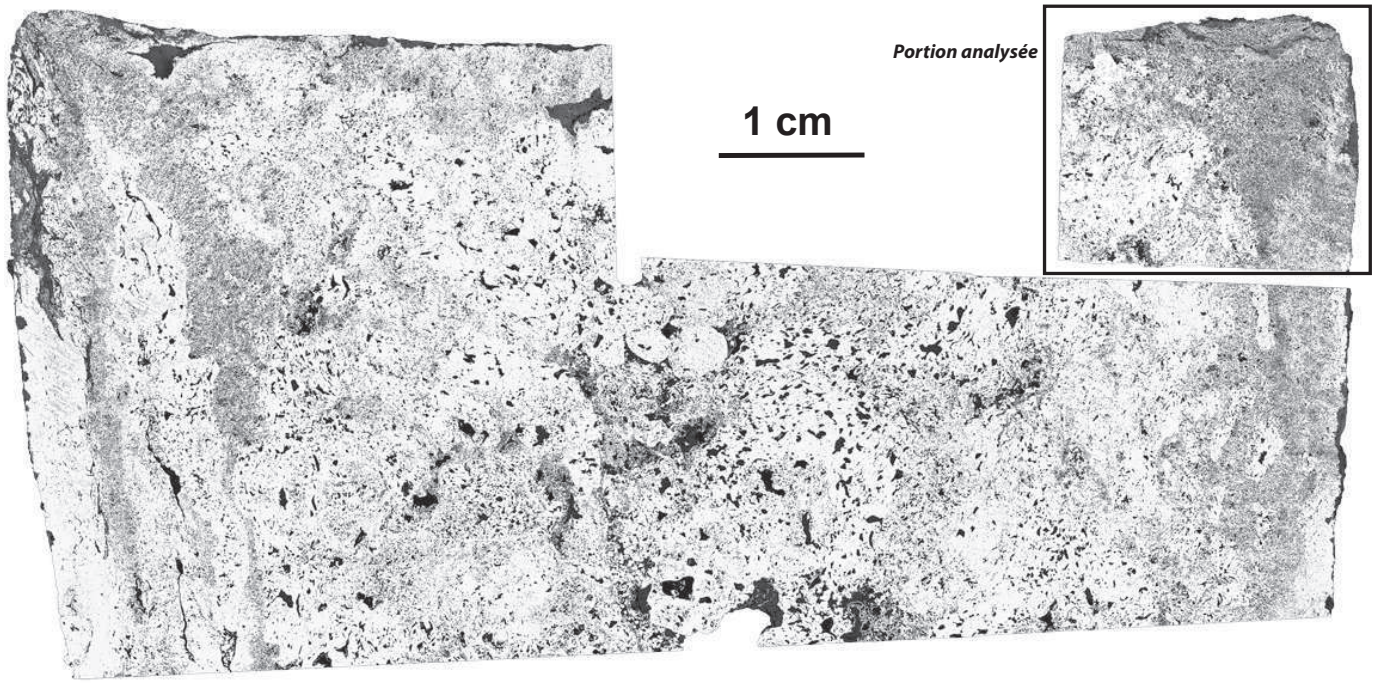


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



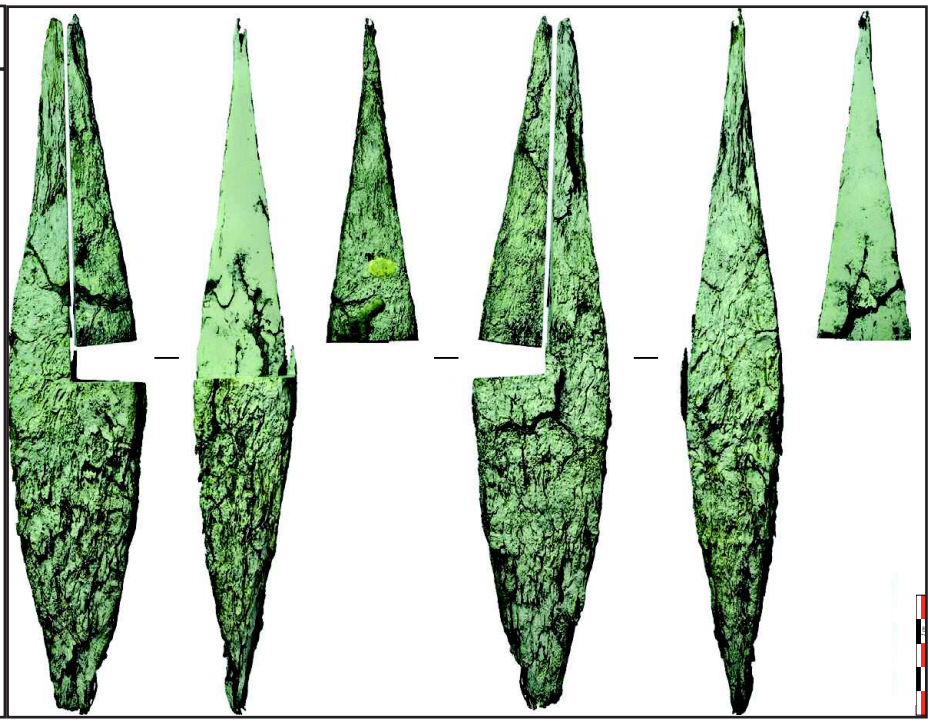
Marsal 1

Catégorie : Lingot bipyramidé

Masse : 2065 g
Longueur : 354 mm
Largeur : 46 mm
Epaisseur : 38 mm
Etape de la chaîne opératoire : Epuration/Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 11,27 %
Pourcentage moyen de carbone : 0,184 %

Remarque(s) : Etude S. Bauvais, M. Berranger



Description morphologique :

Le lingot est archéologiquement complet. Il correspond à la catégorie BCS3 de la typologie élaborée par M. Berranger (Berranger 2009). Les deux parties étirées qui le composent ne sont pas symétriques, l'une est plus longue et plus mince tandis que l'autre est plus courte et plus trapue. Sur deux des faces, favorisée par la corrosion, une ligne non métallique est visible, possiblement une ligne de soudure.

Structure du métal :

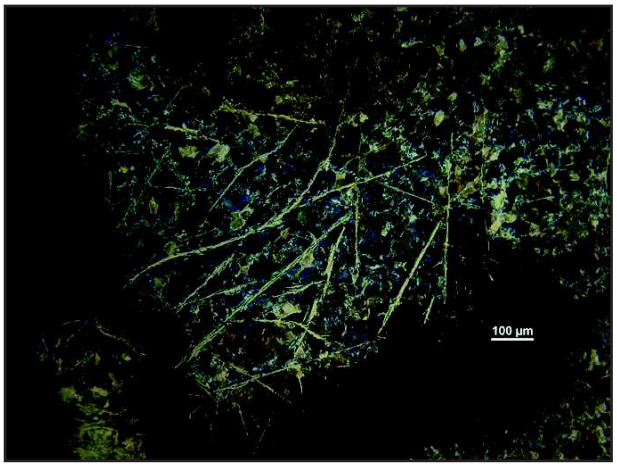
Le métal est compact, mais présente des fissures de grandes dimensions. La fissure principale traverse la section et débouche sur l'une des surfaces. Les autres prennent naissance à partir de cette fissure. Ces fissures sont vraisemblablement liées à des soudures. Autour de ces soudures, le métal est très carburé allant jusqu'à un métal hypereutectoïde (1% de C) (Cliché **1**). Le reste de la masse est principalement composé de ferrite (**2**), ainsi que de structures ferrito-perlitiques faiblement carburées (0,1-0,2 % C).

Inclusions :

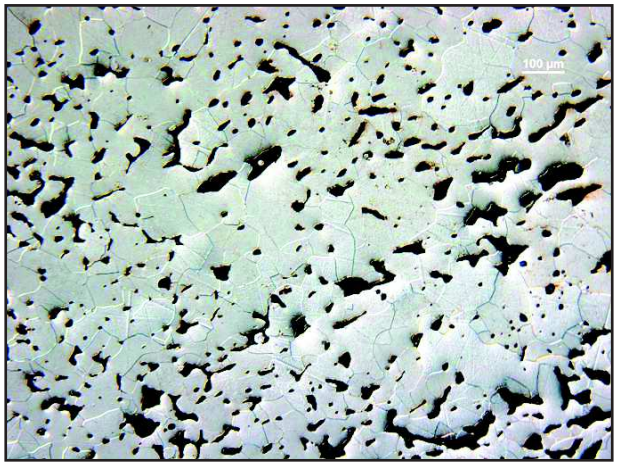
La propreté inclusionnaire du métal est très mauvaise. Les inclusions présentent des formes irrégulières et des tailles variables (**3**). Quelques rares inclusions sont allongées. La répartition des inclusions au sein du métal est hétérogène ; certaines zones en sont presque exemptes. De nombreuses inclusions de forme irrégulière constituent des ensembles, reliques de la réduction du minerai (**4**).
Deux faciès minéralogiques dominent. Le premier se caractérise par une matrice finement cristallisée ou amorphe (**5**). Le second s'en distingue par la forte proportion d'oyxdes de fer (wüstite) contenus dans les inclusions (**6** et **7**). Ces faciès ne semblent pas corrélés à une répartition préférentielle au sein du métal.

Conclusion partielle :

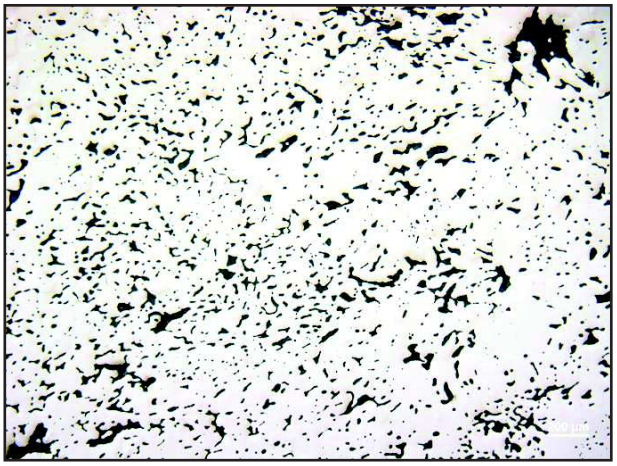
La faible compaction du métal et son hétérogénéité de composition en font un produit très en amont de la chaîne opératoire, directement issue de la masse brute, ce qui est par ailleurs confirmé par la morphologie des inclusions.



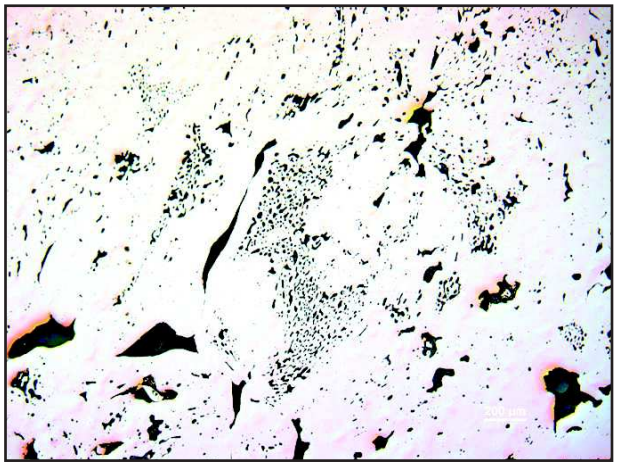
1



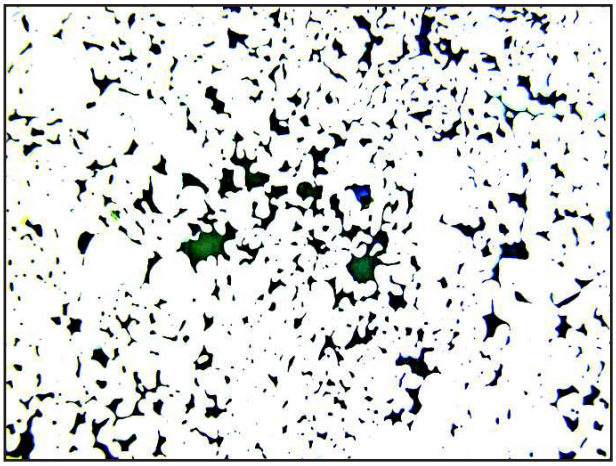
2



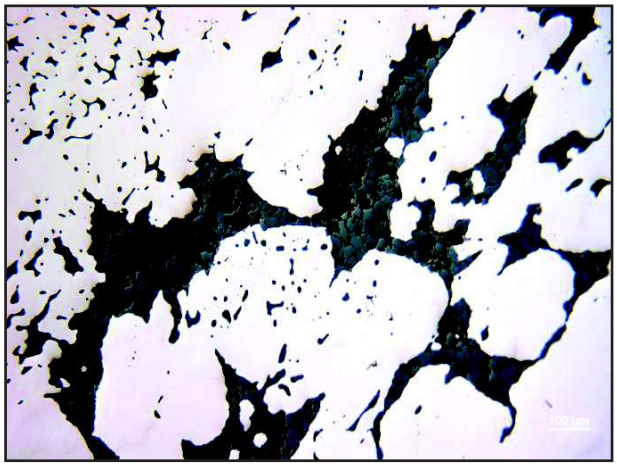
3



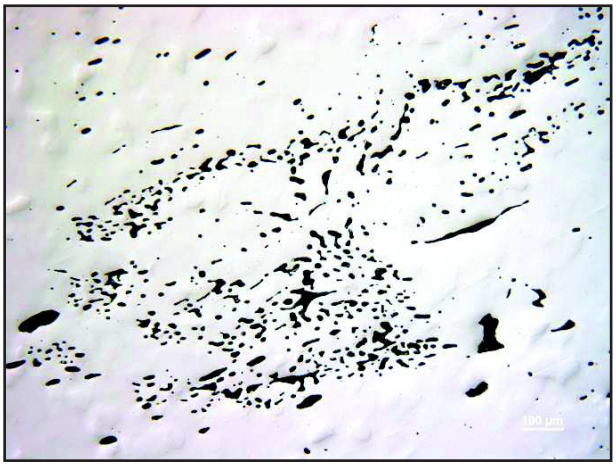
4



5

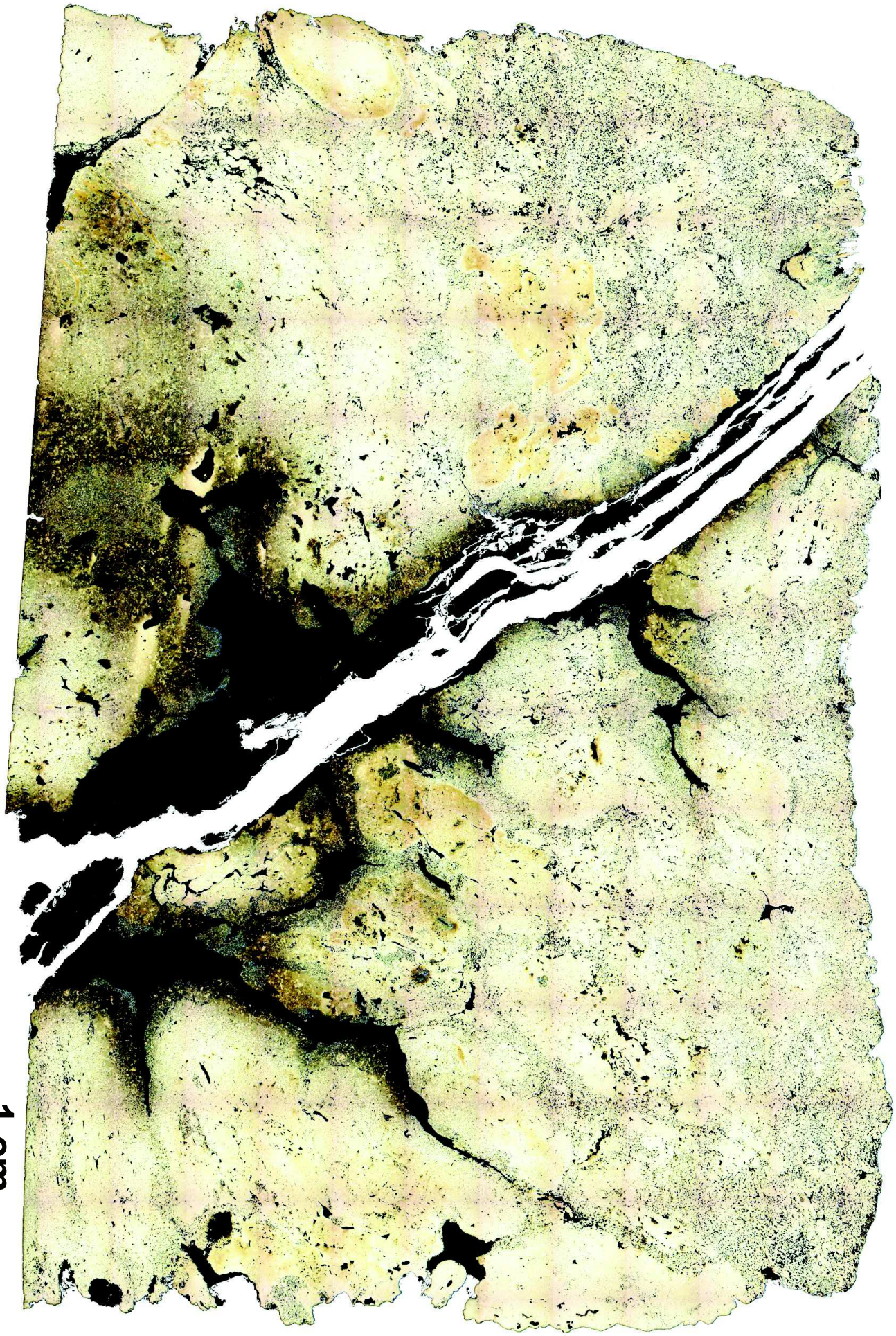


6



7

8



Attaque métallographique

Marsal 3

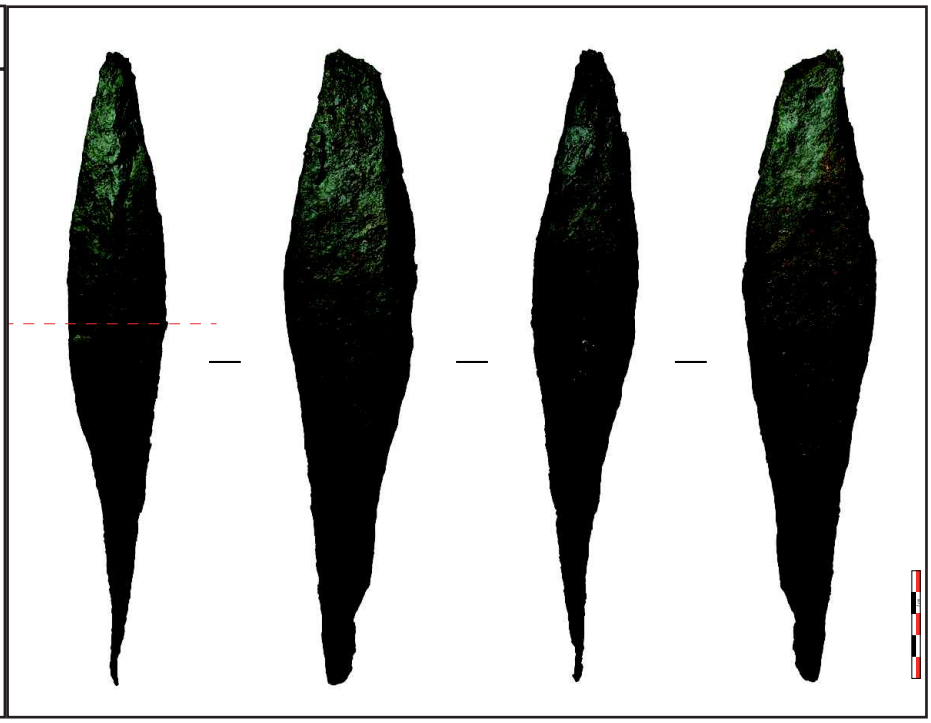
Catégorie : Lingot bipyramidé

Masse : 2015 g
Longueur : 367 mm
Largeur : 53 mm
Epaisseur : 41 mm
Etape de la chaîne opératoire : Epuration/Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 6,94 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,098 %

Remarque(s) : Etude S. Bauvais, M. Berranger



Description morphologique :

Le lingot est complet. Il correspond à la catégorie BCS3 de la typologie élaborée par M. Berranger (Berranger 2009). L'une de ses extrémités est fragmentée tandis que l'autre présente une pointe allongée et aplatie en spatule.

Structure du métal :

Le métal est compact, mais comporte plusieurs fissures. Trois d'entre elles sont parallèles et se développent à partir de l'une des surfaces (Cliché **1**). Elles sont para ailleurs parallèles à une ligne de soudure transversale, réalisée entre deux masses de métal. La première est plus faiblement chargée en inclusions mais livre plusieurs soudures parallèles et un repli de la masse sur elle-même. Cette partie comporte également les seules zones aciérées de l'objet. Les deux parties comportent des structures phosphoreuses, dont la présence se manifste sous la forme de marbrures (**2**).

Inclusions :

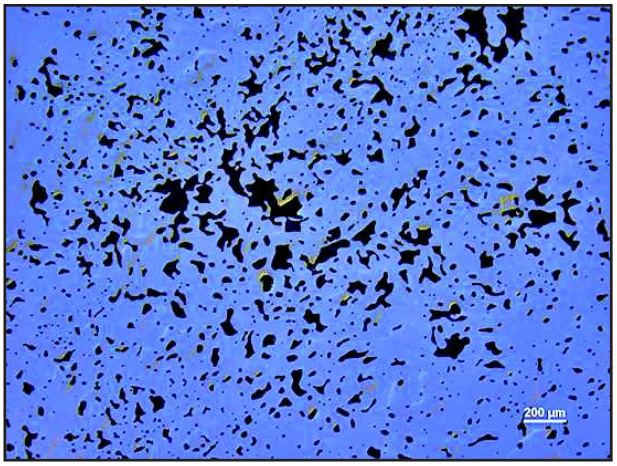
La propreté inclusionnaire du métal est mauvaise. Les deux masses se distinguent par la quantité d'inclusions observables. La seconde partie comporte bien plus d'inclusions, réparties en zones plus ou moins denses et dont la taille des inclusions varie selon les zones (**3**). Les inclusions de cette partie ont une forme plus irrégulière, tandis que celles de l'autre masse sont plutôt allongées et orientées parallèlement aux soudures (**4**).
Deux faciès minéralogiques dominent. Le premier se caractérise par une matrice finement cristallisée, pouvant contenir de la wüstite (**5** à **7**). Le second s'en distingue par la présence de cristaux de couleur sombre et aux contours arrondis (**8**).

Conclusion partielle :

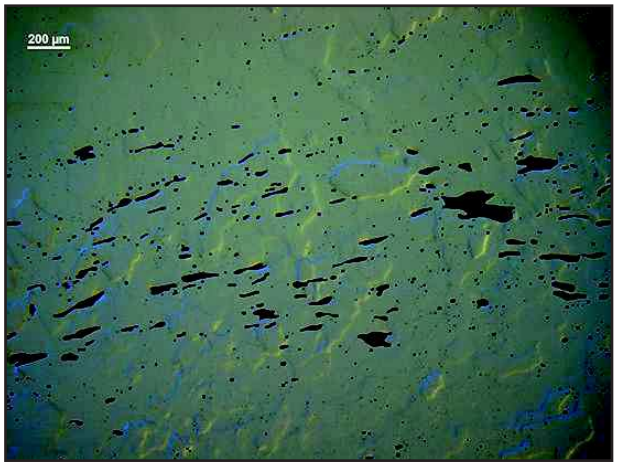
Ce demi-produit semble composite. Une partie a été visiblement plusieurs fois repliée sur elle-même afin de l'homogénéiser tandis que l'autre semble issue d'une masse brute non traitée.

1

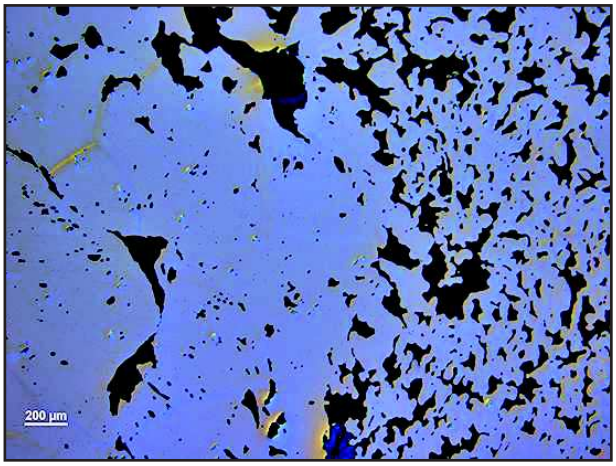
2



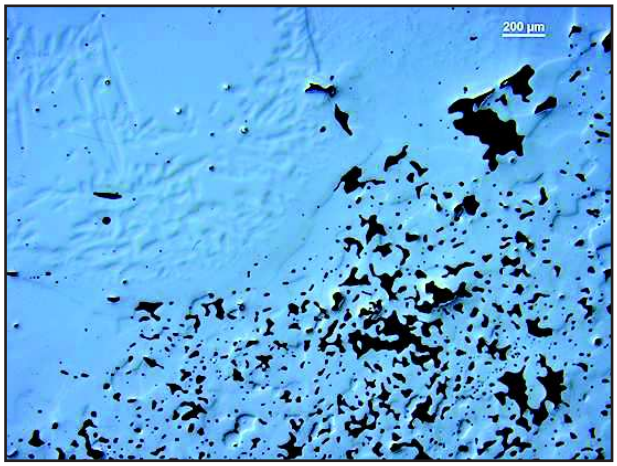
3



4

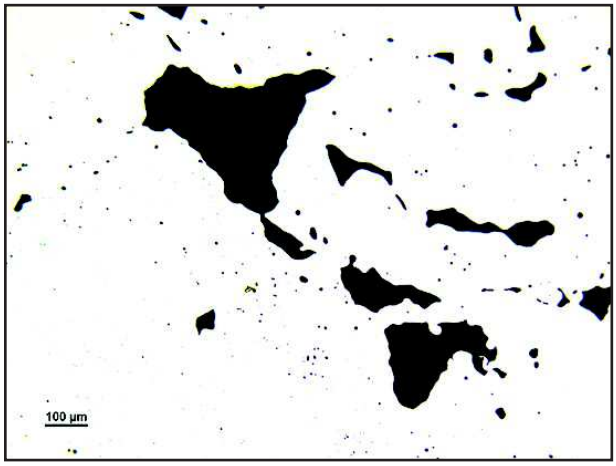


5

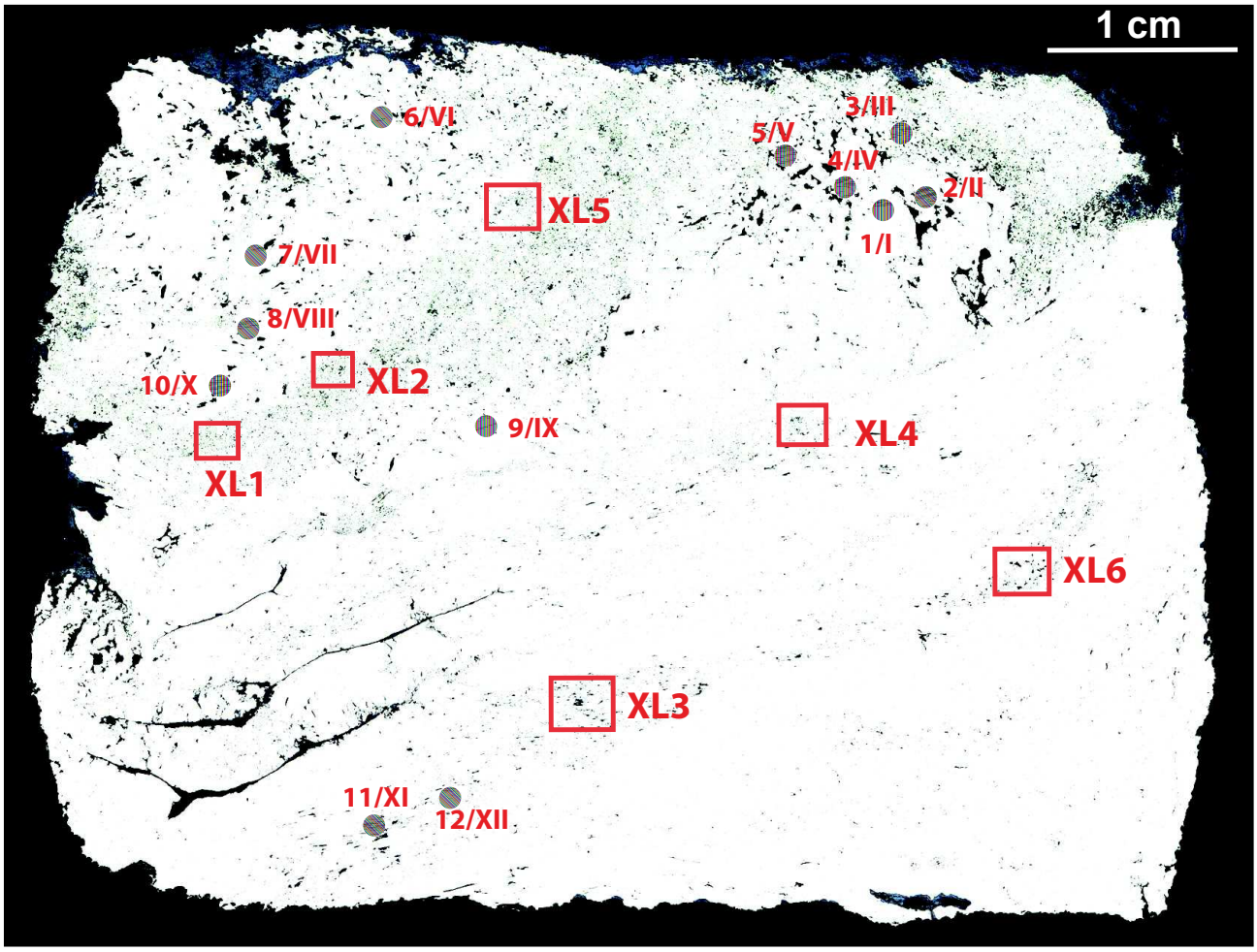


6

7

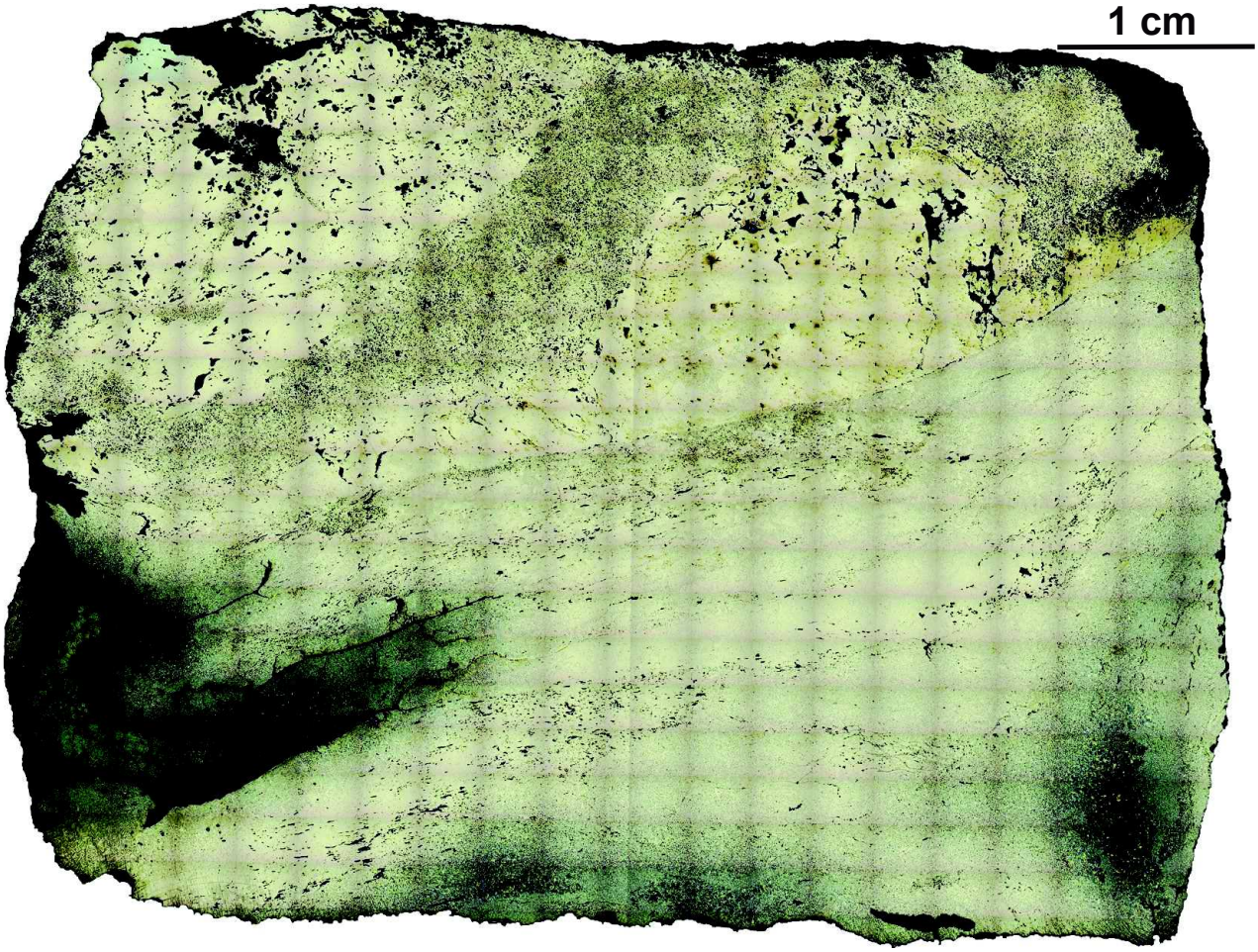


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



Romain

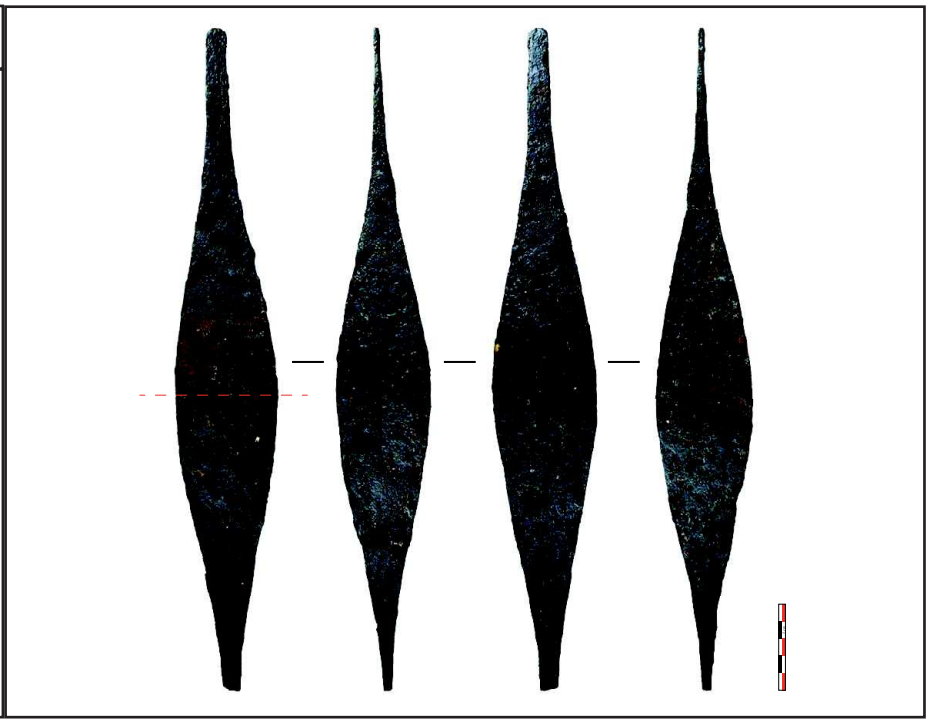
Catégorie : Lingot bipyramidé

Masse : 3976 g
Longueur : 440 mm (cons.)
Largeur : 65 mm
Epaisseur : 60 mm
Etape de la chaîne opératoire : Epuration/Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 18,62 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,02 %

Remarque(s) : Etude S. Bauvais, M. Berranger



Description morphologique :

Le lingot présente une morphologie régulière. Les faces présentent une forme de triangle isocèle. Les deux pointes sont symétriques. Les arêtes sont marquées et régulières. L'une des extrémités est brisée. Une limite est visible sur deux faces, et pourrait constituer une ligne de soudure.

Structure du métal :

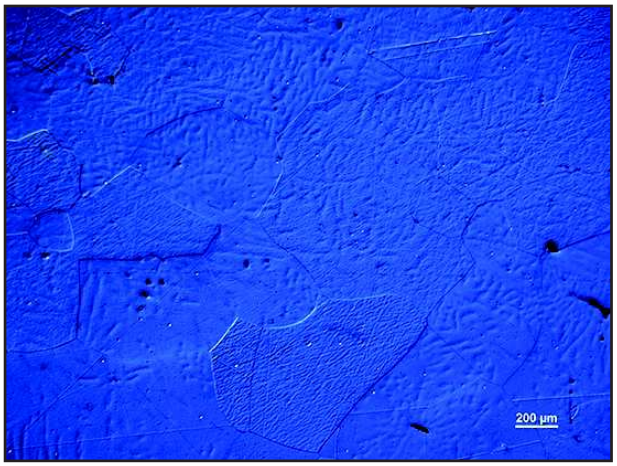
Le métal est compact, et ne comporte ni porosités ni fissures. Une ligne de soudure non rectiligne est visible selon l'axe transversal de la section, permettant de distinguer deux masses de métal. La structure du métal est presqu'exclusivement ferritique. Des plages faiblement carburées (0,1 % C) sont également visibles. La taille des grains, équiaxes, distingue les deux parties (Cliché **2**). Ils sont de grandes dimensions pour la première (**1**), et de petites à moyennes dimensions pour la seconde.

Inclusions :

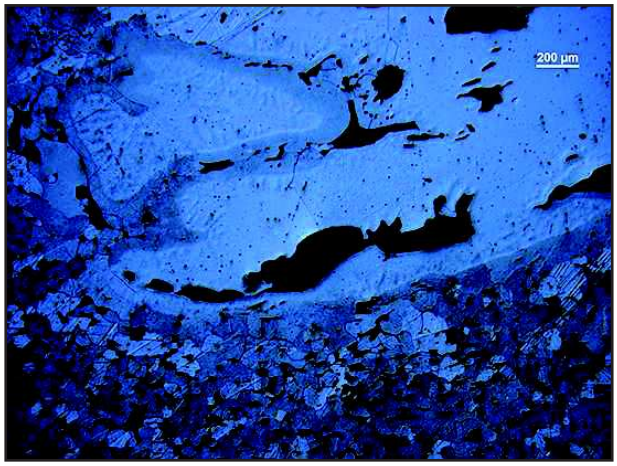
La propreté inclusionnaire du métal est très mauvaise. Les inclusions sont majoritairement de forme irrégulière, ramifiée ou à appendices, et de tailles variables. La partie à gros grains de ferrite contient plus d'inclusions, qui sont par ailleurs de plus grande taille. Localement, des inclusions de petite taille et de forme irrégulière constituent des ensembles, reliques de la réduction du minerai (**3**).
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique cristallisée en lattes au sein de laquelle se développe généralement de la wüstite, sous forme de dendrites ou de globules (**4**). D'autres inclusions, au demeurant assez nombreuses, s'en distinguent par une matrice amorphe (**5**). Plus localement, des inclusions comportant des cristaux sombres et arrondis (**6**), et d'autres comportant majoritairement de la wüstite (**7**), sont observables.

Conclusion partielle :

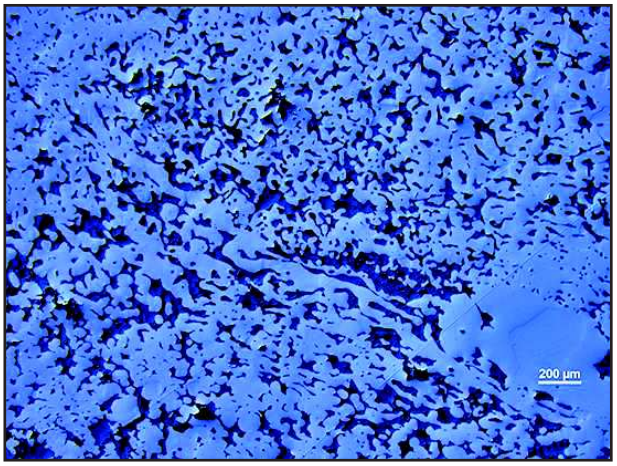
La très bonne symétrie des formes (profil des pointes en triangle isocèle reliées par leur base), les surfaces continues et régulières, les arêtes d'angles aigues, les extrémités étirées soigneusement en forme de spatule très régulière, concourent à la sensation d'une fabrication et d'une finition soignées.



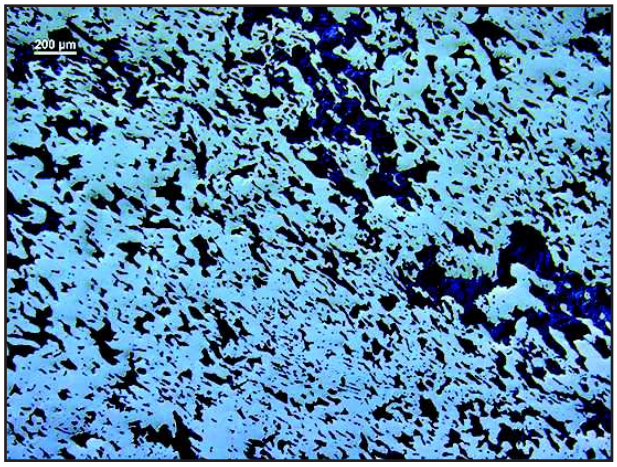
1



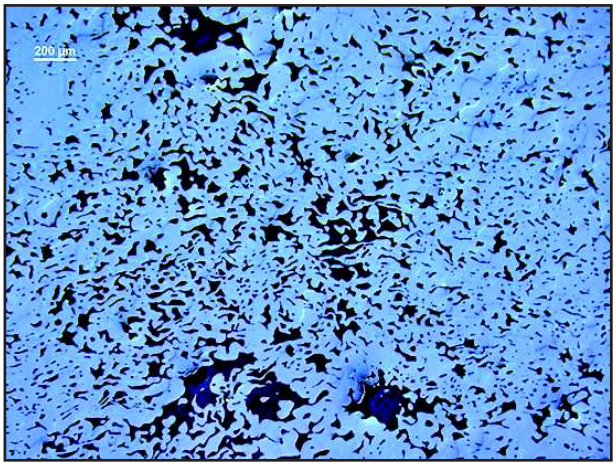
2



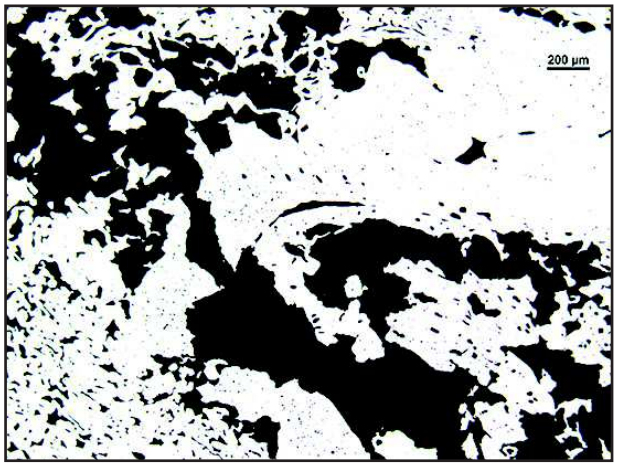
3



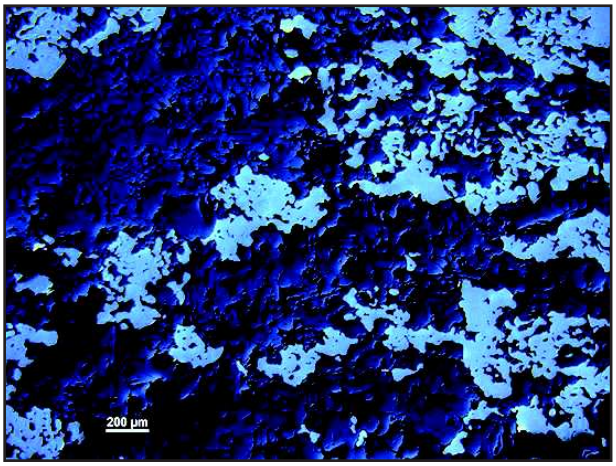
4



5

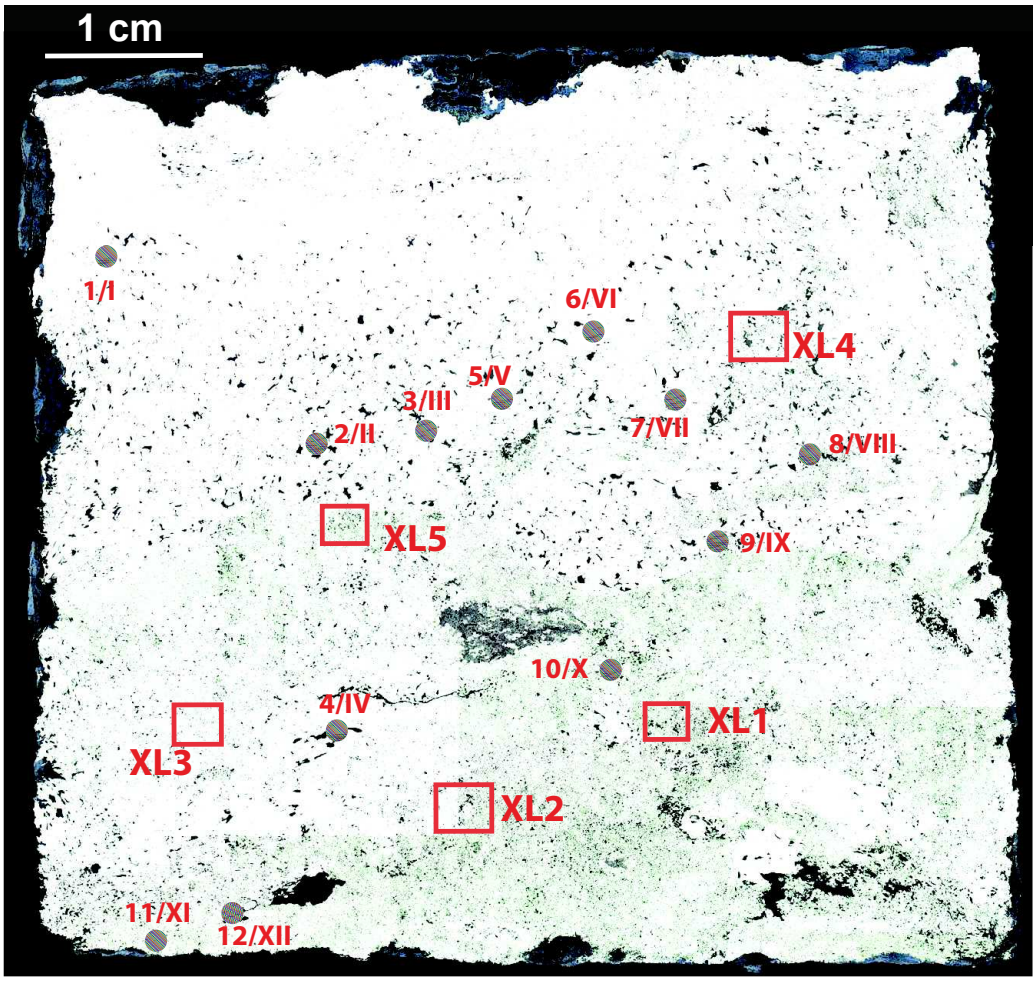


6



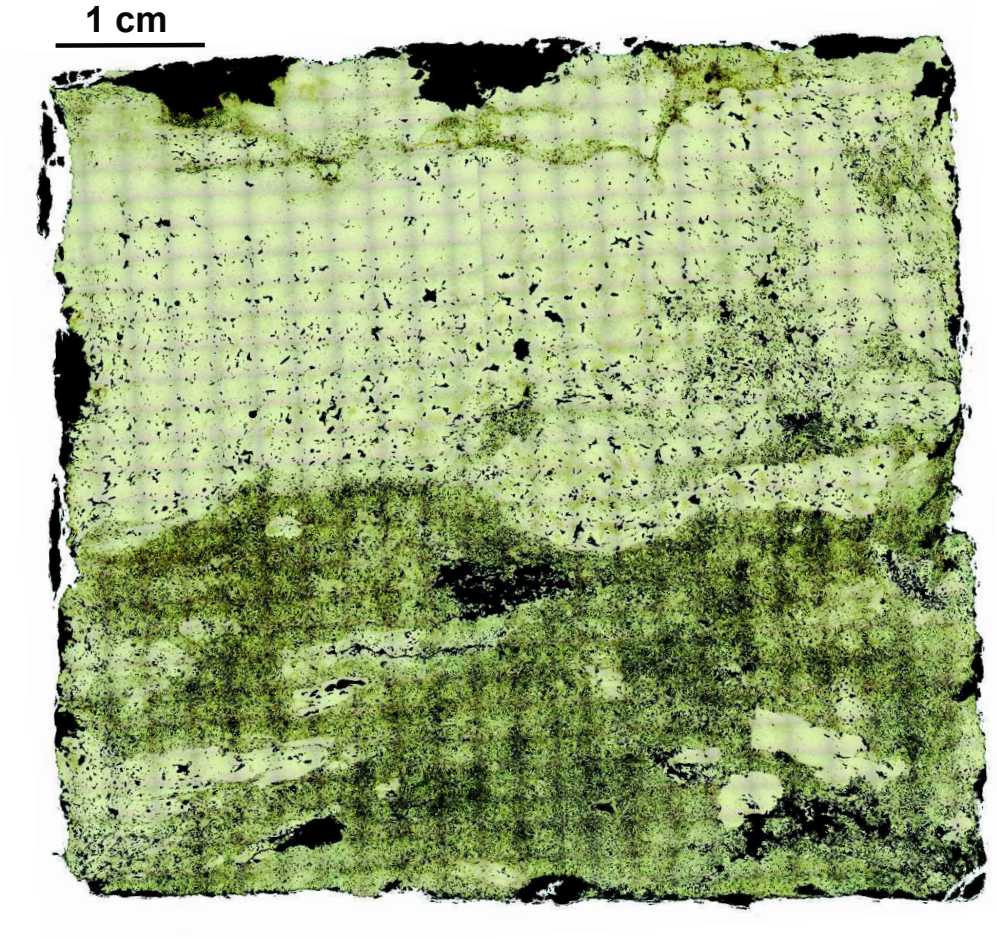
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



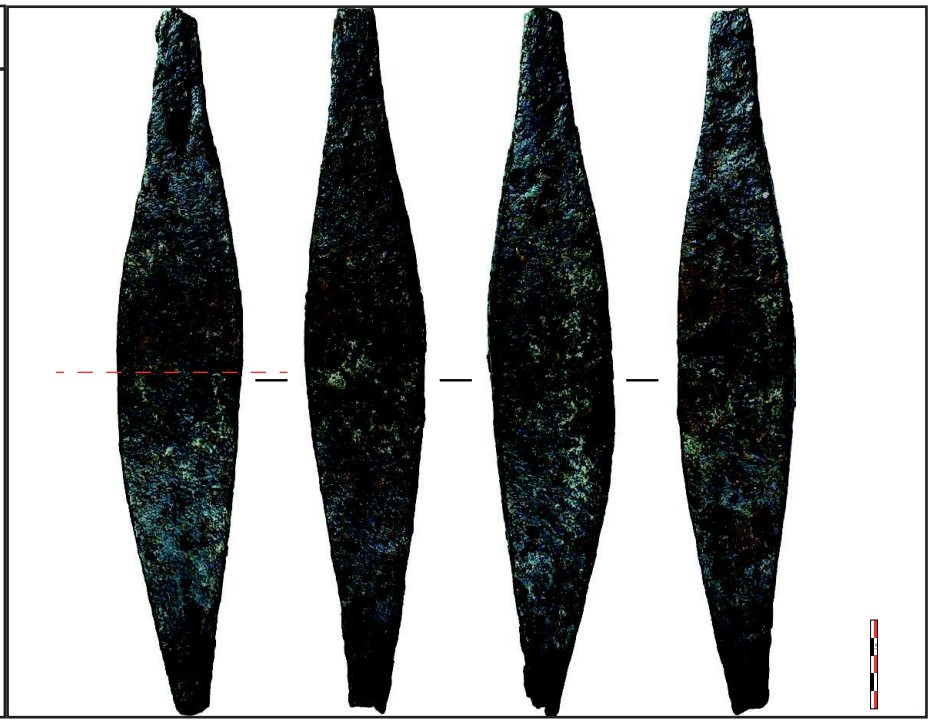
Xirocourt

Catégorie : Lingot bipyramidé

Masse : 5250 g
Longueur : 370 mm
Largeur : de 60 à 63 mm
Epaisseur : de 57 à 61 mm
Etape de la chaîne opératoire : Epuration/Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 5,08 %
Pourcentage moyen de carbone : 0,084 %

Remarque(s) : Etude S. Bauvais



Description morphologique :

Les surfaces du lingot sont globalement continues avec localement sur la partie centrale des petites cavités irrégulières plurimillimétriques et des irrégularités provenant de la masse brute et non résorbées. Si pour 2 des côtés, les pointes sont relativement symétriques, bien centrées, elles sont décalées pour les 2 autres. Les 2 extrémités du lingot ont été coupées à la tranche à partir des faces perpendiculaire à celle portant la trace de pince. On peut remarquer sur l'une des faces perpendiculaire à celle portant la trace de pince, un liseré oblique qui pourrait signaler la présence d'une soudure.

Structure du métal :

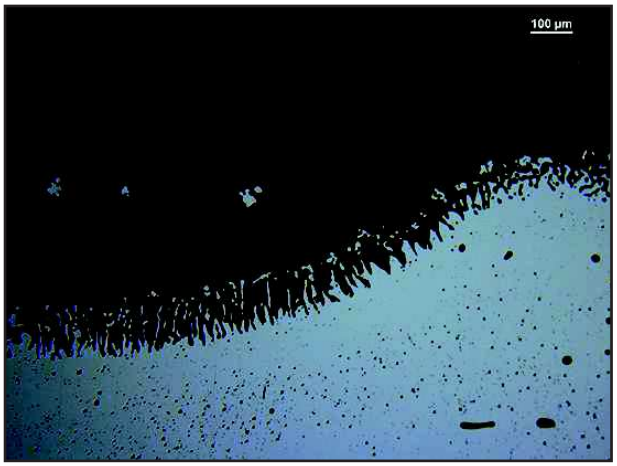
La section révèle une soudure transversale à la section (Clichés **1** et **2**). Le lingot est formé de deux masses de métal. La partie la moins étendue sur la section présente une porosité importante, comblée en partie par des produits d'oxydation à chaud. La corrosion affecte le métal, se développant à partir des surfaces. La structure du métal est majoritairement ferritique, mais plusieurs plage carburées, dont la teneur en carbone varie de 0,1 % C jusqu'à l'eutectoïde, sont visibles sur la section (**3**). Des marbrures sont par ailleurs observables au sein des structures ferritiques (**4**).

Inclusions :

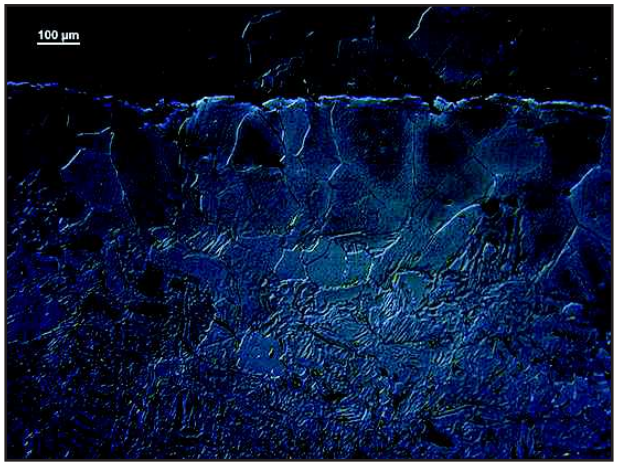
La propreté inclusionnaire du métal est médiocre. Les tailles des inclusions sont variables. La plupart présentent une forme irrégulière. Leur répartition au sein du métal est hétérogène. Les inclusions ne présentent pas, par ailleurs, d'orientation préférentielle.
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique cristallisée en lattes (**5**) au sein de laquelle se développe généralement de la wüstite, sous forme de dendrites (**6**). D'autres inclusions, au demeurant assez nombreuses, s'en distinguent par une matrice amorphe (**7**). Localement, des inclusions comportant une proportion importante de wüstite sont observables (**8**).

Conclusion partielle :

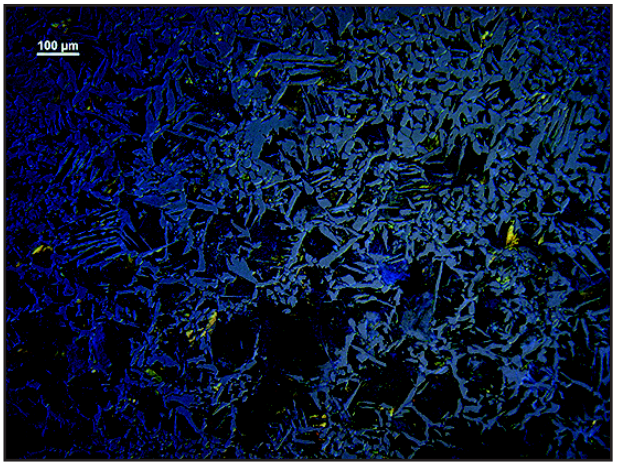
Mise à part la porosité visible au sein de l'une des parties du lingot, la soudure semble de bonne facture. Le métal est par ailleurs compact, et présente une propreté inclusionnaire relativement bonne pour cette catégorie de produits.



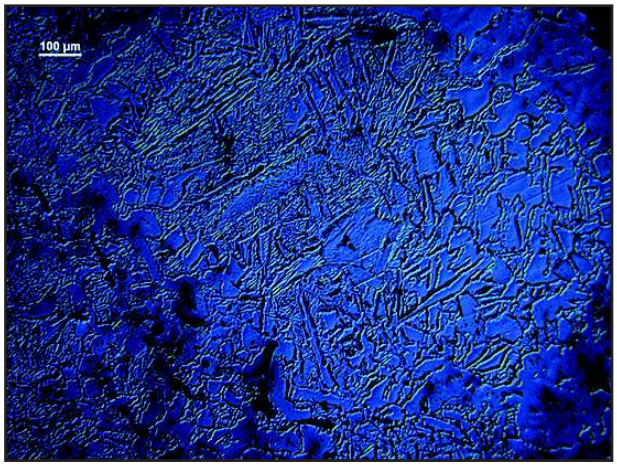
1



2

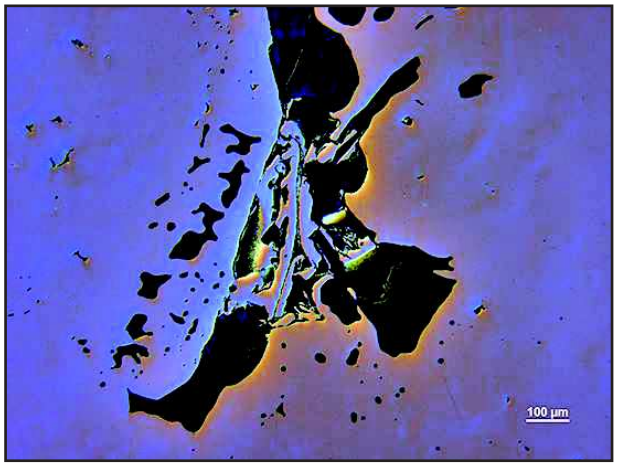


3

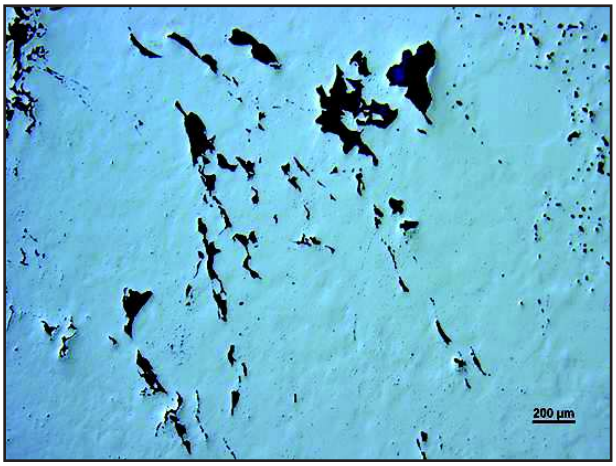


4

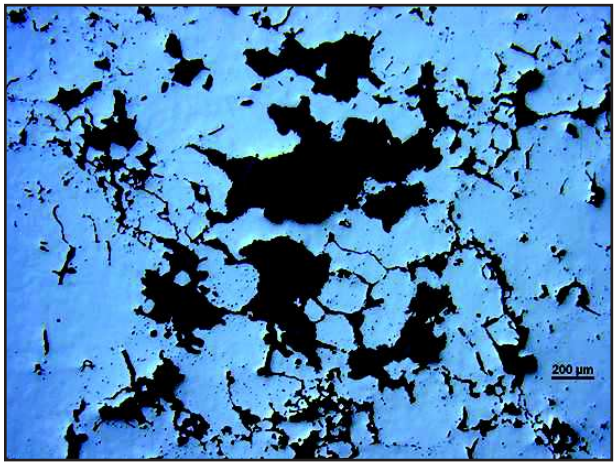
5



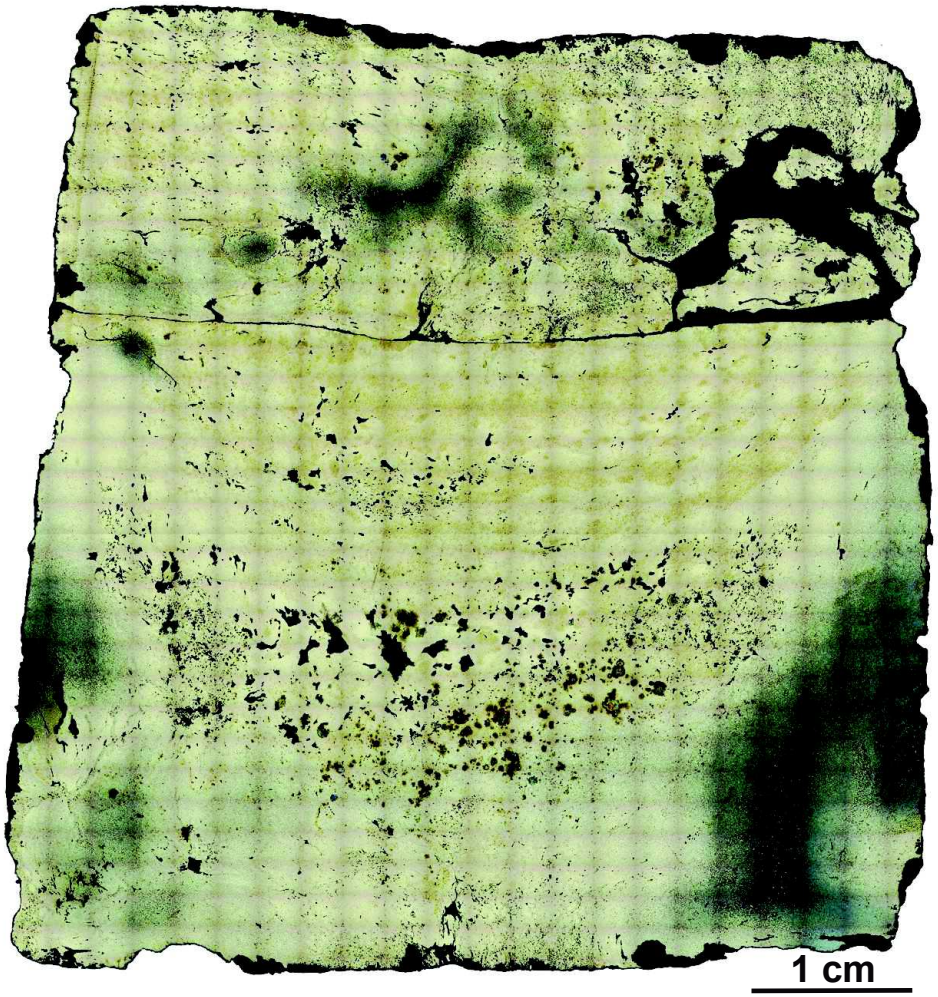
6



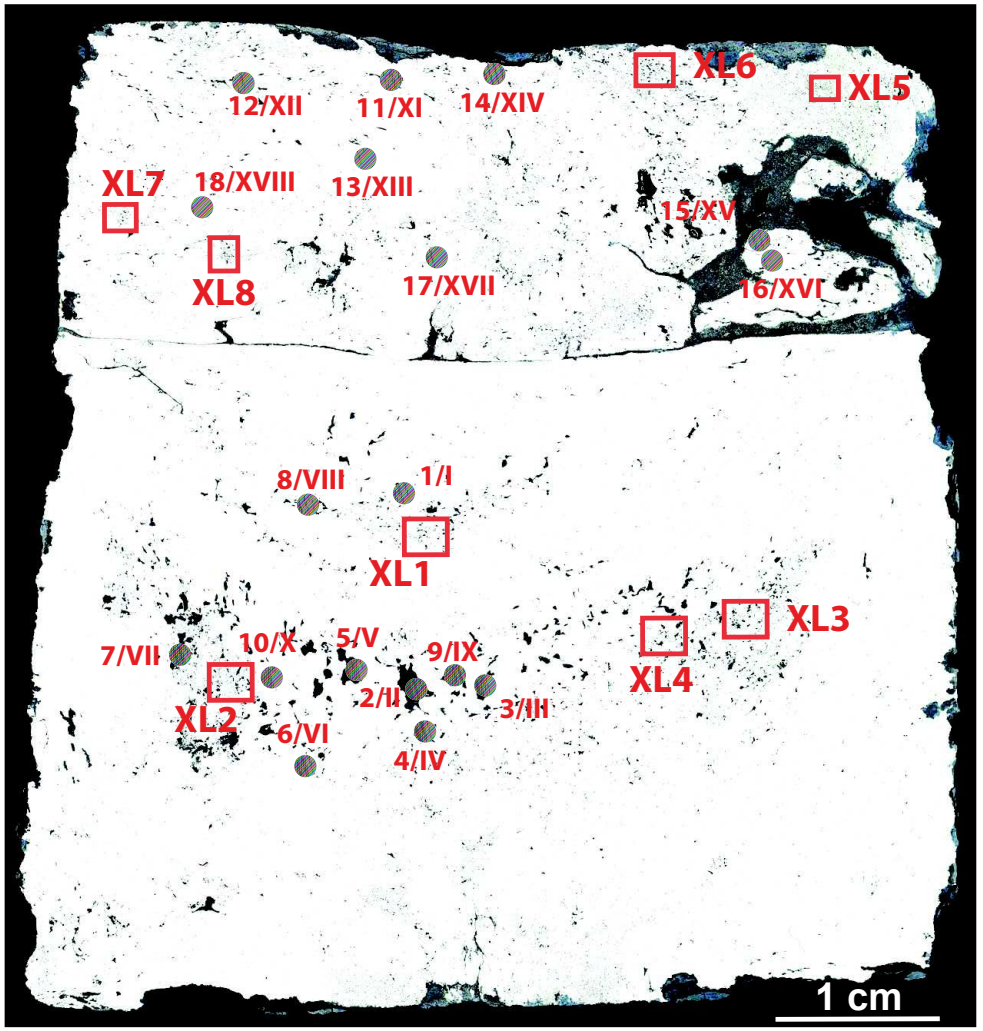
7



8



Attaque métallographique



Repérage des analyses chimiques

Durrenentzen 1

Catégorie : Lingot bipyramidé

Masse : 6160 g
Longueur : 245 mm
Largeur : 89 mm
Epaisseur : 79 mm
Etape de la chaîne opératoire : Epuration/Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 4,73 %
Pourcentage moyen de carbone : 0,064 %

Remarque(s) : Etude S. Bauvais, M. Berranger, Ph. Fluzin, M. Boukkezoula

Description morphologique :

Le lingot appartient à la catégorie BCS2 de la typologie élaborée par M. Berranger (Berranger 2009).

Structure du métal :

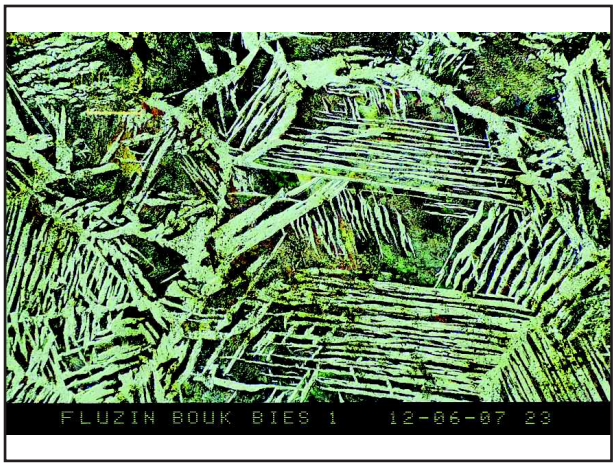
Le métal est compact, mais comporte une porosité fine et allongée en son centre, dans l'axe longitudinal du lingot. Des microfissures sont également visibles localement. La structure du métal est majoritairement ferritique. Des zones aciérées (Cliché **1**) se répartissent de part et d'autre de la ligne de soudure. La teneur en carbone est majoritairement de 0,5/0,6% C, localement jusque 0,7% C. Dans cette dernière zone, l'attaque permet d'identifier une ligne de soudure traversant la section de part en part (**2**). Plus précisément, les zones aciérées se répartissent de manière préférentielle de part et d'autre de la soudure et autour des porosités. Des marbrures sont visibles au sein des zones ferritiques (**3**).

Inclusions :

La propreté inclusionnaire du métal est médiocre. Les formes et tailles des inclusions sont variables. La plupart sont trapues, mais une part non négligeable sont allongées. Elles se répartissent de manière hétérogène au sein du métal. Par endroits, le métal est mêlé à une forte proportion de petites inclusions de scorie, résultant d'une agglomération incomplète de la matrice métallique durant la réduction (**4** et **5**).
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique cristallisée en lattes (**6**), au sein de laquelle se développe généralement de la wüstite sous forme de dendrites (**7**). Les inclusions liées à la soudure comportent une proportion importante de wüstite (**8**).

Conclusion partielle :

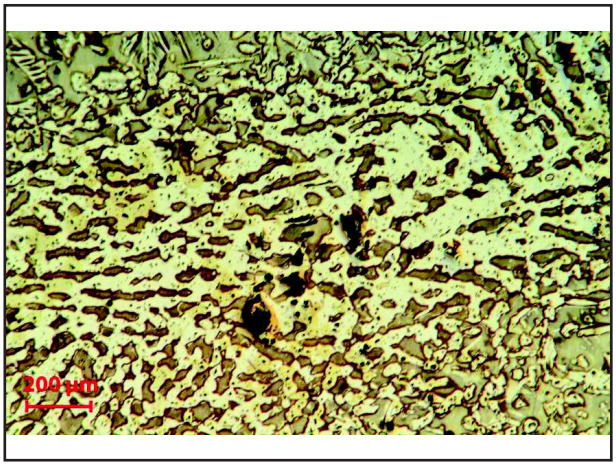
Ce demi-produit est constitué de deux masses de métal, qui ont été dans un premier temps épurées individuellement puis, dans un second temps, soudées l'une à l'autre. Les masses de métal, forme de losange aplati, ont été soudées à partir de leur faces la plus large. Cette soudure est le reflet d'un très haut degré de savoir-faire, étant donné le volume important des deux produits métalliques assemblés et la longueur de la zone à souder. Les deux masses métalliques présentent des propriétés similaires : il s'agit de fer phosphoreux, bien épuré.


FLUZIN BOUK BIES 1 12-06-07 23

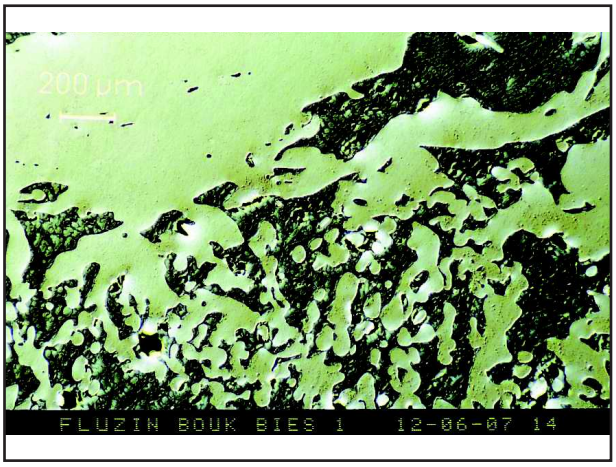
1

FLUZIN BOUK BIES 1 13-03-07 19

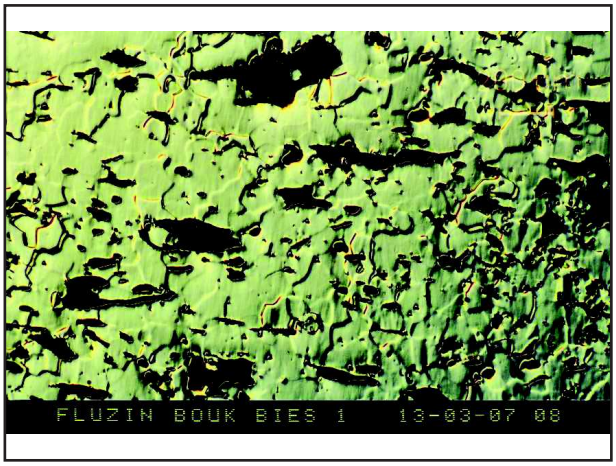
2


200 µm

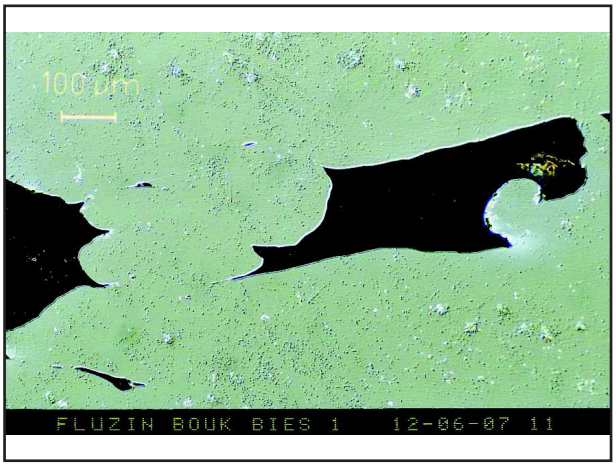
3


200 µm
FLUZIN BOUK BIES 1 12-06-07 14

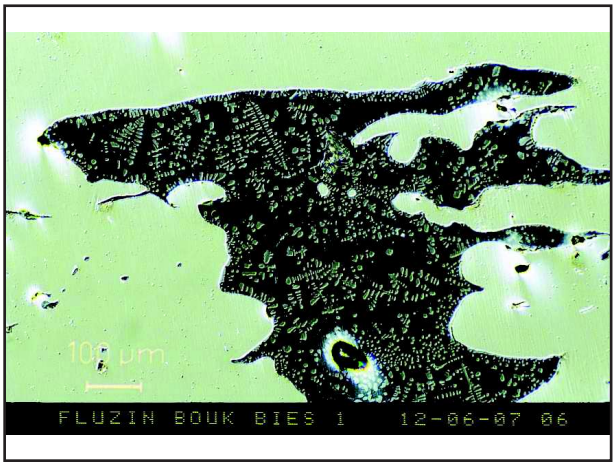
4


FLUZIN BOUK BIES 1 13-03-07 08

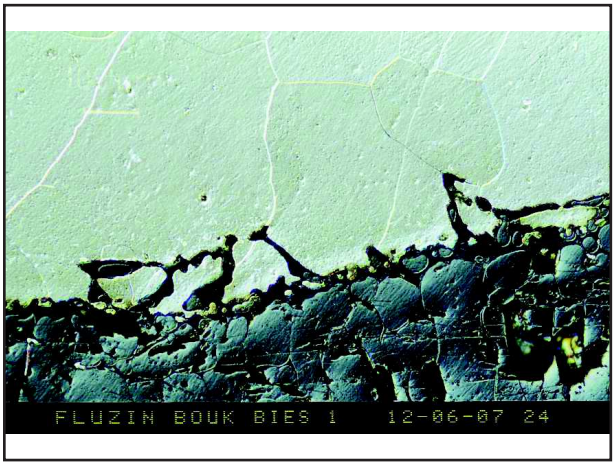
5


100 µm
FLUZIN BOUK BIES 1 12-06-07 11

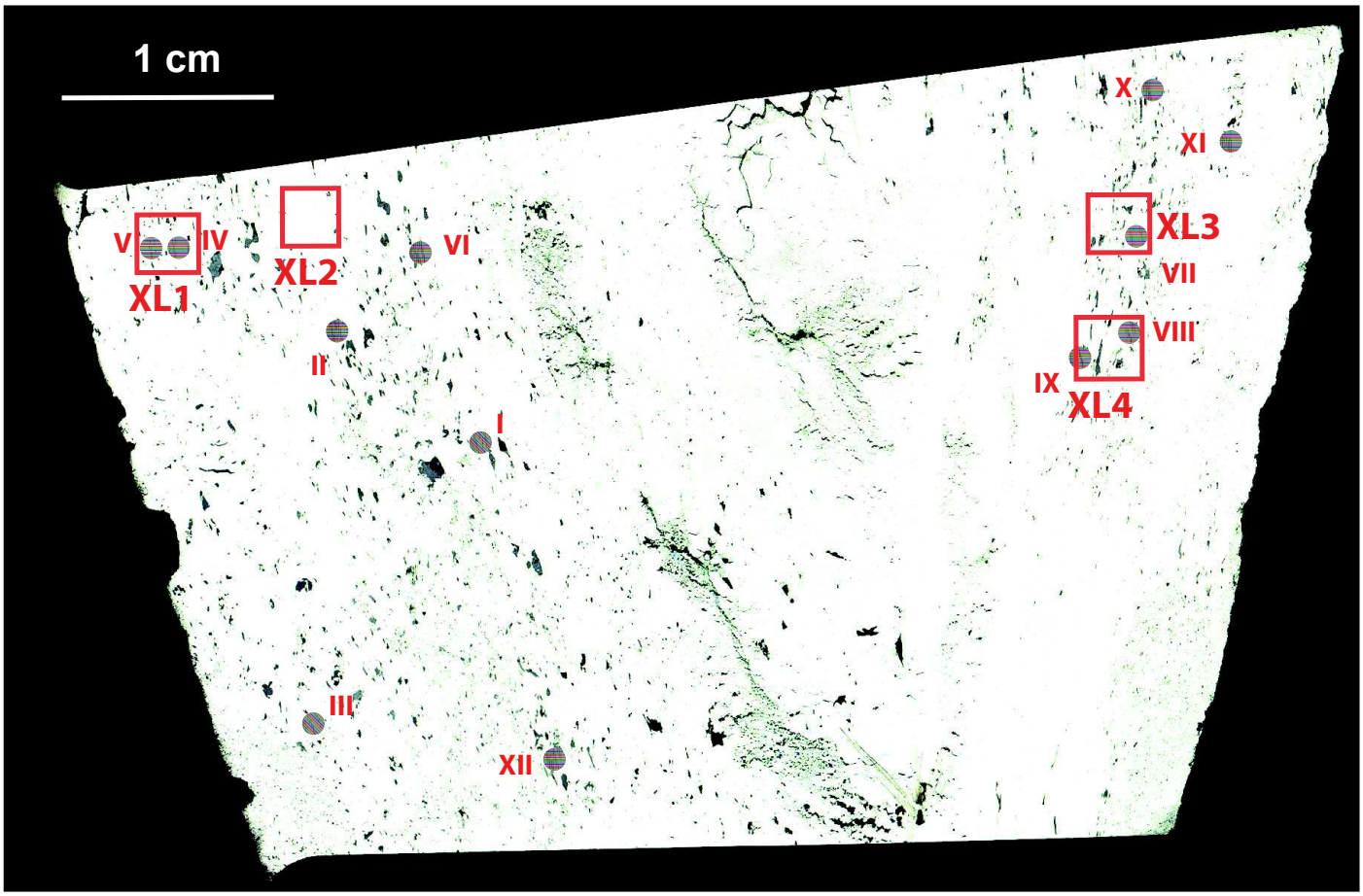
6


FLUZIN BOUK BIES 1 12-06-07 06

7

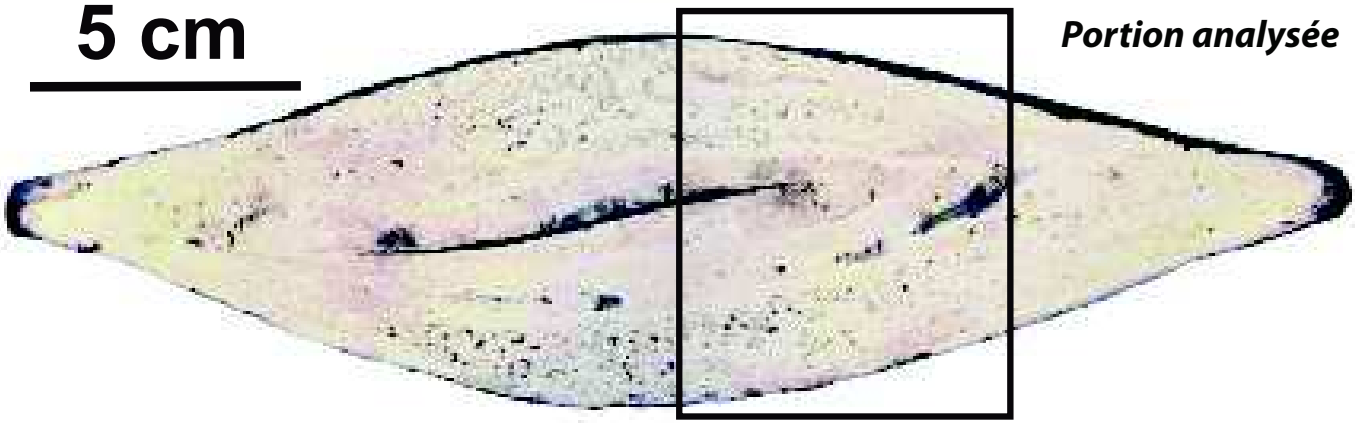

FLUZIN BOUK BIES 1 12-06-07 24

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



Durrenentzen 2

Catégorie : Lingot bipyramidé

Masse : 5800 g
Longueur : 290 mm
Largeur : 89 mm
Epaisseur : 78 mm
Etape de la chaîne opératoire : Epuration/Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 6,9 %
Pourcentage moyen de carbone : 0.,208 %

Remarque(s) : Etude S. Bauvais, M. Berranger, Ph. Fluzin, M. Boukkezoula

Description morphologique :

Le lingot appartient à la catégorie BCS2 de la typologie élaborée par M. Berranger (Berranger 2009).

Structure du métal :

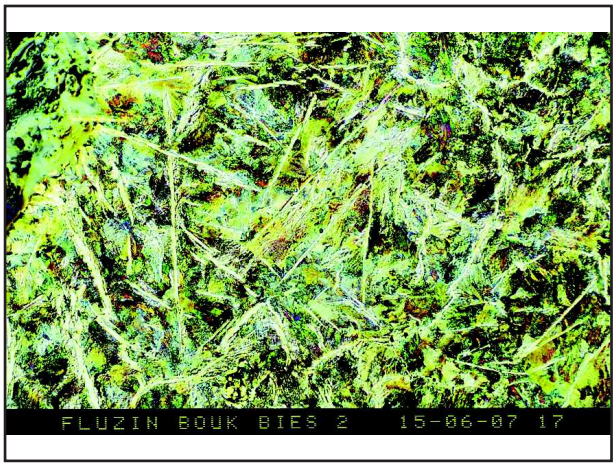
Le métal n'est pas compact, il comporte de nombreuses porosités et fissures de dimensions plurimillimétriques. La structure est majoritairement ferritique. Des zones aciérées, atteignant 0,8% voire 0,9% de carbone (Cliché **1**), se répartissent de manière ponctuelle en îlots, de façon préférentielle en bordure de la masse métallique ainsi qu'en partie centrale. Dans cette dernière zone, l'attaque permet d'identifier une ligne de soudure traversant la section de part en part (**2**). Les zones aciérées se répartissent de manière préférentielle de part et d'autre de la soudure et autour des porosités. De la bainite nodulaire, structure formée durant un refroidissement rapide d'une masse métallique (type trempe), a été observée dans les zones à 0,8% de C (**3**). Cette structure pourrait ainsi indiquer un refroidissement brutal de la masse de métal à la sortie du bas fourneau ou au cours de l'opération de forgeage. Des marbrures sont observables localement (**4**).

Inclusions :

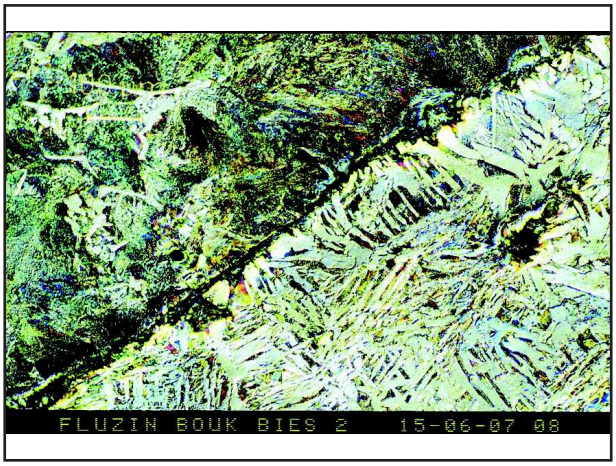
La propreté inclusionnaire du métal est mauvaise, mais il s'agit majoritairement de porosités exemptes de scorie. Les formes et tailles des inclusions sont variables. La plupart sont trapues. Elles se répartissent de manière hétérogène au sein du métal. Par endroits, le métal est mêlé à une forte proportion de petites inclusions de scorie, résultant d'une agglomération incomplète de la matrice métallique durant la réduction (**5**).
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique cristallisée en lattes (**6**), au sein de laquelle se développe généralement de la wüstite sous forme dendritique (**7**). Des inclusions dont la matrice apparaît vitreuses sont visibles localement.

Conclusion partielle :

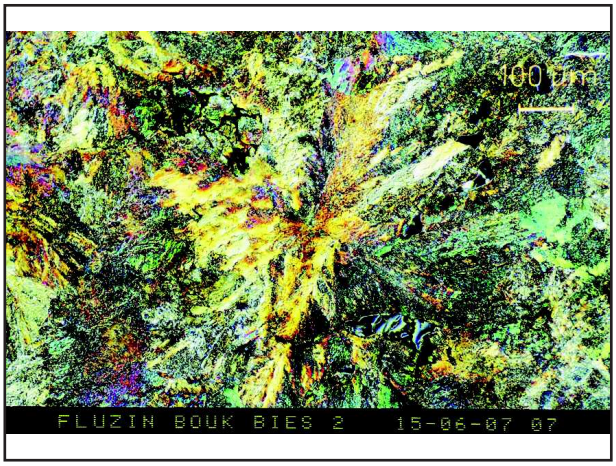
Ce demi-produit est constitué de deux masses de métal, soudées en partie médiane. L'irrégularité de la ligne de soudure indiquerait que l'assemblage des masses de métal a été effectué à un stade d'épuration primaire, alors que les surfaces des produits métalliques n'avaient été que peu ou pas homogénéisées. L'objet présente d'ailleurs des caractéristiques propres aux masses de métal brut de réduction ; l'épuration est restée incomplète.


FLUZIN BOUK BIES 2 15-06-07 17

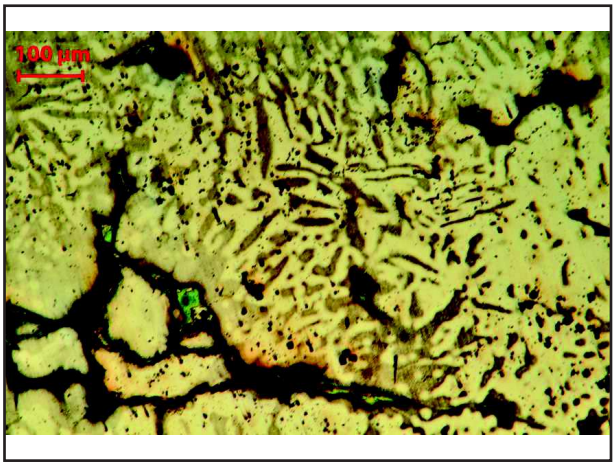
1


FLUZIN BOUK BIES 2 15-06-07 08

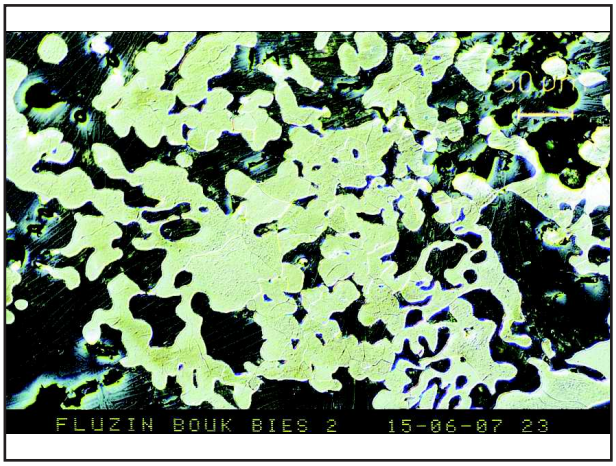
2


100 µm
FLUZIN BOUK BIES 2 15-06-07 07

3


100 µm

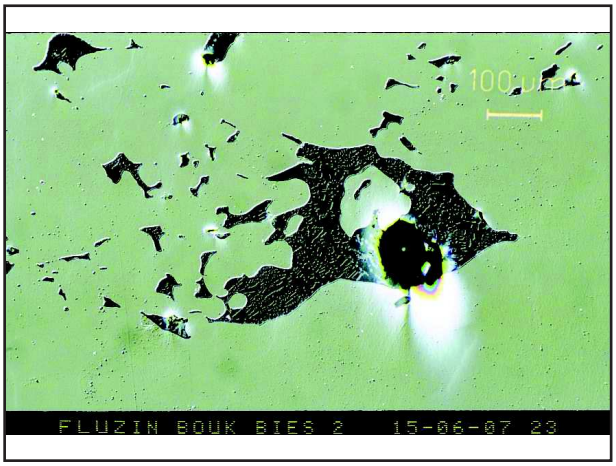
4


50 µm
FLUZIN BOUK BIES 2 15-06-07 23

5

50 µm
FLUZIN BOUK BIES 2 15-06-07 22

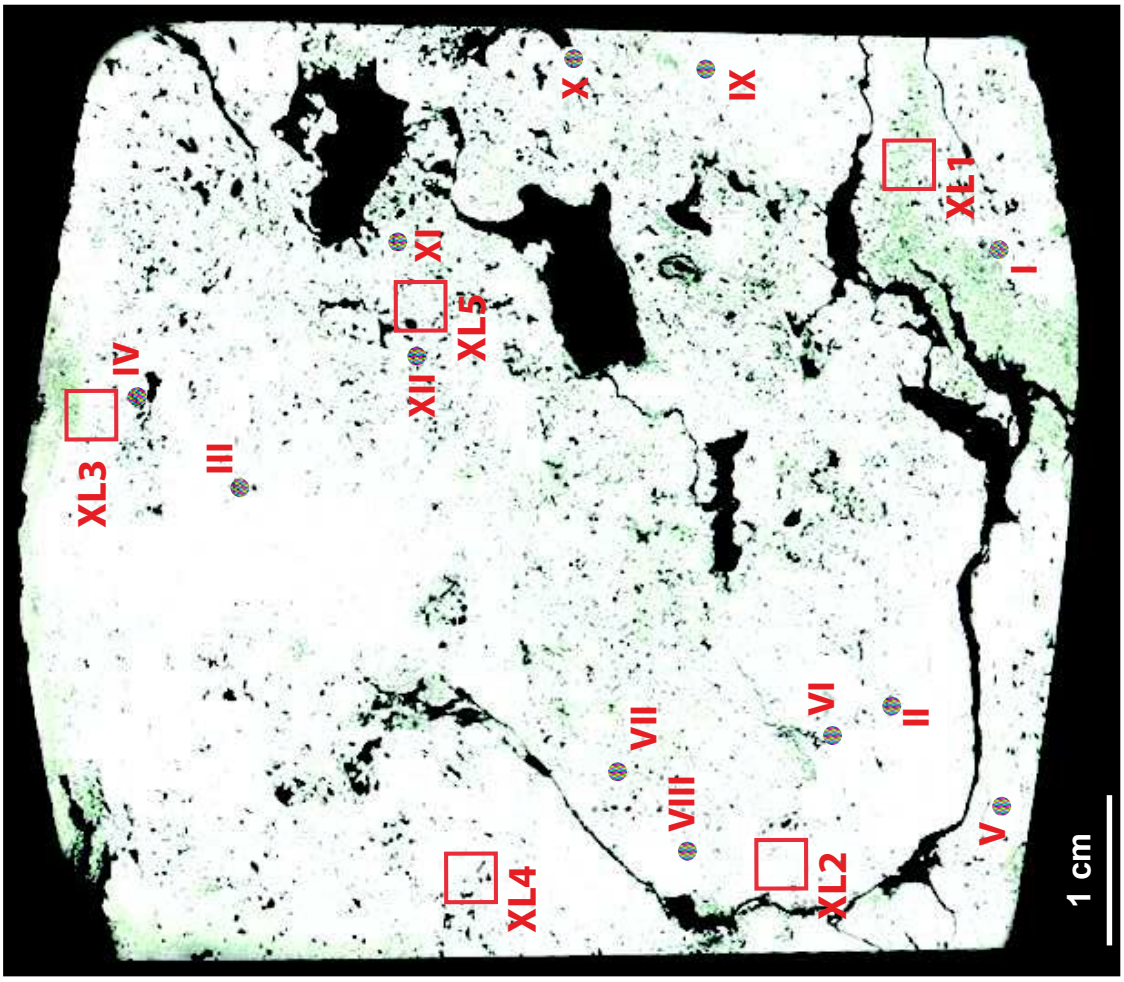
6


100 µm
FLUZIN BOUK BIES 2 15-06-07 23

7

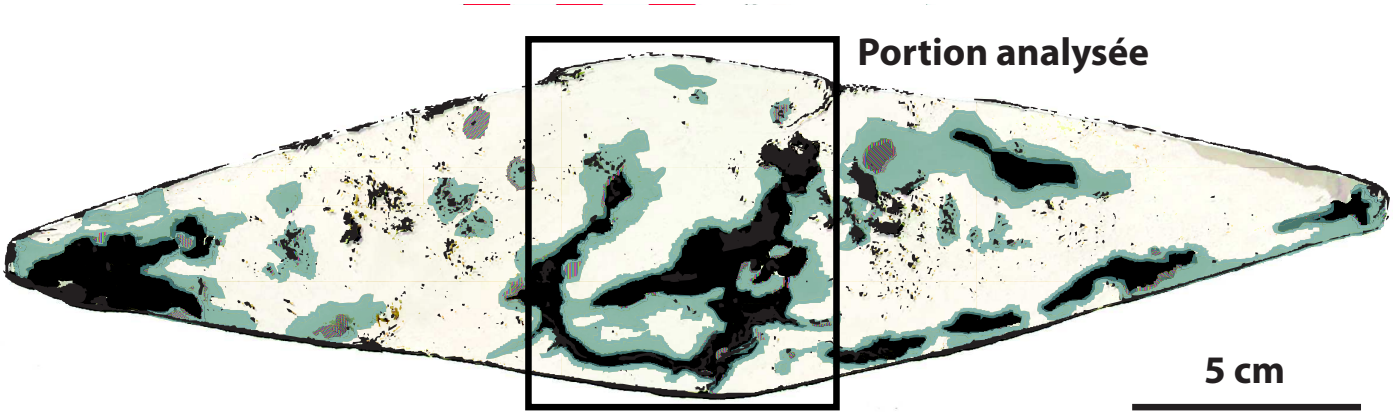
100 µm
FLUZIN BOUK BIES 2 15-06-07 11

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



Durrenentzen 3

Catégorie : Lingot bipyramidé

Masse : 6300 g
Longueur : 270 mm
Largeur : 97 mm
Epaisseur : 83 mm
Etape de la chaîne opératoire : Epuration/Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 17,2 %
Pourcentage moyen de carbone : 0,273 %

Remarque(s) : Etude S. Bauvais, M. Berranger, Ph. Fluzin, M. Boukkezoula

Description morphologique :

Le lingot appartient à la catégorie BCS2 de la typologie élaborée par M. Berranger (Berranger 2009).

Structure du métal :

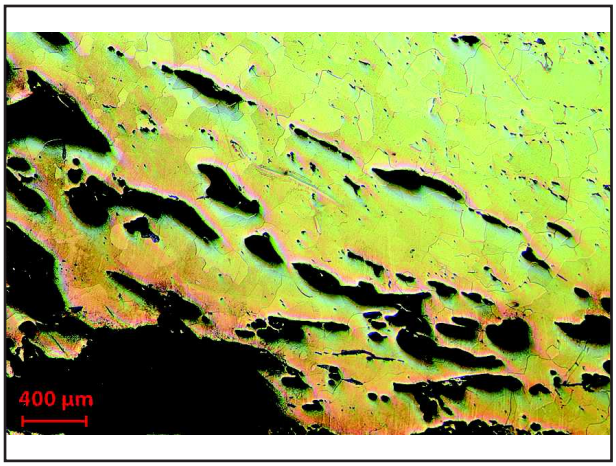
Le métal n'est pas compact, il comporte de nombreuses porosités et fissures de dimensions plurimillimétriques. La partie centrale de la section est beaucoup plus poreuse. Les extrémités se caractérisent par un taux de porosités plus faible, la partie droite de la section comprenant davantage de replis et de porosités vides que la partie gauche. Les porosités sont également de plus petite taille. La section étudiée est constituée à 30% de ferrite (Cliché **1**), la part majoritaire est occupée par de l'acier à 0,2/0,4% C (37%) (**2**), la teneur en carbone pouvant atteindre localement un maximum de 0,7/0,8% C (16%) (**3**).
Les zones fer/acier s'organisent de façon concentrique de l'extérieur vers l'intérieur de la section, du plus aciéré au moins aciéré. L'attaque n'a révélé aucune trace de soudure. Des marbrures sont très localement visibles au sein des structures ferritiques.

Inclusions :

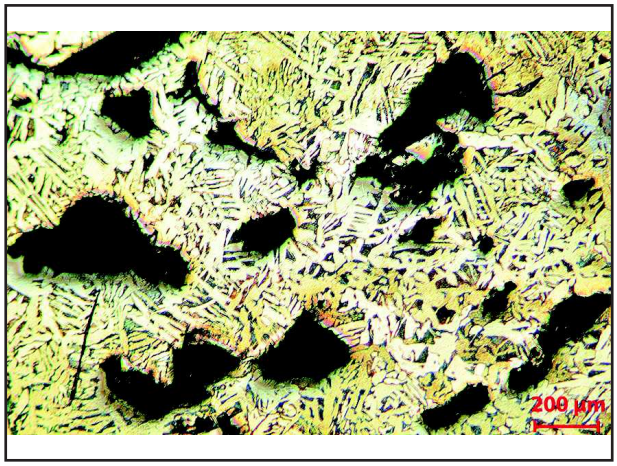
La propreté inclusionnaire du métal est très mauvaise, mais est avant tout représentée par des porosités exemptes de scorie. Les inclusions sont majoritairement de forme irrégulière et de petites dimensions. Elles sont réparties de manière hétérogène sur la section. Elles se concentrent majoritairement dans les extrémités des lingots. Localement, des inclusions de petite taille et de forme irrégulière constituent des ensembles, reliques de la réduction du minerai (**4** et **5**).
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique cristallisée en lattes, au sein de laquelle se développe généralement de la wüstite sous forme de globules ou de dendrites (**6** et **7**). Quelques inclusions présentent une matrice finement cristallisée (**8**).

Conclusion partielle :

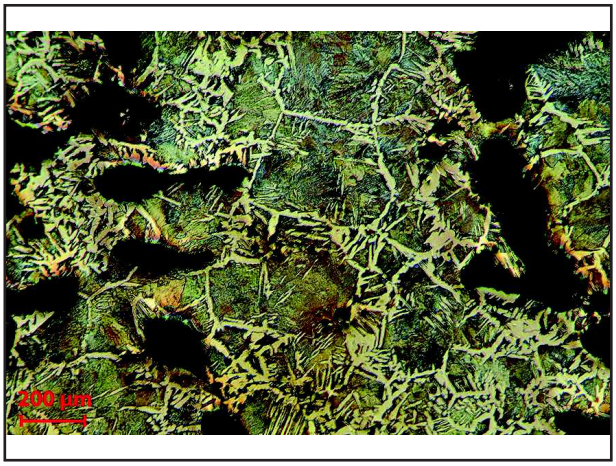
Ce demi-produit est constitué d'une unique masse de métal, mise en forme par simple déformation sur elle-même. Aucune soudure d'assemblage ou trace de repli de feuilles n'ont été observées. De plus, la masse métallique initiale semble avoir été très poreuse. La qualité d'épuration s'avère ainsi médiocre, particulièrement en partie centrale où subsistent les porosités de grandes tailles, mais également en périphérie, où de très fortes concentrations de petites porosités ont été observées.



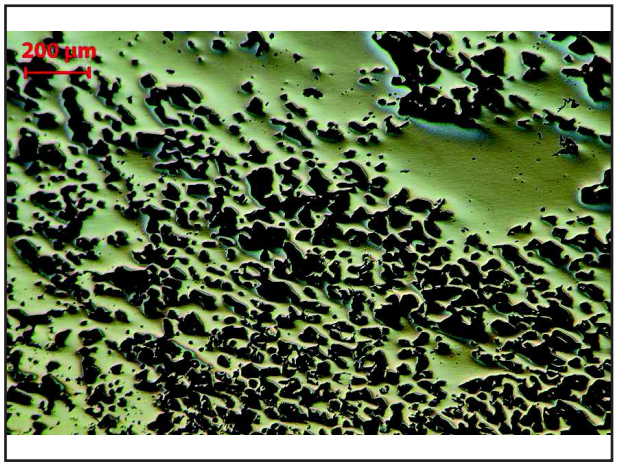
1



2

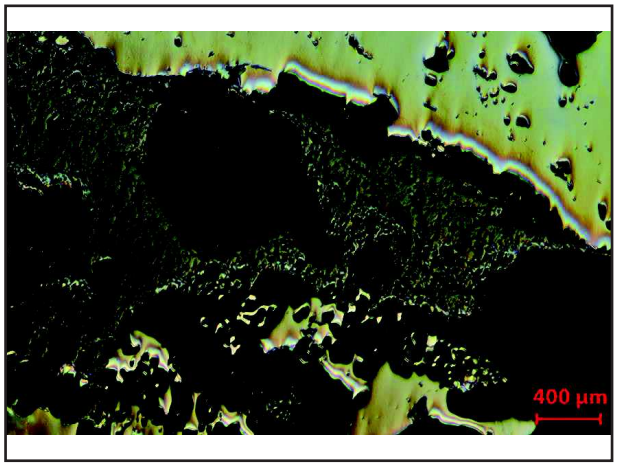


3

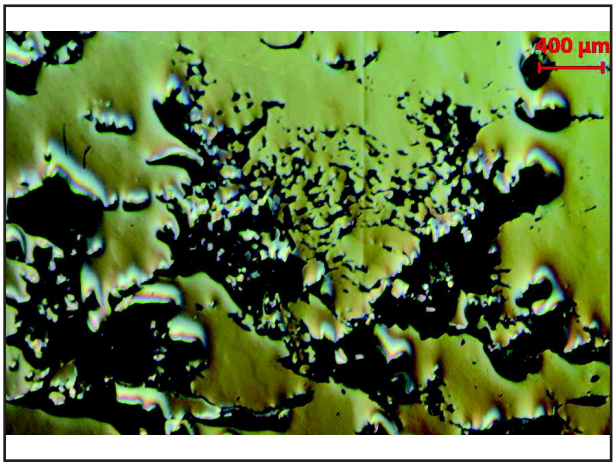


4

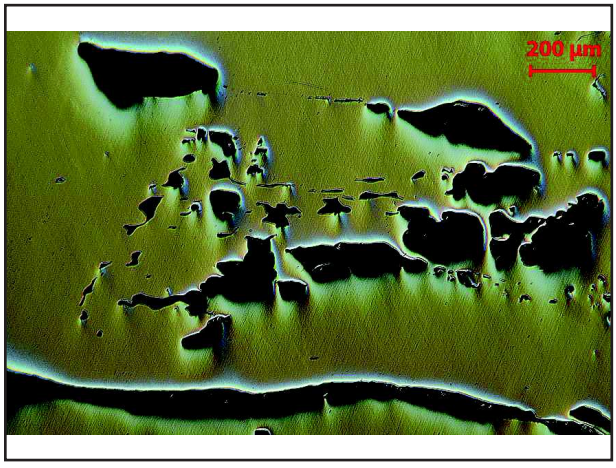
5



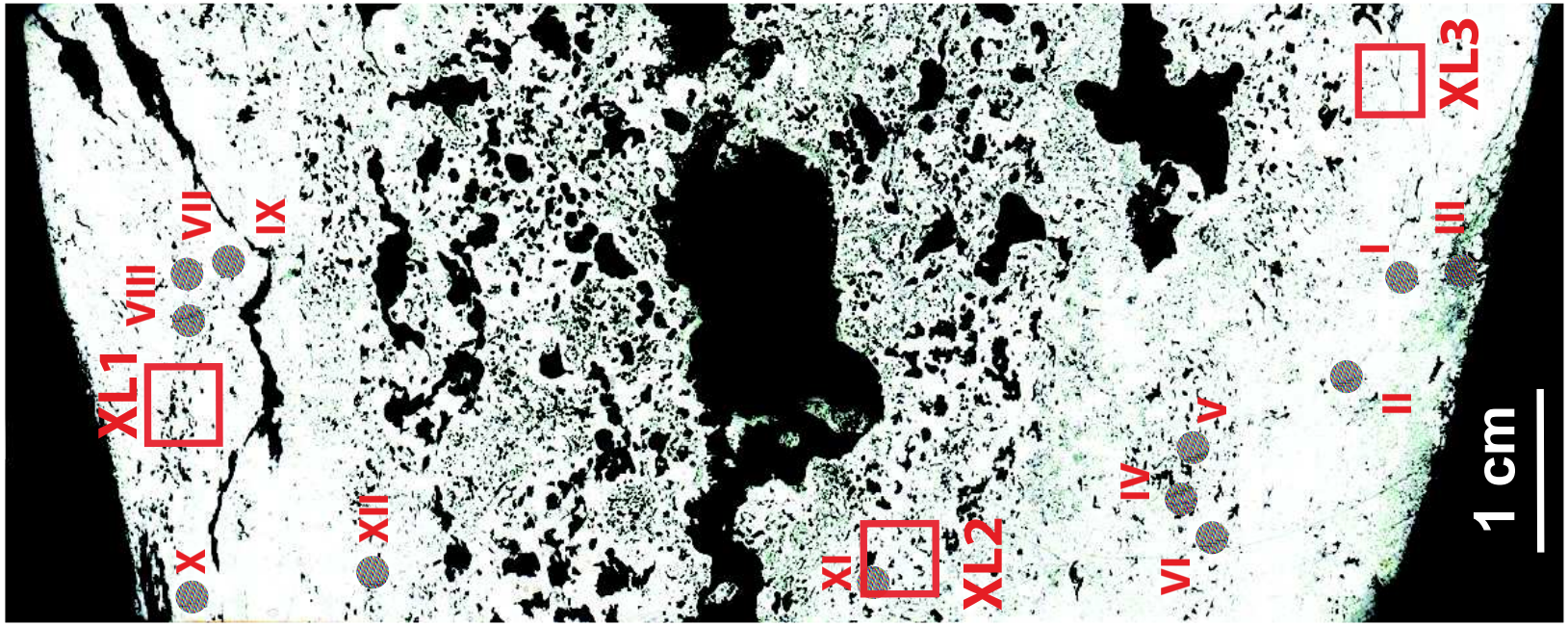
6



7

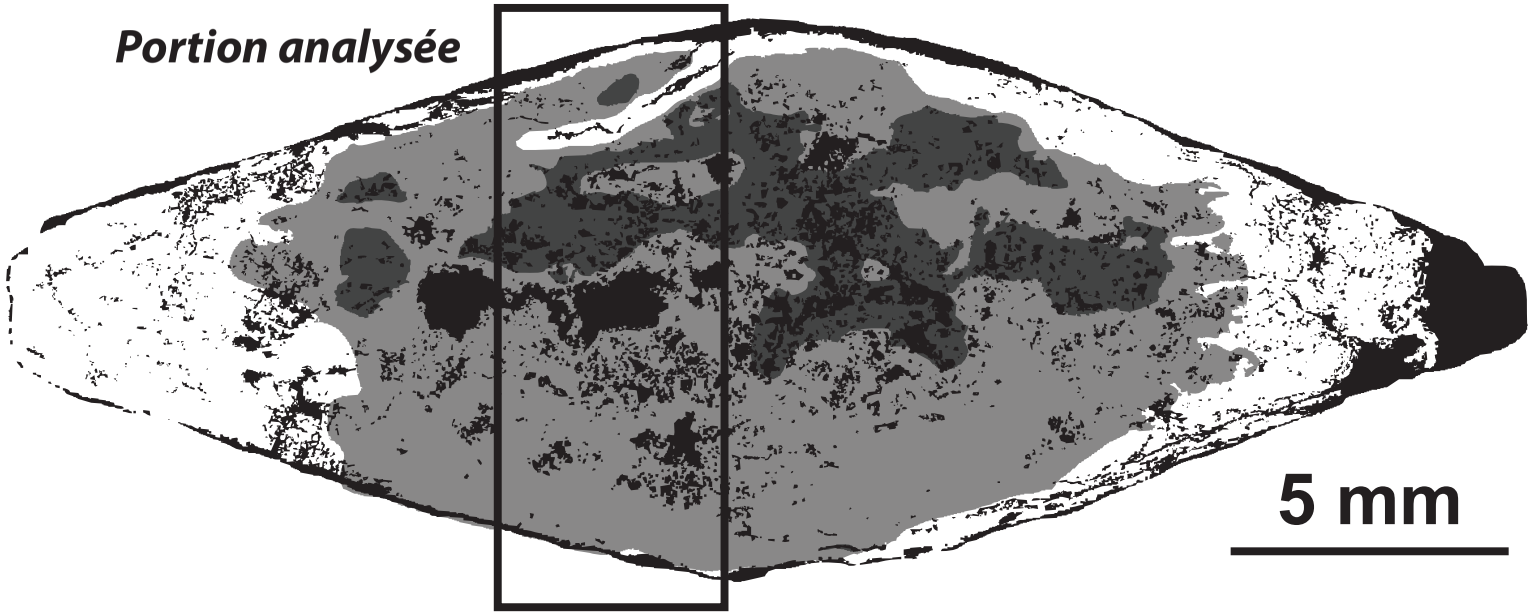


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



Durrenentzen 4

Catégorie : Lingot bipyramidé

Masse : 6020 g
Longueur : 285 mm
Largeur : 93 mm
Epaisseur : 80 mm
Etape de la chaîne opératoire : Epuration/Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 2,47 %
Pourcentage moyen de carbone : 0,114 %

Remarque(s) : Etude S. Bauvais, M. Berranger, Ph. Fluzin, M. Boukkezoula

Description morphologique :

Le lingot appartient à la catégorie BCS2 de la typologie élaborée par M. Berranger (Berranger 2009).

Structure du métal :

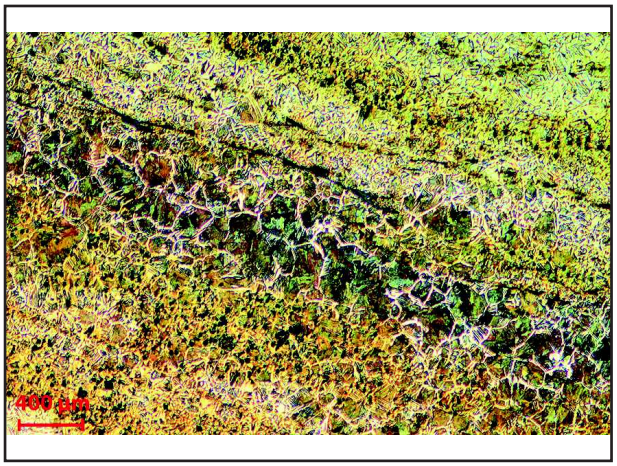
Le métal est compact, mais comporte quelques fissures et porosités millimétriques. La section est principalement ferritique, surtout en partie centrale et à l'une des extrémités. Les zones acier sont présentes en petits îlots au sein de la ferrite, et occupent des zones plus étendues en périphérie supérieure et dans la partie gauche. L'attaque chimique révèle un grand nombre de lignes de soudures formées durant l'écrasement de la masse de métal sur elle-même. Elles résultent de la soudure des porosités ou de fissures sur elles-mêmes. La teneur en carbone observée est très variable. Il s'agit majoritairement d'acier autour de 0,4% C, mais des plages étendues d'acier à 0,7/0,8% C ont également été observées (Cliché **1**). Les teneurs maximales dépassent 2,1%C, avec la présence locale de lédéburite (fonte blanche) (**2**). L'attaque n'a révélé aucune soudure traversant la section de part en part. Des marbrures sont observables dans les zones ferritiques (**3**).

Inclusions :

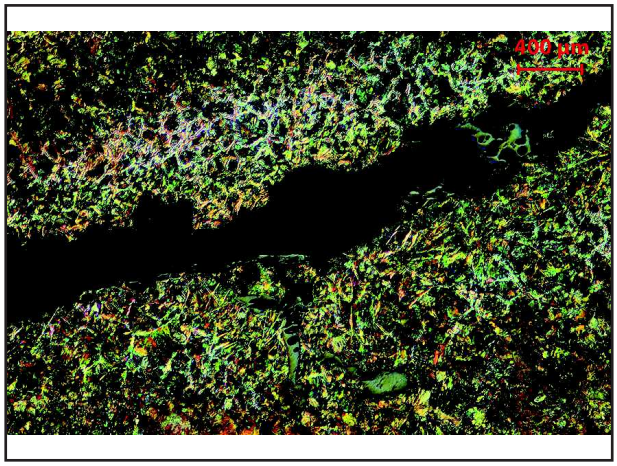
La propreté inclusionnaire du métal est moyenne, représentant majoritairement des porosités exemptes de scorie. La plupart présentent une forme irrégulière. Leur répartition est hétérogène. Elles forment localement des îlots.
Au centre du lingot, le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique (**4**) ou amorphe (**5** et **6**), exempte de wüstite. Les inclusions situées dans les extrémités s'en distinguent par la précence de dendrites de wüstite de taille importante (**7**).

Conclusion partielle :

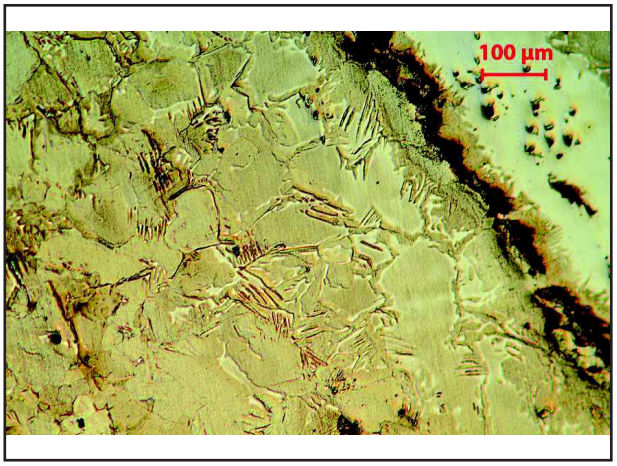
Le demi-produit est constitué d'une unique masse de métal mise en forme par simple déformation sur elle-même. Les multiples soudures observées permettent de restituer un produit brut présentant grand nombre d'excroissances périphériques. Ces dernières ont été intégrées au volume principal durant le martelage.



1

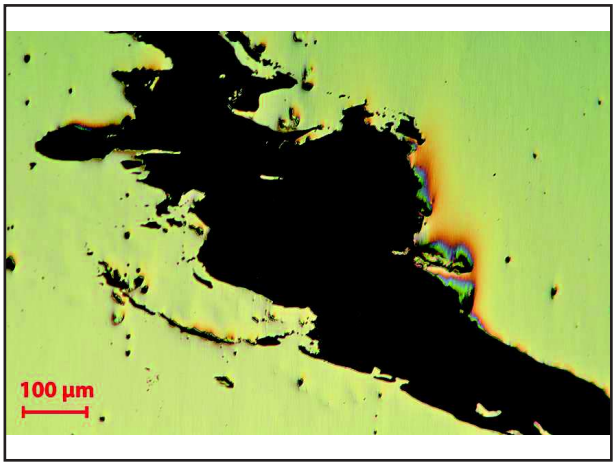


2

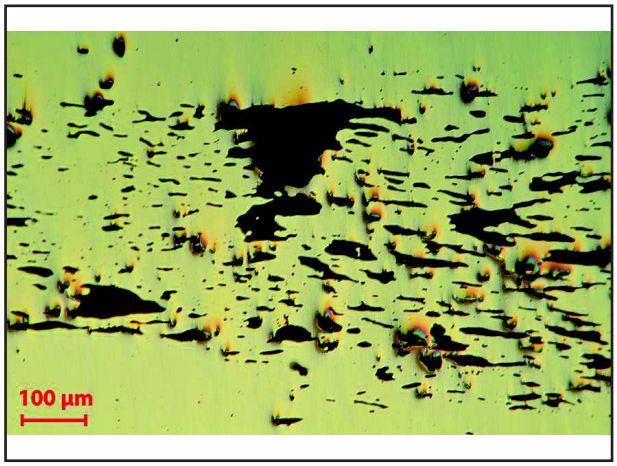


3

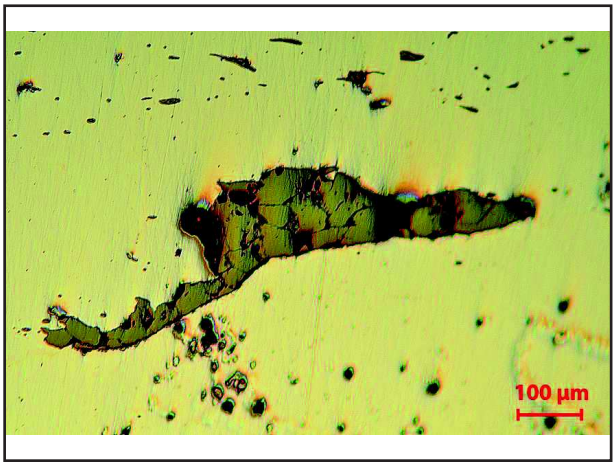
4



5

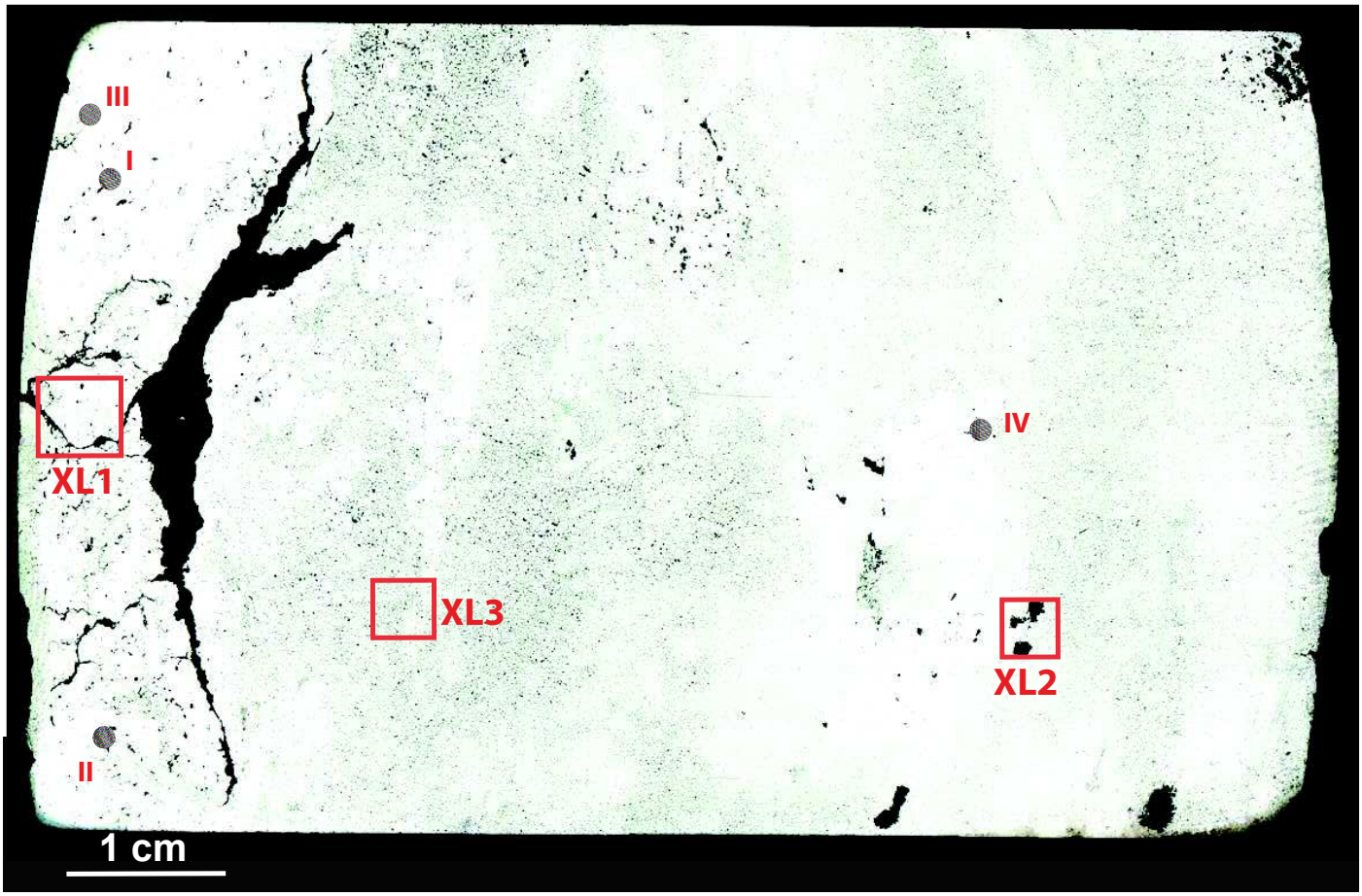


6



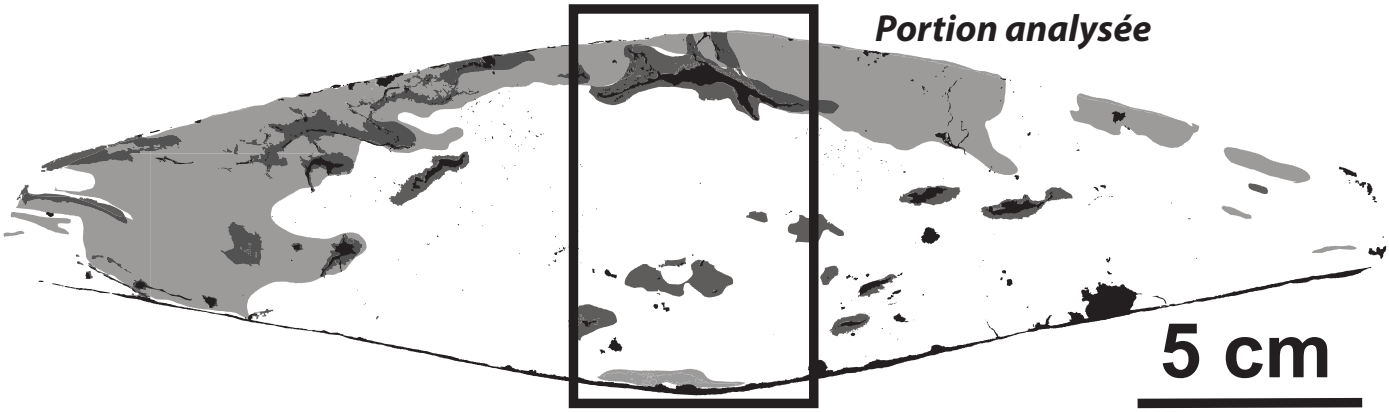
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



Farebersviller

Catégorie : Lingot Bipyramidé

Masse : 2000 g
Longueur : 391 mm
Largeur : 77 mm
Epaisseur : 73 mm
Etape de la chaîne opératoire : Epuration/Mise en forme

Propreté inclusionnaire : 3,78 %
Pourcentage moyen de carbone : 0,104 %

Remarque(s) :

Description morphologique :

Le lingot est complet. Il appartient à la catégorie BCS2 de la typologie élaborée par M. Berranger (Berranger 2009). Il s'agit d'un objet aux extrémités travaillées, de longueur et d'épaisseur comparables. Elles ont été formées par un amincissement progressif de la partie centrale épaisse.

Structure du métal :

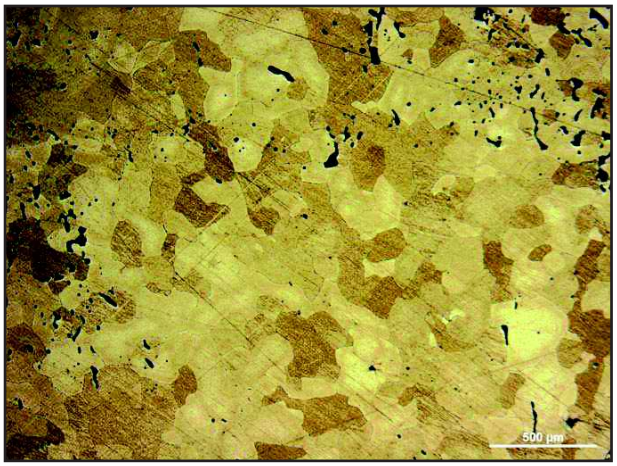
Le métal est relativement compact, mais comporte plusieurs fissures et porosités de dimensions millimétriques. Une soudure longitudinale (par rapport au lingot) est visible. Celle-ci paraît de mauvaise facture, les deux surfaces métalliques ne se sont pas soudées.
La structure du métal est hétérogène mais majoritairement ferritique (Cliché **1**). Plusieurs plages carburées (jusqu'à 0,8 % C) sont visibles. La ferrite y cristallise selon une structure en widmannstätten (**2**). Ces plages aciérées se développent majoritairement à partir des fissures en cours de résorption (**3**), ce qui laisse entendre une carburation lors de la réduction du métal. Très localement, des plages hypereutectoïdes sont observables (**4**). Des marbrures sont visibles (**5**), mais uniquement au sein de la partie 1 (la plus importante).

Inclusions :

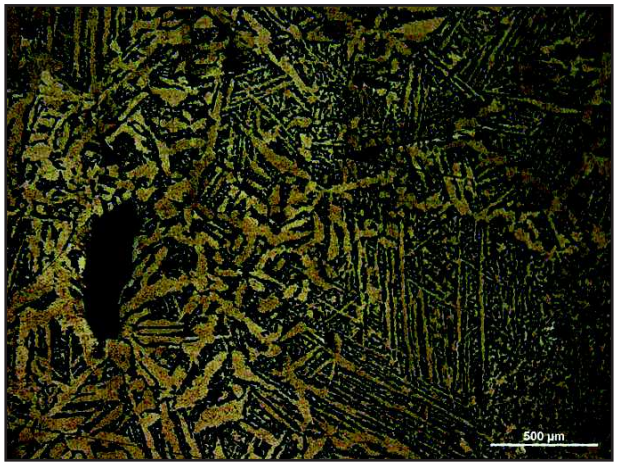
La propreté inclusionnaire du métal est médiocre, représentée par des porosités exemptes de scorie, ainsi que par des inclusions de scorie. Celles-ci sont de formes et de dimensions variables. La majorité présentent une forme irrégulière. Localement, des îlots de petites inclusions de formes irrégulières sont observables, reliques de la réduction du minerai de fer (**6**).
Deux faciès minéralogiques dominent. Le premier, caractérisé par une matrice finement cristallisée (**7**). Ces inclusions sont situées majoritairement au sein de la partie 1. Le second s'en distingue par une matrice cristallisée en lattes au sein de laquelle se développe de la wüstite sous forme de globules ou de dendrites (**8**).

Conclusion partielle :

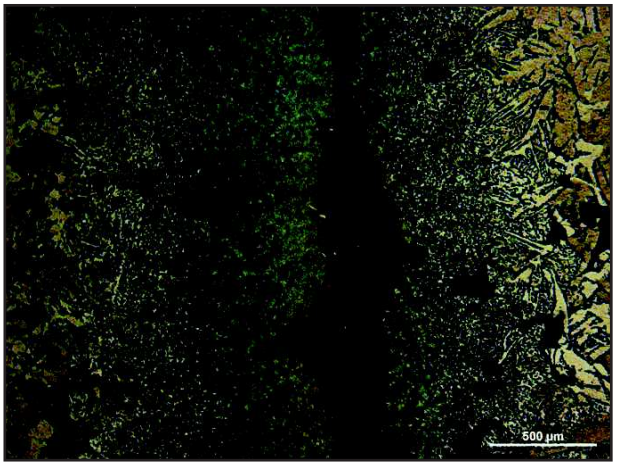
Le lingot est constitué de deux masses de métal brutes, soudées l'une à l'autre assez grossièrement. Les deux masses se distinguent par la présence de marbures au sein des structures ferritiques de la partie 1. La distinction entre ces deux masses est confirmée par ailleurs par la caractérisation chimique des inclusions, qui suggère que les masses ont été produites par des systèmes de réduction très différents.



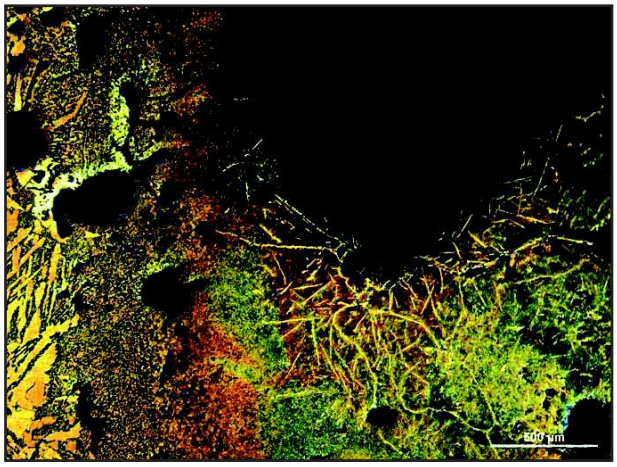
1



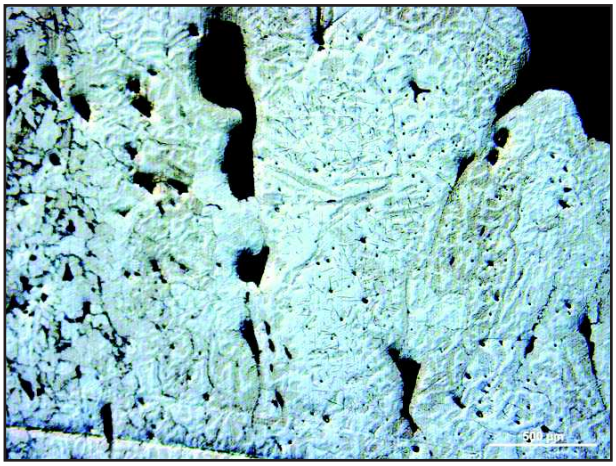
2



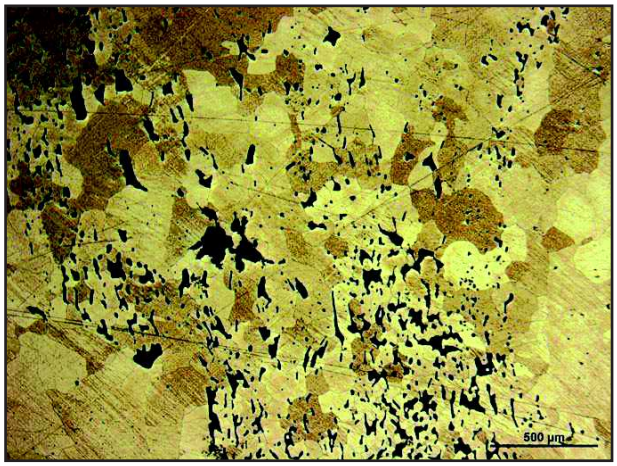
3



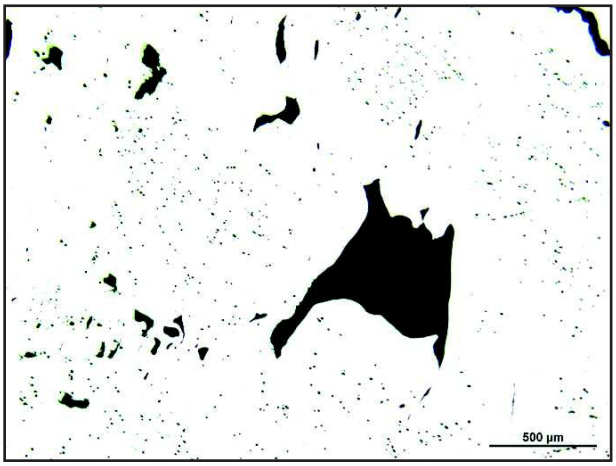
4



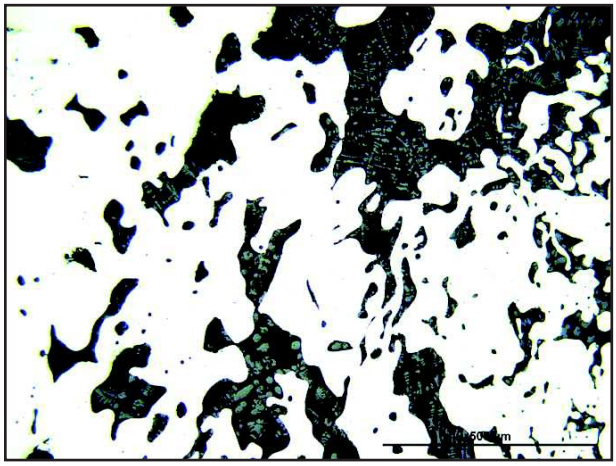
5



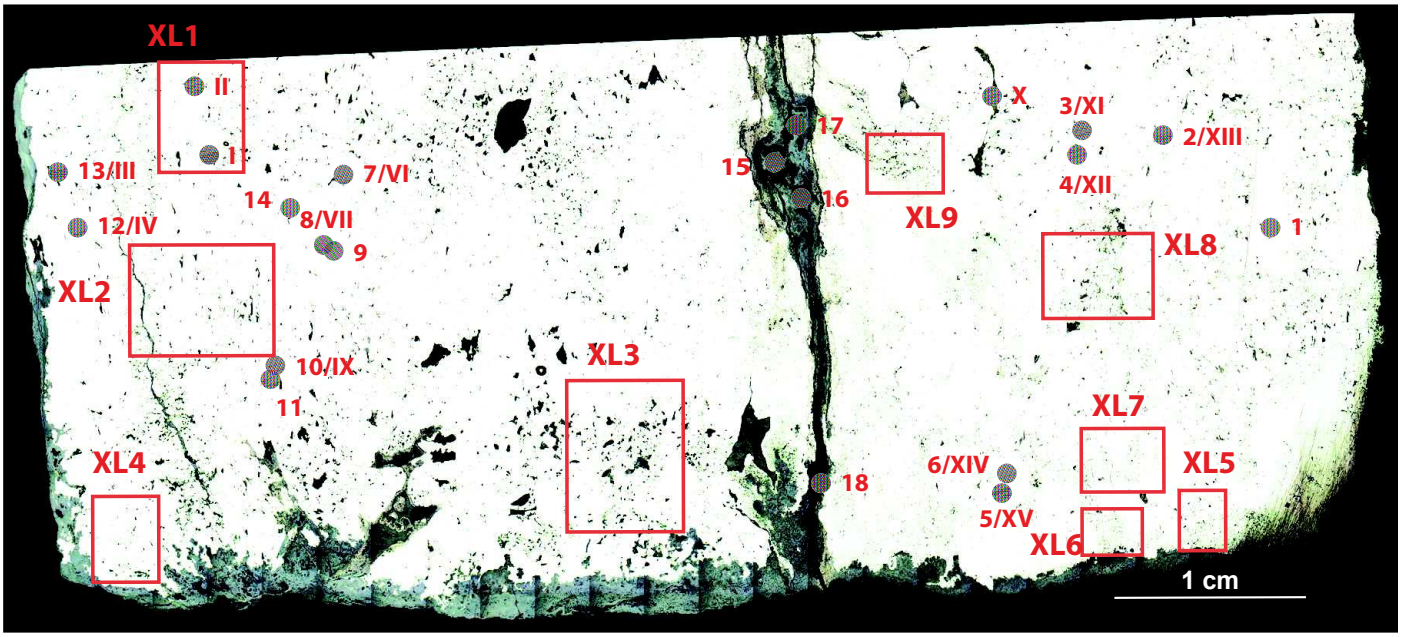
6



7

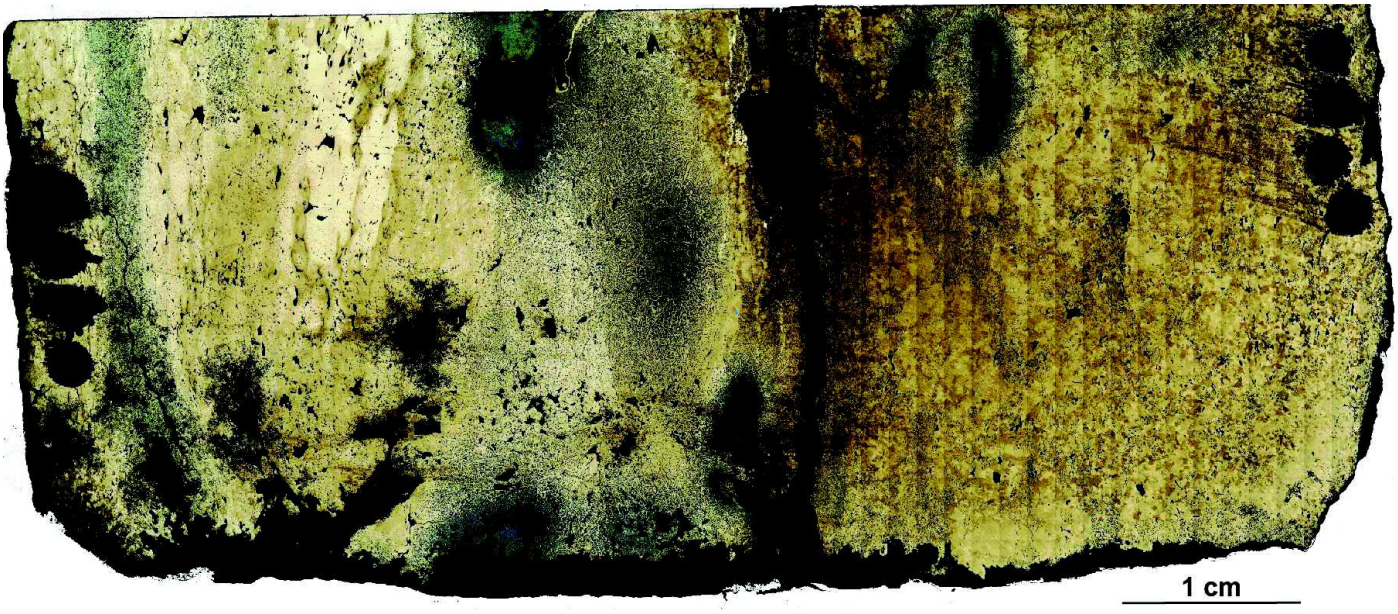


8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



BLB59

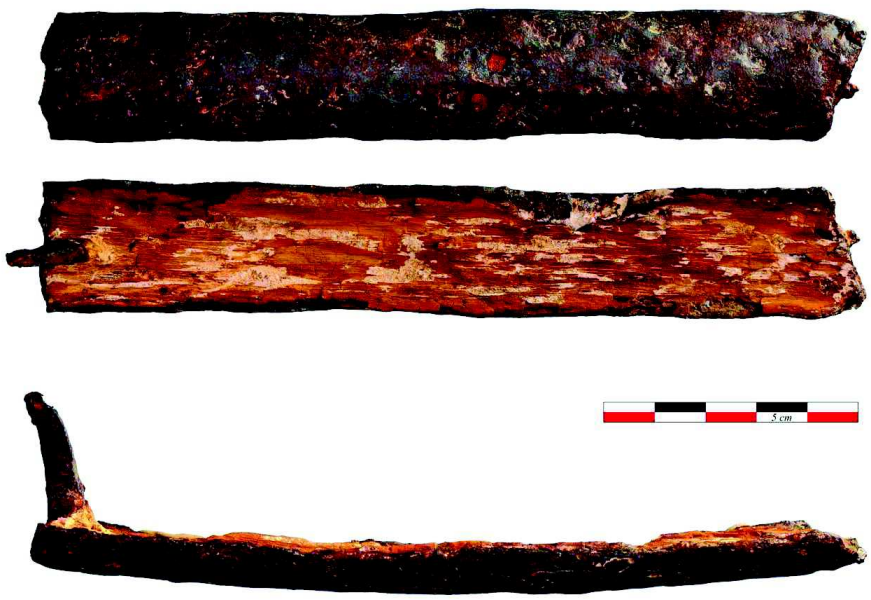
Catégorie : Bandage de roue

Masse : g
Longueur : 159 mm (cons.)
Largeur : 25,5 mm
Epaisseur : 10 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 3,6 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,037 %

Remarque(s) : Etude S. Bauvais



Description morphologique :

Il s'agit d'un fragment de bandage de roue. Sa section est convexe. Un clou est conservé. Des fibres de bois de la jante adhèrent encore à la surface interne du bandage.

Structure du métal :

Le métal est relativement compact, mais présente plusieurs fissures longitudinales, à partir desquelles la corrosion s'est développée.
La structure du métal est majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions variables, dont les variations mettent en évidence un structure en bande. Des plages ferrito-perlitiques peu carburées (0,1-0,2 % C) sont visibles. L'ensemble forme une alternance de bandes de métal totalement ferritiques et de bandes légèrement carburées.

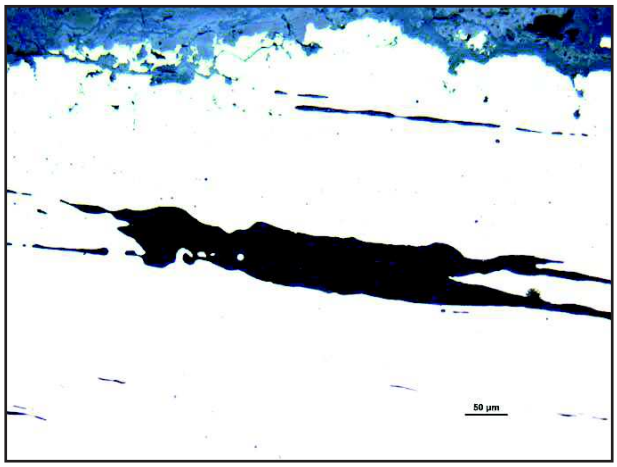
Inclusions :

La propreté inclusionnaire du métal est médiocre. De dimensions variables, la totalité des inclusions visibles présentent une forme fine et allongée. Plusieurs inclusions présentent une forme complexe, ramifiée (Clichés **1** et **2**). Cette morphologie constitue probablement une relique du compactage d'une masse de métal brut contenant des parcelles de scorie. Toutes sont orientées parallèlement aux grandes surfaces et forment des alignements, soulignant le travail de déformation du métal.
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique cristallisée en lattes au sein d'un semis fin. Les inclusions comportent pour la plupart des cristaux anguleux de hercynite (**3** et **4**). Plus localement, des bâtonnets sont observables (spinelles) (**2**). Quelques inclusions composées presqu'exclusivement de cristaux de hercynite sont par ailleurs visibles localement (**5**).

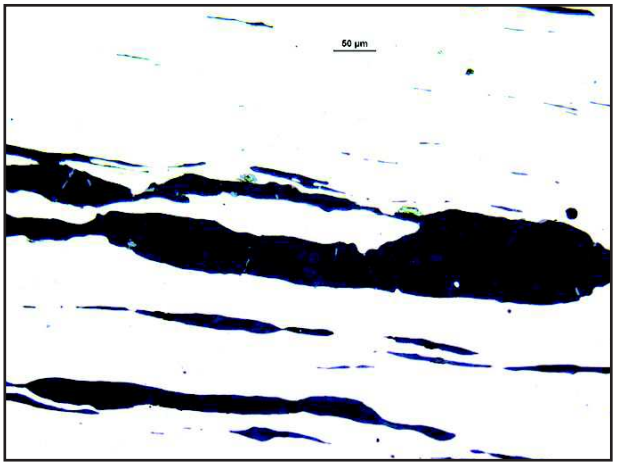
Conclusion partielle :

La structure du métal, ainsi que l'organisation des inclusions au sein de ce dernier, indiquent que ce dernier a été mis en forme par allongement. Aucune soudure n'est visible, le fragment de bandage observé est formé d'une seule pièce de métal.

1

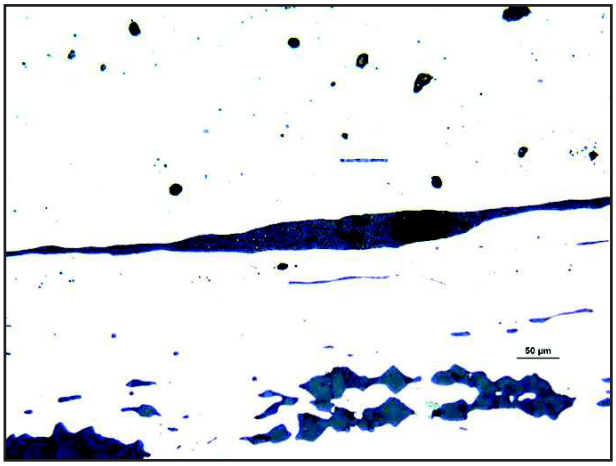


2



3

4

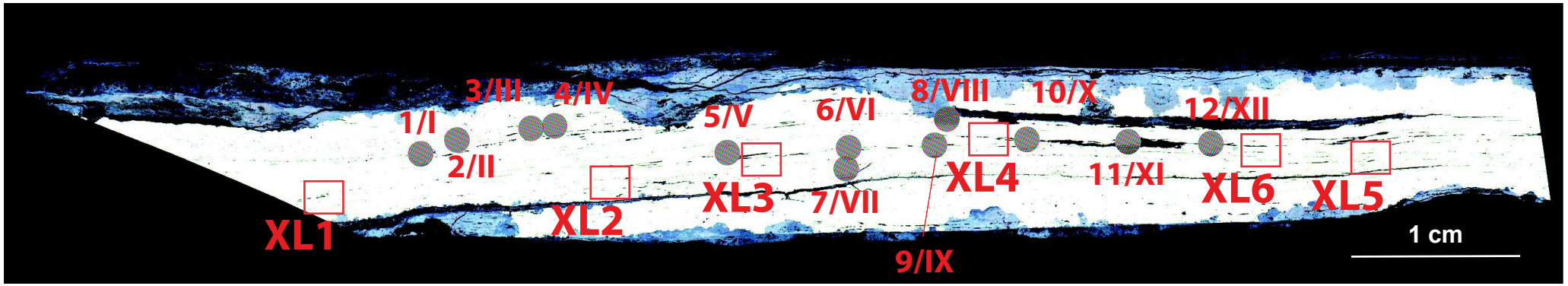


5

6

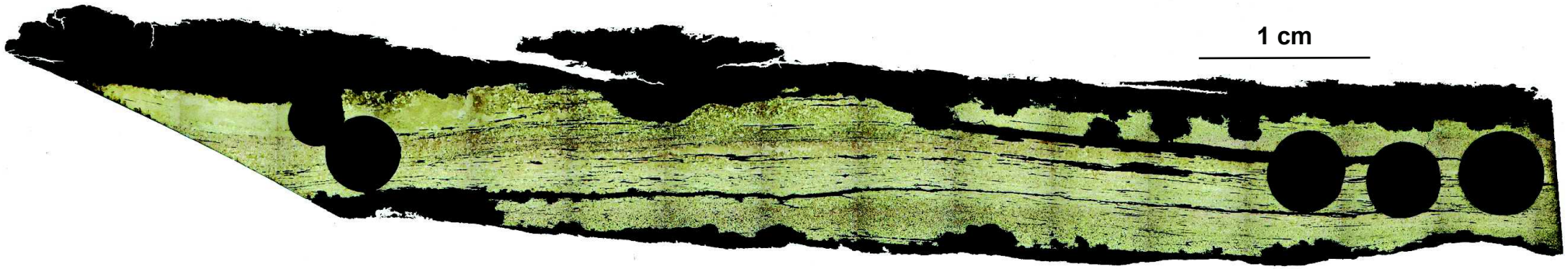
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



BLB93

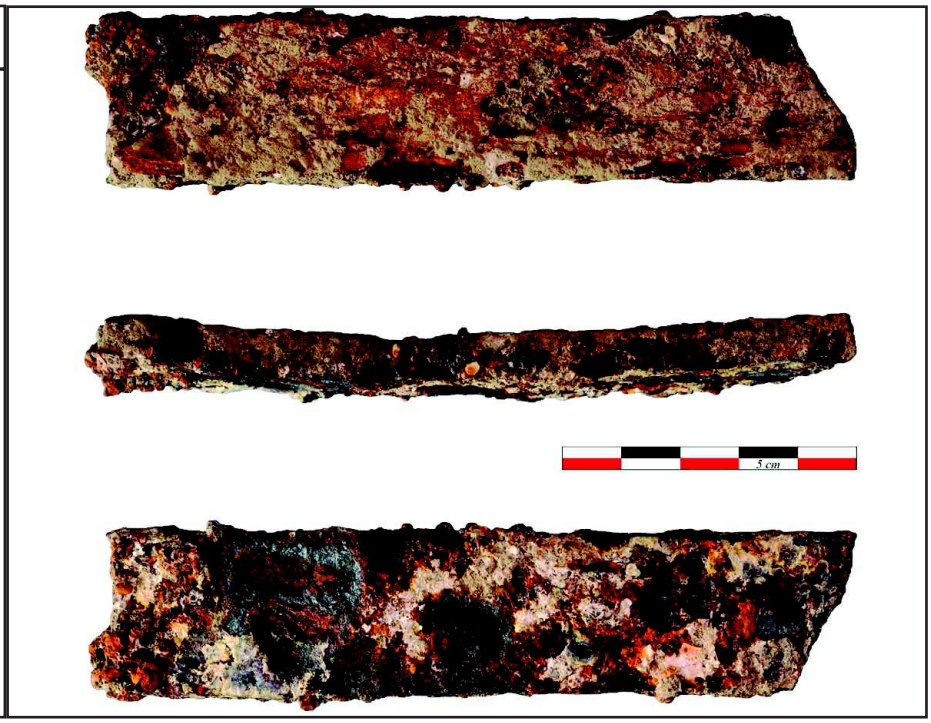
Catégorie : Bandage de roue

Masse : g
Longueur : 121 mm (cons.)
Largeur : 28 mm
Epaisseur : 8 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 5,1 %

Pourcentage moyen de carbone : 0,033 %

Remarque(s) : Etude S. Bauvais



Description morphologique :

Il s'agit d'un fragment de bandage de roue. Sa section est quadrangulaire.

Structure du métal :

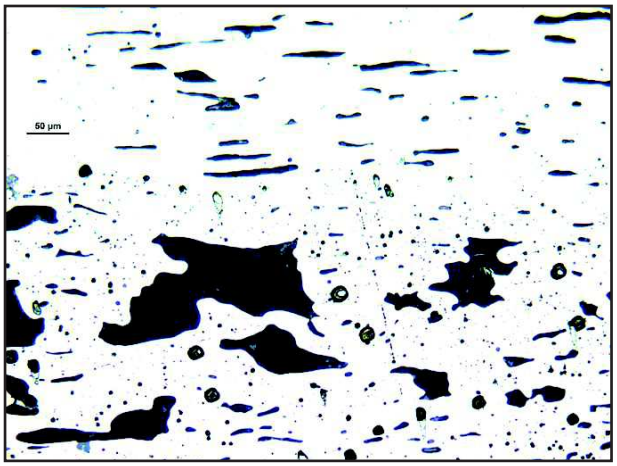
Le métal est compact, mais comporte deux fissures longitudinales et de dimensions plurimillimétriques. La structure du métal est majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions variables, dont les variations mettent en évidence un structure en bande. Des plages ferrito-perlitiques peu carburées (0,1-0,2 % C) sont visibles. L'ensemble forme une alternance de bandes de métal totalement ferritiques et de bandes légèrement carburées. A l'une des extrémités de la section, les bandes présentent une déformation formant deux angles à 90°. Cette déformation est due à la mise en place d'un clou, dont une partie de la tête est visible sur la section.

Inclusions :

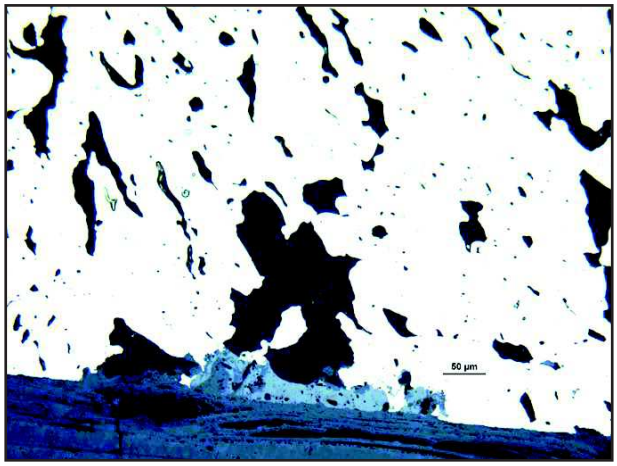
La propreté inclusionnaire du métal est médiocre. Les dimensions des inclusions sont variables. La majorité présentent une forme allongée, mais des inclusions plus trapues sont observables localement. Elles sont situées dans la même bande de métal. La concentration des inclusions, très hétérogène, permet par ailleurs de distinguer les bandes de métal précitées (Cliché **1**). De nombreuses inclusions pulvérisées sont par ailleurs visibles.
Deux faciès minéralogiques dominent. Le premier se caractérise par une matrice finement cristallisée ou amorphe (**2**). Celle-ci peut contenir localement des cristaux en bâtonnets (spinelles) (**3**). Le second s'en distingue par une matrice cristallisée en fines lattes (**4**), au sein de laquelle se développe de la wüstite sous forme de dendrites, ainsi que des cristaux anguleux (hercynite) (**5**).

Conclusion partielle :

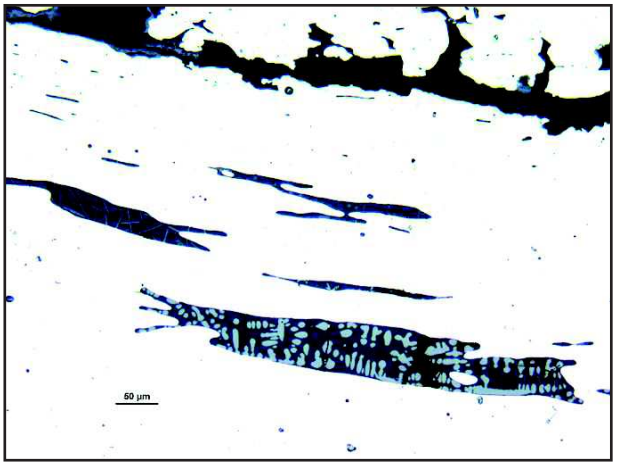
La structure du métal, ainsi que l'organisation des inclusions au sein de ce dernier, indiquent que ce dernier a été mis en forme par allongement. Aucune soudure n'est visible, le fragment de bandage observé est formé d'une seule pièce de métal.



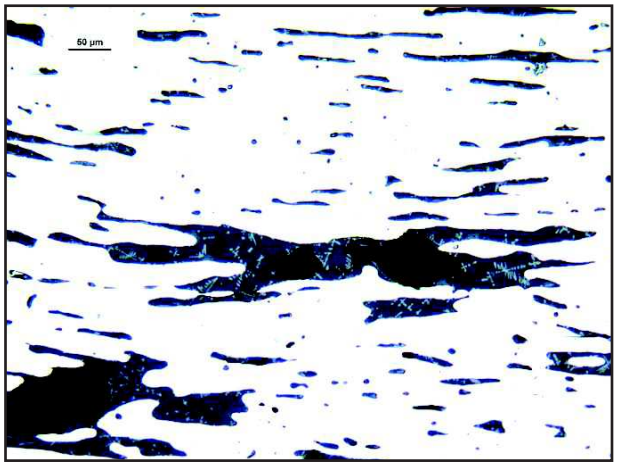
1



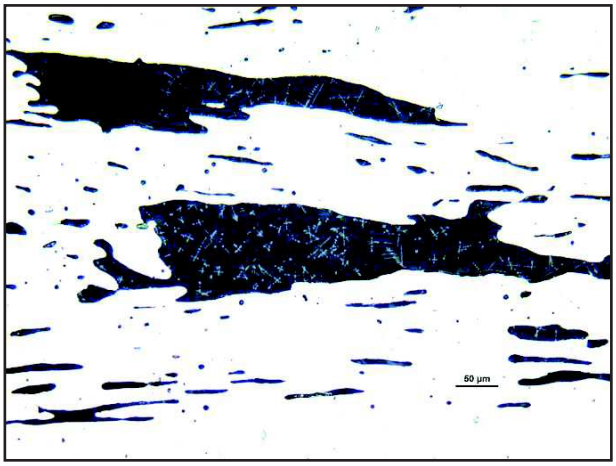
2



3



4

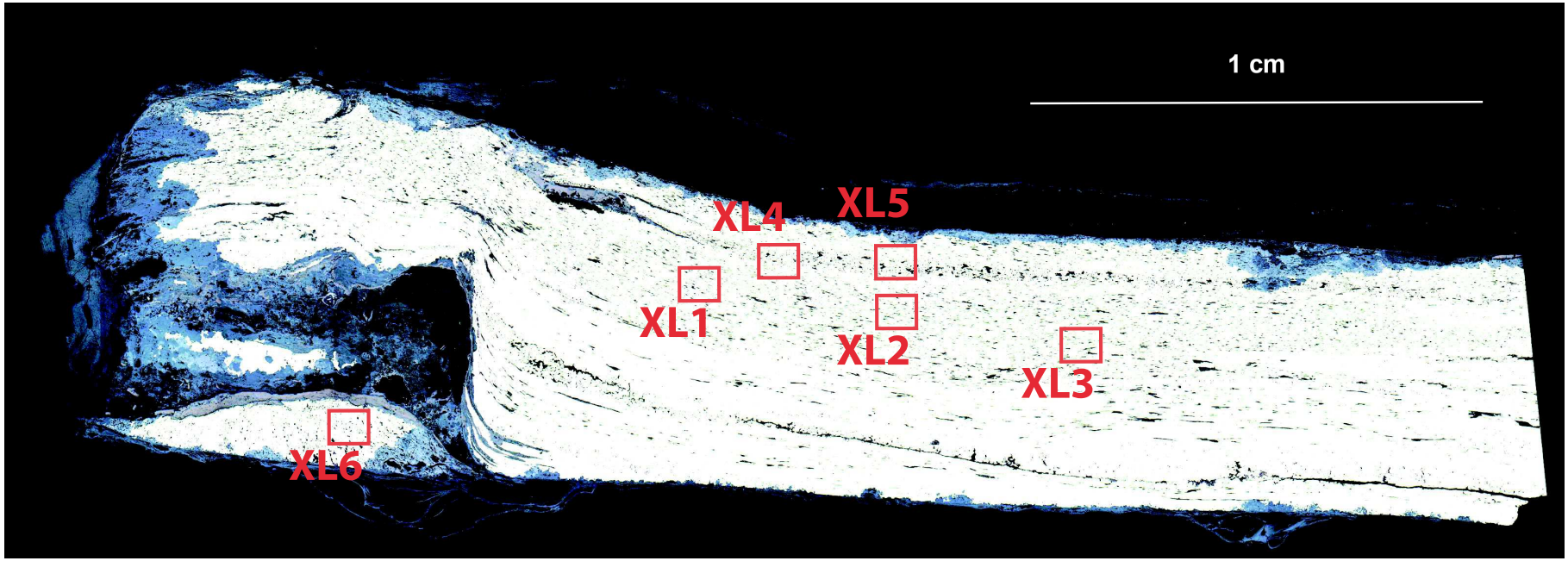


5

6

7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique

STVH160

Catégorie : Bandage de roue
Masse : g
Longueur : 343 mm (cons.)
Largeur : 30 mm
Epaisseur : 12 mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : 3,5 %

Pourcentage moyen de carbone :

Remarque(s) : Etude S. Bauvais

Description morphologique :

Il s'agit d'un fragment de bandage de roue. Sa section est quadrangulaire.

Structure du métal :

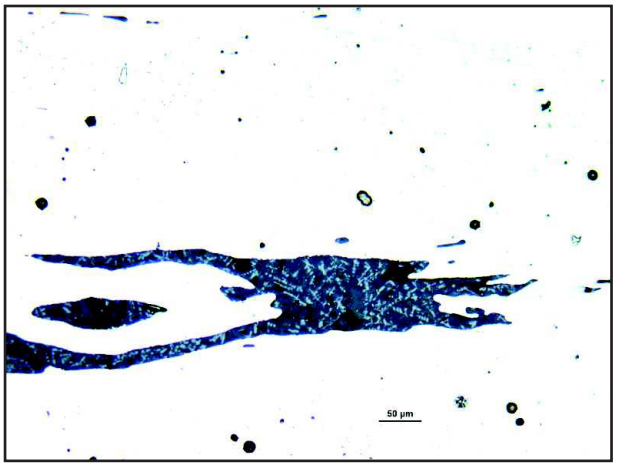
Le métal est compact, et ne comporte ni porosités ni fissures. La corrosion affecte fortement ce dernier, se développant à partir des surfaces.
La structure du métal est exclusivement ferritique. Les grains, equiaxes, présentent des dimensions homogènes. Leur module moyen est de l'ordre de plusieurs centaines de microns. Seuls les grains situés sous les surfaces sont de plus petite taille, de l'ordre de la vingtaine de micromètres.

Inclusions :

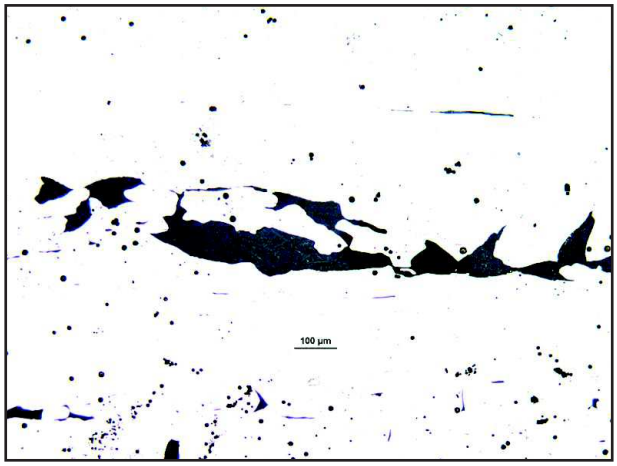
La propreté inclusionnaire du métal est médiocre. Les inclusions sont toutes allongées, mais présentent des contours plus ou moins irréguliers. Elles sont toutes orientées parallèlement aux grandes surfaces et la plupart forment des alignements soulignant le travail de déformation du métal. Plusieurs inclusions présentent une forme complexe, ramifiée (Clichés **1** et **2**). Cette morphologie constitue probablement une relique du compactage d'une masse de métal brut contenant des parcelles de scorie. Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice cristallisée en lattes (fayalite) (**3**), au sein de laquelle se développe généralement de la wüstite sous forme de dendrites. Des cristaux anguleux (hercynite) et en forme de bâtonnets sont également fréquents (**4** et **5**), de même que de fines parcelles métalliques, de dimensions sub-micrométriques. Le second s'en distingue par une matrice dominée par des cristaux polygonaux (fayalite ou mélilites ?) (**6** et **7**).

Conclusion partielle :

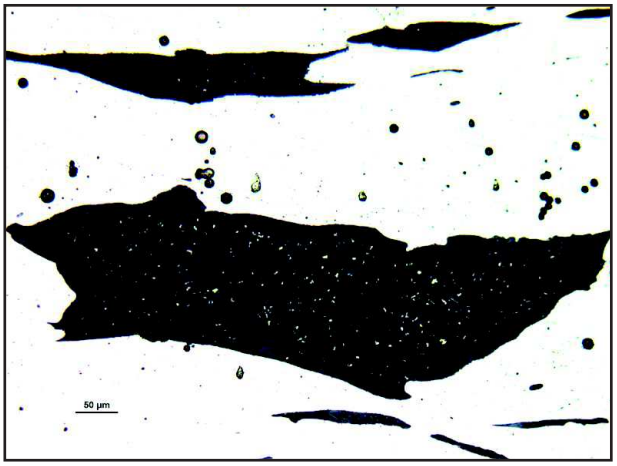
L'organisation des inclusions au sein de ce dernier indique que ce dernier a été mis en forme par allongement. Aucune soudure n'est visible, le fragment de bandage observé est formé d'une seule pièce de métal.



1

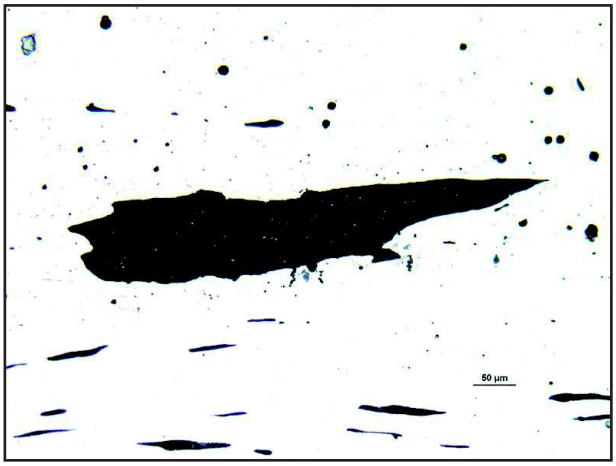


2

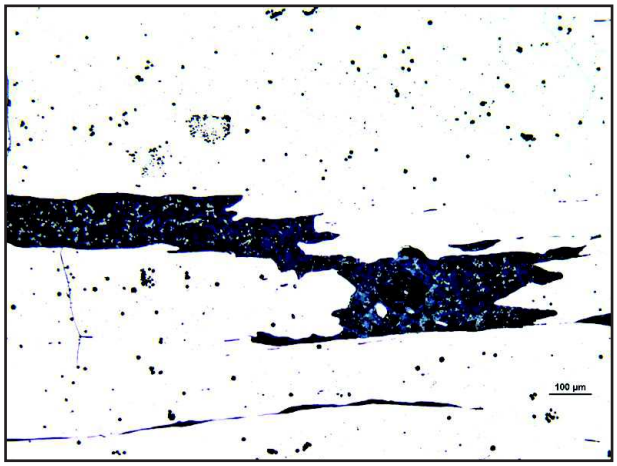


3

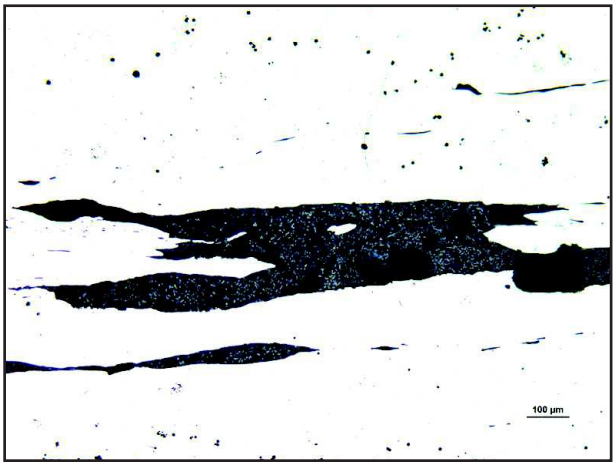
4



5

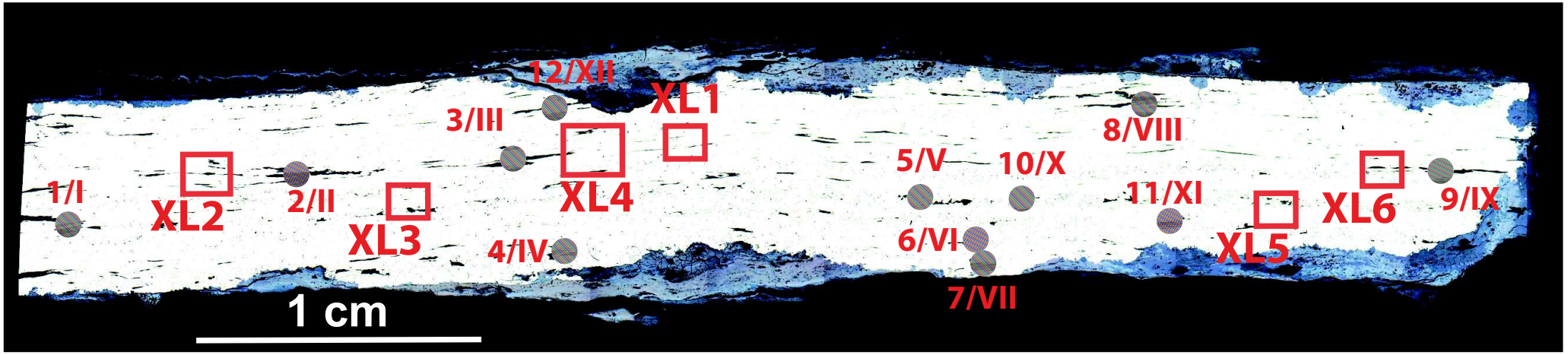


6



7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique

METC113

Catégorie : Bandage de roue

Masse : g
Longueur : mm
Largeur : mm
Epaisseur : mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : 0, 027 %

Remarque(s) : Etude S. Bauvais, A. Disser

Description morphologique :

Structure du métal :

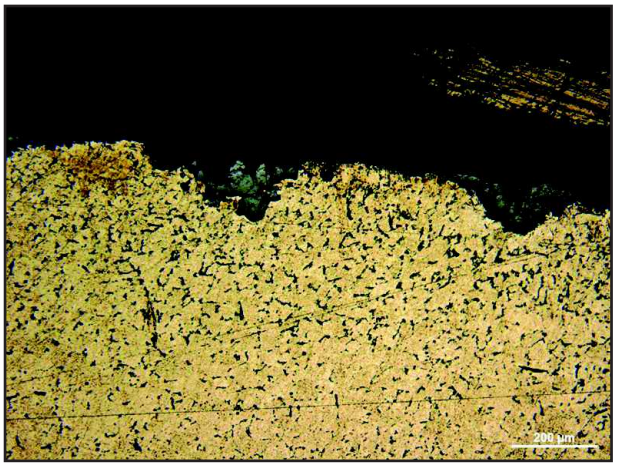
Le métal est compact, et ne comporte ni porosités ni fissures. La corrosion affecte localement ce dernier, se développant à partir des surfaces.
La structure du métal est majoritairement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions variant de la dizaine à quelques centaines de microns. Quelques plages faiblement carburées (ferrito-perlitique à 0,1 % C) sont localement visibles (Clichés **1** et **2**). Des marbrures sont observables réparties de manière homogène sur la totalité de la surface (**3** et **4**).

Inclusions :

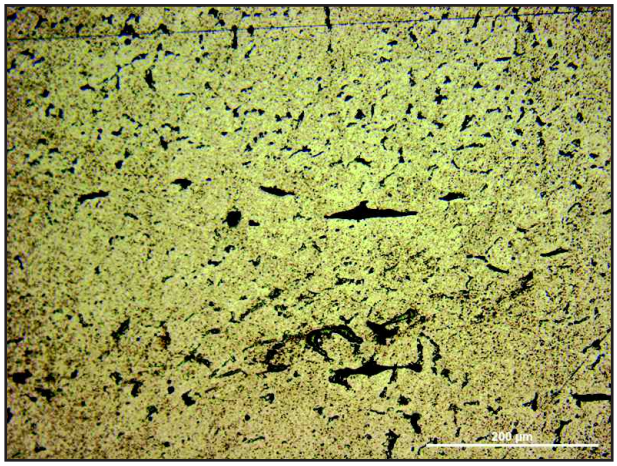
La propreté inclusionnaire du métal est relativement bonne. De dimensions variables, la plupart des inclusions présentent une forme allongée. Elles sont plus ou moins fines. Elles sont dans l'ensemble orientées parallèlement aux grandes surfaces et soulignent la courbure du métal à l'une des extrémités de la section. Plusieurs inclusions présentent une forme complexe, ramifiée. Cette morphologie constitue probablement une relique du compactage d'une masse de métal brut contenant des parcelles de scorie.
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique cristallisée en lattes, exempte de wüstite (**5**). Quelques inclusions comportant de la wüstite sous forme de dendrites ou de globules sont toutefois localement observables (**6**).

Conclusion partielle :

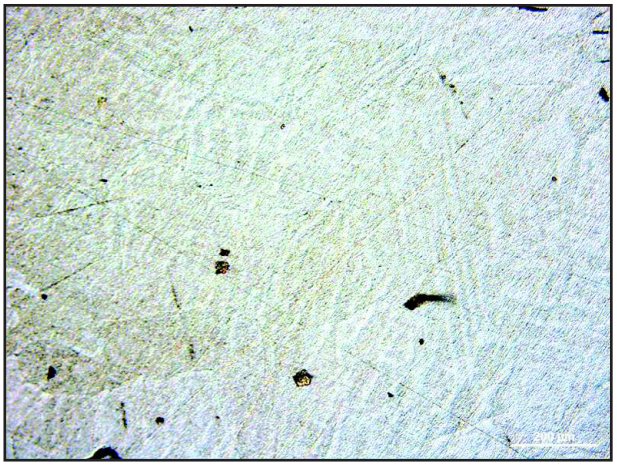
L'organisation des inclusions au sein de ce dernier indique que ce dernier a été mis en forme par allongement.



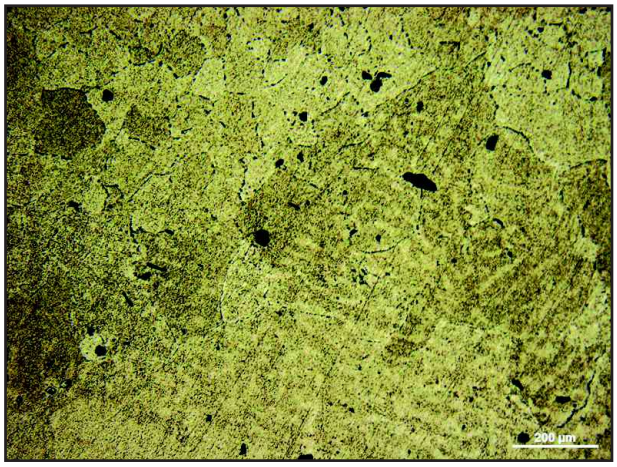
1



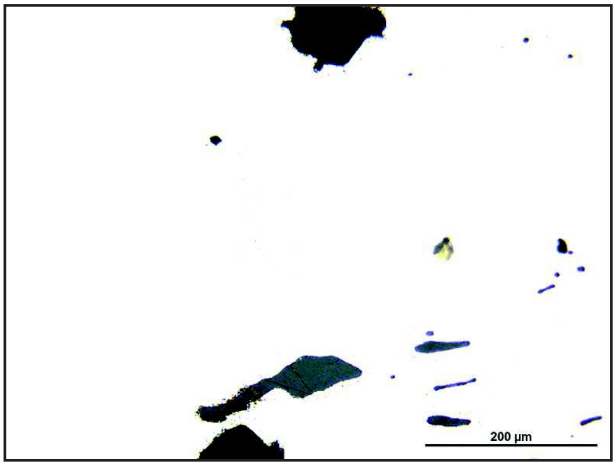
2



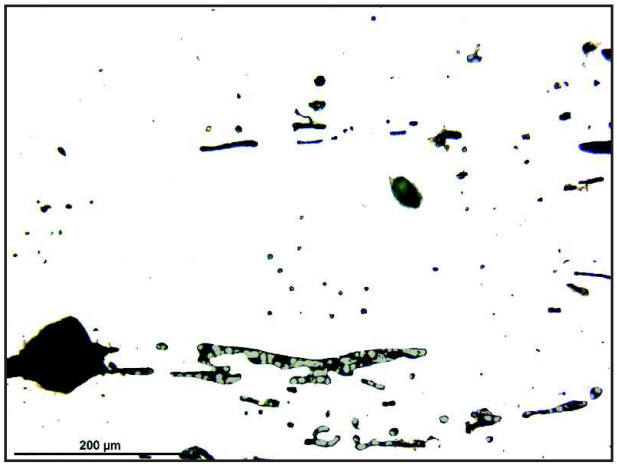
3



4



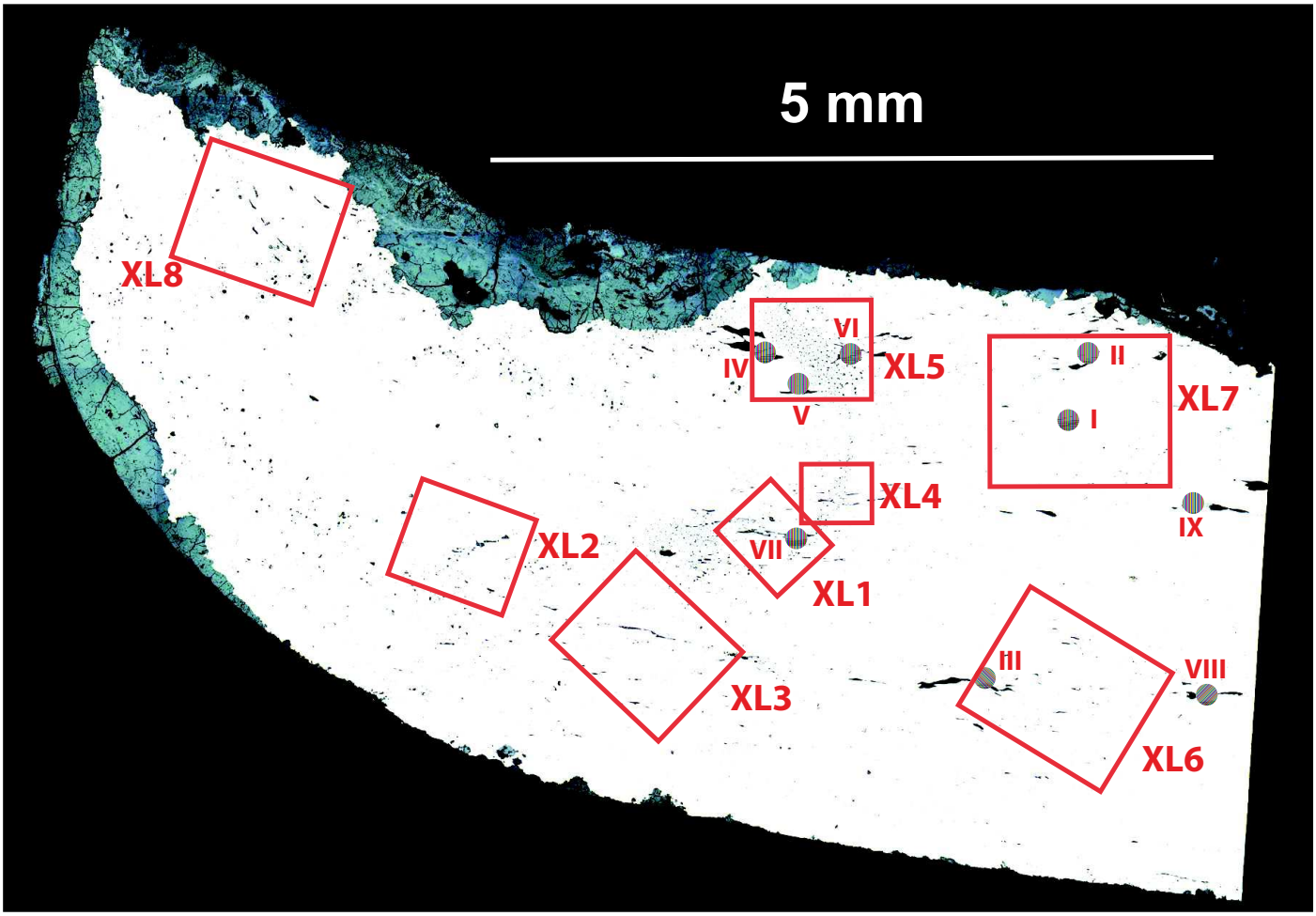
5



6

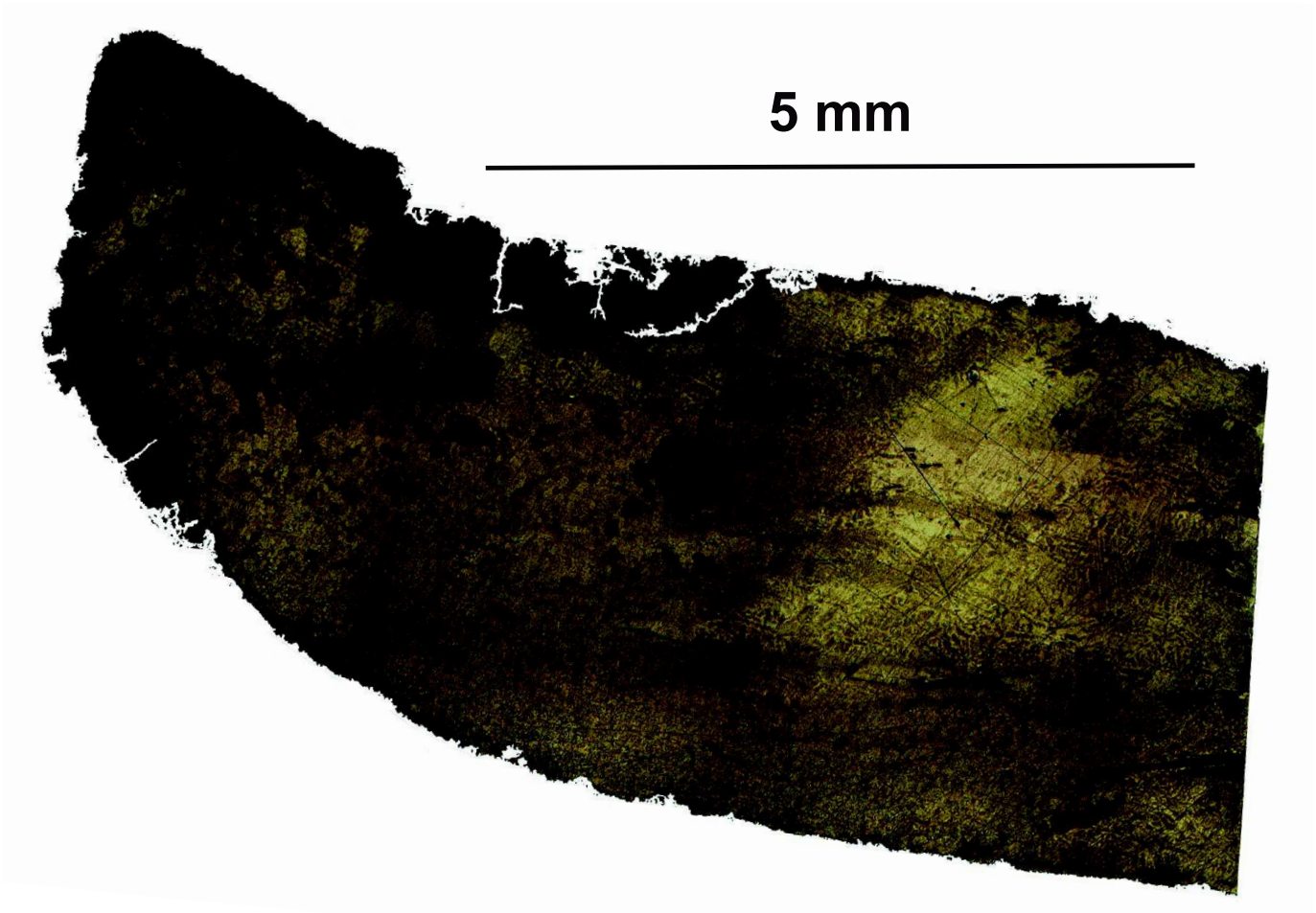
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



METC114

Catégorie : Fragment de masse brute

Masse : g
Longueur : mm
Largeur : mm
Epaisseur : mm
Etape de la chaîne opératoire : Réduction/Epuration

Propreté inclusionnaire : N/A

Pourcentage moyen de carbone : env. 1,2 %

Remarque(s) : Etude S. Bauvais, A. Disser

Description morphologique :

Structure du métal :

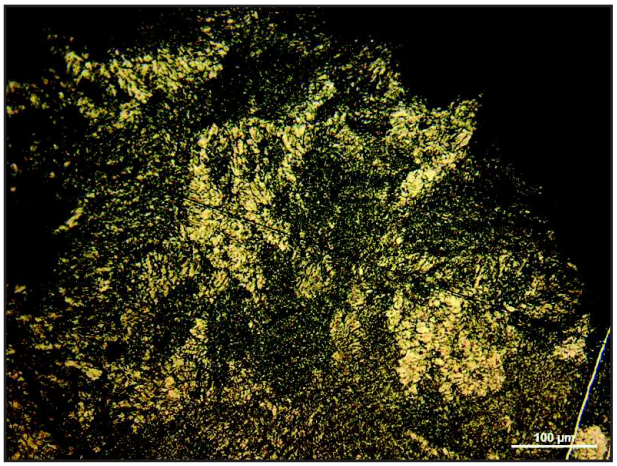
Le métal n'est pas compact. Il comporte de nombreuses porosités, dont les plus importantes présentent des dimensions plurimillimétriques. Ces cavités sont de forme irrégulières, et montrent La corrosion affecte fortement le métal, se développant à partir des surfaces et des porosités.
Le métal est fortement carburé (Cliché **1**). La structure dominante est un acier hypereutectoïde (**2**). Des parcelles de lédéburite sont localement visibles (**3** et **4**).

Inclusions :

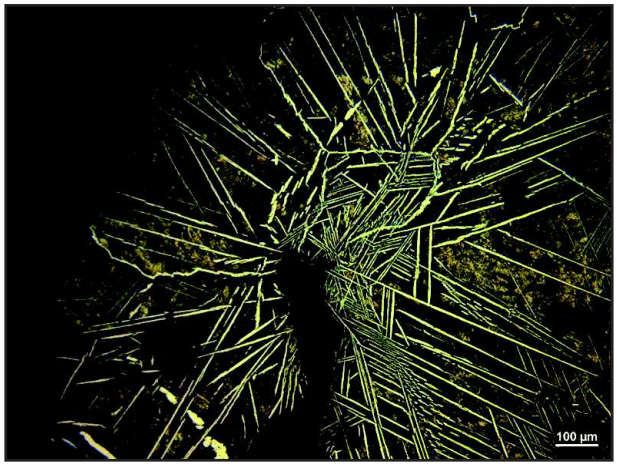
Le métal ne recèle que peu de scorie incluse. Celle-ci est majoritairement observable adhérente aux surfaces, ainsi qu'en remplissage partiel de certaines cavités.
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice constituée de lattes de fayalite de grandes dimensions (**5**), entre lesquelles se développent une cristallisation sous-jacente de lattes de dimensions moindres (**6**).

Conclusion partielle :

Ce fragment métallique est fortement carburé, présentant par endroit la structure d'une fonte blanche. Il est probable que cette carburation importante est abouti à la mise au rebut du fragment.

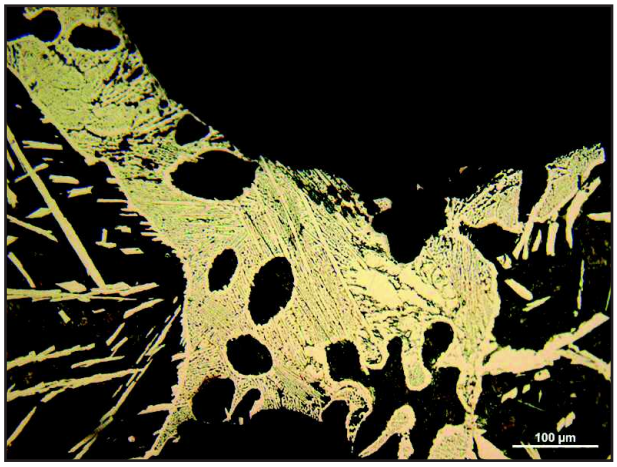


1

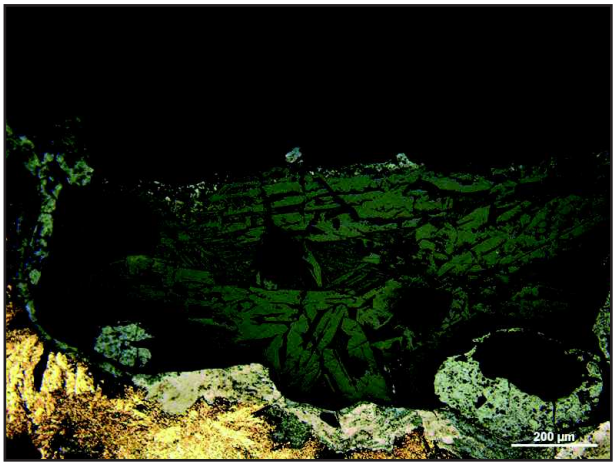


2

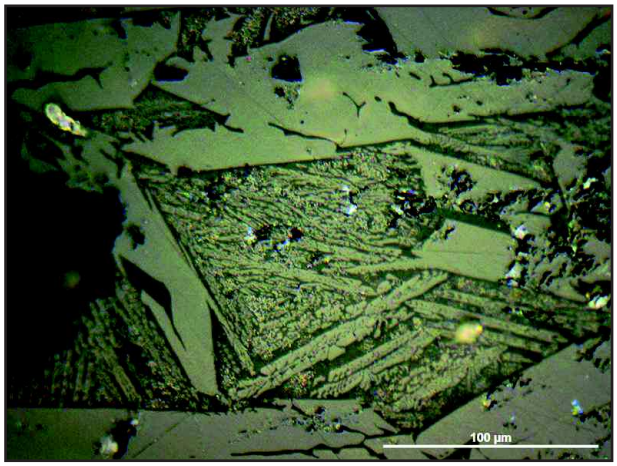
3



4



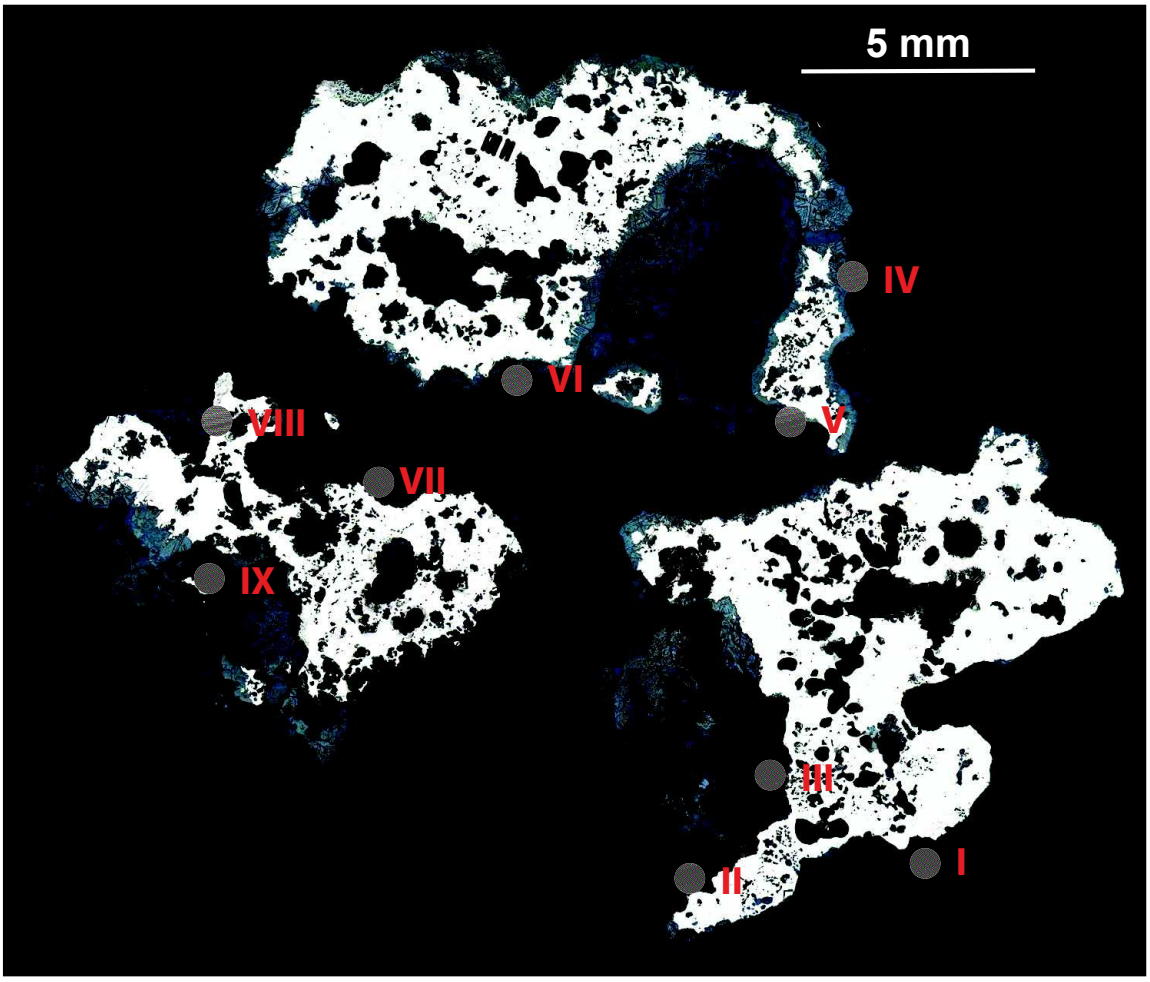
5



6

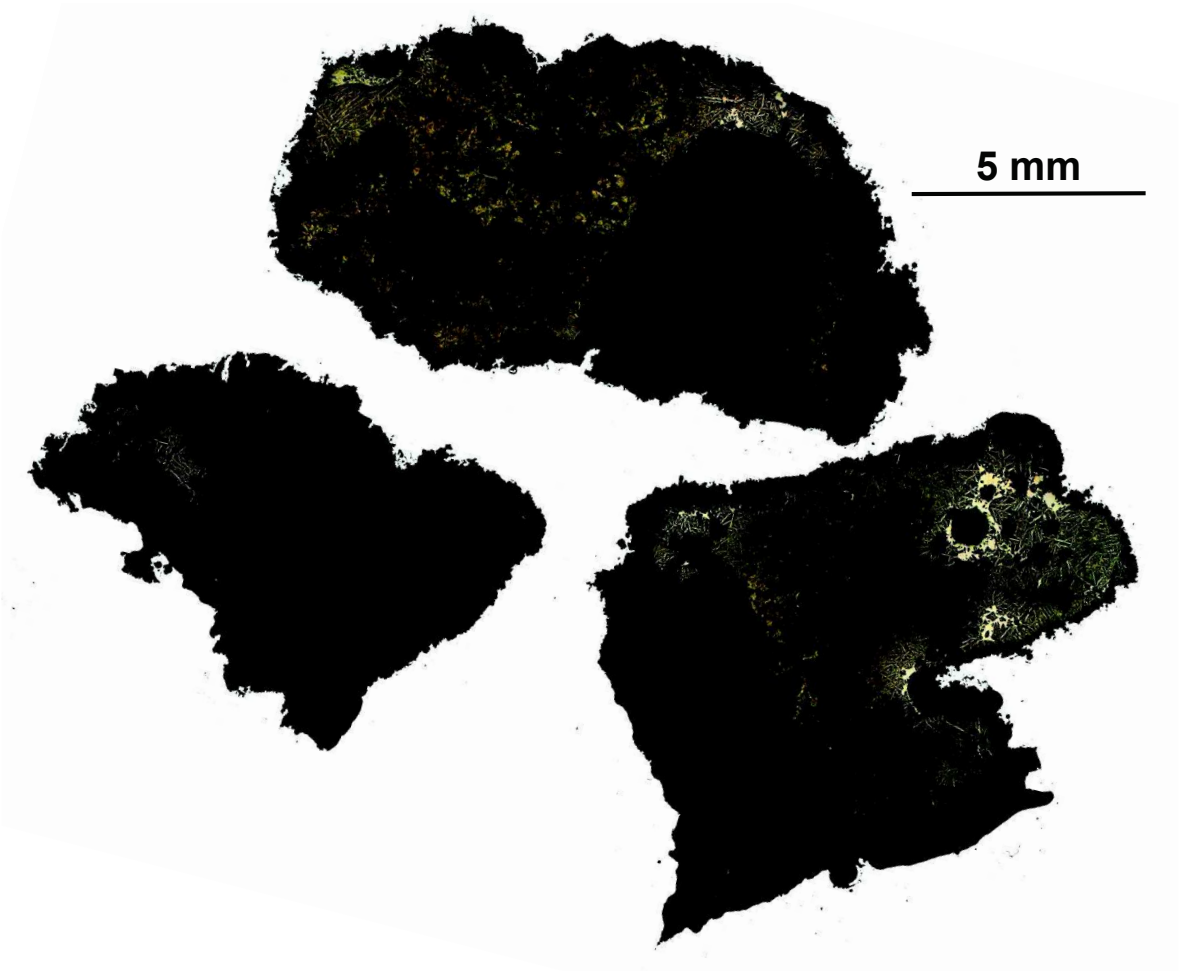
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



METC118

Catégorie : Clou de bandage

Masse : g
Longueur : mm
Largeur : mm
Epaisseur : mm
Etape de la chaîne opératoire : Produit fini

Propreté inclusionnaire :

Pourcentage moyen de carbone : 0,02 %

Remarque(s) : Etude S. Bauvais, A. Disser

Description morphologique :

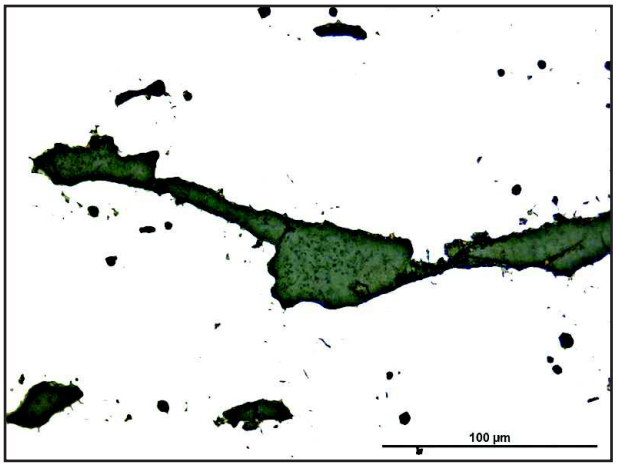
Structure du métal :

Le métal est relativement compact, mais comporte plusieurs porosités et fissures dont les plus importantes présentent des dimensions plurimillimétriques. La corrosion affecte le métal, se développant à partir des surfaces et des porosités.
La structure est exclusivement ferritique. Les grains, équiaxes, présentent des dimensions importantes (de l'ordre d'une centaine à plusieurs centaines de microns).

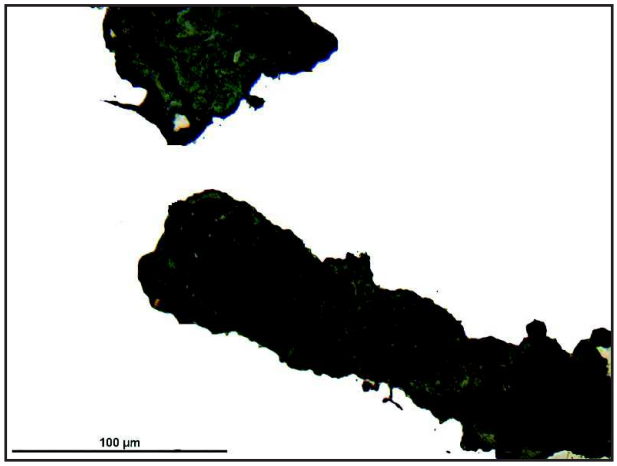
Inclusions :

La propreté inclusionnaire du métal est médiocre. Les inclusions présentent des formes et dimensions variées. La plupart présentent un allongement, mais d'autres restent trapues. Les inclusions ne montrent pas d'orientation préférentielle, mais certaines forment toutefois des alignements limités. De nombreuses inclusions pulvérisées sont observables.
Le faciès minéralogique dominant se caractérise par une matrice fayalitique cristallisée en lattes (Clichés **1** à **3**). Localement de la wüstite s'y développe. Un ensemble d'inclusions constituées par de gros globules de produits d'oxydation à chaud (wüstite/magnétite) est observable.

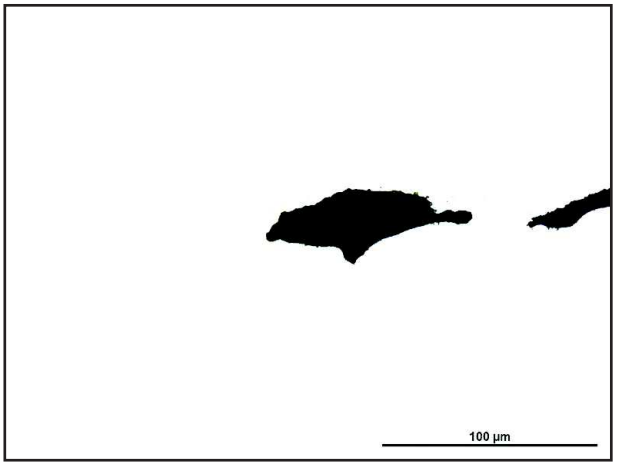
Conclusion partielle :



1



2



3

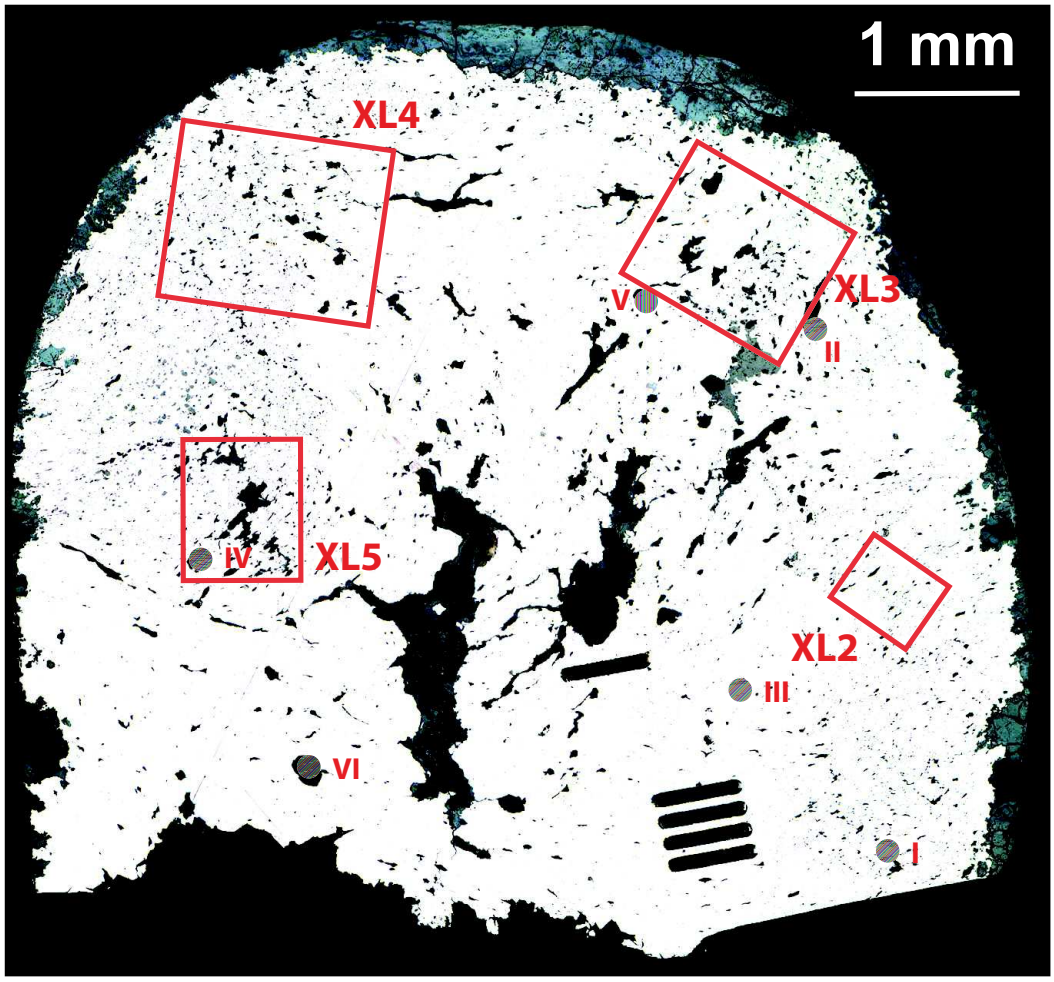
4

5

6

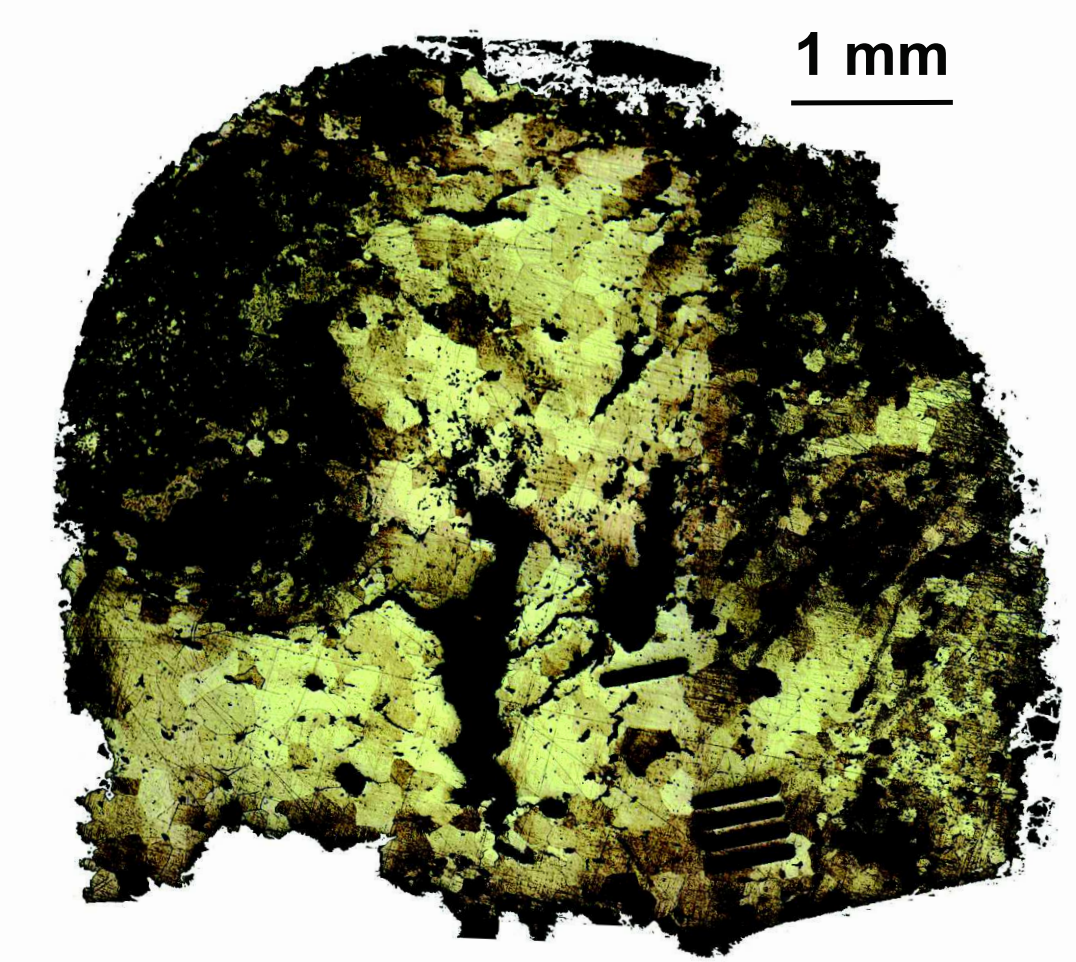
7

8



Repérage des analyses chimiques

Attaque métallographique



RESUME

L'espace lorrain a connu, au cours des XIXe et XXe s., une intense activité sidérurgique reposant sur la réduction d'un minerai sédimentaire, la Minette lorraine. Paradoxalement, on a longtemps considéré qu'aucune activité de production liée à l'exploitation de ce minerai n'avait pris place dans cette région avant l'époque contemporaine. Un programme de recherche initié il y a 25 ans a par ailleurs totalement renouvelé la perception de l'histoire sidérurgique de cet espace. Les activités de production s'y sont déroulées de manière sporadique dès les âges du Fer, avant de prendre de l'ampleur au cours de la période médiévale. Les recherches menées permettent une première appréhension de l'évolution des modes de production du fer en Lorraine à différentes époques, mises en perspective dans leur contexte européen. Toutefois, les modalités de distribution du métal produit restent largement méconnues, du fait de l'indigence relative des sources historiques à cet égard. Une première perception des circuits de distribution du fer se développant au sein de l'espace lorrain est exposée dans ce mémoire, contribuant à l'appréhension des usages du fer à différentes époques.
Une méthodologie développée récemment par le Laboratoire Métallurgies et Cultures et le Laboratoire Archéomatériaux et Prévision de l'Altération, reposant sur la caractérisation chimique des déchets associés à la réduction du minerai et des inclusions présentes dans les produits sidérurgiques, a été employée dans ce but. Ce travail interdisciplinaire propose par ailleurs de nouveaux développements en termes de traitement statistique multivarié de l'information chimique, contribuant ainsi à répondre aux problématiques développées.
Un référentiel géochimique, constitué d'une base de données préexistante et d'informations nouvelles acquises à l'occasion de prospections archéologiques, offre une perception nouvelle de la diversité chimique caractérisant les activités sidérurgiques anciennes au sein de l'espace lorrain et de ses marges. Des ensembles géochimiques de production ont ainsi été mis en évidence. Plusieurs contextes de consommation ont ensuite été considérés, offrant un éclairage sur les circuits de distribution du fer aux époques anciennes en Lorraine. Une démarche statistique, reposant sur l'emploi d'analyses descriptives et de modèles prédictifs, a été appliquée en ce sens, après avoir été éprouvée par l'étude d'ateliers sidérurgiques pour lesquels l'utilisation d'un minerai en particulier est assurée par le contexte archéologique.
Les résultats obtenus permettent de préciser, parfois à l'encontre des hypothèses formulées au préalable, les pratiques d'échange du fer à différentes époques, en regard de nos connaissances quant aux modes de production sidérurgiques. Des discussions portant sur le rôle joué par le travail du fer au sein des sociétés anciennes sont initiées à la lumière des informations nouvellement acquises.

Mots-clefs : Lorraine, Archéométallurgie, Archéométrie, Procédés sidérurgiques, Provenance, Inclusions de scorie, Statistiques multivariées.

ABSTRACT

Lorraine was, during the 19th and 20th c., one of the most important ironmaking areas worldwide, relying on the use of a sedimentary ore, the Minette lorraine. Paradoxically, it has long been thought that no iron was produced using this ore before the modern era. A research program initiated 25 years ago totally renewed our perception of its metallurgical history. Production activities were indeed sporadically performed since the Iron Age, before drastically increasing during medieval times. Research performed allows a first apprehension of the ironmaking activities' forms in Lorraine and their evolution through successive periods, put into perspective in the European context. Iron trade and circulation remain however largely unknown, due to the lack of historical sources. A first insight of the trade networks relative to iron products extending throughout Lorraine and its fringes is exposed in this thesis, contributing to the perception of the use of iron in different periods.
A methodology recently developed by the Laboratoire Métallurgies et Cultures and Laboratoire Archéomatériaux et Prévision de l'Altération, relying on the chemical characterization of smelting slags and slag inclusions entrapped in the iron products, was employed to that purpose. This interdisciplinary work also offers new developments in the multivariate statistical treatment of chemical information, and contributes to answering the issues raised at the beginning of this work.
A geochemical reference set, comprised of a pre-existing database and new information gathered on archaeological surveys performed during this work, was set up. It provides a new perception of the chemical diversity characterizing iron smelting activities within Lorraine and its fringes. Geochemical production sets were emphasized in doing so. Several iron consumption contexts were then considered, offering the possibility of shedding light on iron spreading networks during ancient times in Lorraine. A statistical approach, relying on the use of both descriptive statistical analyses and predictive modelling, was applied to that purpose. It was beforehand tested by studies performed on workshops for which the use of a given ore is attested by archaeological records.
Results allow enlightening, sometimes against formerly formulated hypotheses, the practices in terms of the iron's trade through different periods, facing our current knowledge about iron production modes. Benefiting from newly gathered information, discussions about the role played by ironworking activities among ancient societies are initiated.

Keywords: Lorraine, Archaeometallurgy, Archaeometry, Ironmaking processes, Provenance, Slag inclusions, Multivariate statistics.